

(材料工学科)

(区 分 A)

谷 耕治

校内環境保全活動への取り組み

谷 耕治^{*1}、真鍋昌裕^{*2}、出口幹雄^{*3}、松田雄二^{*4}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*2}新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、^{*3}新居浜工業高等専門学校電子制御工学科、^{*4}新居浜工業高等専門学校機械工学科

平成16年度高専教育講演論文集、pp271-274、(2004.8)

新居浜高専では教職員で組織する環境保全委員会、学生会の環境専門委員会が設置されている。平成15年9月に運営会議で環境美化宣言が承認され、全校で環境美化に取り組むことになった。

平成16年度始業日には学校長から学生に対して、1日2時間の家庭学習、8時30分登校、学生らしい身だしなみ、学業と両立できるアルバイト、学校美化の5項目が訴えられた。

これら一連の活動を通じて学生の学校環境に対する認識・美化への関心の動機づけに徐々に効果が見られた。本報では主としてこれまでに実施された本校環境保全活動並びにアンケートによる学生と教職員の意識調査について報告した。

谷 耕治

新居浜高専における環境保全活動への取り組み

谷 耕治^{*1}、真鍋昌裕^{*2}、出口幹雄^{*3}、松田雄二^{*4}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*2}新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、^{*3}新居浜工業高等専門学校電子制御工学科、^{*4}新居浜工業高等専門学校機械工学科

高専教育、第28号pp649-654、(2005.3)

新居浜高専では学校環境はどうあるべきか議論する中で、校内の防災、安全管理、グリーン購入、紙の有効利用、ゴミの分別、節電、校内全域の美化等に順次努めてきた。

学生の環境意識向上を目的として、環境専門委員会(以下学生委員会と略称)が新設され、運営会議で環境美化宣言が承認され、全校で環境美化に取り組むことになった。

これら一連の活動を通じて学生の学校環境に対する認識・美化への関心の動機づけに徐々に効果が見られた。本報では主としてこれまでに実施された本校環境保全活動並びにアンケートによる学生と教職員の意識調査について報告した。

高橋 知司

Ti-Al-Cr系 固溶体中における相互拡散

高橋知司^{*1}、松田信之^{*1}、久保周二^{*1}、日野孝紀^{*1}、小松正雄^{*2}、久幸晃二^{*2}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*2}広島工業大学工学部

軽金属、第54巻、pp.280-286(2004)

大部分の実用型Ti合金は、V、Mo、Crなどの相(bcc)安定元素に加え、数%程度のAlを、置換型固溶元素の中、唯一の相(hcp)安定元素として含んでいる。本研究では超軽量耐熱材料の開発に関する基礎的資料を得るために、1373~1473 KでのTi-Al-Cr合金における相互拡散実験により、拡散層の組織観察を行うと共に、本3元系合金の相互拡散係数を求めた。得られた結果以下のものである。1473Kでの拡散対T2においては、Matano界面付近でTi-Al-Cr合金のマルテンサイト組織を形成し、合金側の終端組成では残留相を形成し軟化すると考えられる。本系合金におけるCrの拡散距離はAlのそれらに比

べて少し長い。 本3元系合金の直接および間接相互拡散係数は正の値である。

松英 達也

Dependence to Processing Conditions of Structure in TiN Films Deposited by Arc Ion Plating

Tatsuya MATSUE*1, Takao HANABUSA^{1,2} and Yasukazu IKEUCHI*1

*1Niihama National College of Technology, *2Faculty of Engineering, Tokushima university
vacuum · vol.74 · 647 · 2004年.

The relationship between deposition parameters of TiN film deposited by arc ion plating (AIP) and the resulting crystallographic structures is investigated by x-ray diffraction for substrates oriented parallel with and perpendicular to the titanium target. Bias voltage and substrate orientation are varied systematically to determine the effects of such variations on the final structure and surface morphology of the TiN films. The TiN film prepared using a parallel oriented substrate and a bias voltage of 0V is found to exhibit strong {101} preferred orientation, whereas at high bias voltages, the dominant orientation of the film is {111}. For perpendicular oriented substrates, however, the 0V bias voltage TiN film is found to exhibit random orientation. And for a bias voltage of -10V, the TiN film is found to exhibit strong {101} preferred orientation, whereas at high bias voltage, the film exhibits {111} preferred orientation. The ratio of nitrogen, carbon, and oxygen to titanium at the film surface and the interface between the film and substrate is determined by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). Titanium oxides, including TiO₂ and TiO, are observed at the interface between the film and substrate in the TiN film deposited with a bias voltage of 0V for both substrate orientations, however these oxides are not observed in films deposited at a bias voltage of -10V.

