

学位論文の審査結果の要旨

本博士論文は、膜厚がナノレベルで制御された金属多層膜をめっき法により作製することを目的としている。2種類の金属膜を交互に積層させた多層膜の作製法には1つのめっき浴を用いる方法（1浴法）と2つのめっき浴を用いる2浴法がある。1浴法による多層膜の形成は作製工程が少ないメリットがあるが、2種類（またはそれ以上の種類）の膜を交互に積層させるためには厳密な電気化学的制御が必要となる。本研究では電流規制法（二つの異なる電流を交互に流す方法）ではなく、より厳密な電気化学的制御が可能な電位規制法（二つの電位を交互に印加する方法）を採用した。さらに、電位規制法によるめっき層厚の制御は従来法（時間制御法）ではナノレベルの層厚の多層膜の制御は困難であるため、電気を直接制御するオリジナルな制御システムを構築し、ナノレベルで制御された金属多層膜の作製を試みた。コバルトと銅を交互に積層させたCo/Cu多層膜を作製し、その微細構造を解析した結果、従来法と比較して1層の厚さが正確に制御されたナノ多層膜が作製可能であることを明らかにした。また作製したナノ多層膜の微細構造の解析から、層厚が10 nm以下になるとコバルトと銅の格子定数が同じとなり、コバルトと銅のナノ多層構造は維持したまま、数100nmの粒径の結晶から成る組織となることを明らかにした。このような特異な微細構造を有するナノ多層膜の磁気特性を評価した結果、多層化による保持力等の磁気特性の向上を確認した。

第1章では本研究の背景について述べた。第2章では電位規制法による電析において電気をより正確に制御するための電気量制御装置の開発について述べた。ナノレベルで金属析出を制御するために必要な仕様を決定し、それを実現するための回路を構築した。構築した制御システムの性能を評価し、設定した仕様をクリアできることを実証した。第3章では電気量制御によるナノ多層膜作製における層厚のばらつきの原因を検証した。析出した膜の表面凹凸に起因する成膜面積のばらつきや電流効率が層厚のばらつきに与える影響について考察した。第4章ではコバルトと銅を積層させたCo/Cu多層膜の作製について述べた。コバルトイオンと銅イオンを含有するめっき浴を用いて電流-電位曲線を測定し、この測定結果から、成膜プログラム（電位パルスめっきプログラム）を定め、Co/Cu多層膜の作製を行った。多層膜の断面構造観察から、多層膜がナノレベルで制御されていることを明らかにした。第5章では電気量制御法で作製したCo/Cu多層膜と従来法（時間制御法）で作製したCo/Cu多層膜の比較から、電気量制御法の有効性を明らかにした。第6章ではCo/Cu多層膜の微細構造について述べた。XRDの測定結果から、層厚が小さくなると室温で安定相としてhcp構造であるコバルトがfcc構造に変化し、さらに層厚が10 nm以下になるとコバルトと銅の格子定数が揃うことを明らかにした。第7章ではCo/Cu多層膜の内部構造と磁気特性の一つである保持力について述べ

た。EBSD による解析から Co/Cu 多層膜が金属の多層構造を保ちつつ、100 nm 程度の粒径の結晶からできていることを明らかにした。また多層膜は断面から観察するとジグザグ構造となっていることも示した。このような特異な構造を持つ Co/Cu 多層膜の保持力は、層厚を小さくするほど増大することが確認された。また、そのメカニズムをオレンジピール結合により考察した。第 8 章では Co/Cu 多層膜の層厚が磁気特性に与える影響について検討し、保持力、飽和磁化および角型比に与える層厚の影響を考察した。第 9 章では本研究を総括した。

本博士論文は、審査付き原著論文7編（いずれも第一著者）を基に構成されており、学術的にも優れた内容であると判断できる。これにより博士学位論文として学位授与に値するものとして審査員全員一致で判断した。尚、学位申請者は短期修了で申請しているが、研究業績はナノカーボン先端材料工学講座の短期修了の目安（学位論文に関連した学位申請者が第一著者である原著論文が3編以上あり、かつその内の少なくとも1編は、外国語で執筆されたもの）を充分満たしている。

公表主要論文名

- ・ 高根直人, 成田 博, 曾根原浩幸, 劉 小晰, 新井 進, “電析 Co/Cu 多層膜の層厚に依存した磁気特性の変化”, 表面技術, Vol. 65, No. 2, pp.99-103 (2014).
- ・ N. Takane, H. Nrita, X. Liu, S. Arai, “Magnetic Properties and Microstructure of Electrodeposited Co/Cu Multilayers”, Electrochemistry, Vol. 81, No. 12, pp. 966-970 (2013).
- ・ N. Takane, H. Narita, Y. Kurogouchi, S. Arai, “Crystal structure of Co/Cu Multilayers prepared by Pulse Potential Electrodeposition with Precisely Controlled Ultrathin Layer Thickness”, AIP Advances, Vol. 3, No. 2, 022119 (2013).
- ・ N. Takane, H. Narita, S. Arai, “Effectiveness of Coulostatic Electrodeposition of Multilayers”, J. Surf. Finish. Soc. Jpn, Vol. 62, No. 9, pp. 463-468 (2011).
- ・ N. Takane, H. Narita, S. Arai, “Improved Electrodeposited Multilayer Structure by Coulomb Controller”, Electrochemistry, Vol. 79, No. 7, pp. 558-560 (2011).
- ・ N. Takane, N. Narita, S. Arai, “Development of Measurement and Analysis System for Electrolytic Current and Application to Multilayer Electrodeposition with a Coulomb Controller”, Electrochemistry, Vol. 79, No. 3, pp. 156-162 (2011).
- ・ 高根直人, 成田 博, “電気量制御装置の開発”, Electrochemistry (電気化学および工業物理化学), Vol. 75, No. 11, pp. 879-884 (2007).