

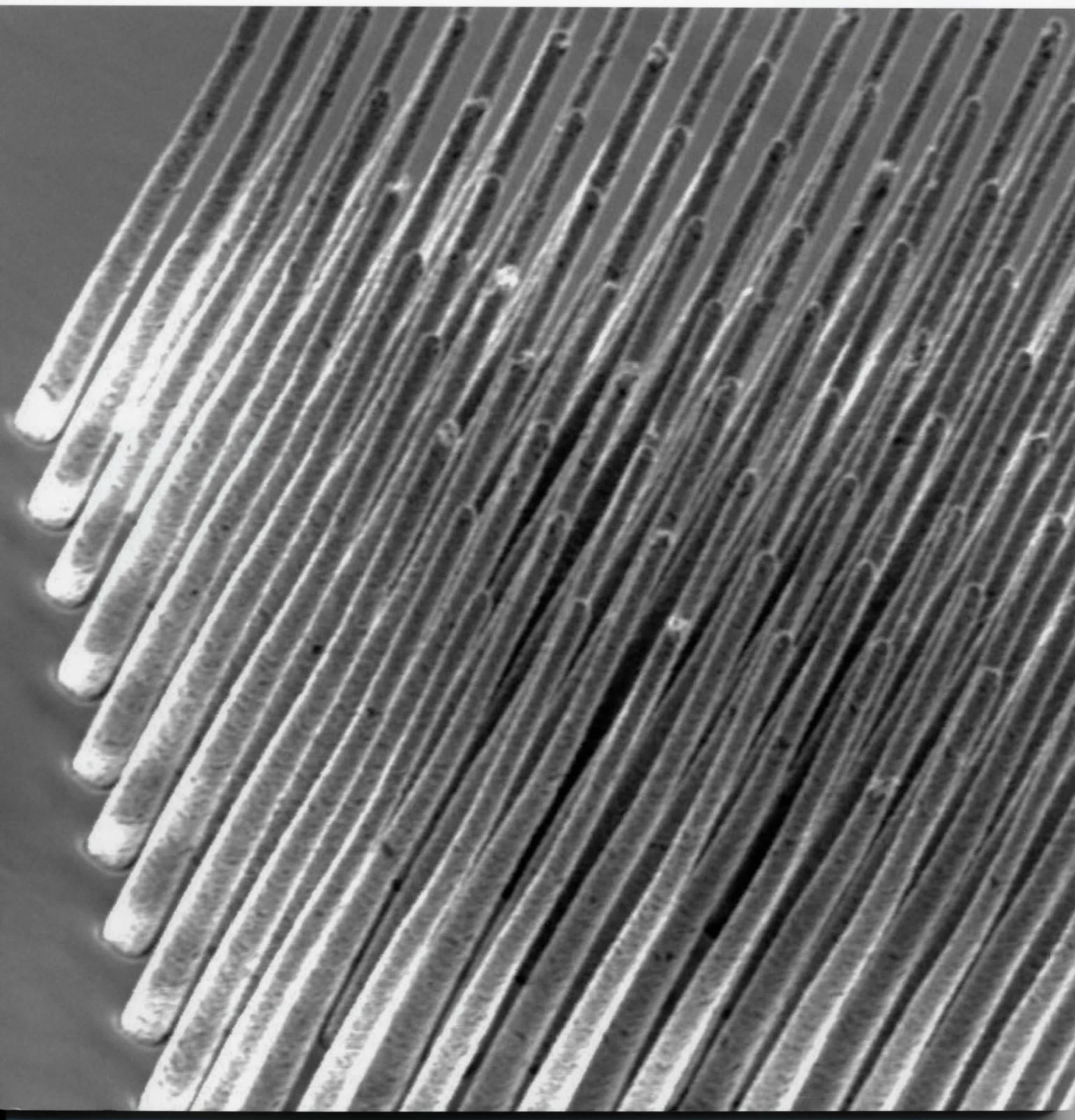
NEW ニュー ダイヤモンド DIAMOND

Japan
New
Diamond
Forum

ダイヤモンド、カーボンナノチューブ等の基礎研究・応用技術の明日を拓く!

