



絶縁性有機材料のNEXAFS測定を可能にする 金属蒸着条件の検討

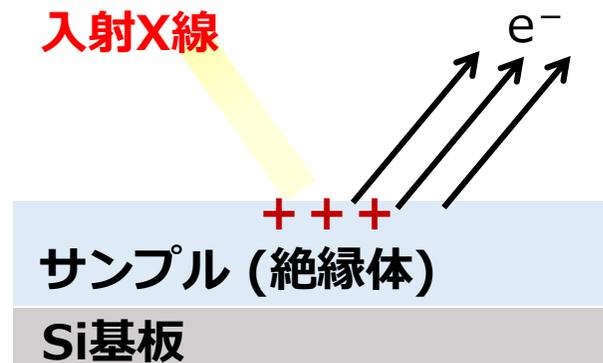
JSR株式会社 四日市研究センター物性分析室

豊田 由衣



電子収量法(TEY)を用いたNEXAFS測定

- Si基板などの上に製膜した薄膜材料の表面化学状態を分析可能
⇔ 高分子絶縁体の厚膜では、電気抵抗が大きいために電子補償がなされず表面が正に帯電、チャージアップが発生



電子が流れないため
サンプル表面が正に帯電
⇒ **スペクトルの歪みや欠損**



電子収量法(TEY)を用いたNEXAFS測定

- Si基板などの上に製膜した薄膜材料の表面化学状態を分析可能
⇔ 高分子絶縁体の厚膜では、電気抵抗が大きいため電子補償がなされず表面が正に帯電、チャージアップが発生
- JSRでは厚膜で使用する材料や積層材料など、製品に近い状態で表面化学状態を分析する手法が望まれている
⇒ **厚膜状態のまま測定ができれば、NEXAFS測定の適用範囲も大幅に拡大すると考えられる**

現在までの知見

- ① カーボンテープのみ：サンプルによってはチャージアップする
- ② Pt 蒸着：2 nm蒸着でピーク位置の変化が観察されている
- ③ 中和電子銃利用：TEYは測定不可



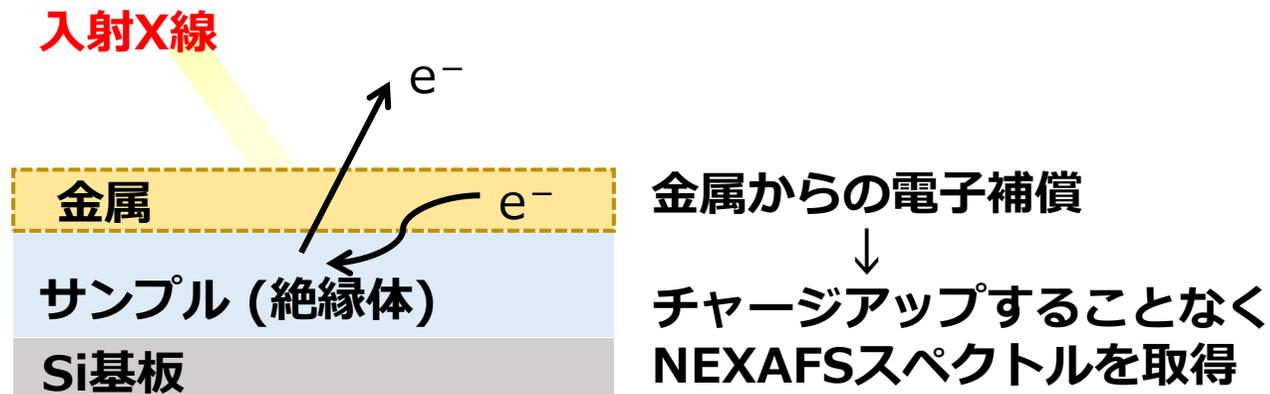
検討内容

目的：TEY測定時のチャージアップ抑制手法の確立

走査型電子顕微鏡 (SEM) や、X線光電子顕微鏡 (PEEM) 測定時のチャージアップ抑制法として利用される金属薄膜蒸着に着目
金属からの電子補償によりチャージアップを抑制し、NEXAFSスペクトルが得られるかを検討した

