

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4398873号  
(P4398873)

(45) 発行日 平成22年1月13日(2010.1.13)

(24) 登録日 平成21年10月30日(2009.10.30)

(51) Int.Cl.			F I		
HO 1 K	3/02	(2006.01)	HO 1 K	3/02	Z
B 8 2 B	3/00	(2006.01)	B 8 2 B	3/00	
HO 1 K	1/14	(2006.01)	HO 1 K	1/14	
HO 1 K	1/04	(2006.01)	HO 1 K	1/04	

請求項の数 16 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2004-569054 (P2004-569054)	(73) 特許権者	598031246
(86) (22) 出願日	平成15年12月23日(2003.12.23)		チ・エレ・エツフェ・ソシエタ・コンソル
(65) 公表番号	特表2006-514413 (P2006-514413A)		ティーレ・ベル・アチオニ
(43) 公表日	平成18年4月27日(2006.4.27)		C. R. F. Societa Cons
(86) 国際出願番号	PCT/IB2003/006338		ortile per Azioni
(87) 国際公開番号	W02004/079774		イタリア10043オルバッサーノ(トリ
(87) 国際公開日	平成16年9月16日(2004.9.16)		ノ)、ストラータ・トリノ50番
審査請求日	平成18年11月30日(2006.11.30)	(74) 代理人	100100158
(31) 優先権主張番号	T02003A000167		弁理士 鮫島 睦
(32) 優先日	平成15年3月6日(2003.3.6)	(74) 代理人	100068526
(33) 優先権主張国	イタリア(IT)		弁理士 田村 恭生
		(74) 代理人	100138863
			弁理士 言上 恵一
		(74) 代理人	100091465
			弁理士 石井 久夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 白熱光源用ナノ構造エミッターを作製するためのプロセス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

電流を流すことによって白熱させることが可能な光源用のエミッター(10, 13)を作るプロセスであって、

操作i) 基板(2)の表面に堆積されたアルミニウム層(6)を陽極酸化して多孔質アルミナ層(1)を形成する形成操作であって、

前記多孔質アルミナ層(1)は、前記基板(2)の前記表面に対して垂直な複数のポア(4)を規定し、且つ前記基板(2)の近くにノンポーラス部分(5)を有している、前記多孔質アルミナ層(1)の形成操作と、

操作ii) 前記多孔質アルミナ層(1)を当該操作ii)中に除去される犠牲要素として使用して、前記エミッター(10, 13)の少なくとも一部にレリーフ(12)又は空洞(15)を形成する操作と、を含み、

前記操作i)は、連続する複数回の陽極酸化を含み、

前記連続する複数回の陽極酸化は、少なくとも

ステップa) 前記アルミニウム層(6)を陽極酸化する第1の陽極酸化ステップと

、  
ステップb) 前記ステップa)で形成された多孔質アルミナ構造(1A)を部分的にエッチングするステップと、

ステップc) 前記ステップb)で除去されなかった前記多孔質アルミナ構造(1A)を、さらに陽極酸化する第2の陽極酸化ステップと、を含むことを特徴とするプロセス

## 【請求項 2】

電流を流すことによって白熱させることが可能な光源用のエミッター（10，13）を作るプロセスであって、

操作 i) 基板（2）の表面に堆積されたアルミニウム層（6）を陽極酸化して多孔質アルミナ層（1）を形成する形成操作であって、

前記多孔質アルミナ層（1）は、前記基板（2）の前記表面に対して垂直な複数のポア（4）を規定し、且つ前記基板（2）の近くにノンポーラス部分（5）を有している、前記多孔質アルミナ層（1）の形成操作と、

操作 ii) 前記多孔質アルミナ層（1）を当該操作 ii) 中に除去される犠牲要素として使用して、前記エミッター（10，13）の少なくとも一部にレリーフ（12）又は空洞（15）を形成する操作と、を含み、

前記操作 i) は、規則的なアルミナ構造が得られるまで前記アルミニウム層（6）に対して連続する複数回の陽極酸化を行って、前記多孔質アルミナ層（1）を得ることを含み、

前記連続する複数回の陽極酸化は、少なくとも

ステップ a) 不規則な多孔質アルミナ構造（1A）を得るための第1陽極酸化のステップと、

ステップ b) 前記不規則な多孔質アルミナ構造の残余部分が維持されるように、前記不規則な多孔質アルミナ構造をエッチングして除去するエッチングステップと、

ステップ c) 前記ステップ b) で除去されなかった前記不規則な多孔質アルミナ構造の前記残余部分を第2陽極酸化するステップと、を含み、

前記ステップ b) により、前記ステップ c) の前記第2陽極酸化中にアルミナが成長するための優先的な領域が前記残余部分に規定されることを特徴とするプロセス。

## 【請求項 3】

前記基板（2）が、前記エミッター（10，13）の材料を用いて形成されており、

前記基板（2）にレリーフ（12）又は空洞（15）を形成した後に前記多孔質アルミナ層（1）を前記犠牲要素として除去することにより、前記エミッター（10，13）が得られることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のプロセス。

## 【請求項 4】

前記操作 ii) が、前記エミッター（13）の中に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズの空洞（15）を形成することを含み、

前記操作 ii) が、

前記エミッター（13）の材料を用いて前記基板（2）を形成するステップと、

前記ポア（4）が前記基板（2）上に開口するように、前記多孔質アルミナ層（1）の前記ノンポーラス部分（5）の少なくとも一部を除去するステップと、

前記基板（2）上において前記ポア（4）が開口している位置で、前記基板（2）を選択的に掘るステップと、

前記基板（2）が前記エミッター（13）を形成し、掘られた領域が前記空洞（15）を形成するように、前記多孔質アルミナ層（1）を除去するステップと、

を含むことを特徴とする請求項 3 に記載のプロセス。

## 【請求項 5】

前記操作 ii) が、前記エミッター（10）の少なくとも表面に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズのレリーフ（12）を形成することを含み、