松英 達也

Evaluation of internal stresses in TiN thin films by synchrotron radiation

Takao Hanabusa¹, Kazuya Kusaka¹, Tatsuya Matsue², Masayuki Nishida³, Osami Sakata⁴
and Toshiki Sato⁵

¹Faculty of Engineering, Tokushima university, ²Niihama National College of Technology, ³Kobe National College of Technology, ⁴Japans Synchrotron Radiation Research Institute, ⁵Kobe Steel Ltd
vacuum · vol.74 · 571 · 2004年.

Residual stresses in TiN films on a steel substrate were investigated with ordinary in-lab X-ray equipment and a synchrotron radiation device that emits ultra high X-ray. Specimens prepared in this study were TiN films with different thicknesses deposited on a stainless steel substrate by arc-ion plating. The minimum thickness that allows the residual stress measurement was 0.8 mm by in-lab equipment, but it was below 0.1 μm by synchrotron radiation. We found extremely large compressive residual stresses even in a 0.1 μm-thick film; the level of residual stress was almost constant regardless of the film thickness up to 0.8mm.

松英 達也

Evaluation of Internal Stresses in Single-, Double- and Multi-Layered TiN and TiAlN Thin Films by Synchrotron Radiation

Takao Hanabusa¹, Kazuya Kusaka¹, Tatsuya Matsue², Masayuki Nishida³, Osami Sakata⁴
and Toshiki Sato⁵

¹Faculty of Engineering, Tokushima University, ²Niihama National College of Technology, ³Kobe National College of Technology, ⁴Japan Synchrotron Radiation Research Institute, ⁵Kobe Steel Ltd
JSME International Journal (Series A) · vol.47 (NO.3) · 312 · 2004.

TiN and TiAlN films, typically used as hard coating, have received extensive coverage in the literature recently. These films, prepared by physical vapor deposition (PVD) or chemical vapor deposition (CVD), are used for coating cutting tools and in die-casting. For reasons still unclear, a cutting tool coated with a multi-layered film generally lasts several times longer than one coated with a single layer film. A residual stress invariably developed in films is due to differences in atomic spacing, thermal expansion coefficient, and cooling conditions between the film and the substrate. Large residual stress may lead to micro-cracks in the film or cause the film to peel from the substrate. Thus, control of residual stress is crucial for the synthesis of mechanically stable films. In this study, we prepared single-, double- and multi-layer TiN and TiAlN films deposited on high-speed steel (HSS) at various bias voltage by arc-ion plating (AIP). The thickness of the single-layer films is 3 μm. In the double-layer films, the upper layer is a 1.5 μm TiAlN film, while the lower is a 1.5 μm TiN film. In the case of the multi-layer films, 40 alternating layers of TiAlN and TiN are deposited on the HSS substrate. The total thickness of the multi-layer films is 3 μm. The films were deposited at various bias voltages. The residual stress in single-, double- and multi-layered TiN and TiAlN films was measured using the SPring-8 synchrotron radiation facility installed at Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI). In addition, we observed the film surface using SEM and investigated surface roughness of the films. The following results are obtained: (1) as the number of layers increased, the film surfaces became smoother; (2) the average of compressive residual stress in the total layer was reduced by stacking the layers in comparison with single TiAlN layer.

朝日 太郎

Electrical Properties of $(K_2O)_{36.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ (RE = Sm, Gd, Dy, Y, Ho, Er, Yb) Glasses

Susumu NAKAYAMA¹, Taro ASAHI², Yan Lin AUNG¹, Runa OHHARA² and Masatomi SAKAMOTO³

¹Department of Applied Chemistry and Biotechnology Niihama National College of Technology,

²Department of Materials Engineering Niihama National College of Technology and ³Department of Material and Biological Chemistry Faculty of Science Yamagata University

Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol.112, p.238-241, 2004.