金属薄膜を用いるメリット：

- ✓ 新規にサンプル作製する必要なく、製品に近い状態で測定可能
- ✓ TEY測定のため、角度分解測定などにも応用可能





AichiSR

測定条件とサンプル



測定

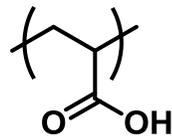
使用ビームライン : BL7U

測定元素 : C K-edge (280-390 eV)

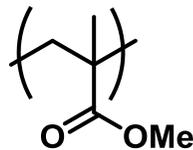
サンプル

【ポリマー薄膜】

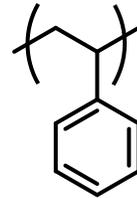
Si基板上に下記の標準ポリマーをスピコートで **200 nm** に製膜



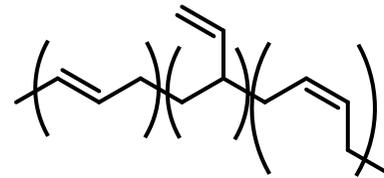
PAA



PMMA



PS



PBD

【サンプル表面の金属蒸着】

SEM等のチャージアップ抑制手法としてよく用いられるAu, Pt, Cuを選択スピコート済 Si基板にスパッタリングにより成膜

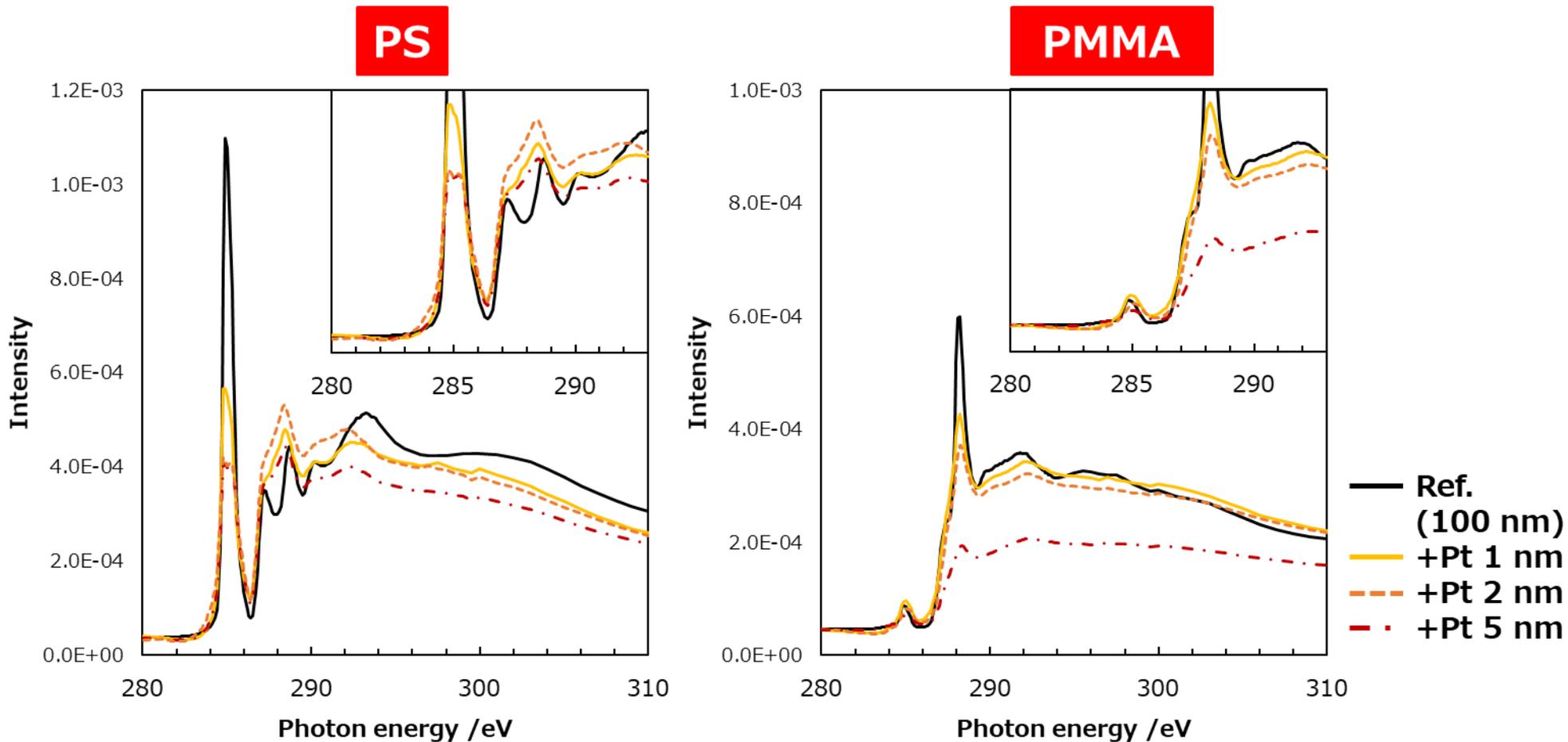


AichiSR



Pt蒸着試料における金属膜厚の検討

あいちSRでJSRが過去に測定したことのあるPt蒸着について、蒸着膜厚を振った際のチャージアップ抑制効果を検討した



膜厚を振ってもチャージアップ抑制効果は改善せず



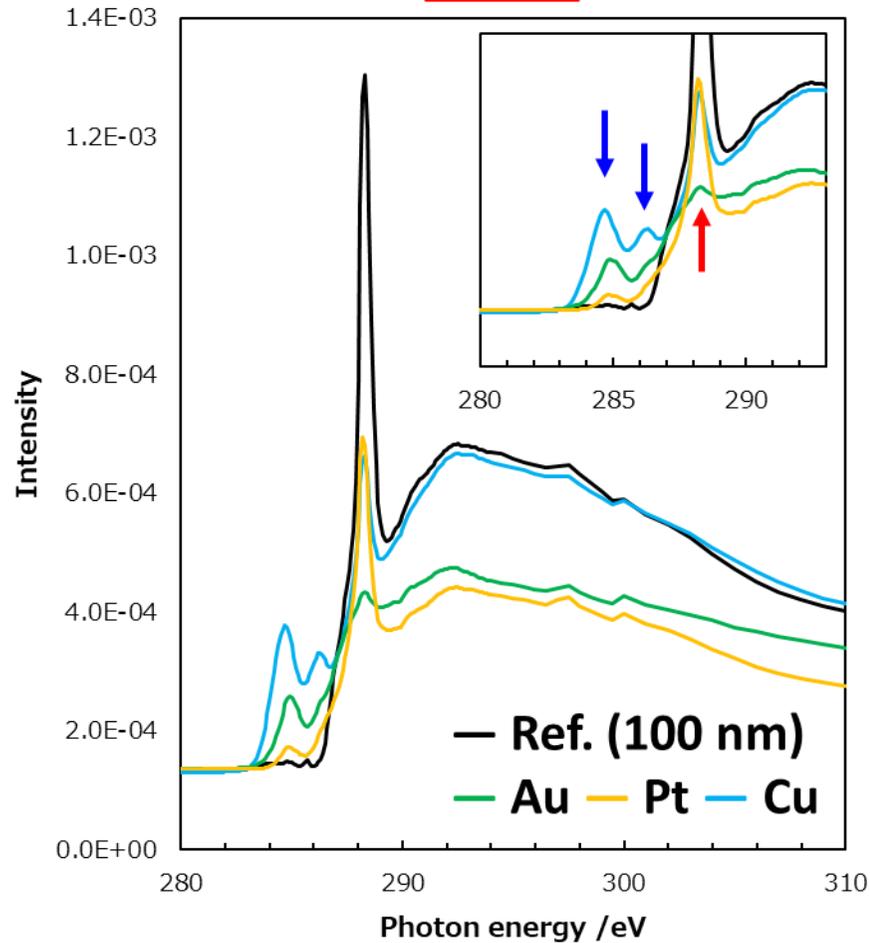
