

X線散乱による非晶質炭素等の構造解析

Structure Analysis for Amorphous Carbon and other Amorphous Materials by X-ray Scattering

齋藤吉広, 飯原順次

Yoshihiro Saito, Junji Iihara

住友電気工業(株)解析技術研究センター

Sumitomo Electric Industries, LTD Analysis Technology Research Center

非晶質炭素中の二重結合と単結合の存在比(C=C/C-C 比)を、X線散乱測定により求める際の精度検証を目指し、分子構造が既知の有機溶媒試料を用いた X線散乱測定を試みた。試料には、C=C/C-C 比が異なる2種の溶媒を選んだ。X線エネルギー30keVでデバイシユラーカメラを用いて測定した結果、最大波数 175nm^{-1} までの散乱スペクトルが得られた。動径分布関数では、第一ピークの位置、及び、第二/第一ピークの面積比が各試料の分子構造を反映していることが確認された。

キーワード： 非晶質炭素、二重結合/単結合比、有機溶媒、X線散乱、動径分布関数

背景と研究目的：

非晶質炭素薄膜(=通称“ダイヤモンドライクカーボン、DLC”)は、高硬度/低摩擦という特長を有し、ハードディスクなどの被覆材に賞用されている。非晶質炭素には二重結合(C=C)と単結合(C-C)が混在するため、C=C/C-C 比は最も基本的かつ重要な構造指標である。C=C/C-C 比の定量分析は、X線または中性子散乱のスペクトルをフーリエ変換して求められる動径分布関数において、炭素-炭素ピークをフィッティングすることにより、原理的には可能である^[1]。

しかし、非晶質炭素には構造既知の標準試料が存在しないため、上記方法で得られた C=C/C-C 比がどの程度の精度を持つかを検証することは困難であった。本研究では、C=C/C-C 比の精度検証を目指し、分子構造が既知の有機溶媒を用いて、X線散乱測定を試みた。

実験：

Fig.1 に試料と測定スキームを示す。試料の有機溶媒には、測定中の蒸発を回避するため、沸点が比較的高いトリメチルベンゼン(TMB)とドデカンの2種を選んだ。X線散乱測定は、BL19B2にてデバイシユラーカメラを用いて行った。主な測定条件は以下の通り：試料を充填するキャピラリの直径=0.7mm、入射X線のスリット=縦0.3mm×横3mm、X線エネルギー=30keV、イメージングプレートでの散乱角の範囲=2~78°、積算時間=60分。

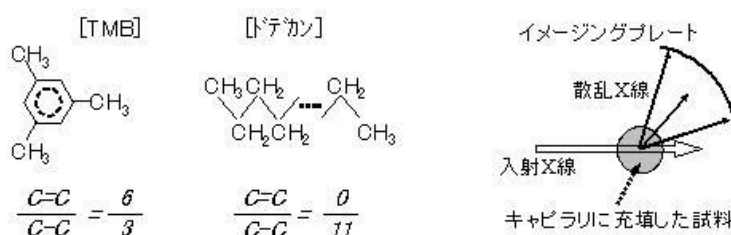


Fig.1 試料の分子構造(左)と X線散乱の測定スキーム(右)

結果および考察：

Fig.2 に干渉関数、及び、動径分布関数を示す。いずれの試料でも、波数領域として最大で 175nm^{-1} 程度までの干渉関数が得られた。動径分布関数では、まず第一近接の炭素-炭素ペアに対応するピーク位置が、各試料の分子構造を反映していることが確認できた。即ち、距離の長い C-C のみからなるドデカンの方が、距離の短い C=C を多く含む TMB に比べ、ピーク位置が長距離側にシフトしている。

また、一般に、C=C/C-C 比が大きいほど、第二近接と第一近接のピーク面積の比も大きくなるはずである。今回の TMB とドデカンを比較すると、第一ピークの面積は両者同程度、第二ピークの面積は TMB の方が明らかに大きく、分子構造の違いに対応していることが分かった。

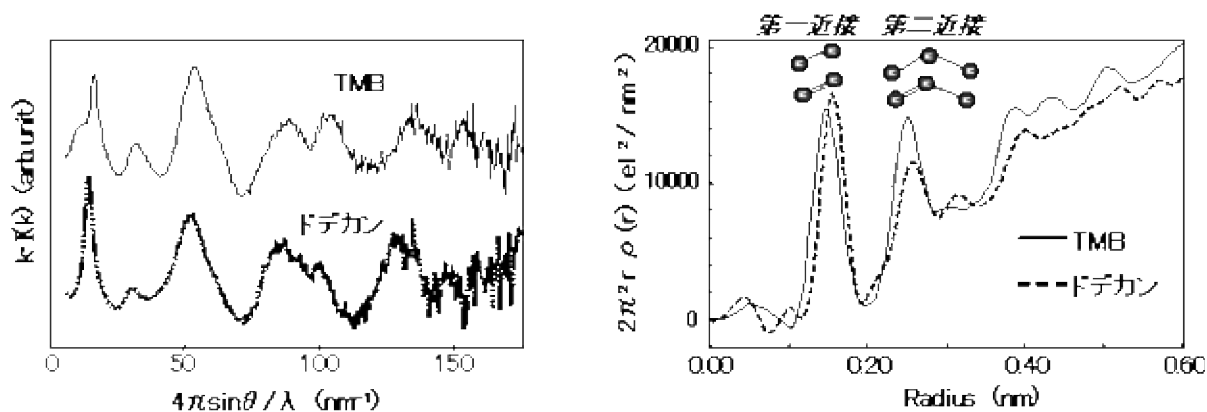


Fig.2 X線散乱測定による干渉関数(左)と動径分布関数(右)

今後の課題：

今後、動径分布関数のフィッティングにより C=C/C-C 比を求める。これを、分子構造からの理論値と比較し、実験による C=C/C-C 比の精度について検証する。

参考文献：

[1] J. Walter et al : Phys. Rev. B, 50(2) (1994) p831