

## X線光電子顕微鏡を用いた DLC 膜の摺動痕の観察

Observation of sliding mark on DLC film surface using X-ray photoemission electron microscopy

法月 奏太<sup>1</sup>, Sarayut Tunmee<sup>2</sup>, Chanan Euaruksakun<sup>2</sup>, Ukit Rittihong<sup>2</sup>, 富所 優志<sup>1</sup>,

Ratchadaporn Supruangnet<sup>2</sup>, 平田 祐樹<sup>1</sup>, 大竹 尚登<sup>1</sup>, 赤坂 大樹<sup>1</sup>

<sup>1</sup>東京工業大学, <sup>2</sup>Synchrotron Light Research Institute

Sota Norizuki<sup>1</sup>, Sarayut Tunmee<sup>2</sup>, Chanan Euaruksakun<sup>2</sup>, Ukit Rittihong<sup>2</sup>, Masashi Tomidokoro<sup>1</sup>,

Ratchadaporn Supruangnet<sup>2</sup>, Yuki Hirata<sup>1</sup>, Naoto Ohtake<sup>1</sup>, Hiroki Akasaka<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Tokyo Institute of Technology, <sup>2</sup>Synchrotron Light Research Institute

E-mail: akasaka@mech.titech.ac.jp

1. 緒言      ダイヤモンド状炭素(DLC)膜は  $sp^2$  及び  $sp^3$  結合性炭素と水素からなり、これらの構造により特性が変化する。この  $sp^2/sp^3$  比は吸収端近傍 X線吸収微細構造(NEXAFS)によって評価できる。一方、DLC膜はその高い硬さ値や低摩擦係数等から、機械部品の摺動部に多用されている。膜の摺動により、DLC膜の構造も局所的に変化していくと考えられるが、DLC膜の構造変化は巨視的に議論されてきており、局所的变化に関する知見は少ない。本研究は摺動による DLC膜の  $sp^2/sp^3$  比の局所的構造変化を捉える為、NEXAFS測定の際、試料面から放出される光電子の強度分布を観測できる X線光電子顕微鏡(X-PEEM)を用いて DLC膜の摺動痕内の  $sp^2/sp^3$  比の分布の評価を試みた。

2. 実験方法      パルスプラズマ化学気相析出(CVD)法により炭化水素から厚さ約  $1\ \mu\text{m}$  の DLC膜を Si(100)基板上に作製した。摺動試験は $\phi 6\ \text{mm}$  の SUJ2 ベアリング球と本試料の間で荷重  $1\ \text{N}$  で回転半径  $5\ \text{mm}$ 、速度  $400\ \text{rpm}$  でボールオンディスク試験法によって実施した。摺動試験後の表面をシンクロトロン光研究所(タイ)の BL3.2b に設置された X-PEEM 装置(Elmitec III)で観察した。最初に摺動痕を特定する為に、低エネルギー電子顕微鏡(LEEM)像に観察により、摺動痕の座標を確定させた。その後、この摺動痕に対して  $C_K$  端付近にあたる  $270\text{-}350\ \text{eV}$  の X線を  $0.2\ \text{eV}$  ステップで照射しながら、各光子エネルギーの X線照射時に試料表面から放出される光電子の強度分布を X-PEEM 像として得た。

3. 実験結果・考察      アセチレンから作製した膜の微小押し込み硬さ試験により得た DLC膜の硬さ値は  $11.9\ \text{GPa}$ 、ヤング率は  $75.4\ \text{GPa}$  であった。この膜の  $50,000$  回転の摺動試験後の  $284.6$  及び  $289.8\ \text{eV}$  の X線照射時の X-PEEM 像を示す。像の濃淡は、炭素の結合が分布している事を示す。摺動前は濃淡の無い、均一な X-PEEM 像であり、炭素の結合構造が摺動によって DLC膜の炭素の結合状態が局所的に変化している。摺動痕内には線状のコントラストが確認され、SUJ2 球の荷重分布により、この結合状態の分布が発生し、この分布が摺動時にボールが移動していった痕とし観察されたと考えられた。

4. 結言      摺動により、DLC膜中の炭素の均一な結合状態は、局所的に変化する事が示された。  
[謝辞] 本研究の一部は JSPS 科研費 17H03142 および 17KK0111 の助成を受けて実施した。

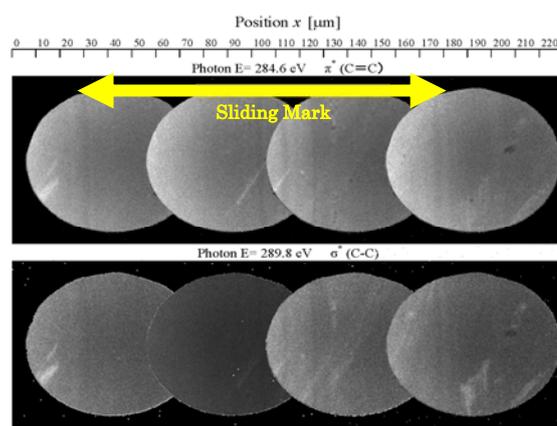


Fig. 1. X-PEEM images at 284.6 and 289.8 eV after test.