

[研究論文]

バックスパッタによる微細針状 ダイヤモンド電極の表面形状と二次電子放出特性

比嘉司¹・小野志門²・三栖貴行³・後藤みき⁴・荒井俊彦⁴

1 博士前期課程電気電子工学専攻

2 博士前期課程電気電子工学専攻 (現・玉川電気株式会社)

3 ホームエレクトロニクス開発学科

4 電気電子情報工学科

Surface morphology and secondary electron emission property of micro-needle structured diamond electrode fabricated by back sputtering.

Tsukasa HIGA¹, Shimon ONO², Takayuki MISU³, Miki GOTO and Toshihiko ARAI⁴

Abstract

The roughness of diamond surfaces were formed using O₂ gas in a reactive ion etching (RIE) system. The electrode materials were used stainless steel (SUS) and MgO sintered ceramic. The diamond samples to be etched are positioned on the power electrode. After etching the diamond samples with O₂ plasma, the roughness of diamond surfaces were observed with atomic force microscope (AFM). The breakdown voltages of diamond electrodes were measured under various Ne pressure with a V-Q Lissajous method. The micro-needle array on the diamond surface was fabricated at MgO electrode. The secondary electron emission coefficient in the case of MgO electrode is about two times higher than those in the case of SUS electrode.

Keywords: secondary electron emission, diamond electrode, micro-needle array, V-Q Lissajous, MgO, breakdown voltage

1. まえがき

近年、液晶ディスプレイ (LCD) の需要や大型化に伴い、バックライト用光源として用いられている細管 (内径 2-5mm) 冷陰極蛍光ランプ (CCFL) の低消費電力化、長寿命化が望まれている。

ダイヤモンドは負性電子親和力を示すことから高い電子放出効率が生じ^{1,2)}、高効率な冷陰極材料としての可能性がある。その他、低環境負荷な材料、優れた熱伝導性やワイドバンドギャップといった高いポテンシャルを有し、半導体や電極材料として様々な研究が行われている。我々は低電圧駆動冷陰極蛍光ランプを実現させるため、ダイヤモンドを応用した電極の研究を行っている。

これまでの研究でダイヤモンド電極表面の粗さと放電特性との関係から、駆動電圧低減の手がかりを得た³⁾。

そこで、高スパッタ耐性、高二次電子放出材料である MgO を用いて、バックスパッタによるマイクロマスク形成とエッチングを同時に行い、表面に高アスペクト比の微細針状表面構造が形成できれば、さらなる駆動電圧の低減化が可能と予想した。

本研究では、RIE 装置のカソード電極に MgO、ステンレス (SUS) を使用して酸素エッチングによる微細針状表面ダイヤモンド基板電極を作製し、それぞれの表面形状と二次電子放出係数 (γ 値) の関係を検討したので報告する。

2. 実験方法及び評価方法

ダイヤモンドサンプル電極として、研磨 CVD 多結晶ダイヤモンド (ノンドープ、10mm×10mm×0.2mm) を用いた。Fig.1 は、ダイヤモンドの表面処理を行った平行平板容量結合型反応性イオンエッチング (RIE) 装置概略図を

示す。ここで Fig.2 に示すように、RIE 装置のカソード電極に SUS 電極と MgO 焼結体を置いた MgO 電極の 2 種類の電極を用いて、その上にダイヤモンド基板を置いて表面処理を行った。エッチング条件として、電極間距離 20mm, O₂ ガス流量 20sccm, O₂ ガス圧力 10Pa, 放電時間 2 時間でダイヤモンド基板のエッチングを行った。それぞれ作製したサンプル基板表面形状の評価として、表面粗さを原子間力顕微鏡 (AFM), 表面の成分分析として X 線光電子分光装置 (XPS) を用いて検討した。

次に、作製したダイヤモンドサンプル基板の放電評価として、Fig.3 に示す放電開始電圧測定装置を用いた。ダイヤモンドサンプル電極はスペーサおよび開口部を有する石英製カバーを用いて、2mm のギャップで対向できるようにしてある。その裏面にはサンプル電極と同じ面積の金電極を設置した。この金電極はチャンバー外部から挿入されるコンタクトスプリング付き電極と接触し、サンプル電極間に放電用 AC 正弦波高電圧が印加されるようになっている。