Seven kinds of potassium rare earth silicate glasses, $(K_2O)_{36.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ (RE = Sm, Gd, Dy, Ho, Y, Er, Yb), were prepared by melting a mixture of K_2CO_3 , RE_2O_3 and SiO_2 . Density increased with increasing atomic weight of RE. An exothermic peak attributable to crystallization was observed in the range between 720 and 800 °C. Powder X-ray diffraction analysis showed the formation of two distinct phases, $KREO_2$ and K_2SiO_3 , above crystallization temperature. The conductivity of $(K_2O)_{36.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ glass was similar to those of $K_5YSi_4O_{12}$ ceramics with the same composition and $(K_2O)_{36}(SiO_2)_{64}$ glass not containing Y_2O_3 .

(区 分 C)

松英達也

Residual Stress Measurement in Sputtered Copper Thin Films by Synchrotron Radiation and Ordinary x-rays

Mitsuhiko Hataya^{*1}, Takao Hanabusa^{*1}, Kazuya Kusaka^{*1}, Kikuo Tominaga^{*2}, Tatsuya Matsue^{*3} and osami Sakata^{*4}

^{*1}Faculty of Engineering, Tokushima University, ^{*2}of Engineering, Tokushima university, ^{*3}Niihama National College of Technology, ^{*4}Japan Synchrotron Radiation Research Institute

• Proceedings of the 7th International Conference on Residual Stresses • 661 • 2004.

Residual stresses in nano-size copper thin films could be investigated by using synchrotron radiation (SR) because the brightness and parallelism of synchrotron radiation beam are higher than the ordinary characteristic X-rays. The copper thin films were deposited on quartz by dc planer magnetron sputtering under the conditions of two different substrate temperatures. In the case of 743 to 770K, the thicknesses of copper films changed from 15 to 960nm. Crystal orientation and residual stress in the films were measured by using SR and characteristic X-rays as a function of substrate temperature and film thickness, In addition, we observed the film surfaces with a scanning electron microscope (SEM) and atomic force microscope (AFM). The following results were obtained: (1) copper films were formed in three processes; a tiny granular structure, a growing island structure and a uniform film structure, (2) sputtered copper films were 111 1-oriented except for the thinner film below 160nm at the deposition temperature of 713-750 K and below 30nm at 743-770 K, (3) tensile residual stresses were developed in all films, and (4) different residual stress relaxation occurs depending on a film structure.

松英 達也

In-situ thermal stress measurement in nano-sized aluminum and copper films with SOG passivation

Kazuya Kusaka^{*1}, Takao Hanabusa^{*1}, Shoso Shingubara^{*2}, Tatsuya Matsue^{*3} and osami Sakata^{*4}

^{*1}Faculty of Engineering, Tokushima university. ^{*2}Hiroshima university, ^{*3}Niihama National College of Technology, ^{*4}Japan Synchrotron Radiation Research Institute

• AIP Conference Proceedings of Stress-induced Phenomena in Metallization • Vol.741 • p.229, June 2004

In-situ thermal stress in aluminum nanofilms with silicon oxide glass (SOG) passivation was investigated by using synchrotron radiation at the Spring-8. Aluminum films of varying thickness (10,20,50 nm) were deposited on thermally oxidized silicon wafers by RF magnetron sputtering. Each specimen was heated in air over two cycles between room temperature and 300 °C. The following results were obtained: (1) {111} planes of aluminum nanofilm crystals were oriented parallel to the substrate normal; (2) the intensity of 111 diffraction was almost independent of temperature except in the case of the 50-nm-thick film; (3) the FWHM of 111 diffraction was almost independent of temperature at any given film thickness; and (4) for all films, the thermal stress varied linearly with heating temperature, and the hysteresis between the heating and cooling steps disappeared.

朝日 太郎

R_2S - MXO_y 系ガラス($R = Li, Na, K; MxOy = SiO_2, B_2O_3, GeO_2$)の作製とガラス化範囲の決定

朝日太郎¹、中山 享²、三浦嘉也³、山下 浩⁴、前川 尚⁴

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、²新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、³岡山大学環境理工学部環境物質工学科、⁴愛媛大学工学部応用化学科