AichiSR



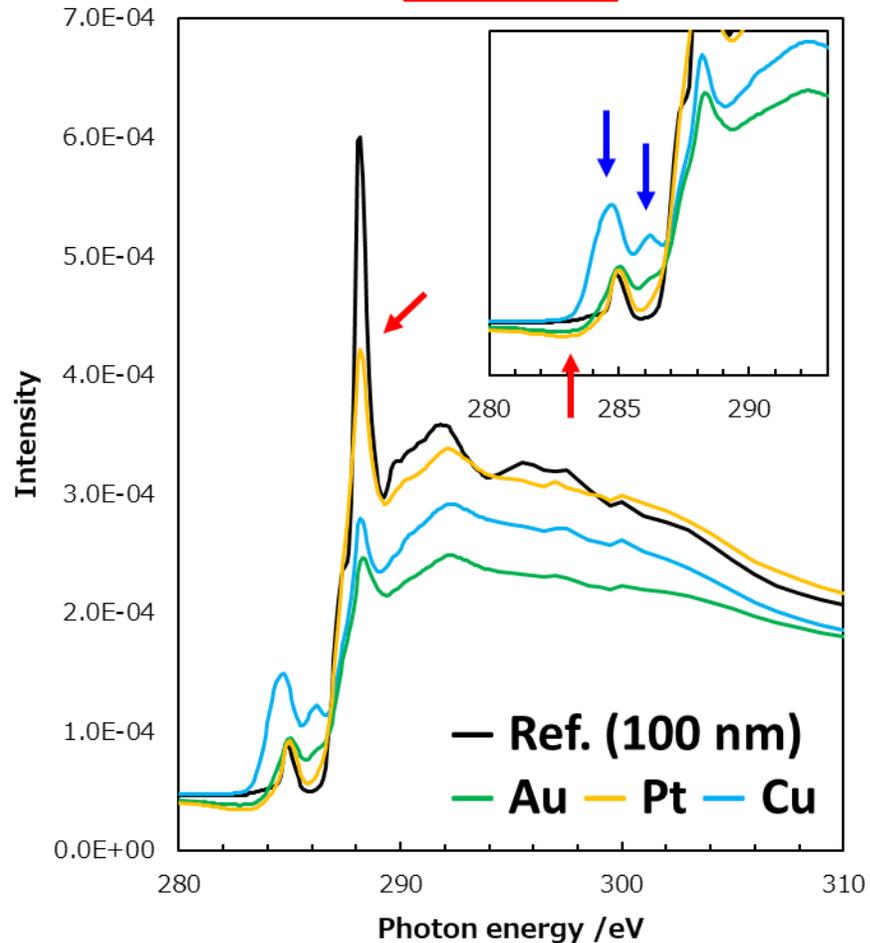
蒸着金属種のスクリーニング

Pt以外の金属でチャージアップ抑制効果があるかを検討するため、
金属を1 nm蒸着したサンプルと100 nm 試料のNEXAFSスペクトルを比較

PAA

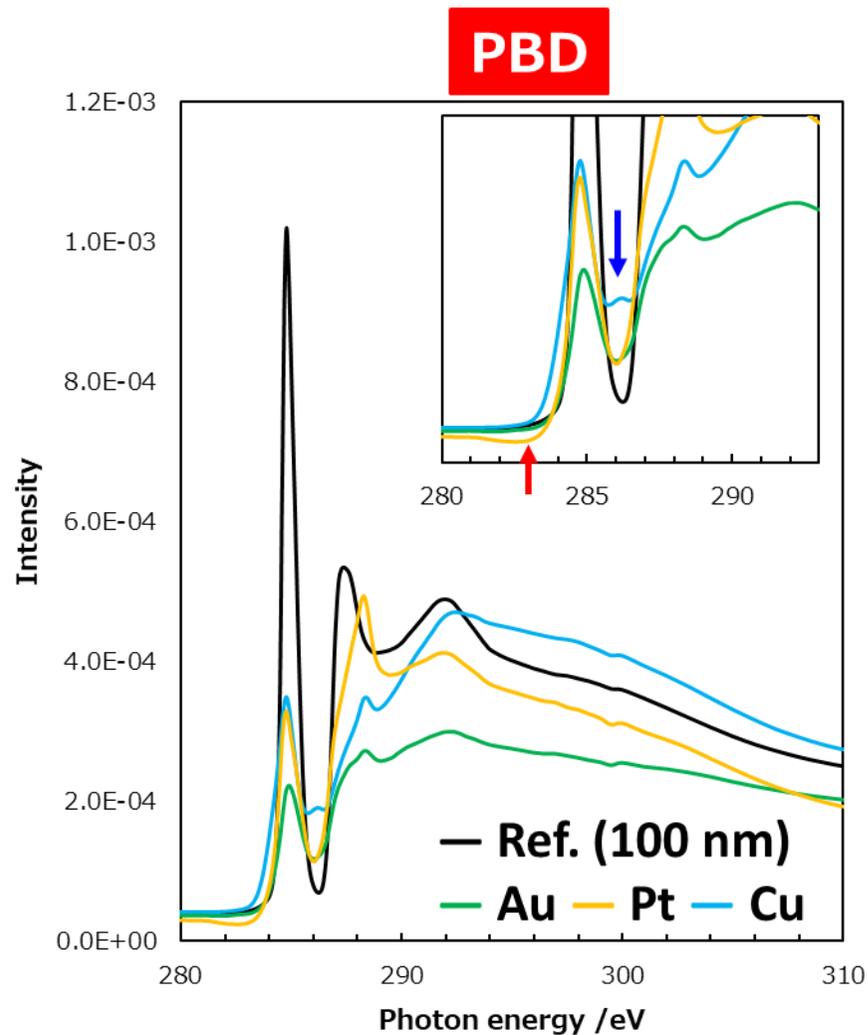
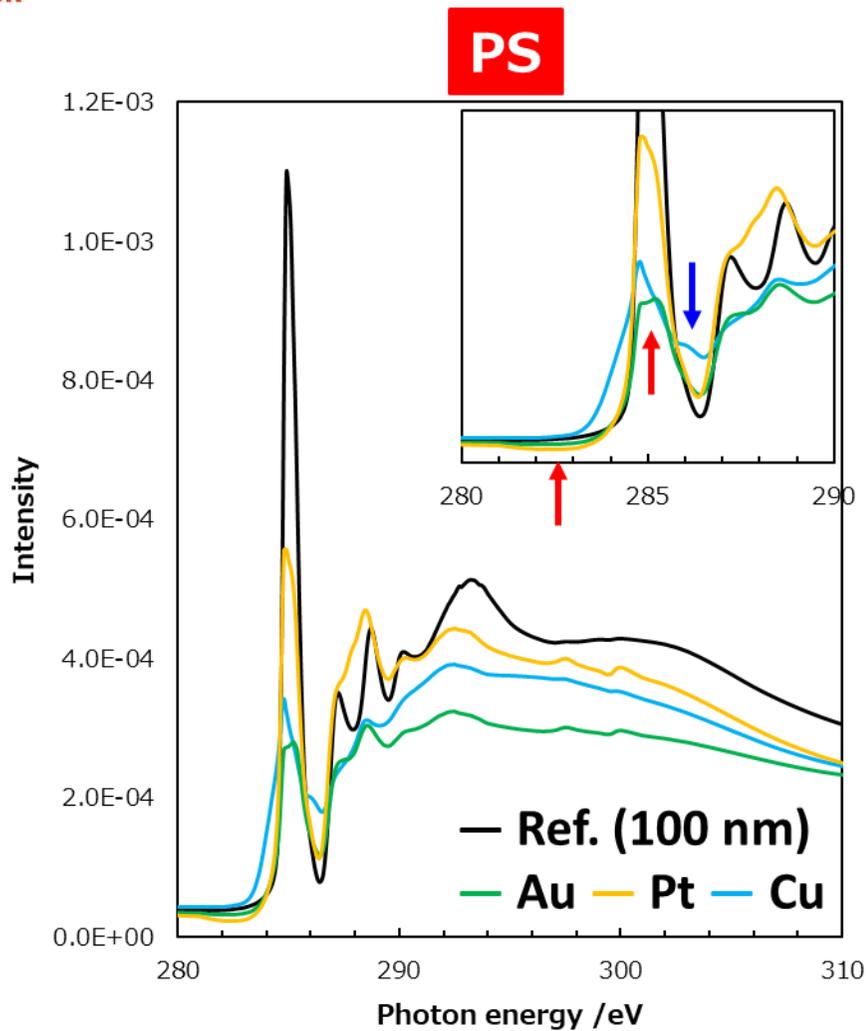