122

2016. 7



目次

巻頭言

- 1 パワー半導体デバイスたる匠技術 ————— 小出 康夫

科学解説

- 2 窒化物半導体 / ダイヤモンド ————— 平間 一行, 谷保 芳孝, 嘉数 誠,
ヘテロ構造の成長とその応用 ————— 山本 秀樹, 熊倉 一英

第 29 回ダイヤモンドシンポジウム優秀講演賞授賞

- 11 ダイヤモンド NV 中心における 小林 悟士, 森下 弘樹, 松崎 雄一郎,
電界によるスピニコヒーレンス — 三輪 真嗣, 鈴木 義茂, 水落 憲和
時間の長時間化

技術解説

- 16 導電性ダイヤモンドパウダの電気化学応用 ————— 近藤 剛史
22 カーボンナノチューブの光物性とその応用展開 ————— 松田 一成

トピックス

- 29 ヘテロエピタキシャル成長による 會田 英雄, 金 聖祐, 池尻憲次朗,
大口径ダイヤモンド自立基板への — 川又 友喜, 藤居 大毅, 小山 浩司,
挑戦 ————— 澤邊 厚仁
31 水溶性犠牲層を用いた DLC 自立膜の作製 ————— 針谷 達, 滝川 浩史
33 CNT 複合電着ダイヤモンドワイヤ — 小泉 将治, 松澤 洋子, 木原 秀元

学会だより

- 36 2016 EMRS Spring Meeting in Lille ————— 小松 直樹
トライボロジー会議 2016 春 東京 ————— 平田 敦
38 NDNC 2016 ————— 寺地 徳之, 山口 尚秀

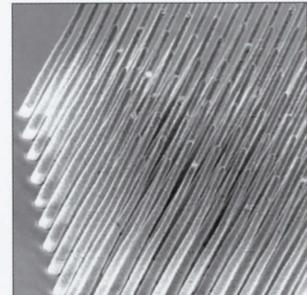
New Face Book

- 40 出会いに感謝 ————— 青野 祐子

講座

- 41 ダイヤモンドをよく知るために ————— 阿子島 めぐみ, 八木 貴志
◆炭素材料の熱物性 (2)
46 書 評 ————— 児玉 英之
47 浴室用鏡への DLC コーティング ————— 寺本 篤史
— ナノオーダ薄膜の高速成膜—
48 平成 28 年度第 1 回研究会報告 ————— 岡崎 俊也
49 フォーラムだより ————— 事務局

表紙のことば



単結晶ダイヤモンドマイクロニードル

高温水素雰囲気中でニッケルマスクを用いた熱化学反応を利用し、単結晶ダイヤモンドを剣山状に加工した。写真は先端径 $2\ \mu\text{m}$ 、長さ $50\ \mu\text{m}$ のダイヤモンドニードル。従来加工法では実現困難な超高アスペクト比のダイヤモンドニードル形成が可能となった (本文 29 ~ 30 ページ参照)。

裏表紙は、BDDP 印刷電極の外観写真 (本文 16 ~ 21 ページ参照)。

トピックス

水溶性犠牲層を用いた DLC 自立膜の作製

豊橋技術科学大学

針谷 達, 滝川 浩史

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (DLC: Diamond-Like Carbon)¹⁾ と呼ばれる硬質アモルファスカーボンは、低摩擦・低摩耗といった優れた機械的特性を有し、切削工具や金型の機械的保護コーティング膜として広く利用されてきた。さらに、電氣的・化学的特性を生かし、エレクトロニクスからバイオまで、その研究・応用範囲は拡大し続けている。

従来、コーティング膜として応用されてきた DLC 膜であるが、近年では下地をもたない自立膜としての用途が注目を集めている。DLC 自立膜の特徴の一つは、ナノ膜厚における機械的な強さであり、電子透過膜²⁾ やろ過フィルタ³⁾ としての可能性が示されている。

本稿では、我々が研究を進めているレーザー駆動イオン加速用薄膜ターゲットとしての DLC 自立膜の可能性と、DLC 膜の自立化法について紹介する。

2. DLC 自立薄膜ターゲット

レーザー駆動イオン加速法とは、超短パルス高強度レーザーを薄膜ターゲットへ照射し、ターゲット由来の加速イオンを得る方法である (図 1)⁴⁾。シンクロトロンより小型なイオン加速法として、将来のがん治療用重粒子線源などへの応用が期待されている。がん治療用重粒子線は炭素線であることから、自立した炭素薄膜が必要となる。

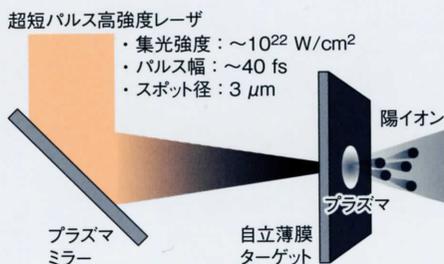


図1 レーザ駆動イオン加速法

薄膜ターゲットには、高い膜密度やナノ膜厚 (数~数百 nm) であること、マクロかつミクロに平坦であることなどが要求される。密度や膜厚はイオン加速効率に、平坦性は得られるイオンビームの安定性に影響を与える。加えて、

