

CRCニュース

産学連携共同研究センター

Collaborative Research Center NEWS No.24

24号



副学長
岩間 三郎

「ナノテクノロジーへ夢膨らむ」

ナノテクノロジーは、「物質をナノサイズで制御することで、それによって物質に新たな機能を出現し、または特性を大幅に向上させて豊かな社会の構築に役立つと同時に、資源・エネルギーの節約に貢献して環境にやさしい社会の実現を目指す技術」であり、正に21世紀の社会に大きな変革をもたらす夢の技術と目されています。

昨年の6月号で「ナノテクノロジーへの大きな期待」と題して特集を組み、本学の4人の教員の研究を紹介しました。ナノテクノロジーは、ものづくりから特性評価まで幅広い研究分野に及ぶもので、「薄膜ナノ材料(2)」として、その後の幾つかの研究をここに紹介します。

INDEX

CRCニュース・24号 目次 『薄膜ナノ材料(その2)』特集号

「ナノテクノロジーへ夢膨らむ」
副学長 岩間三郎

電気電子工学科 中井 靖男 教授
「ダイヤモンドの選択成長薄膜の作成」

電気電子工学科 坂 貴 教授
「X線による材料の評価」

電気電子工学科 神保 睦子 教授
「研究紹介」

電気電子工学科 堀尾 吉巳 教授
「表面分析法の新展開」

岩間三郎 副学長
「気相成長法によるナノ粒子蛍光体の生成」

CRCからのお知らせ

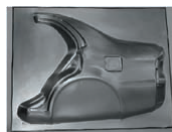
機械工学科 松居正夫教授が日本塑性加工学会東海支部賞技術賞を受賞
「エントロピ豊明」5月例会開催
共同実験室および産学交流室のご利用について

●●CRCからのお知らせ●●

機械工学科 松居正夫教授が日本塑性加工学会東海支部賞技術賞を受賞

「自動車車体パネルのインクリメンタル成形技術の開発」

本受賞は、松居教授が(株)豊田中央研究所に在職中にトヨタ自動車(株)、大豊精機(株)との共同で開発された技術に対して3社で受賞されたものです。その内容は、板材を成形する場合に、金型を用いずに、棒状工具を等高線軌跡によって逐次成形していくインクリメンタルフォーミングが開発されてきました。この方法を、大寸法複雑形状部品である自動車車体パネルの成形に適用するために、サボータ方式を考案し、成形条件の適正化を図りました。その結果、クォータ、フェンダー、ドアなどのパネル類を寸法精度よく成形でき、試作品の評価では、従来の垂鉛合金型による成形に比べて、納期で55%、コストで45%と、大幅な短納期・低コスト化を達成しました。現在、試作品、モーターショー用のパネル、補給部品に使用され始めています。



