



## 極低温で合成した DLC の化学結合状態評価

秋山 恒樹<sup>1</sup>, 佐藤 哲也<sup>1</sup>, 塩澤 佑一朗<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 山梨大学, <sup>2</sup> 山梨県産業技術センター

キーワード : 低温プラズマ成膜, フッ素含有 DLC, 放射光 XAFS

### 1. 背景と研究目的

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) は摺動性や耐摩耗性を付与する目的で様々な部品や素材の表面処理に利用されている。我々は水素含有 DLC およびフッ素含有 DLC (F-DLC) を極低温下で成膜する新しい成膜法を考案し<sup>[1]</sup>、各種分光法や構造等物性の評価を行ってきた<sup>[2]</sup>。膜質の成膜条件 (試料ガス種、放電ガス種(H<sub>2</sub>, He,Ar)、基板温度等) 依存性を系統的に調べ、水素およびフッ素の含有濃度と DLC 薄膜の硬度や基板との密着強度の相関等を明らかにしてきた<sup>[3]</sup>。本研究では、DLC を放射光 XAFS で測定し、sp<sup>2</sup>/(sp<sup>2</sup>+sp<sup>3</sup>)比などの化学結合状態をより詳細に評価することを目的とした。

### 2. 実験内容

クライオ冷凍機により 30K に冷却した Si 基板に CH<sub>4</sub> を真空蒸着しながら He-DC 放電生起による低速電子や He\* を照射し DLC を成膜した。同様に CF<sub>4</sub> を用いて F-DLC を堆積した。各試料をカーボンテープで試料ホルダーに固定して分析チェンバーに導入した。XAFS は、C-K 吸収端を全電子収量法 (TEY)、全蛍光収量法 (TFY) およびオージェ電子収量法 (AEY) により測定した。XPS は、ワイドレンジおよび C 1s を測定した。

### 3. 結果および考察

測定結果の一部を示す。Fig.1 は、(a) TEY または (b) TFY により測定した DLC およびフッ素含有 DLC の C-K 吸収端 XAFS スペクトルを示している。TEY は表面敏感で、TFY はバルク敏感な測定法である。各試料で 285~287 eV に C=C 結合などの π\* 遷移と帰属される 2 つのピークが明瞭に観測された<sup>[4]</sup>。また 295~300 eV の領域では、C-C 結合などの σ\* 遷移と帰属されるピークが複数存在すると考えられる<sup>[4]</sup>。TEY および TFY における両試料のスペクトルを比較すると、287~305 eV の形状が大きく異なっている。このことから両試料で表面および内部の sp<sup>2</sup>/(sp<sup>2</sup>+sp<sup>3</sup>)比が異なる可能性がある。F-DLC では、フッ素を含む化学結合の存在により XAFS スペクトルがより複雑と考えられ、XPS の結果や今後のさらなる分析とあわせて解析を検討していく必要がある。

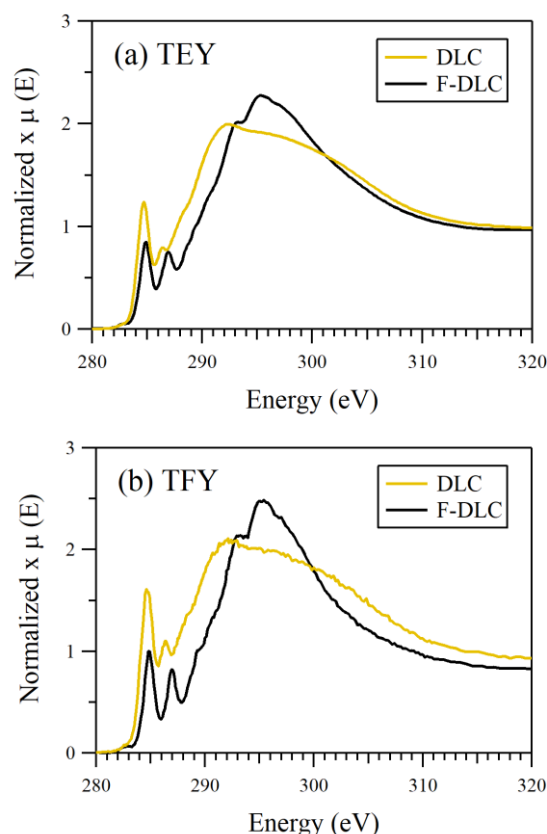


Fig.1 DLC およびフッ素含有 DLC の C-K 吸収端 XAFS スペクトル、測定法は (a) TEY および (b) TFY である

### 参考文献

1. 佐藤哲也、特許 第 5703516 号 (2011 年)
2. 三谷隼弘、上垣良信、佐藤哲也、第 65 回応用物理学会春季学術講演会 (2018).
3. 秋山恒樹、佐藤哲也、第 69 回応用物理学会春季学術講演会 25p-E104-15 (2022).
4. S. Tunnee *et al.*, *Journal of Applied Physics*, **120**, 195303 (2016).