

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5692726号
(P5692726)

(45) 発行日 平成27年4月1日(2015.4.1)

(24) 登録日 平成27年2月13日(2015.2.13)

(51) Int.Cl.		F I			
C 2 3 C	14/24	(2006.01)	C 2 3 C	14/24	R
C 2 3 C	14/14	(2006.01)	C 2 3 C	14/14	B
H O 1 G	9/055	(2006.01)	H O 1 G	9/04	3 4 6

請求項の数 1 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2011-189748 (P2011-189748)
 (22) 出願日 平成23年8月31日 (2011.8.31)
 (65) 公開番号 特開2012-72495 (P2012-72495A)
 (43) 公開日 平成24年4月12日 (2012.4.12)
 審査請求日 平成25年10月10日 (2013.10.10)
 (31) 優先権主張番号 特願2010-194908 (P2010-194908)
 (32) 優先日 平成22年8月31日 (2010.8.31)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 504258527
 国立大学法人 鹿児島大学
 鹿児島県鹿児島市郡元一丁目21番24号
 (74) 代理人 100090273
 弁理士 園分 孝悦
 (72) 発明者 肥後 盛秀
 鹿児島県鹿児島市郡元一丁目21番24号
 国立大学法人 鹿児島大学内
 (72) 発明者 満塩 勝
 鹿児島県鹿児島市郡元一丁目21番24号
 国立大学法人 鹿児島大学内
 審査官 伊藤 光貴

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウム薄膜の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

アルミニウム基板上に真空蒸着法によりアルミニウム薄膜を形成する方法であって、
 1.4×10^{-6} Torr以上 3.1×10^{-6} Torr以下の真空度で、蒸着温度を460 以上
 520 以下とするとともに、
 蒸着速度を 0.5 nm/s 以上 10.0 nm/s 以下として、前記アルミニウム薄膜を
 形成することを特徴とするアルミニウム薄膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルミニウム薄膜の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電解コンデンサに用いられる電極は、いわゆる溶液法により、アルミニウム薄膜の電気的なエッチングを用い、大量の電気及び化学薬品を使用して、廃棄物を排出しながら製造されている。現在、この溶液法によるアルミニウム薄膜の表面積の増加率は限界に達しており、新しい製造方法による表面積の更なる拡大が望まれている。

【0003】

真空蒸着法を用いたアルミニウム薄膜の製造方法が特許文献1に開示されている。この技術では、分圧 2×10^{-3} Torr ~ 5×10^{-3} Torrの窒素と分圧 2×10^{-4} Torr ~ 5×10

10^{-4} Torrの酸素との混合雰囲気中、蒸着速度約300オングストローム/sで温度300のアルミニウム箔上にアルミニウムを蒸着する。これにより、カリフラワー状の表面構造を有するアルミニウム薄膜が形成される。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特表2004-524686号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

特許文献1の技術によれば、電解コンデンサの電極として、大きな表面積を有するアルミニウム薄膜が得られる。しかしながら近時では、表面積の更に大きなアルミニウム薄膜が要求されつつある。また、電解コンデンサの電極以外にも、様々な用途に適応したアルミニウム薄膜が求められている。

【0006】

本発明は、上記の課題に鑑みてなされたものであり、真空蒸着によるドライな条件で、化学薬品を使用することなく、廃棄物の排出を抑えながら極めて大きな比表面積を有するアルミニウム薄膜の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明のアルミニウム薄膜の製造方法は、アルミニウム基板上に真空蒸着法によりアルミニウム薄膜を形成する方法であって、 1.4×10^{-6} Torr以上 3.1×10^{-6} Torr以下の真空度で、蒸着温度を460以上520以下とするとともに、蒸着速度を0.5nm/s以上10.0nm/s以下として、前記アルミニウム薄膜を形成する。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、真空蒸着によるドライな条件で、化学薬品を使用することなく、廃棄物の排出を抑えながら極めて大きな比表面積を有するアルミニウム薄膜を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】本実施形態において、各種基板の加熱に用いるヒーターブロック及びマスクを示す模式図である。

【図2】電解コンデンサの概略構成を示す模式図である。

【図3】触媒金属膜の概略構成を示す模式図である。

【図4】分離素子の概略構成を示す模式図である。

【図5】雲母基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図6】雲母基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図7】W基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図8】W基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図9】Mo基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図10】Mo基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図11】SUS基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図12】SUS基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図13】Au基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図14】Au基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図15】Al基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図16】Al基板上に形成したAl薄膜のAFMによる測定結果を示す図である。

【図17】Al基板上に形成したAl薄膜のSEMによる画像写真を示す図である。

【図18】Al基板上に形成したAl薄膜の構成を模式的に示す斜視図である。

10

20

30

40

50

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、本発明のアルミニウム薄膜及びその製造方法の具体的な実施形態を、図面を参照しながら詳細に説明する。

本実施形態では、高真空中で金属基板、例えばアルミニウム(A1)基板上に、以下で説明する諸条件でA1を真空蒸着法により蒸着して、A1薄膜を形成する。

【0012】

A1基板上へのA1の真空蒸着は、例えば、内径40cm、高さ28cmのステンレス製のベルジャー内で行い、液体窒素トラップを付けた例えば6インチの油拡散ポンプを用いて真空排気を行う。ベルジャーに取り付けた電離真空計を用いて真空度を測定する。

10

【0013】

本実施形態では、A1薄膜を作製する際に、例えば抵抗加熱法を用いる。A1基板の加熱には、図1に示すように、銅製のヒーターブロック11と、A1基板を載置するためのマスク12とを使用する。ヒーターブロック11には、熱電対の穴11aが形成されている。A1基板の加熱には、ヒーターブロック11を用い、温度校正された熱電対を用いて温度を測定する。蒸着時のポートの加熱によるヒーターブロック11の温度上昇は最高で例えば3程度である。

【0014】

A1基板の洗浄

アセトン及びメタノールを用いて、A1基板を洗浄する。具体的には、A1基板をアセトン中に浸漬させ、10分間の超音波洗浄を2回行う。続いて、A1基板をメタノール中に浸漬させ、10分間の超音波洗浄を2回行う。

20

【0015】

真空蒸着法

上記のように、抵抗加熱法を用いて真空蒸着を行う。真空蒸着装置の蒸着チャンバ内に、蒸着源、ここでは例えば純度99.999%のA1を例えばモリブデン(Mo)製或いはタングステン(W)製のポートに載置し、ポートに電流を流すことによって蒸着源を加熱し、被蒸着対象であるA1基板上にA1を蒸着する。ポートとA1基板との距離を例えば13cmにする。A1基板の直下のシャッターを開閉することにより、蒸着の開始及び終了の操作を行う。A1基板の近傍に設けられた水晶振動子膜厚計を用いて蒸着速度及びA1膜厚を測定する。

