

低速電子線誘起堆積法により低温合成したグラッシーカーボンの ナノ構造制御とTEM観察

Nano structure control and TEM observation of glassy carbon thin films synthesized at low temperature using low energy electron beam induced deposition method.

山梨大院総合研究部¹⁾, 機器分析センター²⁾

○(M1) 赤池 祐輝¹⁾, 佐藤 哲也¹⁾, 山本 千綾²⁾, 山中 淳二^{1,2)}

Univ. of Yamanashi, Integrated Graduate School of Medicine, Engineering, and Agricultural Sciences¹⁾, Instrument analysis center²⁾

○Yuki Akaike¹⁾, Tetsuya Sato¹⁾, Chiaya Yamamoto²⁾, Junji Yamanaka^{1,2)}.

E-mail: g18tz002@yamanashi.ac.jp

1. はじめに

我々は、電子線誘起堆積法と水素原子のトンネル反応を組み合わせた独自の合成法を用いて、炭素系薄膜の低温下における合成の研究を行っている。この方法は、ヘリウムや窒素などの直流放電により生成した低速電子(<200eV)や準安定励起種(He*, etc)を、炭化水素(メタン、アセチレン等)とともに基板照射することで電子励起・分解し効率的に重合する方法である。解離生成したHのトンネル反応やHe*による化学アニーリング反応を併用することにより緻密性が高く低欠陥密度(10^{18} spins/m³)の水素化アモルファスカーボン(a-C:H)薄膜を合成可能である。本研究では、a-C:H 薄膜中に見出されたグラッシーカーボンの発現機構を解明するために、種々の基板を用いてカーボン薄膜を堆積し、透過電子顕微鏡(TEM)による構造観察に最適な方法を模索した。

2. 実験

超高真空中にて極低温(30K)に冷却した種々の基板上(Si, KBr, PTFE, Al 箔)に C₂H₂(10%, He 希釈)を蒸着しながら、He-DC 放電により炭素膜の連続成膜を行い、FT-IR、レーザーラマン分光、XPS 等の各種分光計測により物性を評価した。Si 基板上のカーボンの TEM 観察には、ニードルによる引っかかり法を、KBr 基板や Al 箔に堆積した薄膜は水溶液や Al エッチャントを用いてカーボン膜を基材から剥離し、マイクログリッドに付着させて観察した。PTFE には引っかかり法に加えマイクロトームにより試料作製した。

3. 結果と考察

Si 基板上の a-C:H 膜の引っかかり法による TEM 観察から、Si 基板上に合成した炭素膜には泡状のグラファイト構造が確認されている。PTFE 上、KBr 結晶上およびアルミニウム薄上に合成した場合、炭素膜にはそのような構造はほとんど見られなかった。PTFE 上に合成した炭素膜は大部分がアモルファス構造であるが、局所的に結晶構造が散在し、電子回折パターンが観察されたことは、微小なグラファイト構造の存在を示唆している。一方、KBr 結晶上およびアルミニウム上に合成した炭素膜はアモルファス構造が良く発達しており、グラファイト構造は確認されなかった。これらの違いは、基板の表面形状、導電性および熱伝導率が膜成長に主に影響を及ぼしていると推定される。Si は導電性であり、PTFE や KBr は絶縁性であることから、成膜時に基板に流れ込む電子の流れ易さや表面の帯電状態が膜の成長において重要な因子となっていると考えられる。また、導電性をもちながら結晶構造が確認されなかったアルミニウム薄の場合は、Si 基板に比べて凹凸が大きく表面は酸化されている。以上の結果から、グラファイトは基板界面において主に結晶構造が発現している可能性があることが示唆される。

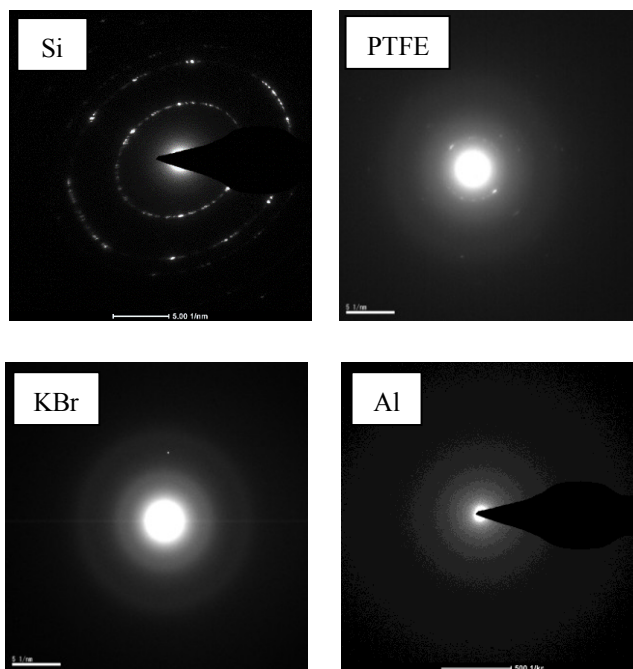


Fig.1 Electron diffraction images of carbon thin films synthesized on various substrates.

引用文献

1) 斎藤登之 他, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会, 11a-P4-11(2015).