

日本—V4 国際共同研究「先端材料」 2021年度 年次報告書	
研究課題名（和文）	ガスセンシングに高い可能性を有する表面受容体装飾ブラックメタル
研究課題名（英文）	Black metals decorated with surface receptors as high-potentiality materials for gas sensing
日本側研究代表者氏名	川村 みどり
所属・役職	北見工業大学 工学部 教授
研究期間	2021年11月1日 ～ 2024年10月31日

## 1. 日本側の研究実施体制

氏名	所属機関・部局・役職	役割
川村 みどり	北見工業大学・工学部・教授	真空蒸着法による BM 膜の作製と評価
阿部 良夫	北見工業大学・工学部・教授	スパッタリング法による BM 膜の作製と評価
木場 隆之	北見工業大学・工学部・教授	BM 膜の光学特性評価
上田 幹人	北海道大学大学院・工学院・教授	電気化学的手法による BM 膜の作製と評価

## 2. 日本側研究チームの研究目標及び計画概要

**研究目標：**ガスセンサのベース部分としての利用を目指し、多孔性を特徴とするブラックメタル（BM）膜の真空蒸着法、スパッタリング法、及び電気化学的手法での作製プロセスを開発する。各種成膜パラメータを変化させて得た膜の構造、電気特性・光学特性評価を行い、BM 膜の成膜条件と基礎的な特性との関係を明らかにする。

**計画概要：**真空蒸着法では、ガス導入下で成膜する必要があるため、給気系の改造を行う。その後、蒸着源—基板間距離、アルゴンガス圧力等のパラメータを変化させ、アルミニウム及び銀の

BM 膜作製を行う。評価方法としては、膜構造・結晶性評価、電氣的・光学的特性評価を実施する。また、膜密度評価も行う。スパッタリング装置は既に基板温度を液体窒素温度まで冷却できる構造を備えており、銀の BM 膜作製を、基板温度、スパッタ電力、スパッタガス圧等を変化させて実施する。通常の成膜時とパラメータの設定が大きく異なるため、次年度以降の本格的な成膜に向けた予備実験を行う。また、電気化学的プロセスでは、大きく特徴の異なるアルミニウムと貴金属の系を共電析させ、アルミニウムを溶解させるための第一段階として、アルミニウムと金の系において基礎的な実験を実施する。

### 3. 日本側研究チームの実施概要

真空蒸着装置の改造を行った後、アルミニウム、銀の BM 膜作製に取り組んだ。高真空まで排気後、高純度アルゴンガスを導入し、種々の圧力下で成膜した。蒸発原子の平均自由行程が極めて短い条件であるため、蒸着源—基板間距離を 15cm 以下にする必要があった。得られた黒色を呈する BM 膜は、電子顕微鏡観察の結果、極めて多孔質であることが確認された。また密度を求めたところ、バルク金属に対して数%~10%程度の値であった。このため、BM 膜の電気抵抗率は大幅に増大した。また化学結合状態分析の結果、アルミニウムでは、最表面のみならず、内部においても金属状態と酸化物状態が共存していた。一方、銀においては、金属状態であることが確認された。光学特性においては、可視近赤外波長領域における正反射率は、最大でも 1%と極めて低いことを確認した。一方で、拡散反射率は、15-20%程度あることを見出した。従って、正確な吸収率の算出には全光線反射率を用いる必要がある。

スパッタリング法による BM 膜のプロセス開発においては、銀薄膜の作製をアルゴンガス中で行った。基板温度を室温から-170℃、アルゴンガス圧、スパッタ電力も大幅に変化させて、各パラメータの影響を検討した。条件によっては、基板が低温であっても鏡面反射する膜も生成したので、単に低温にするだけでなく、平均自由行程の短縮が必要であるという知見が得られた。

電気化学的手法では、アルミニウム-金合金電析用の電解液の探索を行い、最適な電解液を見出した。また、その電位窓についても確認が完了したので、引き続き作製プロセスの確立に努める。