

X線反射率法を用いた RF プラズマ CVD 成膜における DLC 膜界面の分析

Analysis on interface of DLC film fabricated by RF plasma CVD

using X-ray reflectometry

○針谷 達¹, 安岡 佑起¹, 古田 寛^{1,2}, 八田 章光^{1,2}

1. 高知工科大、2. 高知工科大ナノテクセンター

○Tooru Harigai¹, Yuki Yasuoka¹, Hiroshi Furuta^{1,2}, Akimitsu Hatta^{1,2}

1.Kochi Univ. Technol., 2.Center for Nanotechnol., Research Inst., Kochi Univ. Technol.

E-mail: 166006m@gs.kochi-tech.ac.jp

1. はじめに

DLC (Diamond-Like Carbon) は、工業的に幅広く利用されている材料である。DLC 膜は様々な方法により成膜が可能である。DLC 成膜方法のうち、プラズマ CVD 法は、高速成膜や成膜可能な基板の種類が幅広いなどの利点を持つ。プラズマ CVD 法による DLC 成膜では、基板と DLC、また DLC とプラズマとの間に界面が存在する。基板と DLC の界面は DLC 膜の密着性、DLC とプラズマの界面は DLC 膜の表面状態と関係する。

本研究では、X 線反射率法 (XRR: X-ray reflectometry) を用いて DLC 成膜初期の DLC 膜界面構造を分析した。

2. 実験

C₂H₂ ガスを用いて RF プラズマ CVD 法により、DLC 薄膜を自然酸化膜付 Si 基板上へ堆積させた。DLC 成膜に使用した RF プラズマ CVD 装置を Fig. 1 に示す。成膜条件は、C₂H₂ 流量 89sccm、圧力 10Pa、RF パワー 100W (10.4W/cm²)、セルフバイアス -1kV とした。成膜時間をミリ秒単位で制御するため、RF パワーの on-off はファンクションジェネレータから供給する単パルス信号により制御した。

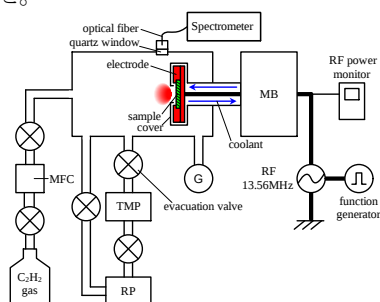


Fig. 1. Schematic diagram of RF plasma CVD apparatus for the deposition of DLC film.

DLC 膜の X 線反射率測定には、Rigaku SmartLab X-ray diffractometer を用いた。

3. 結果と考察

Fig. 2 に、成膜時間ごとの DLC 膜に対する反射 X 線強度プロファイルおよびフィッティング結果を示す。フィッティングにおいて、SiO₂ 層、Si

と C から成る mixing 層、DLC 層、低密度 a-C から成る sub-surface 層の 4 層からなる構造モデルを用いることで、測定結果とよく一致するフィッティング曲線が得られた。

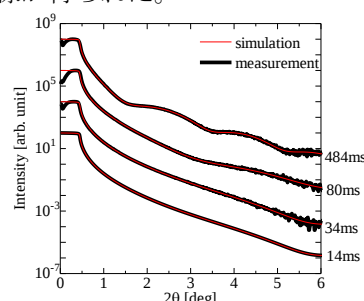


Fig. 2. Intensity profiles of reflected X-ray from DLC films deposited in different CVD durations.

Fig. 3 に、XRR 分析により得た各層の時間変化を示す。基板と DLC の界面には、SiO₂ 層と mixing 層が存在し、DLC 膜表面には、sub-surface 層が存在した。

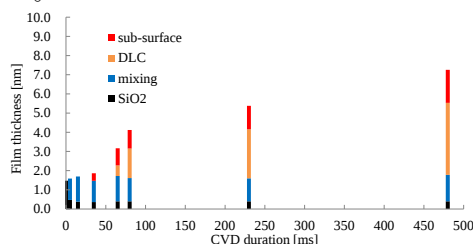


Fig. 3. Change of SiO₂, mixing, DLC and sub-surface layers at each CVD duration.

mixing 層は、Si 基板上の自然酸化膜内へ C が侵入することで形成され、sub-surface 層は、成膜中、常にプラズマに曝されていることで緻密化できない DLC 表面層であると考えられる。

4. まとめ

RF プラズマ CVD 法によって成膜した Si 基板上 DLC 膜の XRR 分析により、基板-DLC および DLC-プラズマ間の界面状態を明らかにした。

謝辞

本研究は、科学研究費補助金特別研究員奨励費 (課題番号 24・9423) 及び科学研究費補助金新学術領域研究「プラズマとナノ界面の相互作用に関する学術基盤の創成」(課題番号 24110719) の支援により実施した。