

# 博 士 学 位 論 文

内 容 の 要 旨

および

審 査 結 果 の 要 旨

## 第 1 編

平成12年度

高 知 工 科 大 学

## は し が き

本編は、学位規則（昭和28年4月1日文部省令第9号）第8条による公表を目的として、平成12年度内に本学において博士の学位を授与した者の、論文内容の要旨および論文審査の結果の要旨を収録したものである。

学位記番号に付した甲は、学位規則第4条第1項（いわゆる課程博士）によるものであることを示す。

（平成13年6月 発行）

< 目 次 >

甲第 1 号	本川 高男	混相流噴流の金属表面加工および身体洗淨への応用 Application of Multi-phase Flow Jet for Surface-processing of Metal and Human-body Cleaning . . . . .	1
甲第 2 号	住友 卓	ダイヤモンド薄膜の気相合成とその光源への応用 Fabrication of Diamond Thin Film and its Application for Light Emitting Devices . . . . .	5

氏名(本籍)	ほんがわ たかお 本川 高男 (高知県)
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	甲第1号
学位授与日	平成13年3月21日
学位授与の要件	学位規則第4条1項該当
研究科・専攻名	工学研究科 基盤工学専攻
学位論文題目	混相流噴流の金属表面加工および身体洗浄への応用 Application of Multi-phase Flow Jet for Surface-processing of Metal and Human-body Cleaning
論文審査委員	(主査) 高知工科大学 教授 横川 明 高知工科大学 教授 坂輪 光弘 高知工科大学 教授 井上 喜雄 高知工科大学 教授 藤澤 伸光 高知工科大学 教授 長尾 高明

## 内容の要旨

### 1. 目的

水または空気などの噴流を利用する技術は多方面で応用され実用されている。著者は空気または水噴流に粉粒体を混入させることによって物体の加工、人体の洗浄などを効率的に行う方法について研究開発を行った。

まず、銀口 - で接合した機械部品の余分な銀口 - 除去の自動化、およびコンクリ - トブロック製作用金型の、離型した金型に付着したセメント除去の自動化の開発に絡んだ研究を実施した。その方法として、水噴流に研磨材を混入させた、アプレシブウォ - タ - ジェットを採用する事とした。しかしながら、従来のアプレシブウォ - タ - ジェットは切断を目的として開発されており、しかも研磨材によるアプレシブノズルの摩耗の問題がある。そのため、研磨材による摩耗が無く、金属の表面加工用に適したノズル(4孔合流ノズル)の開発を目的として、加工基礎実験から実用化のための応用実験とその結果に対する考察まで行った。

次に、少子高齢化社会を向かえて、介護施設の現場から要望の強い入浴の自動化装置の開発に絡んだ研究を実施した。従来は人体自動洗浄装置と呼ばれるものとして、回転ブラシによる方法、シャワ - 法、ジェットバブルによる方法などが考案されているが、洗浄むらや洗浄力不足などの問題があり、ほとんど実用されていない。本研究では、暖かい空気噴流に弾力性のある比較的大きな粒体を混入させ、これを温風と共に身体に吹き付け、粒体の衝撃作用や摩擦作用により洗浄を行う方式(粒子噴流化方式)を採用した。これにより、大幅な労力の低減化と共に、洗浄力の強化、節水ができる事を確認した。本方式による、洗浄力評価、洗浄率と噴流中の粒子分布との関係、広範囲で均一な洗浄を行う方法等について実用化のための各種基礎的実験とその結果に対する解析を行った。以上の事について第1章緒論で述べた。

### 2. 水噴流の応用

著者は、内管を有する環状ノズルからの噴流に内管より空気と共に研磨材を混入させると、均一に混合され、しかも、材料の加工に有利な高周波成分を持つ噴流になる事に着目し研究を行った。しかし、

環状ノズルを用いればノズル断面はリング状であるため断面積が大きく、高圧水を発生させるには大容量のポンプが必要となる。さらに、加工対象の一つは加工幅数mm、もう一つは広範囲な加工が要求されるため、環状ノズルの利用は得策でないと判断した。そのため、環状ノズルのノズル摩耗が無い特徴を有しながら、小流量のポンプで加工可能なノズルとして、4個の単一ノズルを円周状に配置し、そこからの噴流を中心軸上の一点で合流させ、一つの噴流にして利用する事にした(4孔合流ノズル)。合流点直上に研磨材を供給する事で、研磨材によるノズル摩耗が無く、噴流中に均一に混入させる事ができると判断した経緯を述べた。