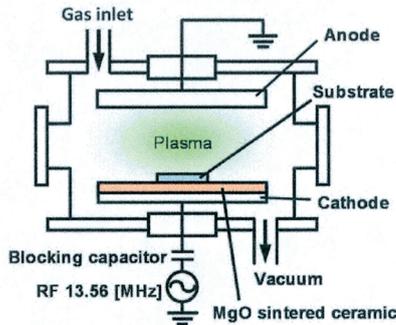


Fig. 1 Schematic diagram of the reactive ion etching system.

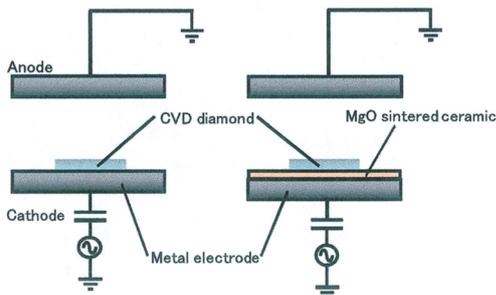


Fig. 2 Electrode construction.

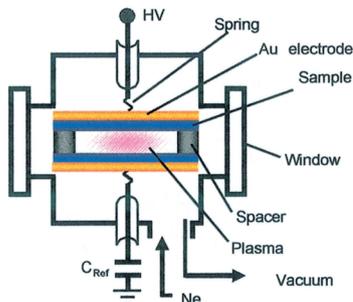


Fig. 3 Experimental set-up used for breakdown voltage measurement.

封入ガスは Ne を使用した。放電開始電圧の測定は容量性負荷の場合、誘電体の壁付近に壁電荷が蓄積され、これにより壁電圧が生じる。したがって VQ リサージュ図形法が用いられる²⁻⁴⁾。

Fig.4 は放電部の等価回路を示す。サンプル間の放電と直列に既知のコンデンサ C_{Ref} を接続し、その両端の電位差 V_R を測定することによって壁電圧を知ることができる。 V_a は電源電圧を示す。

Fig.5 は放電開始電圧を決定するための、VQ リサージュ概略図を示す。図形から放電開始するときの電圧 V_s と C_{Ref} の端子電圧 V_R を求めることが出来る。壁電荷を考慮した放電開始電圧 V_B は、式 (1) で与えられる。

$$V_B = \frac{C_{diel}}{2C_{gap} + C_{diel}} \cdot V_s + \frac{C_{Ref}}{C_{diel}} \cdot V_R \quad (1)$$

ここで C_{diel} はサンプルの誘電体容量で、 C_{gap} は放電ギャップの容量である。

ダイヤモンドサンプル電極は、真空中 200°C で 1 時間加熱した。その後、ダイヤモンドサンプル基板をオープン放電セル内に設置し、Ne ガス圧力 375Torr, 励起周波数 30kHz の正弦波でプラズマ放電を 3 時間行った。プラズマによるクリーニング処理後、励起周波数 5kHz の正弦波を使用して放電開始電圧の測定を行った。放電開始電圧のパッシェン曲線を得るために電極間距離を一定にして、ガス圧力を変化させて測定を行った。

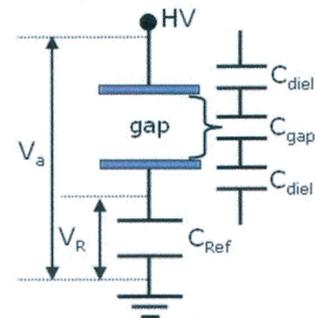


Fig. 4 Equivalent circuit of discharge.

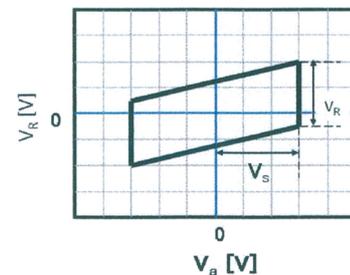


Fig. 5 Lissajous figure for determining the breakdown voltage.

