

令和元年9月18日現在

機関番号：12101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K05965

研究課題名(和文)ドライ・ウェット複合プロセスによるナノドットDLC皮膜の創製と構造制御

研究課題名(英文)Preparation and structure control of nano dot DLC film by combination of dry and wet film formation process

研究代表者

中村 雅史(Nakamura, Masashi)

茨城大学・理工学研究科(工学野)・准教授

研究者番号：60302329

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的は、規則配列した直管状の孔を持つアルミニウムの陽極酸化皮膜(以降P.A.膜)をDLC膜のスputタリング時のマスク材として使用して、ナノレベルの凹凸構造を有するDLC膜を製作することである。アルミニウム板上で作製したP.A膜を剥離して、基材上に設置してカーボンのスputタリングし、その後P.A膜を溶解除去する方法を実施した結果、ドット状に分布したナノレベル凹凸構造を有するDLC膜を成膜することができた。また、P.A膜の孔の大きさや孔の高さを変えることによって形成されるドット状のDLC膜の大きさが変化することも分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究で得られたナノドット状のDLC膜は他に例がなく独創的である。また、DLC膜がナノレベルの大きさで細かく断片化されているため、DLC膜の最大の弱点である内部残留応力が低減され、膜の割れを防止できると考えられる。さらに基材変形時にDLC膜に加わるひずみを低減できるため、ゴムや樹脂などの軟質材料や純アルミなどの低ヤング率の材料にも適用できると考えられる。そのため社会的意義は大きいと考えられる。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research is to prepare DLC film with nano level uneven structure by using the anodized aluminum film (hereinafter referred to as P.A film) with regularly arranged straight tubular holes as a masking material for sputtering of DLC film. The film forming methods in the case of exfoliating P.A film prepared on an aluminum plate and installing it on a substrate as a masking material investigated. As a result, we succeeded in depositing nanodot-like DLC film. In addition, it was also found that the size of the dot-like DLC film formed was changed by changing the pore size and pore height of the P.A film.

研究分野：表面改質，材料

キーワード：ダイヤモンドライクカーボン アルミニウム陽極酸化皮膜 微細凹凸構造

様式 C - 19, F - 19 - 1, Z - 19, CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、表面改質技術の進歩はめざましく、種々の成膜方法が開発され工業的に広く応用されている。その中でも PVD (物理蒸着) 法や CVD (化学蒸着) 法などのドライプロセスによって成膜されるダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は、ダイヤモンド並みの硬さおよびグラファイト並みの摩擦係数 0.1 を有し、極めて優れた潤滑性・高耐摩耗性を発現することから、切削工具や自動車部品などの表面改質法として実用化されている。一方、ウェットプロセスである陽極酸化処理はアルミニウムなどの金属表面に酸化皮膜を成膜する処理であり、耐食性、耐摩耗性の向上、および装飾その他の機能の付加を目的として広く行なわれている。特にアルミニウムを陽極酸化すると、図 1 に示すようにナノメートルオーダーで規則配列した直管状の孔を持つポーラスアルミナ皮膜が生成されることが知られており、電圧や電解液、電解時間を変えることにより孔径や膜厚の制御が可能である。さらにポーラスアルミナ皮膜は優れた孔の直進性と均一な孔分布を持つことから、近年ではろ過などを目的としたメンブレンフィルターとしても実用化されている。

一方で固体表面の濡れ性に関する研究も広く行われている。濡れ性は、表面の材料的な因子や幾何学的形状に強く依存することから、近年の微細加工技術や成膜技術の向上に伴って、表面微細凹凸構造などの制御およびその物性に関する研究が注目されている。しかしながら、表面微細凹凸構造膜の強度が不十分な場合が多く、実用化の妨げになっている。

これらの背景から、申請者らは「ドライ」、「ウェット」の二つの表面改質法を融合させて、図 2 に概要図を示すように、ポーラスアルミナ皮膜を利用してナノレベルで規則的に配列した機械的特性、潤滑性に優れ、撥水性も発現し得る可能性がある高機能化硬質膜の創製方法を考案した。

