

光電子分光法の深さ方向分析用 帯電液滴衝撃エッチング装置の開発

育成研究：JSTイノベーションサテライト静岡 平成18年度採択課題
「光電子分光法の深さ方向分析用帯電液滴衝撃エッチング装置」

代表研究者：山梨大学・クリーンエネルギー研究センター
特任教授 平岡 賢三



研究概要

有機材料(有機EL材料、高分子フィルム)や半導体材料などの光電子分光法深さ方向分析あるいは表面クリーニングにおいて、従来の希ガス単原子イオン(一般にはArイオン)エッチングでは試料の表面に損傷が発生してしまうため、試料表面をナノレベルで損傷無くエッチングできる光電子分光法の深さ方向分析用帯電液滴エッチング(Electrospray Droplet Impact: EDI)装置を開発する。

研究内容、研究成果

EDI エッチング法の原理

代表研究者は大気圧エレクトロスプレー法を用いて巨大水滴(帯電液滴)イオンクラスターイオンを発生させ、このクラスターイオンで各種材料表面を衝撃する方法を開発した。図1に帯電液滴衝撃におけるエッチング過程を示す。帯電液滴は固体の音速の約5倍の速度(12km/s)で表面に超音速衝突する。衝突時に界面に発生する超高圧によって界面近傍の材料が電子励起され、原子・分子レベルでエッチングされると同時に、衝突エネルギーの大半が衝撃波として試料と液滴に散逸する。その結果、表面に大きな破壊(損傷)は起こらずにナノレベルでのエッチングが行われる。図2に本プロジェクトで開発した光電子分光法(XPS)の深さ方向分析用帯電液滴衝撃エッチング装置を示す。EDI エッチングによる表面荒れの軽減

化合物半導体のInP(111)(初期表面粗さ:0.8nm)を従来型のArイオンエッチング法と本EDIエッチング法でエッチングした後のAFM像を図3に示す。Arイオンエッチングの場合はエッチングコーンの生成が顕著に観測され、表面粗さは16.7nmに増大した。一方、EDIエッチングではエッチングコーンは発生せず、表面粗さの変化も0.8nmから1.2nmとわずかである。その結果、EDIエッチング法は表面荒れが非常に小さいエッチング方法であることが示された。

EDI エッチングによる化学結合の損傷の軽減

図4,5にArイオンエッチング法およびEDIエッチング法によるPETフィルムのXPS深さ方向分析例を示す。図はPETフィルムのC1s、O1s光電子スペクトルの照射時間依存性を測定したものである。図4では、Arイオン照射によりPETの化学状態が変化(結合の切断と脱酸素)し、PET表面に分解生成物(グラファイト様の炭化物)が堆積している。一方、図5は、各元素の光電子ピーク形状が変化していないので、帯電液滴衝撃後も試料表面の化学結合状態に変化がないことを示している。このように、本EDIエッチング法を用いれば、有機・無機材料に対して試料表面に損傷を与えずに、原子・分子レベルでの表面クリーニング及び深さ方向分析が可能である。

今後の展開、将来の展望

本プロジェクトで開発したEDI銃は既存のEDI/SIMSのEDI銃の性能を大幅に向上させたもので、イオンビーム径の微小化、イオンビームの走査機能、差動排気特性の向上などが改良され、XPS搭載型である。EDI銃の性能はその原理から競合機器にはない特性を有するため、SIMS、AESなどの各種表面分析機器への搭載が期待される。今後、装置を小型化し、各種表面分析機器に組み込むための改良を行えば、既存の機器への搭載も可能となり、EDI銃の応用範囲が拡大できる。さらに表面クリーニングなどを目的とした材料加工機器へも適用できるイオンエッチング装置に改良する。今後これらを通して、エレクトロスプレーをコア技術とするイオンビーム応用製品を、極精細イオンエッチング関連製品に展開し、研究成果の応用分野を拡大する。