<参考>
インクリメンタルフォーミングで成形したクォータパネル

「エントロピ豊明」5月例会開催

日時 / 5月9日(木) 13:00~17:00

場所 / 本学14F 交流室

講演 / 三菱電機(株)系統変電・交通システム事業所

山内四郎氏「除湿器について」

本学 情報学部 山内五郎 教授「超はっ水材料について」

活発な質疑応答があり、有益な研究会となりました。



共同実験室および産学交流室のご利用について

共同実験室・・・大同特殊鋼(株)殿

ミドリ安全エア・クオリティ(株)殿

産学交流室・・・愛知中小企業家同友会

「新市場創造研究会」殿

「エントロピ」殿

業務メニュー

中井 靖雄 教授

「ダイヤモンドの選択成長薄膜の作成」

ダイヤモンドは宝石としての価値に限らず、最大の硬度を持つ物質であることから、切削工具の刃先として幅広く利用されています。例えば旋盤等の切削チップから地下岩盤へのボーリング用ドリルの刃先への利用等です。最近、セラミックス切断用のダイヤモンド鋸刃はホームセンターの電動工具売り場で安価に手に購入出来るようになってきました。ダイヤモンドがこのように身近に用いられるようになったのは高圧合成法のおかげで、微細な粒状から大きな塊状の単結晶までダイヤモンドが目的に応じて合成されています。一方、ダイヤモンドは電子物性の上でも優れた特徴を持つことから、新しい電子デバイス材料としての期待が大きいです。しかしながら、高圧合成による粒状または塊状のダイヤモンド結晶では不都合で、常圧で有効な薄膜結晶の合成技術が必要です。この理由は電子デバイス作成技術には高圧・高温を必要とする合成法は不都合であることに加え、ダイヤモンドの塊状結晶から薄板結晶を切り出すことはほとんど不可能であることによります。

上記の問題に対して低圧気相合成法が開発され、薄膜ダイヤモンド結晶の実現の可能性が大きく進展しました。しかしながら、この新合成法の発見以来既に20年以上の開発競争にも係わらず、電子デバイスに利用可能な薄膜結晶成長技術は確立していません。この主な理由は低圧気相合成法でのダイヤモンドの物理的な成長機構が解明されていないことによります。この成長法ではダイヤモンド以外の基板結晶性物質の表面にダイヤモンドを成長させます。この基板上に成長するダイヤモンドは図1に示すように粒子状結晶です。明らかにこのダイヤモンドは特定の結晶核の生成に起因した成長様式を取っています。異種物質の基板上にダイヤモンド薄膜を成長させるには、ダイヤモンドの結晶核を先ず作らねばなりません。薄い膜として結晶を

成長させるには薄い膜ほど高密度で結晶核を作る必要があります。ダイヤモンド薄膜結晶の成長法の確立にはダイヤモンド結晶核の生成機構を解明することが最も重要な課題であると考えられます。基板上の結晶核を任意に制御できれば、様々な形状のダイヤモンド薄膜結晶をデザイン出来ることになり、ダイヤモンド・デバイスの実現に大きな寄与をすることになります。図2は我われの最近の研究成果をもとに、タングステン基板表面に約100 μ の幅で選択的に結晶核を生成させた例で、一部が薄膜化しています。成長機構の深い理解とそれに基づく新たな技術の確立を目標に研究を進めています。

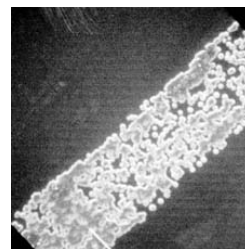


図1. タングステン基板上の気相合成ダイヤモンド粒子。サイズは約10 μ

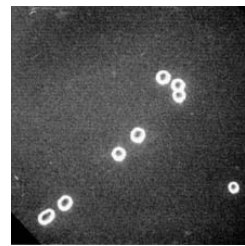


図2. タングステン基板上に約100 μ の幅で選択的に気相合成させたダイヤモンド。一部は粒子間の融合が起こり薄膜化している。

坂 貴 教授

「X線による材料の評価」

平成12年度に高性能X線回折装置（理学電機製、ATX-G）が導入され、共同利用装置として、材料の評価に用いられています。ターゲットはCu回転対陰極であり、加速電圧、ビーム電流はそれぞれ50kV、300mAです。回折部は4軸回折計に3軸のゴニオメータヘッドがあり、シンチレーション検出器でX線を検出します。この装置のもう1つの大きな特徴は、(220)面でチャンネルカットしたGeモノクロメータを有することです。ターゲットからのX線を集光させた後、合計4個のGe単結晶によって回折させ、その角度広がり非常に小さくすることが出来ます。X線回折法により材料を評価する1つの方法として、回折角度幅の広がりを調べる方法がありますが、入射X線の角度広がりより精度の高い解析は不可能です。4個のGeによって回折されるX線の角度広がり10.8秒と見積もられ、極めて精度の高い評価が可能です。