第2章においては、高圧用のノズル製作に当たり、加工量および表面粗さに与える、合流角度、ノズルから合流点までの距離、スタンドオフ距離、研磨材の粒径、供給量などの関係を実験を行って求めた。そして、合流角度は鋭角な程、合流点までの距離は短い程、加工量は多く、表面粗さへの影響は無い事から高圧用ノズルは合流角度30°、合流点までの距離70mmとして製作するのが最適である事を見出した。

第3章では低圧ポンプによる合流噴流を用いて、噴流の総圧分布、空気の混合割合など噴流構造を実験を行って調べた。合流噴流は空気を巻き込みながら流れており、下流ほど空気の割合が多くなり、流速が低下する噴流である事がわかった。また、アプレシブジェットとして利用するために、鋼球の加速特性の実験結果と数値計算結果との比較を行い、実験結果と数値計算の結果とが良く一致している事を示した。さらに、直径5~20 $\mu$ mの研磨材の加速特性の計算を行い、合流してから数mmで水速度まで加速されるので、合流点直下付近で加工量が大きく、切断や溝加工などに有利である事を予測した。

第4章では、150MPaの高圧ポンプで、ウォ-タ-ジェットおよび、アプレシブウォ-タ-ジェットによる金属材料の加工特性を実験を行って調べた。合流点から数mmで加工量は大きく、それより下流では加工量に及ぼす距離の影響が少なくなる事、また、アプレシブウォ-タ-ジェットでは、合流点より8mm位置では、被加工材に硬度差があっても、加工量は一定になる事を見出した。これらより、合流点から数mmでは切断や溝加工など、加工量の多い加工に、それより下流では表面加工に適した噴流である事を実験から確認した。そして、銀口-除去やセメント除去を想定して、鉄板の酸化スケ-ル除去の実験から、加工能率に及ぼす、移動速度、スタンドオフ距離、研磨材粒径の影響を調べた。また、通常使用されている切断用アプレシブノズルを用いて、流量、研磨材供給量を同一にした場合、4孔合流ノズルの方が、加工能率において表面加工に適している事を示した。

### 3. 空気噴流の応用

粒体を空気噴流によって浴槽底部から噴出させ、人体に当てる事によって洗浄する人体洗浄方法に関する文献、資料は見られない。この方法を用いて効果がある事が分かれば、人体洗浄工程を自動化する事ができるだけでなく入浴システム全体の自動化が可能になる。開発イメージの入浴手順として、入浴者は専用の車椅子に座り浴槽に移動する。首から下をカバ-で覆う。界面活性剤と温シャワ-で体を濡らす。粒体洗浄を行う。温シャワ-で洗い流す。カバ-を開けて浴槽から出る事を想定している。その中心技術である粒体洗浄では、ノズルはスリット状の二次元ノズルとし、入浴者の椅子の下に配置して、粒体を吹き上げて洗浄を行う事とした。

第5章では浴槽を想定した実験模型を用いて、二次元空気噴流の流速分布測定から、過去の噴流特性に関する研究結果と比較して噴流構造を把握した。ノズル出口速度30m/s(レイノルズ数:19400)一定とし、直径6mmのポリスチレン球を質量流量比(粒体質量流量/空気質量流量)1.33で空気により噴流化した。そして、バタ-を人の脂肪と見立て、ポリウレタンフィルムにこれを薄く塗布したものを洗浄試料として、5分間洗浄を行った。その結果、洗浄率は粒体の噴流中での分布と相関がある事がわかり、粒体分布密度の高い場所では洗浄率80%を得た。このことから十分な洗浄能力があることを確認した。

第6章ではノズルの両側に、傾斜面を設けて、粒体使用量を1/10に減らした(質量流量比1.34)。ま

た、洗浄率は吹き上げられる粒体の速度、分布密度などの影響を受ける事から、粒体の噴流中での軌跡を数値計算で求めて実験結果と比較した。実験では、傾斜面上の各位置から粒体を一個ずつ転がしノズルから吹き出す空気噴流中へ入れて、この粒体を高速度ビデオカメラで撮影した画像から粒体の速度と軌跡を調べた。また、この粒体の速度と軌跡について数値計算を行った。数値計算では、洗浄装置が二次元モデルで置き換え得るとし、粒体同士の衝突を考慮せず、粒体によって風速分布が乱されない条件で、粒体の運動方程式を作り、これをルンゲクッタ法で解き、粒体の挙動を求めた。その結果数値計算値が実験結果とおおむね合う事を確認した。次に、洗浄実験を行ったノズル出口から高さ方向に $Y=200\text{mm}$ の位置に水平に設置した洗浄用試料の幅 $24\text{mm}$ に当たる粒体の数、速度、角度を数値計算から求めた。そして、別の実験から求めた洗浄率と衝突速度及び洗浄率と衝突角度の関係をj用いて、ノズル中心からノズルの幅方向にとったX軸上の洗浄用試料を設置した位置による洗浄率を求めた。その結果、数値計算が実験結果と定性的に一致し、粒体の数値計算が有効である事がわかった。これにより、本開発に係するノズル幅、空気速度、粒体の直径、比重等が変化しても、粒体の分布および洗浄率の予測を実用上十分な精度で行い得る事が明らかになった。

