

X線光電子分光法における C 1s スペクトル 波形解析によるダイヤモンド薄膜の評価

飯島 善時^{®*}, 平岡 賢三^{**}

(1992年7月16日受理)

X線光電子分光法(XPS)を用いて、C 1s スペクトルの形状解析より、ダイヤモンド薄膜の解析評価を試みた。その結果 C 1s スペクトルの半値幅、ピークの対称性の解析より、XPS がダイヤモンド薄膜の評価、及び膜の構造解析に有効な分析法であることを明らかにした。

1 緒 言

現在、ダイヤモンド薄膜は高真空下において炭素原子又はイオンを下地基板表面に蒸着する物理気相成長法(スパッタリング法¹⁾²⁾、イオンビーム蒸着法³⁾⁴⁾、イオンプレーティング法)、熱やプラズマにより炭化水素気体などを分解し、下地にダイヤモンドを析出させる化学気相成長法(電子衝撃 CVD 法⁵⁾、直流プラズマ CVD 法⁶⁾、マイクロ波プラズマ CVD 法)など多くの手法で成膜されている。成膜されたダイヤモンド薄膜の評価は、目的に応じて結晶学、化学結合、物性値などの観点から検討されている。用いられる手法としては、(1)結晶学的評価には X 線又は電子回折法、(2)化学結合に対する評価にはラマン分光法⁷⁾⁸⁾、二次イオン質量分析法⁹⁾及び電子エネルギー損失分光法¹⁰⁾、(3)物性値の評価に対しては硬度、比重、熱伝導度などの測定である。

このうち薄膜評価としては(2)の化学状態の評価法が重要となってきている。(2)に示した評価分析法としては一般にラマン分光法が用いられている。しかしラマン分光法では、黒鉛成分(無定型炭素も含む)の散乱能が共鳴ラマン効果のために大きくなり、その結果、黒鉛成分がダイヤモンドより著しく強いスペクトル強度を与え、黒鉛成分中に含まれるダイヤモンドの判別が困難となる。このため、ラマン分光法に代わる評価測定法が求められている。現在、ダイヤモンド薄膜の評価法は、膜と下地基板との界面での状態、成膜に伴う化学変化、及

び膜表面での組成、結合状態分析へと進んできている。そのためこれらの情報を与えることができる表面分析手法の開発が必要となってきている。

X線光電子分光法(XPS)を用いたダイヤモンド薄膜の評価は今までも多く報告されている^{11)~13)}。一般に XPS では、測定スペクトルから得られるピーク値(化学シフト値)から結合状態を求めるが、炭素のみから形成されるダイヤモンド、炭素材料(黒鉛、各種無定型炭素)では化学シフト量に大きな差は観測されない。よってその化学シフト値のみから化学結合状態を推定することは困難となる。XPS では内殻軌道だけでなく構造を反映している外殻軌道も測定される。この外殻軌道の測定から試料の表面構造の推定も可能となる。しかし外殻軌道における光イオン化断面積は内殻軌道に比べ小さく、かつ高分解能でスペクトルを得ることが困難である。そのため外殻軌道の測定から得られるスペクトルの形状解析より、フィンガープリント的にダイヤモンド、黒鉛、無定型炭素などの炭素同素体が区別されている¹¹⁾¹²⁾。しかしこの測定法では、混在している物質、類似している膜構造をもつものの区別は困難となる。

黒鉛とダイヤモンドの結合状態の違いは π 結合の存在の有無にある。 π 結合が存在すれば C 1s スペクトルの高結合エネルギー側に shake-up サテライトピークが観測される。又、価電子帯-伝導帯との関係より、これらの化合物にはスペクトル形状が非対称性を帯びてくることが報告されている¹³⁾。これに対し、 σ 結合のみから成る物質ではスペクトル形状が対称性よく観測される¹³⁾。従って内殻 C 1s スペクトルの形状を比較検討すれば炭素同素体の構造が推定できるものと期待される。