30

なお、本実施形態の真空蒸着として、抵抗加熱法の代わりに、電子ビームを蒸着源に集中照射して加熱し蒸発させる、いわゆる電子ビーム加熱蒸着法を用いることもできる。

【0016】

上記のように洗浄したA1基板を蒸着チャンバ内に設置し、 1.4×10^{-6} Torr以上 3.1×10^{-6} Torr以下の高真空中で、500に例えば2時間程度保持する。そして、460以上520においてA1基板上に、 0.5 nm/s 以上 10.0 nm/s 以下の蒸着速度でA1を蒸着する。A1基板の温度が90程度となるまで自然冷却した後、A1基板を大気中に取り出す。

【0017】

本実施形態による真空蒸着の各条件において、真空度が低い(例えば、 $10^{-4} \sim 10^{-5}$ Torr程度)と、A1基板の表面に汚染物が付着し易く、基板表面の清浄度が劣る。また、上記のポートが焼き切れ易くなる。本実施形態では、雰囲気ガス等を用いることなく、 1.4×10^{-6} Torr以上 3.1×10^{-6} Torrの高真空度とすることにより、A1基板表面の清浄度が向上し、ポートの焼き切れ等の真空蒸着装置の不都合が生じることもない。本実施形態の高真空度で加熱したA1基板について、X線光電子分光法(XPS)により調べたところ、A1基板表面の十分な清浄度が確認された。

40

【0018】

また、蒸着温度が550を越えると、A1基板が上記のヒーターブロックに付着して変形する懸念がある。蒸着温度が比較的低温、例えば400程度であると、下記の構造

50

を有する独立したAl粒子のアレー構造を得ることができない懸念がある。本実施形態では、下記の構造のAl薄膜を確実に得るべく、蒸着温度を460以上520以下に規定する。

また、本実施形態では、下記の構造のAl薄膜を確実に得るべく、蒸着速度を0.5nm/s以上10.0nm/s以下に規定する。

【0019】

作製されたAl薄膜

Al基板にはAl薄膜が形成される。作製されたAl薄膜は、先端尖状の柱状とされた複数の各々孤立したAl粒子がAl基板に並列して集合するアレー構造として構成される。

Al薄膜を構成する各Al粒子は、平均直径が1.1μmで標準偏差が0.4μmのほぼ均一な範囲に分布しており、高さは例えば0.15μm程度で殆どばらつきなく均一である。Al薄膜の膜厚はAl粒子の高さと等しく、例えば0.15μm程度となる。各Al粒子間には貫通した空隙が形成されており、Al薄膜は凹凸状の表面を有する。この構造により、当該Al薄膜は、極めて大きな比表面積を有する。比表面積とは、単位体積当たりの表面積を言う。

【0020】

Al薄膜の利用方法

本実施形態により作製されるAl薄膜は、例えば以下に示すような多種の用途に利用される。

【0021】

(1) 電解コンデンサの電極

電解コンデンサの概略構成を図2に示す。

図2(a)の一部断面図に示すように、電解コンデンサは、陽極箔21と陰極箔22とで誘電体であるセパレータ23を挟持し、陽極箔21とセパレータ23との界面及び陰極箔22とセパレータ23との界面に電解液24が浸潤して構成される。

【0022】

コンデンサでは、その容量は、誘電体膜を挟んで対向する各電極の対向面の表面積に比例する。図2(b)に示すコンデンサでは、対向配置する電極25, 26の各対向面25a, 26aは平坦であり、これらの表面積(比表面積)は小さい。これに対して図2(c)に示すコンデンサでは、対向配置する電極27, 28の各対向面27a, 28aは凹凸状とされており、図2(b)と比べて表面積(比表面積)は大きい。図2(c)では、対向面27a, 28aの凹凸が微細である(凹凸の数が多い)ほど表面積(比表面積)は増大する。

【0023】

従って図2(a)の電解コンデンサでは、陽極箔21及び陰極箔22の各対向面の表面積(比表面積)が大きいほど、また各対向面の凹凸が微細である(凹凸の数が多い)ほど表面積(比表面積)は大きく、その容量も大きい。

【0024】

本実施形態のAl薄膜は、均一形状のAl粒子からなる微細な凹凸状表面により、表面積(比表面積)は極めて大きい。一例として、本実施形態のAl薄膜は、表面が平坦なAl薄膜の2.7倍程度の比表面積を持つことが確認されている。このAl薄膜を電解コンデンサの電極の少なくとも一方(上記の例では陽極箔21及び陰極箔22の双方)に適用することにより、極めて大きな容量を得ることができる。

【0025】

(2) 触媒金属膜

Al薄膜は、その表面に存する(自然酸化等により生成された)アルミナ(Al_2O_3)が化学工業における各種の触媒として機能するため、触媒金属膜として用いられる。

触媒金属膜では、触媒の反応効率は表面積によって決まる。図3(a)のように、表面31aが平坦で表面積の小さい触媒金属膜31に比べて、図3(b)のように、表面32

10

20

30

40

50

aが凹凸状で表面積の大きい触媒金属膜32では、反応物質（反応前をA、反応後をBとする）との接触頻度が多く、触媒の反応効率が高い。

【0026】

本実施形態のAl薄膜は、均一形状のAl粒子からなる微細な凹凸状表面により、表面積（比表面積）は極めて大きい。このAl薄膜を触媒金属膜に適用する（触媒金属膜32に適用する）ことにより、極めて高い反応効率を得ることができる。

【0027】

(3)分離素子

Al薄膜の表面のアルミナは、薄層クロマトグラフィ(TLC)と同様に、その表面における物質との相互作用を利用することにより短時間で物質を分離する機能を有するため、分離素子として用いられる。

10

分離素子では、物質との相互作用の効率は表面積によって決まる。図4(a)のように、表面41aが平坦で表面積の小さい分離素子41に比べて、図4(b)のように、表面42aが凹凸状で表面積の大きい分離素子42では、物質との相互作用の頻度が多く、相互作用の効率が高い。

【0028】

本実施形態のAl薄膜は、均一形状のAl粒子からなる微細な凹凸状表面により、表面積（比表面積）は極めて大きい。このAl薄膜を分離素子に適用する（分離素子42に適用する）ことにより、極めて高い相互作用効率を得ることができる。そのため本実施形態のAl薄膜は、近年着目されている、例えばLOC(Laboratory On a Chip)等への応用が期待できる。

20

【実施例】

【0029】

以下、本発明の実施例及びその比較例について、図面を参照して詳細に説明する。

【0030】

各種の基板上に形成したAl薄膜の表面状態

Al薄膜を蒸着形成する基板の材質をいくつか変えて、本実施形態による蒸着条件でAl薄膜を形成し、作製された各Al薄膜について、これらの表面状態を走査型電子顕微鏡(SEM)及び原子間力顕微鏡(AFM)を用いて観察及び測定した。SEMによる観察条件は、15kVで3000倍あるいは6000倍とした。AFMによる測定条件は、10 μ m \times 10 μ m、500nmグレースケールとした。

30

【0031】

基板として、雲母基板、W基板、Mo基板、ステンレス(SUS)基板、金(Au)基板、Al基板をサンプル基板として用いた。

まず、W基板、Mo基板、SUS基板、Au基板、Al基板の各サンプル基板をアセトン及びメタノールを用いて洗浄した。具体的には、各サンプル基板をアセトン中に浸漬させ、10分間の超音波洗浄を2回行った。続いて、各サンプル基板をメタノール中に浸漬させ、10分間の超音波洗浄を2回行った。

