Sat. Nov 21, 2020

B会場

薄膜(TF)

[3Ba] 薄膜(TF) 座長:後藤哲也・北川 雅俊 9:00 AM - 12:00 PM B会場

[3Ba01(産業賞)] Development of the arc restraint type HiPIMS power supply to achieve highperformance film formation 〇黒岩雅英¹⁾, 岡野忠之¹⁾, 中谷達行²⁾, 福江絋幸 ³⁾ (¹⁾東京電子(株), ²⁾岡山理科大フロンティ理工 学研究所, ³⁾岡山理科大院) 9:00 AM - 9:30 AM [3Ba03] Atomic structures and interface states density at

[3Ba03] Atomic structures and interface states density at SiO₂/4H-SiC interface

〇山下良之^{1,2)}, INDARI DwiEfi^{1,2)}, 蓮沼隆³⁾, 山部紀久夫
 ³⁾ (¹⁾物材機構, ²⁾九大工, ³⁾筑波大)

9:30 AM - 9:45 AM

[3Ba04] Post-annealing effects on the properties of nitrogen-doped diamond-like carbon films
○長内公哉¹⁾,中村和樹¹⁾,郡山春人¹⁾,小林康之¹⁾,遠田 義晴¹⁾,鈴木裕史¹⁾,中澤日出樹¹⁾(¹⁾弘前大院理工)
9:45 AM - 10:00 AM

[3Ba05] XPS analysis of DLC thin films 〇山田健二¹⁾, 針谷達²⁾, 滝川浩史²⁾ (¹⁾石川工業高 専, ²⁾豊橋技科大)

10:00 AM - 10:15 AM

[3Ba06R] Thermally-induced fine spectral tuning of DBRbased thermal emitters OHernandez Pinilla David¹⁾, Sele Handegard Orjan^{1,2)}, 長尾忠昭^{1,2)} (¹⁾物材機構・国際ナノアーキテ

クトニクス研究拠点 (MANA),²⁾北大物性物理)

10:15 AM - 10:30 AM

[3Ba08S] Preparation and structural evaluation of oriented films of biomolecule by solution sharing 〇茂田井和紀¹⁾, 早水裕平¹⁾ (¹⁾東工大物質理工) 10:45 AM - 11:00 AM

[3Ba09S] Repeated bending durability of oxide thin films on flexible substrates and its real-time resistance measurements 〇熊谷敏宏¹⁾,大浦 紀頼¹⁾,和田 英男¹⁾,小山 政俊¹⁾,前 元 利彦¹⁾,佐々 誠彦¹⁾ (¹⁾大工大ナノ材料マイクロデバ イス研究センター)

11:00 AM - 11:15 AM

[3Ba10S] Low temperature formation of indium oxide thin-films using solution process with excimer light assisted annealing and characterization of thin-film transistors
○高野圭佑^{1,2)},大浦紀頼^{1,2)},和田英男²⁾,小山政俊
²⁾,前元利彦²⁾,佐々誠彦²⁾(¹⁾大工大院工,²⁾大工大ナ ノ材料マイクロデバイス研究センター)

11:15 AM - 11:30 AM

[3Ba11] Research on composition and optical properties of β -FeSi₂ thin film by co-sputtering OZhang Xuanwei¹⁾, 舛中翔馬¹⁾, 名村今日子¹⁾, 鈴木基 史¹⁾ (¹⁾京大院工)

11:30 AM - 11:45 AM

 [3Ba12] Self-oscillation of water vapor bubble studied using photothermal property of FeSi₂ thin film 〇名村今日子¹⁾, Kumar Samir¹⁾, 鈴木基史¹⁾ (¹⁾京大院 工) 11:45 AM - 12:00 PM 薄膜(TF)

[3Ba] 薄膜(TF)