2. 研究の目的

本研究の目的は、陽極酸化処理により生成した規則配列したポーラスアルミナ皮膜 (以降 P.A. 膜) を硬質膜のスパッタリング時のマスク材として用いて、ナノメートルオーダーで格子状または点状に分布させたナノドット DLC 膜 (nd-DLC 膜) を創製し、その膜の分布や厚さを制御して、優れた潤滑性、耐摩耗性および撥水性などを併有する革新的な高機能化膜を創製することである。

3. 研究の方法

(1) nd-DLC 膜の創製

アルミニウムの陽極酸化皮膜の孔構造を利用して微細な凹凸構造を有する DLC を作製するために、陽極酸化皮膜によるマスク材の作製を行なった。

アルミニウム板上で陽極酸化により作製した P.A. 膜を剥離させて、これをマスク材とした。陽極酸化の電解時間とエッチング処理の時間を調整してマスク材の厚さと、孔径を変化させた。作製したマスク材の走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察結果の一例を図 3 に示す。カーボンをスパッタする供試材には Si 基板を用いた。この Si 基板をアセトンによる超音波洗浄後、図 4 に示す治具に載せ、その上にマスク材を設置し、ネジにて両者を固定した。DLC 膜は UBMS 装置により、ターゲットには C

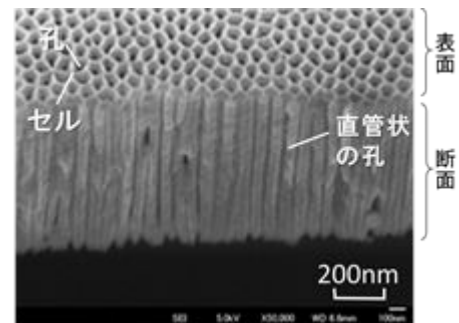


図1 ポーラスアルミナ皮膜の孔構造

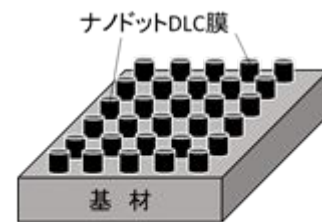
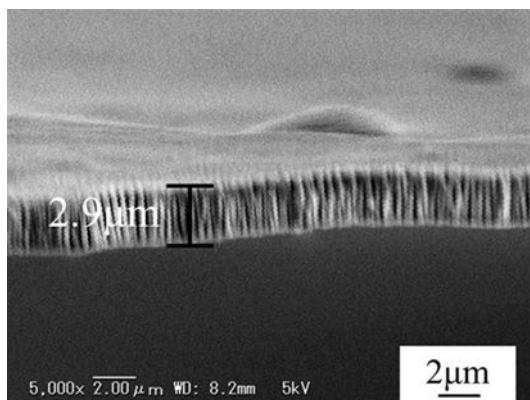
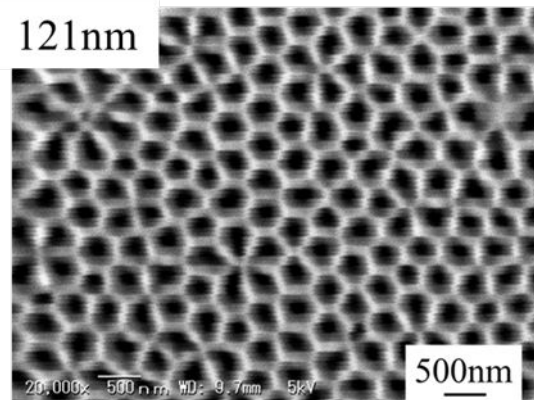


図2 ナノドットDLC膜の模式図



(a)



(b)