【0032】

真空蒸着装置を用いて、各サンプル基板を500℃まで加熱し、その状態で2時間保持した。加熱後の各サンプル基板の表面が清浄されることをXPSにより確認した。

40

各サンプル基板に対して、1.4 \times 10⁻⁶Torr以上3.1 \times 10⁻⁶Torr以下の高真空中で、蒸着温度500℃、蒸着速度0.5nm/s、2.0nm/s、10.0nm/sでAlを蒸着し、各Al薄膜を膜厚150nm程度に形成した。

各サンプル基板を自然冷却により90℃程度まで冷却した後、各サンプル基板を真空チャンバから取り出した。

【0033】

SEMによる画像写真及びAFMによる測定結果を図5～図16に示す。

図5、図7、図9、図11、図13、図15は、それぞれ、雲母基板、W基板、Mo基板、SUS基板、Au基板、Al基板のSEMによる画像写真を示している。倍率は30

50

00倍である。各図において、(a)が蒸着速度0.5nm/s、(b)が2.0nm/s、(c)が10.0nm/sの場合にそれぞれ対応する。

図6、図8、図10、図12、図14、図16は、それぞれ、雲母基板、W基板、Mo基板、SUS基板、Au基板、Al基板のAFMによる測定結果を示している。各図において、(a)が蒸着速度0.5nm/s、(b)が2.0nm/s、(c)が10.0nm/sの場合にそれぞれ対応する。

【0034】

雲母基板を用いた場合には、図5及び図6のように、孤立状態のAl領域を有する表面状態のAl薄膜が得られた。しかしながら、各Al領域は比較的大きく、Al薄膜の大きな比表面積を得るには至らないものと評価される。

10

【0035】

W基板、Mo基板、SUS基板を用いた場合には、図7～図12のように、作製されたAl薄膜の表面には所々に亀裂が生じており、明確に孤立したAl粒子の構造は見られない。

【0036】

Au基板を用いた場合には、図13及び図14のように、作製されたAl薄膜の表面には、孤立したAl粒子の構造が見られる。但し、孤立したAl粒子の構造はまばらであり、Al粒子の存在しない領域も見られる。

【0037】

Al基板を用いた場合には、図15及び図16のように、作製されたAl薄膜の表面には、孤立した円柱状であってサイズが均一なAl粒子の構造が明確に見られる。Al粒子とAl粒子との間には空隙が存在する。各Al粒子は、Al基板上から直立していると考えられる。個々のAl粒子の露出した側面部分が、Al薄膜の比表面積の増加に特に大きく寄与するものと考えられる。

20

【0038】

Al基板上に形成するAl薄膜の粒子直径の測定

図15のSEMによる画像写真に基づいて、Al粒子の直径を測定した。

具体的には、図15(a)～(c)のSEMによる画像写真について、Al粒子の「直径」を各画像写真におけるAl粒子の水平方向(左右方向)と垂直方向(上下方向)の径と定義し、粒子の直径の平均値と標準偏差を求めた。その結果は以下の表1に示すように、 $1.1 \pm 0.4 \mu\text{m}$ となった。このことから、作製されたAl薄膜のAl粒子の直径は、 $0.7 \mu\text{m}$ 以上 $1.5 \mu\text{m}$ 以下のほぼ均一な範囲に分布していることが確認された。

30

【0039】

Al基板上に形成するAl薄膜の蒸着速度の依存性

上記のように蒸着速度0.5nm/s、2.0nm/s、10.0nm/sでAl基板上に作製したAl薄膜について、 $W(\text{nm})$ 及び $Rms(\text{nm})$ を測定し、最表面積の増加率を算出した。 $W(\text{nm})$ はベアリング解析により求めた表面高さ分布のピークの半値幅を、 $Rms(\text{nm})$ は表面高さの標準偏差であり、いずれも表面の粗さ度合いを表す。最表面積とは、AFMで測定したAl薄膜の見かけの表面積を言う。結果を以下の表1に示す。

40

【0040】

【表 1】

蒸着速度 (nm/s)	粒子の直径と 標準偏差 (μm)	W (nm)	Rms (nm)	最表面積の 増加率 (%)
0.5	1.05 \pm 0.38	253	92.8	20.1
2.0	1.11 \pm 0.53	222	82.9	16.3
10.0	1.06 \pm 0.35	227	83.6	21.2

10

【0041】

表1の結果から、蒸着速度に対するAl薄膜の最表面の形態及び表面粗さ、更に最表面積の増加率に大きな相違は認められなかった。

このように、蒸着速度を0.5nm/s～10.0nm/sとして真空蒸着することにより、上記した所期の表面状態とされたAl薄膜を得ることができることが確認された。なお、0.5nm/s～10.0nm/sの範囲内の蒸着速度では、Al薄膜の表面状態に差異は認められなかった。

【0042】

Al基板の上に形成したAl薄膜の全表面積の増加率

平坦な表面のAl基板のみの試料(試料A)と、上記のように当該表面にAl薄膜を蒸着速度0.5nm/s、2.0nm/s、10.0nm/sで形成したAl基板の試料(それぞれ試料B、試料C、試料D)とについて、交流インピーダンス法を用いて容量を測定した。具体的には、室温で0.5mol/lの硫酸ナトリウム水溶液中に試料A、B、C、Dをそれぞれ浸漬させ、カーボンファイバーの対電極を用いて試料A、B、C、Dの5mm×5mmの領域の電気二重層の容量を測定した。測定結果を以下の表2に示す。ここで、 R_1 は溶液の抵抗、 R_2 とCはそれぞれ電気二重層の抵抗と容量である。なお、電気二重層の容量Cは cm^2 当たりの値である。

20

【0043】

【表 2】

試料	R_1 (k Ω)	R_2 (k Ω)	C ($\mu\text{F}/\text{cm}^2$)	全表面積の比	全表面積の 増加率 (%)
A (平坦基板)	0.31 ~32.0	2.71 ~486	3.10	1.00	0
B (0.5nm/s)	3.55	44.2	8.11	2.62	162
C (2.0nm/s)	5.98	250	8.04	2.59	159
D (10.0nm/s)	6.39	102	8.05	2.60	160

30

40

【0044】

表2の結果から、以下のようにAl薄膜の全表面積の増加率を算出した。全表面積の増加率とは、Al薄膜の真の表面積を言う。

試料の容量は表面積に比例する。従って表2より、試料B、C、Dの表面積は試料Aの表面積のそれぞれ2.62、2.59、2.60倍となる。

このことから、本発明により作製した試料B、C、DのAl薄膜では、全表面積の増加率はそれぞれ162、159、160%となることが確認された。

50

【0045】

A1基板上に形成するA1薄膜の蒸着温度の依存性

上記のように蒸着速度 2.0 nm/s において、A1基板上に作製したA1薄膜のSEMによる画像写真による測定結果を図17に示す。倍率は6000倍である。図17では、蒸着温度が460の場合を(a)に、蒸着温度が480の場合を(b)に、蒸着温度が520の場合を(c)にそれぞれ示す。作製されたA1薄膜の表面には、蒸着温度500で作製したA1薄膜と同様に、孤立した円柱状であってサイズが均一なA1粒子の構造が明確に見られる。A1粒子とA1粒子との間には空隙が存在する。各A1粒子は、A1基板上から直立していると考えられる。個々のA1粒子の露出した側面部分が、A1薄膜の比表面積の増加に特に大きく寄与するものと考えられる。

