

一般セッション(ポスター講演) | 6 薄膜・表面：6.2 カーボン系薄膜

■ 2023年9月20日(水) 9:30 ~ 11:30 | 会場 P01 (熊本城ホール)

■ [20a-P01-1~14] 6.2 カーボン系薄膜

◆ 英語発表

[20a-P01-1] Boron-doped diamond MOSFETs

○Jiangwei LIU¹, Tokuyuki TERAJI¹, Bo Da¹, Yasuo Koide¹ (1.NIMS)

[20a-P01-2] NVセンターとフリーラジカルのDEER計測

○関口 顕¹、津川 雅人¹、臼井 俊太郎¹、齋藤 大樹¹、三宅 悠斗¹、寺地 徳之²、小野田 忍³、田中 学⁴、品田 高宏⁵、川原田 洋¹、谷井 孝至¹ (1.早大理工、2.物材機構、3.量研、4.都立大UES、5.東北大CIES)

[20a-P01-3] Si上高配向ダイヤモンド薄膜の形態変調成長における特性評価

○木川 啓太¹、上原 陽空¹、一色 秀夫¹ (1.電通大基盤理工)

[20a-P01-4] Si基板上単結晶ダイヤモンドの結晶性におけるマイクロ波出力依存性

○(M1C)玉腰 佳子¹、塚本 貴広¹、一色 秀夫¹ (1.電気通信大学)

[20a-P01-5] 液中原子分解能AFM計測に適した電子線堆積カーボン探針の作製

○宮澤 佳甫^{1,2}、奥西 昂¹、中山 隆宏^{1,2}、福岡 剛士^{1,2} (1.金大院、2.WPI-NanoLSI)

[20a-P01-6] 表面粗さの異なるSKD基材上のa-C:H膜のラマンマッピング評価

○蓮池 紀幸¹、阿部 涼介²、木下 創²、福村 秀夫²、木曾田 賢治³ (1.京都工芸繊維大学、2.住友重機械工業(株)、3.和歌山大学)

[20a-P01-7] アモルファス窒化炭素薄膜における膜厚方向の化学結合状態均一性が光誘起変形に及ぼす影響

○青野 祐美¹、島 宏美²、小松 啓志³、佐藤 庸平⁴、寺内 正己⁴ (1.鹿大院理工、2.防衛大、3.長岡技科大、4.東北大多元研)

[20a-P01-8] ネオジウム磁石を用いたマグネトロンスパッタリング源からのアモルファス炭素膜の作製

○小松原 理央¹、玉田 耕治²、平田 祐樹¹、大竹 尚登¹、赤坂 大樹¹ (1.東京工業大学、2.東京工業高等専門学校)

[20a-P01-9] パルスレーザー照射によるアモルファス炭素膜の接合

○長谷 嘉琉¹、原田 大¹、青野 祐子¹、平田 祐樹¹、大竹 尚登¹、赤坂 大樹¹ (1.東工大)

[20a-P01-10] DLC成膜中のプラズマ発光状態と細胞増殖性との関係

○尾高 友輔¹、當間 宗一郎¹、中村 聡²、小松 隆²、平栗 健二¹、大越 康晴¹ (1.電機大、2.神奈川大)

[20a-P01-11] 低周波プラズマを用いたDLC成膜におけるプラズマの発光色と細胞接着性の関連性

○當間 宗一郎¹、尾高 友輔¹、中村 聡²、小松 隆²、鈴木 輝夫³、田村 豊³、小木曾 智³、杉村 智³、松浦 慶³、平栗 健二¹、大越 康晴¹ (1.電機大、2.神奈川大、3.春日電機)

[20a-P01-12] 連続的な圧力負荷がおよぼす非晶質炭素薄膜の物性変化

○(M1)中川 颯太¹、杉原 輔扇¹、小野澤 博文¹、五十嵐 唯斗¹、小畑 修二¹、平栗 健二¹、大越 康晴¹ (1.電機大)

[20a-P01-13] DLCコーティングを施した巻線ヨークによる高効率モータ開発

○(M2)桑山 創太¹、栞原 大樹²、安中 茂²、林 俊郎³、平栗 健二¹ (1.電機大工、2.仲代金属、3.エムスリー・コンサルティング)

[20a-P01-14] ダイヤモンド状炭素コートA6063パイプの圧力損失

○玉井 大鷹¹、平田 祐樹¹、大竹 尚登¹、赤坂 大樹¹ (1.東工大)

Boron-doped diamond MOSFETs

Jiangwei Liu,¹ Tokuyuki Teraji,¹ Bo Da,¹ and Yasuo Koide¹

¹National Institute for Materials Science, Ibaraki 305-0044, Japan

E-mail: Liu.jiangwei@nims.go.jp

Wide-bandgap semiconductor diamond has excellent intrinsic properties over other semiconductors, such as high critical breakdown field, large thermal conductivity, and high hole mobility. Diamond-based electronic devices are considered promising as they operate well with low power loss, high power-frequency, and high thermal limitation. Recently, *p*-type hydrogen-terminated diamond (H-diamond) and boron-doped diamond (B-diamond) metal-oxide-semiconductor field-effect transistors (MOSFETs) have been developed greatly. However, with increase of annealing temperature, the H-diamond surface channel was damaged gradually and electrical properties of the H-diamond MOSFETs were degraded greatly. The B-diamond-based MOSFETs are considered to be operating well at high temperature. However, due to the high activation energy for boron dopants (370 meV) at room temperature, hole density in the B-diamond was quite low and the B-diamond-based MOSFETs operated with low output current and extrinsic transconductance [1, 2].

In our recent studies [3, 4], a relatively flat (surface roughness of 0.15 nm) and a high boron doping level B-diamond epitaxial layer was used for fabricating the B-diamond metal-semiconductor FETs (MESFETs). The flat B-diamond surface is considered to be good to suppress carrier surface scattering and to improve the quality of the gate metal/B-diamond interface. Boron concentration for our B-diamond was confirmed by secondary ion mass spectrometry to be an order of 10^{17} cm^{-3} . The high doping level was important to enhance the electrical properties of the B-diamond MESFETs. Their output current and extrinsic transconductance were confirmed to be -0.55 mA/mm and $14.4 \text{ } \mu\text{S/mm}$, respectively, which were much higher than those of the previously reported MESFETs.

In this work, we will employ this B-diamond epitaxial layer for fabricating $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B-diamond}$ MOS capacitors and MOSFETs. It is believed that the interfacial quality of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{B-diamond}$ and the electrical properties of the B-diamond MOSFETs can be improved [5]. On the other hand, we will also discuss the oxidization precursors (water vapor and ozone) effects on electrical properties of the B-diamond MOSFETs [6].

Acknowledgment

This work was in part supported by the JSPS KAKENHI Grants JP23K03966 and JP20H00313, and in part by the Nanotechnology Platform Program, MEXT, Japan.

Reference

- [1] T. T. Pham, J. Pernot, G. Perez, D. Eon, E. Gheeraert, and N. Rouger, *IEEE Electron Dev. Lett.* **38**, 1571-1574 (2017).
- [2] T. T. Pham, N. Rouger, C. Masante, G. Chicot, F. Udrea, D. Eon, E. Gheeraert, and J. Pernot, *Appl. Phys. Lett.* **111**, 173503 (2017).
- [3] J. Liu, T. Teraji, B. Da, and Y. Koide, *IEEE Electron Dev. Lett.* **40**, 1748-1751 (2019).
- [4] J. Liu, T. Teraji, B. Da, H. Oosato, and Y. Koide, *IEEE Tran. Electron Dev.* **67**, 1680-1685 (2020).
- [5] J. Liu, T. Teraji, B. Da and Y. Koide, *IEEE Tran. Electron Dev.* **68**, 3963-3967 (2021).
- [6] J. Liu, T. Teraji, B. Da and Y. Koide, *IEEE Tran. Electron Dev.* **70**, 2199-2203 (2023).

