

一般セッション(口頭講演) | 6 薄膜・表面：6.2 カーボン系薄膜

2025年3月16日(日) 9:30 ~ 11:15 皿 K403 (講義棟)

[16a-K403-1~6] 6.2 カーボン系薄膜

針谷 達(岐阜大)

◆ 奨励賞エントリー

9:30 ~ 9:45

[16a-K403-1]

DLC膜高速形成フィルタードアーク蒸着装置における陰極点駆動

○佐野 紘貴¹、佐野 春¹、渡辺 聖也¹、大根田 みらの¹、滝川 浩史¹、杉田 博昭²、服部 貴大²、儀間 弘樹² (1.豊橋技科大、2.オーエスジー (株))

9:45 ~ 10:00

[16a-K403-2]

 α -Ga₂O₃導波路作製に向けたPECVD 成膜 a-C:H 膜のArプラズマエッチング耐性評価○(M2)飯嶋 航大¹、谷口 公太³、大槻 秀夫¹、神野 莉衣奈¹、遠西 美重⁴、松谷 晃宏⁴、太田 泰友³、岩本 敏^{1,2} (1.東大先端研、2.東大生産研、3.慶大理工、4.東京科学大 RIM 機構 CFC)

◆ 奨励賞エントリー

10:00 ~ 10:15

[16a-K403-3]

水素化アモルファス炭素膜のレーザ接合時に生じるプラズマの発光分析

○長谷 嘉琉¹、奈良 千尋¹、青野 祐子¹、平田 祐樹¹、大竹 尚登¹、赤坂 大樹¹ (1.科学大)

10:30 ~ 10:45

[16a-K403-4]

ホウ素ドーパアモルファスカーボン膜の金属化

○村岡 祐治¹、榎本 奨²、中島 統晴³、脇田 高德⁴、横谷 尚睦¹、山神 光平⁴ (1.岡山大基礎研、2.岡山大院環境生命自然科学、3.岡山大理、4.高輝度光科学研究センター)

10:45 ~ 11:00

[16a-K403-5]

大電力パルススパッタリングを用いたDLC成膜におけるSi添加効果

○太田 貴之¹、三輪 侑生¹、小田 昭紀²、針谷 達³、上坂 裕之³ (1.名城大理工、2.千葉工大、3.岐阜大工)

11:00 ~ 11:15

[16a-K403-6]

圧力勾配式スパッタ法を用いて作製したアモルファス窒化炭素薄膜における成膜圧力と投入電力の影響

高木 康平¹、神谷 和奏¹、島 宏美²、森本 貴明³、○青野 祐美¹ (1.鹿児島大学、2.防衛大通信、3.防衛大機能材料)

DLC 膜高速形成フィルタードアーク蒸着装置における陰極点駆動

Steering of Cathode Spot in High-Rate Filtered Arc Deposition for DLC film

豊橋技科大¹, オーエスジー (株)²

○佐野 絃貴¹, 佐野 春¹, 渡辺 聖也¹, 大根田 みらの¹, 滝川 浩史¹,

杉田 博昭², 服部 貴大², 儀間 弘樹²

Toyohashi Univ. Technol.¹, OSG Co., Ltd.²

°Genki Sano, Haru Sano¹, Seiya Watanabe¹, Mirano Oneda¹, Hirofumi Takikawa¹,

Hiroaki Sugita², Takahiro Hattori², Hiroki Gima²

E-mail: sano.genki.fb@tut.jp

1. はじめに

真空アーク蒸着法で得られる DLC 膜は, tetrahedral amorphous Carbon (ta-C) 膜であり, 高い硬度と耐凝着性を備え, AI などのドライ切削工具の保護膜などに利用されている。我々は, 高速成膜を実現する新しい真空アーク蒸着システムとして, 自己磁界を発生させるコイル陽極を用いた直線型フィルタードアーク蒸着装置 (HR-FAD) の開発を進めている¹⁾。同装置の DLC 用 (HR-FAD: type carbon) を用いて ta-C 膜を形成できることを実証した²⁾。しかし, 陰極の利用状況が生産装置としては不満足であるという課題があった。

陰極の利用状況は陰極点の磁気駆動と密接に関係している。炭素陰極の場合, 金属陰極に比べて陰極点の駆動速度が遅く, 磁気駆動が容易ではない³⁾。陰極点が運動する位置は, 陰極表面において垂直方向磁束密度 B_z がゼロとなる付近だと報告されている⁴⁾。そこで, 本研究では, HR-FAD: type carbon において, 陰極点駆動が可能な磁界構成の検討を行った。