3. 実験結果と考察

Fig.6 は SUS カソード電極でエッチングしたときと MgO カソード電極でエッチングしたときのダイヤモンド表面形状の AFM 像を示す. 表面の粗さを示す Rms 値が, SUS カソード電極でエッチングしたダイヤモンド基板より, MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンド基板のほうが高い値となり, 高アスペクト比になった. そこで, MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンド基板表面に XPS による表面分析を行うと, 表 1 のような結果が得られ, MgO が確認された.

容量結合型 RF 放電プラズマで MgO を用いた電極のプラズマ密度は金属電極のものより高密度プラズマが得られると報告されている⁵⁾. このことから, カソード電極に MgO 焼結体を用いると, SUS カソード電極より高密度プラズマになり, MgO 粒子のバックスパッタで再付着する確率が高まる. したがって, ダイヤモンド表面上に MgO 粒子のマイクロマスクを形成し, 選択的にエッチングされたため高アスペクト比になったとみられる.

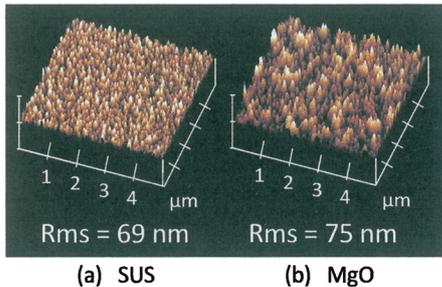


Fig. 6 AFM images of diamond surface etched by using (a) SUS and (b) MgO electrodes.

Table 1 XPS analysis of the diamond surface.

Mg	O	C
21.6%	38.1%	40.3%

次に, SUS カソード電極および MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンド基板をサンプル電極として用いて放電評価を行った.

Fig.7 は一例として, SUS カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル電極を用いて, Ne ガス圧力 10Torr, 励起周波数 5kHz の条件でのリサージュ図形を示す.

Fig.8 は VQ リサージュ図形法を用いて, SUS カソード電極および MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル基板の放電開始電圧と pd 値との関係を示す. どちらも放電開始電圧はパッシェン曲線となり, $pd = 5 \text{ Torr} \cdot \text{cm}$ で最小値となった. MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル電極の放電開始電圧は SUS カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル電極に比べて約 25%減少した.

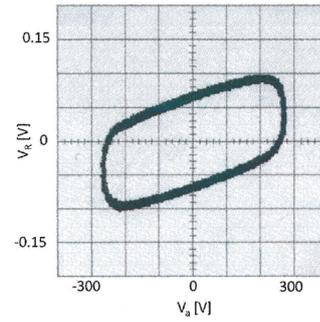


Fig. 7 Lissajous figure of diamond sample electrode.

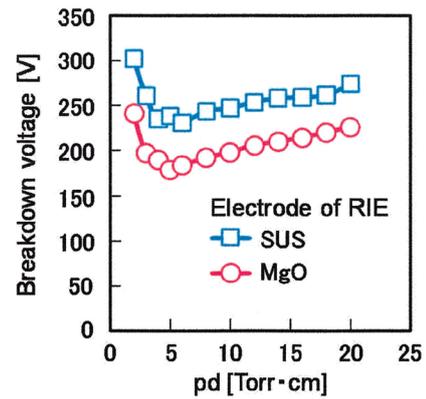


Fig. 8 Breakdown voltage as a function of pd of diamond etched using SUS and MgO electrodes.

Fig.8 に示した放電開始電圧 V_B と pd (ガス圧力×電極間距離) 値の結果から, ダイヤモンドサンプル電極の二次電子放出係数 (γ 値) を求めることができる. まず, 放電開始電圧 V_B と pd (ガス圧力×電極間距離) 値は, 式 (2) の関係から換算電界 (E/p) を求める. 次に, Fig.9 に示された Ne ガスにおける α/p と E/p の関係⁶⁾ からタウンゼントの第一係数 (α/p) を決定する. 二次電子放出係数はタウンゼント火花条件式を変形した式 (3) で与えられる. そこで, 換算電界 (E/p) とタウンゼントの第一係数 (α/p) のそれぞれの値を式 (3) に代入し, 二次電子放出係数 (γ 値) を算出した.