そこで本報告では内殻 C 1s スペクトルの形状(半値

* 日本電子(株)電子光学機器技術本部応用研究センター: 196 東京都昭島市武蔵野 3-1-2

** 山梨大学工学部化学生物工学科: 400 山梨県甲府市武田 4-3-11

幅、ピークの対称性)の解析を行うことにより、ダイヤモンド薄膜を評価し、更に他のカーボン膜(各種無定型炭素)への応用を試みた。

2 実 験

測定に用いたダイヤモンド薄膜は直流放電 CVD 法により成膜したものである。成膜条件は次のとおりである。

$\text{CH}_4/\text{H}_2=1/99$, 反応ガス圧: 1.50 Pa,

基板温度: 800°C

ダイヤモンド薄膜の評価を行うための比較試料として天然ダイヤモンド:(111)面, 黒鉛(イビデン製), 無定型炭素(水素含有 C-H 結合膜: アモルファスカーボン(直流放電 CVD 法により作製), グラッシーカーボン(東海カーボン製), i-カーボン(CH_4 直流放電 CVD 法により作製)及び低密度ポリエチレン(LDPE)(三井石油化学製)を用いた。これらの試料の内殻 C 1s スペクトルを測定し、各 C 1s スペクトルの XPS スペクトル形状を比較検討した。

測定に使用した X 線光電子分光装置は JEOL 製 JPS-9000 MC である。XPS 測定条件は次のとおりである。X 線アノードは Mg $\text{K}_{\alpha 1,2}$ (出力: 300 W), アナライザー通過エネルギーは 10 eV (分解能: Ag 3d_{5/2} において 0.9 eV) である。測定に用いた天然ダイヤモンド, ダイヤモンド薄膜, 黒鉛, 及びアモルファスカーボンの表面クリーニングには, 表面構造の破損を避けるため, Ar イオンエッチングによる表面清浄化は行わず, アセトン溶液中で超音波洗浄後それらの試料を真空加熱処理(表面温度 473 K 以上)し, 表面の汚染物質を取り除いた。真空加熱後 XPS の survey scan より観測された元素は C, O のみであった。O 1s ピーク強度は真空加熱後減少しており, 表面汚染物が除去されたことが確認された。試料表面洗浄後の O 1s, C 1s スペクトル強度比は Table 1 に示す結果となった。測定真空度は約 10^{-8} Pa である。

Table 1 O/C ratio after heated to 473 K by XPS

Sample	O/C, %
Graphite	1.05
Glassy carbon	3.90
Amorphous carbon	2.28
i-Carbon	3.29
Polyethylene	0.61
Natural diamond	2.18

各試料の分析領域は 1 mm ϕ である。又本測定はスペクトル形状をもとに, 試料表面の構造解析を行った。そのため XPS スペクトルにおけるエネルギー軸の補正については正確に求められるポリエチレンのみ 285.0 eV として行った。他の試料についてはエネルギー補正を行わなくとも形状解析を満たすスペクトルが得られたのでエネルギー軸補正は行わなかった。

3 結果と考察

3.1 炭素同素体の XPS スペクトル

Fig. 1-a, b に XPS 測定による黒鉛, ポリエチレン, Fig. 2-a, b に無定型炭素(グラッシーカーボン, アモルファスカーボン膜)の内殻 C 1s スペクトルをそれぞれ示す。Fig. 1-b よりポリエチレンの C 1s スペクトルの半値幅(FWHM: full width at half maximum)は 1.13 eV と観測された。ポリエチレンには σ 結合しか存在しないことから, スペクトルはわずかに高結合エネルギー側にテイリングした対称性の高い形状としてピーク観測されている¹⁴⁾。