NV センターとフリーラジカルの DEER 計測

Double electron-electron resonance between NV centers and free radicals

早大理工¹, 物材機構², 量研³, 都立大 UES⁴, 東北大 CIES⁵ ○関口 顕¹, 津川 雅人¹,
臼井 俊太郎¹, 齋藤 大樹¹, 三宅 悠斗¹, 寺地 徳之², 小野田 忍³, 田中 学⁴, 品田 高宏⁵,
川原田 洋¹, 谷井 孝至¹

Waseda Univ.¹, NIMS², QST³, Tokyo Metropolitan Univ.⁴, CIES Tohoku Univ.⁵, ○K. Sekiguchi¹, M. Tsugawa¹,
S. Usui¹, D. Saito¹, Y. Miyake¹, T. Teraji², S. Onoda³, M. Tanaka⁴, T. Shinada⁵, H. Kawarada¹, T. Tani¹

E-mail: sekiguchi@tanii.nano.waseda.ac.jp

【研究背景】ダイヤモンド中の浅い窒素—空孔中心 (NV センター) はナノスケールの磁気共鳴計測において高感度・高空間分解能を持つ磁気プローブとして有用である[1]。私たちは、前回、ダイヤモンド表面に成長した自己組織化単分子膜 (SAM) 中の核スピン検出の実行可能性を報告した[2]。ここでは、それをさらに発展させ、SAM 末端基に結合したフリーラジカル検出の実行可能性を評価した。

【実験方法】¹²C 濃縮 CVD 層に窒素イオン注入 (2.5 keV , 10^{12} cm^{-2}) と熱処理 (1000°C , 2 h) を施して[3], 表面近傍に NV センターを形成した。熱混酸処理したダイヤモンド表面をプリカーサ分子 (8-Aminoctyltrimethoxysilane) の蒸気 (110°C , 2 h) に暴露した。プリカーサ分子間の van der Waals 力やシロキサン結合網により、ダイヤモンド表面上に直接的に有機シラン単分子膜が成長する。その後、エポキシ基をもつ TEMPO (4-Glycidyloxy-TEMPO) 水溶液に浸漬して、SAM 末端に結合させた。これにより、ダイヤモンド表面から数 nm の位置にフリーラジカルを配置できる。このようにしてダイヤモンド上に固定したフリーラジカルを標的とし、Lab-made の共焦点顕微鏡を用いて NV アンサンブルによる DEER (double electron-electron resonance) 計測を行った[4]。フリーラジカル駆動用マイクロ波パルスの長さ T の変化に対応して、NV センターの位相変化を計測した。発表では、フリーラジカルをセンサーとし、NV センターをトランスデューサとする細胞計測系への応用に向けて、SAM が NV とフリーラジカルの距離の制御や、末端基に結合するフリーラジカルの面密度制御に便利であることを示す。本研究では文科省科研費 (22H01921, 23H00169) による助成を受けた。

[1] I. Lovchinsky, *Science* **351**, 836 (2016).

[2] Y. Ueda *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **62**.

SG(2023):SG1049

[3] R. Fukuda, *New J. Phys.* **20**, 083029 (2018).

[4] K. Zhang, *Phys. Rev. B* **104**, 224412 (2021).

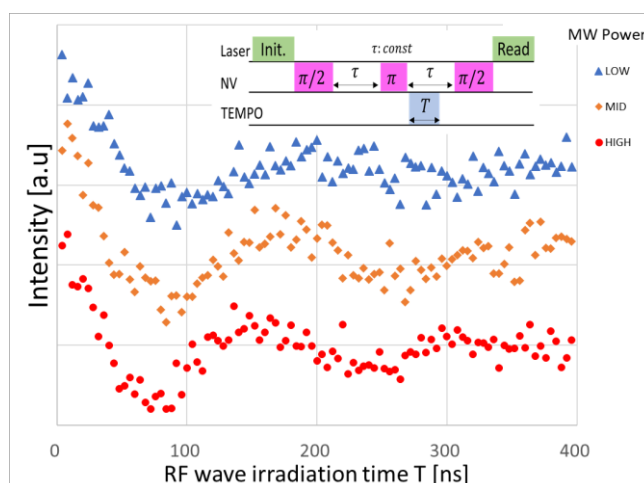


Fig.1 DEER measurements with NV centers and free radicals

Si 上高配向ダイヤモンド薄膜の形態変調成長における特性評価

Characterization of highly oriented diamond thin films on Si

in morphology-modulated growth.

電気通信大学大学院 ○(M2) 木川 啓太, 上原 陽空, 一色 秀夫

Univ. Electro-Communications., ○Keita Kigawa, Haruku Uehara, Hideo Isshiki

E-mail: kigawa@flex.es.uec.ac.jp

1. 緒言

ダイヤモンドは耐圧性や熱伝導率などに優れているため、当研究室では Si-LSI への混載を目的に Si 上へテロ集積用ダイヤモンドを CVD にて合成している。しかし CVD ダイアは多結晶体であるため粒界やそれに伴う転位が多く残存する。特に<111>優先成長において、隣接する正方形ファセット(100)が合体する結晶粒は稀であるため結晶粒界として残存することが報告されている。従来では $\alpha=3$ の<100>優先成長において基板上の転位や成長中に発生した欠陥が成長方向に引き継がれ貫通転位として残存してしまう^[1]ことを考慮し、核生成後に $\alpha=1$ の<111>優先成長のみで大粒径化を行っていたが、本研究では(100)接合時の粒界と転位の分散の双方を目的として α パラメーター制御による形態変調を施し、従来の条件との比較検討を行った。

2. 実験

マイクロ波プラズマ CVD にて CH_4/H_2 にモノメチルシラン ($\text{MMS}:\text{CH}_3\text{SiH}_3$) を添加し、BEN (Bias Enhanced Nucleation) 法により Si (100) 上に高配向核の形成を行った^[2]。核成長では従来の条件である $\alpha=1$ の条件で 16 h の合成を行った配向核と、 $\alpha=1$ と 3 を 2 h ごとに繰り返し、計 16 h の α 変調成長を行った配向核を用意した。次に、クロスセクションポリシャー (JEOL SM-09010) にて Ar ガス 6 kV で 14 min の研磨を行い、SEM にて研磨前後での断面観察を行った。さらに 532 nm のレーザー光を用いたラマン分光測定装置にて断面側から 5 μm 間隔で 4 点間の測定を行い、D-band の波数の平均値を求めた。

3. 結果と考察

図 1 より従来の合成条件では CP 前後で柱状構造と粒界が多数観測された。一方で α パラメーターの変調式では、CP 前後で粒界が目立たない良好な結晶が得られた。ラマンシフトでは横方向成長のみの成長形態では 1331.76 cm^{-1} にピークが立ち引張応力が働いていたが、 α パラメーター変調式では 1333.45 cm^{-1} にピークが立ち残留応力は見られなかった。今後は EBSD による結晶方位の評価を行う。