前記操作 ii) が、

前記エミッター（10）の材料を用いて前記基板（2）を形成するステップと、

前記ポア（4）内で前記基板（2）を局所的に成長させるために前記基板（2）を陽極酸化するステップであって、当該陽極酸化するステップは、最初に前記多孔質アルミナ層（1）のノンポーラス部分（5）の一部を破壊すること、次いで前記ポア（4）内で表面凸部（2A）を成長させることを含み、当該成長により前記基板（2）に表面凸部（2A）が形成される、前記陽極酸化するステップと、

10

20

30

40

50

前記基板が前記エミッター（１０）を形成し、前記表面凸部（２Ａ）が前記レリーフ（１２）を形成するように、前記多孔質アルミナ層（１）を除去するステップと、  
を含むことを特徴とする請求項３に記載のプロセス。

【請求項６】

前記操作ii)が、前記エミッター（１０）の少なくとも表面に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズのレリーフ（１２）を形成することを含むことをと特徴とする請求項１又は２に記載のプロセス。

【請求項７】

前記操作ii)が、前記多孔質アルミナ層（１）のノンポーラス部分（５）の少なくとも一部を除去するステップを含むことを特徴とする請求項６に記載のプロセス。

10

【請求項８】

前記多孔質アルミナ層（１）は、前記エミッター（１０）に前記レリーフ（１２、１２Ａ）を形成するための犠牲要素であり、

前記操作ii)が、

前記多孔質アルミナ層（１）の上に、前記エミッター（１０）の材料（２０、２３）をフィルムとして堆積し、前記材料（２０、２３）の一部を前記ポア（４）に充填するステップと、

前記エミッター（１０）を得るために前記多孔質アルミナ層（１）と前記基板（２）とを除去するステップであって、前記エミッターの前記レリーフ（１２、１２Ａ）が、前記ポア（４）に充填された前記材料（２０、２３）の前記一部から構成される、前記除去するステップと、

20

を含むことを特徴とする請求項６に記載のプロセス。

【請求項９】

前記多孔質アルミナ層（１）は、前記エミッター（１０）に前記レリーフ（１２）を形成するための犠牲要素であり、

前記操作ii)が、

前記多孔質アルミナ層（１）を前記基板（２）から取り外し、そしてノンポーラス部分（５）を除去するステップと、

前記多孔質アルミナ層（１）の上に導電性金属フィルム（２１）を堆積するステップと、

30

前記導電性金属フィルム（２１）と前記多孔質アルミナ層（１）とから形成された構造体の上に、前記エミッター（１０）の材料（２２）を電氣的に堆積し、前記材料（２２）の一部を前記ポア（４）に充填するステップと、

次いで、前記エミッター（１０）を得るために前記多孔質アルミナ層（１）と前記金属フィルム（２１）とを除去するステップであって、前記エミッターのレリーフ（１２）が、前記ポア（４）に充填された前記材料（２２）の前記一部から構成される、前記除去するステップと、

を含むことを特徴とする特徴とする請求項７に記載のプロセス。

【請求項１０】

前記多孔質アルミナ層（１）は、前記エミッター（１０）に前記レリーフ（１２、１２Ａ）を形成するための犠牲要素であり、

40

前記操作ii)が、

前記ポア（４）が前記基板（２）上に開口するように、前記多孔質アルミナ層（１）のノンポーラス部分（５）の局所的な部分を除去するステップと、

前記多孔質アルミナ層（１）の上に、前記エミッター（１０）の材料（２６）を堆積し、前記材料（２６）の一部を前記ポア（４）に充填して前記基板（２）と接触させるステップと、

次いで、前記エミッター（１０）を得るために前記多孔質アルミナ層（１）と前記基板（２）とを除去するステップであって、前記エミッターのレリーフ（１２、１２Ａ）が、前記ポア（４）に充填された前記材料（２６）の前記一部から構成される、前記除去す

50

るステップと、  
を含むことを特徴とする請求項 7 に記載のプロセス。

【請求項 1 1】

前記操作 ii) が、

前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) の上に、前記エミッター ( 1 0 ) の材料 ( 2 3 ) を含むペーストを堆積し、前記ペースト ( 2 3 ) の一部を前記ポア ( 4 ) に充填するステップと

、  
前記ペースト ( 2 3 ) を焼結するステップと、  
次いで、前記エミッター ( 1 0 ) を得るために前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) と前記基板 ( 2 ) とを除去するステップであって、前記エミッターのレリーフ ( 1 2 ) が、前記ポア ( 4 ) に充填された前記ペースト ( 2 3 ) の前記一部から構成される、前記除去するステップと、

を含むことを特徴とする請求項 8 に記載のプロセス。

【請求項 1 2】

前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) は、前記空洞 ( 1 5 ) の形成に使用される別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を得るための犠牲要素であり、

前記操作 ii) が、前記エミッター ( 1 3 ) の中に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズの空洞 ( 1 5 ) を形成することを含み、

前記操作 ii) が、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) の上に、前記エミッター ( 1 3 ) の材料の層 ( 2 4 , 2 5 , 2 7 ) を堆積するステップと、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を除去してエミッター ( 1 3 ) を得るステップと、

を含むことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のプロセス。

【請求項 1 3】

前記操作 ii) が、

前記ポア ( 4 ) が前記基板 ( 2 ) 上に開口するように、前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) のノンポーラス部分 ( 5 ) の少なくとも一部を除去するステップと、

前記基板 ( 2 ) 上において前記ポア ( 4 ) が開口している位置で、前記基板 ( 2 ) を選択的に掘るステップと、

前記基板が前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を形成するように、前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) を除去するステップと、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) の上に、前記エミッター ( 1 3 ) の材料の層 ( 2 7 ) を堆積するステップと、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を除去してエミッター ( 1 3 ) を得るステップと、