座長:後藤 哲也・北川 雅俊

Sat. Nov 21, 2020 9:00 AM - 12:00 PM B会場

[3Ba01(産業賞)]	Development of the arc restraint type HiPIMS power supply to achieve high-performance film formation
	〇黒岩雅英 ¹⁾ ,岡野忠之 ¹⁾ ,中谷達行 ²⁾ ,福江絋幸 ³⁾ (¹⁾ 東京電子(株), ²⁾ 岡山理科大フロン
	ティ理工学研究所, ³⁾ 岡山理科大院)
	9:00 AM - 9:30 AM
[3Ba03]	Atomic structures and interface states density at $SiO_2/4H$ -SiC
	interface
	〇山下良之 ^{1,2)} ,INDARI DwiEfi ^{1,2)} ,蓮沼隆 ³⁾ ,山部紀久夫 ³⁾ (¹⁾ 物材機構, ²⁾ 九大工, ³⁾ 筑波
	大)
	9:30 AM - 9:45 AM
[3Ba04]	Post-annealing effects on the properties of nitrogen-doped
	diamond-like carbon films
	〇長内公哉 ¹⁾ ,中村和樹 ¹⁾ ,郡山春人 ¹⁾ ,小林康之 ¹⁾ ,遠田義晴 ¹⁾ ,鈴木裕史 ¹⁾ ,中澤日出樹 ¹⁾ (¹⁾ 弘前大院理工)
	9:45 AM - 10:00 AM
[3Ba05]	XPS analysis of DLC thin films
	〇山田健二 ¹⁾ ,針谷達 ²⁾ ,滝川浩史 ²⁾ (¹⁾ 石川工業高専, ²⁾ 豊橋技科大)
	10:00 AM - 10:15 AM
[3Ba06R]	Thermally-induced fine spectral tuning of DBR-based thermal
	emitters
	〇Hernandez Pinilla David ¹⁾ , Sele Handegard Orjan ^{1,2)} ,長尾忠昭 ^{1,2)} (¹⁾ 物材機構・国際
	ナノアーキテクトニクス研究拠点 (MANA), ²⁾ 北大物性物理)
	10:15 AM - 10:30 AM
[3Ba08S]	Preparation and structural evaluation of oriented films of
	biomolecule by solution sharing
	〇茂田井和紀 ¹⁾ ,早水裕平 ¹⁾ (¹⁾ 東工大物質理工)
	10:45 AM - 11:00 AM
[3Ba09S]	Repeated bending durability of oxide thin films on flexible
	substrates and its real-time resistance measurements
	〇熊谷敏宏 ¹⁾ ,大浦 紀頼 ¹⁾ ,和田 英男 ¹⁾ ,小山 政俊 ¹⁾ ,前元 利彦 ¹⁾ ,佐々 誠彦 ¹⁾ (¹⁾ 大工大ナ
	ノ材料マイクロデバイス研究センター)
	11:00 AM - 11:15 AM
[3Ba10S]	Low temperature formation of indium oxide thin-films using
	solution process with excimer light assisted annealing and
	characterization of thin-film transistors
	〇高野圭佑 ^{1,2)} ,大浦紀頼 ^{1,2)} ,和田英男 ²⁾ ,小山政俊 ²⁾ ,前元利彦 ²⁾ ,佐々誠彦 ²⁾ (¹⁾ 大工大院
	エ, ²⁾ 大工大ナノ材料マイクロデバイス研究センター)
	11:15 AM - 11:30 AM
[3Ba11]	Research on composition and optical properties of β -FeSi ₂ thin
	film by co-sputtering

OZhang Xuanwei¹⁾,舛中翔馬¹⁾,名村今日子¹⁾,鈴木基史¹⁾(¹⁾京大院工) 11:30 AM - 11:45 AM Solf asseillation of water yeaper bubble studied using photo

[3Ba12] Self-oscillation of water vapor bubble studied using photothermal property of FeSi₂ thin film 〇名村今日子¹⁾, Kumar Samir¹⁾, 鈴木基史¹⁾(¹⁾京大院工) 11:45 AM - 12:00 PM

高機能成膜を実現させるアーク抑制型 HiPIMS 電源の開発

○黒岩 雅英¹, 岡野 忠之¹, 中谷 達行², 福江 紘幸³

1東京電子株式会社, 2岡山理科大学フロンティ理工学研究所, 3岡山理科大学大学院工学研究科

Development of the arc restraint type HiPIMS power supply to achieve high-performance film formation

OMasahide Kuroiwa¹, Tadayuki Okano¹, Tatsuyuki Nakatani², Hiroyuki Fukue³

¹Tokyo Electronics Co., Ltd., ²Institute of Frontier Science and Technology, Okayama University of Science, ³Graduate School of Engineering, Okayama University of Science,

1. はじめに

HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering、 大電力パルスマグネトロンスパッタリング)は低い Duty 比で高い電力を瞬間的にカソードに投入し高密 度のプラズマを形成する手法であり、高性能な機能性 薄膜を作製するには極めて有効な手段である。昨今 HiPIMS の適応範囲は自動車部品用、機械工具用のハー ドコーティング、センサーデバイス用の反射防止膜、 電子デバイス用のバリア膜等、多様なアプリケーショ ンでの採用されている。

しかしながら HiPIMS は膜品質を低下させるアーク 異常放電、生産性を損なう低い成膜レートなど解決す べき課題もある。それらを克服するために開発された のが高周波パルスを用いた HF-HiPIMS である。これを 主題として報告をする。

2. HiPIMS の解決すべき課題

HiPIMS は大電力スパッタリングに起因するアーク 異常放電、また低い duty 比であるが故の成膜レートの 低下が課題とされている。

アーク発生のメカニズムとして、ターゲット上の非 エロージョン領域にスパッタされた粒子が絶縁物とし て堆積し、またその上にも Ar イオンが降り注ぎ、そ の表面には Ar+イオンが蓄積される。これがチャージ アップされやがて絶縁破壊を起こし、アーキングが生 じる。この問題の解決手法が絶縁物のチャージアップ を電気的に中和するというものである。

3.HF-HiPIMS によるアーク抑制及びレート向上

チャージアップの問題を解決するために新たに考案

Fig. 1. HF-HiPIMS の電圧・電流波形

したのが弊社独自の HF (Hi-Frequency) パルスである。 (特願 No.2018-007823 平成 30 年 12 月 18 日特許成立済) これは通常の HiPIMS の 1 パルスの中に予備放電、メ イン放電、高周波放電の 3 つの異なるパルスを入れる 手法である。高周波パルスで電位を 0 に戻すことを繰 り返し行い、放電を制御することでチャージアップを 中和させることができアークを通常の 50%以下に抑え ることができる。また高周波パルスのアフターグロー で平均電力を大幅に引き上げることで成膜レートの向 上にもつながる。

- J. T. Gudmundsson, N. Brenning, Daniel Lundin and Ulf Helmersson: J. Vac. Sci. Technol. A,30 (2012) 031507-1
- After Hopwood: Thin Films Ionized Physical Vapor Deposition, (Academic press, 2000) p.181.
- K. Sarakions, J. Alami, S. Konstantinidis: Surface and Coatings Technology,204 (2010)1661.
- 小島啓安, "現場のスパッタリング薄膜 Q&A 第2 版,"日刊工業新聞, 2015.