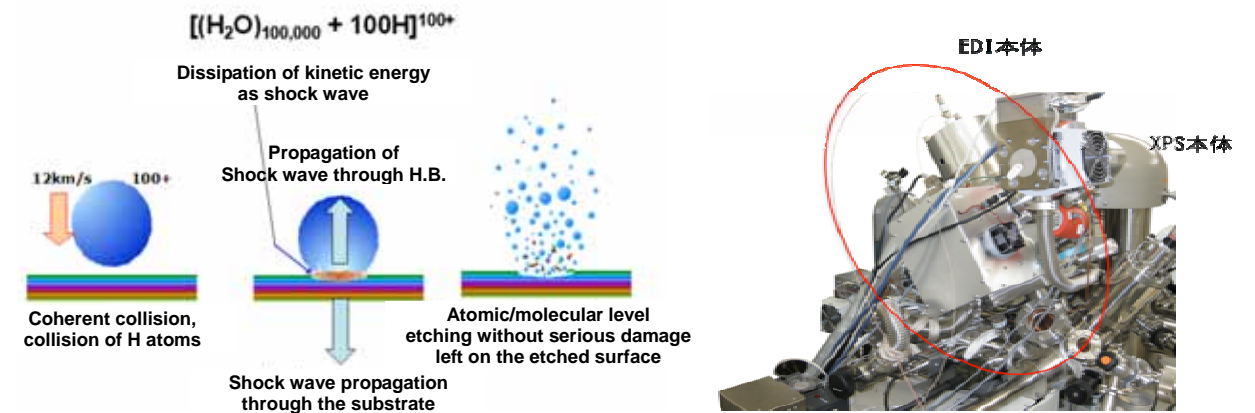


図1：巨大水滴(帯電液滴)衝撃におけるエッチング過程

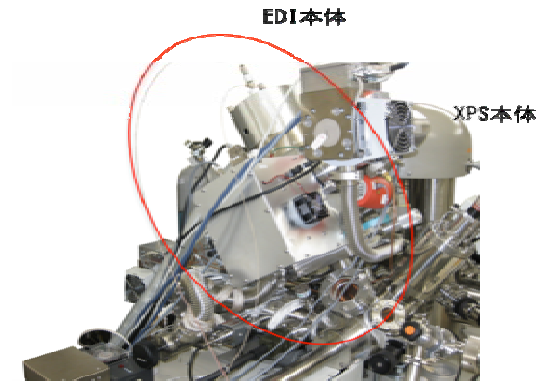


図2：光電子分光法の深さ方向分析用帯電液滴衝撃エッチング装置

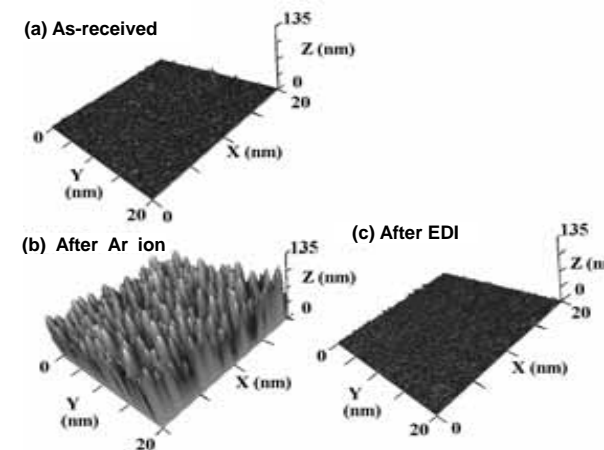


図3：InP 試料表面のAFM像
(a) 初期(表面粗さ:0.8nm)
(b) Arイオンエッチング後(表面粗さ16.7nm)
(c) EDIエッチング後(表面粗さ1.2nm)

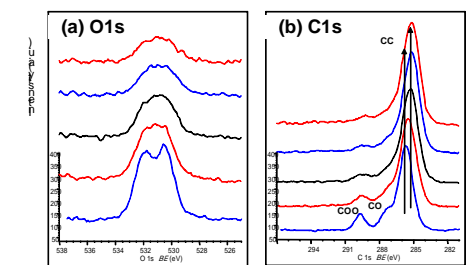


図4：ArエッチングによるPETフィルムのXPS深さ方向分析
(a)O1sピークの照射時間による変化
(b)C1sピークの照射時間による変化

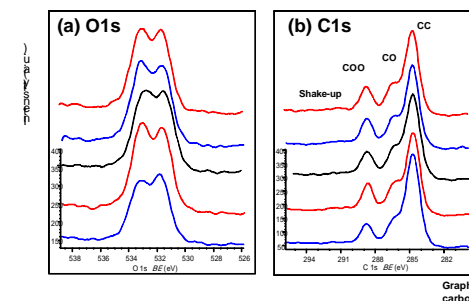


図5：EDIエッチングによるPETフィルムのXPS深さ方向分析
(a)O1sピークの照射時間による変化
(b)C1sピークの照射時間による変化

研究体制

代表研究者

山梨大学クリーンエネルギー研究センター 特任教授 平岡 賢三

研究者

境 悠治 (JSTイノベーションサテライト静岡)
飯島 善時 (日本電子株式会社) 田村 淳 (日本電子株式会社)

共同研究機関

日本電子株式会社

研究期間

平成19年1月 ~ 平成21年9月