新居浜工業高等専門学校紀要、第41巻、p.63-68、2005。

硫黄はガラス工学分野において着色剤や清澄剤として広く用いられている。近年環境問題の観点から砒素やアンチモンに変わる清澄剤として、硫黄化合物の役割が見直されつつある。その一方で、清澄剤として用いた硫黄がガラス中に残存した場合、製品の着色や均質性などに影響を及ぼすことが知られており、ガラス中での硫黄の挙動を把握することは工業的にも重要な課題である。しかしながら、それらに関する報告事例はこれまでにほとんど見られない。本実験では、ガラス中で複雑に変化する硫黄の化学結合状態と、硫黄がガラス構造に及ぼす影響について検討した。

朝日 太郎

$(Bi_2O_3)_{1-x}(Dy_2O_3)_x$ ($x = 0.15-0.35$)セラミックスの電気特性

中山 享¹、辻 久己²、塩見正樹²、朝日太郎³、今井眞二⁴

¹新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、²新居浜工業高等専門学校技術室、³新居浜工業高等専門学校材料工学科、⁴シャープタカヤ電子工業株

新居浜工業高等専門学校紀要、第41巻、p.59-62、2005。

5種類のジスプロシウム安定化酸化ビスマスセラミックス、 $(Bi_2O_3)_{1-x}(Dy_2O_3)_x$ ($x = 0.15 - 0.35$)、を Bi_2O_3 と Dy_2O_3 との混合物を900~1100℃で焼成することで作製し、その電気特性について検討した。1000℃で焼成した $(Bi_2O_3)_{1-x}(Dy_2O_3)_x$ のバルク密度は $x = 0.25$ で最高値を示した。そして、その格子定数は x 値が大きくなるに従い直線的に小さくなった。 x 値が一定の場合、700℃での電気伝導率は一定であるが、300℃と500℃では $x = 0.25$ で最高値を示した。

〔区 分 D〕

松英 達也

Behavior of Electromigration Induced Strain in Nano-size Aluminum Interconnect Line

Takao Hanabusa^{*1}, Kazuya Kusaka^{*1}, Shozo Shingubara^{*2}, Osami Sakata^{*3}, Tatusya Matsue^{*4}

^{*1}Faculty of Engineering, Tokushima University, ^{*2}Hiroshima University, ^{*3}Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI), ^{*4}Niihama National College of Technology.

SPRING-8 User Experiment Report NO.12(2003B)・2004年7月。

The width aluminum (Al) interconnect lines in large-scale integration (LSI) has shrunk in recent years with miniaturization and high accumulation of semiconductor devices. Problems associated with electromigration (EM) in the lines are becoming major reliability concerns because of high electrical current applied to such interconnect lines. We investigated the behavior of EM induced strains. As a result, it is considered that a surface diffusion occurs in the unpassivated line but does not occur in the passivated line.

松英 達也

Thermal Stress Behavior of Nano-size Aluminum Thin Film under Heat Cycling

Kazuya Kusaka^{*1}, Takao Hanabusa^{*1}, Shozo Shingubara^{*2}, Tatusya Matsue^{*3}, Osami Sakata^{*4}

¹Faculty of Engineering, Tokushima University, ²Hiroshima University, ³Niihama National College of Technology, ⁴Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI)
Spring-8 User Experiment Report NO.12 (2003B)・2004年7月.

Width of aluminum interconnect lines in LSI have shrunk in recent years with the miniaturization and high accumulation of semiconductor devices. As such, problems associated with electro-migration and stress-migration in the nano-size lines. The purpose of this study is to investigate basic properties in nano-size film. We measured in-situ thermal stress in nano-size aluminum films with silicon dioxide glass (SOG) passivation. As a result, in-situ thermal stresses in nano-size Al films were measured by synchrotron radiation equipment. The thermal stresses in the film showed no hysteresis loop, exhibiting linear relation in the thermal cycle.

【区 分 E】

高橋 知司

Ti-Al-V系固溶体中における相互拡散

高橋知司¹、青野真也¹、久保周二¹、久幸晃二²

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、²豊橋技術科学大学

軽金属学会秋期(第107回)大会(東京工業大学)(2004)

大部分の実用型Ti合金は、V、Mo、Crなどの相(bcc)安定元素に加え、数%程度のAlを、置換型固溶元素の中、唯一の討目(hcp)安定元素として含んでいる。本研究はチタン基多元系拡散における一連の研究のうちの一つであり、1073～1473 KでのTi-Al-V系の相互拡散に関する研究報告である。得られた結果以下のものである。1473 Kでの拡散対K2において、Matano界面付近でTi-Al-V合金のマルテンサイト組織を形成する。本系合金におけるAlの拡散距離はVのそれに比べて少し長い。本3元系合金の直接および間接相互拡散係数は正の値である。本合金中における溶質元素間、AlとV原子には斥力相互作用が存在する。