Fig. 1-a の黒鉛の C 1s スペクトルの半値幅は 0.91

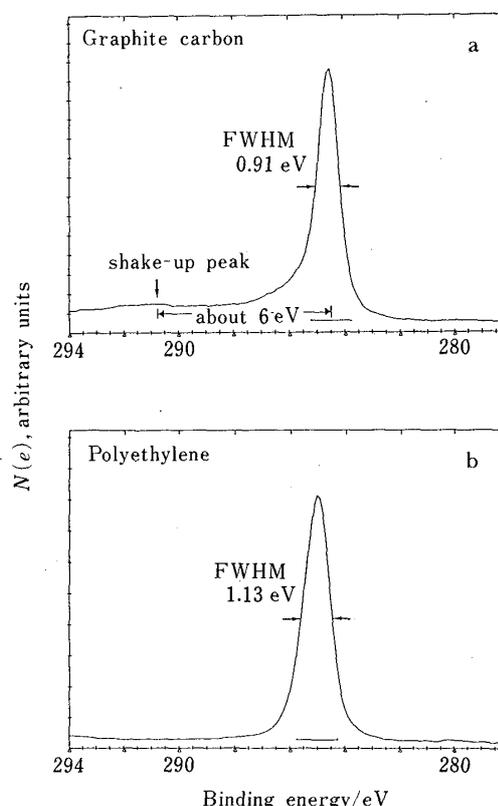


Fig. 1 C 1s spectra of graphite carbon and polyethylene

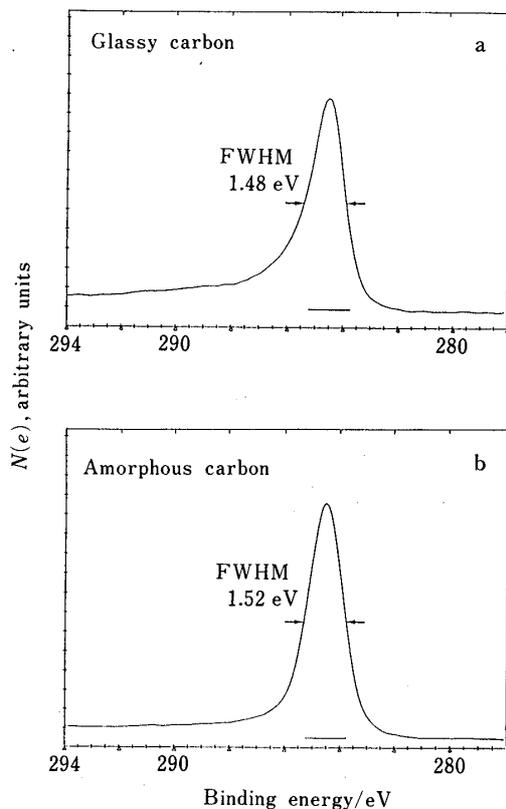


Fig. 2 C 1s spectra of glassy carbon(a) and amorphous carbon(b)

eV と観測され, スペクトル形状には, イオン化による伝導電子の多体効果 (π 結合の存在による $\pi \rightarrow \pi^*$ 遷移時に生じる shake-up ピーク) によって, 高結合エネルギー側にピークが現れる. 又 Fig. 1-a に示すように, 形状は非対称をもって観測される¹³⁾¹⁶⁾.

これに対し Fig. 2-a, b のグラッシーカーボン及びアモルファスカーボン膜も, 黒鉛と同様に, 伝導電子の多体効果により高結合エネルギー側に shake-up ピークが生じる. その結果スペクトル形状は非対称型となる. 半値幅はグラッシーカーボンでは 1.48 eV, アモルファスカーボン膜では 1.52 eV と黒鉛に比べ大きくなる. 同じ無定型炭素であるグラッシーカーボン, アモルファスカーボン膜での半値幅の違いは次の理由による. 構造が不規則な無定型物では価電子帯と伝導帯からの電子の局在化状態の分離が生じる. そのため電子の取り得る状態密度に変化が生じる. この状態密度の変化はランダムさによる層間距離 (結合間距離) に反映してくる¹³⁾. この層間距離の違いが XPS で測定されるスペクトルの半値幅の違い及びスペクトルのテイリングの違いとして観測される. よって今回測定した Fig. 2-a, b の無定型炭

素においてそれぞれ構造の違いが存在するため, 半値幅, スペクトル形状がそれぞれ異なって観測される結果となる. Fig. 2-b のアモルファスカーボンは C-H 結合が含まれるため, 層間距離が Fig. 2-a のグラッシーカーボンより広い. そのため半値幅がグラッシーカーボンより広く, スペクトルのテイリングもよりなだらかな結果となる.