2. 実験方法

陰極 (50 φ) 表面および周辺の磁束密度分布を 3 軸テスラメータ (LakeShore, F71) で計測した。陰極後方には棒状のネオジウム磁石を配置した。コイル陽極には 30 A を流した。磁界調整変数は外周コイルに流す電流 I_{oc} とした。

放電試験は次のように行った。未使用の陰極を用い, 5 分間連続運転を行い, 陰極の様子を観察した。

3. 実験結果と考察

Fig.1 に, 陰極表面レベルにおいて垂直方向磁束密度 B_z がゼロとなる位置を示す。外周コイル電流が大きくなると, その位置が陰極中心方向よりになることがわかる。陰極半径を破線で示す。今回の場合, 外周コイル電流 I_{oc} は 2.5 A 程度がよさそうであることがわかる。

Fig.2 に $I_{oc}=2.5$ A の場合の放電試験の結果を

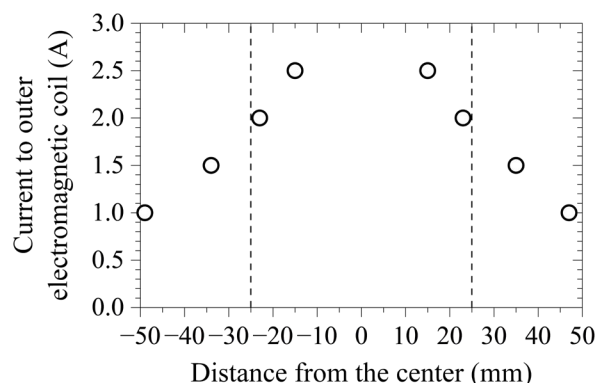


Fig.1. Position for $B_z=0$ on the level of cathode surface.



Fig.2 Erosion of graphite cathode (50 mmφ) when $I_{oc} = 2.5$ A.

示す。放電痕から, 陰極点が陰極表面上を同心円状に運動したことがわかる。陰極表面からの逸脱もあまり見られず, 適切に陰極が利用できた様子が見られた。

謝辞 本研究の一部は, 科学研究費補助金 (課題番号: 22H01470) の助成を受けて行われた。本研究では, 豊橋技術科学大学教育研究基盤センター機器の装置を利用した。

参考文献

- 1) J. Kito, *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys. **62**, SI1012 (2023)
- 2) S. Watanabe, *et al.*: Vacuum, **233**, 113989 (2025)
- 3) R. Miyano, *et al.*: IEEJ Trans. FM., **114**, 117 (1994)
- 4) B. Schultrich: Tetrahedrally bonded amorphous carbon films I, basics, structure and preparation, Springer Series in Materials Science 263, Chapter 10 (2018)

α -Ga₂O₃ 導波路作製に向けた PECVD 成膜 a-C:H 膜の Ar プラズマエッチング耐性評価 Characterization of Ar-plasma etching resistance of PECVD-deposited a-C:H films for the fabrication of α -Ga₂O₃ optical waveguides

東大先端研¹, 東大生産研², 慶大理工³, 東京科学大 RIM 機構 CFC⁴
 ○(M2) 飯嶋 航大¹, 谷口 公太³, 大槻 秀夫¹, 神野 莉衣奈¹, 遠西 美重⁴, 松谷 晃宏⁴,
 太田 泰友³, 岩本 敏^{1,2},
 RCAST U-Tokyo¹, IIS U-Tokyo², Keio Univ.³, CFC, RIM center, Science Tokyo⁴
 °K.Iijima¹, K.Taniguchi³, H.Otsuki¹, R.Jinno¹, M.Tohnishi⁴, A.Matsutani⁴, Y.Ota³, S.Iwamoto^{1,2}
 E-mail: k-ijijima@iis.u-tokyo.ac.jp

超ワイドバンドギャップ半導体の一つである α 型酸化ガリウム(α -Ga₂O₃)は、広い透明波長領域と β -Ga₂O₃ よりも高い屈折率を有することから[1]、近紫外-可視域で機能する光集積回路への応用が期待できる。以前、Ni エッチングマスクと BCl₃/Cl₂ 混合ガスプラズマを用いたドライエッチングにより作製した可視光シングルモード導波路とその光学評価の結果を報告した[2]が、Ni マスクに起因すると考えられる導波路側壁ラフネスが性能向上に向けた課題であった。一方、LiNbO₃ や LiTaO₃ などの難加工材料では、水素添加アモルファスカーボン(a-C:H)膜をマスクに用いた Ar プラズマエッチング加工が有効であることが知られている[3,4]。今回、同プロセスを用いた高品質 α -Ga₂O₃ 導波路の実現を目指し、PECVD により成膜した a-C:H の Ar プラズマエッチング耐性を評価したので報告する。