*E-mail: kurowia@toel.co.jp

③ Preparatory discharge (short pulse) ② Main discharge ③ HF (High Frequency) pulses Ő. ٢ 200 Discharge voltage [V] 0 Discharge current [A] 100 -1000 -2000 ۵ 50 100 150 Time [µs]

SiO₂/4H-SiC 界面における界面準位と界面構造の相関

○山下 良之^{1*}, Indari Efi Dwi^{1,2}, 蓮沼 隆³, 山部 紀久夫³

1(国)物質·材料研究機構, ²九州大学工学府、³筑波大学

Atomic structures and interface states density at SiO₂/4H-SiC interface

○Yoshiyuki Yamashita¹, Indari Efi Dwi², Ryu Hasunuma³, Kikuo Yamabe³

¹ National Institute for Materials Science, ² Kyusyu University, ³ Tsukuba University

1. はじめに

SiC は優れた特性を有する半導体であり,高耐圧・ 低損失の要請に応えるパワーデバイス材料として研究 が盛んに行われている。SiC はハイブリッド自動車や 電車など輸送機器に使われるパワーデバイスにも用い られており、より高耐圧で高温動作可能な高特性 SiC パワーデバイスへの期待が高まっている。SiC パワー デバイスの最大の問題点は,SiC 基板 の熱酸化で得ら れる SiO₂/SiC 界面の高濃度の界面準位である。界面 準位のエネルギー分布を求め、界面準位を同定するこ とが高特性 SiC パワーデバイスの作製には必要不可欠 であると思われる。

本研究では異なった手法で酸化膜を形成した SiO₂/4H-SiC構造の界面構造と界面準位の関係を明ら かにすることを目的として研究を行った。

2. 実験

基板として 4H-SiC (0001) (Si 面) 及び 4H-SiC (0001) (C 面) を用いた。基板は RCA 洗浄した後、 1200℃にて熱酸化を行った。熱酸化の手法はドライ、 ウエット酸化の 2 種類を用いた。SiO₂/4H-SiC 界面の 界面準位のエネルギー分布は C-V(100 kHz)曲線を測 定し、その理想曲線との差異から Terman 法を用いる 事により求めた。^{1、2)} NEXAFS 測定はあいちシンクロ トロン光センターBL6N1 にて行った。基板は全電子収 量、SiO₂/4H-SiC はオージェ収量にて測定を行った。

結果・考察



Fig.1Radial distribution function of SiO₂/4H-SiC(0001)

Si面では酸化膜の作製手法によらず類似の界面準位 のエネルギー分布を示したが、C面では形成した界面 準位はドライ法での形成では高界面準位密度、ウエッ ト法では低界面準位密度であることがわかった。Fig.1 は酸化膜/Si-SiC、基板 Si-SiC の Si K-edge 同径分布関 数である。参照として SiO2の同径分布関数を同図内に 示している。同径関数中の第1配位元素であるCの配 位数が減少していることがわかる。以上より界面には カーボンのクラスターが生成していると結論した。一 方、C面ではSiの空孔が生成し、カーボンのクラスター が形成したと結論した。過去の理論計算と比較して界 面準位はカーボンのクラスターと相関あり、そのエネ ルギー準位はカーボンのクラスターサイズに依存する と結論した

- 1) E.D. Indari, Y. Yamashita et al., AIP Advances 9, 045002 (2019).
- E.D. Indari, Y. Yamashita et al., AIP Advances 9, 105018 (2019).

窒素添加ダイヤモンドライクカーボン膜特性へのポストアニール効果

○長内 公哉,中村 和樹,郡山 春人,小林 康之, 遠田 義晴,鈴木 裕史,中澤 日出樹*

弘前大学大学院理工学研究科

Post-annealing effects on the properties of nitrogen-doped diamond-like carbon films

○Hiroya Osanai, Kazuki Nakamura, Haruto Koriyama, Yasuyuki Kobayashi, Yoshiharu Enta, Yushi Suzuki and Hideki Nakazawa^{*}

Graduate School of Science and Technology, Hirosaki University

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) は、準安定な 硬質アモルファス炭素であるが、高温下では安定した 膜特性を得られないことが問題である。加熱処理によ る温度の増加に伴い DLC 膜内部では、水素脱離、ダン グリングボンドの形成、sp²結合への変化、そのクラス ター化といった構造変化が起こる。DLC 膜構造のグラ ファイト化に伴い、硬度の低下、光学バンドギャップ の減少、電気抵抗率の減少、結合水素量の減少などが 生じる[1,2]。熱的安定性向上のために、これまで異種 元素添加が試みられてきた。例えば、N 添加は熱的安 定性の向上に加えて、内部応力・電気抵抗率・スピン 密度の減少などが報告されている[3,4]。しかしながら、 N 原子の結合状態の多様さ(sp¹, sp², sp³)のため に、N 添加の詳細なメカニズムや加熱処理が N 添加 DLC(N-DLC)膜特性に及ぼす影響について は未解明な部分が多い。本研究ではポストアニール が水素化 N-DLC 膜特性に与える効果について調べた。