図3 マスク材の (a) 断面と (b) 表面の SEM 写真

を用い、CH₄ ガスと Ar ガスの混合気体により成膜した。DLC 膜を成膜後、供試材上に設置したマスク材は溶解除去し DLC のみ残存させた。

4. 研究成果

(1) nd-DLC 膜の創製

図 5 にマスク材を介してカーボンをスパッタした供試材表面の走査型プローブ顕微鏡 (SPM) 像を示す。図 5(a), (b) は孔径の違うマスク材を用いた場合のものである。図 5 より、供試材上には無数の突起が形成されていることが観察され、スパッタされたカーボンがマスク材の孔を貫通して基材まで到達していることが分かった。形成された突起 (以降 nd-DLC) の高さと直径を計測し平均値をまとめたところ、形成される nd-DLC の径は用いるマスク材の孔径に依存することが分かった。一方、nd-DLC の高さについては、孔径が小さいものではほぼ変わらない値となったが、孔径が大きいものでは小さくなった。

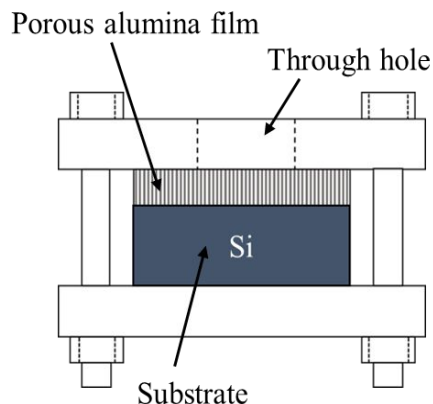
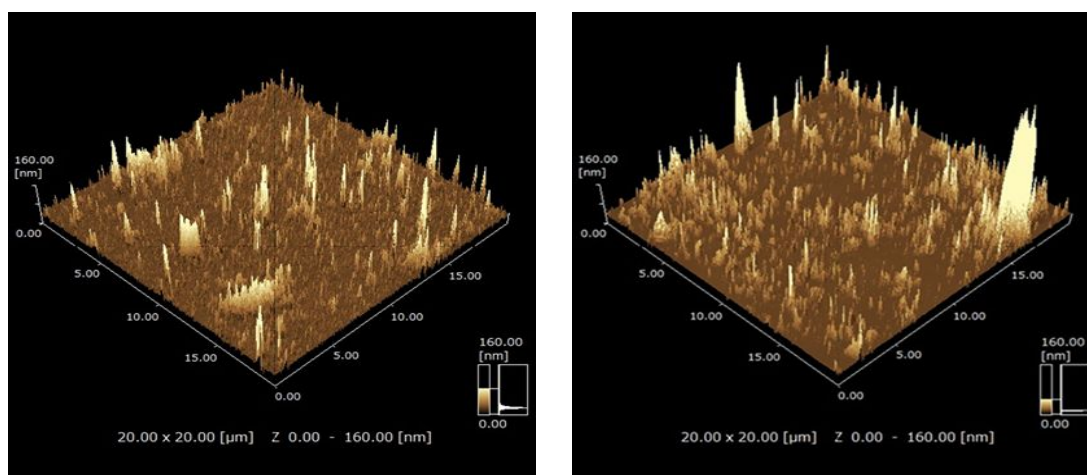


図 4 治具の模式図



(a) マスク材の孔径 50nm

(b) マスク材の孔径 200nm

図 5 マスク材を介してカーボンをスパッタした基材表面の SPM 像

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 0 件)

〔学会発表〕(計 0 件)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

出願年:

国内外の別:

取得状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

取得年:

国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6．研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名：鈴木 秀人
ローマ字氏名：Suzuki Hideto
所属研究機関名：茨城大学
部局名：理工学研究科（工学野）
職名：名誉教授
研究者番号（8桁）：30090369

研究分担者氏名：崎野 純子
ローマ字氏名：Sakino Junko
所属研究機関名：茨城大学
部局名：理工学研究科（工学野）
職名：技術職員
研究者番号（8桁）：40272116

研究分担者氏名：阿相 英孝
ローマ字氏名：Aso Hidetaka
所属研究機関名：工学院大学
部局名：先進工学部
職名：教授
研究者番号（8桁）：80338277

(2)研究協力者

研究協力者氏名：
ローマ字氏名：

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。