第7章では、粒体の密度差に起因する洗浄ムラを解消するために、二次元噴流を揺動させて洗浄実験を行った。その結果、固定した噴流と比べて、均一でかつ広範囲な洗浄が可能である事がわかった。揺動の方法は、二次元ノズルとは別に、ノズルの両側に制御用ノズル(小型の角形ノズル)を設けて、コアンダ効果で壁面噴流となった二次元噴流を噴流同士が引き合う性質を利用して揺動させた。この実験結果は解析ソフトによる揺動のシミュレーション解析の結果と比較的良く一致する事を確認した。制御噴流を流してから約 $0.9$ 秒で二次元噴流が揺動するという結果が得られ、揺動の振動数を $0.2\text{Hz}$ とするのが最適である事が明らかになった。

第8章では、人間を洗浄対象とする場合には、粒体に弾力性を持たせるのが得策と考えられる。そこで、エチレンとスチレンの共重合体に、比重調整のため、人体に無害な石英パウダを混ぜ、発泡させて製造したゲル粒子(スポンジ状の粒体)を用いて、ポリスチレン球との洗浄率の比較実験を行った。その結果、ゲル粒子の方が、洗浄率は約 $25\%$ 良いという結果が得られた。これにより、ゲル粒子を用いれば、人体洗浄では粒体の衝撃による痛みを感じる事なく、しかも優れた洗浄効果が得られる事がわかった。

第9章では、試作した入浴装置を用いて、人間を対象とした洗浄効果実験、保温効果実験及び官能評価実験などを行い、製品化に向けて、多数の貴重な応用データを得た事を述べた。

#### 4. まとめ

本論文では、水噴流と空気噴流を応用して、材料加工及び人体洗浄の自動化技術の開発に取り組んできた結果について述べた。水噴流については、十分実用に供し得る技術が確立出来たと考えているが、現在はまだ企業の生産現場での利用までには至っていない。

今後は環境を考慮したノズルの開発を通じて、銀口-除去やコンクリ-ト金型への実用化の検討を継続して実施して行きたい。空気噴流については、所期の研究開発をほぼ終了したので、現在実用機を高知県内の老人ホームに設置し実際に使用して頂いて、介護現場の意見を聞くための実証実験装置を製作中である。この実証実験による実際的なノウハウの蓄積と、各種機能を持たせた低コストの粒体の更なる開発とを合わせて、高齢者介護分野のみならずエステ分野へ向けての商品化を早急に行うよう予定している。

なお、本研究を進めるに当たっては、中小企業総合事業団からの研究開発委託金及び高知県からの研究補助金を得て、高知県の産学官の共同研究として実施した。

## 審査結果の要旨

### 1. 論文の評価

本論文は空気噴流または水噴流に粉粒体を混入させることによって、金属の表面加工、人体の洗浄などを効果的に行う方法について実施した研究開発の成果を纏めたものである。

金属の表面加工については、高圧水噴流に研磨材を混入したものをノズルから噴出する従来の方法では、ノズル表面の摩耗が著しく大きいために余り実用的では無かった。そこで著者は、ノズル出口直後で研磨材を空気流と共に吹き込み、固気液三相流の長所をフルに活用して、ノズルの摩耗が生じないばかりか、効率的に高精度で金属の表面を加工する方法を考案し、実験と解析の両面から研究を行って、新しい加工技術を確立した。金属の表面加工研究の成果については、関係学会論文集に3編掲載されている。また、本研究の技術を銀口 - 除去、コンクリート表面加工などへ応用することも試みられている。