志賀 信哉

AlまたはCrを添加したMnSi_{1.75}無電材料

大泉托生¹、志賀信哉²

¹新居浜工業高等専門学校生産工学専攻、²新居浜工業高等専門学校材料工学科

日本材料科学会 四国支部 第13回講演大会 平成16年6月19日

環境に無害で安価な熱電材料として期待されているMnSi_{1.75}にアクセプターとしてのAlまたはCrを添加することによる焼結特性、熱電特性の変化を調べた。AlまたはCrの添加量は0～2.0at%とした。純元素粉末をメカニカルアロイング(MA)した後、ホットプレス焼結(HP)することによりMnSi_{1.75}試料を作製した。AlまたはCrを添加することによる焼結特性への影響はほとんどないことが明らかになった。また、熱電特性についてはゼーベック係数は増加したが、同時に比抵抗も増加したために結果として熱電性能の向上は認められなかった。

志賀 信哉

落錘試験及びドリル加工による金属材料の硬さ変化に関する基礎研究

多田和彦¹、志賀信哉²

¹新居浜工業高等専門学校生産工学専攻、²新居浜工業高等専門学校材料工学科

日本材料科学会 四国支部 第13回講演大会 平成16年6月19日

ごく最近、金属材料にドリル加工や落錘などの強加工を施すことにより、加工表面がナノ結晶化する事が明らかになった。しかし、結晶粒サイズがナノ結晶化するまでのメカニズムは十分には解明されていない。そこで、本研究では強加工によるナノ結晶化に関する基礎的知見を得るために各種金属材料(Al、Cu、Fe、Ni、SUS303)に簡単な落錘試験を行い、加工部の硬さ変化を調べた。落錘試験には直径9.5mm、重さ3.55g、材質SUS304の鋼球を用いて、1mの高さから自然落下させた。Al以外の材料で加工表面近傍での硬さ増加がみられたが、得られた硬度から推測してこの落錘条件ではナノ結晶層は形成されないものと思われる。

松英 達也

Residual Stress Measurement in Sputtered Copper Thin Films by Synchrotron Radiation and ordinary x-rays

Mitsuhiko Hataya^{*1}, Takao Hanabusa^{*1}, Kazuya Kusaka^{*1}, Kikuo Tominaga^{*2}, Tatsuya Matsue^{*3} and Osami Sakata^{*4}

^{*1}Faculty of Engineering, Tokushima University, ^{*2}of Engineering, Tokushima University, ^{*3}Niihama National College of Technology, ^{*4}Japan Synchrotron Radiation Research Institute

・The 7th International Conference on Residual Stresses (Xian [China]) ・ June 2004.

Residual stresses in nano-size copper thin films could be investigated by using synchrotron radiation (SR) because the brightness and parallelism of synchrotron. On radiation beam are higher than the ordinary characteristic X-rays. The copper thin films were deposited on quartz by dc planer magnetron sputtering under the conditions of two different substrate temperatures. In the case of 743 to 770K, the thicknesses of copper films changed from 15 to 960nm. Crystal orientation and residual stress in the films were measured by using SR and characteristic X-rays as a function of substrate temperature and film thickness. In addition, we observed the film surfaces with a scanning electron microscope (SEM) and atomic force microscope (AFM). The following results were obtained: (1) copper films were formed in three processes; a tiny granular structure, a growing island structure and a uniform film structure, (2) sputtered copper films were {111}-oriented except for the thinner film below 160nm at the deposition temperature of 713-750 K and below 30nm at 743-770 K, (3) tensile residual stresses were developed in all films, and (4) different residual stress relaxation occurs depending on a film structure.