対象となる材料は、バルク単結晶および単結晶薄膜です。この方法により、 $\sim 2\mu\text{m}$ のGaAs P 薄膜を成長させたSi基板からの回折強度曲線を測定した結果を図に示します。(400)反射です。

得られた回折ピークの半値幅は ~ 47 秒でした。X線の動力学回折理論から期待されるSi完全結晶の回折ピークの半値幅は ~ 5.4 秒です。

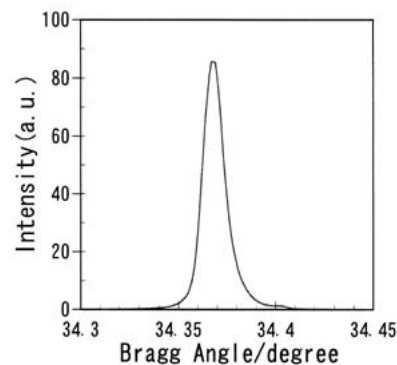


Figure Captions

図 GaAsP 薄膜を成長させたSi基板からの(400)反射。



入射X線の広がり を考慮すると、～12秒と予想されます。実測された半値幅が約47秒と広がったのは、GaAs P 薄膜を成長させたことにより、Si基板が歪んだものと考えられます。歪の分布はより詳細な検討が必要ですが、微小な歪の検出や、ヘテロ接合における微小な結晶傾斜の検出に有効です。

神保 睦子 教授

「研究紹介」

本研究室は軟磁性薄膜をベースに研究を行っています。以下に研究テーマの概要と設備について記します。

まず主な研究設備は

(1) 製膜装置

3元RF / DCスパッタリング装置、5元RFスパッタリング装置、2チャンバ10元スパッタリング装置、高真空蒸着装置

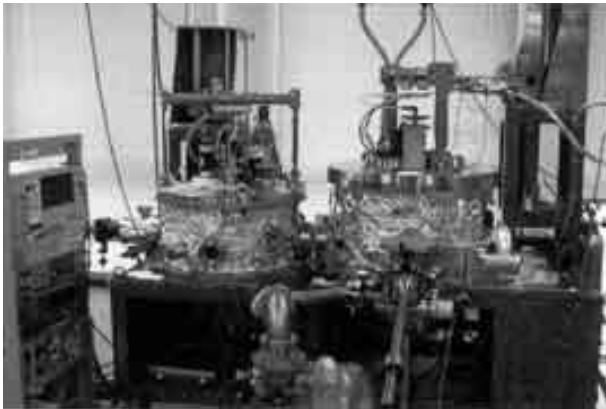


Photo.1 10元スパッタリング装置

(2) 加工・処理装置

熱拡散炉、直流磁界中熱処理装置、回転磁界中熱処理装置、

(3) 測定装置

段差式膜厚計、VSM、試料共振型磁力計、MR、TMR測定装置、残留抵抗測定装置、ネットワークアナライザ (50MHz-20GHz)、高周波透磁率測定装置 (岩通)、磁区観察顕微鏡など、その他に学内共同利用設備として、高分解能透過電子顕微鏡、EDX付きSEM、オージェ・SIMS、薄膜用X線回折装置、AFM、メスパワー分光装置、ラマン分光装置、イオンミリング装置、マスクアライナー、スピナー、などがあります。

上記の装置をもちいて次のような研究をおこなっています。

堀尾 吉巳 教授

「表面分析法の新展開」

ナノテクノロジー分野の研究は、情報社会のハード面を支える上で必須であり、また新機能性材料を開発する上でも重要です。そのためナノテクノロジーは、日本の将来の産業を発展させるための一つのキーワードになっています。大学で研究する私にとっては、応用もさることながら学問的にも大いに魅力的

このほか、多層膜や超格子のサテライト反射による解析、全反射による表面解析などに有効です。



(1) CIP、CPP-GMR

面内に電流を流すGMR (巨大磁気抵抗効果) に関して、高感度なGMR材料、交換結合磁界の大きな反強磁性材料の探索などを重点に研究を行ってきました。現在は垂直方向に電流を流すCPP-GMRの研究を始めています。この研究には試料の微細化が必須となっており、これらの研究は超高密度HDD用再生ヘッドに用いることを目的としています。