DLC 膜の作製は RF(13.56 MHz)プラズマ CVD 法に より行った。基板には Si ウェハおよび合成石英プレー トを用いた。原料ガスとして CH4、希釈ガスとして H2、 N 源として N2を用いた。ガス総流量 44 sccm、H2流量 22 sccm、N2流量比[N2/(CH4+N2)]20%と固定した。真 空中アニールは、基板温度を 235、270、347、420、490℃ と変化させて 15 分間行った。アニール中の真空容器 内の圧力は 4.0×10⁴ Pa 以下であった。

アニール前の N-DLC 膜の光学バンドギャップ は 1.294±0.011 eV であった。アニール温度 235~ 270°C では、光学バンドギャップは増加傾向を示した が、これは π および π *バンドテール準位の状態密度の 減少を示唆する。一方 420~490°C では、バンドギャッ プは減少した。XPS および FTIR 測定の結果、バンド 内部応力はアニール温度 420℃ 以上で減少した。また、スクラッチ試験によって得られた臨界荷重は、 420℃ 以上で増加したが、この結果は内部応力の減少 と関連付けることができる。



図1は摩擦係数のアニール温度依存性であり、点線 はアニール前の摩擦係数を示している。摩擦係数お よび比摩耗量は、アニール温度 347°C のとき減 少傾向を示したが、420°C 以上では増加した。

N-DLC/p型 Si ヘテロ接合の電流電圧特性を測定した。アニール温度 347℃ のときの整流比は、アニール前や他のアニール温度のときと比べて大きくなった。FTIR 測定の結果、347℃ のとき C-H 伸縮振動による吸収強度が増加した。アニール温度 347℃で整流比が最大になり、トライボロジー特性が向上した理由の一つとして、ダングリングボンドなどの欠陥密度の低減が考えられる。

- 2) M.J. Son et al.: Surf. Coat. Technol. 329, 77 (2017).
- 3) S.R.P. Silva et al.: J. Appl. Phys. 81, 2626 (1997).
- 4) J. Schwan et al.: J. Appl. Phys. 84, 2071 (1998).

*E-mail: hnaka@eit.hirosaki-u.ac.jp

ギャップの減少は、水素脱離に伴う sp²C=C の増加と sp²C のクラスター化に起因することが示唆された。

¹⁾ S. Nakao et al.: Diamond Relat. Mater. 77, 122 (2017).

DLC 薄膜表面の XPS 分析

○山田 健二1*, 針谷 達2, 滝川 浩史2

1石川工業高等専門学校,2豊橋技術科学大学

XPS analysis of DLC thin films

OKenji Yamada^{1*}, Toru Harigai² and Hirofumi Takikawa²

¹National Institute of Technology, Ishikawa College, ²Toyohashi University of Technology

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)薄膜はドライ コーティングとして幅広い産業分野で利用が進んでい る。身近な例としてはPETボトルの内壁にコーティン グされて,酸素バリヤーとして飲料の品質維持に役 立っている。SP³結合主体のテトラヒドラルアモルファ スカーボン(ta-C)やSP²結合主体のアモルファスカー ボン(a-C),そして水素の割合から様々なDLC膜があ り,その評価方法や標準化が検討されている。実験で 用いるDLC薄膜試料はT字状フィルタードアーク蒸着 法により準備された¹⁾。ta-C薄膜とa-C薄膜をXPS分 析すれば確かにClsスペクトルの形状は異なるが,ta-C薄膜表面をアルゴンスパッタするとa-C薄膜のスペ クトル形状に変化する。a-C薄膜についてはスパッタ 後の変化はない。そこで、このスパッタによる形状変 化について調べることを目的とする。

2. DLC 表面の XPS 分析結果と考察

ta-C薄膜とa-C薄膜の両表面には自然酸化膜が形成 されている。この自然酸化膜をアルゴンスパッタに よって除去していったところ、ta-C薄膜の酸化膜によ るO1s スペクトルは、スパッタ2回で消失した。一方、 a-C薄膜の酸化膜によるO1s スペクトルは、スパッタ とともに徐々に形状が小さくなっていくがいつまでも スペクトル強度は確認できた。

ta-C 薄膜の XPS Cls スペクトルについて,スパッタ によって a-C 薄膜の形状になってしまうことを再度確 認した。スパッタ以外の方法で表面 DLC 層を除去する 方法としてテープによる剥離を試してみた。この結果 を図1に示す。テープによる剥離後は Cls ピーク強度 が減少したが,ピーク位置の変化はなかった。これよ り,スパッタによって ta-C 表面が壊され a-C 表面の形 状に変化したものと考えられる。 ta-C surface peeled off with tape 288 287 286 285 284 283 282 Binding Energy (eV) 図 1. テープによって表面剥離した ta-C 薄膜の XPS C1s スペクトル

ta-C 薄膜や a-C 薄膜は Si 基板上に蒸着したもので ある。膜厚を変えた実験も試みた。C1s スペクトルは 2 波形分離で議論されることが多いが、4 波形による分 離²⁾についても議論する。

謝辞

本研究は豊橋技術科学大学高専連携支援お よび澁谷学術文化スポーツ振興財団の助成金 交付により実施されたものである。

- M. Kamiya, T. Yanagita, H. Tanoue, S. Oke, Y. Suda, H. Takikawa, M. Taki, Y. Hasegawa, T. Ishikawa, H. Yasui, Thin Solid Films 518 (2009) 1498.
- S. Takabayashi, T. Takahagi, J. Sur. Anal. 205 (2013) 25.