松英 達也

In-situ thermal stress measurement in nano-sized aluminum and copper films with SOG passivation

Kazuya Kusaka^{*1}, Takao Hanabusa^{*1}, Shoso Shingubara^{*2}, Tatsuya Matsue^{*3} and osami Sakata^{*4}

^{*1}Faculty of Engineering, Tokushima university, ^{*2}Hiroshima University, ^{*3}Niihama National College of Technology, ^{*4}Japan Synchrotron Radiation Research Institute

Seventh international workshop on stress-induced phenomena in metallization (Austin ([USA]) , June 2004

In-situ thermal stress in aluminum nanofilms with silicon oxide glass (SOG) passivation was Investigated by using synchrotron radiation at the Spring-8. Alminum films of varying thichness (10,20,50 nm) were deposited on thermally oxidized silicon wafers by RF magnetron

sputtering. Each specimen was heated in air over two cycles between room temperature and 300 . The following results were obtained: (1) {111} planes of aluminum nanofilm crystals were oriented parallel to the substrate normal; (2) the intensity of 111 diffraction was almost independent of temperature except in the case of the 50-nm-thick film; (3) the FWHM of 111 diffraction was almost independent of temperature at any given film thickness; and (4) for a11 films, the thermal stress varied linearly with heating temperature, and the hysteresis between the heating and cooling steps disappeared.

松英 達也

×線回折によるCu薄膜の残留応力測定

松英達也¹、英 崇夫²、池内保一¹

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、²徳島大学工学部

第53期 [1本材料学会総会および学術講演会・2004年5月。]

本研究では、アーク・イオンプレーティング (AIP) およびプラズマコーティング法によって成膜されたTiN、CuおよびSiO₂薄膜による二層膜および三層膜を形成し、熱処理にともなう各薄膜の配向特性ならびに残留応力値を×線回折を用いて検討した。その結果、プラズマコーティング法およびAIP法により形成されたCu薄膜およびTiN薄膜はともに [111] 軸の結晶配向性を示し、下層の膜厚が大きい強いほど上層の結晶成長は促進された。また、Cu/TiN二層膜のCu薄膜には約180~240MPa、SiO₂/Cu/TiN三層膜のCu薄膜には約210~260MPaの引張応力値が存在しており、下層TiN薄膜の膜厚増加にともない引張応力値は増加する傾向があることが明らかとなった。

松英 達也

AIP法によるTiN皮膜の形成に関する成膜条件の検討

松英達也¹、石川和章²、池内保一¹

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、²新居浜工業高等専門学校専攻科

第13回日本材料科学会四国支部講演大会・2004年6月。

本研究では、表面改質材のさらなる性能改善を目的にイオン窒化法により窒化処理を施したステンレス鋼基板の表面にPVD法の一つであるアーク・イオンプレーティング(以下、AIPと称す)法を用いてTiN皮膜を形成させ、改質層の結晶状態、硬さおよび耐摩耗から最適な成膜条件を検討した。その結果、表面窒化処理材をAIPのターゲットに対して対向設置した場合、すべてのバイアス電圧において剥離が生じたが、垂直設置した場合は、バイアス電圧0Vのみ剥離のない皮膜形成が可能であり、積層化することで上層に高バイアスでの皮膜形成が可能であることがわかった。また、TiN皮膜の硬さは、積層化することで20%程度増加することがわかった。

松英 達也

熱処理によるSiO₂/Cu/TiN積層膜の残留応力変化

松英達也¹、美 崇夫²、池内保一¹、日下一也²、坂田修身³

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、²徳島大学工学部、³財団法人高輝度光科学研究センター

第39回×線材料強度に関するシンポジウム・2004年9月。

本研究では、アーク・イオンプレーティング (AIP) およびプラズマ・コーティング (PC) 法によってTiN、CuおよびSiO₂薄膜による二層膜および三層膜を形成し、熱処理による各層の残留応力変化について検討した。また、放射光を利用することでCu層の膜厚変化における残留応力値への影響を検討した。その結果、プラズマコーティング法およびアーク・イオンプレーティング法によりガラス基板上に形成さ

れたCu薄膜およびTiN薄膜はともに [111] 軸の結晶配向性を示し、下層の膜厚が大きいほど上層の結晶成長は促進されることがわかった。また、熱処理によりSiO₂/Cu/TiN₃層膜におけるTiN層の残留応力値は処理温度に依存して増加し、膜厚が1.0 μmときは約250から600MPa、膜厚が0.1 μmのときは約570から930MPaの引張となることがわかった。さらに、熱処理においてCu単層膜およびCu/TiN 2 層膜の表面にはhi rocksが、SiO₂/Cu/TiN₃層膜の表面はドーム上の膨らみが確認できた。

松英 達也

窒化チタン薄膜の残留応力および表面特性

高井秀哲¹、美 崇夫²、日下一也²、新宮原正三³、野田和宏¹、松美達也⁴、坂田修身⁵

¹徳島大学大学院、²徳島大学工学部、³広島大学工学部、⁴新居浜工業高等専門学校材料工学科、⁵財団法人高輝度光科学研究センター

第39回X線材料強度に関するシンポジウム・2004年9月.