平行平板型プラズマ装置(PD-10C, Samco)を使い、イソブタンガスプラズマにより a-C:H を成膜した。ガス流量一定 (20 sccm) の条件下で、圧力(15–60 Pa)、RF パワー(100–300 W)、成膜温度(室温–300 °C)を変化させて成膜した試料について、Ar プラズマエッチングにおけるエッチングレートと可視ラマンスペクトルを評価した。Fig. 1 は、G ピーク半値幅[FWHM(G)]に対する、G ピーク位置とエッチングレートを示したものである。文献[5]に従い、a-C:H を、1540 - 1545 cm⁻¹ 付近に G ピークを持つ a-C:H はダイヤモンドライクカーボン(DLC)、それより低波数側の a-C:H はポリマーライクカーボン(PLC)、高波数側の a-C:H はグラファイトライクカーボン(GLC)と分類したところ、GLC、PLC 領域のそれぞれにおいて、Ar プラズマエッチング耐性が向上する成膜条件が存在することがわかった。これは、両領域において、膜密度が増加する最適な成膜条件がある可能性を示唆している。GLC 領域において得られた最も高耐性の膜は、SiO₂ 膜の 1.8 倍程度の耐性を示し、ハードマスクとして機能することが期待される。導波路加工の結果は、当日報告する。

参考文献 : [1] M. Hilfiker, *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **119**, 9 (2021). [2] 飯嶋 他, 第 85 回応物会秋季講演会, 20p-A22-12 (2024). [3] Z. Li, *et al.*, *Nat. Commun.* **14**, 4856 (2023). [4] C. Wang, *et al.*, *Nature* **629**, 784 (2024). [5] 石川功, 博士論文, 東京大学 (2018).

謝辞 : 研究遂行に協力頂いた、石田悟己氏、西岡政雄氏に感謝する。

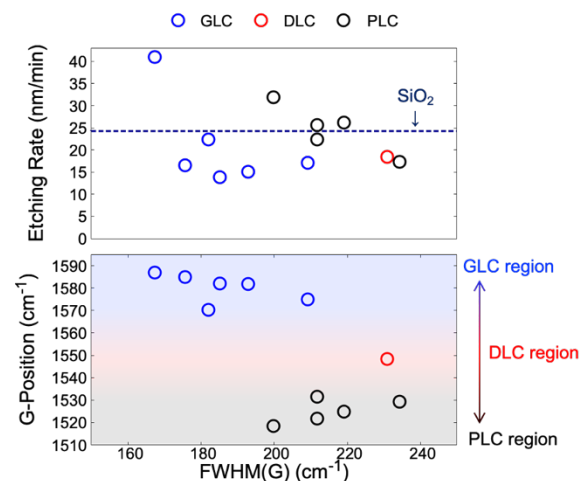


Fig. 1: Etching rates in an Ar-gas plasma etching and G-peak positions of deposited a-C:H films as a function of the FWHM of G-peaks.

水素化アモルファス炭素膜のレーザ接合時に生じるプラズマの発光分析

Optical emission analysis of plasma during laser joining
of hydrogenated amorphous carbon films○長谷 嘉琉¹, 奈良 千尋¹, 青野 祐子¹, 平田 祐樹¹, 大竹 尚登¹, 赤坂 大樹¹¹東京科学大学○Karyu Hase¹, Chihiro Nara¹, Yuko Aono¹, Yuki Hirata¹, Naoto Ohtake¹, Hiroki Akasaka¹¹Institute of Science Tokyo

