



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：1912123T

BL番号：10

(様式第5号)

高分解能 X 線光電子分光による DLC の化学状態分析
Chemical States of Diamond Like Carbon Observed by Using High Resolution X-ray
Photoelectron Spectroscopy

著者 浅田裕介 ・共著者 清水皇 浅井英雄
Yusuke Asada Sumera Shimizu Hideo Asai

株式会社デンソー 材料技術部
DENSO CORPORATION Material Eng. R & D Div.

- ※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）

当社では、DLC の高機能化研究を進めている。

DLC の機能発現には、DLC の微細化学状態を制御する事が肝要である。本研究では、高輝度放射光を用いた高分解能 XPS により DLC の炭素化学結合状態を詳細観測し、DLC 成膜条件の最適化について検討する。本課題（トライアル利用）において、DLC の微細化学結合状態が分析可能な分析条件の検討を行うことが狙いである。

今回分析条件を検討した結果、DLC の微細化学結合状態（ sp^2 、 sp^3 など）が明確になる分析条件を見出すことができた。

(English)

Our company promote researches on highly functional DLC films.

Mechanical functions of DLC can be given by controlling its fine chemical states. In this research, C 1s bonding states in a DLC film are observed in detail by using High Resolution X-ray Photoelectron Spectroscopy (HR-XPS) with highly brilliant synchrotron radiation. Here, the result gives us an Optimal DLC formation condition. This trial use is aimed at examining XPS-experimental conditions for analyzing the fine chemical bonding states in DLC.

As a result, we could find out an analysis condition to distinguish the fine chemical bonding states of surface/bulk sp^2 , surface/bulk sp^3 and so on.

2. 背景と目的

当社では、2000年代から自動車向け摺動部品にDLCを採用しており、今後も他社との差別化を図るため、DLCの高機能化研究を進めていく予定である。

DLC膜は高硬度、低摩擦係数といった長所を有する反面、その低反応性から金属材料へのDLC成膜には金属炭化物中間層の形成が必要である。すなわち、DLC膜の機能発現には、DLC膜と共に、DLC/中間層界面の詳細化学状態を制御する事が肝要である。

本研究では、高輝度放射光を用いた高分解能XPSによりDLC膜およびDLC/中間層界面の炭素化学結合状態を詳細観測し、DLC成膜条件の最適化について検討する。

本課題（トライアル利用）において、DLCの微細化学結合状態が分析可能な分析条件の検討を行うことが狙いである。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

本課題（トライアル利用）にて、分析条件を検討し、表1の条件を選定した。分析サンプルは表2に示すサンプルを使用した。

表1.分析条件

Photon Energy [eV]	350,400
Pass Energy [eV]	50
Slit Width [mm]	0.2
Elements	C1s
Beam diameter [μm] \times [μm]	100 \times 500
Sample Temperature [K]	300

表2.分析サンプル

Sample	DLC
Sample diameter [mm]	$\phi 10$
Sample thickness [mm]	1
DLC thickness[nm]	10 \pm 5

4. 実験結果と考察

図1に表1に示す条件で測定したC1sのXPSスペクトルを示す。図2にフィッティング解析を行った結果を示す。図1,2より今回検討した条件でDLCの微細化学結合状態（ sp^2 , sp^3 など）が明確になると考える。

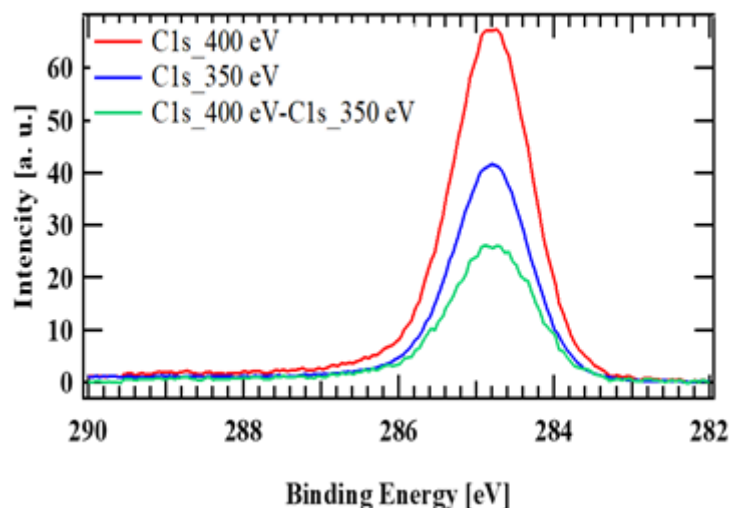


図1. C1s XPS スペクトル

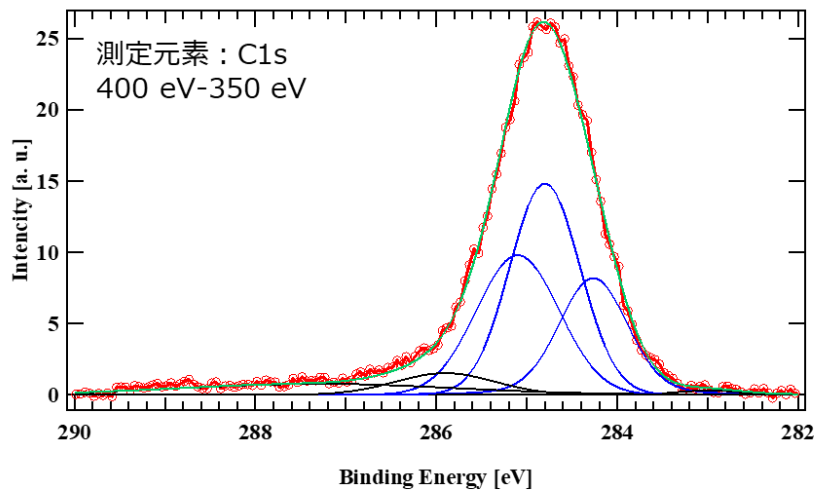


図 2. C1s XPS フィッティング結果

5. 今後の課題

さらなる高分解能化のために、サンプル温度は 80K~100K を目標とする。

6. 参考文献

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)

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)

DLC、C1s、高分解能 XPS

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。

① 論文(査読付)発表の報告	(報告時期：)	年	月)
② 研究成果公報の原稿提出	(提出時期：)	年	月)