本研究ではアーカイオンプレーティング (AIP) 法およびスパッタリング法を用いて低炭素鋼およびシリコンウェハ基板上にTiN皮膜を形成し、皮膜の表面あらさ、表面形態の観察、状態および残留応力の測定を行い、皮膜の表面形態と機械的特性との関係について検討した。その結果、AIP法により形成された皮膜はアイランド型に点在した結晶が膜の成長に従って結合し成長していく様子を原子間力顕微鏡 (AFM) により詳細にとらえることができた。また、皮膜中の残留応力は試料表面をAIP装置内のターゲットに対して対向に設置する方が垂直に設置する場合よりも15%程度大きな圧縮残留応力となることを明らかにした。一方、スパッタリング法によるTiN皮膜はAIP法の約30%程度の圧縮残留応力となっていた。

松英 達也

放射光を用いたナノサイズアルミニウム薄膜の熱応力その場測定

英 崇夫¹、日下一也¹、新宮原正三²、野田和宏³、松英達也⁴、坂田修身⁵

¹徳島大学工学部、²広島大学工学部、³徳島大学大学院、⁴新居浜工業高等専門学校材料工学科、⁵財団法人高輝度光科学研究センター

第39回X線材料強度に関するシンポジウム・2004年9月.

Width of aluminum interconnect; lines in LSI have shrunk in recent years with the miniaturization and high accumulation of semiconductor devices. As such, problems associated with electro-migration and stress-migration in the nano-size lines. The purpose of this study is to investigate basic properties in nano-size film. We measured in-situ thermal stress in nano-size aluminum films with silicon oxide glass (SOG) passivation. As a result, in-situ thermal stresses in nano-size Al films were measured by synchrotron radiation equipment. The thermal stresses in the film showed no hysteresis loop, exhibiting linear relation in the thermal cycle.

松英 達也

極細Al配線のエレクトロマイグレーション誘起ひずみの測定

野田和宏¹、旗谷充彦¹、英 崇夫²、日下一也¹、大島浩二³、石田友幸³、新宮原正三⁴、松英達也⁵、坂田修身⁶

¹徳島大学大学院、²徳島大学工学部、³広島大学大学院、⁴広島大学工学部、⁵新居浜工業高等専門学校材料工学科、⁶財団法人高輝度光科学研究センター

第39回X線材料強度に関するシンポジウム・2004年9月.

The width aluminum (Al) interconnect lines in large-scale integration (LSI) has shrunk in recent years with miniaturization and high accumulation of semiconductor devices. Problems associated

with electromigration (EM) in the lines are becoming major reliability concerns because of high electrical current applied to such interconnect lines. We investigated the behavior of EM induced strains. As a result, it is considered that a surface diffusion occurs in the unpassivated line but does not occur in the passivated line.

朝日 太郎

Preparation of R₂O-RE₂O₃-SiO₂ System Glasses (R=Alkali, RE=Rare-earth) and Their Electrical Properties

T.ASAHI^{*1}, S.NAKAYAMA^{*2}

^{*1}Department of Materials Engineering, Niihama National College of Technology, ^{*2}Department of Applied Chemistry and Biotechnology, Niihama National College of Technology

XX International Congress on Glass 2003.9.27-10.1 (Kyoto, JAPAN)