[1] A. Chayahara et al., Synthesiology 3(4), pp.272-280(2010) [2] H. Isshiki et al., JJAP 51, 090108 (2012)

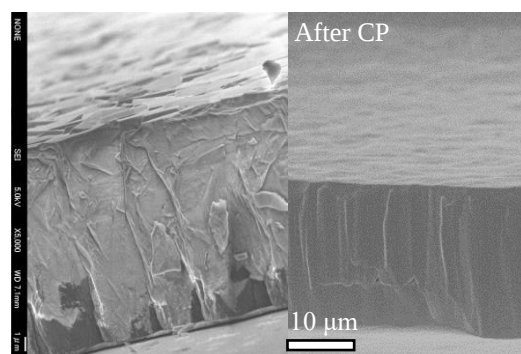


図 1 <111>優先成長 16 h 合成断面図

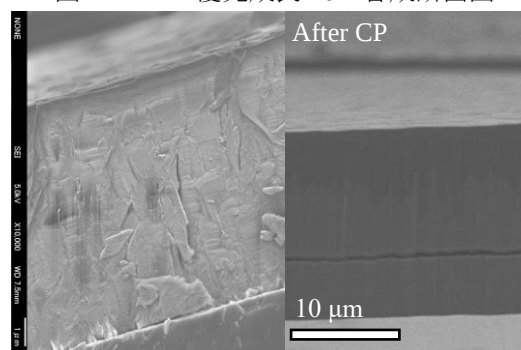


図 2 α 変調成長 16 h 合成断面図

Si 基板上単結晶ダイヤモンドの結晶性におけるマイクロ波出力依存性

Dependence of crystallinity of single crystal diamonds on Si substrates on plasma powers

電気通信大学大学院 ○(M1C) 玉腰佳子, 塚本貴広, 一色秀夫

Univ. Electro-Communications ○(M1C) Yoshiko Tamakoshi, Takahiro Tsukamoto, Hideo Isshiki

E-mail: yoshiko.tamakoshi@uec.ac.jp

【はじめに】ダイヤモンドは物性の優れた魅力的な材料であり、ダイヤモンドデバイスが実現できれば、高い絶縁破壊電界強度により、高温高压化で高周波動作可能となる。デバイス実現にあたり、ダイヤモンドの結晶性改善は必要不可欠である。これまでに、Si 基板上への単結晶ダイヤモンド形成において、ダイヤモンドの形成初期過程における結晶性の評価に取り組み、成長速度が重要な要因であることを明らかにした[1]。本研究では、さらなる高品質な単結晶ダイヤモンドの作製を目指し、マイクロ波出力が結晶性に及ぼす効果を調べた。

【実験方法】マイクロ波プラズマ化学気相成長(MPCVD)法で原料ガス H_2/CH_4 を用いて、Si(100)基板上にヘテロエピタキシャルダイヤモンドをマイクロ波出力条件と CH_4 流量を変えて 3h 成長した[2]。作製した結晶を走査型電子顕微鏡(SEM)及びラマン分光法を用いて評価した。

【結果と考察】Fig. 1 にマイクロ波出力 1500W・ CH_4 流量 9 sccm (Sample A)及び 2200W・ CH_4 流量 14 sccm (Sample B)で Si 基板上に作製した単結晶ダイヤモンドの SEM 像を示す。どちらのサンプルも 1 辺が約 $9\mu m$ サイズであったが、Sample A は Sample B に比べてふくらみが観察された。Fig.2 に Sample A 及び Sample B のラマンスペクトルを示す。どちらのスペクトルも 1333 cm^{-1} 付近にみられる sp^3 結合由来のダイヤモンドピークが観測でき、マイクロ波出力が高い Sample B のほうがダイヤモンドピークの半値幅が小さく、 1500 cm^{-1} 付近にみられるアモルファスカーボン由来のピーク強度が低いことがわかった。このことから、成長時におけるマイクロ波出力がダイヤモンドの結晶性に影響を与えることがわかり、高いマイクロ波出力において結晶性が向上することがわかった。

【参考文献】[1] 山崎翔平 他, 第 83 回応用物理学会, 21a-P01-1 (2022). [2] H. Isshiki *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **51**, 090108 (2012).

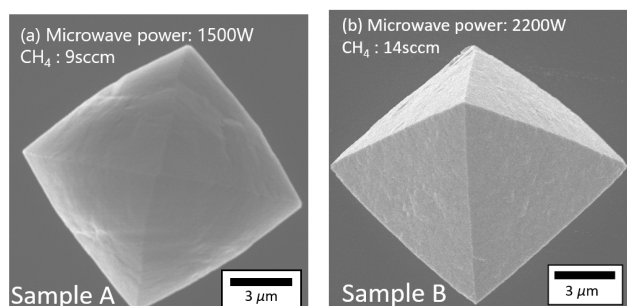


Fig. 1 SEM images of the fabricated single crystal diamonds. (a) Sample A and (b) Sample B.

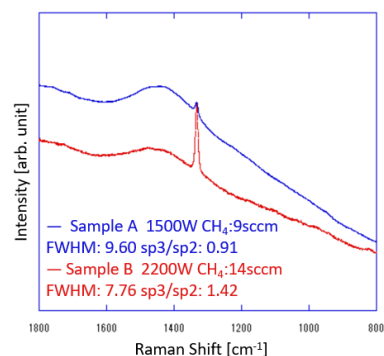


Fig. 2 Raman spectra of the fabricated single crystal diamonds.

液中原子分解能 AFM 計測に適した電子線堆積カーボン探針の作製 Fabrication of an electron beam deposited carbon tip for atomic-scale AFM in liquid

金大院¹, WPI-NanoLSI² °宮澤 佳甫^{1,2}, 奥西 昂¹, 中山 隆宏^{1,2}, 福間 剛士^{1,2}

Kanazawa Univ.¹, WPI-NanoLSI.²,

°Keisuke Miyazawa¹, Subaru Okunishi², Takahiro Watanabe-Nakayama², Takeshi Fukuma²

E-mail: k.miyazawa@staff.kanazawa-u.ac.jp

近年、液中原子間力顕微鏡（液中 AFM）の性能が飛躍的に向上しており、液中環境下における原子・分子分解能 AFM 計測が行われるようになってきた。一般的に、液中 AFM は Si 製の探針が用いられるが、Si はヤング率が低く、表面も容易に酸化しやすいため、液中における安定な高分解能 AFM 計測が困難である。そこで開発されているのが、電子線堆積法（EBD）で作製されたアモルファスカーボン製の EBD 探針である（図 1a）。EBD 探針は、従来の Si 探針と比べて機械的強度が高いため、探針先端の揺動を抑えて安定な高分解能計測が可能であると考えられてきた。しかしながら、EBD 探針は電子線照射時の条件によってアモルファスカーボンの密度や形状に差が生じ、EBD 探針全体の機械的強度が変化するため、安定な AFM 計測が困難であった（図 1b）。

