

# 九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号:2012128F |

B L 番号: BL12

(様式第5号)

機械工学応用を志向したダイヤモンドライクカーボン膜の化学構造解析 Chemical structure analysis of diamond-like carbon films for mechanical application

> 鷹林 将 <sup>1</sup>、太田 順一郎 <sup>1</sup>、佐藤 三郎 <sup>1</sup>、藤井 勝志 <sup>2</sup> Susumu Takabayashi <sup>1</sup>, Jun-ichiro Ohta <sup>1</sup>, Saburo Sato <sup>1</sup>, Katsushi Fujii <sup>2</sup>

有明工業高等専門学校<sup>1</sup>、株式会社アヤボセンタン研<sup>2</sup> National Institute of Technology, Ariake Campus<sup>1</sup>, Ayabo Sentan Institute Inc.<sup>2</sup>

- ※1 先端創生利用(長期タイプ)課題は、実施課題名の末尾に期を表す(I)、(II)、(II)、(II) を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開 {論文(査読付)の発表又は研究センターの研究成果公報で公表}が必要です (トライアル利用を除く)。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください(各実験参加機関より1人以上)。

# 1. 概要 (注:結論を含めて下さい)

アモルファス炭素材料であるダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜の軟 X 線光電子分光を行った。Clsスペクトル形状の超高真空アニール温処理依存性を調べることにより、その化学構造解析を試みた。

### (English)

Soft x-ray photoelectron spectroscopy of diamond-like carbon (DLC) films were performed. To clarify the chemical structure, we investigated the dependence of the spectrum line-shape on the ultra-high vacuum annealing.

#### 2. 背景と目的

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)は  $sp^2$  炭素、 $sp^3$  炭素、および水素からなるアモルファス性の炭素材料である。その化学的不活性、誘電性、平滑性、ならびに生体適合性により、機械材料、電気材料、ならびに医療材料と幅広く活用されている。しかしながら、その化学構造に関しては未だ不明確で、個々の応用に適した DLC を作り上げるには、経験に多くを依存している。

我々は本施設において、軟 X 線光電子分光法を用いて DLC の化学構造解析を行った。我々は既に、真空アニールすることにより DLC から水素が脱離するなどの挙動が観測され、化学構造が変化することを報告している。そのため特に DLC 化学構造の熱変化を比較検討することにより、DLC の化学構造を明らかにしていく。

### 3. 実験内容(試料、実験方法、解析方法の説明)

DLC試料は、グラファイトをターゲットとしたアーク法を用いて作製した。実験には、試料を任意の温度で30分間真空アニールしたものを用いた。アニール終了後大気曝露せずに自然冷却し、超高真空状態を維持したまま光電子分光を行った。測定はBL12で行い、入射エネルギーは620 eVとした。C 1sの他にO 1sスペクトルも測定し、表面官能基や汚染の状況もモニターした。結合エネルギー軸は都度、Au板のAu 4f1/2スペクトル(84.0 eV)で較正した。

#### 4. 実験結果と考察

図 1(a)に、得られた C 1s スペクトルの真空アニール温度依存性を示す。バックグラウンドは Shirley 法で除去した。スペクトル位置は、真空アニール処理温度に依存していることがわかる。結合エネルギーが 286.4 eV 付近の裾、285.6 eV 付近のピーク、および 284.2 eV 付近の肩が変化していることが分かる。単純にスペクトルを平行移動させても、各スペクトルは重なり合わないことが見て取れる。

図 1(b)に、ピーク位置の温度依存性を示す。300℃から 600℃にかけて大きく変化している。我々は 別手法で成膜した DLC 試料に関して、この間の温度で水素が熱脱離し、化学構造がグラファイト化 し始めていることを報告している。今回の試料は、過去得られたスペクトル変化とは異なっているため、成膜法を踏まえた解析が必要である。

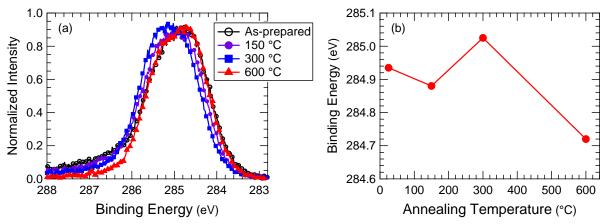


図 1. (a) DLC の C 1s スペクトルおよび(b) 同ピークの超高真空アニール温度処理依存性。

## 5. 今後の課題

我々は Doniach-Šunjić 関数を用いた成分解析を独自に行ってきている。今回得られた結果に同解析手法を適用し、本 DLC 試料の化学構造解析と成膜法の特徴を明らかにしていく。これにより、応用用途に応じた tailor-made の DLC の成膜が期待される。

### 6. 参考文献

**鷹林 将**, 高萩 隆行, "X 線光電子分光法によるダイヤモンドライクカーボン薄膜の表面化学構造解析", *J. Surf. Anal.*, **20**, 25–54 (2013).

他関連報告は、同参考文献内に列挙。

7. 論文発表・特許(注:本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

同上

**8. キーワード**(注: 試料及び実験方法を特定する用語を2~3)

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)、Doniach-Šunjić 関数

9. 研究成果公開について(注:※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末(2021年3月31日)となります。)

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告 (報告時期: 2022年3月)