10

【0046】

図17(a)~(c)のSEMによる画像写真について、上記のように粒子の直径の平均値と標準偏差を求めた。その結果は以下の表3に示すように、 $1.1 \pm 0.4\ \mu\text{m}$ となった。このことから、作製されたA1薄膜のA1粒子の直径は、 $0.7\ \mu\text{m}$ 以上 $1.5\ \mu\text{m}$ 以下のほぼ均一な範囲に分布していることが確認された。

【0047】

【表3】

試料	粒子の直径と標準偏差(μm)	R_1 (k Ω)	R_2 (k Ω)	C ($\mu\text{F}/\text{cm}^2$)	全表面積の比	全表面積の増加率(%)
A(平坦基板)	0	0.31 ~32.0	2.71 ~486	3.10	1.00	0
E(460 $^{\circ}\text{C}$)	1.06 ± 0.43	9.42	147	8.33	2.69	169
F(480 $^{\circ}\text{C}$)	1.00 ± 0.37	2.38	133	8.32	2.68	168
G(520 $^{\circ}\text{C}$)	1.03 ± 0.50	12.0	166	8.09	2.61	161

20

【0048】

平坦な表面のA1基板のみの試料(試料A)と、上記のように当該表面にA1薄膜を蒸着速度 2.0 nm/s において、蒸着温度460、480、520で形成したA1基板の試料(それぞれ試料E、試料F、試料G)とについて、上記のように容量を測定した。測定結果を以下の表3に示す。ここで、 R_1 は溶液の抵抗、 R_2 と C はそれぞれ電気二重層の抵抗と容量である。なお、電気二重層の容量 C は cm^2 当たりの値である。

30

【0049】

表3より、試料E、F、Gの表面積は試料Aの表面積のそれぞれ2.69、2.68、2.61倍となる。このことから、本発明により作製した試料E、F、GのA1薄膜では、全表面積の増加率はそれぞれ169、168、161%となることが確認された。

【0050】

$1.4 \times 10^{-6}\text{ Torr}$ 以上 $3.1 \times 10^{-6}\text{ Torr}$ 以下の高真空中で、蒸着温度500、蒸着速度 0.5 nm/s 、 2.0 nm/s 、 10.0 nm/s と、蒸着速度 2.0 nm/s で、460、480、520とで作製したA1薄膜の構成を模式的に図18に示す。

40

A1基板51上に、孤立した各A1粒子53の集合体としてA1薄膜52が形成されている。A1粒子53は、各々孤立したサイズが均一な円柱状とされ、直径 $1\ \mu\text{m}$ 程度で高さ $0.15\ \mu\text{m}$ 程度とされている。

【0051】

以上説明したように、本発明によれば、真空蒸着によるドライな条件で、化学薬品を使用することなく、廃棄物の排出を抑えながら極めて大きな比表面積を有するA1薄膜を得ることができる。

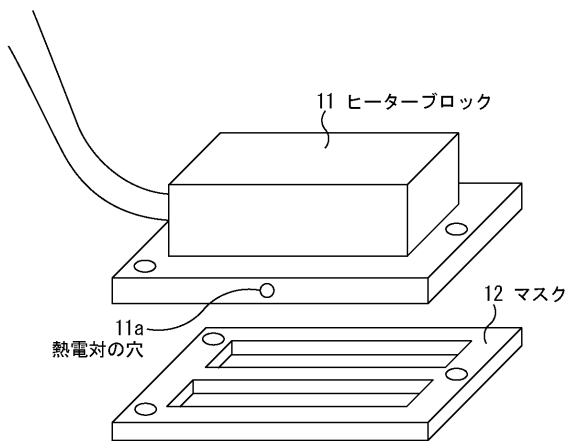
50

【符号の説明】

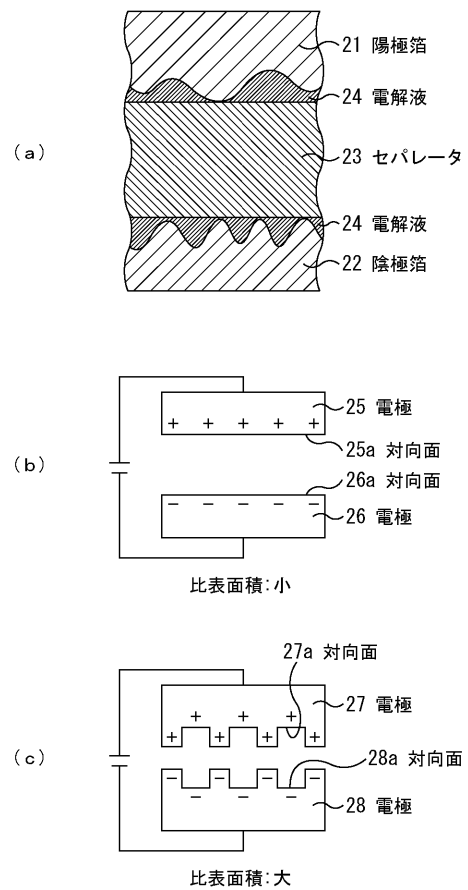
【0052】

- 1 1 ヒーターブロック
- 1 1 a 熱電対の穴
- 1 2 マスク
- 2 1 陽極箔
- 2 2 陰極箔
- 2 3 セパレータ
- 2 4 電解液
- 2 5 , 2 6 , 2 7 , 2 8 電極
- 2 5 a , 2 6 a , 2 7 a , 2 8 a 対向面
- 3 1 , 3 2 触媒金属膜
- 3 1 a , 3 2 a 表面
- 4 1 , 4 2 分離素子
- 4 1 a , 4 2 a 表面
- 5 1 Al基板
- 5 2 Al薄膜
- 5 3 Al粒子