人体の洗浄については、浴槽底部から空気噴流を高速で吹き上げ、これに比較的大きい直径の粒体を乗せて人体に当て、粒体と肌との摩擦・衝突作用で、人体を自動的に洗浄する方法について研究したものである。このような方法で人体を洗浄する研究は従来は行われていないが、本研究によって人体の洗浄が所期の目標通り十分可能であり、そのうえ人体の温熱効果、マッサージ効果も十分にあることが明らかになった。著者は、洗浄実験のみならず、空気流と粒体の挙動解析を行って、これらと洗浄効果との関係や浴槽の大きさ、形状設計の指針を明確に示している。このような著者の業績は他に類を見ない独創的なもので、関係諸学会で高く評価されているのみならず、本研究開発の装置の実用化が現在産官学の共同研究として進められ、既の実証試験に入っている。

粒体による身体洗浄の研究成果については、関係学会論文集に3編掲載されており、投稿中1件がある。出願中の特許は3件である。また、本研究開発の装置が斬新なアイデアによる新しい福祉・介護装置であり、これを用いれば入浴システムの全自動化が可能になると言うことから、NHKをはじめ民放各社からテレビ放映、ラジオ放送され、読売新聞、日本経済新聞、日刊工業新聞、高知新聞などでも紹介されている。福祉・介護関係の講演会や発表会での発表・講演の依頼も数多くある。また、本研究の技術は人体以外の種々の物体の洗浄にも十分応用可能である。

以上のことを考慮すれば、本論文は工学博士論文として十分に値するものと考えられる。

### 2. 審査の経緯と結果

(1) 平成 13 年 1 月 11 日 (木)

知能機械コース会議で早期修了の予備審査開催。学位論文の受理を仮決定。

(2) 平成 13 年 1 月 29 日 (月)

大学運営委員会で学位論文の受理を決定し、上記の 5 名がその審査委員として指名された。

(3) 平成 13 年 1 月 31 日 (水)

論文審査委員会で予備試験の開催。

(4) 平成 13 年 2 月 7 日 (水)

公開論文発表会の開催。論文審査委員会の開催。最終試験の実施。

知能機械コース会議で学位論文審査、最終試験の報告。

(5) 平成 13 年 3 月 5 日 (月)

教授会で学位授与を可とした。

氏名(本籍)	すみとも たく 住友 卓 (徳島県)
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	甲第2号
学位授与日	平成13年3月21日
学位授与の要件	学位規則第4条1項該当
研究科・専攻名	工学研究科 基盤工学専攻
学位論文題目	ダイヤモンド薄膜の気相合成とその光源への応用 Fabrication of Diamond Thin Film and its Application for Light Emitting Devices
論文審査委員	(主査) 高知工科大学 教授 平木 昭夫 高知工科大学 教授 原 央 高知工科大学 教授 谷脇 雅文 高知工科大学 教授 加納 剛太 高知工科大学 助教授 八田 章光 徳島大学 教授 新谷 義廣

## 内容の要旨

### 第1章 序論

ダイヤモンドは優れた物性を有することから次世代の電子材料として着目されている。バンドギャップは 5.5eV と広く、ワイドバンドギャップ材料のひとつとして高温動作可能であり、またキャリア移動度もシリコンよりも優れた値も報告されるなど、優れた電子材料である。しかしながら未だに実用化ならず研究段階である理由がいくつかある。

ひとつは高品質なダイヤモンド単結晶基板が得られていないことである。実用化を目指すにはホモエピタキシャル成長よりもヘテロエピタキシャル成長が有望であるが、高品質なヘテロエピタキシャル成長は成功していない。ダイヤモンド気相合成は一般に材料ガスである炭化水素ガスを高濃度水素ガス希釈(還元雰囲気)のもとで行われるため、基板に酸化物基板が使用できない制約がある。そこで第2章に示す、酸化雰囲気での成長を試みた。

もうひとつはダイヤモンド気相合成の高コストである。一般的な気相合成方法であるマイクロ波CVD法ではガス圧力約 5kPa で実施される。このガス圧力に制限される一因は、ガス圧力増加とともにプラズマの大きさが小さくなってしまいう制約である。そこで第3章に示すようにマイクロ波CVD法において直流電力を重畳させることにより高ガス圧雰囲気においてもシート状に広くできることを利用した、合成速度の高速化による低コスト化を目指した新しいプラズマCVD法を提案した。

気相合成されたダイヤモンド薄膜の工業的応用として以下の2点について作製・評価した。多結晶ダイヤモンド薄膜は真空電子放出特性に優れており、ダイヤモンドを冷陰極電子源として利用した薄型壁掛けディスプレイへの応用が期待されている。これは本来絶縁体であるダイヤモンド中にわずかに含まれる導電体(グラファイト)からの電界放出であるが、これを利用した電子放出素子としての評価はほとんど行われておらず、産業界も冷陰極源として採用できるのか疑心暗鬼である。そこでわれわれは第4-1節に示すような三極管構造の電子放出素子を初めて作製し、その評価を行った。