そこで本研究では、EBD 探針の作製条件の不安定性を抑えるために、液中 AFM 計測に適したより機械的強度の高い EBD 探針の作製手法を確立した[1]。本手法では、カンチレバー先端部分に直径 2 μm のシリカビーズを固定し、その上に長さが 500 nm 程度の EBD 探針を作製した。これにより、図 1b のように底面から先端まで複数回電子線の条件を変えて EBD 探針を作製する必要性が無く、原子分解能計測が可能な EBD 探針を再現性良く作製することができるようになった（図 1c）。我々は、このような EBD 探針の形状コントロールの他にも、EBD 探針を構成するアモルファスカーボンの素材そのものの強度を向上させる方法も確立した。EBD 探針のヤング率やカーボン結合状態を計測する手法を開発し、探針を作製する時の電子線の条件（加速電圧など）やカーボン材料を最適化することにより、従来よりも機械的強度が高く、長時間安定な高分解能計測が可能な EBD 探針を作製することに成功した。本研究で開発した EBD 探針により、液中 AFM の安定性や信頼性が向上し、様々な研究分野に原子分解能 AFM 計測が応用されることが期待される。

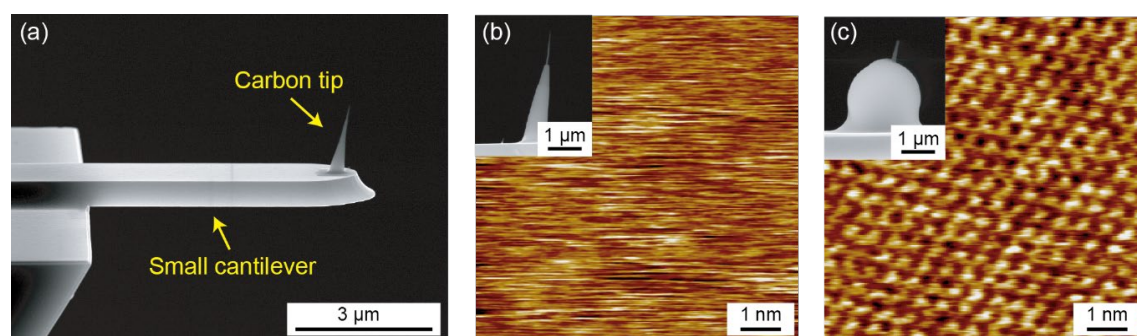


Fig. 1: (a) SEM image of a cantilever. AFM images of mica in PBS solution obtained with (b) as-purchased EBD tip and (c) home-made EBD tip. [1] K. Miyazawa *et al.*, *Nanotechnology* **26** (2015) 105707

表面粗さの異なる SKD 基材上の a-C:H 膜のラマンマッピング評価

Raman mapping investigation of a-C:H films coated on SKD substrates with different surface roughness

京都工繊大¹, 住友重機械工業(株)², 和歌山大³ °蓮池 紀幸¹, 阿部 涼介², 木下 創², 福村 秀夫², 木曾田 賢治³Kyoto Inst. of Tech.¹, Sumitomo Heavy Industries, Ltd.², Wakayama Univ.³, °Noriyuki Hasuike¹, Ryosuke Abe², Tsukuru Kinoshita², Hideo Fukumura², Kenji Kisoda³

E-mail: hasuike@kit.ac.jp

水素化非晶質カーボン膜 (hydrogenated amorphous carbon films: a-C:H 膜) は高硬度・低摩擦などの優れたトライボロジック的性質を持ち、機械部品の摺動部のコーティング材として応用されている。a-C:H 膜はその成膜方法や成膜条件によって膜中の H 含有量や sp^2 - sp^3 結合組成比率が変化することで膜の機械特性が大きく変化することが良く知られており、用途に適した方法・条件で成膜された a-C:H 膜が利用される。本研究では合金工具鋼 (SKD11) 基材上に成膜された a-C:H 膜について、基材の表面粗さが a-C:H 膜に与える影響をラマンマッピング法により評価した。

表面粗さの異なる SKD11 基材上に同程度のビッカース硬度 (～1400 HV) を有する a-C:H 膜を成膜した試料を準備し、その膜質の面内分布を評価した。a-C:H 膜はスパッタ法と DC プラズマ支援 CVD 法を複合したハイブリッドイオンプレーティング法を用いて成膜された。Fig.1(a)と(c)に試料表面の光学顕微鏡像を示す。基材表面粗さの違いにより a-C:H 膜表面の様相に違いが見られる。さらに、Fig.1(b)と(d)にそれぞれの光学顕微鏡像に対応する領域から取得した G バンドピーク位置 (G_{freq}) のマッピング像を示す。基材表面粗さの小さい試料から取得したラマンマッピング像 (Fig.1(b)) では、 G_{freq} の平均値が基材表面粗さの大きい試料 (Fig.1(d)) に比べ約 13 cm^{-1} 低波数側に観測された。これは H 含有量や sp^2 - sp^3 結合組成比率の違いを反映しており、同程度の硬度を有する a-C:H 膜でも基材の表面粗さに応じて膜質が変化することが示された。また基材表面粗さが小さい試料 (Fig.1(b)) では G_{freq} の標準偏差も小さくなり、均質な a-C:H 膜が形成されていることが確認された。このような膜質の差異はトライボロジック的特性にも影響を与えることから、同程度の硬度の a-C:H 膜でも異なる摺動特性を示す可能性が示唆された。発表では D,G バンドの強度比などについても議論する予定である。

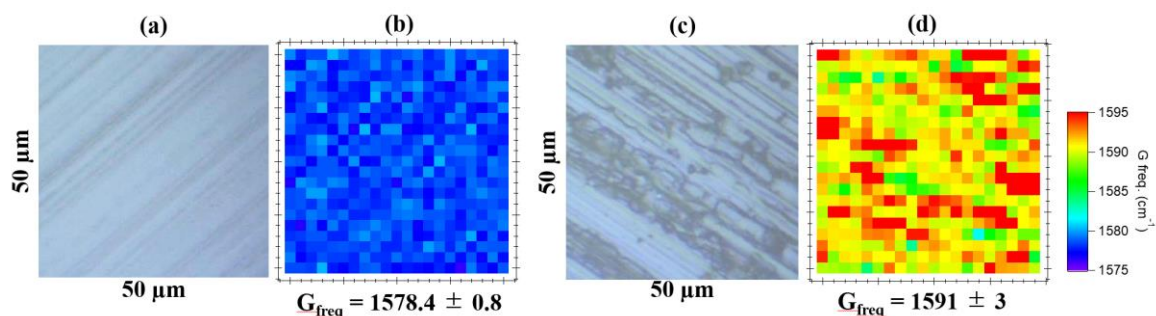


Fig.1 Optical micrographs (a) and (c), and Raman mappings of G band frequency (b) and (d).