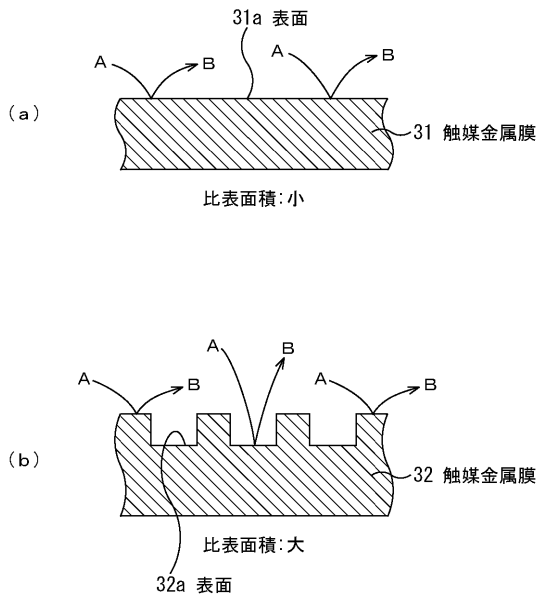
【図1】



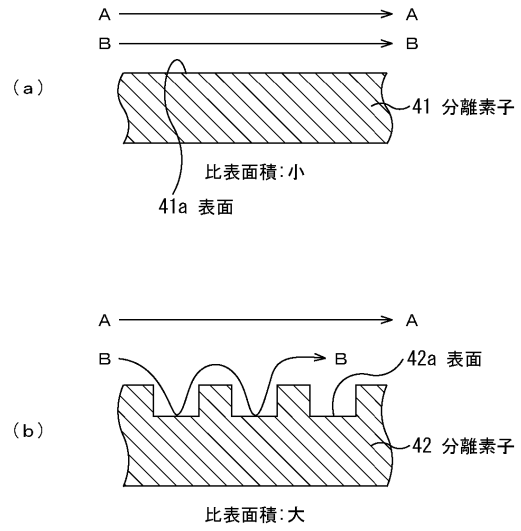
【図2】



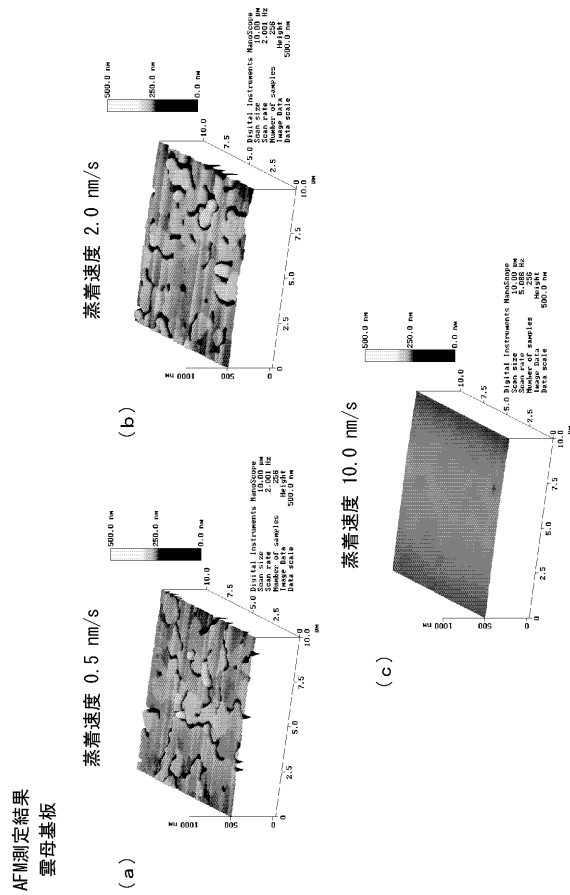
【図3】



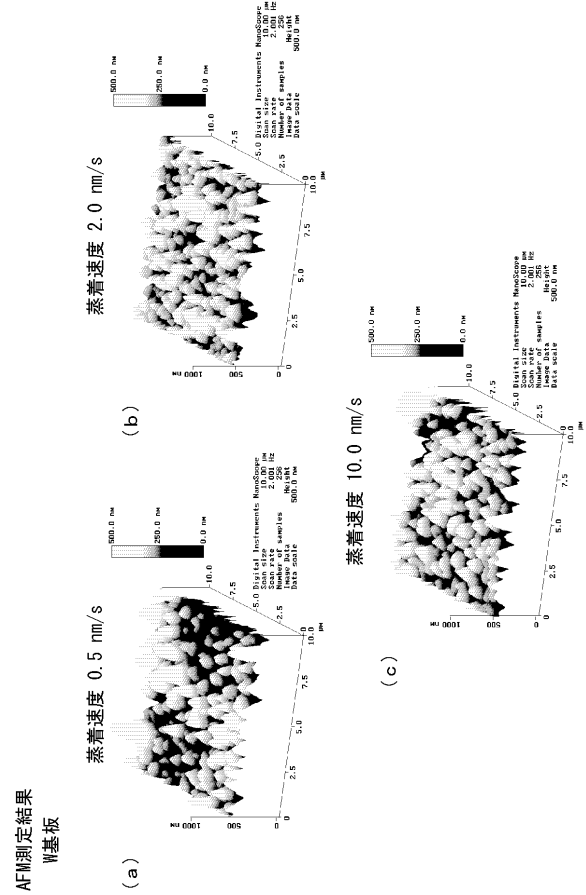
【図4】



【図6】

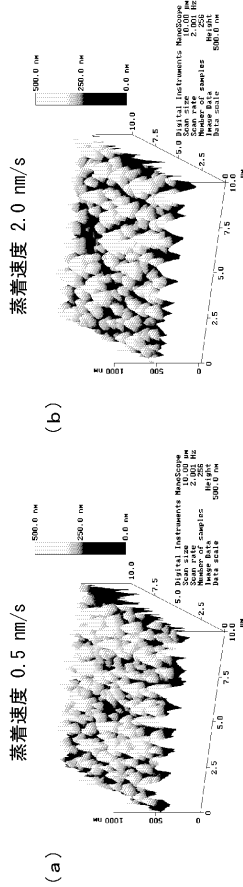


【図8】

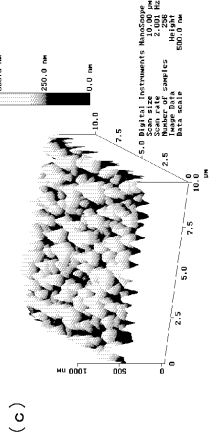


【 図 1 0 】

AFM測定結果
Mo基板

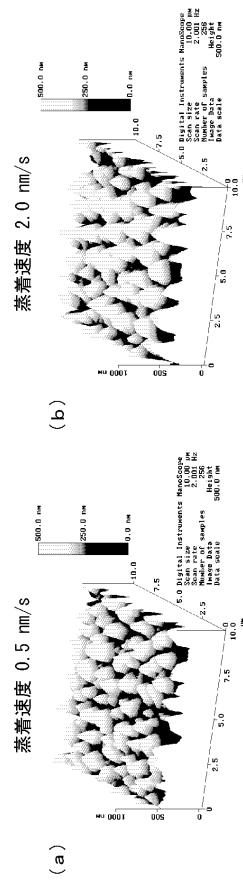


蒸着速度 10.0 nm/s

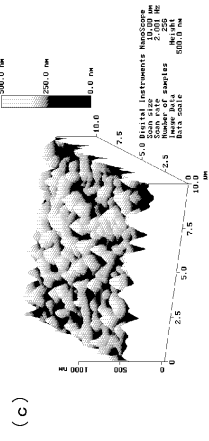


【 図 1 2 】

AFM測定結果
SUS基板

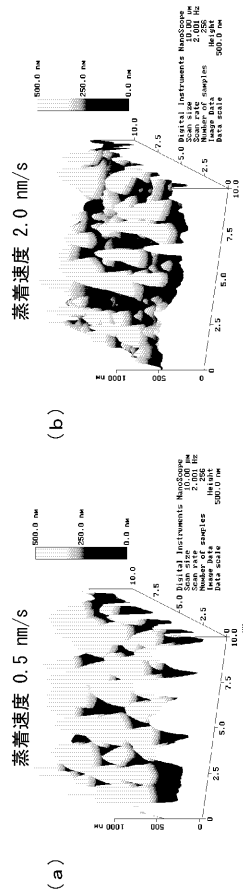


蒸着速度 10.0 nm/s

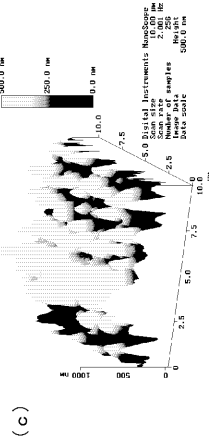