を含むことを特徴とする請求項 1 2 に記載のプロセス。

【請求項 1 4】

前記操作 ii) が、

前記ポア ( 4 ) 内で前記基板 ( 2 ) を局所的に成長させるために前記基板 ( 2 ) を陽極酸化するステップであって、当該陽極酸化するステップは、最初に前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) のノンポーラス部分 ( 5 ) の一部を破壊すること、次いで前記ポア ( 4 ) 内で表面凸部 ( 2 A ) を成長させることを含み、当該成長により前記基板 ( 2 ) に表面凸部 ( 2 A ) が形成される、前記陽極酸化するステップと、

前記基板 ( 2 ) が前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を形成するように、前記多孔質アルミナ層 ( 1 ) を除去するステップと、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) の上に、前記エミッター ( 1 3 ) の材料の層 ( 2 7 ) を堆積するステップと、

前記別の犠牲要素 ( 1 0 A ) を除去してエミッター ( 1 3 ) を得るステップと、

を含むことを特徴とする請求項 1 2 に記載のプロセス。

【請求項 1 5】

電流を流すことによって白熱させることが可能で、請求項 1 ~ 3 及び 5 ~ 1 1 記載のう

10

20

30

40

50

ちのいずれか1つに記載のプロセスによって作製された光源用のエミッターであって、前記エミッター(10)は、前記エミッター(10)の少なくとも表面に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズのレリーフ(12)を有していることを特徴とするエミッター。

【請求項16】

電流を流すことによって白熱させることが可能で、請求項1～4及び12～14記載のうちのいずれか1つに記載のプロセスによって作製された光源用のエミッターであって、

前記エミッター(13)は、前記エミッター(13)の中に、所定の形状にしたがって配列された複数のナノメータサイズの空洞(15)を有していることを特徴とするエミッター。

10

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、電流を流すことにより白熱する光源用ナノ構造エミッターを作製するためのプロセスに関する。

【0002】

特定の形にしたがった又は幾何形状にしたがって配列されたナノメータサイズの表面構造又はレリーフを有する金属コンポーネントが、近年、マイクロ電気機械システム又はMEMSのようなある技術分野で、回折光学装置、医療デバイス、マイクロタービンなどを得るために使用される。

20

【0003】

本発明は、白熱ランプの分野において、ナノ構造フィラメントにより重要な応用を見出し得る知見に基づいている。そのような状況下、本発明は、簡単でかつ経済的な方法で、ナノメータサイズのレリーフ又は構造を持った白熱光源用のフィラメント又は同様のエミッターを作製する新しいプロセスを提案することを目的とする。

【0004】

前記目的は、エミッターを選択的に構成するために陽極酸化された多孔質アルミナからなる層を犠牲要素として利用することを考えたことによって特徴づけられる上述したようなエミッターを作るプロセスに関係した本発明によって達成される。

【0005】

上述のアルミナ層の使用が、そのエミッターの少なくとも表面上に複数のレリーフを得ること、又はそのエミッターの中に複数の空洞を得ることを可能にする。上記ナノメータサイズのレリーフ又は空洞はエミッターにおいて定義された幾何形状にしたがって配列される。

30

【0006】

本発明に係るプロセスの好ましい特色は、本明細書に一体化された部分である添付されたクレームにおいて言及される。

【0007】

本発明の別の目的、特色及び利点は、それによって本発明が制限されるものではない例示として備えられた以下の詳細な説明及び添付した図面から明らかになるであろう。

40

【0008】

全ての可能な実施の形態において、本発明に係るプロセスは、陽極酸化された多孔質アルミナからなる高度に規則化されたフィルムを犠牲要素又はテンプレートとして利用することが場合によって考えられている。上記アルミナ層は、所望のナノ構造エミッターを得るために直接使用されか、又は上記エミッターを得るために必要とされる別の犠牲要素を作るために間接的に使用される。

【0009】

多孔質アルミナフィルムは、過去においてアルミナキャパシタ、有機コーティングの保持用若しくはアルミナ基板の保護用のフィルムなどの誘電体フィルムのような応用においてすでに注目されていた。

50

## 【 0 0 1 0 】

多孔質アルミナ構造は、アルミナマトリクスに埋め込まれた空洞の円柱のネットワークとして理論的に図式化される。多孔質アルミナは、高純度のアルミナシート又は、ガラス、石英、シリコン、タングステンのような基板上的アルミナフィルムの陽極酸化によって得ることができる。

## 【 0 0 1 1 】

図 1 は、全体が符号 1 で示される多孔質アルミナフィルムの一部の例を単に示している。

その多孔質アルミナは、後で 2 の符号が付される適当な基板の上に形成されたアルミニウムフィルムの陽極酸化によって得られる。図示されるように、アルミナ層 1 は、それぞれが、まっすぐでかつ基本的に基板 2 の表面に直交するポア 4 を形成している中心孔を有する六角形のセルが互いに近接して繋がったものを含む。基板 2 上に位置する各セル 3 は、基本的に半球形状の閉じた部分を有している。その全ての閉じた部分が、集まってフィルム 1 の非ポーラス部又は 5 の符号で示される障壁層を構成している。

10

## 【 0 0 1 2 】

従来技術からわかるように、フィルム 1 は、適切に選択された電解質と、物理的プロセス、酸性電解質（リン酸、シュウ酸及び硫酸などの）中の電気化学的パラメータ、適切なプロセス条件（電圧、電流、振動及び温度などの）によって、制御された表面を持つように焼き付けられ、高い規則性を持った多孔質フィルムを得ることができる。セル 3 の上記目的サイズ及び密度に対応して、ポア 3 の径及びフィルム 1 の厚さは、変化させることができる。例えば、ポア 3 の径は、化学処理によって概ね 5 0 - 5 0 0 n m の範囲で増加させることも減少させることもできる。