またダイヤモンドの良好な二次電子放出特性に着目し、放電電極としての可能性を放電電気特性から評価した。また一酸化炭素ガスを用いたプラズマCVD装置からの紫外線放射に着目し、一酸化炭素放電を紫外光源として第4-2節に初めて評価した。



## 第2章 酸化雰囲気での多結晶ダイヤモンド薄膜気相合成

【背景・目的】ダイヤモンド気相合成の一般的な手法はメタンガスを水素ガスで希釈する方法である。この場合、水素濃度は約 99%もの高濃度であり、プラズマにより分解されて生成される多量の原子状水素が、ダイヤモンド成長表面での炭素配列がダイヤモンド構造になるように助けること、そして非ダイヤモンド構造の炭素成分をエッチングにより除去する役目を担っていると考えられている。このような還元雰囲気中のため、酸化物基板を用いた高品質なヘテロエピタキシャル成長は不可能であるが、ダイヤモンド単結晶基板を目指す上で有効な、酸化物基板を用いた成長法を確立するため、酸化雰囲気での成長を目指した。

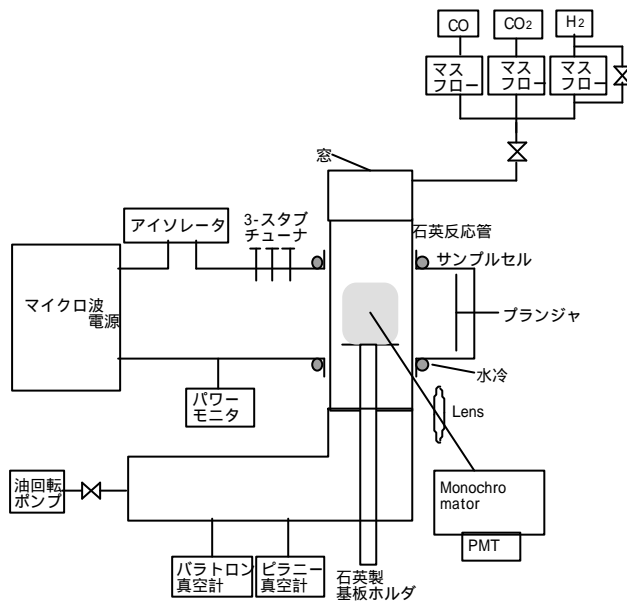


図1 マイクロ波CVD装置

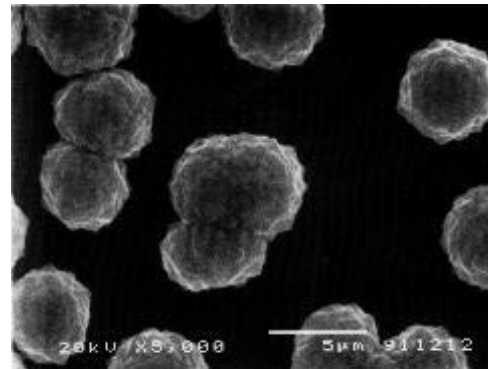


図2 水素1.7%でのダイヤモンド

【方法】図1のようなマイクロ波プラズマCVD装置によりSi(100)基板の上にダイヤモンドを気相合成した。材料ガスには一酸化炭素ガス 12sccm、非ダイヤモンドエッチング用の二酸化炭素ガス 0.02sccm、および水素ガスを混合し、水素ガスの混合比を変化させて成長を試みた。

【結果】水素濃度 1.7%という低濃度で図2に示すような堆積物の成長が確認され、ラマン分光法により堆積物がダイヤモンドであることが確認された。これまで 2.6%という報告があったが、それを上回る低濃度での成長であった。ただし 1.7%であっても基板はいぜん還元雰囲気中にさらされていることが確認され、酸化雰囲気での成長は更なる二酸化炭素流量の微量制御により可能であると期待される。