【 図 1 4 】

AFM測定結果
Au基板

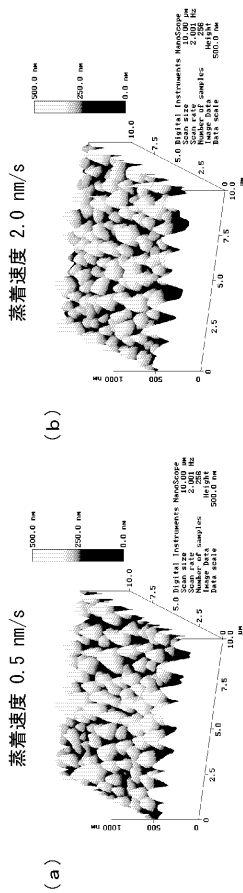


蒸着速度 10.0 nm/s

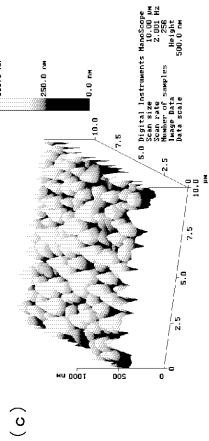


【 図 1 6 】

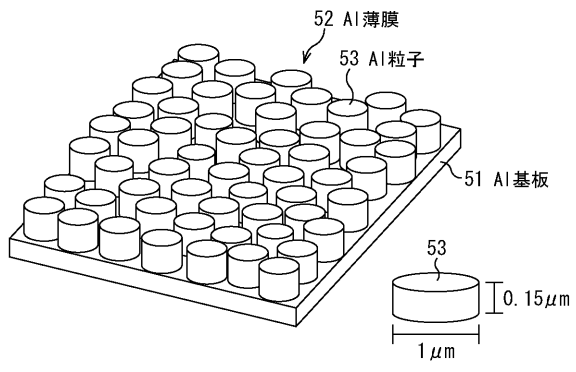
AFM測定結果
Al基板



蒸着速度 10.0 nm/s



【図 18】

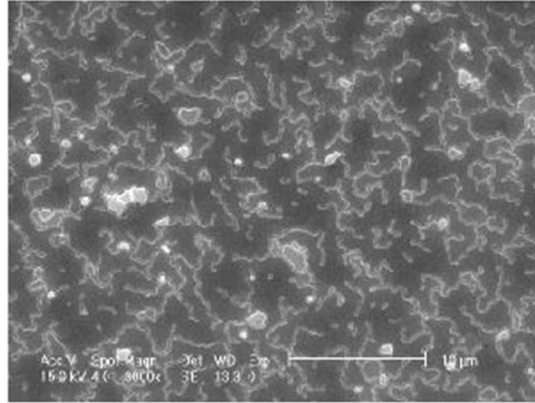


【図5】

SEM測定結果
雲母基板

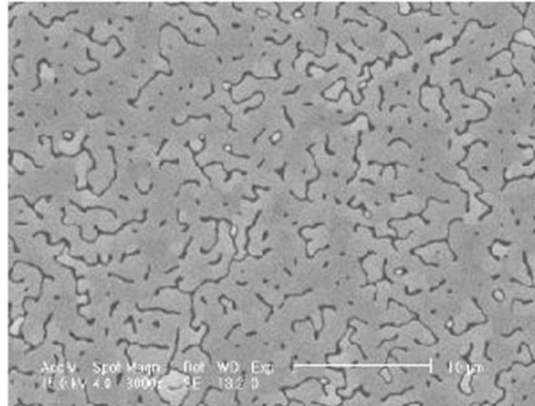
蒸着速度 0.5 nm/s

(a)



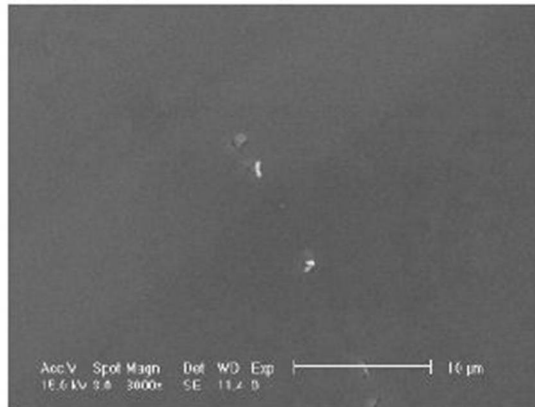
蒸着速度 2.0 nm/s

(b)



蒸着速度 10.0 nm/s

(c)

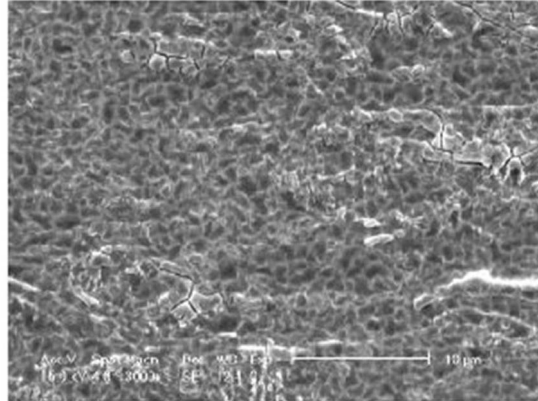


【図7】

SEM測定結果
W基板

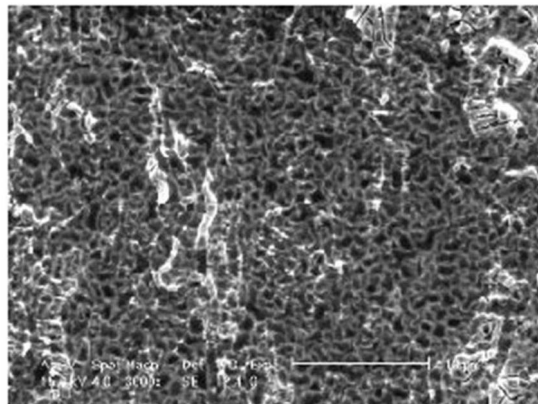
蒸着速度 0.5 nm/s

(a)