アモルファス窒化炭素薄膜における膜厚方向の化学結合状態均一性が 光誘起変形に及ぼす影響

Study of growth direction distribution of chemical bonding states in amorphous carbon
nitride thin films for photoinduced deformation phenomenon

鹿大院理工¹, 防衛大², 長岡技科大³, 東北大多元研⁴

○青野 祐美¹, 島 宏美², 小松 啓志³, 佐藤 庸平⁴, 寺内 正己⁴

Kagoshima Univ.¹, NDA², Nagaoka Univ. of Tech.³, IMRAM Tohoku Univ.⁴

Masami Aono¹, Hiromi Shima², Keiji Komatsu³, Yohei K. Sato⁴, Masami Terauchi⁴

E-mail: aono@eee.kagoshima-u.ac.jp

【はじめに】一部のアモルファス窒化炭素 ($a\text{-CN}_x$) 薄膜において、可視光を照射したとき形状が変化する光誘起変形が見られる。この光誘起変形は可視光照射下でのみ生じる可逆性の現象であり、可視光のほぼ全ての波長に応答することがわかっている [1, 2]。これまで、Si、 SiO_2 、Al 箔、ポリエチレンナフタレートフィルム、セルロースナノペーパーなど様々な材料を基板に用いて変形挙動を調べてきたが、基板から剥離した $a\text{-CN}_x$ 自立膜を含め、すべて成膜時の薄膜表面側が界面側に対して縮むような挙動を見せる。そこで本研究では、この原因を明らかにするため、膜厚方向の化学結合状態の均一性について、各種分光学的手法を用いて調べた。

【実験方法】薄膜は、高周波マグネトロンスパッタ法を用いてグラファイトと窒素ガスから作製した。投入電力 85 W、ガス流量 3 sccm、成膜時の圧力 16 Pa をそれぞれ一定とし、光誘起変形が生じる 300 °C とほとんど生じない 600 °C の 2 つの基板温度で薄膜を作製した。化学結合状態の分析に X 線光電子分光法 (XPS) および軟 X 線発光分光法 (SXES) を用いた。また、膜厚測定に走査型電子顕微鏡および分光エリプソメトリー、膜密度に X 線反射率法を用いた。

【結果】Si 基板上に堆積した、厚さ約 800 nm の光誘起変形が生じる $a\text{-CN}_x$ 薄膜の破断面 3 箇所の SXES 測定を行ったところ、図 1 に示すように、表面付近と基板界面直上では炭素のスペクトル形状に違いが見られた。特に波線で示した $\text{sp}^3\text{-}\sigma$ 結合に由来する信号強度が基板側で小さくなった。XPS の深さ方向分析では、窒素含有量が表面付近で多く、基板界面にかけて減少した一方で、光誘起変形量と窒素含有量の減少率との間に明確な相関は見られなかった。

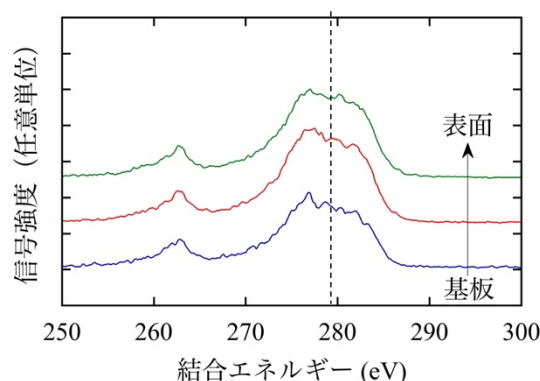


図 1. $a\text{-CN}_x$ 薄膜破断面の SXES スペクトル

参考文献：[1] T. Harata, M. Aono, et al., J. Phys. Conf. Seri., 619 (2015) 012007. [2] T. Harata, M. Aono, et al., Diam. Relat. Mater., 63 (2016) 132.

謝辞：本研究は JSPS 科研費 (22H00267) の助成を受けて行われました。また、SXES は日本電子株式会社、分光エリプソメトリーは J・A・ウーラム・ジャパン株式会社の協力を得て行われました。

ネオジウム磁石を用いたマグネトロンスパッタリング源からの アモルファス炭素膜の作製

Deposition of amorphous carbon films by magnetron sputtering with neodymium magnets

°小松原 理央¹, 玉田 耕治², 平田 祐樹¹, 大竹 尚登¹, 赤坂 大樹¹

¹東京工業大学

°Rio Komatsubara¹, Kouji Tamada², Yuki Hirata¹, Naoto Ohtake¹, Hiroki Akasaka¹

¹Tokyo Institute of Technology, ²National Institute of Technology, Tokyo College,

E-mail: komatsubara.r.aa@m.titech.ac.jp

1. 緒言

マグネトロンスパッタリング源にはサマリウムコバルト磁石が利用される。サマリウムコバルト磁石のよりも磁束密度の高いネオジウム磁石は、高い磁気集束能力が期待できることから、高密度なプラズマが得られると考えられる。一方で、ネオジウム磁石はキュリー温度が約 330 °Cと低い。本研究はネオジウム磁石を用いたマグネトロンスパッタリング源を設計製作し、エチレングリコール水溶液で磁石を-5~5°Cで冷却し、磁力を保持させながらアモルファス炭素膜の作製を試みた。

2. 実験方法

マグネトロンスパッタリング源の電極下に中央部に $\phi 30 \times 15 \text{ mm}^3$, その周囲に穴径 $\phi 55 \text{ mm}$, 厚さ 10 mm, 高さ 15 mm のリング状のネオジウム磁石を配置した。このマグネトロンスパッタリング源上に $\phi 80 \times 1 \text{ mm}^3$ の炭素ターゲットを設置した。この直上 80 mm の位置に Si(100)基板を設置してアモルファス炭素膜を堆積した。Ar を $5 \text{ cm}^3/\text{min}$ 導入し、圧力 2 Pa に調整後、13.56 MHz の高周波電力: 30~300 W を電極に印可し 30, 若しくは 60 min 膜を作製した。触針式表面形状測定機(Kosaka: DSF600)で膜の厚さを、バーコビッチ圧子を用いた微小押込み硬さ試験機(Elionix: ENT-1100a)で得られた膜の硬さを評価した。

3. 実験結果・考察

30 W の印可電力ですでに膜を得ることができた。印可電力が低いほど膜は黒く、電力を上昇させると色に変化した。各堆積時間および印可電力で得たアモルファス炭素膜の厚さと硬さを Fig. 1, および 2 に示す。堆積速度は印可電力の上昇に伴い、上昇した。一方、硬さは、50 W の時に最も大きな値を示した。

4. 結言

ネオジウム磁石を用いたマグネトロンスパッタリング源でアモルファス炭素膜を作製できた。

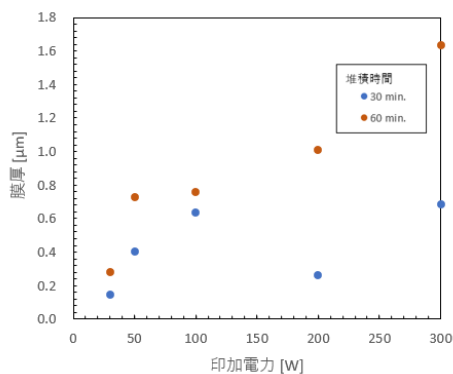


Fig. 1. Thickness of amorphous carbon film.

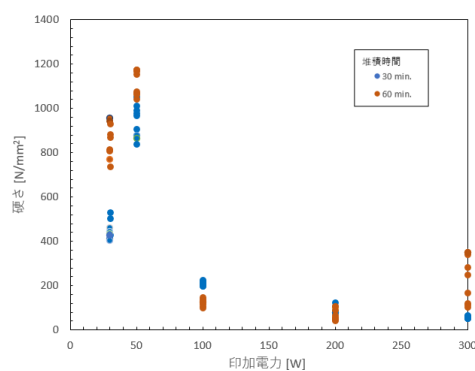


Fig. 2. Hardness of amorphous carbon film.