20

## 【 0 0 1 3 】

図 2 に概略が示されているように、多孔質アルミナフィルム 1 を作る第 1 ステップは、シリコン又はタングステンにより作られている基板 2 上にアルミニウム層 6 を形成することである。上記処理は 1 ミクロンから 3 0 ミクロンの厚さの高純度材料の堆積を必要とする。層 3 の好ましい堆積技術は、電子ビームの熱による蒸着及びスパッタリングである。

## 【 0 0 1 4 】

アルミニウム層 6 の堆積を含むステップの後には、その層を陽極酸化するステップである。層 6 の陽極酸化プロセスは、ポア 4 の望ましい大きさ及び距離に対応して、異なる電解質溶液を用いることによって実行される。

30

## 【 0 0 1 5 】

電解質が同じであると、濃度、電流密度及び温度がポア 4 の大きさに大きく影響するパラメータである。電解質のセルはまた、陽極プロセスの均一性に対応する電界の正しい分布を得るために重要である。

## 【 0 0 1 6 】

図 3 は、基板 2 上のアルミニウム層 6 の陽極酸化結果の概略を示す。概要が示されているように、層 6 の第 1 陽極酸化によって得られるアルミナフィルム 1 A では、規則的な構造を得ることはできない。図 1 において符号 1 で示されているもののような、高い規則性を持った構造を得るために、連続した陽極酸化プロセスと、

40

特に、少なくとも

i) その結果を図 3 において示すことができる第 1 陽極酸化プロセス、

ii) 不規則アルミナフィルム 6 の酸性溶液（例えば、 $\text{CrO}_3$  および  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ）を用いて行われるエッチングによる減少ステップ、図 4 は、そのエッチングステップ後の基板 2 を模式的に示している。

iii) エッチングによって除去されなかったアルミナフィルム 1 A の一部の第 2 陽極酸化、

が必要とされる。

## 【 0 0 1 7 】

ii) で言及したエッチングステップは、第 2 の陽極酸化ステップにおいて、アルミナ成長

50

のための選択的領域である残ったアルミナ部分 1 A を明らかにするために重要である。

【 0 0 1 8 】

エッチングと陽極酸化を伴う連続した処理を何回も実行することによって、参照番号 1 のアルミナフィルムが規則的である図 5 に概要が示されているように、構造が均一になるまで改善される。

【 0 0 1 9 】

後述するように、本発明に係るプロセスのいくつかの実施の形態では、規則的な多孔質アルミナフィルム 1 を得た後、障壁層 5 の全体又は部分的な除去を含むステップが実行される。その障壁層 5 は、アルミナ構造体を絶縁し、基板 2 を保護する。層 5 の除去はそれゆえ、基板 2 の上に直接、3次元ナノ構造を得る場合には、必要な場合に、電氣的な接触

10

【 0 0 2 0 】

障壁層 5 の除去又は減少を含む上述のプロセスは、次の 2 つの連続したステージを含むことができる。

1 つは、電流路を持つことなく、前の陽極酸化と同じ電解質中で実行されるポア 4 を広げること、

もう 1 つは、前の陽極酸化と同じ電解質中で大変低い電流の流れによって行われる障壁層 5 の減少であり、このステージは、陽極酸化の典型的な平衡が達成されないことから、アルミナ形成プロセスに関係した好ましいエッチングプロセスである

20

【 0 0 2 1 】

上述したように、本発明によれば、先に述べたプロセスにより形成されるアルミナフィルム 1 がナノ構造を作るためのテンプレート、例えば、アルミナの同じパターンを再生産する構造を作るためのベースとして、として使用される。後述するように、選択された実施の形態によっては、例えば、アルミナと相補的で、そのためにフィルム 1 のポアの上に柱を持つ負のナノ構造、又はアルミナと同一でありそのためにフィルム 1 のポア 4 上の空洞を持つ正のナノ構造を作ることが可能である。

【 0 0 2 2 】

図 6 および図 7 は、上述した 2 つのタイプの構造を有する、白熱光源用の 2 つのフィラメントを、部分概略図で示している。それらは、それぞれ本発明にしたがって実施されており、図 6 において、参照番号 1 0 で示されたフィラメントは、上述の負の構造を持っており、参照番号 1 2 の上記柱がそこから立ち上がっているベース部 1 1 によって特徴づけられ、図 7 において、参照番号 1 3 で示されたフィラメントは、上述の正の構造を持っており、参照番号 1 5 の上記空洞が定義されるところの本体 1 4 によって特徴づけられる。

30

【 0 0 2 3 】

構成された図 6 および図 7 に示されたフィラメント 1 0 , 1 3 を作るために提案された技術は、全く異なっており、付け加える技術（例えば、蒸着、スパッタリング、化学気相成長、スクリーン印刷および電気メッキのような）、減少させる技術（エッチング）および中間的な技術（アルミナの下にある金属の陽極酸化）を含むことができる。

【 0 0 2 4 】

以下、目的とするいくつかの可能な本発明に係る実施の形態のプロセスについて説明する。

40

【 0 0 2 5 】

第 1 の実施の形態 .

