## ダイヤモンドライクカーボン薄膜の耐熱性向上に関する分光学的解析

Spectroscopic Analysis of Enhancement of Thermal Stability of Diamondlike Carbon Films 東北大・通研<sup>1</sup>, 広島大・先端研<sup>2</sup> ○鷹林 将<sup>1,2</sup>, 高萩 隆行<sup>2</sup>

RIEC, Tohoku Univ.<sup>1</sup>, AdSM, Hiroshima Univ.<sup>2</sup> OSusumu Takabayashi<sup>1,2</sup>, Takayuki Takahagi<sup>2</sup> E-mail: stak@riec.tohoku.ac.jp

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)は、sp<sup>2</sup> 炭素・sp<sup>3</sup> 炭素・水素から 構成されるアモルファス炭素材料であり、平滑性、耐摩耗性、導電性 から絶縁性までの幅広い電気特性などの特異物性を示すことから、 幅広く応用が期待されている.固体潤滑やデバイス誘電膜などの工 業応用を踏まえると、同膜の耐熱性は重要な設計要素となる.<sup>1</sup> 著者 らはこれまで、光電子分光法を主に用いて DLC 薄膜の化学構造解 析を行ってきた.<sup>2</sup> DLC の耐熱性は膜中水素の熱脱離に因ることを示 した. 今回は、膜中水素量の異なる DLC 薄膜を種々の分光法を用い て調べることにより、薄膜の成膜条件と耐熱性との関係を考察した.

DLC 薄膜は、非平衡マグネトロンスパッタリング(UBMS)法を用いて成膜した. グラファイトをターゲットとし、雰囲気アルゴン(Ar)に対するメタン(CH4)比量を変えて、水素量の異なる DLC 薄膜を得た. 光電子分光は、広島大学 放射光科学研究センター ビームライン(HiSOR) BL-1 で行った. DLC 薄膜を超高真空中任意の温度で 30 分間アニール後、室温で C 1s スペクトルを測定した. 得られたスペクトルは、C-C sp<sup>3</sup>、C-C sp<sup>2</sup>、C-H sp<sup>2</sup>、C-H sp<sup>3</sup>、および酸素官能基成分に分割した. 別途、昇温脱離法(TDS)によって、水素(H<sub>2</sub>)およびメチル 基(CH<sub>3</sub>)の熱脱離挙動も調べた.

図 1(a)に、種々の CH4/Ar 比雰囲気下で得た DLC 薄膜の電気抵抗率のアニール温度依存性を示す.比が大きいほど値は大きくなったものの、いずれの試料もアニール温度を上げるとともに減少していった.同(b-1)、(c-1)にはそれぞれ、CH4/Ar 比0.06 および 0.12 で成膜した DLC 薄膜の光電子分光解析結果を示す.いずれの試料とも450-600 °C 間で C-H *sp*<sup>2</sup>成分面積の急激な変化が生じ、比の大きい(c-1)の方の減少が顕著になった.(b-2)、(c-2)には、それぞれの試料の TDS スペクトルを示す.ピークの立ち上がりから、H<sub>2</sub> および CH<sub>3</sub> の熱脱離は上記温度帯で生じていることがわかる.ただし、いずれの試料においても H<sub>2</sub> 熱脱離は 2 つのピークないし肩を示し、高温側のピークは、CH4/Ar 比が大きい方がより高くなった.

炭素-水素結合の結合解離エネルギーは、共鳴安定化している芳香環の方が脂肪鎖よりも大きい、<sup>3</sup>脂肪鎖は鎖長が長いほど、また級数が大きいほど切れやすい、一方でCH4/Ar比が大きいほどDLC膜の電気抵抗率は高くなった。系中へのメタン導入によって、環状化すなわちグラファイトクラスター化が促進されたものと考えられる。一方で膜電気抵抗率が高くなったことから、クラスター成長は促進されつつも、個々のクラスターは十分に分離されているものと考えられる。

本研究の一部は, JSPS 科研費 若手研究(A) No. 26709017 の助成を受けた. 参考文献: 1. M. Sato et al., Microelectron. Eng. **112**, 110 (2013); 2. 鷹林, 高萩, J. Surf. Anal. **20**, 25 (2013); 3. D. F. McMillen, D. M. Golden, Annu. Rev. Phys. Chem. **33**, 493 (1982).



図1. (a) 種々の CH4/Ar 比雰囲気下で 成膜した DLC 薄膜の電気抵抗率のアニ ール温度依存性. 比0.06 および 0.12 で 成膜した薄膜の光電子分光解析結果 ((b-1)および(c-1)), ならびに TDS スペク トルレ((b-2)および(c-2)).