パルスレーザー照射によるアモルファス炭素膜の接合

Joining amorphous carbon films by pulsed laser irradiation

○長谷 嘉琉¹, 原田 大¹, 青野 祐子¹, 平田 祐樹¹, 大竹 尚登¹, 赤坂 大樹¹

¹東京工業大学

○Karyu Hase¹, Dai Harada¹, Yuko Aono¹, Yuki Hirata¹, Naoto Ohtake¹, Hiroki Akasaka¹

¹Tokyo Institute of Technology

E-mail: hase.k.aa@m.titech.ac.jp

1. 緒言

Si 基板上に作製したアモルファス炭素膜にパルスレーザーをデフォーカス照射すると、照射部が隆起して凸型の表面形状が得られ、摺動性を向上できる¹⁾。この時、凸部の中央には溶融したような滑らかな表面を持つボイドが散見された。このことからレーザー照射による炭素の溶融若しくは局所分解が起きている事が示唆された。そこで本研究は、レーザー照射により 2 つのアモルファス炭素膜の接合を試みた。

2. 実験方法

Si(100)上および 7059 光学ガラス上に C₂H₂(合同アセチレン 98%)からパルスプラズマ化学気相成長(CVD)法により、それぞれ 0.7 および 1.05 μm の厚さのアモルファス炭素膜を作製した。これらのアモルファス炭素膜同士が接触するように、試料を重ね合わせ、波長 1064 nm の Yb ファイバーパルスレーザー(LP-S: Panasonic)をパルス幅 20 μs, 5 μJ/shot でガラス基板側から 200 μm の照射間隔で照射した。試料の表面を光学顕微鏡で、断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。

3. 実験結果・考察

照射後に 2 つの試料は離す事ができた。照射後の試料の光学顕微鏡像を Fig. 1 に示す。ガラス基板側のアモルファス炭素膜は凹形状を呈し、Si 基板側の膜は凸型形状を呈した。Si 基板上の照射部中央の膜の断面 SEM 像を Fig. 2 に示す。膜の厚さが増加し、中央に複数の空孔が見られる。これらの空孔の位置がレーザー照射前の Si 上の膜の厚さに相当する為、ここが接合界面と考えられる。このことから、ガラス上のアモルファス炭素膜がパルスレーザー照射により、Si 上の膜と接合され、転写された事が示された。

4. 結言

パルスレーザー照射によりガラス基板上に作製したアモルファス炭素膜を Si(100)上に作製した同膜と接合・転写できることが示された。

〔謝辞〕 本研究は科研 22H01355, 精密測定技術振興財団の支援により実施された。

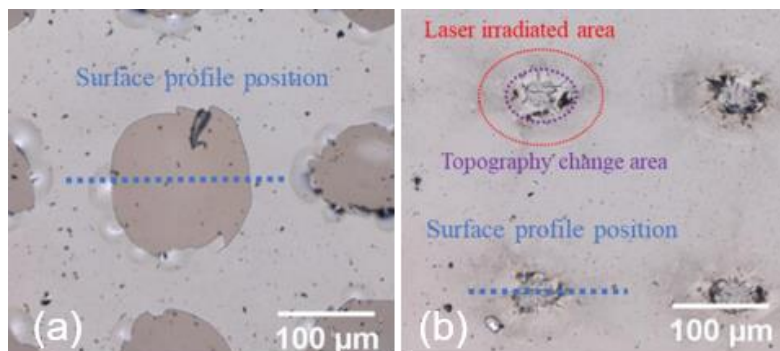


Fig. 1. Laser micro scope images of laser irradiated amorphous carbon film surface on (a) 7059 glass, (b) Si(100).

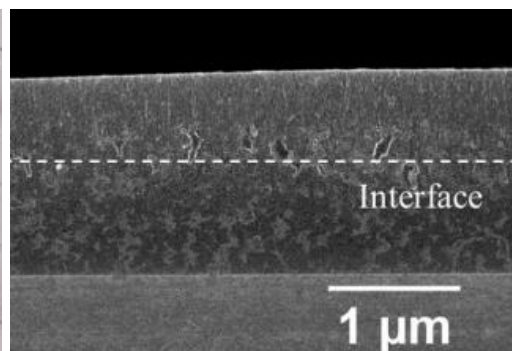


Fig. 2. Cross-sectional SEM image of laser irradiated amorphous carbon film on Si.

¹⁾ D. Harada et.al. Dia. Relat. Mater. 131 (2023) 109573.

DLC 成膜中のプラズマ発光状態と細胞増殖性との関係

Relationship between plasma emission and cell proliferation for DLC film deposition

電機大¹, 神奈川大² ○(B)尾高 友輔¹, (B)當間 宗一郎¹, 中村 聡², 小松 隆², 平栗 健二¹,
大越 康晴¹

Tokyo Denki Univ.¹, Kanagawa Univ.² ○(B) Yusuke Odaka¹, (B) Soichiro Toma¹, Akira Nakamura²,
Takashi Komatsu², Kenji Hirakuri¹, Yasuharu Ohgoe¹

E-mail: 20re019@ms.dendai.ac.jp

【研究背景】

薄膜形成プロセスにおいて、プラズマの発光状態は膜の物性に大きな影響を与える。プラズマの発光状態と膜物性に関する指標を作成することは、薄膜形成プロセスの品質管理に大きく役立つ^[1]。特に、ダイヤモンド状炭素薄膜 (DLC: diamond-like carbon) は、成膜中のプラズマ状態に強く依存するとともに、先行研究では、プラズマ状態によって細胞親和性が拡張することが報告されている^[2]。本研究では、DLC 成膜中のプラズマ発光色に着目し、DLC の細胞親和性との関係性について評価した。

【実験方法】

CH₄ と N₂ の混合ガス(30 Pa, 8.34×10⁻⁶ cm³/s)を原料とし、高周波プラズマ(r.f. plasma: 100 W)にて成膜した。その際、原料ガスの総流量に対し、N₂ の混合比を 0, 40, 60, 80 %とした。DLC 成膜中はスペクトルカメラを用いて取得した分光特性から MATLAB を用いた機械学習にてプラズマ状態を分類し、各混合比について、プラズマ発光色として RGB 値を算出した。そして、成膜した DLC 表面に NIH-3T3 細胞を播種し、72 時間の細胞培養を実施した。

【実験結果】

機械学習によるプラズマ発光状態の分類では、N₂: 0, 40 %と N₂: 60, 80 %にて大別された。Fig. 1 に、各窒素混合比における DLC 成膜中のプラズマ発光色を色度図上に示す。窒素混合比の増加に伴って赤色領域側にプロットされているが、これらのプロットにおいて、機械学習の結果と同様に、N₂: 40 %と 60 %との間に変曲点が存在すると考えられる。細胞培養実験では、N₂: 0 %に対し N₂: 40 %で細胞接着が抑制され、N₂: 60, 80%では促進された。即ち、窒素混合比の増加に伴い、N₂: 40 %と N₂: 60 %との間で、DLC の細胞増殖性が抑制型から促進型に転じ、プラズマ発光状態でも判別可能であることが示唆された。

【参考文献】

- [1] Abdul Wasy Zia *et al.*, *Ceram. Int.* 48, 36000, 2022.
- [2] S. Khatir *et al.*, *Diam Relat Mater* 58, 205, 2015.

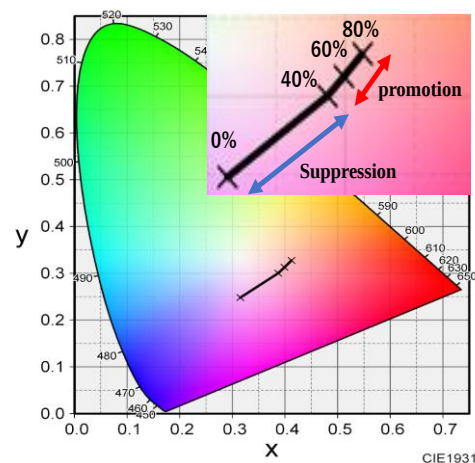


Fig. 1 Relationship between plasma emission on DLC film deposition and cell proliferation

低周波プラズマを用いた DLC 成膜におけるプラズマの発光色と細胞接着性の関連性 Relationship between plasma emission color and cell adhesion for DLC deposition using low-frequency plasma

電機大¹, 神奈川大², 春日電機³ ○(B)當間 宗一郎¹, (B)尾高 友輔¹, 中村 聡², 小松 隆²,
鈴木 輝夫³, 田村 豊³, 小木曾 智³, 杉村 智³, 松浦 慶³, 平栗 健二¹, 大越 康晴¹

Tokyo Denki Univ.¹, Kanagawa Univ.², Kasuga Denki.³, Kanagawa Univ.² Soichiro Toma¹, Yusuke Odaka¹,
Akira Nakamura², Takashi Komatsu², Teruo Suzuki³, Yutaka Tamura³, Satoru Ogiso³, Satoshi
Sugimura³, Kei Matsuura³, Kenji Hirakuri¹, Yasuharu Ohgoe¹

E-mail: 20re057@ms.dendai.ac.jp

【研究背景】DLC: diamond-like carbon をはじめとする炭素系材料は生体親和性に優れ、医用材料として広く展開されている^[1]。特に DLC は、バイオインターフェースとして抗血栓性、抗菌性、細胞親和性など様々な表面機能を発現しているが、その基本物性に伴う表面機能は、個々の成膜装置や成膜手法によって生成されるプラズマ状態に大きく依存する。それ故、使用用途に適した表面機能の獲得は容易ではない^[2]。そこで本研究では、個々の成膜装置の特性や成膜条件を反映したプラズマの発光色に注目し、プラズマ発光色の変化と、DLC の表面機能を示す細胞接着性との関連性について評価した。

【実験方法】CH₄ と H₂ の混合ガス (総流量: $1.67 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$, ガス圧力: 50 Pa) を原料として、29.6 kHz plasma (電源電力 50 W) を用いて DLC を成膜した。このとき、総流量に対する H₂ 流量比を変数 (H₂: 0, 20, 40, 60 %) とした。DLC 成膜中のプラズマ発光色については、スペクトルカメラを用いて取得した分光スペクトルから RGB 値を算出し、色度によるプラズマ状態の判別を行った。更に、成膜した DLC 表面に対し接着性細胞 (F2) を播種し、72 時間培養を行った。

【実験結果】異なる H₂ 混合比で生成したプラズマの発光色と、その時に成膜された DLC の細胞接着性との関係を、Fig. 1 の色度図上に示す。H₂ 混合比の増加に伴って、DLC の発光色が連続的に白色の領域へ変化する様子が確認された。細胞実験の結果、H₂: 0, 20, 40 %で成膜した DLC 表面では、細胞の集合体がランダムに形成された一方で、H₂: 60 %では、良好な接着性によって DLC 表面において均一に増殖し、集合体の形成は見られなかった。これらの結果から、プラズマの発光色により、成膜された DLC のバイオインターフェース機能として、細胞接着性の識別が可能であることが示唆された。本研究の一部は、JSPS 科研費 JP23K04589 の助成を受けて実施されたものである。

【参考文献】

- [1] P.Písařík et al, Materials Science and Engineering: C, Volume 77, 955-962, 2017
- [2] Xubing Wei et al, Diamond and Related Materials, Volume 123, 108852, 2022

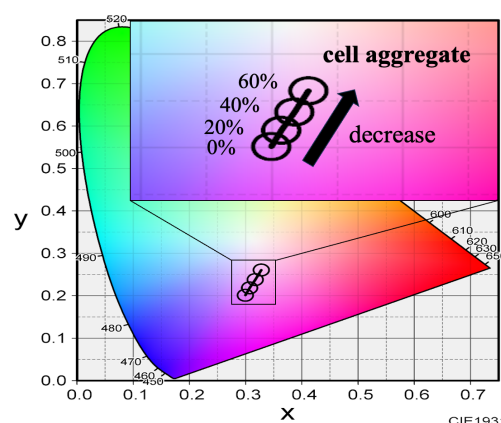


Fig. 1 Relationship between plasma emission color and cell adhesion

連続的な圧力負荷がおよぼす非晶質炭素薄膜の物性変化

Changes in physical properties of amorphous carbon thin films under continuous pressure loading

電機大, [○](M1)中川 颯太, (B)杉原 輔嗣, (B)小野澤 博文, (B)五十嵐 唯斗, 小畑 修二,
平栗 健二, 大越 康晴

Tokyo Denki Univ.¹, [○](B) Sota Nakagawa, Fumi Sugihara, Hirofumi Onozawa, Yuto Igarashi,
Shuji Obata, Kenji Hirakuri, Yasuharu Ohgoe
E-mail: 23rme16@ms.dendai.ac.jp

【研究背景】薄膜形成技術の発展に伴い、Diamond-like carbon (DLC) は多様化し、成膜対象も無機材料から高分子材料まで多岐に渡る^[1]。特に高分子材料への成膜は、低温プロセスによってペットボトルへのガスバリア性付与などが報告されている^[2]。そこで本研究では、高分子材料上のDLC に対して、ガスによる圧力負荷がおよぼす物性変化を調査した。

【実験方法】Si 基板表面に形成した 300 nm の polycarbonate (PC) film 表面に、RF マグネトロンスパッタリング装置（電源周波数: 13.56 MHz, 電力: 50 W, ターゲット: グラファイト, スパッタリングガス: Ar, 圧力: 1 Pa, 流量: $1.67 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ ）を用いて DLC を成膜（膜厚: 150 nm）した。その後、DLC 表面にスパッタリング法にて Pt の楕形電極を形成し、密閉されたアルミ容器内に設置した。そして、アルゴン雰囲気下にて 400 kPa で加圧し 50 分静置した後、試料を大気開放し、更に 50 分静置した。その時の DLC の抵抗変化を測定した。

【実験結果および結論】Fig.1 に DLC の抵抗変化を示す。400 kPa で 50 分間加圧した結果、DLC の抵抗値は 1.77 k Ω から 2.09 k Ω へ増加した。その後の大気開放を行い 50 分間静置した結果、抵抗値は 2.09 k Ω から 1.93 k Ω に減少し、導電性の回復が確認された。一方、PC film のみで同様の測定を行ったところ、圧力負荷によって抵抗値は 0.21 k Ω から 0.24 k Ω へ増加し、大気暴露によって 0.24 k Ω から 0.23 k Ω まで減少したものの、DLC と比べ、変化量は小さかった。これらの結果から、DLC は、一定の圧力負荷に対し、可逆的に抵抗値が変化することが確認された。なお、PC film の抵抗値低くなったのは、楕形電極作製時に Pt 粒子が飛散して電極間（PC film 表面）に存在した表面効果によるものと考えられる。

【参考文献】

- [1] Y. Yu et al, Non-Cryst. Solids, Vol 577, 121318, 2022
- [2] Hongming D et al, Materials Diamon and related materials, Vol 110, 108156, 2020

