

抄 録

vol.73, pp.343-349 (2012)

Friction Properties of Various DLC Coatings under Organic Acid Lubrication

膜種の異なる DLC の有機酸潤滑下における摩擦特性

機械・材料技術部 材料物性チーム 吉 田 健太郎
加 納 眞

掲載誌：トライボロジスト, Vol.57, No.6 (2012)

潤滑下 DLC 膜の摩擦特性評価において、潤滑剤のオレイン酸が膜種の異なる DLC の摩擦特性にどのような影響を及ぼすのかを調べた。DLC は、水素含有 DLC (a-C:H)、アーク法で成膜した水素フリーDLC (ta-C(M))、フィルタードアーク法で成膜した水素フリーDLC (ta-C(T))、計 3 種類を選定した。その結果、摩擦係数はどの DLC においても摩擦初期の 0.1 程度から 0.05 以下に低減した。a-C:H と ta-C(M) が 0.05 を示したのに対し、ta-C(T) では約 0.01 を示した。摩擦試験の前後で、合成表面粗さが増加するにも関わらず摩擦係数は大幅に低減もしくは低い値を維持することがわかった。ta-C(T) ビンしゅう動面の FT-IR 分析より、わずかに C-H 結合由来の振動ピークが観察されたことから、オレイン酸に由来する物質のピン表面への吸着の可能性が示唆された。

Kinetics study for photodegradation of methylene blue dye by titanium dioxide powder prepared by selective leaching method

選択溶解法で調製した酸化チタン粉末によるメチレンブルー色素の光分解についての速度論的研究

機械・材料技術部 材料加工チーム 小 野 洋 介
ナノ材料チーム 良 知 健
奥 田 徹 也
材料加工チーム 横 内 正 洋
企画部 研究開発連携室 上 元 好 仁
東京工業大学 理工学研究科 中 島 章
岡 田 清

掲載誌：Journal of Physics and Chemistry of Solids,

光触媒反応の素反応式を用いて、酸化チタン粉末によるメチレンブルー分解反応について速度論的に解析した。高結晶性のアナターゼ粉末を得るために、 CaHPO_4 の析出・熱処理・酸処理の 3 工程を経て粉末を調製した。得られた粉末は、ルチル相への相転移をほとんど起こすことなく(アナターゼ相率 0.86-0.91)、広い範囲の比表面積($5\text{--}23\text{ m}^2/\text{g}$)と Ti^{3+} 欠陥濃度($90\text{--}480 \times 10^{12}\text{ spin/g}$)を示した。

分解速度が紫外光照射強度に比例する分解反応律速領域について、メチレンブルー吸着量が比表面積に比例した結果を基に、メチレンブルー分解速度を比表面積と Ti^{3+} 濃度の関係式で表した。導出した式は実験値と良く一致し、この式を用いて光触媒活性に対する比表面積と Ti^{3+} 濃度の影響の度合いを明らかにした。

Relationship between Photocatalytic Activity and Ti^{3+} Defects in Acid-Leached Titanium Dioxide / Hydroxyapatite Composite

酸処理した二酸化チタン/ハイドロキシアパタイト複合体における光触媒活性と Ti^{3+} 欠陥の関係

機械・材料技術部 材料加工チーム 小 野 洋 介
ナノ材料チーム 良 知 健
奥 田 徹 也
材料加工チーム 横 内 正 洋
企画部 研究開発連携室 上 元 好 仁
東京工業大学 理工学研究科 中 島 章
岡 田 清

掲載誌：IOP Conference series: Materials Science and Engineering, Vol.18, 032017 (2011)

電子スピン共鳴法を用いて、光触媒活性と Ti^{3+} 欠陥の関係を調査した。ハイドロキシアパタイトの析出、熱処理、酸処理の 3 工程を経て調製した酸化チタン試料の Ti^{3+} 濃度は、熱処理温度が高いほど低くなる傾向がみられた。例えば、 700°C の熱処理条件で得られた試料は、原料粉末に比べ約半分の Ti^{3+} 濃度を示し、さらに X 線回折パターンによるとアナターゼ相からルチル相への相転移がみられなかった。光触媒活性の大きさはメチレンブルー退色試験における濃度変化から見積もった。熱処理に伴う相転移と比表面積低下をほとんど起こすことなく、 Ti^{3+} 濃度を低減さ

せた酸化チタン粉末が、高い光触媒活性を示した。

電子技術部	電子デバイスチーム	伊 藤 健
電子技術部	電子材料チーム	金 子 智
化学技術部	新エネルギーチーム	国 松 昌 幸
企画部	企画調整室	平 林 康 男
慶應義塾大学	理工学部 応用化学科	鈴 木 孝 治

