



DLC薄膜中の sp^2, sp^3 結合の定量的評価

所属	ナノコート・ティーエス株式会社	ビームライン	BL05
利用者氏名	熊谷 泰	利用分野	産業分析
利用年度	2015年度	活用技術	X線吸収分光

利用成果の概要

DLC膜は高硬度・低摩擦係数・耐摩耗性に優れ、種々の製造業において、製品の生産コスト低減、信頼性向上のために様々な機械製品のコーティングに用いられている重要な産業素材であり、新規コーティング技術の開発が求められている。特に200°C以下のPVDコーティングは、母材の変形を起こさないため、需要が高いコーティング法である。当社で製膜した4種類のDLC膜について、定量的に $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比を求めるために、ニュースバルBL05Bにて、C K端NEXAFSを測定した。条件によって、 sp^3 リッチな膜と sp^2 リッチな膜が製膜できたことを科学的に証明することができた。

〈利用目的〉

DLC膜の構造は膜中に含まれる水素の含有率および sp^2 混成軌道(グラファイト構造)を持つ炭素原子と sp^3 混成軌道(ダイヤモンド構造)を持つ炭素原子の存在比— $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比—で現されることが知られている。DLC膜中炭素の $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比を評価する手法としては、Raman分光、XPS、EELSなどが知られているが、放射光を用いた炭素原子K端の吸収端近傍X線吸収微細構造(NEXAFS)が精度良い手法としてISO/TC107でも提案されている。そこで今回はこのC K端NEXAFS測定を行って、製膜条件の異なるDLC薄膜の局所構造について科学的知見を得て、膜特性の知見を得て、新規コーティング技術開発に有用であるかの判断を行う情報取得を目的とする。

〈実験方法〉

BL05BにおいてC K端NEXAFSを全電子収量法を用いて測定した。試料は導電性テープで試料ホルダーに固定し、試料に対する励起光の入射角度はマジックアングルとし、各試料に対して場所を変えて最低2回の測定を行った。

エネルギー軸較正は、標準試料であるHOPGの文献値で行った。また、同日に測定したHOPGのスペクトルを基準に $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比を算出した。

〈実験結果〉

添付図に各試料のC K端NEXAFSスペクトルを示す。285.4eVに現れる π^* ピークは1sから π^* への遷移に由来するピークであり、 sp^2 混成軌道を持つ炭素原子にしか現れない。したがって、このピークの強度が sp^2 混成軌道を持つ炭素の存在比を示している。したがって、このピーク強度が弱いDLC膜ほど sp^3 リッチな膜であり、高硬度であることが期待される。4種類の試験片に関して測定を行った結果、 π^* ピークの強度が異なり、 $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比が異なることがわかった。解析の結果、 sp^3 リッチな膜と sp^2 リッチな膜があることが定量的に示された。また、289eV付近にピークが観測されるが、これは膜表面の酸素によると推定され、酸素含有率も違いがあることが確認された。

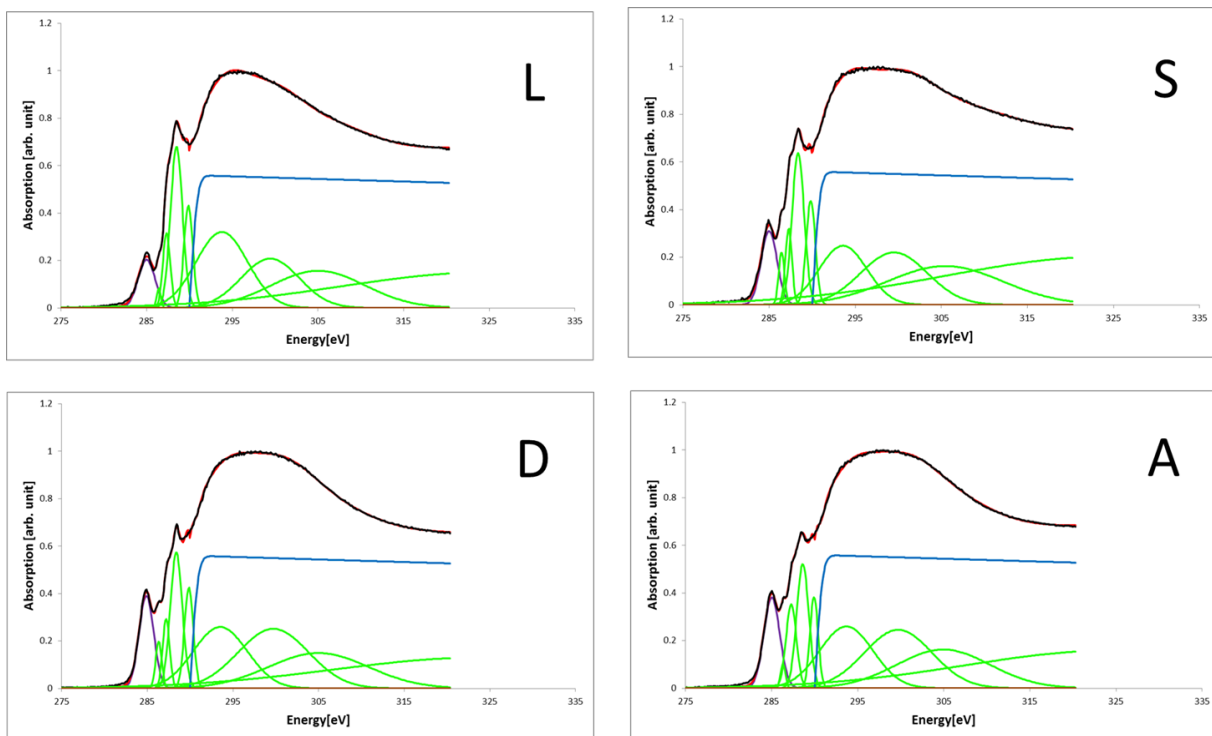
文部科学省 [先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業トライアルユース 成果報告]

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所 ニュースバル放射光施設

〈今後の見通し〉

今回の測定から、C K端NEXAFS測定によって、DLC膜中炭素の $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比を定量的に求めることができることがわかり、また製膜条件により、 $sp^2/(sp^2+sp^3)$ 比が異なることを明らかにできた。膜の物性などと比較・検討し、当社の提供するDLC膜の特性について説得力のある科学的根拠であることを示すことができれば、積極的に活用したい。

〈図面等〉



問い合わせ先

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所
ニュースバル放射光施設 共用促進室

〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都1-1-2
TEL : 0791-58-2543 FAX : 0791-58-2504
E-mail : kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp