

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

2024年9月20日(金) 13:30 ~ 15:30 皿 P01 (展示ホールA)

**[20p-P01-1~8] 6.2 カーボン系薄膜**

[20p-P01-1]

耐放射線性・高温動作デジタル回路開発に向けた  
ノーマリーオフダイヤモンドMESFETの作製と評価○奥野 朝陽<sup>1</sup>、金子 純一<sup>1</sup>、梅沢 仁<sup>2</sup>、榎村 匡史<sup>1</sup>、川島 宏幸<sup>2</sup>、牧野 俊春<sup>2</sup> (1.北大院工、2.産総研)

[20p-P01-2]

中性子照射HOPGの高圧高温処理による層状ナノダイヤモンドへの直接変換

○(M2)徳永 匠<sup>1</sup>、肥後 祐司<sup>2</sup>、佐藤 庸平<sup>3</sup>、庭瀬 敬右<sup>4</sup>、新部 正人<sup>1</sup>、本多 信一<sup>1</sup> (1.兵庫県立大、2.高輝度光科学研究センター、3.東北大多元研、4.兵庫教育大)

[20p-P01-3]

原子状水素照射した水素化ダイヤモンドライクカーボン薄膜に対するsp<sup>2</sup>結合炭素濃度の深さ方向分析○春山 雄一<sup>1</sup>、部家 彰<sup>2</sup>、住友 弘二<sup>2</sup>、伊藤 省吾<sup>2</sup>、四本 真央<sup>3</sup>、丸山 隆浩<sup>3</sup> (1.兵県大高度研、2.兵県大工、3.名城大理工)

[20p-P01-4]

Zn溶出型Zn-DLC膜の構造解析

○神田 一浩<sup>1</sup>、中西 康次<sup>1</sup>、鈴木 常生<sup>2</sup>、赤坂 大樹<sup>3</sup>、大越 康晴<sup>4</sup>、平塚 傑工<sup>5</sup>、平栗 健二<sup>4</sup> (1.兵県大高度研、2.長岡技大、3.東工大工、4.東京電機大、5.トクケン)

[20p-P01-5]

アルミニウム管内へのダイヤモンド状炭素膜の形成による流体圧力損失抑制

玉井 大鷹<sup>1</sup>、佐向 亮<sup>1</sup>、平田 祐樹<sup>1</sup>、大竹 尚登<sup>1</sup>、○赤坂 大樹<sup>1</sup> (1.東工大)

[20p-P01-6]

ポリプロピレン糸用搬送ガイドに対するDLCコーティング

○(M1C)小山 拓海<sup>1</sup>、瀧澤 健太郎<sup>1</sup>、桑名 克之<sup>2</sup>、遠藤 護<sup>2</sup>、金杉 和弥<sup>1</sup>、平栗 健二<sup>1</sup> (1.東京電機大工、2.泉工医科工業(株))

[20p-P01-7]

Cu/C混合ターゲットスパッタリング法で作製したCu-DLCのトライボロジー特性

○(M2)瀧澤 健太郎<sup>1</sup>、平塚 傑工<sup>2</sup>、中森 秀樹<sup>3</sup>、金杉 和弥<sup>1</sup>、平栗 健二<sup>1</sup> (1.東京電機大工、2.(株)トクケン、3.ナノテック(株))

[20p-P01-8]

非晶質炭素膜の電気絶縁性と表面特性に対する硫酸浸漬の影響

○一條 瑛巴<sup>1</sup>、金杉 和弥<sup>1</sup>、平塚 傑工<sup>2</sup>、中森 秀樹<sup>3</sup>、平栗 健二<sup>1</sup> (1.電機大工、2.株式会社トクケン、3.ナノテック株式会社)

# 耐放射線性・高温動作デジタル回路開発に向けた ノーマリーオフダイヤモンド MEFET の作製と評価

## Fabrication and Evaluation of Normal-Off Diamond MEFETs toward the Development of Radiation-Resistant and High-Temperature Operating Digital Circuits

北大院工<sup>1</sup>産総研<sup>2</sup> 奥野 朝陽<sup>1</sup>, 金子 純一<sup>1</sup>, 梅沢 仁<sup>2</sup>, 榎村 匡史<sup>1</sup>, 川島 宏幸<sup>2</sup>, 牧野 俊晴<sup>2</sup>

Hokkaido Univ.<sup>1</sup>, AIST.<sup>2</sup> Okuno Asahi<sup>1</sup> Kaneko Junich H.<sup>1</sup> Umezawa Hitoshi<sup>2</sup>

Masumura Tadashi<sup>1</sup> Kashima Hiroyuki<sup>2</sup> Makino Toshiharu<sup>2</sup>

E-mail: [okuno.asahi.q8@elms.hokudai.ac.jp](mailto:okuno.asahi.q8@elms.hokudai.ac.jp)

