

課題番号 : 2022B-E13  
利用課題名 (日本語) : 超音速分子線を用いたグラフェンガスバリア特性評価のための要素技術開発: イオン照射による欠陥と透過特性の関係  
Program Title (English) : Development of evaluation method for multilayer graphene gas barrier via utilization of ultrasonic molecular beam: Effect of defects induced by ion bombardment  
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>, 鷹林 将<sup>4)</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>, S.Takabayashi<sup>4)</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, 4) 有明工業高等専門学校

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、今回照射したイオン銃の条件の場合、グラフェンに生成された欠損が多過ぎるために、ガスバリア性が失わ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、イオン照射して微量な構造欠陥を生成したグラフェンをコーティングしてある基板に照射し、酸化過程を X 線光分光法で評価することであった。試料は、単結晶金属基板に気相成長法で成長されたグラフェンを用いた。

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 24 シフト行った。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 1 シフト、事前に行ったイオン照射条件や超音速 O<sub>2</sub> 分子線のエネルギーを変えた分子線照射実験に 3 シフト×3 条件= 9 シフト、合計 12 シフトが二回である。

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開始した。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、グラフェンでコーティングされた Cu 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)

結果としては、今回照射したイオン銃の条件の場合、グラフェンに生成された欠損が多過ぎるために、ガスバリア性が失われるという興味深い結果が得られた。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。