## 第3章 マイクロ波直流重畳プラズマCVD法

【背景・目的】一般的にダイヤモンド気相合成方法であるマイクロ波プラズマCVD法では、ガス圧力約 5kPa程度で成長させる。ガス圧力が低いために成長速度も数  $\mu\text{m}$ /時間と非常に遅く、また成長させられる範囲も 20mm程度と小さく、大量生産が難しいため実用化段階での高コストが問題となっている。ガス圧力を高くすると期待通りに成長速度は増加するがプラズマは小さくなり、成長面積も小さくなってしまふ。そのため市販CVD装置ではガス圧力を上げながらもマイクロ波電力を数倍投入することにより、成長面積を縮小することなく高速成長させているが、消費電力を考えると低コスト化の効果は少ない。そこでわれわれは高ガス圧下でもプラズマサイズが小さくならないよう、直流電力を重畳した新しいプラズマプロセスを提案した。

【方法】図 1 に示すマイクロ波プラズマ CVD 装置において、基板上部に陽極(接地)を設け、基板ホルダーに直流負バイアスを印加した。

【結果】水素ガス圧力 13.3kPa(流量 50sccm)、マイクロ波電力 420W、直流電力 45W での放電の様子を図 3 に示す。バイアスを印加していない状態では、高圧力のためプラズマは基板ホルダー端部の一箇所に集中して生成するが、直流電力重畳により基板前面にシート状のプラズマを生成することができた。このとき基板にはダイヤモンドは生成されなかったが、大気圧程度にすることにより基板へのイオン衝撃は低減され、ダイヤモンド合成が可能であると見積もられた。

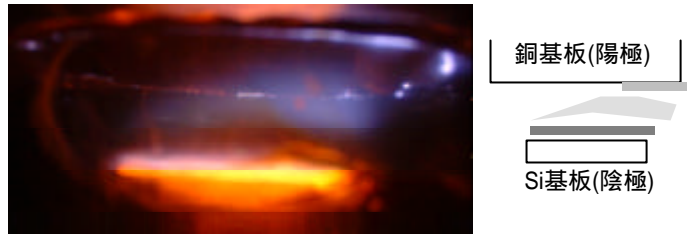


図 3 マイクロ波直流重畳プラズマの概観

## 第 4 章 気相合成多結晶ダイヤモンドの工業的応用

### 第 4-1 節 FED 用微小電子源としての応用

#### 【背景・目的】

気相合成多結晶ダイヤモンドからの良好な真空電子放出は既にわれわれを含め、各研究機関から報告されている。微小電子源として冷陰極源としての応用が期待されており、薄型壁掛けテレビの実現へのキーファクターである。ダイヤモンドを利用した電子源素子として二極管タイプ(アノードとカソードのみ)は既に報告されているが、テレビ用電子源のような高速動作を期待するには三極管構造(アノード、カソードにゲート)の電子源素子が必要であるものの、未だに報告されていない。シリコン系電子源素子では三極管構造が成功しているのに対して遅れている理由は、良質な絶縁層の欠如である。シリコン系では酸化シリコンにより容易に達成されるが、炭素系では未だに検討されていない。そこでわれわれは図 4 に示すように DLC(ダイヤモンド状炭素)薄膜を絶縁層として、三極管構造の電子放出素子を作製し評価を行った。

【方法】低抵抗シリコン基板上に超微粒ダイヤモンドパウダー(粒径約数十 nm)により傷付け処理を行い、図 1 に示したマイクロ波 CVD 法により多結晶ダイヤモンド薄膜を作製した。作製条件は一酸化炭素 12sccm、水素 25sccm~75sccm、ガス圧力 5.3kPa、マイクロ波電力 500W、成長時間 1 時間~2 時間で行い、得られたダイヤモンド薄膜は膜厚 1 $\mu$ m~2 $\mu$ m である。そのダイヤモンド薄膜上に DLC 薄膜を ECR プラズマ CVD 法により膜厚 500nm 成長させ、更にその上にアルミニウム薄膜を電子ビーム蒸着法により 400nm 成長させた。アルミニウム電極にレジスト塗布し、UV 露光によるパターンニングを施し、更に ECR 酸素プラズマによりアルミニウム電極が除去された DLC 薄膜を選択的エッチングすることによりダイヤモンド表面を露出させ、図 5 に示す電子放出素子を作製した。

【結果】素子を高真空チャンバ内(真空度 $\sim 10^{-8}$ Pa)に入れ、アルミニウム電極とダイヤモンド間に電界を印加した結果を図 6 に示す。左図は大気中測定値と真空中測定値を示す。大気中でも電流が流れているのは DLC からの漏れ電流であり、正負対称である。真空中で測定すると負バイアス(ダイヤモンドに対してアルミニウム電極が負)では大気中と同じく漏れ電流が観測されるが、正バイアスでは大気中よりも多くの電流が測定されており、これが真空電子放出である。右図は正味の真空放出電子量である。これを F-N プロットするとほぼ直線性を示し、この真空放出電子は電界放出によ