### 1. はじめに

原子力・廃炉、宇宙開発、火力発電等の分野では過酷環境で動作する電子機器が求められており、耐放射線性・高温動作可能な各種電子デバイスが必要となる。これに対応するため当研究室では、優れた特性を有するダイヤモンドによるデジタル電子デバイスの実現を目指している。

現状、n型ダイヤモンドの利用は研究領域にあることから、p型ダイヤモンドをベースにしたデバイスのみで回路を構成する必要がある。そこで、ゲート駆動電圧を一定の範囲に収めるためにノーマリーオフ動作するp型ダイヤモンドトランジスタの開発が必要となる。本研究ではノーマリーオフ動作が期待できる表面伝導型ダイヤモンド MEFET の試作と評価を行った。

### 2. 実験

ノーマリーオフ動作するダイヤモンドトランジスタの実現方法は複数あるが、本研究では最も単純な表面伝導型 MEFET[1]を試作した。耐放射線性を付与するため、表面伝導層（水素終端）を保護する Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> パッシベーション層を付加した。Fig1 に産総研・NPF 施設を使用して 4mm 角 CVD ダイヤモンド単結晶基板上に作製したダイヤモンド MEFET の光学像と断面図を示す。本研究では作製したダイヤモンド MEFET のデバイス特性を室温～300℃、積算線量 3MGy まで評価した。

### 3. 実験結果と考察

Fig2 に試作したダイヤモンド MEFET の室温と 300℃におけるドレイン・ソース間電流、ドレイン・ソース間電圧(I<sub>DS</sub>V<sub>DS</sub>)特性を示す。室温ではしきい値電圧 -0.6V 程で、良好なノーマリーオフ動作を確認した。また、I<sub>DS</sub>V<sub>DS</sub> 特性から線形領域と飽和領域を確認した。300℃において線形領域と飽和領域を確認したものの、最大 I<sub>DS</sub> は室温と比較すると 60%減少した。しきい値は正にシフトし、5 個中 4 個の FET がノーマリーオン動作を示すようになった。バルク伝導だと温度上昇によりダイヤモンドのバンドギャップが縮退し、チャンネルの正孔が増加する可能性はあるが、表面伝導に対してこのモデルが適応できるか検討中である。

X線照射に関して、積算線量 1kGy から 3MGy でノーマリーオフ特性は維持されたものの、最大 I<sub>DS</sub> の平均値が -81.3±20.2mA/mm、しきい値の平均値は -0.71±0.20V とともにばらつく結果となった。この理由として FET 製作技術の影響を受けている可能性がある。

[1] 川原田洋, ダイヤモンド電界効果トランジスタの現状と将来, 応用物理, 67 巻 2 号, 128-138(1998)

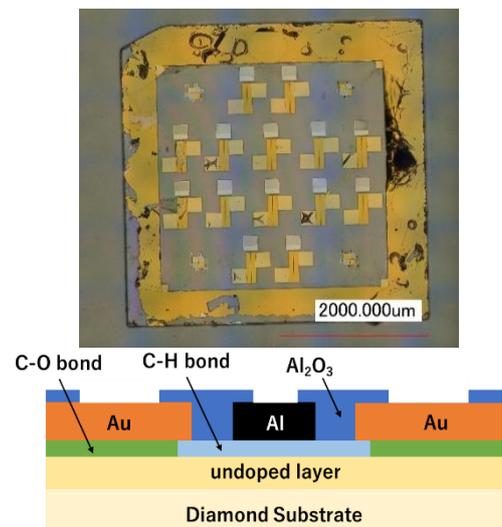


Fig1. Optical image and cross-sectional model of a surface-conducting normally-off diamond MEFET

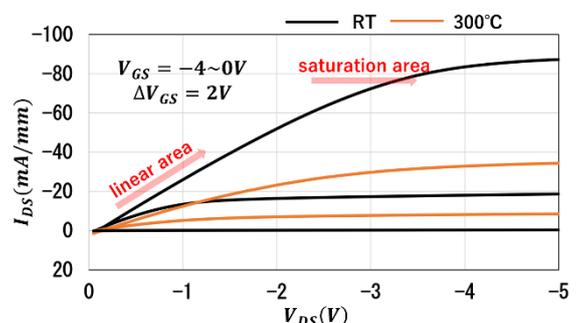


Fig2. Drain bias (V<sub>DS</sub>)-drain current density (I<sub>DS</sub>) characteristics of MEFET at RT and 300°C

## 中性子照射 HOPG の高圧高温処理による層状ナノダイヤモンドへの直接変換

Layered nano-diamonds synthesized from neutron-irradiated HOPG  
by high-pressure and high-temperature treatment

兵庫県立大<sup>1</sup>, 高輝度光科学研究センター<sup>2</sup>, 東北大多元研<sup>3</sup>, 兵庫教育大<sup>4</sup>,