3・2 天然ダイヤモンドの XPS スペクトル

加熱処理後測定した天然ダイヤモンド C 1s スペクトルを Fig. 3 に示す. 図の C 1s スペクトルは低結合エネルギー側にわずかにテイリングしている. diamond dust の C 1s スペクトルは対称性を示すことを Cheung は報告している¹³⁾. よって図の C 1s スペクトルの低結合エネルギー側に化合物の存在が予想される. C 1s スペクトルにおいて低結合エネルギーに存在する結合状態は黒鉛 (無定型炭素も含む) もしくはカーバイトである. 天然ダイヤモンド表面の XPS 定性分析より検出された元素は, C, O のみであった. よって Fig. 3 のスペクトルにおいて, 低結合エネルギー側に存在する化合物は黒鉛であると推定される. 黒鉛は X 線回折測定では検出されなかった. よってこの観測された黒鉛は天然ダイヤモンド表面を被覆していることが推測される. 被覆している黒鉛の厚みは黒鉛と天然ダイヤモンドのスペクトル強度比, 及び光電子の脱出深さ (2.7 nm)¹⁵⁾ から約 0.28 nm と推定された.

この表面を被覆している黒鉛部を取り除いたスペクト

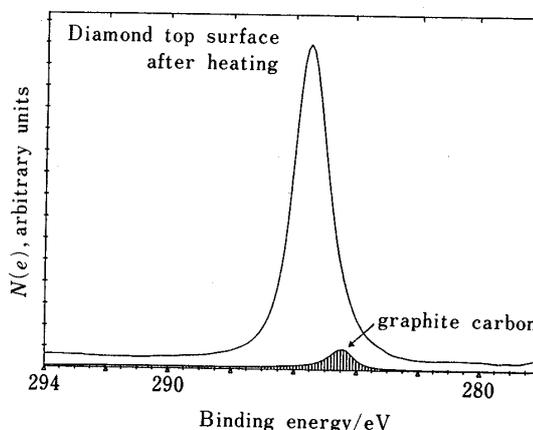


Fig. 3 C 1s spectra of natural diamond after heated to 473 K

This C 1s spectra included graphite carbon. The observed graphite carbon covered the natural diamond surface.

ルを Fig. 4 に示す。図の C 1s スペクトルはダイヤモンドのみのものである。Fig. 4 の天然ダイヤモンドの半値幅は 1.28 eV, 半値半幅は 0.64 eV とそれぞれ観測され、ピークは極めて対称性のよいものとなった。

このダイヤモンドの半値幅は Fig. 1-a, b の黒鉛, ポリエチレンより大きい。これはダイヤモンドが立体構造を取っているため、近接した内殻原子軌道 (C 1s) の影響及び外殻軌道 (2s, 2p) との重なり合いによる相互作用が黒鉛, ポリエチレンに比べ大きくなるためと考えられる。