図 8 は、本発明に係る第 1 の実施の形態のプロセスのいくつかのステップの概要を示しており、そのプロセスは、図 6 のフィラメント 1 0 の 1 つの負の構造を作るためのものである。

【 0 0 2 6 】

プロセスの最初の 4 ステップは、図 2 ~ 5 を参照しながら説明した基板 2 上の対応するアルミナ層の第 1 と第 2 の陽極酸化を少なくとも含む。基板 2 は、例えば、シリコンから

50

作ることができ、陽極酸化プロセス用のアルミニウム層はスパッタリング又は電子ビーム蒸着で作製できる。

【0027】

規則的なアルミナ構造（図5に示されるような）を持ったフィルム1が得られた後、スパッタリングによりナノ構造化されるべき材料がアルミナ上にフィルムとして堆積され、図8（a）に示されるように、アルミナ1のポアがその堆積された材料であり番号20で示される、例えば、タングステンで満たされる。

【0028】

続いて、図8（b）に示されるように、アルミナ1とその基板2がエッチングで取り除かれ、負のナノ構造を持った例えばタングステンからなる所望のフィラメント10が得られる。

10

【0029】

スパッタリング技術は、高純度の材料からなるフィルム20を1～30ミクロンの厚さに形成するのに使用されるが、高いアスペクト比を持った構造を再現することは理論的にできない。それゆえ、上述した本実施の形態は、アルミナポア4の径が最大のときに使用される。

【0030】

したがって、スパッタリングの代わりに、材料20の堆積は化学気相成長又はCVDにより行うことができ、それらは高い純度又は適度にドーブされた金属からなる構造を作るために適した最も技術であると思われる。

20

この技術の主な特徴は、反応ガスを含む反応槽を使用することであり、それがアルミナの窪みポアへの金属の浸透と表面の上の連続した層の堆積を可能にする。これが、高いアスペクト比構造の正確に再現を確かなものにする。

【0031】

第2の実施の形態。

前のケースのように、この実施の形態は、図6におけるフィラメント10の1つに関係した負の構造を作ること本質としており、本実施の形態は、基板2の上にアルミニウム層6を堆積させること（図2）、第1陽極酸化（図3）と続くエッチング（図4）に関するかぎり基本的に第1の実施の形態と同じ初期ステップを含む。第2の陽極酸化（図5）は、ここでは第1の実施の形態より厚い多孔質アルミナからなるフィルム1を作るために実行される。

30

【0032】

厚いアルミナフィルム1は、その支持体2から離れ、先に参照番号5が付された障壁層を通常の方法により除去するように、そのベースを開口させる。その結果得られる障壁層の無いフィルム1の構造は、図9（a）に示される。

【0033】

図9（b）に示されるように続くステップは、アルミニウム1上の導電性金属フィルム21の熱堆積、又はスパッタリングによる堆積である。そして、タングステン合金層22が、そのようにして得られた構造の上に電気メッキされ、図9（b）に示すように、その合金がアルミナ1のポア内に満たされる。それから、アルミナ1とそれに接続されたフィルム21が除去され、図9（d）に示されるようなタングステン合金で作られたナノ構造フィラメント10が得られる。

40

【0034】

第3の実施の形態。

この実施の形態は、先の2つの実施の形態と同様の初期ステップ（図2-5）を有し、図6におけるフィラメント10の1つに関係した負の構造を作ること本質としている。

【0035】

図10（a）に示すように、第2の陽極酸化に続いて、ここでは、セリグラフィックペー

スト23が多孔質アルミナ1上にそのポアを満たすように堆積されるステップがある。

【0036】

50

これに続いて、図10(b)に示すようにペースト23が焼結され、それからアルミナ1とその基板が取り除かれ、それで図10(c)に示される構造10が得られる。

【0037】

この実施の形態は、低コストの技術を利用することと材料の選択の自由度の確保を可能にする。セリグラフィックペーストの準備がそのプロセスの第1ステップであり、例えば、タングステン、溶媒およびバインダーを含む金属ナノ粉体の正しい選択が、理想的な粒度分布と異なるタイプの基板2に対する流動性を持ったペーストを得るために重要である。

【0038】

第4の実施の形態。

本発明に係るこの実施の形態のプロセスは、図7のフィラメント13のような正の構造を作ることを目的とし、先の実施の形態により得られたテンプレートから始まっている。

【0039】

それゆえ、基本的には、先の実施の形態の1つが、前の参照番号10が付されたフィラメントの1つと同一の構造を持った基板を得るために使用され、図11(a)において参照番号10Aが付されている上記基板の上に、最終製品を得るために必要とされる、例えばタングステンなどの材料24からなる層がスパッタリング又はCVDにより図11(b)に示すように堆積され、それにより材料24がテンプレートとして働く上記基板10Aの柱12Aを覆う。

【0040】

それから、図11(d)における空洞15を備えた正のナノ多孔構造のフィラメント13を得るために基板10Aが選択エッチングにより除去される。

【0041】

上述した最初の3つの実施の形態にしたがって得られる基板10Aは、タングステンからなることは必要でない。変形例では、図8-9にしたがって得られる基板10A上に、図12(a)(b)に示すように金属セリグラフィックペースト25を堆積させて、図12(c)に示すように焼結させる。それから、図12(d)に示す正のナノ多孔構造を有するフィラメント13を得るために基板10Aを選択エッチングにより除去する。

【0042】

第5の実施の形態。

また、本発明に係るこの実施の形態のプロセスは、参照番号13が付された正のナノ構造を作製することを目的とし、スパッタリング又は電子ビーム蒸着によりアルミニウム層6がタングステン基板2の上に堆積される図2~5に示されるものと同じ初期ステップを含み、第2陽極酸化の間にアルミナ1が成長するための優先的な領域を持った基板2を提供するために、アルミニウム6の第1の陽極酸化(図3)とエッチングステップ(図4)が続く。アルミナ1の障壁層5が除去されて、図13(a)に示すようにポア4が開口される。これに続いて反応性イオンエッチング(RIE)がなされ、図13(b)に示すように基板2においてアルミナ1のポア4の開口底部が選択的に掘り返される。残ったアルミナ1は、タングステン基板が規則的なナノメータサイズの空洞15を有する本体14を形成するように結局は除去される(このようにして、所望のフィラメント13が得られる)。