*E-mail: kenji@ishikawa-nct.ac.jp

Thermally-induced fine spectral tuning of DBR-based thermal emitters

ODavid Hernández Pinilla¹, Ørjan Sele Handegârd^{1,2} and Tadaaki Nagao^{1,2*}

¹International Center for Materials Nanoarchitectonics (NIMS), Tsukuba 305-0044, Japan ²Department of Condensed Matter Physics, Hokkaido University, Sapporo 060-0810, Japan

Spectrally selective perfect absorbers and thermal emitters in the infrared spectral range are key components for the development of modern spectroscopic applications such as radiative heaters, infrared sensors and thermophotovoltaics [1-3]. In this regard, some of the current technological demands require highly-selective narrowband perfect absorbers and emitters for which tunability becomes highly desirable. One of the most effective approaches to achieve narrowband devices relies on the interference effect arising from multiple reflected beams on planar resonant cavities loaded with distributed Bragg reflectors (DBR) [4]. Since the optical path length of the reflecting beam in the cavity and DBR is the key factor to determine the resonance wavelength and bandwidth of the absorbers, refractive indices and extinction coefficients of the materials play crucial roles in this type of devices.

In this work we realize the continuous tunability of the optical response of $SiO_2/Si-DBR$ LaB₆ based absorber/emitter systems by a thermal approach. By annealing the "as sputtered" structure, we can induce a phase change from the originally amorphous Si layers into polycrystalline/crystalline Si layers. This change of phase leads to a continuous modification of the dielectric properties of the DBR structure, which can be used to finely adjust the resonant wavelength of the final device (**Fig. 1**). This strategy can be further extended to many other amorphous materials and provides an alternative way to precisely tune the operation wavelength of DBR structures, thus representing a step forward towards the realization of highly accurate perfect absorber sensors, thermal emitters and thermophotovoltaic devices.



Fig. 1: Spectral tuning of DBR-based perfect absorber structures by thermally induced phase transitions changes

References

- 1) Y. Yao, R. Shankar, M. A. Kats, Y. Song, J. Kong, M. Loncar, and F. Capasso: Nano Lett. 14, 6526 (2014).
- 2) T. Burger, D. Fan, K. Lee, S. R. Forrest and A. Lenert: ACS Photonics 5, 2748 (2018).
- 3) Y.-L. Liao and Y. Zhao: Sci. Rep. 10, 1480 (2020).
- 4) A. T. Doan, T. D. Dao, S. Ishii and T. Nagao: Opt. Express 27, A725 (2019).

^{*}E-mail: nagao.tadaaki@nims.co.jp

ソリューションシェアリング法による生体分子配向膜の作製と構造評価

○茂田井和紀¹, 早水裕平^{1*}

1東京工業大学物質理工学院

Preparation and structural evaluation of oriented films of biomolecule by solution sharing

OKazunori motai¹ and Yuhei Hayamizu^{2*}

¹Tokyo Institute of Technology

【背景と目的】

ペプチドは水溶液中で自己組織化し多種多様なナノ構 造を形成する。またそれらの電子構造に起因して半導 体的な電気伝導特性や蛍光特性、強誘電性などの様々 な物性を発現することが知られている。その実用化に は、基板上で均一に配向したペプチド薄膜構造を形成 する必要がある。ドロップキャストやスピンコートな どの従来の成膜法では、結晶ドメインのランダム配向 に起因する物性の低下が問題である。ソリューション シェアリング(SS)法は有機半導体分子の配向膜作製 に用いられている手法であり、TIPS-pentacene などの 分子を用いて、溶液プロセスで低コストに高い結晶性 の配向膜を、作製できることが報告されている 1)。一 方で、本手法を用いた生体分子の配向膜作製の報告は 無く、また水を溶媒として用いた報告も無い。そこで 本研究では SS 法による水溶液を用いた生体分子配向 膜作製法の開発を行うことを目的とした。

【方法】

本研究に用いた装置の概略図を図1(a) に示す。基板 とブレード(スライドガラス)の間に溶液を挟み、ブ レード端面に生じたメニスカスから溶液の蒸発を促 し、溶質分子を濃縮・析出させることで薄膜を形成す る。使用したアミノ酸・ペプチドには芳香環を含むこ とからπ-π相互作用により高い結晶性が見込まれる フェニルアラニン(F)とDFを使用した(図1(b))。 まず、配向膜作製時の、掃引速度や温度などのパラメー ターの最適化を行った。得られた大面積かつ均一な配 向膜の構造をX線回折法(XRD)及び、偏光角度分解ラマ ンスペクトルによって解析した2)。

【結果及び考察】

最適化の結果、500 μm 四方以上の均一な配向膜を作 製することに成功した。図1(c)はFの配向膜作製時

Fig. 1 (a) 作製したソリューションシェアリング用の 装置 (b) 使用した分子の化学構造 (c) ソリューショ ンシェアリングによる薄膜形成のリアルタイム顕微 鏡像

