低エネルギー陽電子線・軟 X 線放射光を用いた DLC 膜の構造解析

Structural analysis of DLC films using low-energy positron and soft X-ray beams

兵県大高度研 [1]，東工大工 [2]，大阪府大工 [3]，京大複合研 [4]

〇神田 一浩 [1]，赤坂 大樹 [2]，堀 史説 [3]，薮内 敦 [4]，木野村 淳 [4]

LASTI, Univ. Hyogo [1], Eng., Tokyo Inst. Tech. [2], Eng., Osaka Pref. Univ.[3], KURNS, Kyoto Univ.[4]

°Kazuhiro Kanda[1], Hiroki Akasaka[2], Fuminobu Hori[3], Atsushi Yabuuchi[4], Atsushi Kinomura[4]

E-mail: kanda@lasti.u-hyogo.ac.jp

【はじめに】 DLC 膜中の自由体積は DLC 膜の硬度・ヤング率・ガスバリア性などに密接な関連を持つ構造因子でありながら、測定が困難であるために密度というマクロスコピックな構造因子からしか議論されてこなかった。本研究では DLC 膜の構造を、低エネルギー陽電子線を用いた陽電子消滅分光分析（PAS）と軟 X 線を用いた X 線吸収端近傍微細構造の測定から考察した。

【実験】 PAS 法は物質に陽電子を入射し、対消滅時に生成されるγ線を測定する手法である。陽電子は正の電荷を持つために物質中のイオン芯を避け、膜中に存在する自由体積に捕獲される。DLC 膜は数百 nm の薄膜であるため、測定には低速の陽電子線が必要であり、京大研究炉(KUR)の B-1 孔に設置された低速陽電子ビームシステムを用いて測定を行った。炭素原子の $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比は、ニュースバル BL09A を用いて測定した X 線吸収端近傍微細構造（NEXAFS）スペクトルから決定した。試料は Si ウェハ上に 4 種類の方法で膜厚 50 nm を目標として製膜した。

【結果と考察】 測定結果を、インデンテーション測定から求めたマルテンス硬さとともに表に示す。陽電子の寿命は自由体積の大きさを反映し，S パラメータは自由体積の大きさに加えて自由体積の密度を反映する。バイアス電圧 100V のフィルタードカソード真空アーク（FCVA）法で合成された DLC 膜は，非常に高いマルテンス硬さを持ち，陽電子寿命と相対的な S パラメータは他の DLC 膜よりも小さい。また、$sp^2/(sp^2+sp^3)$比も今回の膜の中で最も小さい値を示した。硬度の低い PE-CVD 法で成膜した DLC 膜は，陽電子寿命と相対的な S パラメータが大きかった。PE-CVD 膜は $sp^2/(sp^2+sp^3)$比は小さいが、水素が多く含まれており、硬度が低いと考えられる。

表　陽電子寿命と s パラメータ、$sp^2/(sp^2+sp^3)$比、マルテンス硬さ

Deposition method	Bias voltage [V]	Positron lifetime [ns]	Relative S parameter	$sp^2/(sp^2+sp^3)$	Hardness [GPa]
FCVA	100	0.202	0.891	0.49	28
FCVA	400	0.267	0.914	0.57	15
Ion Plating		0.339	0.952	0.84	18
PE-CVD		0.379	0.932	0.33	2.6

© 2021年 応用物理学会