3・3 ダイヤモンド薄膜の XPS スペクトル

Fig. 5 にダイヤモンド薄膜の C 1s スペクトルを示

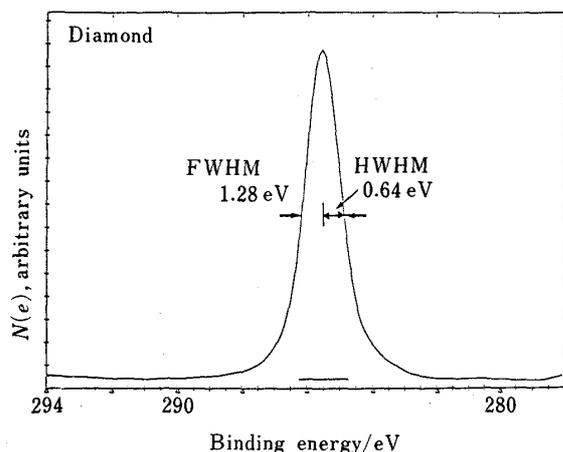


Fig. 4 The estimated C 1s spectrum of natural diamond

FWHM: full width at half maximum; HWHM: half width at half maximum

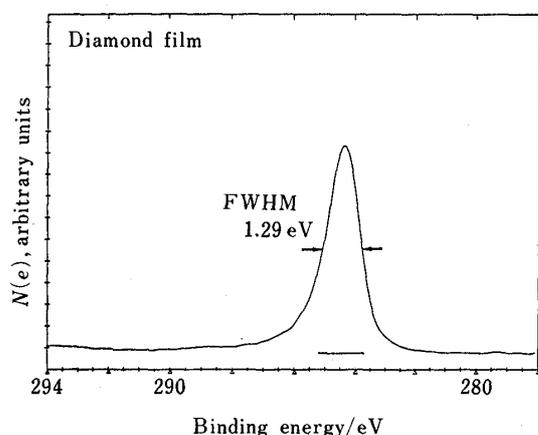


Fig. 5 C 1s spectrum of diamond film formed by CVD

す。C 1s のスペクトルの半値幅は 1.29 eV で、Fig. 4 のダイヤモンドの半値幅に近い。スペクトルはわずかに高結合エネルギー側にテリングしている非対称性の形状をもつ。この非対称性の原因として、ダイヤモンド薄膜試料上に付着した水分や hidrocarbon (汚染物) の C-O 結合, O=C-O 結合の存在, あるいはダイヤモンド薄膜中の黒鉛成分 (無定型炭素も含む) の存在が考えられる。これを同定することを目的としてダイヤモンド薄膜, 及び天然ダイヤモンドの価電子帯スペクトルを測定した (Fig. 6)。Fig. 6 のダイヤモンド薄膜価電子帯スペクトルにおいて約 15 eV 及び約 18 eV にダイヤモンドの特徴的な C 2s σ ピークが観測されている¹¹⁾。又 O 2s, O 2p ピークが約 23 eV 及び約 8 eV 付近に強く観測されており, OH 基 (水の存在に起因) によるものが約 13 eV 付近に観測されている。この結果からダイヤモンド薄膜上に覆っている成分は hidrocarbon 類でなく吸着水と結論できる¹¹⁾¹²⁾。これより Fig. 5 に示したダイヤモンド薄膜の C 1s スペクトルの半値幅, スペクトル形状はこのダイヤモンド薄膜に特有のものであると考えてよい。

Fig. 5 でのスペクトル形状の非対称性は黒鉛又は無定

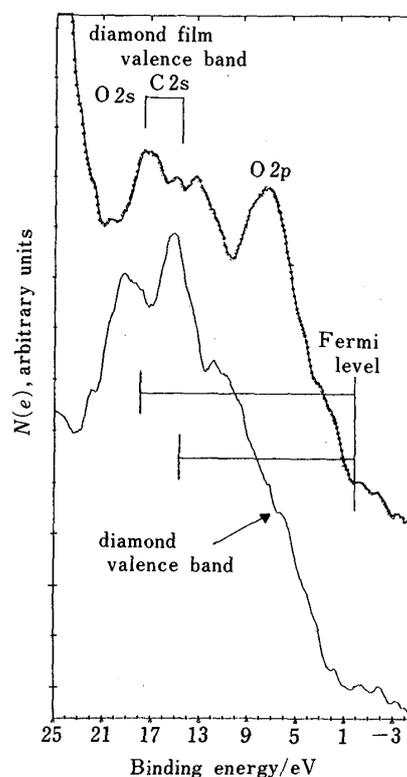


Fig. 6 Valence band spectra of diamond film and natural diamond

型炭素の存在によるものであるが, どちらの成分が多く存在しているかを知るためにはスペクトル形状を更に詳細に調べる必要がある. なおスペクトル形状の解析において重要な要因は測定されたスペクトルのバックグラウンドをどのように決めるかにある¹⁶⁾¹⁷⁾. 本実験ではピークセンターとピーク高さの関係をもとにスペクトル形状を決定し, ベースラインの設定は直線近似で行った.

3・4 スペクトル形状の解析

XPS で得られるスペクトルの形状解析は現在多数報告されている¹³⁾¹⁴⁾¹⁶⁾¹⁸⁾. しかしそれらの解析の多くは構造が規定されている単体物質を対象としている. この点から, スペクトル解析をダイヤモンド薄膜のようなダイヤモンド以外の物質の混在が予想される試料に適用することは興味深い. 今回著者らは実測した C 1s スペクトルを用いてダイヤモンド薄膜の形状解析を試みた.

