



## 放射光によるDLC膜の分析

重本明彦  
和歌山県工業技術センター

### 1. 測定実施日

平成26年2月13日 10時 – 18時30分 (2シフト) , BL7U

### 2. 概要

異なる真空蒸着法によって作られたダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜に対して放射光を用いて光電子分光測定した。更に、光電子分光と比較してバルク敏感と考えられるX線吸収微細構造(XAFS)についても測定を行った。

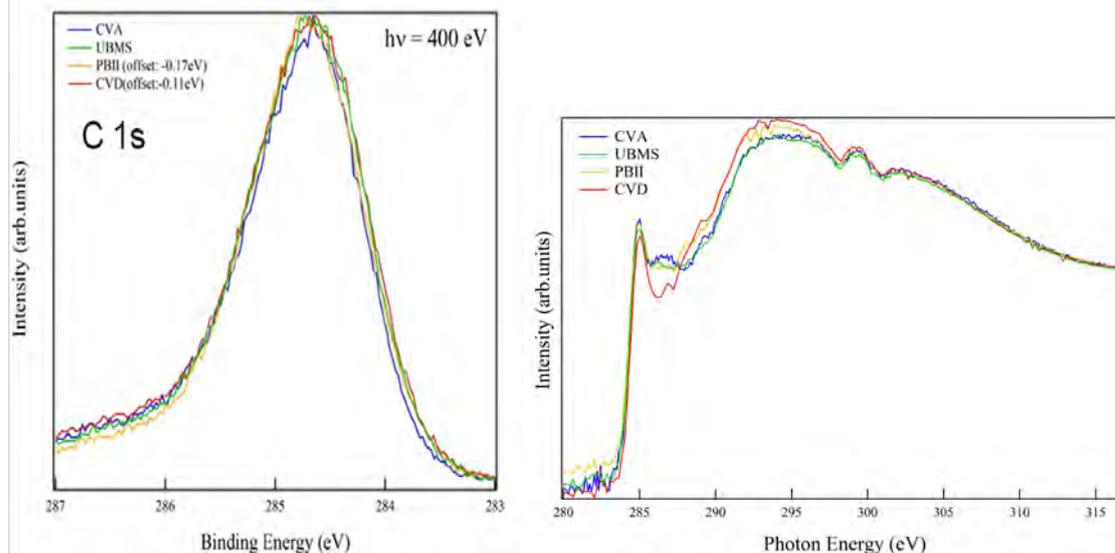
### 3. 背景と研究目的

DLCはその炭素結合状態がグラファイト同様の構造である  $sp^2$  成分とダイヤモンド同様の構造である  $sp^3$  成分から構成されるが、その両者の割合によって、表面硬度などが異なるとされており、切削工具のコーティングから自動車のエンジン部品まで様々な用途で使われている。このDLCコーティングは真空蒸着方法によって行われる。これら蒸着法には化学的気相蒸着法(CVD)、物理的気相蒸着法(PVD)、スパッタリングといった方式があり、その方式によって、表面硬度などに違いがあるとされている。そこで、異なる方式で成膜したDLC膜に対して、膜中の電子状態を調べるために放射光を用いて高分解能光電子分光(XPS)とX線吸収微細構造(XAFS)測定を行った。

### 4. 実験内容

実験試料として4種類の試料を用意し、それぞれ陰極アーク放電(CVA)、アンバランスドマグネトロンスパッタリング(UBMS)、プラズマイオン注入法(PBII)、化学的気相蒸着法(CVD)によりシリコン基板上に1  $\mu$ mの膜厚を想定して蒸着した。これらの試料は産技連技術向上支援事業に参加した公設試において分担して準備した。今回は前処理装置がついていないため、通常行う表面クリーニングは行っていない。測定時の励起光は  $h\nu = 400$  eV を利用し、そのエネルギー分解能はAu  $4f_{7/2}$  ピークから160 eV と見積もられた。また、XAFSにおいては光エネルギーをC1s吸収端である280~325 eVの間で掃引した。

## 5. 結果および考察



(a) XPS における炭素 1 s ピーク

(b) XAFS 構造

Fig.1 XPS と XAFS の結果

Fig. 1(a)に、上記 DLC の 4 試料における C1s ピークを示した。実験室光源を用いてグラファイト( $sp^2$ 成分)とダイヤモンド( $sp^3$ 成分)における C1s の結合エネルギーはそれぞれ、253.5 eV と 254.4 eV と測定されているので、C1s におけるエネルギー差と分解能から  $sp^2$  と  $sp^3$  のピーク分離を期待したが、確認できなかった。光電子分光測定は表面敏感であり、今回は清浄表面が出ていない可能性があるため、次にバルク敏感な XAFS 測定を行った。

Fig.1(b)に XAFS 測定の結果を示す。ノーマライズは光エネルギー310~325 eV で行った。この結果からも、特に成膜方法によって異なるスペクトル構造は得られなかった。

## 6. 今後の課題

異なる成膜方法による DLC 表面に対する XPS 結果について、当初、表面クリーニングを行っていないためだと考えていたが、XAFS の結果と照らし合わせるとそうではないことが分かった。今後、他の化学分析の結果と照らし合わせながら結果を検討し、同一成膜方法における成膜プロセスの影響も考察する必要がある。

## 7. 参考文献

S. Aisenberg and R. Chabot, J. Appl. Physics, vol. 42 (1971) 2953.

J. Robertson, Mat. Sci. Eng. R37 (2002) 129-281.