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

1. 緒言

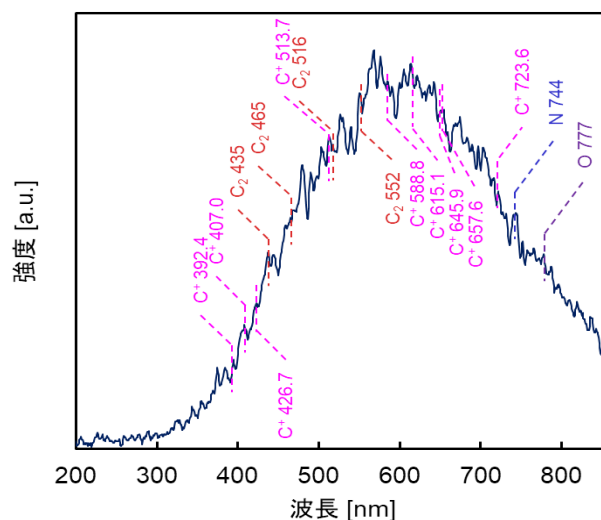
Si と #7059 光学ガラス上に C₂H₂ から作製した水素化アモルファス炭素(*a*-C:H)膜同士を接触させ、パルスレーザをガラス側からデフォーカス照射するとガラス上の膜は Si 上の膜と接合され、転写できる^[1]. この時、接合部付近は発光が観測される事から、レーザ照射によって膜の一部が解離されてプラズマとなり、これが再結合する事で接合されると推定される. 本研究は本接合メカニズムを明らかとする事を目的とし、*a*-C:H 膜のレーザ接合の過程で生じるブルームプラズマの発光を分析した.

2. 実験方法

Si(100)と#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法により *a*-C:H 膜を作製した. これらの *a*-C:H 膜同士が接触するように重ね、波長 1064 nm のパルスレーザ(LP-S: Panasonic)をデフォーカス距離 3.5 mm, パルス幅 20 μs, 出力 8.4 μJ/shot でガラス側から照射し、*a*-C:H 膜同士を接合した. この接合時に生じる発光をマルチチャンネル分光器(PMA-12: 浜松ホトニクス)を用い、積算時間 133 ms で分光した. 分光器のプロープは、レーザと垂直方向に設置した.

3. 実験結果・考察

発光スペクトルは S/N が低い為、3.755 nm の範囲の単純移動平均をとり、ノイズを低減した. Figure 1 が処理後のレーザ接合時の発光スペクトルである. C₂ に起因する 435, 465, 516, 552 nm 付近のピークと, C⁺ に起因する 392.4, 407.0, 426.7, 513.7, 588.8, 615.1, 645.9, 657.6, 723.6 nm のピークが確認できた. レーザの光子エネルギーの吸収により *a*-C:H 膜が解離し、膜の構成成分が一時解離されたと考えられる. 更に、744, 777 nm 付近のピークは、其々 N と O の発光に帰属できる. これらの事から、*a*-C:H 膜のレーザ接合では膜および近傍が一時プラズマ化され、これらが再結合する事で接合される事が示唆された.

Fig. 1. Optical emission spectrum of plasma during laser joining of *a*-C:H films

4. 結言

レーザ照射を用いた *a*-C:H 膜の接合では、C, N, O の混合プラズマが生じることが示された.

[1] 長谷嘉琉 他, 応用物理学会秋季講演会 (2023)

【謝辞】 本研究は天田財団および精密測定技術振興財団の助成により実施された.

ホウ素ドーブアモルファスカーボン膜の金属化

Metallization of boron-doped amorphous carbon films

岡山大基礎研¹, 岡山大院環境生命自然科学², 岡山大理³, 高輝度光科学研究センター⁴,

○村岡 祐治¹, 榎本 奨², 中島 統晴³, 脇田 高德⁴, 横谷 尚睦¹, 山神 光平⁴

RIIS. Okayama Univ.¹, ELST. Okayama Univ.², Fac. of Sci. Okayama Univ.³, JASRI⁴,

○Yuji Muraoka¹, Sho Enomoto², Subaru Nakashima³,

Takanori Wakita⁴, Takayoshi Yokoya¹, Kohei Yamagami⁴

E-mail: ymuraoka@cc.okayama-u.ac.jp

アモルファスカーボン(a-C)は高硬度、高耐腐食性、低摩擦係数など優れた機械特性を示すため、自動車部品、金型、切削工具などへ応用されている。一方で、その電気特性は絶縁性であることから、電気デバイスへの活用は殆どなされていない。a-Cに導電性を付与できれば用途が広がりエレクトロニクス分野への応用も期待できる。伝導性を付与するために不純物ドーブがなされているが、a-C内に存在する高い欠陥密度のためにキャリアの発生効率が低く抑えられてしまう。このため、金属化の実現は困難とされていた。