○(M2) 徳永 匠<sup>1</sup>, 肥後 祐司<sup>2</sup>, 佐藤 庸平<sup>3</sup>, 庭瀬 敬右<sup>4</sup>, 新部 正人<sup>1</sup>, 本多 信一<sup>1</sup>

Hyogo Univ.<sup>1</sup>, Japan Synchrotron Radiation Research Institute<sup>2</sup>, IMRAM, Tohoku Univ.<sup>3</sup>, Hyogo Univ. of Teacher Education<sup>4</sup>, °T. Tokunaga<sup>1</sup>, Y. Higo<sup>2</sup>, Y. Sato<sup>3</sup>, K. Niwase<sup>4</sup>, M. Niibe<sup>1</sup>, S. Honda<sup>1</sup>

E-mail: er23o013@guh.u-hyogo.ac.jp

ナノダイヤモンドは量子技術や医療への応用等、実用面で注目を集めている。高圧高温処理によるグラファイトからダイヤモンドへの直接変換については、これまでに多結晶ナノダイヤモンド、層状ナノダイヤモンド等が作製されている[1,2]。また、得られるダイヤモンドの形態は、出発材料（グラファイト系、非グラファイト系（カーボンブラック、ガラス状炭素、フラーレン、カーボンナノチューブ等））の結晶性や処理条件に依存することが報告されている。

一方で、中性子が照射された高配向性熱分解グラファイト（n-HOPG）に対して、高圧高温処理により、多結晶ナノダイヤモンド[3]や常温常圧で安定な圧縮グラファイト[4]に変換されることが報告されている。また、高圧高温処理に伴う n-HOPG の構造変化について放射光を用いたその場観察が実施され照射欠陥の影響について調査されてきた[5]。このように、n-HOPG は新しい炭素相を生み出す有用な材料として注目されている。

本研究では、高圧高温処理により、n-HOPG を出発材料として新たに層状ナノダイヤモンドへの変換に成功したので報告する。層状ナノダイヤモンドの作製には、SPring-8 の BL04B1 に設置された川井型マルチアンビル装置と高温熱処理装置を利用した。また、n-HOPG と比較のための未照射 HOPG に高圧高温処理を施しながら、放射光その場観察によって構造変化過程を観察した。さらに、処理後の回収試料に対して SEM、TEM 等を利用して構造解析を実施した。

n-HOPG の高圧高温処理(15GPa、2070°C)後に回収した試料を SEM で観察した結果を図 1 に示す(挿入図は TEM 像)。今回得られたダイヤモンドの特徴として、粒径が大きいこと、また SEM で観察することができるほどに巨視的な層状構造が形成されていること等が挙げられる。構造の詳細や形成メカニズムについて本会議で議論する予定である。

[1] T. Irifune et al., *Nature* **421**, 599 (2003).

[2] F. Isobe et al., *J. Nanomater.* **2013**, 380165 (2013).

[3] M. Terasawa et al., *Diam. Relat. Mater.* **82**, 132 (2018).

[4] K. Niwase et al., *J. Appl. Phys.* **123**, 161577 (2018).

[5] S. Honda et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **60**, 095002 (2021).

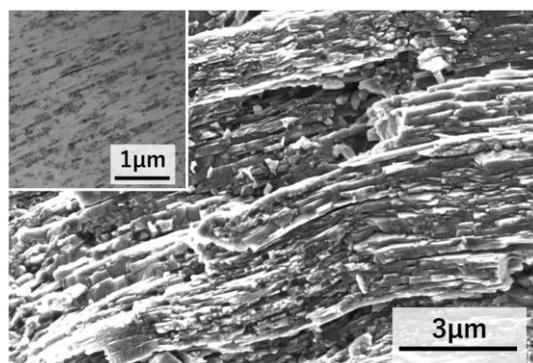


Fig.1. SEM image of layered nano-diamond from n-HOPG (inset: TEM image of the layered nano-diamond).

# 原子状水素照射した水素化ダイヤモンドライクカーボン薄膜に対する sp<sup>2</sup>結合炭素濃度の深さ方向分析

## Depth Analysis of sp<sup>2</sup> Content in Atomic Hydrogen Exposed Hydrogenated Diamond-Like Carbon Films

兵庫県高度研<sup>1</sup>, 兵庫県大工<sup>2</sup>, 名城大理工<sup>3</sup>

○春山 雄一<sup>1</sup>, 部家 彰<sup>2</sup>, 住友 弘二<sup>2</sup>, 伊藤 省吾<sup>2</sup>, 四本 真央<sup>3</sup>, 丸山 隆浩<sup>3</sup>

LASTI, Univ. of Hyogo<sup>1</sup>, Graduate School of Engineering, Univ. of Hyogo<sup>2</sup>, Meijo Univ.<sup>3</sup>

○Yuichi Haruyama<sup>1</sup>, Akira Heya<sup>2</sup>, Koji Sumitomo<sup>2</sup>, Seigo Ito<sup>2</sup>, Mao Yotsumoto<sup>3</sup>,  
and Takahiro Maruyama<sup>3</sup>