PMMA





蒸着金属種のスクリーニング

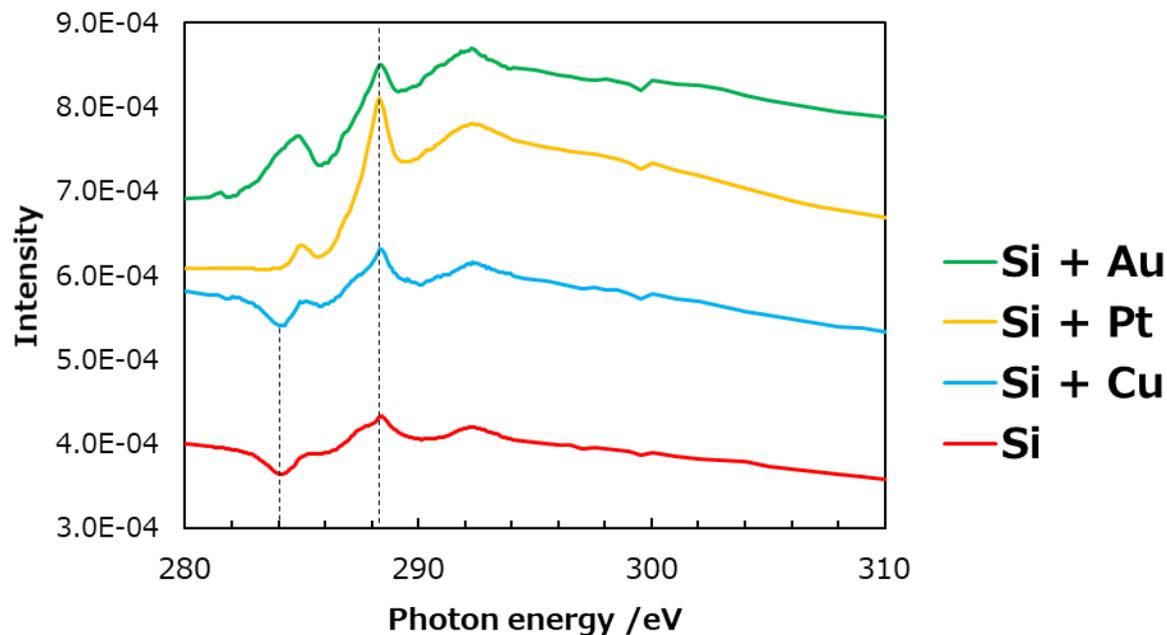


Cu は Au, Pt に比べてチャージアップ抑制効果が高いと考えられる



金属蒸着時の表面汚染の確認

Si基板の上に金属のみ蒸着したサンプルのNEXAFSスペクトルを測定し、蒸着表面への汚染の状況を確認



- ✓ Au, Pt 蒸着基板では特に 288 eV 付近に強いピークを観察
→ 汚染による電導性低下がチャージアップに寄与している可能性あり
- ✓ Si 基板のみ, Cu蒸着基板には汚染は確認されず
→ Cu蒸着時試料のスペクトル変化は表面汚染ではない可能性もあり



