

重点産業利用課題報告書

1. 課題番号 : 2007A1949
2. 実施課題 : GIXS による DLC 膜の構造解析
3. 実験責任者 : (株) 豊田中央研究所 伊関 崇
4. 共同実験者 : (株) 豊田中央研究所 妹尾与志木、山口 聡、太田慎吾、森 広行、大島 正、山田由香、中西和之
5. ビームライン : BL46XU

【背景・目的】

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜の機械・電気特性はその構造が深く関与していると考えられ、構造解析は重要な課題である。我々は昨年度の戦略活用プログラム (2006B0193) において微小角入射 X 線散乱 (GIXS : Grazing Incidence X-ray Scattering) を行い、膜固有の面外散乱情報をはじめ得ることができた。しかしながら、基材に垂直な面の構造については十分な知見が得られていなかった。そこで、本実験では、DLC 面内の X 線散乱測定を試み、その構造解析を行った。

【実験】

GIXS 測定用の試料には Si の異なる 2 種類の Si 含有 DLC (DLC-Si) : 試料① (Si : 6 at%)、試料② (Si : 4 at%) を用いた。

測定はビームライン BL46XU に設置された多軸回折装置を用いて行った。はじめに、上記試料をカプトン製半球ドーム内に設置し、バックグラウンド低減のため He で置換した後、エネルギー 12 keV の X 線を試料表面に対して約 0.1° の入射角で照射した。散乱 X 線はソーラースリットを通してシンチレーションカウンターで検出し、検出器は膜の面内を $2\theta : 3 \sim 123^\circ$ の範囲で走査した。得られた散乱スペクトルを変換し、各試料の動径分布関数 (RDF) を求めた。RDF 計算には JASRI が開発した Igor のマクロ (RDFanalysis_ver0_5_2.ipf) を用いた。

【結果と考察】

上記の実験条件で行うことにより、基材のブラッグ回折線を含まない面内散乱スペクトルが得られた。得られた面内スペクトルから計算された動径分布関数を図 1 に示す。スペクトルには各 DLC の他に、ダイヤモンド、グラファイト、炭化ケイ素の RDF も同時にプロットしてある (ただし、標準試料の強度は通常の 4 倍で表示している)。

試料①の第 1、第 2 ピークは炭化ケイ素の第 1、第 2 ピーク位置に近いことから、膜中の比較的長い Si-C 結合 (1.9 \AA) の存在に起因すると推察される。一方、Si 量の少ない試料②の DLC-Si では、第 1、第 2 ピークはグラファイト、ダイヤモンドのピーク位置に近づいている。この試料は比較的短い C-C 結合 (1.5 \AA) が多いため、試料①より第 1 隣接距離が短くなったと考えられる。また、試料②における 3.8 \AA 付近のピークはダイヤモンド構造の存在を示唆しており、高硬度化 (約 18GPa) する一つの要因であると考えられる。

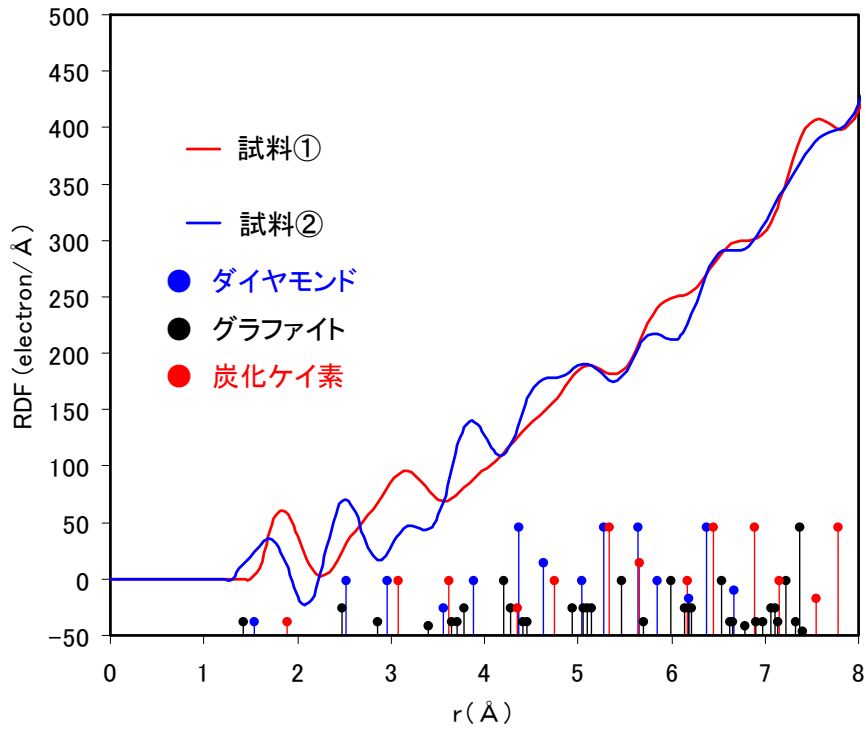


図 1 DLC の面内スペクトルから得られた動径分布関数

【謝辞】

GIXS 測定にご協力いただいた廣沢一郎氏、小金澤智之氏、Igor のマクロをご提供いただいた佐藤真直氏に感謝いたします。