Thermal Stability of Back Side Metallization Multilayer for Power Device Application

掲載誌：International Journal of Electrochemistry,
DOI:10.463281 (2011)

パワーデバイスに向けた金属積層膜の耐熱性評価

電子技術部	電子デバイスチーム	伊 藤 健
		田 口 勇
		三 橋 雅 彦
		篠 原 俊 朗
機械材料技術部	解析評価チーム	曾 我 雅 康
田中貴金属工業株式会社		小 柏 俊 典
		西 森 尚
		秋 山 伸 之

掲 載 誌：Microelectronics Reliability, 52, 199-205
(2012)

パワーデバイス裏面側で想定される金属多層膜の高温耐久性について検討を行った。今後パワーデバイスの主流となる SiC の動作温度を想定し、評価温度を 300℃に設定し、融点が比較的高い Ti, Ru, Pt, Ta, W に対する評価を行った。また、耐熱性接合材料としてサブミクロン金粒子を含有したペーストを開発し、高温放置後の接合特性について評価した。膜の耐熱性評価結果から Ti/Au 以外は各元素構成は変化しないが、Ti/Ru/Au, W/Au, Ta/Au においては表面形態が若干変化した。一方、Ti/Pt/Au では表面形態に変化が見られず、耐熱性があることが示された。この膜構成に対して金ペーストを接合材として利用したところ、300℃にて 1000 時間放置した後でも 40MPa の接合強度を得ることができた。

Electrochemical Response of Platinum Ultrathin Layer Formed by Pulsed Laser Deposition

パルスレーザー堆積法を用いて形成した極薄白金層の電気化学特性

電気化学検出器用の電極を高感度化する取り組みとして極薄白金層をガラス繊維状カーボン (GC) 電極上にパルスレーザー堆積法 (PLD) を利用して形成した。電極構造を詳細に調査し、過酸化水素の検出に利用した。その結果、製膜時間が長くなるにつれて連続膜になっていく過程が観察され、製膜時間 90 秒では不連続な状態であった。硫酸中でのサイクリックボルタモグラム (CV) は、製膜時間が上昇するにつれて水素吸脱着波が増加することが確認された。1mM の過酸化水素を含有した溶液の CV から、製膜時間 90 秒で酸化電流値が最大となった。その値は、バルク電極よりも大きいため、白金量が少なくとも高感度な計測が可能になることを示唆している。

Effect of post annealing on MgO thin film prepared on silicon(001) substrate in high oxygen pressure and high substrate temperature by pulsed laser deposition

パルスレーザー堆積法を用いたシリコン基板上 MgO の熱処理の影響

電子技術部	電子材料チーム	金 子 智
		安 井 学
		小 沢 武
化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
電子技術部	電子デバイスチーム	伊 藤 健
機械・材料技術部	解析評価チーム	曾 我 雅 康
		本 泉 佑
東京工業大学総合理工		吉 本 護

掲載誌：IOP Materials Science and Engineering 18
022018-1-4 (2011)

酸化マグネシウム (MgO) 薄膜をシリコン基板上にレーザー蒸着法により堆積した。シリコン基板上を原子間力顕微鏡

により観察したところ、MgO は様々な方向にサイコロ状に成長していた。成長した MgO の結晶方向を揃えるため、製膜後の熱処理を行った。X 線回折を用いて熱処理前後の結晶評価を行ったところ、熱処理後では結晶の向きが揃ったエピタキシャル成長をしていることがわかった。

Epitaxial Indium Tin Oxide film Deposited on Sapphire Substrate by Solid-Source ECR Plasma

固体ソース ECR 法によるサファイア基板上への ITO 薄膜の作製

電子技術部 電子材料チーム	金子 智
化学技術部 新エネルギーチーム	秋山 賢輔
名城大工学部	岩屋 素顕
MES アプティ	鳥居 博典
	天沢 敬生
東京工業大学総合理工	吉本 護

掲載誌：Jpn. J. Appl. Phys. 51 01AC02 (4 pages)
(2012)

ECR プラズマによるスズドープ(錫添加)酸化インジウム(ITO)薄膜をサファイア基板上に製膜した。製膜条件の最適化により、サファイア基板上に結晶性の揃ったエピタキシャル膜の成長が可能になった。しかし、サファイア基板の 6 回対称性を反映せず、ITO 薄膜は 12 回対称性を示した。そこで、実際の LED などへの応用も考え、サファイア基板上に窒化ガリウム(GaN)の緩衝膜を作製し、GaN 薄膜上への ITO 製膜を試みたところ、サファイア基板を反映した 6 回対称性を示す成長を確認できた。

