

課題番号 : F-16-WS-0019
 利用形態 : 技術代行
 利用課題名(日本語) : ナノコンポジット薄膜の断面観察
 Program Title (English) : Observation of cross-section of nanocomposite thin film
 利用者名(日本語) : 橋本 修一郎¹⁾
 Username (English) : S. Hashimoto¹⁾
 所属名(日本語) : 1) 早稲田大学理工学術院先進理工学研究科
 Affiliation (English) : 1) Department of Electronic and Physical Systems, Waseda University

1. 概要(Summary)

大型回転器の寿命を延ばすために、コイル絶縁部の絶縁破壊耐性を改善が昨今求められている。これまで低コストかつ汎用性に優れた材料としてエポキシ樹脂がコイル絶縁材料として多用されてきたが、近年ではこれにナノメートルオーダーの外径のシリカ粒子を添加した、ナノコンポジット材料が高い絶縁破壊耐性を示すことが報告され^[1]、俄に注目されている。今回、我々はシリカ粒子を添加したエポキシ薄膜材料を透過電子顕微鏡観察することで、膜内のシリカ粒子の分散について調査した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

収束イオン/電子ビーム加工観察装置(極表面微量元素分析機能つき)

【実験方法】

シリコン単結晶基板にシリカ粒子を添加したエポキシ薄膜を成膜した試料に関して、上記装置を用いてその断面像の観察を行った。観察に際し、試料表面に SiO₂/W 膜を成膜し、これを保護膜とした。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig.1 および Fig.2 にナノコンポジット(NC)薄膜の断面STEM観察像を示す。中央のNC膜にて粒状の構造物が確認できる。NC薄膜に添加されている nano-SiO₂ 粒子の直径が 10-20 nm であることを考慮すると、像中に確認できる粒状の構造物がナノメートルオーダーのシリカ粒子であると断定することはできない。

今回、STEM観察にて明瞭なナノシリカ粒子が確認できなかった原因は以下のように考えられる。STEM観察のためのFIB加工をする際に、Gaイオンビームによる試料加工を行っている。この断面加工がNC薄膜にダメージを及ぼし、明瞭な観察像が得られなかったものと考えられる。これはNC薄膜の大部分がエポキシ有機材料であること

に起因しており、NC材料の評価を行う上では、試料へき開によるサンプル準備が有効であることを示唆している。

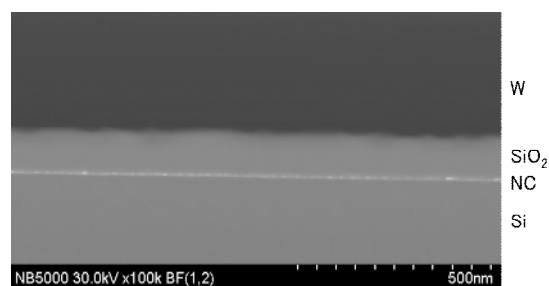


Fig.1 Cross-sectional STEM image of nanocomposite (NC)-on-Si sample.

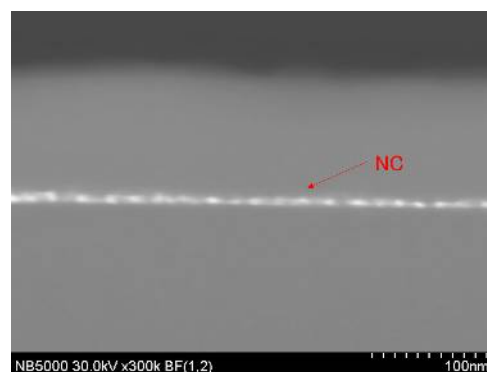


Fig.2 Magnified cross-sectional STEM image of NC-on-Si sample. Particle structure within the film is nano-SiO₂ in the NC.

4. その他・特記事項(Others)

・参考文献

[1] T. Tanaka, et al., IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol.11, No.5, pp.379-383 (2004)

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

(1) 大西 拓弥, 小花 絃暉, 橋本 修一郎, 富田 基裕, 渡邊 孝信(早稲田大学), 武良 光太郎, 吉満 哲夫, 津田 敏宏(東芝三菱電機産業システム), “薄膜化したシリカ/エポキシ樹脂ナノコンポジット材料のナノスケ

ール絶縁耐性評価,” 電気学会 誘電・絶縁材料研究会「空間電荷・コンポジット」, 名古屋駅前イノベーションハブ(ウインクあいち 15F), 2016年12月19日

6. 関連特許(Patent)

なし。