

課題番号 : 2021B-E22  
利用課題名 (日本語) : 超音速分子線を用いた数層グラフェンガスバリア特性評価のための要素技術開発  
Program Title (English) : Development of evaluation method for multilayer graphene gas barrier via utilization of supersonic molecular beam  
利用者名 (日本語) : 山口 尚登<sup>1)</sup>, 小川 修一<sup>2)</sup>, 吉越 章隆<sup>3)</sup>, 高桑 雄二<sup>2), 3)</sup>, 津田 泰孝<sup>3)</sup>, 坂本 徹哉<sup>3)</sup>  
Username (English) : H.Yamaguchi<sup>1)</sup>, S.Ogawa<sup>2)</sup>, A.Yoshigoe<sup>3)</sup>, Y.Takakuwa<sup>2), 3)</sup>, Y.Tsuda<sup>3)</sup>, T.Sakamoto<sup>3)</sup>  
所属名 (日本語) : 1) 米国ロスアラモス国立研究所, 2) 東北大学, 3) 日本原子力研究開発機構  
Affiliation (English) : 1) Los Alamos National Laboratory, 2) Tohoku University, 3) JAEA  
キーワード : グラフェン、耐腐食材料、保護膜、分子線、X線光電子分光法

### 1. 概要 (Summary)

グラフェンは1原子層にも関わらず、高いガスバリア性を有し、金属表面等の耐腐食材料として期待されている。これまで数日程度の耐久試験はされてきたが、実用上問題となる年単位のデータはない。本課題は、年単位で懸念される数 eV のガス分子の影響を超音速分子線を用いて数分程度で明らかにする技術を開発する目的のもとに行った。

結果、二層グラフェンをコーティングしてある単結晶金属基板では単層の場合と比較して、超音速 O<sub>2</sub> 分子線による酸化が抑制されるという興味深い結果が得られた。

### 2. 実験(目的,方法) (Experimental)

本実験の目的は、超音速分子線発生装置で発生した数 eV のガス分子を、二層グラフェンをコーティングしてある固体試料に照射して、単層の場合と酸化過程の違いを X 線光電子分光法で比較することであった。

試料は、単結晶金属基板に気相成長法で成長された二層グラフェンを用いた。グラフェンを成長させていない単結晶金属基板も比較対象として評価した。

実験は、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が所有する BL23SU 表面化学実験ステーションで行った。また、実験は 18 シフト行った。内訳は、放射光および分子線装置等の調整に 2 シフト、金属表面清浄化などの反応前の試料前処理とその確認に 4 シフト、分子線照射実験に 3 シフト×4 条件= 12 シフト、合計 18 シフトであった。

実験手順としては、まずビームの調整を行った後、実際の試料の測定をした。具体的には、Mo ホルダに固定した試料を真空槽に導入後、ドライクリーニングを行った。ドライクリーニングの条件は、水素雰囲気中 ( $1 \times 10^{-5}$  Pa) で 800°C のアニールを 3 回繰り返すというものであった。次に放射光のエネルギーを 710 eV にセットし、清浄化した基板に放射光を照射した後、0 1s と Cu 3p の測定を繰り返し行った。X 線光電子分光測定中に測定槽内へ超音速 O<sub>2</sub> 分子線を照射し、0 1s 光電子スペクトルの時間発展から、二層グラフェンでコーティングされた金属基板表面が酸化膜で覆われた時間を推定した。表面が酸化膜で完全に覆われ場合には、H<sub>2</sub> ガスを導入し還元反応を進行させ、0 1s と Cu 3p の測定を行って、還元されていることを確認した。還元反応の際の H<sub>2</sub> 圧力は  $1 \times 10^{-4}$  Pa である。これらの手順を繰り返し行った。

### 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

二層グラフェンをコーティングしてある単結晶金属基板では単層の場合と比較して、超音速 O<sub>2</sub> 分子線による酸化が抑制されるという興味深い結果が得られた。グラフェンが有する優れたガスバリア性により、コーティングする層数を増やすことで金属表面の腐食がより防げていると考えられる。ガスバリア性の定量的な効果は現在、分析中である。

### 4. その他・特記事項 (Others)

なし。