E-mail: haruyama@lasti.u-hyogo.ac.jp

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)はアモルファス構造、高硬度、低摩擦係数等の特徴を示し、その物性は sp<sup>3</sup>/sp<sup>2</sup> 比や水素含有量と密接に関係している[1]。我々のグループでは、水素化 DLC 薄膜に対し原子状水素を照射すると表面が水素リッチになることを報告してきた[2]。sp<sup>2</sup>結合炭素の濃度を調べるには、X線吸収分光や光電子分光等が用いられてきたが、X線吸収分光と光電子分光では検出深さが異なっており、さらに光電子分光では励起エネルギーを変化させると検出深さを変えることができる。今回、X線吸収分光と励起エネルギー可変光電子分光を組み合わせて、原子状水素を照射した水素化DLC薄膜のsp<sup>2</sup>結合炭素濃度の深さ方向分析を行ったので報告する。

水素化 DLC 薄膜は、IVD 法により作成した。原子状水素は、ホットフィラメント法により発生させ、水素化 DLC 薄膜に照射後、大気に曝露させることなしで、X線吸収分光や光電子分光スペクトルを測定した。測定は、兵庫県立大学ニュースバル放射光施設の BL-07B で行った。

原子状水素を照射した水素化 DLC 薄膜に対する C 1s 光電子スペクトルの励起エネルギー依存性を図 1 に示す。励起エネルギーが 330 eV の時、結合エネルギー 285.2 eV にピークが観測されたが、励起エネルギーが 500, 1253.6 eV に増加するにつれて、ピークは低結合エネルギー側にシフトし、線幅が増加した。励起エネルギーが増加すると光電子の脱出深度が増加するので、観測されたスペクトルの変化は、表面から内部になるにつれて、sp<sup>2</sup>結合炭素の濃度が増加することを示している。発表では、光電子分光や X線吸収分光および、ラマン分光スペクトルの測定結果や解析結果を示し、原子状水素を照射した水素化 DLC 薄膜に対する sp<sup>2</sup>結合炭素濃度の深さ方向分析結果について議論する。

[1] J. Robertson, *Surf. Coat. Tech.* **50**, 185 (1992).

[2] 春山雄一他, 第 71 回応用物理学会春季学術講演会  
24p-P02-8.

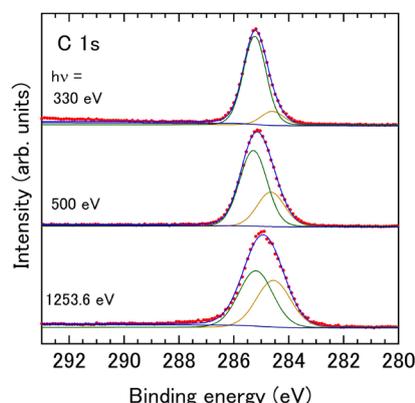


Fig. 1 C 1s photoelectron spectra of atomic hydrogen exposed hydrogenated diamond-like carbon films at three different photon energies.

## Zn 溶出型 Zn-DLC 膜の構造解析

### Structural analysis of Zn-eluting Zn-DLC film

兵庫県高度研<sup>1</sup>, 長岡技大<sup>2</sup>, 東工大<sup>3</sup>, 東京電機大<sup>4</sup>, トッケン<sup>5</sup>

○神田一浩<sup>1</sup>, 中西康次<sup>1</sup>, 鈴木常生<sup>2</sup>, 赤坂大樹<sup>3</sup>, 大越康晴<sup>4</sup>, 平塚傑工<sup>5</sup>, 平栗健二<sup>4</sup>

Lasti, Univ. Hyogo<sup>1</sup>, Nagaoka Univ. Tech.<sup>2</sup>, Eng., Tokyo Inst. Tech.<sup>3</sup>, Tokyo Denki Univ.<sup>4</sup> Tokken<sup>5</sup>

°Kazuhiro Kanda<sup>1</sup>, Koji Nakanishi<sup>1</sup>, Tsuneo Suzuki<sup>2</sup>, Hiroki Akasaka<sup>3</sup>, Yasuharu Ohgoe<sup>4</sup>,

Masanori Hiratsuka<sup>5</sup>, Kenji Hirakuri<sup>4</sup>

E-mail: kanda@jlasti.u-hyogo.ac.jp

[はじめに] 近年の社会高齢化に伴って骨折患者が増加しており、骨折治療機関の短縮化が求められている。骨形成促進効果のある Zn を溶出する Zn 添加 DLC 膜を骨折治具にコーティングすることで骨折治療期間を短縮する試みがマウスなどで進められ、注目されている。この Zn-DLC 膜の溶出過程を理解するために、本研究では高エネルギーイオンビームを用いて、Zn 溶出型 DLC 膜の組成分析と膜厚の測定を行い、また放射光を用いて X 線吸収分光の測定を行った。