(2) トンネル接合の作製

スピン依存トンネル効果で必須な磁性トンネル接合を主に自然酸化により作製しています。トンネル接合は、GMRから端を発した金属あるいは半導体でのスピン注入、制御、あるいはホットエレクトロンの注入などスピンエレクトロニクスデバイスの要素技術の一つとして重要であると考え、再現性の良い良好なトンネル接合の作製条件を、試料の表面ラフネスの低減とからめて検討しています。

(3) 金属 / 半導体ヘテロ接合系の磁性と伝導

ホットエレクトロンを用いたスピナルプトラングスタや、磁性金属 / GaAs系でのスピンフィルター効果など新規な電子デバイスの開発を目的として研究を行っています。このテーマでは金属 / 半導体界面でのスピンの反射、注入、伝導が重要なので、界面の特性制御を重点に検討を進めています。

(4) 高周波領域での軟磁性薄膜の磁気特性

昨今の携帯電話や情報ネットワークの普及で電磁波吸収体の用途が増加しており、使用可能領域も高くなっています。そこで、GHz領域でも高い透磁率を示す軟磁性薄膜の開発と1GHzを超えた超高周波領域での膜面内や面直の異方性の評価も含めた薄膜の透磁率の測定法を検討しています。



な分野です。それはナノの世界の不可思議な現象をもたらすものです。

一般に、ナノテクノロジーは原子レベルで微小デバイスや材料を構築することから始まります。設計図どおりに構築されたかを評価・

分析する技術も当然のことながら必須です。現在、表面分析法は数多く存在しますが、超高真空中で材料構築する過程をその場で評価・分析する方法は限られており、中でも反射高速電子回折（RHEED）法は有力な手法として広く用いられています。これは高速電子線（10kV程度以上の加速電子線）を試料表面にすれすれの角度（視射角0°から7°程度の範囲）で照射し、表面で反射する電子線群を後方の蛍光スクリーンでパターン観察するものです。この回折パターンから試料表面の構造情報（結晶性の評価、表面原子或いは吸着原子の配置、表面形態、薄膜成長様式等の情報）が取得できます。

このような従来のRHEED法に対して、我々は5年以上前からエネルギー識別機構を組み込んだRHEED装置の開発を手がけてきました。名付けてエネルギーフィルター型RHEEDです。現在2号機が院生の協力によりほぼ完成しました（詳細はJJAP掲載予定）。この装置を用いれば試料表面から反射してくる電子線を手作りの阻止電場型エネルギーフィルターを用いてエネルギー識別でき、回折パターンのみならず、反射電子線のエネルギー損失スペクトルも計測できます。特にRHEEDでは、入射電子と試料表面の自由電子（金属や半導体試料において）との相互作用が強いため、表面プラズモン励起を強く誘起し、スペクトル中に複数の表面プラズモン損失ピークが現れます。

一例として図1に本装置で測定したエネルギー損失スペクトルを紹介いたします。矢印P0は弾性散乱ピークであり、P1、P2、...はSiの表面プラズモンエネルギー（11.7eV）の整数倍だけ失った非弾性散乱ピーク群です。本装置の特徴はこのように、1階エネルギー微分或いは2階エネルギー微分したスペクトルを

高いSN比で直接的に取得できるため、表面の動的変化にも対応できる点であり、RHEEDでは唯一のものと自負しています。これにより構造情報のみならず電子状態の情報まで取得でき、新たな応用・発展が期待されます。

これに限らず、新しい原理や機能を組み込んだ表面分析装置の開発は、ナノテクノロジー分野の研究と共に互いに刺激し合いながら発展しており、それにより新しい物性の発見につながれば研究者としての喜びでもあります。

