

# イオンビーム照射による発光と表面構造変化の相関性

## Correlation of luminescence and surface nanostructure induced by Ion beam irradiation

高柳伸也<sup>1)</sup>, 柴山環樹<sup>2)</sup>, メン・シュアン<sup>1)</sup>, ウ・エイケン<sup>1)</sup>, 渡辺精一<sup>2)</sup>  
S.Takayanagi<sup>1)</sup>, T.Shibayama<sup>2)</sup>, X.Meng<sup>1)</sup>, R.Yu<sup>1)</sup>, S.Watanabe<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>北大院工(院生), <sup>2)</sup>北大院工

<sup>1)</sup>Grad. Sch. of Eng., Hokkaido Univ., <sup>2)</sup> Fac. of Eng., Hokkaido Univ.,

### 1. 背景・目的

誘電体中の貴金属のナノ粒子は、局在表面プラズモン共鳴(LSPR)により光学特性が変化することが知られている。ガラス表面に金の薄膜を蒸着しArイオンビームの照射を行うことで誘電体上に直接金のナノ粒子を形成させることが可能である<sup>[1]</sup>。ナノ粒子はイオンビームによる原子の弾き出しや拡散により金属薄膜がDewetting現象を起こすことで形成すると考えられているが、金属薄膜がナノ粒子化する過程には不明な点が多く形成過程の解明が望まれていた。

そこで本研究ではガラスがイオンビーム照射中に発光する性質を利用し、金属薄膜を蒸着したガラスでイオンビーム照射誘起発光を経時的にその場測定し、照射に伴い形成されるナノ粒子やナノ構造に起因する発光の変化を測定することでそれらの形成状態と発光の因果関係を検討することを目的とした。

### 2. 実験方法

供試材は、両面鏡面研磨したMOMENTIVE社製の合成石英ガラス基板(type214:直径10mm、厚さ1mm、OH基濃度5ppm)にアルミ薄膜(40nm)を蒸着した試料を用いた。本研究では北海道大学工学研究院附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センターにて開発したイオンビーム照射誘起発光その場測定システムを使用し、加速電圧50kV、照射電流1.6 $\mu$ A/cm<sup>2</sup>で照射量1.0 $\times 10^{17}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>までのArイオン照射下におけるイオンビーム照射誘起発光を経時的にその場観察した。またイオンビーム照射誘起発光スペクトルに変化が確認された照射量ごとに試料を作製し、透過型電子顕微鏡(TEM)と走査型電子顕微鏡(SEM)を使用し、試料表面のイオンビーム照射によるナノ構造の微細構造解析を行った。

### 3. 結果・考察

イオンビーム照射誘起発光その場測定の結果、照射直後から390nm、430nm、590nm、650nmの波長にイオンビーム照射誘起発光の発光スペクトルピークが観察されたが、照射量の増加に伴って新たなピークは観察されなかった。そこで発光強度の変化に着目し、590nmの波長の発光スペクトルピークの発光強度の照射時間依存性に対し解析を行った。Fig.1に590nmの波長の発光強度の照射時間特性を示す。590nmの波長では照射量が(b)2.4 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>に

達するまで発光強度は減衰し、(c)5.0 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>になると微小に増大した。照射量が更に増大すると(d)6.0 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>まで発光強度が減衰し、(e)10.0 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>まで微小に増大した。

そこで発光強度が変化した照射量でそれぞれ試料を作製し、TEMとSEMによる観察を行った。Fig.2は照射量が(d)6.5 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>の試料の断面TEM像を示す。試料表面ではArイオンがガラス層に注入され、プリスタリングによって表面のアルミ層が剥離することで空洞が形成されていた。同時に酸化アルミニウム層も形成されていることが確認された。Fig.3にSEMによる表面観察像を示す。(a)未照射の試料と(b)2.4 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>では平坦な表面が観察された。(c)5.0 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>、(d)6.5 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>の照射量では数百nmから数 $\mu$ mオーダーの粒子が表面に存在することが観察された。また、(d)10.0 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>の試料では表面にナノスケールの不定形状の起伏が観察された。

照射量2.4 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>以降の発光強度の微小な変化は、Arバブルやプリスタリングの形成、粒子によるイオンビームの散乱により、ガラスに到達するイオンが減少し、発光強度が減少した、あるいはアルミ層がスパッタされ膜厚が減少することによりガラスに到達するイオンが増加することで発光強度が増加したのではないかと考えられる。

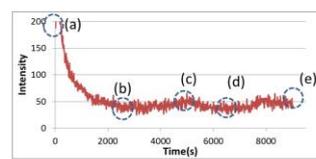


Fig.1 590nm波長における発光強度の照射時間依存特性

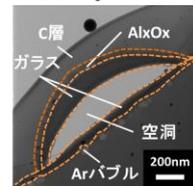


Fig.2 (d)6.5 $\times 10^{16}$ Ar ions/cm<sup>2</sup>の断面TEM像

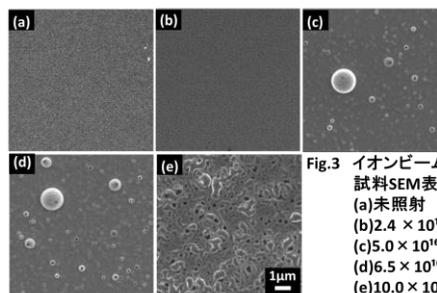


Fig.3 イオンビーム照射試料SEM表面観察像  
(a)未照射  
(b)2.4 $\times 10^{16}$ Ar/cm<sup>2</sup>  
(c)5.0 $\times 10^{16}$ Ar/cm<sup>2</sup>  
(d)6.5 $\times 10^{16}$ Ar/cm<sup>2</sup>  
(e)10.0 $\times 10^{16}$ Ar/cm<sup>2</sup>

[文献]

[1] M.Xuan *et al.*, J Mater Sci (2013) 48:920–928