[実験] 試料となる Zn-DLC 膜はスパッタ法により、Si ウェハ上に製膜した。長岡技大のタンデム型静電加速器を使用して、2.0 MeV に加速した He<sup>2+</sup>イオンビームを用いて RBS を測定した。X 線吸収分光(XAS)の測定は兵庫県立大のニュースバル放射光施設で行った。Zn K 吸収端 XAS は BL05C で部分蛍光収量法を用い、C K 吸収端 XAS は BL09A で全電子収量法を用いて測定した。

[結果] RBS の測定から Zn/C 比は 41(2)% と求められた。また、Zn-DLC 膜の膜厚は 220(20) nm であった。測定した Zn K 吸収端 XAS を金属亜鉛のスペクトルとともに図 1 に示す。Zn-DLC 膜の Zn K 吸収端 XAS のスペクトル形状は金属亜鉛に非常に近い。また、動径分布関数もほとんど一致したことから Zn-DLC 膜中の Zn は金属として存在していると考えられる。図 2 に Zn-DLC 膜の C K 吸収端 XAS をイオンプレーティング法で製膜した DLC 膜のスペクトルとともに示す。DLC 膜のスペクトルと大きく異なり、C の電子状態は Zn の影響を受けていることがわかる。285 eV の  $\pi^*$ ピークの強度が小さいのは Zn の含有率が多いために  $sp^2$  混成を取れる C 原子が少なくなったためと解釈される。これらの結果から溶出型 Zn-DLC 膜では亜鉛は金属微粒子の形で DLC 膜中に存在する可能性が高いと考えられる。

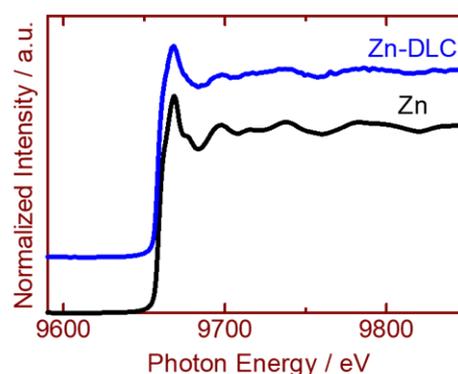


図 1 Zn K吸収端XAS

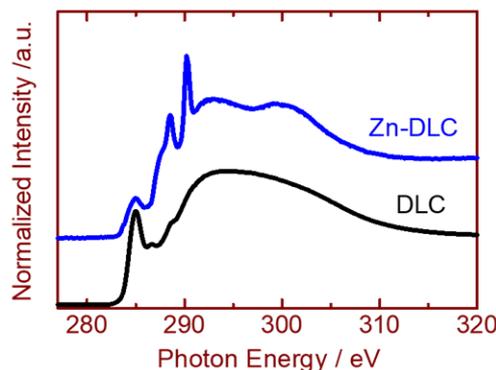


図 2 C K吸収端XAS

# アルミニウム管内へのダイヤモンド状炭素膜の形成による流体圧力損失抑制 Reduction of water pressure loss on the diamond-like carbon coated aluminum pipe.

玉井 大鷹, <sup>○</sup>佐向 亮, 平田 祐樹, 大竹 尚登, 赤坂 大樹

東京工業大学

Hiroataka Tamai, Ryo Sako, Yuki Hirata, Naoto Ohtake, Hiroki Akasaka

Tokyo Institute of Technology

E-mail: akasaka.h.ac@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く、摺動部へ固体潤滑剤として用いられる。これら膜の内、炭化水素や炭化フッ素から作製した膜の表面官能基は C-H や C-F であり、疎水性を示す。パイプを流れる水の流体抵抗を下げる事を期待し、本研究では  $C_2H_2$  および  $C_2H_2$  と  $CF_4$  の混合原料から DLC 膜を円筒形アルミパイプ内面に形成し、このパイプに注水した際の圧力損失を評価した。

## 2. 実験方法

パルスプラズマ化学気相成長(CVD)法を用いて  $C_2H_2$  および  $C_2H_2$  と  $CF_4$  の混合原料から A6063 製の円筒形アルミパイプの内壁に DLC 膜を 10 kHz, Duty 比が 5 % のパルス電圧を印加し、作製した。 $C_2H_2:CF_4=2:1$ ( $CF_4$ 33%DLC)および  $1:1$ ( $CF_4$ 50%DLC)の2つの混合比で F 添加 DLC 膜も作製した。作製した各パイプ両端に圧力計と流速計を接続し、パイプ内に注水した際の流速と圧力を測定した。この時のレイノルズ数  $Re$  が 1000~4000 となるようポンプのバルブを調節し、パイプ両端間での圧力損失を測定した。