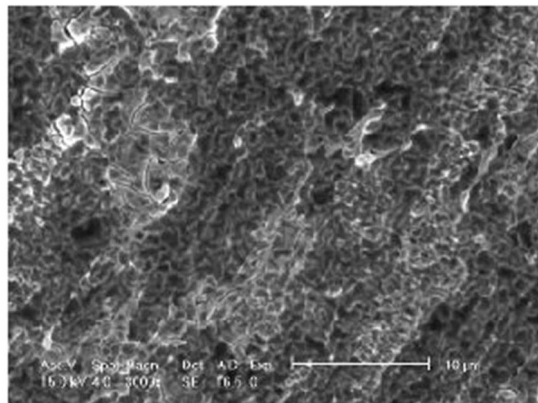
蒸着速度 2.0 nm/s

(b)



蒸着速度 10.0 nm/s

(c)

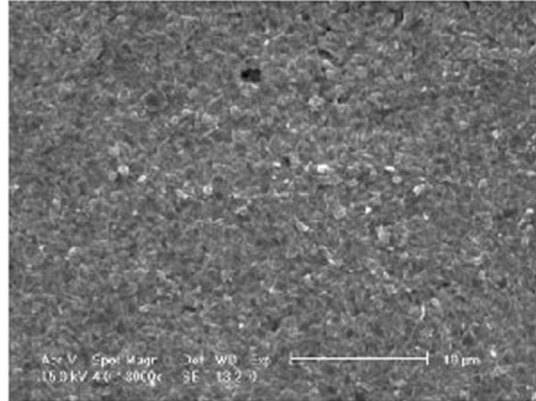


【 図 9 】

SEM測定結果
Mo基板

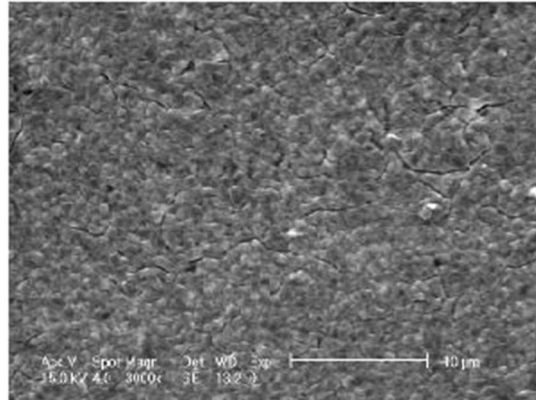
蒸着速度 0.5 nm/s

(a)



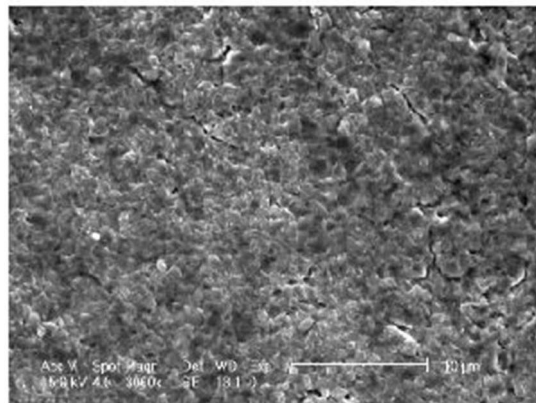
蒸着速度 2.0 nm/s

(b)



蒸着速度 10.0 nm/s

(c)

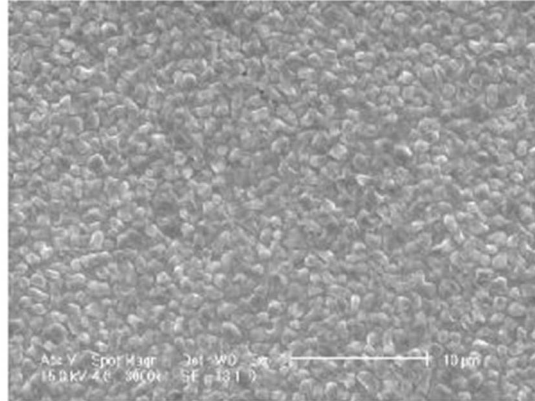


【図11】

SEM測定結果
SUS基板

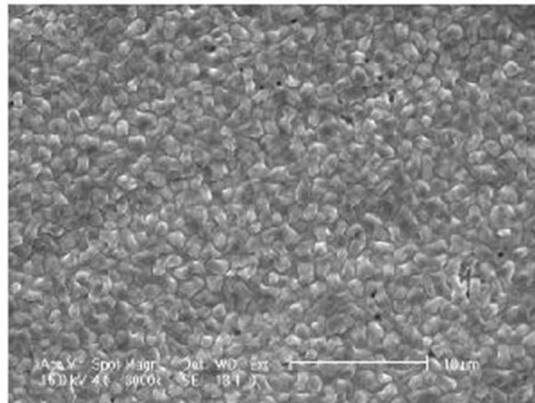
蒸着速度 0.5 nm/s

(a)



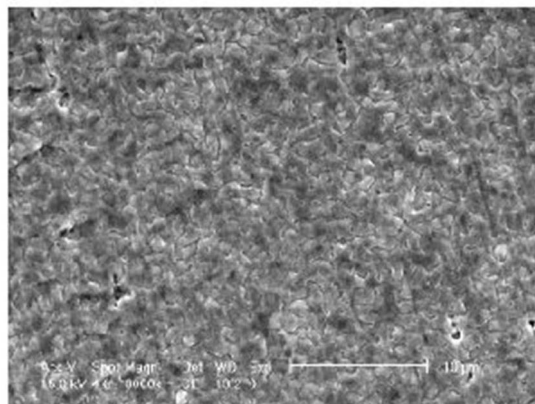
蒸着速度 2.0 nm/s

(b)



蒸着速度 10.0 nm/s

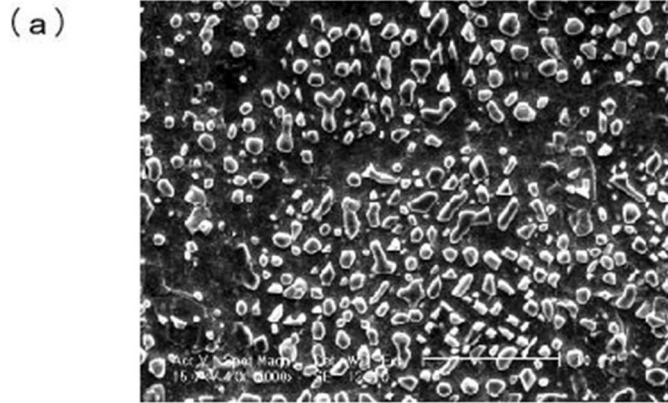
(c)