るものであると考えられる。

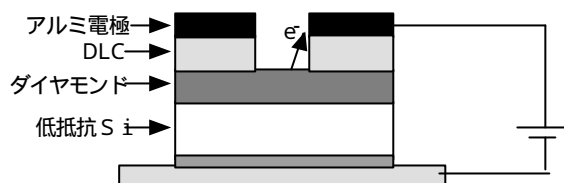


図4 ダイヤモンドを用いた3極管素子電子引出し部概念図

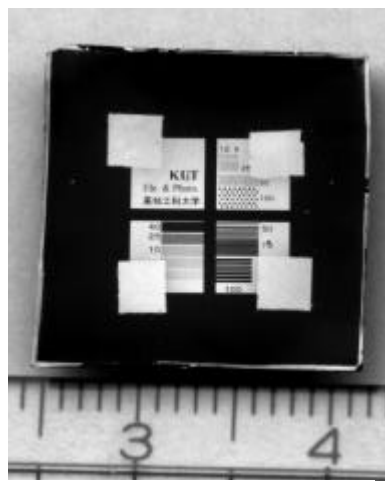


図5 作製した  
3極管素子外観図

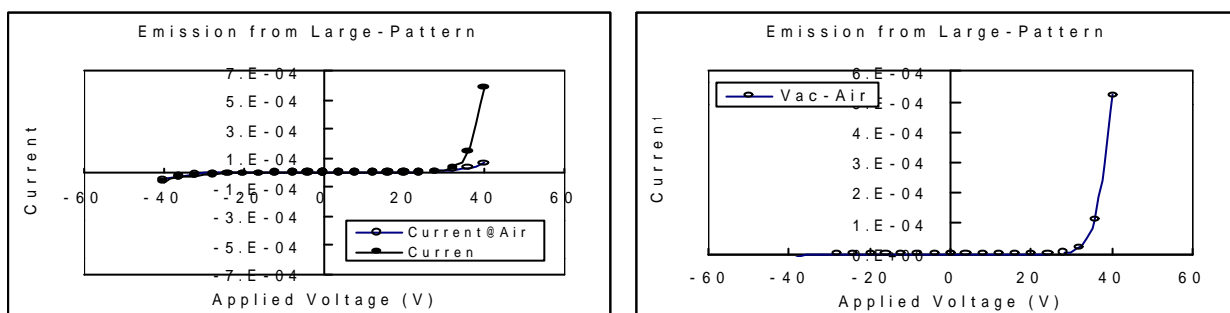


図6 アルミニウム電極・ダイヤモンド間の電圧電流特性

#### 第4-2節 放電電極への応用とその放電発光特性

【目的・背景】紫外線はさまざまな工業分野で使用されている。蛍光灯、インクなどのUVキュア、オゾン生成、殺菌、リソグラフィなど枚挙にいとまがなく、紫外線の短波長・高エネルギーを利用した応用が幅広く行われている。これまで一酸化炭素ガスを用いた紫外光源に関する報告例はなく、今回初めて評価した。

【方法】合成石英製の観測窓を取り付けた市販ガイスラー管に一酸化炭素を封入し、ネオントランス(60Hz)で放電させたときの発光スペクトルを測定した。

【結果】図7に発光スペクトル例を示す。放電は青白色をしており、500nm付近のC<sub>2</sub>分子発光、COの3rd Positiveおよび5B bandsからの長波長紫外線、およびCOイオン発光(219nm、230nm)が観測された。COイオン発光は低圧時(133Pa)ほど強く発光した。これらの連続した紫外線発光はUVキュア用途などに十分可能性がある。また真空紫外波長域のCO共鳴発光を利用した真空紫外光源としても大きな期待が寄せられる。