## 3. 実験結果・考察

作製した3種類のDLC膜の赤外吸収スペクトルから C-H 変角に起因する吸収が  $1450\text{ cm}^{-1}$ 付近に、 $CH_x$ の伸縮に起因する吸収が  $2900\text{ cm}^{-1}$ 付近に観測され、混合気体から膜では  $CF_x$ の吸収が  $1200\text{ cm}^{-1}$ に観測された。これらの事からパイプ内壁面に疎水性官能基がそれぞれ、導入されていることが示された。

レイノルズ数によって流れの状態が変化し、圧力損失もこの影響を受けると考えられる。各管のレイノルズ数と圧力損失の関係を図に示す。レイノルズ数が大きい程、管壁面の DLC 膜の有無による圧力損失差が増大している。これは流速が大きくなり、 $Re=2300$ 以上の乱流下においては、流体と壁面の相互作用が強まる。得られた結果でも、傾きが  $Re=2300$ から変化し、更に  $Re=2300$ 以上の圧力損失と  $Re$  の関係を直線で近似すると、A6063 アルミパイプの傾きは 0.203,  $C_2H_2$ DLC 膜の傾きは 0.197,  $CF_4$ 33%DLC 膜の傾きは 0.201,  $CF_4$ 50%DLC 膜の傾きは 0.200 である。よってアルミ管内壁に DLC 膜を形成すると、特に乱流域で圧力損失を抑制できる事が示された。

## 4. 結言

アルミ管内面に DLC 膜を形成すると、流路内の圧力損失を低減でき、乱流域で効果が大きい事が示された。更に DLC 膜への F の導入により圧力損失の抑制効果が大きくなる傾向が示された。

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。

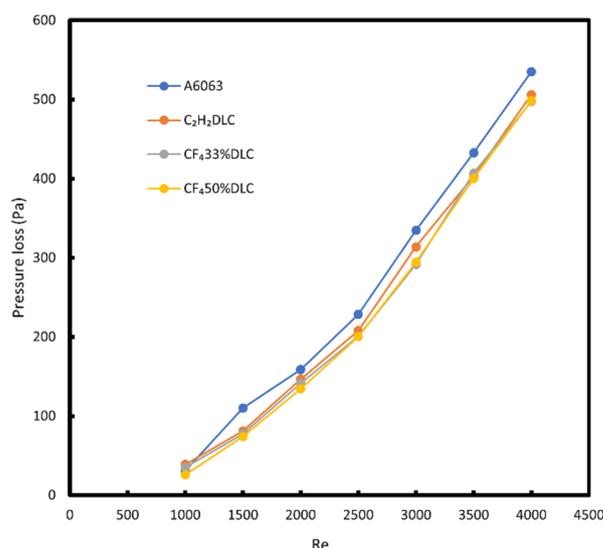


Fig. Relationship between pressure loss and Reynolds number.

# ポリプロピレン糸用搬送ガイドに対する DLC コーティング

## DLC Coating on Conveyor Guide of Polypropylene Yarn

東京電機大学<sup>1</sup>, 泉工医科工業株式会社<sup>2</sup>

Tokyo Denki University<sup>1</sup>, Senko Medical Instrument MFG. Co., Ltd.<sup>2</sup>

○(M1C) 小山 拓海<sup>1</sup>, 瀧澤 健太郎<sup>1</sup>, 桑名 克之<sup>2</sup>, 遠藤 護<sup>2</sup>, 金杉 和弥<sup>1</sup>, 平栗 健二<sup>1</sup>

°(M1C) Takumi Koyama<sup>1</sup>, Kentaro Takizawa<sup>1</sup>, Katsuyuki Kuwana<sup>2</sup>,

Mamoru Endo<sup>2</sup>, Kazuya Kanasugi<sup>1</sup> and Kenji Hirakuri<sup>1</sup>

E-mail: 24kmj15@ms.dendai.ac.jp



### 1. まえがき

糸の連続搬送装置では、糸道を安定に保つための搬送ガイドが備えられている。しかし、ポリプロピレン糸のような剛性の高い糸を繰り返し使用した場合、搬送ガイドの細穴が摩耗・変形し、糸道がズレる問題がある。そのため、定期的に搬送ガイドを交換する必要がある。本研究では、糸用搬送ガイドの長寿命化を目指し、耐摩耗性に優れる Diamond-like carbon (DLC) コーティングを検討した。

### 2. 実験方法

代表的な DLC 成膜法であるイオン化蒸着法を用いて、超硬搬送ガイドおよび分析用超硬基板上に DLC を 500 [nm]成膜した。その DLC の構造は Raman 分光分析、DLC 成膜前後の摩擦係数はボールオンディスク試験により確認した。ボールオンディスク試験の測定条件は、ISO/DIS 18535 規格<sup>[1]</sup>を参考に、荷重 3 [N]、回転速度 5 [cm/s]、摩擦走行距離 50 [m]とした。また、ポリプロピレン糸の搬送試験を実施し、DLC 成膜前後の超硬搬送ガイド細穴の摩耗量（細穴径の変化率）を評価した。搬送試験は 97500 [m]実施した。