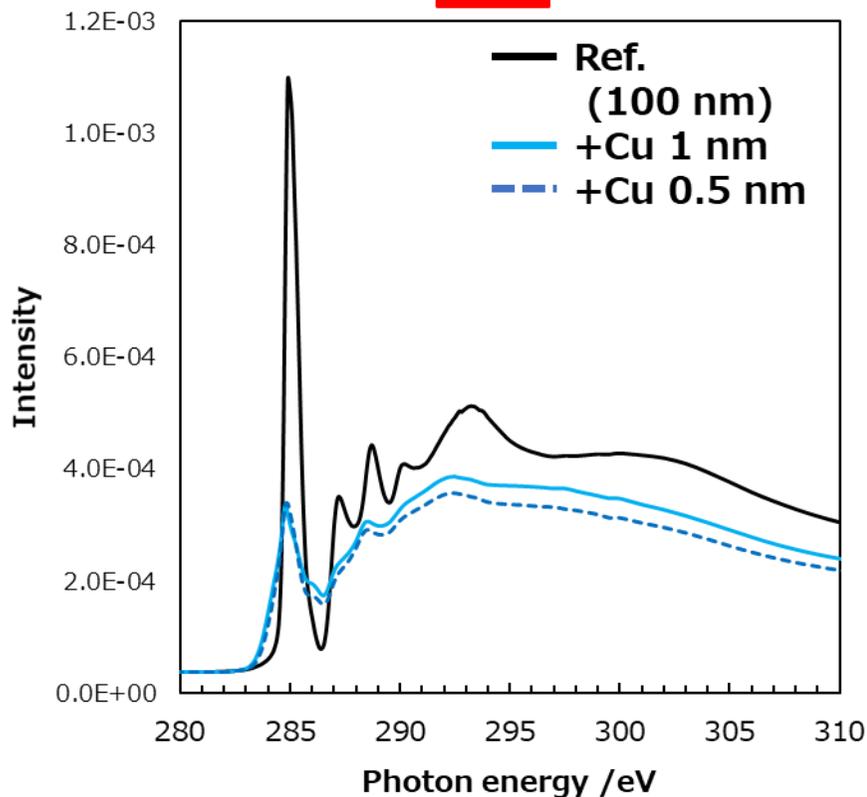
AichiSR



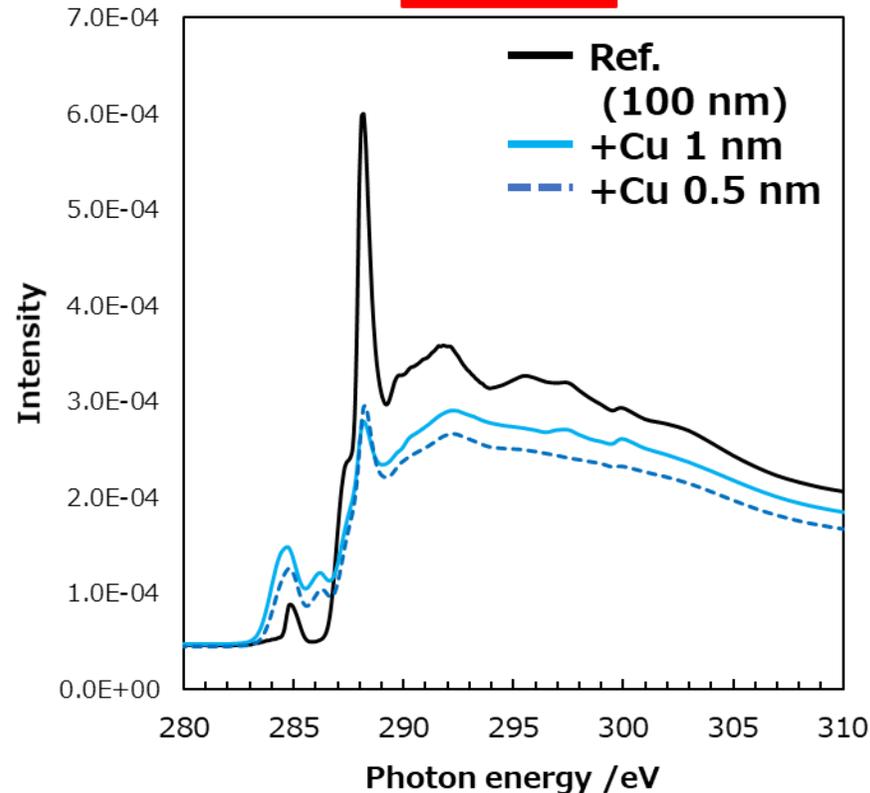
Cu蒸着サンプルのスペクトル形状変化の分析

チャージアップが少なそうなCu蒸着サンプルについて、
金属膜厚を 1 nm \rightarrow 0.5 nm に薄くして測定を実施

PS



PMMA



**蒸着膜厚を減らしてもスペクトルの形状はほとんど同一
⇒ スペクトルの変化は蒸着時の膜の変質が原因の可能性も考えられる**



本検討のまとめ



目的

TEY法を用いて厚膜サンプルのNEXAFSスペクトルを測定する条件の確立

検討内容

200 nm の厚みで製膜したポリマー表面に Au, Pt, Cu を蒸着したサンプルの NEXAFSスペクトルを測定し, チャージアップ抑制効果を検証した

結果と考察

今回の検討では目的条件の確立には至らなかったが, 以下の指標を得た

- ・ Cuが最もチャージアップ抑制効果がある可能性が高いが, Cu蒸着時に有機膜が変質している可能性が示唆された
- ・ Au, Pt では金属ターゲットの汚染の可能性があり, チャージアップ抑制効果の低下が汚染に起因している可能性も考えられる