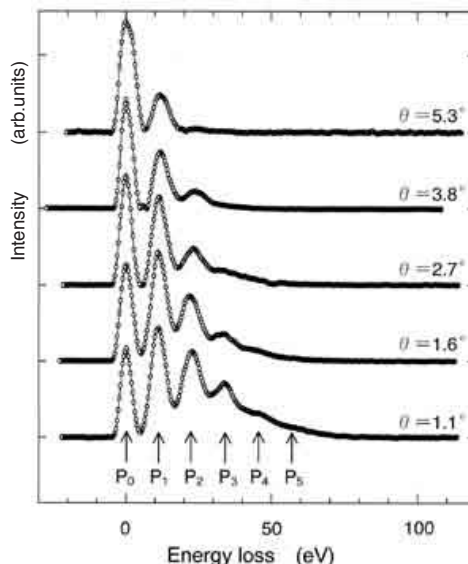


図1 鏡面反射電子線のエネルギー損失スペクトル Si(111)7x7清浄表面に対して[11-2]方位から10kV電子線の入射視射角を1.1から5.3まで変化させて得られた結果です。

岩間 三郎 副学長

「気相成長法によるナノ粒子蛍光体の生成」

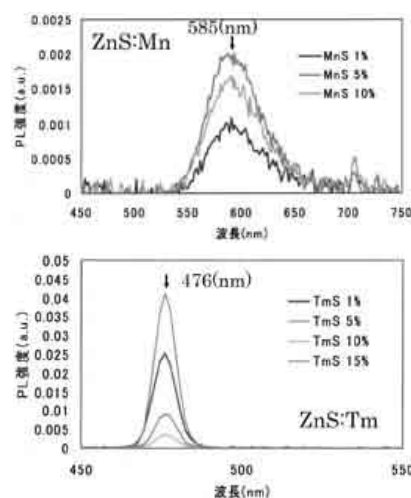
硫化亜鉛（ZnS）は適当なドーパ剤を加えることにより種々な色の蛍光体材料としてカラーディスプレイ用に広く使用されています。通常はミクロン級の粒子ですが、近年、共沈法で作製した粒径数ナノメートルのZnS:Mnでは発光効率の向上が報告されたり、他の稀土類元素をドーパ剤とした類似な報告も出はじめています。当研究室では気相成長法を用いてナノ粒子の生成を行っています。ここでは2種類のナノ粒子蛍光体の生成とその発光特性について実験を紹介いたします。

原料にZnS粉末とドーパ剤としてMnS、TmSの2種類を用いました。この実験では1～15%の範囲でドーパ剤を混合した硫化物の混合粉末を、ヘリウムガス圧3.5Torr、ガス流量6 /分でモリブデン・ボートから通電加熱で蒸発し（Flowing Gas Evaporation法）、望みの物質が生成されるか、不純物濃度がドーパ剤の添加量で調整できるかを調べることで。

右図は生成した試料にHe-Cdレーザー（波長：325nm）を照射して測定した発光特性です。ZnS:Mnでは585nmにピークをもつ橙色発光が、ZnS:Tmでは476nmの青緑色発光が観測されました。また、ドーパ剤の添加量に依存して発光強度に差のあ

らわれることから、この方法で不純物濃度の調整がある程度可能であることが分かりました。両試料とも5%添加量で最大発光強度を示しました。また、X線回折から求めた平均粒径はおよそ30nmでした。

発光強度の粒径依存性などについては今後の研究課題です。



ZnS:MnおよびZnS:Tm ナノ粒子蛍光体のフォトルミネッセンス・スペクトル

お問い合わせ

大同工業大学 産学連携共同研究センター リエゾンオフィス

〒457-8530 名古屋南区滝春町10-3 TEL(052)612-6132 FAX(052)612-5623
Eメール crc@daido-it.ac.jp ホームページ http://www.daido-it.ac.jp/