

(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薄膜の化学構造解析
Chemical structure analysis of diamond-like carbon films for mechanical application

鷹林 将¹、太田 順一郎¹、佐藤 三郎¹、藤井 勝志²
Susumu Takabayashi¹, Jun-ichiro Ohta¹, Saburo Sato¹, Katsushi Fujii²

有明工業高等専門学校¹、株式会社アヤボセンタン研²
National Institute of Technology, Ariake College¹, Ayabo Sentan Institute Inc.²

- ※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）、（Ⅲ）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)薄膜の軟 X 線光電子分光を行った。C 1s 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。水素含有の有無の DLC 薄膜の結果を比較することにより、熱脱離水素が C 1s スペクトル形状に大きな影響を及ぼしていることが明らかとなった。

(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 C 1s spectrum line-shape on the ultra-high vacuum annealing. Comparing the C 1s spectra between hydrogen-contained DLC and hydrogen-free DLC films, it has been clarified that thermally-desorbed hydrogen affects their line-shapes significantly.

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 薄膜試料は、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。試料は水素含有の有無の違いによる2種類を用意した。光電子分光測定実験は、各試料を任意の温度で30分間真空アニールしたものをを用いた。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測定を行った。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 4f_{7/2} スペクトル(84.0 eV)で校正した。

なお本実験は、2021年2月に行った実験「課題番号: 2012128F」の継続である。

4. 実験結果と考察

図 1(a)に、水素なし DLC 薄膜の C 1s スペクトルの真空アニール温度依存性を示す。各スペクトルは、バックグラウンドを Shirley 法で除去した後に強度規格化した。図 1(b)には、水素含有 DLC 薄膜に関する同結果を示す。両図の比較から明らかなように、水素含有 DLC の方ではスペクトル位置が、アニール処理により明確にシフトしていることが分かる。

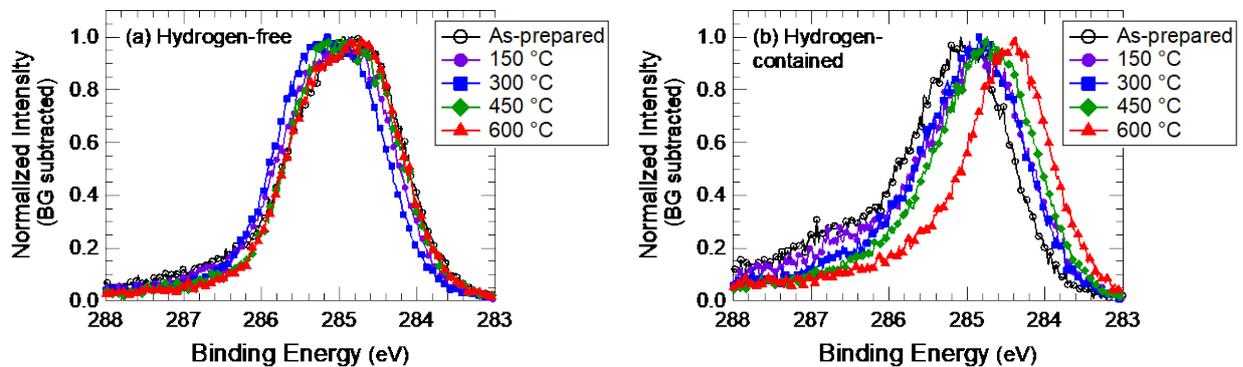


図 1. DLC 薄膜の C 1s スペクトルの真空アニール処理温度依存性: (a) 水素なし DLC 薄膜、(b) 水素含有 DLC 薄膜。

図 2 に、両 DLC 薄膜のスペクトルピーク位置の真空アニール温度依存性を示す。水素含有 DLC のシフト量が大きいことが分かる。過去の我々の研究により、このシフトは DLC 表面からの水素熱脱離によることが分かっている。その温度帯は 450~600°C であり、実際今回の水素含有 DLC の結果では、600°C アニール後の試料は大きくシフトしていることが分かる。また 286~287 eV で見受けられる小さな膨らみは、水酸基(C-O)やカルボニル基(C=O)などの表面炭素-酸素結合官能基に由来するものであるこの膨らみは 300°C アニール後には消失したことから、この温度でアニールすることで、クリーンな DLC 表面が得られていることが分かる。水素なし DLC 薄膜は、完全に水素を排除したのではなく、若干量の水素を含有しているために、小さなスペクトルシフトが生じたものと考えられる。

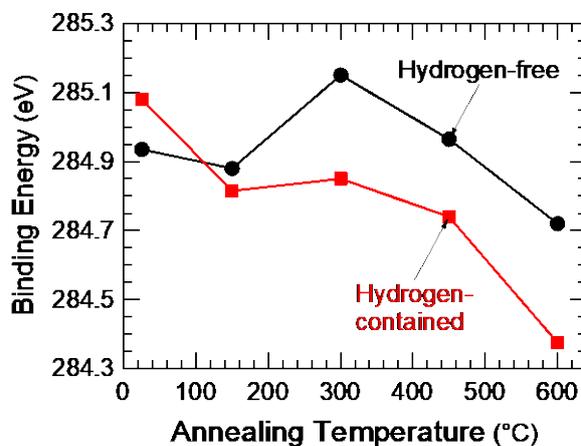


図 2. DLC 薄膜の C 1s スペクトルピーク位置の真空アニール温度依存性: ● 水素なし DLC、■ 水素含有 DLC。

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た。今回得られた結果に同解析手法を適用し、本 DLC 薄膜の化学構造解析と成薄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 の成薄膜が期待される。

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（2018年度実施課題は2020年度末が期限となります）。

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。

② 研究成果公報の原稿提出

（提出時期：2022年 10月）