

(様式 2)

## 学位論文の概要及び要旨

氏 名 入 江 善 博 印

### 題 目 XPS法によるAlとCu金属及び酸化物の表面・界面に関する基礎研究

#### 学位論文の概要及び要旨

本研究では、“アルミニウム金属と銅金属は喧嘩する”という命題をAlとCu金属間の界面の問題として捉え、以下の研究を行った。

CuとAl金属をAl金属とSiO<sub>2</sub>/Si基板上にスパッタすることによってCu/AlとAl/SiO<sub>2</sub>/Si試料を作製し、Cu薄膜とAl金属の界面やAl薄膜とSiO<sub>2</sub>/Si基板の界面をXPS法によって明らかにした。これらの結果から、Cu金属Cu/Al試料において酸化されており、Cu<sup>+</sup>やCu<sup>2+</sup>に変えられたことがわかった。同時に、スパッタ法によって堆積されたCu薄膜は、冷間圧延法によって作製されたAl金属よりも酸化されやすいことが考えられ、Al/SiO<sub>2</sub>/Si 試料のXPS結果は、Al薄膜とSiO<sub>2</sub>の間の界面に酸素還元したAl<sub>2</sub>O<sub>3-x</sub>の存在を示している。

冷間圧延法で作製されたAl金属基板表面(非研磨・研磨)上にCu金属薄膜をスパッタ法で約10 Åを堆積してCu/Al試料を作製し、大気中研磨した試料の表面形態、表面凹凸や化学状態分析結果は研磨無しの(as-prepared)試料の結果と比較され、以下のことを明らかにした。

(1) Al 金属基板の大気中での研磨有無のみが異なる Cu/Al 試料は Cu 薄膜の堆積時間が同じで作製された。故に、試料構造は全く同じである。走査型電子顕微鏡写真では研磨が表面形態に及ぼす影響はほとんどなかったが、原子間力顕微鏡観察の結果では研磨が表面凹凸に関するパラメータや表面形態に影響を与えることが明らかになった。

(2) Cu/Al 試料の最表面からの深さ方向組成分析結果から、Cu/Al 試料の界面には不純物酸素による Al や Cu などの金属酸化膜 CuO<sub>x</sub> や Al<sub>2</sub>O<sub>3-x</sub> が存在していることがわかった。酸化物は主に Al<sub>2</sub>O<sub>3-x</sub> であり、大気中での研磨によって除去されることがわかった。

(3) 研磨無しと有りの Al 金属基板上への 10 Å の Cu 金属薄膜の堆積は、Al 金属の最表面における構成元素の化学結合状態を明らかにするのに有効である。これは、観測したい試料表面が Cu 金属薄膜でカバーされており、大気中での暴露による表面の劣化が抑制されること、及び Cu 金属薄膜上における不純物酸素や炭素による汚染は Ar<sup>+</sup>エッチングによって除去されるが、Cu 金属薄膜なので選択スパッタ効果(質量の違いなどによるエッチング効果の違い)は構成元素の化学結合状態に全く影響を与えない。また、Cu 薄膜は劣化されたかもしれない Al 金属基板表面をあるがままに保存することができるので、その劣化表面をより正確に化学分析することができる。この分析方法は酸化物や真空中で作製した薄膜のより高精度の表面分析に有効であると考えられる。

(4) 大気中研磨の効果について構成元素の化学結合状態分析から得られた結論を述べる。Al 金属は Cu 金属よりも酸素と容易に結合する。研磨した Al 金属基板を用いた Cu/Al 試料では短い Ar<sup>+</sup>エッチング時間(0.5 分間)にも関わらず、Al 金属からの Al-2p, 3/2, 1/2 による XPS ピークが明確に観測された。同時に、作製したままの(研磨無)Al 金属基板を用いた Cu/Al 試料では 1.5 分間の Al<sup>+</sup>エッチング時間にも関わらず Al 金属からの XPS ピークは観測されなかった。この違いは、Cu/Al 試料の構造ではなく、界面の形態か界面に存在する Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> に関係していると考えられる。しかしながら、界面の形態は深さ方向の組成に関係するが、化学結合状態分析結果には影響を与えないように思われる。したがって、深さ方向の組成分析や構成元素の化学結合状態分析結果から、大気中で研磨することによって Al 金属表面の劣化層である Al<sub>2</sub>O<sub>3-x</sub> 酸化膜が除去されて、より清浄表面が得られることを示している。