$$\frac{E}{p} = \frac{V_B}{pd} \quad (2)$$

$$\gamma = \frac{1}{e^{\alpha/p \cdot (pd)} - 1} \quad (3)$$

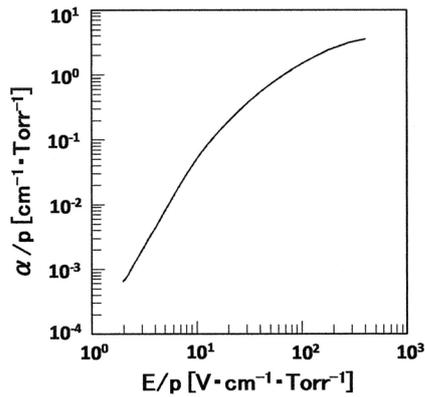


Fig. 9 Relation between α/p and E/p in Ne gas.

Fig.10 は, Fig.8 の放電開始電圧の測定値から得られた二次電子放出係数 (γ) と換算電界 (E/p) の関係を示す。換算電界 (E/p) が $20 \text{ V} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{Torr}^{-1}$ のとき, SUS カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル電極の γ 値は約 0.1 の値が得られ, MgO カソード電極でエッチングしたダイヤモンドサンプル電極の γ 値では約 0.2 の値が得られた。

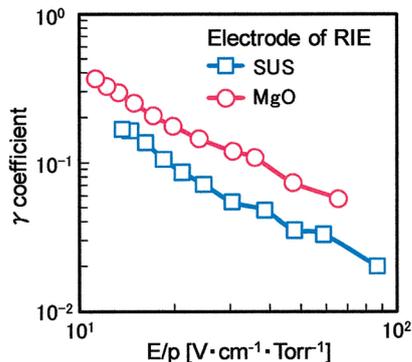


Fig. 10 γ coefficient as a function of E/p of diamond etched using SUS and MgO electrodes.

ダイヤモンドサンプル電極を MgO カソード電極でエッチングすると, SUS カソード電極でエッチングしたものより放電開始電圧は低下し, 二次電子放出係数 (γ) 値は約 2 倍増加した。この理由としてダイヤモンドサンプル電極表面に微細針状表面構造が形成されていることから以下のように考えられる。

針状構造になることで表面積が増加する。さらに, 針状突起の先端では陰極降下電圧の強電界によりイオンがより多く生成される。これらの要因で電極へのイオン衝突割合が増加し, 二次電子放出係数 γ の値が高くなる。二次電子放出係数 γ が高くなることで, 放電開始電圧が低下するとみられる。

4. 結論

より微細な針状表面構造のダイヤモンド基板電極を得るため, RIE 装置のカソード電極を変えてダイヤモンド基板のエッチング処理を行い, 表面形状と電極として用いた場合の Ne ガス中における放電特性を比較検討した。

MgO カソード電極によるエッチングを行った場合, 以下の結果が得られた。

- (1) バックスパッタによりダイヤモンドの表面には MgO が堆積することを確認した。
- (2) ダイヤモンド基板表面は SUS カソード電極でエッチングしたダイヤモンド基板より微細針状表面構造が形成される。
- (3) ダイヤモンド基板電極の γ 値は SUS カソード電極でエッチングしたものより約 2 倍増加する。

参考文献

- (1) H. D. Hagstrum : Phys. Rev. 122, 83 (1961).
- (2) P. K. Bachmann, V. V. Elsbergen, D. U. Wiechert, G. Zhong and J. Robertson : Diamond Relat. Mater. 10, 809 (2001).
- (3) T. Misu, M. Sugimoto, M. Goto and T. Arai : J. Light & Vis. Env. 31, 123 (2007).
- (4) T. Tamida, A. Iwata and M. Tanaka : Tech. Meeting on EL Discharge (IEEEJ), ED 96-274, 113 (1996).
- (5) Y. Ohtsu and H. Fujita : Appl. Phys. Lett., 85, 4875 (2004).
- (6) A. A. Kruthof : Physica 7, 519 (1940).