【0043】

反応性イオンエッチングステップは、必要に応じて選択的ウェットエッチングステップ又は電気化学エッチングステップにより置き換えることができる。

【0044】

第6の実施の形態。

この実施の形態のプロセスは、図6のフィラメント10のような負の構造を作ることを目的としており、最初の数ステップは、先の実施の形態と同様である。したがって、対応するタングステン基板2の上に規則的なアルミナフィルム1を得た後、図14(b)に示す如く、基板2の上にポアを開口させるように障壁層5が除去される。これに続いて、パルス電流を用いた電気化学法により概略が図14(b)に示されるように、タングステン合金26が堆積

10

20

30

40

50

され、次に、図14(c)に示される所望のフィラメント10を得るために、残ったアルミナ1と基板2が除去される。

【0045】

プロセスは、最初にアルミナ1のポア4の中にタングステン堆積用の濃縮された電解質溶液を準備することを含む。その電解質は、それが溶液中のイオンの十分な濃度を確保することになるので正確にポアを埋めるために大変重要である。

【0046】

パルス電流ステップは、高いアスペクト比を持った構造の複製を可能にし、次のものを含む。

i) 正の電流の印加によるタングステン合金26の堆積、アルミナ1で作られたカソードとその基板2の近くの溶液の改質につながる。

ii) 溶液が再びカソード付近で混合されるための電流が印加されない緩衝時間、

iii) カソードの上に先に堆積された合金26の一部が除去されるように設定された負の電流の印加、これにより堆積表面の良好なレベリングを可能にする。

ステップi)、ii)、及びiii)、は、それぞれ数ミリセカント続き、所望の構造が得られるまで、周期的に繰り返される。

【0047】

第7の実施の形態。

この実施の形態は、タングステンで作られる必要はないけれど、先の実施の形態から得られる負の構造を持った基板から出発してフィラメント13のような正のナノ構造を作

【0048】

タングステン層27は、図15(b)に示すように基板10Aの上に、CVD又はスパッタリングによって堆積される。そして、基板10Aを除去するために選択エッチングが行われ、これにより、図15(c)に示されるようなタングステンナノポーラス構造を有する所望のフィラメント13が得られる。

【0049】

第8の実施の形態。

この実施の形態は、図6のフィラメント10のような負のナノ構造を作

【0050】

これに、アルミナ1のポア4の下で起こる後述の局在成長のためのタングステン基板2の陽極酸化を含むステップが続く。上記ステップは、図16(a)に示すように、最初にアルミナ1からなる障壁層5を破壊し、それから、アルミナポアの中の成長を保つこと

【0051】

図16(b)に示す負のナノ構造を持った所望のフィラメント10を得るために、W/W酸化による選択エッチングによりアルミナ1が除去される。

【0052】

この実施の形態は、アルミニウムと同様な化学的電氣的コンディションの下で陽極酸化できるタングステンやタンタルのようないくつかの金属の典型的な特質に基づいていることに注目すべきである。上述したように、上記陽極酸化は、アルミナ1のポア4の低い部分で起こり、これにより、基板2の表面を直接構成する。

【0053】

第9の実施の形態。

10

20

30

40

50

この実施の形態は、先の実施の形態により得られる1つの負の構造を持った基板から出発して、図7のフィラメント13のような正のナノポーラス構造を作することを目的とする。テンプレートとして働いているその基板は、図17(a)において参照番号10Aが付されている。

【0054】

タングステン合金27は、基板10A上に電気化学堆積、CVD又はスパッタリングにより、図17(b)に示すように堆積される。基板10Aは、その後選択エッチングにより除去され、これにより、正のナノポーラス構造を持った所望のフィラメント13が得られる。

【0055】

上述したことから、推定することができる。説明したすべての本発明にかかる実施の形態のプロセスは、アルミナ層1を使用することを含む。すなわち、アルミナ層1は、場合により、直接的にナノメートルサイズの構造10を持った所望のフィラメントを得るためにテンプレートとして働くか、続く所望のフィラメント13の構成のためのテンプレート10Aを得るために使用されるかのいずれかとして使用される。

【0056】

本発明は、白熱光源用のフィラメント、及び電流が流れることによって白熱することが可能なフィラメントに関する異なる形状に基づくより一般的な部品の構成のために特有の利点を持っている。本発明に係るエミッターが上述した技術にしたがって重ねられる層構造の形態の多孔質アルミナを用いて構成された複数の層によって作られうることを注目すべきである。

【0057】

記述したプロセスは、たとえばタングステンからなる1又は2以上のフィラメントの表面、たとえば、可視光中のフィラメントからの電磁放射を最大化するための微細な凹凸を含む反射防止微細構造をたとえば簡単に作ることを可能にする。本発明は、他の光学結晶構造を作るために好適に適用できる。たとえば、たとえば、規則的なマイクロ空洞が連続して存在することによって特徴付けられ、屈折率がタングステン又は使用されている他の材料とは異なる媒質において、タングステン又は他の適当な材料で作られる構造を作るために、好適に適用できる。

【0058】

本発明の基本的な考えに基づき、詳細な構成及び実施の形態は、上述した内容及び単に例示した例から広く変形することが可能であることは明らかである。

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図1】多孔質アルミナフィルムの一部の概略構成を示す斜視図である。

【図2】図1に示されたアルミナフィルムを作製するフィルム形成プロセスの1つのステップを示す略図である。

【図3】図1に示されたアルミナフィルムを作製するフィルム形成プロセスの1つのステップを示す略図である。

【図4】図1に示されたアルミナフィルムを作製するフィルム形成プロセスの1つのステップを示す略図である。

【図5】図1に示されたアルミナフィルムを作製するフィルム形成プロセスの1つのステップを示す略図である。

【図6】本発明にしたがって作製することができる第1のナノ構造エミッターの一部の概略構成を示す斜視図である。

【図7】本発明にしたがって作製することができる第2のナノ構造エミッターの一部の概略構成を示す斜視図である。

【図8】図6に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る一プロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図9】図6に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る他のプロ