の経時観察光学像であり、時間の経過とともに均一で 配向した構造の面積が増えていることが分かる。開始 点からの全体像を分割し、各像の配向性を、画像解析 ソフトを用いて評価することで、配向性が向上してい くことを明らかにし、配向メカニズムの考察を行った。 また、得られた配向膜の励起偏光角度分解ラマンスペ クトルからラマン強度の偏光角度依存性を確認し、作 製した配向膜の分子レベルでの配向を明らかにした。 さらに、XRD スペクトルより、得られた配向膜の結晶 構造の帰属を行った。また、結晶面の選択配向を明ら かにし、薄膜作製時の条件を変えることで、選択的に ある結晶系が成長可能であることを明らかにした。

- 1) Giri, et al. Nature 480.7378 (2011): 504-508.
- Kazunori. M. et al. J. Mater. Chem. C, 2020,8, 8585-8591

⁽a) Slide Glass Objective Solution Thin Film Si Substrate t = 0 s t = 3 s t = 8 s t = 19 s t = 19 s t = 19 s

^{*}E-mail: motai.k.aa@m.titech.ac.jp

ファイル名:	Abstract_Jvss.doc	
フォルダー:		
	/Users/motaikazunori/Library/Containers/com.microsoft.Word/Data/Doc	
uments		
テンプレート:	C:¥Documents and Settings¥eigyo189¥デスクトップ¥渡辺¥刊行セン	
ター¥大角様¥表面テンプレート.dot		
表題:	表面テンプレート	
副題:		
作成者:	eigyo189	
キーワード:		
説明:		
作成日時:	2020/09/28 16:31:00	
変更回数:	4	
最終保存日時:	2020/09/28 16:37:00	
最終保存者:	茂田井 和紀	
編集時間:	7 分	
最終印刷日時:	2020/09/28 16:50:00	
最終印刷時のカウント		
ページ数 :	1	
単語数:	1,081	
文字数:	325 (約)	

フレキシブル基板上に形成した酸化物薄膜の繰り返し曲げ耐性と そのリアルタイム抵抗測定評価

○熊谷 敏宏¹, 大浦 紀頼¹, 和田 英男¹, 小山 政俊¹, 前元 利彦¹, 佐々 誠彦¹

Repeated bending durability of oxide thin films on flexible substrates and its real-time resistance measurements

 \bigcirc Toshihiro Kumatani¹, Kazuyori Oura¹, Hideo Wada¹, Masatoshi Koyama¹, Toshihiko Maemoto^{1*}, Shigehiko Sasa¹

¹ Nanomaterials Microdevices Research Center, Osaka Institute of Technology

1. はじめに

近年,様々な分野でフレキシブルデバイスの応用が 期待されており,酸化物半導体を用いたフレキシブル デバイスに関する研究が盛んに行われている.我々は, ワイドバンドギャップ半導体であり,低温成膜が可能 な酸化亜鉛 (ZnO) やアルミニウムを添加した酸化亜 鉛 (AZO) に焦点を当て研究を進めてきた[1]. 今回, フレキシブル基板上に ZnO および AZO 薄膜を形成し た構造を作製して繰り返し曲げ耐久試験を行い,表面 状態の変化や曲げ試験中の抵抗測定について詳しく調 べたのでその結果について報告する.

2. 酸化物薄膜の作製と繰り返し曲げ耐性評価

フレキシブル基板として、シクロオレフィンポリ マー(Cyclo Olefin Polymer: COP)を用いた. COP 基 板上に直接 ZnO や AZO 薄膜を形成するとクラックが 発生するため、電子ビーム蒸着法で形成した SiO₂を バッファ層として用いた. その後、パルスレーザー堆 積法を用いて ZnO および AZO 薄膜を 80 nm 非加熱で 成長した. 試料作製後にマイコン制御による曲げ試験 機を用いて、曲率半径 5 mm に設定し、フラットな状 態から 5,000 回までの繰り返し曲げ耐久性について調 べた. また、基板の厚さによる耐久性の違いについて も調べるために、50 µm、100 µm、188 µm のそれぞれ 厚さの異なる COP 基板を使用した. 図1 に COP 基板 上に成膜された ZnO および AZO 薄膜の曲げ試験時の 電気抵抗の測定結果を示す. 図1 より基板厚さが 188 µm の場合曲げ試験を行った直後に、100 µm の場合 3,000 回の曲げ試験を行った後に抵抗値が急激に増大 し,その後に一定回数曲げると測定不能となった.こ れは曲げ回数を増やすことで基板や薄膜にかかる応力 が蓄積され,基板自体が破断したと推測される.一方, 基板の厚さを薄くするにしたがい,膜に生じる応力が 低減され,50 µm の基板では5,000 回の繰り返しでも 基板は破断せず,抵抗の変動はほぼ見られなかった. バッファ層を用いた酸化物の積層構造が繰り返しの曲 げに対して強い耐性があると考えられる.共焦点顕微 鏡による表面観察結果,ナノインデンテーション法に よる薄膜の硬さ測定の結果については当日報告する.



Fig. 1. ZnO および AZO 薄膜の曲げ試験時の抵抗変化

文 献

1) 永山他, 2017 年真空・表面科学合同講演会, 2P32 (2017).