### 3. 実験結果

ボールオンディスク試験結果を Table 1 に、ポリプロピレン糸の搬送試験結果を Fig. 1 にそれぞれ示す。試験結果より、DLC 成膜前後で摩擦係数が約 1/7 に低下し、超硬搬送ガイド細穴の摩耗量が大幅に抑制されることを確認した。この結果からポリプロピレン糸の搬送ガイドに対する DLC コーティングの有効性を実証した。

Table 1 Friction coefficient of each sample

State	Friction coefficient
Without DLC coating	0.796
With DLC coating	0.119

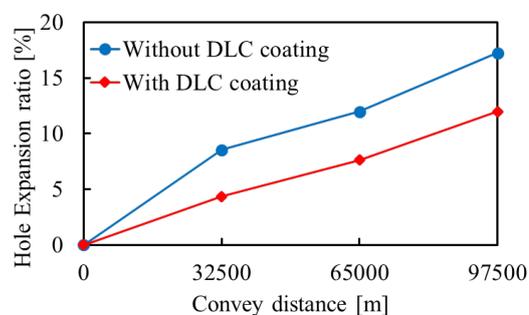


Fig.1 Convey result of each sample.

### 参考文献

[1] ISO 18535:2015, Diamond-like carbon films-Determination of friction and wear characteristics of diamond-like carbon films by ball-on disc method.

## Cu/C 混合ターゲットスパッタリング法で作製した Cu-DLC のトライボロジー特性

## Tribological Properties of Cu-DLC Prepared by Cu/C Mixed Target Sputtering Method

東京電機大学<sup>1</sup>, 株式会社トッケン<sup>2</sup>, ナノテック株式会社<sup>3</sup>○(M2)瀧澤 健太郎<sup>1</sup>, 平塚 傑工<sup>2</sup>, 中森 秀樹<sup>3</sup>, 金杉 和弥<sup>1</sup>, 平栗 健二<sup>1</sup>Tokyo Denki Univ.<sup>1</sup>, Tokken Inc.<sup>2</sup>, Nanotec Co. Ltd.<sup>3</sup>○(M2)Kentaro Takizawa<sup>1</sup>, Masanori Hiratsuka<sup>2</sup>, Hideki Nakamori<sup>3</sup>,Kazuya Kanasugi<sup>1</sup>, Kenji Hirakuri<sup>1</sup>

E-mail: 23kmj22@ms.dendai.ac.jp

**【背景】** Diamond-like carbon (DLC) 膜は、優れたトライボロジー特性を有することから、古くから機械部材に対する表面改質手段として応用されている[1]。一方、銅 (Cu) は高い抗菌性、抗ウイルス性を持つことから衛生材料として有用とされている。我々は、これら 2 つの材料を組み合わせた Cu-DLC に着目し、これまでに Cu/C 混合ターゲットスパッタリング法で作製した Cu-DLC 膜の良好な抗菌・抗ウイルス性能を確認している。本研究では、異なる Cu/C 混合ターゲット比率で作製した Cu-DLC 膜の銅含有量とトライボロジー特性の関係を評価した。

**【実験方法】** 3 種類の Cu/C 混合ターゲット (Cu:C = 30:70, 40:60, 50:50) を用い、SUS304 基板上 Cu-DLC 膜をそれぞれスパッタリング成膜した。Cu-DLC 膜の構造と銅含有率、表面特性は、Raman 分光法、EPMA 分析、XPS 分析、AFM 分析を用いて評価した。また、トライボロジー特性は、ball-on disc 試験による摩擦係数評価を行った[2]。Ball-on disc 試験の条件は、大気中 (25°C, 21%RH) の無潤滑で Load = 3 [N]、Mileage = 200 [m]、Linear velocity = 5 [cm/s]、 $\phi = 6$  [mm] (SUS304 ボール) とした。

**【結果】** Cu-DLC 膜の EPMA、Ball-on disc 試験結果を Table 1 に示す。Table 1 より、Cu-DLC 膜の銅含有率は、ターゲット中の Cu 率 (Cu:C = 30:70, 40:60, 50:50) に依存して、40%、47%、54% と増加した。また、SUS304 基板 (未成膜) に比べ、Cu-DLC 膜を成膜することで大幅に摩擦係数が低下することを確認した。また、本実験の銅含有率範囲 (40~54%) では Cu-DLC 膜の摩擦係数に顕著な差は見られず、いずれも良好な摩擦係数が得られることが分かった。

Table 1 Copper content and Friction coefficient of each sample.