10

20

30

40

50

セスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図10】図6に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係るさらに異なるプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図11】図7に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る一プロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図12】図7に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る他のプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図13】図7に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係るさらに異なるプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

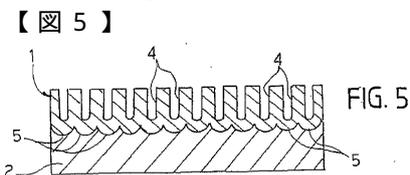
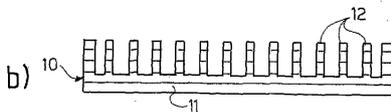
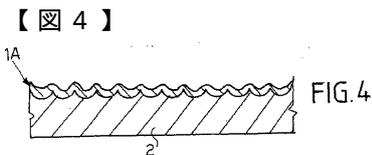
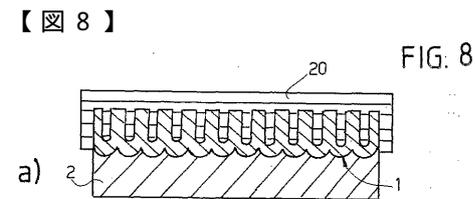
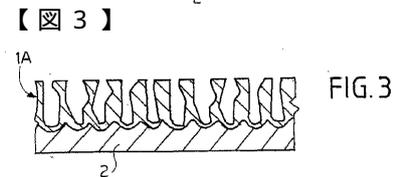
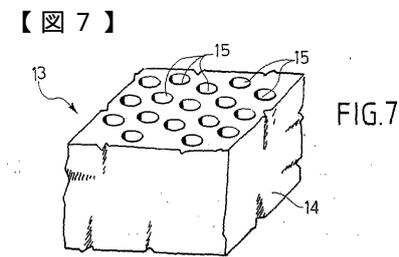
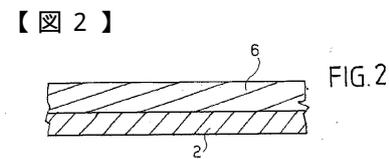
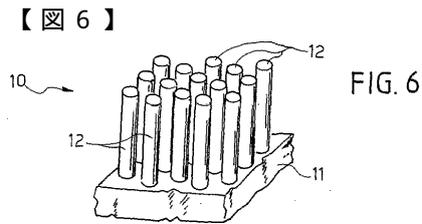
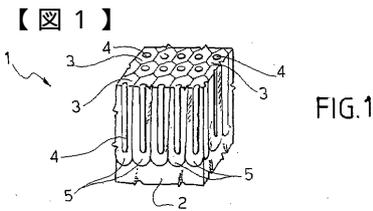
【図14】図6に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る異なる別のプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図15】図7に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る異なる別のプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

【図16】図6に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る別のプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

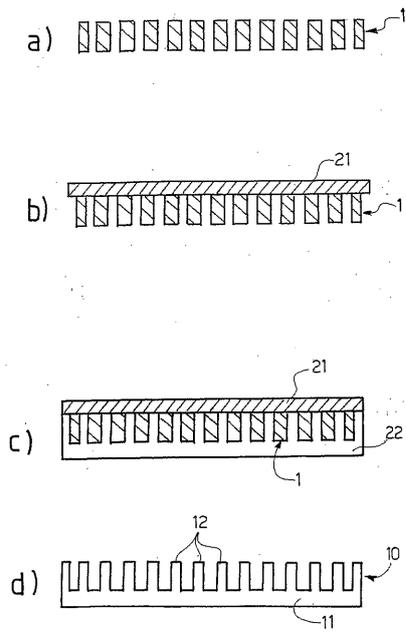
【図17】図7に示すようなナノ構造エミッターを作ることができる本発明に係る別のプロセスの実施の形態を示す概略断面図である。