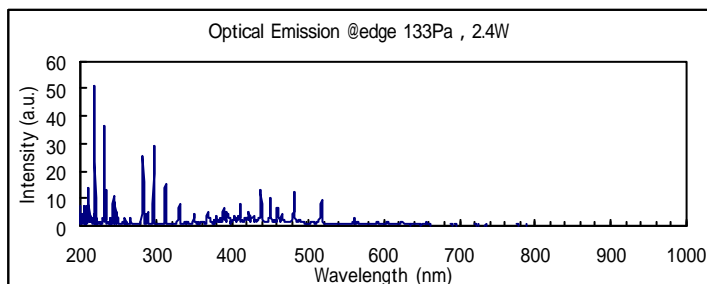


図7 一酸化炭素放電からの紫外線発光例

## 第5章 結論

- 1) マイクロ波 CVD 法によるダイヤモンド薄膜気相合成において、一酸化炭素 12sccm、二酸化炭素 0.02sccm に水素濃度 1.7% という低濃度での合成に成功した。この条件におけるプラズマは還元雰囲気であり、酸化雰囲気でのダイヤモンド合成達成には更なる二酸化炭素流量微量制御により可能であると考えられる。
- 2) マイクロ波直流重畳 CVD 法を新しく提案した。水素ガス 13.3kPa にて、マイクロ波電力のみでは基板角に小さいサイズのプラズマが生成されるが、直流電力を重畳することにより、基板前面にシート状のプラズマを生成することができた。その結果、基板温度の均一性が向上した。13.3kPa と高ガス圧力にて行えば、基板へのイオン衝撃が緩和されダイヤモンドの高速合成が可能になると見積もられた。
- 3) DLC 膜を絶縁層に利用した三極管構造の電子放出素子の電子引出し部を初めて作製した。ダイヤモンド薄膜（カソード）からアルミニウム・ゲート電極への真空電子放出が観測され、40V 駆動で  $5 \times 10^{-2} \text{A/cm}^2$  の電子放出が得られた。
- 4) 一酸化炭素からの放電発光を 60Hz 放電において観測した。一酸化炭素は放電により分解され、炭素皮膜が放電管内に堆積するが、同時に生成される酸素によりエッチングされ、放電開始後約 40 分で放電特性は安定する。また一酸化炭素分子やイオンから紫外線が放射され、UV キュアなどに応用できる可能性があることが示された。

## 審査結果の要旨

### 1. 論文の評価

論文審査の結果、本論分は高知工科大学大学院の博士後期課程を早期終了し（第2学年）博士（工学）の学位を授与するに十分値するものであるとの結論を得た。以下に論文審査の概要を記す。

本論文は気相合成ダイヤモンドの工学的応用という観点から、低コストで優れた品質のダイヤモンド材料を合成すること、および高付加価値の応用製品を開発することを課題として掲げ、それぞれの課題に対して意義のある研究目的を設定し、ブレークスルーに向けた独創的なアプローチを行っている。これらの問題設定と研究の手法は、工学研究における産業界への貢献という立場を十分に踏まえたものとして評価できる。

ガスから人工的に合成される気相合成ダイヤモンドは、最初の合成成功からすでに20年が経過しているものの、未だに産業分野への応用が進んでいないのが現状である。著者（住友=卓）は産業応用の支障となっている気相合成法の課題として、大面積単結晶ウエハの必要性と製造コストの低減を指摘している。大面積単結晶ウエハについては酸化物基板を利用するため、合成条件を従来の還元雰囲気から酸化雰囲気に代えて酸化雰囲気を用いるという基礎実験を行い、一酸化炭素と二酸化炭素の組み合わせによってその実現の可能性を提示している。また、製造コストの低減については、高圧力下で高温ガス温度のプラズマを基板表面部に集中して発生させるためのマイクロ波直流重畳プラズマを提案し、プラズマ発生を基礎実験に成功している。

一方、著者は気相合成ダイヤモンドの応用分野として、高付加価値の期待できる光源をターゲットに選んでいる。過去の研究成果を十分に分析した上で、次世代の情報表示素子と期待される電界放射型ディスプレイの心臓部となる電子放出素子、および高効率紫外光源として利用できる一酸化炭素ガスの放電灯を提案し、試作した結果、期待される動作を確認している。また、これらのデバイスの実用化に向けた今後の課題を分析し、その方策を明らかにしている。

以上の成果について一部はすでに学術論文として発表し、またさらに2件の特許申請、および2本の論文投稿を進めており、修了年度中に完了する予定であることを確認した。

### 2. 審査の経緯と結果

(1) 平成12年12月25日（月）

電子・光エレクトロニクスコース会議で早期修了の予備審査開催。

(2) 平成13年1月12日（金）

電子・光エレクトロニクスコース会議で学位論文の受理を仮決定。

(3) 平成13年1月29日（月）

大学運営委員会で学位論文の受理を決定し、上記の6名がその審査委員として指名された。

(4) 平成13年2月14日（水）

公開論文発表会の開催。論文審査委員会の開催。

(4) 平成13年2月14日（水）

電子・光エレクトロニクスコース会議で学位論文審査結果を報告、最終試験の実施。

(5) 平成13年3月5日（月）

教授会で学位授与を可とした。