Crystal Structure of Oxide Films Examined by X-ray Diffraction

X 線回折による酸化物薄膜の結晶構造評価

電子技術部 電子材料チーム	金子 智
---------------	------

掲載誌：Oxide Thin Film Technology - Growth and

Applications (89 - 123) (2011)

X 線回折を用いた酸化物薄膜の評価についての解説である。θ-2θ 法、ロックンガートンといった一般的な測定を始めとして、逆格子マッピングや極点図、反射率測定による評価例を数多く紹介した。反射率測定については非結晶であるダイヤモンド・ライク・カーボン(DLC)の密度測定や金属電極の不具合の評価なども紹介した。また、逆格子マッピングの応用例として、超構造を輪切りに測定することで 3 次元計測を行った。

ONE PHOTO:

Structural color on nanostructure fabricated by high speed scanning CW laser

一枚の写真：レーザーによる高速表面ナノ加工を利用した「かたちによる着色」

電子技術部 電子材料チーム	金子 智
東京工業大学総合理工	吉本 護

掲載誌：O plus E 2011 年 7 月号

二つのレーザー光を、ターゲット材料上に高速でスキャンすることにより作製されたナノ構造の報告である。可視光である緑色レーザーと近赤外線レーザーを同時に照射することで、ターゲット材料上に 500 から 800 nm 程度の周期を持つナノ構造が自己成長することが分かった。そして、周期的なナノ構造からは構造色により、青から赤の発色が確認された。この「かたちによる着色」を主にカラー写真を用いて紹介している。

Periodic nanostructure selforganized by high speed scanning CW lasers

CW レーザーの高速スキャン照射による微細ナノ構造の自己成長

電子技術部 電子材料チーム	金子 智
東京工業大学総合理工	吉本 護

表面ナノ加工技術として、被加工物に二つのレーザーを高速照射する「CW レーザー高速スキャン法」を紹介した。これはパワーデバイス用アニール装置として開発を進めていた際に、照射条件を制御することでターゲット材料表面にナノ周期構造が自己成長することが分かった。本報告では、レーザーパワー等の照射条件によるナノ構造成長への影響を報告した。また、有限要素法を用いて、レーザー照射によるターゲット材料の温度分布についても考察した。

Metal-organic chemical vapor deposition of β -FeSi₂ seed crystals formed on Si substrates

Si 基板上 β -FeSi₂ 種結晶からの有機金属気相成長

化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
筑波大学大学院		鈴 野 光 史
		阿久津 慶一
		川 上 秀 明
		末 益 崇

掲載誌： Thin Solid Films, 519, pp.8473-8476 (2011)

分子ビームエピタキシー(MBE)法で Si 基板上に作製した β -FeSi₂ 結晶を核として化学気相成長法にて β -FeSi₂ 薄膜を作製し、その結晶性、表面モフォロジー、光応答特性を評価した。 β -FeSi₂ 薄膜の表面は原子レベルで平坦であり、原子ステップ、及びテラスが観察された。また作製膜はおおよそ 200nm の結晶ドメインで構成されていることが明らかとなった。200K 以下の温度において $>0.95\text{eV}$ の赤外領域から光応答が確認され、その外部量子効率 は 100K において最大となり、印加電圧 2.0V で 25%であった。

1.54 μm luminescence of β -FeSi₂ grown on Au-coated Si substrates

Au コート Si 基板上 β -FeSi₂からの 1.54 μm ルミネッセンス

化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
東京工業大学大学院		舟 窪 浩

掲 載 誌： Material Research Society. Symposium Proceedings, Vol. 1396, pp.85-90 (2012)

明瞭なフォトルミネッセンス(PL)・スペクトルが Au コートした Si 基板上に合成した β -FeSi₂ 半導体結晶から観察され、この結晶が Cu コートした Si 基板上のそれと同レベルの高い結晶品質を有することが明らかとなった。さらに PL スペクトルの温度依存性より Au コート Si 基板上 β -FeSi₂ 半導体結晶中の非輻射再結合中心密度が Cu コート Si 基板上 β -FeSi₂ 中のそれよりも低減されていることが明らかとなった。走査型透過電子顕微鏡 (STEM-EDX) 評価より、Cu は β -FeSi₂ 結晶中およびヘテロ界面で検出されたのに対し、Au は β -FeSi₂ 結晶中で検出されず、このことが低い非輻射再結合中心密度を反映すると考える。

Photoluminescence properties of β -FeSi₂ on Cu- or Au-coated Si

Cu 及び Au コートされた Si 上 β -FeSi₂ のフォトルミネッセンス特性

化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
電子技術部	電子材料チーム	金 子 智
企 画 部	企画調整室	平 林 康 男
九州大学大学院		横 溝 和 哉
		板 倉 賢

掲載誌： ICNOP Proceedings, Vol.74, pp.90-92 (2011)