2015年にQカーボンが発見された [1]。この物質は、sp³結合が80%、sp²結合が20%からなる非晶質炭素である。興味深いことに、Qカーボンにホウ素ドーブすると超伝導が出現する(17%で超伝導転移温度は36 K) [2]。このことは、ホウ素ドーブQカーボンではキャリアの発生効率が従来のa-Cよりも桁違いに高いことを示す。ホウ素ドーブQカーボンはa-Cの金属化を実現するための指針を与えている。

ホウ素ドーブされたQカーボンの作製では、ホウ素とa-Cが混合した原料膜にナノ秒パルスレーザーを1パルス照射する。レーザー照射により溶融した原料膜が超過冷却と超高速急冷を経てホウ素ドーブQカーボンができる。レーザー照射から試料形成までの時間は約200 nsであるため、試料を得るには非平衡プロセスにおける熱制御を適切に行うことが重要となる。我々はこれまでに熱制御を実験パラメータで調整できる調節パルスレーザーアニール(調節PLA)法を開発し、ノンドーブQカーボンを作り出した[3]。本研究では調節PLA法をホウ素ドーブQカーボンの作製に適用することで、金属化したa-Cの実現を図った。

原料膜の作製およびPLAにはNd:YAGレーザー($\lambda=355$ nm, $\tau=5$ ns)を用いた。膜厚は150 nm、仕込みホウ素ドーブ量35%である。金属化は電子状態の立場から調べた。放射光光電子分光を用いて(SPring-8 BL25SU)室温でフェルミ準位近傍の測定を行ったところ、PLA後の試料にてフェルミ端を観測した。得られた試料が金属化していることを示している。当日は、内殻準位スペクトルと電気抵抗率測定の結果も紹介する。

参考文献

[1] J. Narayan *et al.*, *J. Appl. Phys.* **118**, 215303 (2015). [2] A. Bhaumik *et al.*, *ACS Nano* **11**, 5351 (2017). [3] H. Yoshinaka *et al.*, *Carbon* **167**, 504 (2020).

大電力パルススパッタリングを用いた DLC 成膜における Si 添加効果

Effect of Si addition on DLC film deposited by using HiPIMS

名城大理工¹, 千葉工大², 岐阜大工³

○太田 貴之¹, 三輪 侑生¹, 小田 昭紀², 針谷 達³, 上坂 裕之³

Meijo Univ.¹, Chiba Inst. Technol.², Gifu Univ.³

○Takayuki Ohta¹, Yuki Miwa¹, Akinori Oda², Toru Harigai³, Hiroyuki Kousaka³

E-mail: tohta@meijo-u.ac.jp

1.はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は低摩擦係数を有することから、ガソリンエンジンのピストンリング等の摺動部におけるコーティング材として応用されている。また、電気自動車用シャフトへの応用も検討されている。シリコンが含有された DLC (Si-DLC) 膜は、従来の DLC 膜に比べて低い摩擦係数を示す一方で^[1]、水素フリーDLC 膜も無潤滑下で低摩擦係数を示すことが報告されている^[2]。我々は、DLC 膜の低摩擦かつ高硬度化を目指し、大電力パルススパッタリング(HiPIMS)を用いて水素フリーDLC の成膜を行ってきた^{[3]-[5]}。

本研究では、HiPIMS を用いて水素フリー Si-DLC を成膜し、膜中の Si 含有量と摩擦係数の関係を調べた。

2.実験方法

二元スパッタリング装置を用いて、シリコンターゲットに RF 電源を、カーボンターゲットに HiPIMS あるいは DC 電源を接続した。アルゴンガス流量 4sccm、圧力 0.5Pa、電極間距離 84mm とした。片側のターゲットへの印加電力値を固定し、もう一方のターゲットへの印加電力値を変化させることにより、様々な Si/C 含有比率を有する Si-DLC を成膜した。基板への負バイアス電圧は 100V とした。摩擦係数は、大気圧無潤滑下で測定した。

3.実験結果

Fig.1 に摩擦係数と XPS で測定した膜中の Si/C 含有比率の関係を示す。Si/C 含有比率を増加させると摩擦係数は減少し、おおよそ Si/C 含有比率 0.4 以上の Si 含有量が過剰になる条件では、摩擦試験中に Si-DLC 膜が摩滅した。スパッタリングで成膜された Si-DLC の摩擦係数は、DLC の構造に依らず Si 含有量の影響が大きいことが示唆される。

4.参考文献

- [1] 森 広行 他, 表面技術, 59 (2008) 401.
- [2] 辻岡 正憲, 表面技術, 63 (2012) 134.
- [3] K. Iga et al., TSF, 672 (2019) 104.
- [4] T. Ohta et al., JJAP, 62 (2023) SL1019.
- [5] T. Ohta et al., DRM, 143 (2024) 111424.