^{*}E-mail: toshihiko.maemoto@oit.ac.jp

エキシマ光アシストアニーリングによる溶液プロセスを用いた 酸化インジウム薄膜の低温形成と TFT の特性評価

○高野 圭祐¹, 大浦 紀頼¹, 和田 英男¹, 小山 政俊¹, 前元 利彦^{1*}, 佐々 誠彦¹

Low temperature formation of indium oxide thin-films using solution process with excimer light assisted annealing and characterization of thin-film transistors

○Keisuke Takano¹, Kazuyori Oura¹, Hideo Wada¹, Masatoshi Koyama¹, Toshihiko Maemoto^{1*}, Shigehiko Sasa¹

¹ Nanomaterials Microdevices Research Center, Osaka Institute of Technology

1. はじめに

一般に薄膜トランジスタ(TFT)などの薄膜デバイス のプロセスでは、分子の結合や分解を促進させるため に電気炉やホットプレートを用いた熱アニーリングが 必要とされている[1]. 近年注目されているフレキシブ ルデバイスにおいては, 基板が高温でのアニーリング に耐えられないという問題もある. そこで、我々は熱 によるアニーリングに代わり, エキシマ光を用いた光 アシストアニーリング[2]に注目した.エキシマ光の短 波長紫外線は非常に高いフォトンエネルギーを持つこ とから,ドライ洗浄や表面改質において有機物分子を 分解する用途で活用されている.現在,我々は硝酸イ ンジウムを用いた水系前駆体溶液を作製し、溶液法を 用いて酸化インジウム(In₂0₃)TFTの低温化の研究を 進めており、そのプロセスの中で熱アニーリングの代 わりにエキシマ光を用いることで薄膜の低温形成を試 みたので、その結果について報告する.

2. 実験と結果

硝酸インジウム三水和物, 超純水を用いて濃度 0.3 mol/L の In₂0₃前駆体溶液を作製した.作製した前駆体 溶液を用いてスピンコート法により基板上に In₂0₃ 薄膜を形成した.その後,100℃から 300℃まで順に 30 分ずつアニールさせた基板とスピンコート後の薄膜に エキシマランプ(ウシオ電機㈱製,波長172 nm,照度 10 mW/cm²)を 90 分照射した基板で FT-IR 測定を行い 比較した.図1に FT-IR の測定結果を示す.In₂0₃の形 成には金属-酸素間結合が増加していることが重要で,そのためには水酸基(OH 基)の増減を調べる必要がある.ここでは OH 基の伸縮振動による吸収がある

3600-3200 cm⁻¹ 付近に注目した.図1から,エキシマ ランプを照射せず 200℃で焼結した基板と成膜直後に エキシマランプを 90 分照射した基板の 0H 基の量が同 等に近いことを確認できた.このことから,これまで の TFT 動作に必要だった高温での熱処理が,エキシマ 光の照射を行うことによって,有機分子の分解ととも に酸化が促進され,室温プロセスで In₂0₃-TFT が作製 できる可能性がある.また,熱処理の代わりにエキシ マ照射を行うことで非常に平坦な薄膜が形成できるこ とも確認できた.当日は,エキシマ光照射雰囲気が TFT 特性に及ぼす影響なども関連付けて報告する.



Fig.1. FT-IR スペクトル (a) 温度依存性, (b)エ キシマ光照射.

- 1) M. Miyakawa et al. Scientific Reports. 8, 12825 (2018).
- 2) S. Park et al., Adv. Funct. Mater. 25, 2807 (2015).

^{*}E-mail: toshihiko.maemoto@oit.ac.jp

Co-sputter による β -FeSi₂ 薄膜の組成と光学特性の制御に関する研究

○Zhang Xuanwei¹, 舛中 翔馬¹, 名村 今日子¹, 鈴木 基史^{1*}

1京都大学大学院工学研究科マイクロエンジニアリング専攻

1. はじめに

2~3 μm 波長域の輻射を選択的に透過したり、吸収し たりする波長選択薄膜は、赤外線ヒーターや波長選択 赤外線源への応用を目指した研究されている。 β-FeSi₂はバルクでは波長 1.55 μm 以上の赤外域で透 明で高い屈折率を持ち、耐熱性も高いため、波長選択 膜への応用が期待できる。

当研究室では、FeSi₂(Fe:Si≅1:2)の合金ターゲット を用いて FeSi2 薄膜を成膜し、波長選択膜の応用を検 討してきた¹⁾。タングステン薄膜上に FeSi₂と SiO₂の 多層膜を形成することで、太陽光吸収率 90%以上、 450℃における放射率が 10%以下の良好な太陽光選択 吸収膜が実現された。良好な特性の鍵は、FeSi2層の消 衰係数がバルクとは異なり 0.3 程度であることを帰着 された。消衰係数がバルクと異なる原因は、薄膜の組 成がわずかにバルクと異なるためだと考えられるが、 スパッタ膜の Fe と Si の組成比と薄膜の特性との関係 は研究されていない。仮に消衰係数が0になる薄膜を 作ることができれば、高性能の波長選択フィルターを 実現できることが期待できる。そこで、本研究では Co-sputter 法を利用して FeSi₂と Si ターゲットを同時 にスパッタリングする際に、印加電力を調整すること により成膜中 Fe と Si の組成比を制御し、消衰係数 k≅ 0の β -FeSi₂薄膜を作製することを目的とする。

2. 実験

β-FeSi₂薄膜は高温で RF マグネトロンスパッタに より両面研磨の Si 基板の上に作製された。成膜前 UV オゾン洗浄で基板を 30 分洗浄した。成膜室を 3.0×10 ⁻⁴Pa以下に排気し、基板を加熱した。基板温度を 430[°]C 以上に維持した後、アルゴンガスを導入して圧力を 0.86Paに維持した。放電を開始して、FeSi₂とSiのター ゲットの表面を 5 分程度クリーニングした後、成膜を 開始した。FeSi₂ターゲットの印加電力を 100 W に固定 し、Si ターゲットの印加電力を調整することによって Fe と Si の組成比を制御した。作製した試料は FT - IR