β -FeSi₂ 半導体からの 1.55 μm 帯域のフォトルミネッセンス(PL)発光は、この材料がシリコン上へのオプトエレクトロニクスデバイス化に適用との期待を集め、これまで数多く報告されてきた。さらにその高い光吸収係数は、この半導体材料が光電変換材料として有望であることを示唆する。我々は Cu 及び Au コートされた Si 上に合成された β -FeSi₂ 半導体において、非輻射再結合中心密度が低減され、明瞭な PL スペクトルが観察されたことを報告する。この作製方法は高結晶品質を有する結晶合成に有効である。

Photoluminescence properties of β -FeSi₂ grains on Si with coating Au layer

Au コート Si 基板上 β -FeSi₂ 結晶粒のフォトルミネッセンス特性

化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
電子技術部	電子材料チーム	金 子 智
企 画 部	企画調整室	平 林 康 男
九州大学大学院		横 溝 和 哉
		板 倉 賢

掲載誌 : IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Vol.18, pp.082015 1-4 (2011)

金を 90nm コートした Si(001)基板上への β -FeSi₂ 半導体の結晶成長,及びそのフォトルミネッセンス(PL)特性を評価した.X 線回折評価,及び走査電子顕微鏡観察から数 μ m から数十 μ m の粗大な島状の β -FeSi₂ 結晶粒が Si 表面上への形成が確認された.更に Si 基板側からの励起レーザーの照射によって β -FeSi₂ 粒の明瞭な PL スペクトルが観察された.その PL スペクトルの温度消光特性から,非輻射再結合中心への活性化エネルギーは大きく,ポスト・アニーリング処理をせずに高結晶品質な β -FeSi₂ が合成されていることが明らかとなった.

Antireflection coatings with FeSi₂ layer: Application to spectrally selective infrared emitter

FeSi₂ 層による反射防止膜 : 波長選択赤外線エミッターへの応用

京都大学大学院		兼 子 泰 幸
京都大学大学院		鈴 木 基 史
		春 次 良 彦
		中 嶋 薫
		木 村 健 二
化学技術部	新エネルギーチーム	秋 山 賢 輔
京都大学大学院		牧 野 俊 郎
		若 林 英 信

掲載誌 : Physics Procedia, Vol.11, pp.71-74 (2011)

FeSi₂ 薄膜をコートしたステンレス鋼(SUS304)基板の使用により,光熱起電に用いる高効率な波長選択型赤外線エミッターの開発に至った.波長選択型赤外線エミッターへの応用のため,高い屈折率(~ 5)を有する誘電体層の反射防止コーティングを提案し,実際にステンレス鋼のような金属にコートすることで赤外領域において有効であることを確認した.この反射防止コーティング層は,研磨した SUS304 基板上に FeSi₂ 薄膜をスパッタ法で堆積して作製し,その反射率は赤外領域で 10%以下であることが確認され,700K の大気中でも安定であった.このように,FeSi₂ 反射防止コーティング層を備えた金属が,光熱起電システムでの赤外線エミッターに有用であることが確認された.

Application of Frequency Sweep Eddy Current Method to Hardness Evaluation of Heat Treated Electroless Nickel Alloy Deposits

周波数掃引渦電流法による熱処理した無電解ニッケル合金メッキ層の硬さの評価

技術支援推進部	交流相談支援室	小 島 隆
機械・材料技術部	機械構造チーム	佐 野 明 彦
株式会社不二製作所		石 橋 正 三

掲載誌 : 非破壊検査, Vol.60, No.9, pp.546-547 (2011)

無電解ニッケル合金メッキ (Ni-P) の熱処理による硬さの上昇は Ni₃P の析出によるものであり, これは同時に抵抗率を大きく減少させる.本研究では, この抵抗率変化を著者らが先に提案した新規渦電流法により検出し,それによって熱処理後の硬さを非破壊評価する方法を検討した.鋼板を無電解 Ni-P メッキ (P 濃度 : 10%) したものを試料とした.その熱処理の前後でメッキ表面にプローブコイルを置いてインピーダンスの周波数特性を測定し,その結果から $f\Delta\theta$ 線図 (周波数 vs.位相角変化) の極値 $\Delta\theta$ を求めた.実験の結果, 極値 $\Delta\theta$ を指標に, 所定の熱処理で最高硬さに到達したことの判別が可能であることが分かった.しかし, 熱処理で中間的な硬さとなった試料について, その硬さを定量評価することはできなかった.メッキの抵抗率の変化に比べると小さいがその透磁率, 基材 (鋼板) の抵抗率と透磁率も同時に変化する.解析結果と照らして, その一因はこれらの影響と考えられることを考察した.