謝辞

本研究の一部は、科研費(22K03590)及び大澤科学技術振興財団の助成を受けて行われた。

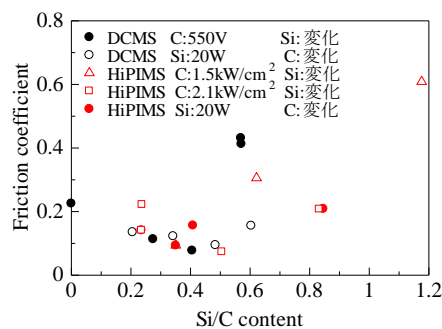


Fig.1 friction coefficient as a function of Si/C content for various applied powers.

圧力勾配式スパッタ法を用いて作製したアモルファス窒化炭素薄膜における 成膜圧力と投入電力の影響

Effects of RF Power and Gas Pressure on Amorphous Carbon Nitride Thin Films Deposited by Pressure-gradient RF Magnetron Sputtering

鹿児島大工¹ 防衛大通信², 防衛大機能材料³

高木 康平¹, 神谷 和奏¹, 島 宏美², 森本 貴明³, 青野 祐美¹

Kagoshima Univ.¹, Commun. Eng., NDA², Mater. Sci. Eng., NDA³

Kohei Takaki¹, Wakana Koya¹, Hiromi Shima², Takaaki Morimoto³, Masami Aono¹

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

【はじめに】反応性高周波マグネトロンスパッタ法で作製されるアモルファス窒化炭素 (a-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るが、その起源はまだ十分に解明されていない [1]。そこで本研究では、チャンバー内に圧力勾配を生じることのできる装置を用いて、これまでとは異なる性質の a-CN_x 薄膜の作製を試み、その基礎物性および光誘起変形の有無について調べた。

【実験方法】a-CN_x 薄膜は、チャンバー内の圧力を約 16 Pa とした一般的なスパッタ法 (CS) と窒素ガスをグラファイトターゲット近傍から導入し、ターゲット近傍が基板周辺より 1 桁程度高くなる圧力勾配式 (GS) の 2 種類で作製した。図 1 に示すスパッタ装置において、CS はバルブ 1 (V1) を、GS は V2 を開けてガスを導入する。さらに GS は基板周辺の圧力を CS と同じ 16 Pa 程度とした場合 (GS-H) と約 0.3 Pa とした場合 (GS-L) でそれぞれ成膜をおこなった。投入電力は、85-300 W で変化させた。膜厚測定には透過型電子顕微鏡 (SEM)、組成比および化学結合状態には X 線光電子分光法 (XPS) およびラマン散乱分光法を用いた。

【実験結果】a-CN_x 薄膜の成膜レートは、CS と GS-H ではほとんど変わらず、85 W の試料で 10 nm/分程度である。それに対し、基板付近の圧力が低い GS-L では一桁程度の成膜レートが遅くなった。また、いずれの試料群においても、投入電力が大きくなるに従い、成膜レートは速くなる傾向が見られた。XPS スペクトルおよびラマン散乱スペクトルの形状は、CS と GS-H には明確な違いが見られなかった。一方、GS-L では僅かではあるが、他の 2 つとは僅かに異なるスペクトル形状が得られた。また、GS-L においても光誘起変形も見られた。

参考文献： [1] M. Aono, et. al., J. Appl. Phys. 136 (2024) 045301.

謝辞：本研究は JSPS 科研費 (22H00267) および兵庫県 COE プログラム「成長産業育成のための研究開発支援事業」の支援を受けて行われました。

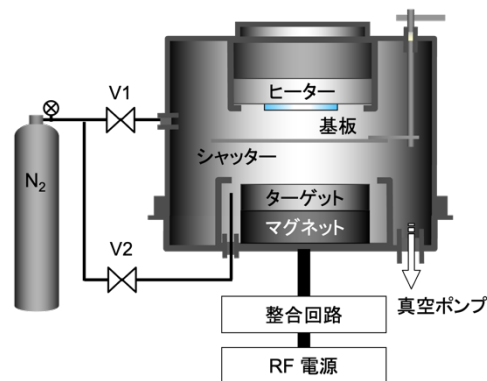


図 1. 圧力勾配式スパッタ装置概略