10



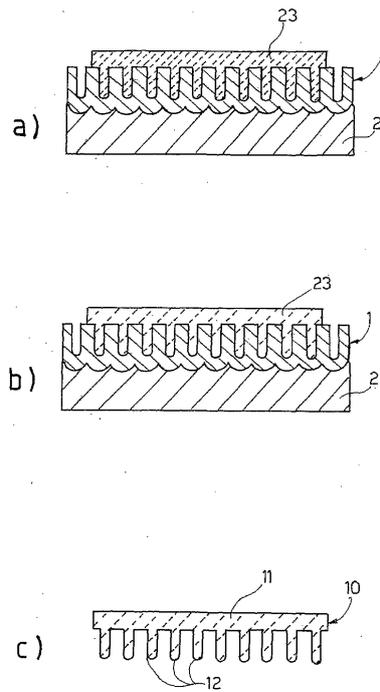
【 図 9 】

FIG. 9



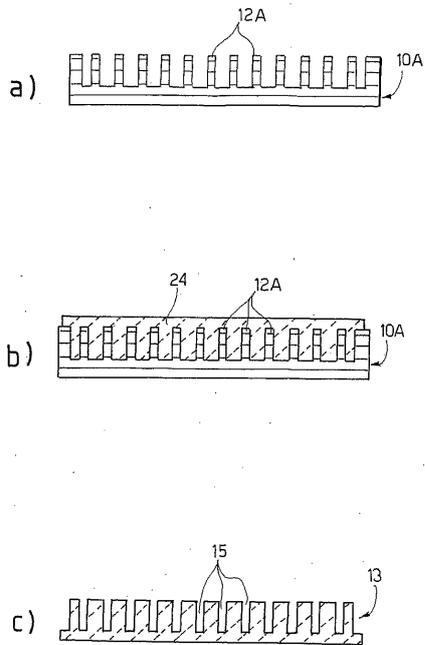
【 図 1 0 】

FIG. 10



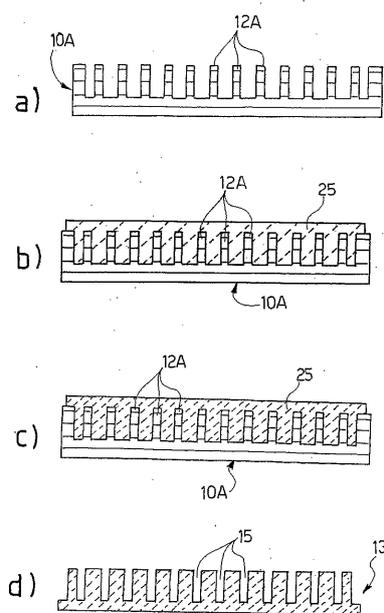
【 図 1 1 】

FIG. 11



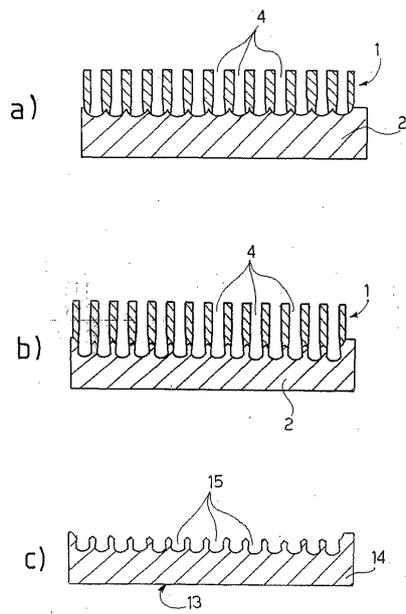
【 図 1 2 】

FIG. 12



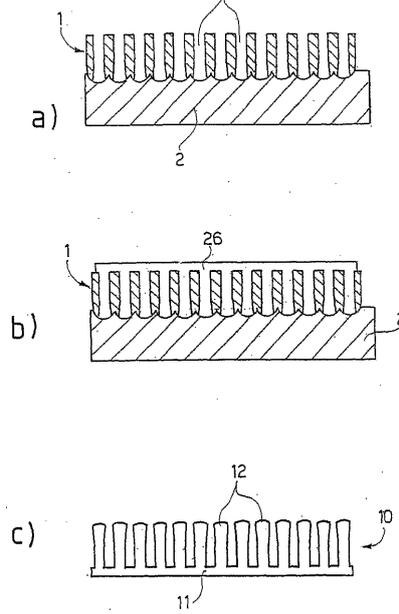
【 図 1 3 】

FIG. 13



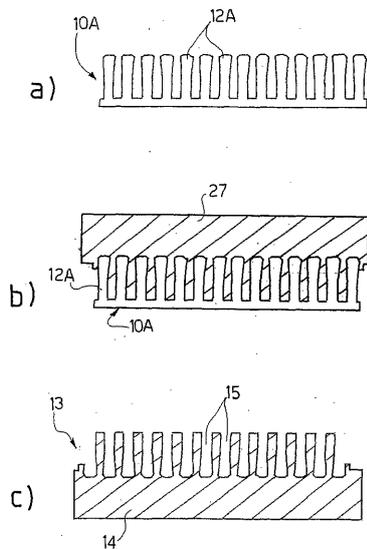
【 図 1 4 】

FIG. 14



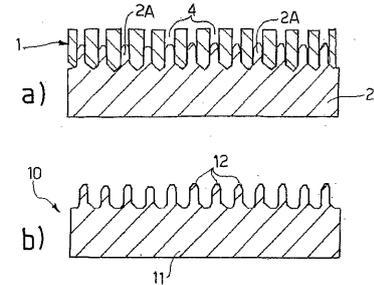
【 図 1 5 】

FIG. 15



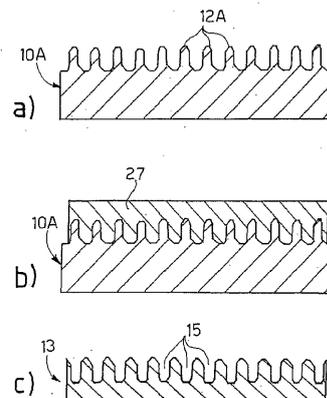
【 図 1 6 】

FIG. 16



【 図 1 7 】

FIG. 17



## フロントページの続き

- (72)発明者 ヴィト・ランベルティーニ  
イタリア、イ - 1 0 0 4 9 ジャヴェノ、ヴィア・モンシニョール・レ 1 0 番
- (72)発明者 ダニエレ・ブリーニ  
イタリア、イ - 1 0 0 4 3 オルバッサーノ、ストラダ・トリノ 5 0 番、チ・エレ・エッフェ・ソ  
シエタ・コンソルティール・ベル・アチオニ内
- (72)発明者 ネット・リ・ピラ  
イタリア、イ - 1 2 0 4 5 フォッサノ、ヴィア・フェデリコ・サッコ 8 / ア番
- (72)発明者 マウロ・プリニョーネ  
イタリア、イ - 1 0 0 4 3 オルバッサーノ、ストラダ・トリノ 5 0 番、チ・エレ・エッフェ・ソ  
シエタ・コンソルティール・ベル・アチオニ内
- (72)発明者 ピエルマリオ・レペット  
イタリア、イ - 1 0 0 4 3 オルバッサーノ、ストラダ・トリノ 5 0 番、チ・エレ・エッフェ・ソ  
シエタ・コンソルティール・ベル・アチオニ内
- (72)発明者 マルツィア・パデーリ  
イタリア、イ - 1 0 1 2 7 トリノ、ヴィア・ソマリア 5 0 番
- (72)発明者 ロッセッラ・モンフェリーノ  
イタリア、イ - 1 0 1 2 9 トリノ、コルソ・ガリレオ・フェラリス 9 8 番

審査官 村井 友和

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

## (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H01K 3/02  
H01K 1/04  
H01K 1/14