

微小角入射 X 線小角散乱 (GISAXS) による
アモルファス炭素膜の構造解析
**Structural Analysis of amorphous carbon films by grazing
incidence small angle X-ray scattering**

伊関 崇, 山口 聡, 太田慎吾, 森 広行, 中西和之

Takashi Iseki, Satoshi Yamaguchi, Shingo Ohta, Hiroyuki Mori, Kazuyuki Nakanishi

(株) 豊田中央研究所

Toyota Central R&D Labs, Inc.

組成の異なるアモルファス炭素膜を BL46XU において、小角 X 線散乱に供した。粉末状の試料は散乱体サイズが異なる 2 成分が存在することがわかった。また、微小角入射条件で金属基板上の炭素薄膜の小角散乱測定を行ったところ、粉末試料と類似したスペクトルが得られた。

キーワード： 微小角入射 X 線散乱、アモルファス炭素膜

背景と研究目的：

アモルファス炭素膜の機械・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。一昨年度、戦略活用プログラム (2006B0193) において微小角入射 X 線散乱 (GIXS) 測定を行い、基材を含まない炭素膜固有の散乱スペクトルがはじめて得られた。広角領域のスペクトルから動径分布関数を算出し、炭素膜の中距離秩序性について明らかにした。これまで、小角領域については、十分検討が行えておらず、粒子や空孔などの散乱体半径を求めるには至っていない。本実験では、アモルファス炭素膜における散乱体 (粒子、空孔など) の半径を求めることを目的に、組成の異なる炭素膜の小角 X 線散乱 (SAXS) 測定を行った。

実験：

SAXS 測定には、水素量の異なる以下のアモルファス炭素膜を用いた。

①試料 A (粉末状、薄膜状、H: 24 at%)、②試料 B (粉末状、H: 17 at%)、③試料 C (粉末状、H: 15 at%)

薄膜試料の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 LiF アナライザ

結晶を通してシンチレーションカウンターで検出し、検出器は膜の面内方向を $2\theta:0.07\sim 3.07^\circ$ の範囲で走査した。粉末試料は $\Phi 0.7\text{mm}$ のガラスキャピラリーに充填し、透過法で行った。X線のエネルギーと走査範囲は薄膜と同条件とした。

結果および考察：

図 1 のように、いずれの試料も右下がりのスペクトルを示し、散乱体を球状と仮定した場合、その半径が $0.2\sim 0.4\text{nm}$ (分散度: $13\sim 35\%$)、および、 $19\sim 29\text{nm}$ (分散度: $18\sim 30\%$) の 2 成分あることがわかった。粉末試料では水素量の多い試料ほど、 0.5nm 以下の散乱体の半径が小さくなり、 10nm 以上の散乱体半径は大きくなる傾向にあった。

薄膜試料の SAXS スペクトル(面内: 図 2)も粉末のスペクトルと同様、右下がりの形状を示し、薄膜のみのスペクトルが高感度で得られた。 0.5nm 以下の散乱体半径はいずれも 0.2nm 程度となり、近い値を示した。

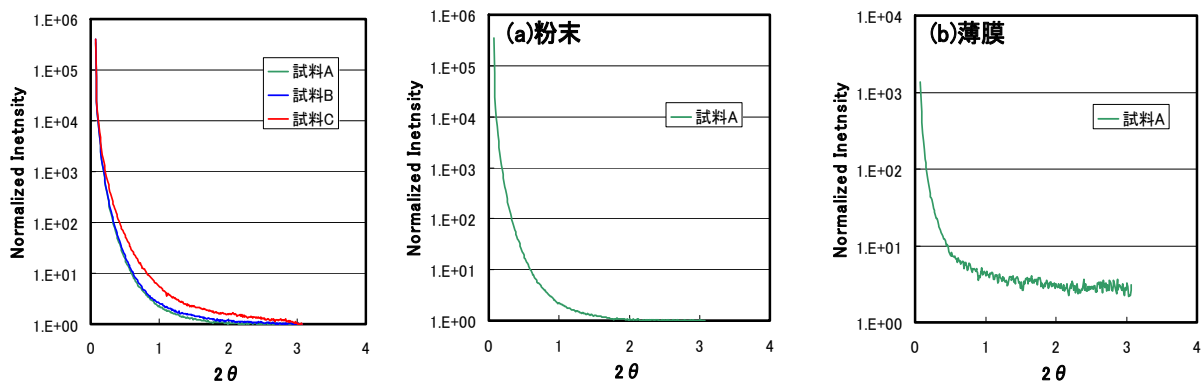


図 1 粉末試料の SAXS スペクトル 図 2 試料 A((a)粉末、(b)薄膜)の SAXS スペクトル

今後の課題：

散乱体のサイズなどは得られたが、散乱体が何かは十分わかっていない。 0.5nm 以下の散乱体は sp^2 クラスターの可能性もあるが、今後、TEM などと併せて、明らかにしていく。今回、散乱体を球体と仮定して計算を行ったが、実際は柱状モデルなどいくつかのケースを試す必要があり、今後検討を行う。薄膜の面外スペクトルも得られたが、解析が困難な状況であり、低角度でのバックグラウンド補正等、今後、解析法自体も検討していく必要がある。