高強度レーザー照射に耐え得るレーザー照射耐性が求められる。単結晶ダイヤモンドや高結晶性グラファイトは、これらの要求を満たす優れた薄膜ターゲットとなる可能性をもつが、現時点において膜成長の遅さや膜厚制御の難しさが際立つ。

単結晶ダイヤモンドや高結晶グラファイトとともに、薄膜ターゲットとしての要求事項を満たす材料が DLC である。DLC は薄膜化およびその制御が容易な一方で、自立膜化が難しい。DLC 膜はアモルファス膜であり、下地となる基板上に形成する必要があるため、自立膜として用いるには、膜の自立化プロセスが必要となる。また、膜密度の高さから、膜には高い内部応力が生じる。下地をもたない自立膜状態では、DLC 膜自体がその内部応力を支持できず、膜のしわや破れの発生につながる。この内部応力による DLC 膜の自己崩壊が、DLC 自立膜の最大の懸念事項である。

3. DLC 膜の自立化

我々は DLC 自立薄膜ターゲットとしての応用を目指し、水素フリーな高純度 DLC 膜の自立化に関する研究を行っている。レーザー駆動イオン加速法では、ターゲット膜中に水素が含まれていると、軽元素である水素原子が優先的に加速され、水素原子由来の陽子線が得られる一方で、重粒子 (炭素イオン) の加速効率が低減する。

DLC 膜の自立化には水溶性犠牲層法を用いた (図 2)。水溶性犠牲層法では、はじめに下地基板上へ水溶性の犠牲層を形成し、その犠牲層上へ目的膜を形成する。基板を水へ浸漬させることで、犠牲層が溶解し、目的膜は基板から離膜する。離膜した目的膜を多孔基板ですくい上げることで、自立膜が得られる。水溶性の犠牲層には、環境面やプロセスの簡易化・安全性などの点において優位性がある。

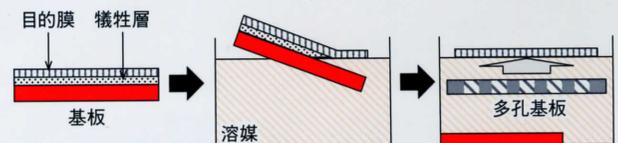
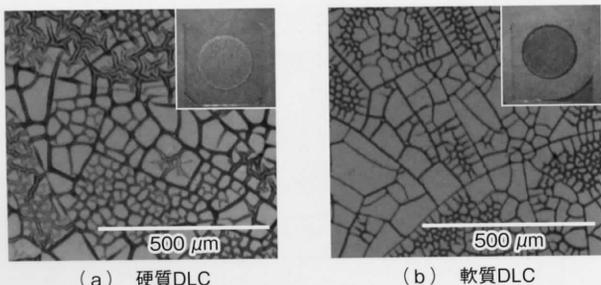


図2 水溶性犠牲層法による薄膜の自立化

水溶性犠牲層材料には、塩化ナトリウム (NaCl) が多く用いられるが、我々は平坦性などの観点からタンパク質の一つであるシルクフィブロインを犠牲層材料として用いた⁵⁾。スピコートを使い、シルクフィブロインパウダを精製水に溶かした溶液をガラス基板上へ塗布した。

T 字状フィルタードアーク蒸着法⁶⁾ を用いて、膜厚 100 nm の水素フリー DLC 膜を犠牲層上に形成した。DLC 成膜時の基板バイアスは -100 V および接地 (GND) とした。基板バイアス -100 V は最も密度の高い硬質 DLC 膜が得られる条件であり、これに対して GND は軟質 DLC 膜となる。