	SUS304 (Without Coating)	Cu-DLC (Cu:C = 30:70)	Cu-DLC (Cu:C = 40:60)	Cu-DLC (Cu:C = 50:50)
Cu [at%]	-	40.0	47.3	54.1
Average Friction coefficient	0.815	0.156	0.169	0.160

**【謝辞】** 本研究は、JSPS 科研費 21K04667、24K08062 の助成を受けたものである。

**【参考文献】**

[1] J. Robertson, Mater. Sci. Eng. 37, (2022), 129-281.

[2] ISO 18535 "Diamond-like carbon films - Determination of friction and wear characteristics of diamond-like carbon films by ball-on-disc method"

## 非晶質炭素膜の電気絶縁性と表面特性に対する硫酸浸漬の影響

Effect of sulfuric acid immersion on the electrical insulation and surface properties of amorphous carbon films.

東京電機大学<sup>1</sup>, 株式会社トッケン<sup>2</sup>, ナノテック株式会社<sup>3</sup>

Tokyo Denki University<sup>1</sup>, Tokken Inc.<sup>2</sup>, Nanotec Corporation<sup>3</sup>

○(M2)一條 瑛巴<sup>1</sup>, 金杉 和弥<sup>1</sup>, 平塚 傑工<sup>2</sup>, 中森 秀樹<sup>3</sup> 平栗 健二<sup>1</sup>

○(M2)Eito Ichijo<sup>1</sup>, Kazuya Kanasugi<sup>1</sup>, Masanori Hiratsuka<sup>2</sup>, Hideki Nakamori<sup>3</sup>, Kenji Hirakuri<sup>1</sup>

E-mail: 23kmj05@ms.dendai.ac.jp

### 1. まえがき

電子部品の更なる小型化や高機能化を目的に、高い電気絶縁性や耐腐食性を有する非晶質炭素膜コーティングが検討されている[1]。我々は、これまでに膜構造の異なる5種類の非晶質炭素膜(a-C、a-C:H、ta-C:H、PLC、GLC)について、少なくとも膜構造および耐電圧に対する硫酸耐性があることを確認している[2]。しかしながら、硫酸浸漬が非晶質炭素膜の表面特性に与える影響については十分に調査していない。そこで本研究では、硫酸浸漬前後の各種非晶質炭素膜の表面特性と電気絶縁性の関係について評価した。

### 2. 実験方法

異なる成膜装置を用いて、Si基板上に5種類の非晶質炭素膜をそれぞれ作製した。非晶質炭素膜の光学定数は分光エリプソメトリー分析(測定波長:450~900 nm)、膜構造は532 nmレーザーRaman分光分析、表面組成はMg K $\alpha$ 線XPS分析、表面形態はSEM観察、電気絶縁性は直流絶縁耐電圧試験によって行った。浸漬に使用した液体は、硫酸溶液(37.4%)を用い、48時間実施した。

### 3. 実験結果

5種類の非晶質炭素膜は、光学的分類法(ISO 23216)波長550 nmの光学定数に基づいてa-C:H、PLC、GLCに分類された[3]。それら非晶質炭素膜の硫酸浸漬前後の表面組成(O1s/C1s比率)と電気絶縁性を図1、2に示す。その結果、水素を含む膜タイプ(Sampe1-3)において、硫酸浸漬後に表面酸化が進行する傾向が見られたものの、浸漬による電気絶縁性の明らかな変化は確認されなかった。また、SEM画像においても、膜表面にピンホールや亀裂などの劣化は見られず、全ての非晶質炭素膜にて良好な硫酸耐性が示唆された。

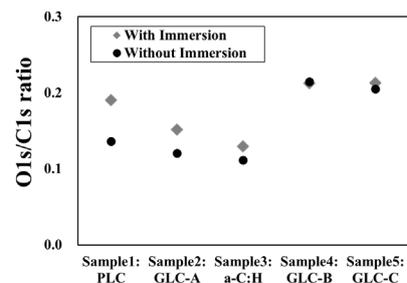


図1 硫酸浸漬前後の非晶質炭素膜のO1s/C1s比率

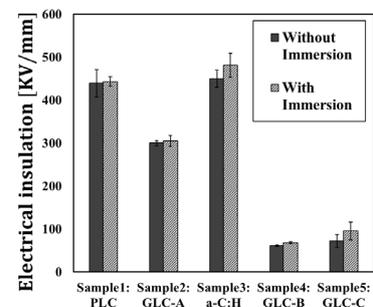


図2 硫酸浸漬前後の非晶質炭素膜の電気絶縁性

### 参考文献

- [1] D. Nakajima et. al., Diamond-like carbon coating for effective electrical insulation of Cu and Al wires, *Diam. Relat. Mater.* 103 (2020) 107731  
 [2] 一條瑛巴, 平塚傑工, 金杉和弥, 光学定数に基づいて分類した非晶質炭素膜の電気絶縁性, 2023年第84回応用物理学会秋季学術講演会,(2023), 20p-C402-16  
 [3] ISO 23216:2021, "Carbon based films – Determination of optical properties of amorphous carbon films by spectroscopic ellipsometry."