*E-mail: m-snki@me.kyoto-u.ac.jp

により赤外域の透過率と反射率を測定し、屈折率 n と 消衰係数 k を求めた。X 線回折、電界放射型走査顕微 鏡によって薄膜の構造と形態を調べた。

3. 結果

まず、FeSi₂ターゲットだけを使用して成膜した。そのサンプルの XRD 分析結果により、 β 相の FeSi₂薄膜の作成条件を確認した。また、この条件で作製した薄膜の消衰係数 kが 0.3 であることを確認した。

次に、Co-sputtering 法を利用して、異なる Si ター ゲットの印加電力の β -FeSi₂単層膜(膜厚 100 nm)を 作製した。その薄膜の波長 2 μ mの吸収率と Si ターゲッ トの印加電力との関係グラフは図 1 が示すように、Si ターゲットの印加電力が 10 W 付近の場合では、薄膜の 吸収率がほぼ 0 であり、つまり消衰係数 kがほぼ 0 に なることがわかった。結晶構造や組成、及び吸収のな い薄膜を用いた多層膜の特性などの詳細は、発表の際 に説明する予定である。



Fig. 1. Si ターゲットの印加電力と β-FeSi₂薄膜の波長 2 μmでの吸収率との関係

文 献

 M. Suzuki, K. Nishiura, S. Masunaka, N. Muroi, K. Namura: Proc. of SPIE 9929 (2016) 99290G.

FeSi2薄膜の光熱変換特性を用いた水蒸気バブルの自励振動の解明

○名村 今日子^{1*}, Kumar Samir¹, 鈴木 基史¹

1京都大学大学院工学研究科

Self-oscillation of water vapor bubble studied using photothermal property of FeSi2 thin film

OKyoko Namura^{1*}, Samir Kumar¹, and Motofumi Suzuki¹

¹Kyoto University

1. はじめに

最近我々は、脱気水を局所加熱することで、直径 10 µm 程度の水蒸気バブルを生成し、その周辺に 1 m/s オーダーの急激な流れを発生させることに成功した. ^{1,2}このバブルの生成と流れの発生は、マイクロ流路内 の動力源や、マイクロ冷却システムの開発に有用であ ると期待される.しかし、バブルの挙動や周辺対流の 発生メカニズムについては詳しくわかっていない.こ れまで我々は脱気水を局所加熱するために金ナノ粒子 薄膜の光熱変換特性を用いてきた.しかし、この薄膜 は 300 ℃程度以上から変形が見られる他、物理的な衝 撃にも弱い.そのため、広い加熱条件でのバブル観察 が困難であった.そこで本研究では、耐熱材料として 知られる FeSi2 薄膜を用いてバブルの挙動を調べ、水 蒸気バブルの自励振動とその発熱密度依存性を明らか にしたのでこれを報告する.³⁾

2. 実験

光熱変換のためのアモルファス FeSi₂ 薄膜は RF マ グネトロンスパッタリング法を用いてガラス基板上に 成膜した.この薄膜と,真空超音波脱気法を用いて脱 気した水をガラスセルに封入した.ガラス基板の裏側 から薄膜上に波長 638 nm の CW レーザー光を集光し て脱気水を局所的に加熱し,加熱点上でのバブルの生 成の様子を観察した.また,バブルによって散乱され たレーザー光強度を測定し,バブルの振動をとらえた.

3. 結果と考察

脱気水中の FeSi2 薄膜にレーザーを照射してバブル を生成し、その後 SEM で薄膜表面を観察した.その 結果、金ナノ粒子薄膜と比較して FeSi2 薄膜の方が、 より広い発熱密度範囲において変形が見られないこと がわかった.そこで、FeSi2 薄膜を用いて脱気水の局所





Fig. 1. レーザー強度に対する水蒸気バブルの見かけの直径(青四角)と振動周波数(赤丸)の変化. レー ザースポット半径は 2.6 μm で一定.

加熱実験を行った結果,生成する水蒸気バブルがサブ MHz オーダーで振動し,その振動数がレーザー強度に 依存して変化しすることがわかった(Fig.1).特に, 特定のレーザー強度でバブルの振動数は最大を示し た.この最大振動数はレーザースポットサイズにかか わらず,薄膜の光吸収密度が1mW/µm²となるときに 得られることがわかった.さらに数値計算との比較か ら,光吸収密度1mW/µm²以上では,局所 boiling crisis が起こっていると考えられることがわかった.

4. まとめ

本研究では、熱に強い FeSi₂ 薄膜の光熱変換特性を 用いて水蒸気バブルの挙動を調べた.その結果、水蒸 気バブルが高速で自励振動し、さらにその振動周波数 が発熱密度に依存して変化することがわかった.バブ ルの振動は流れの発生に寄与することが知られている ため、バブル周辺対流の発生原理解明に向けて新しい 知見が得られたと言える.

文 献

2) K. Namura et al.: Sci. Rep. 9, 4770 (2019).

¹⁾ K. Namura et al.: Sci. Rep. 7, 45776 (2017).

³⁾ K. Namura et al.: Adv. Mater. Interfaces 2000483 (2020).