シルクフィブロイン犠牲層上に成膜した DLC 膜の光学顕微鏡像を図 3 に示す。内挿図は、DLC 成膜後の基板の様子

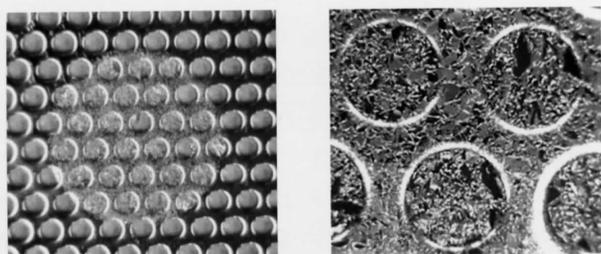


(a) 硬質DLC (b) 軟質DLC

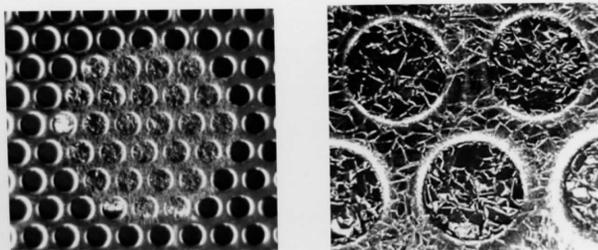
図3 犠牲層上のDLC膜

である。犠牲層上のDLC膜は平坦ではなく、メッシュパターンを形成していた。このメッシュパターンは、DLC膜が犠牲層からはく離した状態を表している。DLC膜のはく離は、犠牲層とDLC膜の密着性の低さや成膜時の熱膨張による犠牲層の変形などが要因として考えられる。

基板から離膜し、ステンレス製の多孔基板（穴径2mm）

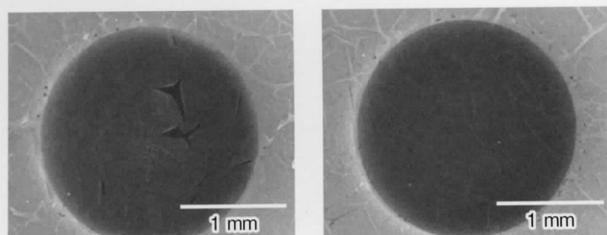


(a) 硬質DLC



(b) 軟質DLC

図4 DLC自立膜



(a) 硬質DLC

(b) 軟質DLC

図5 DLC自立膜の電子顕微鏡像

上へすくい上げ自立化したDLC膜を図4に示す。また、図5は各成膜条件における自立膜の一つを走査型電子顕微鏡で観察したものである。犠牲層上で見られたメッシュパターンはDLC膜の自立化後も観察でき、硬質DLC膜ではメッシュパターンの凸部から破損していることがわかる。一方で、軟質DLC膜は、硬質DLC膜ほど膜の破れは見られず、メッシュパターンによる凹凸はあるものの自立膜として薄膜形状を維持していた。軟質DLC膜は、硬質DLC膜に比べ、膜密度が低く内部応力も低い。この内部応力の低さが自立化時に膜の破損を防ぎ、自立膜としての形状維持につながったと考えられる。

平坦かつ硬質なDLC自立膜を得るには、DLC成膜と自立化の各プロセスにおいて平坦性を保つことが可能なDLC膜の形成が必要となる。平坦DLC膜の形成には、内部応力の緩和が重要であり、膜の低密度化や薄膜化が有効な手段であると考えられる。しかし、膜の低密度化はDLC膜の軟質化につながるため、必要とする用途とのバランスを考慮する必要がある。

4. まとめ

DLC自立膜の応用として、レーザー駆動イオン加速用薄膜ターゲットを取り上げ、DLC膜の自立化プロセスを紹介した。DLC膜の自立化では、DLC膜形成における応力緩和と自立化プロセスに必要な犠牲層の選定が重要となる。今後、レーザー照射試験などから薄膜ターゲットとしてのDLC自立膜の可能性を示すとともに、自立膜がDLCの重要な応用の一つとなるよう研究を進めていきたい。

参考文献

- 1) J. Robertson: Mater. Sci. Eng. R, **37**, p. 129 (2002)
- 2) 上月具孝, 繩雅典生, 菅博: DLC膜のウイルス・リアルタイム観察用電子顕微鏡ツールへの応用, NEW DIAMOND, **117**, p. 23 (2015)
- 3) 藤井義久, 佐光貞樹, 一ノ瀬泉: DLCろ過フィルタ, NEW DIAMOND, **112**, p. 35 (2014)
- 4) 西内満美子: J. Plasma Fusion Res., **88**, 1, p. 5 (2012)
- 5) Y. Miyamoto, Y. Fujii, M. Yamano, T. Harigai, Y. Suda, H. Takikawa, T. Kawano, M. Nishiuchi, H. Sakaki and K. Kondo: Jpn. J. Appl. Phys., **55**, p. 07LE05 (2016)
- 6) H. Takikawa, K. Izumi, R. Miyano and T. Sakakibara: Surf. Coatings Technol., **163-164**, p. 368 (2003)

執筆者連絡先

針谷 達 (Toru Harigai)
豊橋技術科学大学電気・電子情報工学系
〒441-8580 愛知県豊橋市天伯町雲雀ヶ丘 1-1