Alkali rare-earth silicate glasses, $(R_2O)_{35.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ (RE=Sm, Gd, Dy, Ho, Y, Er and Yb), were prepared by melting a mixture of R_2CO_3 (R=Li, Na, K), RE_2O_3 and SiO_2 under the composition ratio of each component ($R_5RESi_4O_{12}$). The sample glasses were colored depending on rare-earth elements and the density was linearly increased with increasing the atomic weight of rare-earth elements. In lithium system, the powder x-ray diffraction analysis indicated that Li_2SiO_3 , $(Li_2SiO_3+RE_2Si_2O_7+RE_2SiO_5)$ and $(Li_2SiO_3+RE_2Si_2O_7)$ formed around 650-700, 750-800 and 840-880, respectively. The conductivity of $(Li_2O)_{35.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ glass was about 2.5 orders higher than that of $Li_5YSi_4O_{12}$ ceramic which consists of Li_2SiO_3 and $Y_2Si_2O_7$ phases, whereas the conductivity of the $(Na_2O)_{35.7}(RE_2O_3)_{7.2}(SiO_2)_{57.1}$ glass is about two orders lower than that of $Na_5YSi_4O_{12}$ ceramics.

朝日 太郎

全固体型pH電極の開発

三木江一都^{*1}、朝日太郎^{*2}、中山 享^{*3}、桑田茂樹^{*3}

^{*1}新居浜工業高等専門学校生産工学専攻、^{*2}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*3}新居浜工業高等専門学校生物応用化学科

第n回ヤングセラミスト・ミーティングin中四国 2004.11 (岡山)

固体感応電極と固体対極からなる全固体型pH電極を作製し、その応答特性について検討した。その結果、本セル(起電力)は通常ガラス電極では測定できない高温(80)においてもpHの測定が可能であることがわかった。また、被測定溶液のpHが3~10の範囲であれば、起電力の再現性も非常に良いことがわかった。

朝日 太郎

希土類ケイ酸塩ガラスを用いた全固体型pH感応電極の応答特性

三木江一都^{*1}、桑田茂樹^{*2}、中山 享^{*2}、朝日太郎^{*3}、曾我部 望^{*2}

^{*1}新居浜工業高等専門学校生産工学専攻、^{*2}新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、^{*3}新居浜工業高等専門学校材料工学科

第10回高専シンポジウム 2005.1 (鶴岡)

希土類ケイ酸塩ガラスを用いた電極を作製し、pHに対する応答特性について検討した。特に、ガラス($Li_xSi_4O_{9.5+x/2}$)中のLi含量の影響について調べた。その結果、xが4~5の場合、pHに対する応答感度が非常に高く、また、その応答特性(速度、再現性)も良好であることがわかった。

朝日 太郎

【依頼講演】分光法による酸化物ガラス中の硫黄の状態分析

朝日太郎¹

¹新居浜工業高等専門学校材料工学科

日本化学会中国四国支部 愛媛地区講演会 2005.2.16 (松山)

ガラス製造時に、硫化物や硫酸塩などの硫黄化合物を清澄剤として原料化合物に加えた場合、これらが不純物として混入した鉄分やその他の金属との結合で着色する事が古くから経験的に知られているが、このような不純物による着色現象は、高純度と均質性が要求される光学ガラス系など機能性ガラスの製造プロセスにおいては、製品の品質管理上大きな問題となる。そのためガラス融液中での硫黄の酸化還元挙動やガラス中での残存状態を把握することは、工業的な側面からも重要なことと考えられる。

本研究では、酸化物ガラス中での硫黄を追跡するためのモデル系として、系内に硫黄を多量に含有することのできるオキシスルフィド系ガラスを選択し、硫黄がガラス中でどのような状態で存在しているか、また、硫黄がガラス構造に及ぼす影響と着色との相関性について検討することを目的として実験を行った。

朝日 太郎

Na₂O-RE₂O₃-GeO₂(RE:希土類)系ガラスの作製と電気特性評価

朝日太郎¹, 中山 享²

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科, *²新居浜工業高等専門学校生物応用化学科

[]本セラミックス協会2005年年会 2005.3.22-24(岡山)

出発組成が5Na₂O・RE₂O₃・8GeO₂(RE = La, Pr, Nd, Sm, gd, dy, Y, Ho, Er, Yb)から成るガラス試料を作成し、試料の熱的性質及び含有する希土類元素のイオン半径とナトリウムイオン導電性についての検討を行った。作製した試料は含有する希土類イオンに起因した着色が観測され、密度も含有する希土類元素と共に増大した。試料のガラス転移温度は430 付近でほぼ一定であったが、結晶化開始温度は含有する希土類元素のイオン半径と共に変化した。試料の導伝率をSiO₂系と比較して、GeO₂の添加効果について検証した。