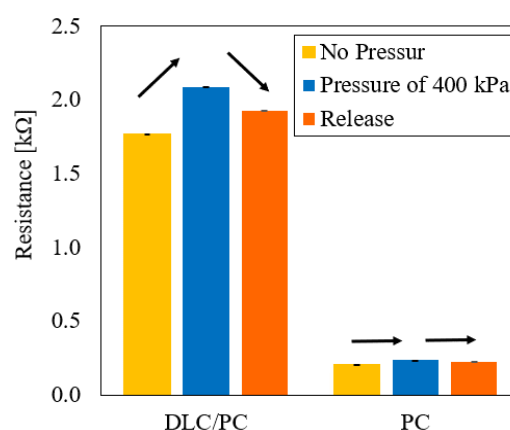


Fig.1. change in resistance of DLC and PC by Pressure of 400 kPa and Release

DLC コーティングを施した巻線ヨークによる高効率モータ開発

High-efficiency motor by winding yoke with DLC coating

東京電機大学¹, 株式会社仲代金属², エムスリー・コンサルティング³

○(M2) 栗山 創太¹, 栗原 大樹², 安中 茂², 林 俊郎³, 平栗 健二¹

Tokyo Denki University¹, NAKADAI Metal Co, Ltd.², M3・Consulting³

○Sota Kuwayama¹, Hiroki Kuwabara², Shigeru Annaka², Toshiro Hayashi³ and Kenji Hirakuri¹

E-mail: 22kmj09@ms.dendai.ac.jp

1. まえがき

近年、カーボンニュートラルへ向けた目標から電子機器の省エネルギー要求が高まり、基幹部品であるモータなどの小型軽量化および高効率化の開発需要が高い。そこで、本研究ではモータ構成部品であるヨークの小型高効率化に着目した。現在、ヨークは損失要因となる渦電流を低減するために、非晶質金属 (α -Metal) を材料として使用方法がある。しかし、 α -Metal は電気絶縁層が形成されていないため、渦電流の低減に不利になっている。そこで、この課題を解決するために、Diamond-like Carbon (DLC) 膜に着目した。

本研究では、短冊状 α -Metal に極めて薄い電気絶縁層として DLC 膜を成膜 (DLC/ α -Metal) し、渦巻き状に巻き回すことで新規ヨークを開発した。この形状により、容易に α -Metal と DLC 膜の積層状態を実現し、損失となる渦電流の低減が可能であると考えられる。DLC 膜の膜物性および電気特性を評価し、DLC/ α -Metal を用いたヨークに発生する損失を比較した。

2. 実験方法

本実験では、 α -Metal の両面に炭化水素ガスを原料として、化学的気相成長法にて DLC 膜を成膜した。DLC 膜の電気絶縁性は、二端子法にて測定した。試験条件は、直流電圧を 2 [V] 間隔で印加し、電流が 2 [mA] 導通時点で絶縁破壊に至ったと定義した。ヨークの性能を評価するために、駆動モータを回転させ、周波数に対する負荷電流を測定することで、ヨークに発生する損失を算出した。また、比較対象として珪素鋼板 (Si-steel) ヨークの特性も測定した。

3. 実験結果

DLC 膜の絶縁破壊電圧は 46 [V] であった。この値は、小型モータで利用される電圧に対して十分な数値となっている。

ヨークの損失測定結果を Fig.1 に示す。Fig.1 より、DLC/ α -Metal ヨークは Si-steel ヨークよりも損失を約 83 [%] 低減できることが確認された。この結果より、 α -Metal と DLC 膜の積層状態によって損失要因となる渦電流を低減し、高効率なヨークが作製可能であることが示唆された。

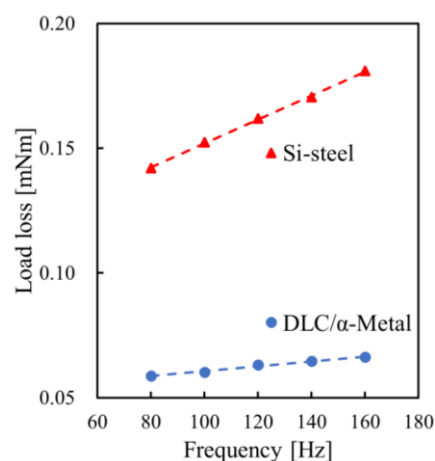


Fig.1 Load loss as a function of frequency for DLC/ α -Metal.

ダイヤモンド状炭素コート A6063 パイプの圧力損失

Water pressure loss on the diamond-like carbon coated A6063 pipe.

○玉井 大鷹, 平田 祐樹, 大竹 尚登, 赤坂 大樹

東京工業大学

Hiroataka Tamai, Yuki Hirata, Naoto Ohtake, Hiroki Akasaka

Tokyo Institute of Technology

E-mail: tamai.h.ab@m.titech.ac.jp

1. 緒言

ダイヤモンド状炭素(DLC)膜は金属等に対する摩擦係数が低いことから摺動部へ摩擦損失低減を目的として適用されている。これらの DLC 膜の内、炭化水素から作製した DLC 膜の表面官能基は C-H であり、疎水性を示す。このことから水との間の流体抵抗を下げることを期待し、本研究では C_2H_2 から DLC 膜を円筒形金属パイプ内面に形成し、このパイプに水を流した際の圧力損失から流体摩擦の変化を捉える事を試みた。

2. 実験方法

パルスプラズマ化学気相成長(CVD)法により内径 6 mm, 長さ 270 mm の A6063 製円筒形パイプの一部を切断し、内部を露出させて内壁 C_2H_2 から DLC 膜を作製した。その後、パイプ状になるように組立て、戻した上で、このパイプ両端に圧力計及び流速計を接続し、このパイプに水道水を流した際の流速と圧力を測定した。流量を計測しながらパイプ内の水のレイノルズ数が 1000, 2000, 4000 付近になるよう、ポンプに付いたバルブを調節後、パイプ両端に設置した圧力計で圧力を 1000 s 間計測し、圧力損失を得た。

3. 実験結果

DLC 膜を形成したパイプのレイノルズ数 2000 での圧力損失の経時変化を図 1 に示す。DLC 膜を形成する前の A6063 パイプでは 圧力損失は平均で約 574 Pa であったが、DLC 膜を内壁にコーティングした試料では平均約 463 Pa まで圧力損失が低下した。このことから水の DLC 膜に対する流体抵抗はアルミニウムに比べ低く、コーティングにより損失を低減できることが示唆された。

4. 結言

A6063 パイプ内面に DLC 膜を形成することで、水に対する流体抵抗を下げる効果があることが示唆された。

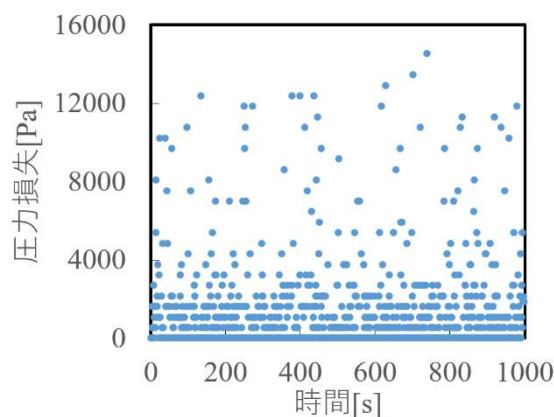


Fig. 1. Re $\approx$ 2000 の A6063 パイプ内壁に DLC 膜を形成したパイプの圧力損失の経時変化

謝辞: 本研究は御器谷科学技術財団及び科研 22H01355 の一部支援により実施された。