

3 技術支援開発

令和3年度産学共同研究開発支援事業の成果報告

令和3年度の産学共同研究開発支援事業で助成決定しました5社のうち本号では、株式会社愛新鉄工所（新居浜市）、四国ケージ株式会社（四国中央市）の成果を報告いたします。

【株式会社愛新鉄工所の研究開発成果】

研究開発テーマ名	極薄膜酸化ハフニウムコーティング銅の開発
実施期間	令和3年9月～令和4年8月
企業名	株式会社愛新鉄工所
共同研究機関	早稲田大学 先進理工学研究科 水野潤 教授
研究開発概要	ALD (Atomic Layer Deposition)法を用い、極薄膜酸化ハフニウム膜を銅表面へ成膜し、銅ナノ粒子や銅基板の酸化、硫化、帯電などの化学的・物理的反応を防止した高機能銅製品の開発を行う。
研究開発成果	<p>ALD (Atomic Layer Deposition)法を用い、極薄膜酸化ハフニウム膜を銅表面へ成膜し、二酸化硫黄ガス腐食試験を行い、二酸化硫黄に対する酸化ハフニウム膜の耐性を調べた。二酸化硫黄ガス腐食試験はDIN 50018によるガス腐食試験規格に則り実行した。</p> <p>その結果を以下に示す。</p> <p>図3は二酸化硫黄ガス浮力試験において7サイクル後の酸化ハフニウム表面のSEM写真である。図3左にあるサンプル基板の下部は二酸化硫黄と水蒸気により浸漬され、硫化銅が生成されている為、上部のみの観察を行っている。表面はひび割れた層のような形状となり、拡大すると脱落する箇所が多少みられる。</p> <p>硫化ハフニウムは菱面体晶型の層状結晶構造を持ち、各層はハフニウムの層の両面を八面体配位の硫黄で挟んだ格好になり、ハフニウムと硫黄の結合が強固であるのに対し、層と層を繋ぐ硫黄同士の結合は弱いため、二酸化硫黄のガス試験により硫化化合物が生成され、表面が剥離した。</p> <p>図4はハフニウム膜脱落部のEDXマッピング画像を示している。膜の脱落部はマッピング画像でも硫黄やハフニウムを検出せず、表面の銅をより多く検出している。このことから、ハフニウムによる硫黄のシールド効果はある程度は見込まれるものと考えられる。</p> <p>長時間の暴露は硫化化合物を生成し、表面が硫黄化合物膜により脱落するため、半永久的に保護することはできないが、腐食ガス試験を行い、膜下の銅での硫化物を検出していないため、40nmでの極薄膜酸化ハフニウム膜での耐久力の高さを示すことができる。</p>



図1 二酸化硫黄ガス腐食試験機(バッチ式)の外観写真

表1 DIN 50018, DIN EN ISO 6988 の試験条件

サイクル内訳	SO ₂ 濃度 ¹⁾	湿度	温度	時間
2 L法	6667 ppm			
Phase 1	1 L法	3333 ppm	40 °C	約100 %
	0.2 L法	667 ppm		8時間
Phase 2	—	—	周囲の空気環境	16時間

¹⁾容積 300 L に対して一定ガス量(2 L, 1 L, 0.2 L)を入れた場合の SO₂ 濃度計算値

Phase 1→Phase 2 の合計 24 時間を1サイクルとする。

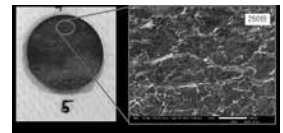
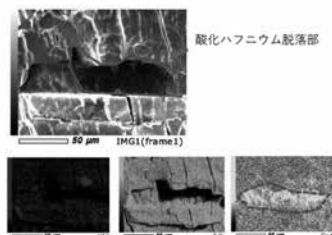


図3 極薄膜酸化ハフニウム膜→SO₂バッチ試験後表面

図4 ハフニウム脱落部のEDXマッピング結果(1000倍)
(左)ハフニウム (中)硫黄 (右)銅



【本研究内容に関する問合せ先】

愛媛県新居浜市清水町12番50号

株式会社愛新鉄工所

(URL: <https://www.aishin-web.jp/>)

担当:片座寛

TEL:0897-33-7070

E-mail:aishin@aishin-web.jp