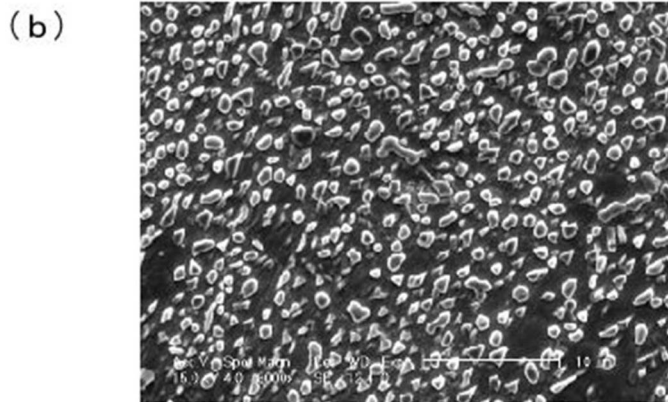
【図13】

SEM測定結果
Au基板

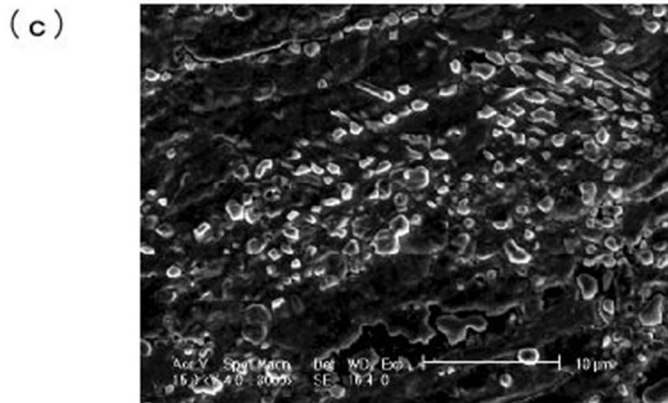
蒸着速度 0.5 nm/s



蒸着速度 2.0 nm/s



蒸着速度 10.0 nm/s

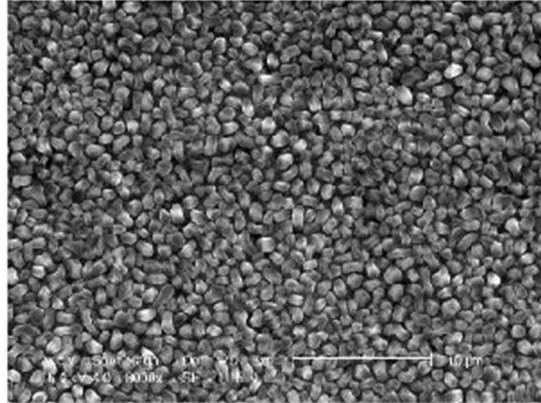


【図15】

SEM測定結果
Al基板

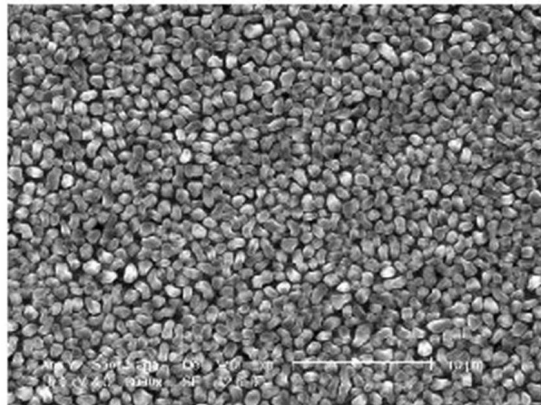
蒸着速度 0.5 nm/s

(a)



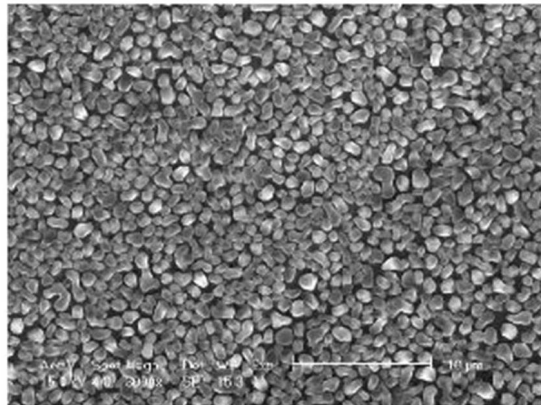
蒸着速度 2.0 nm/s

(b)



蒸着速度 10.0 nm/s

(c)

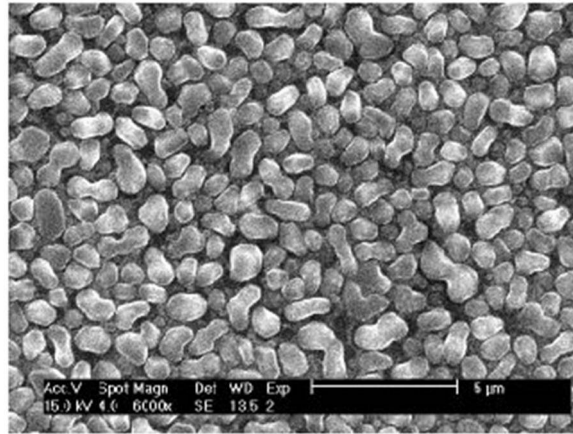


【図17】

SEM測定結果

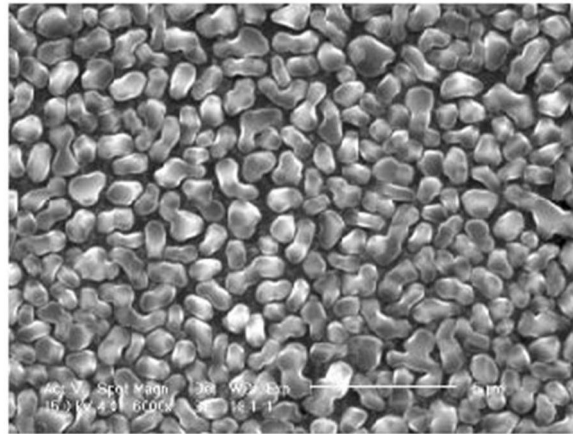
蒸着温度 460°C

(a)



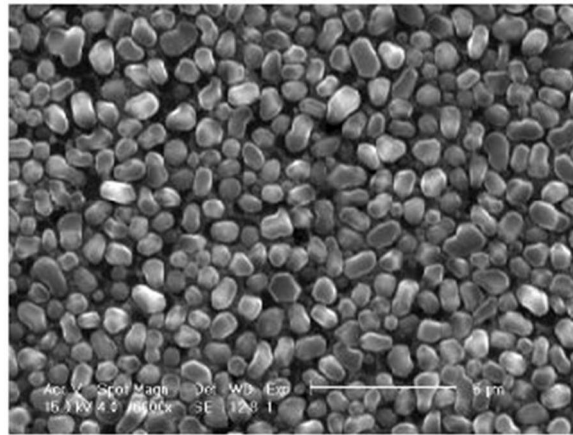
蒸着温度 480°C

(b)



蒸着温度 520°C

(c)



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 3 1 7 3 3 1 (J P , A)
特開 2 0 0 8 - 0 1 0 4 9 0 (J P , A)
特表 2 0 0 4 - 5 2 4 6 8 6 (J P , A)
特開平 0 5 - 1 9 0 4 0 0 (J P , A)
特開平 0 6 - 0 4 4 9 7 7 (J P , A)
特開 2 0 0 8 - 2 5 8 4 0 4 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 0 0 8 4 7 3 (J P , A)
特開平 0 2 - 2 5 8 6 2 0 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C 2 3 C 1 4 / 0 0 - 1 4 / 5 8
H 0 1 G 9 / 0 5 5