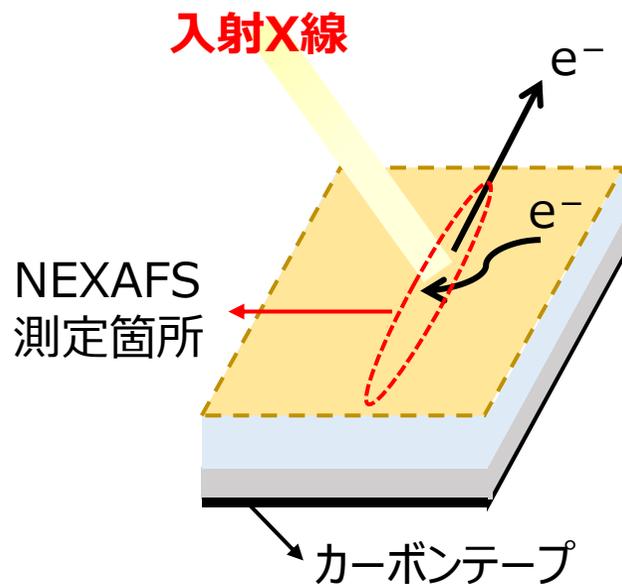


今後の検討課題

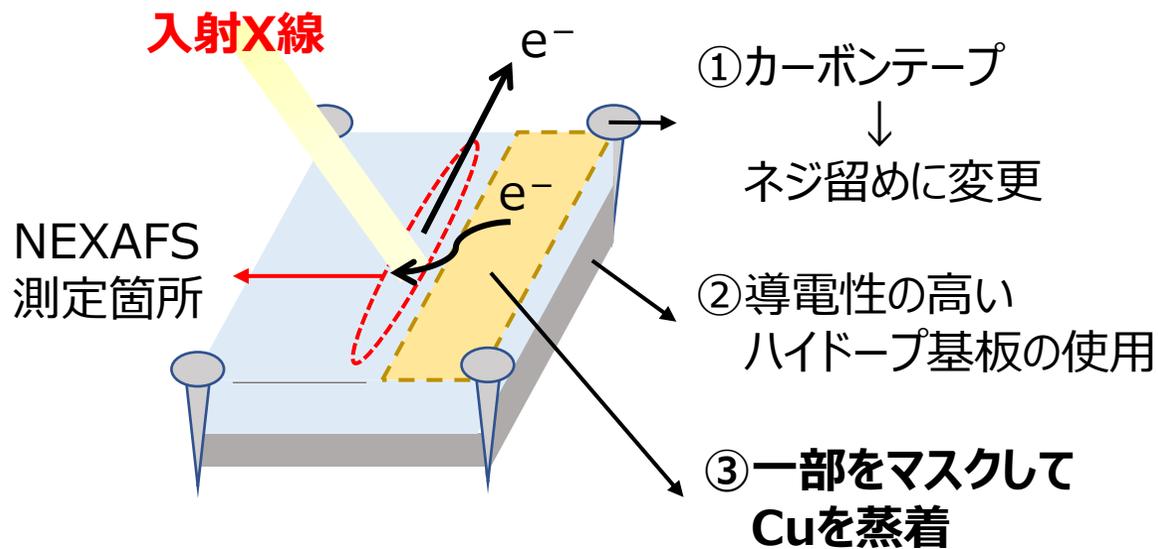


今後の課題として、サンプル周辺環境のチャージアップ抑制効果の向上と、Cu蒸着時における有機膜変質の抑制の2点を検討し、JSR材料測定に活用したい

今回の検討



改善案



現在、③の条件について検討中



謝辞



本課題の申請、実験および考察に多大なるご協力をいただきました

あいちシンクロトロン光センター

コーディネータ 塚田 千恵 様

主席研究員 渡辺 義夫 様

BL7U 仲武 昌史 様

高倉 将一 様

この場をお借りして厚く御礼申し上げます