Fig. 7 にピークの半値幅, 半値半幅 (低結合エネルギー側: FWHM=full width at half maximum, HWHM=half width at half maximum) の関係を示す. Fig. 8 に, スペクトルの高さをベースラインからピークトップまでを 100% とし, ピークの中心に対し低結合エネルギー側の半値半幅 (W1) と高結合エネルギー側の半値半幅 (W2) の関係を示す. Fig. 8 において点線で示した形状が, 対称性を示すときのスペクトル形状である. 初めに Fig. 7 の関係を基に今回測定した各試料での半値幅 (FWHM), 半値半幅 (HWHM) をプロットした結果を Fig. 9 に示す. Fig. 9 の結果より天然ダイヤモンド, 黒鉛, ポリエチレンでは半値幅と半値半幅の間により線形関係が見られる. この線形関係を示す試料は, 骨格を形成する C-C 結合に規則性 (立体

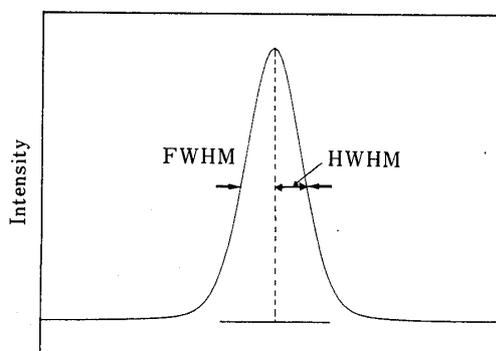


Fig. 7 The FWHM and HWHM of the C 1s spectrum

FWHM: full width at half maximum, HWHM: half width at half maximum

構造, 平面構造をとる) が存在するものである. Fig. 9 のダイヤモンド薄膜のプロットは天然ダイヤモンドの値にほとんど一致している. この結果から今回測定したダイヤモンド薄膜は天然ダイヤモンドに近い構造のものであることが分かる. しかし C-C 結合の規則性を示す直線からはわずかに外れているためダイヤモンド以外の炭

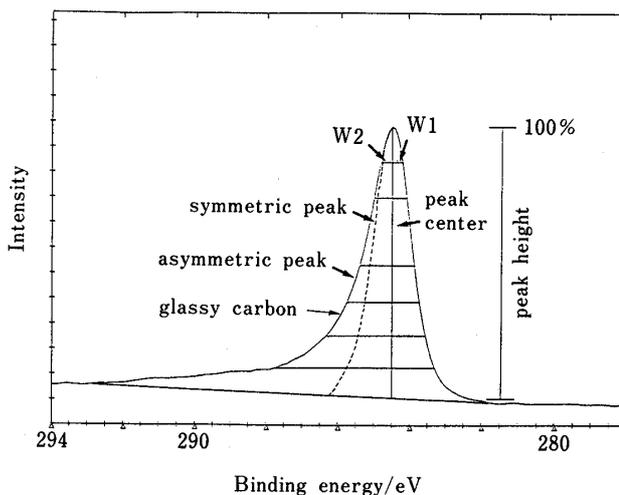


Fig. 8 Representation of the C 1s peak shape asymmetry

Sample: glassy carbon

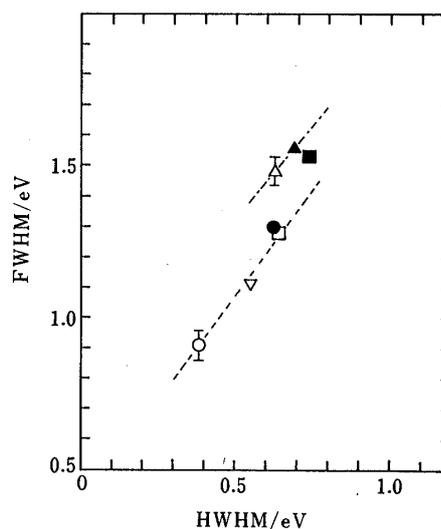


Fig. 9 Relation between FWHM and HWHM of C 1s spectrum

□: natural diamond, ○: graphite carbon, △: glassy carbon, ▽: polyethylene, ▲: i-carbon, ■: amorphous carbon, ●: diamond film, ■: amorphous carbon, ●: diamond film, W1: peak left width, W2: peak right width

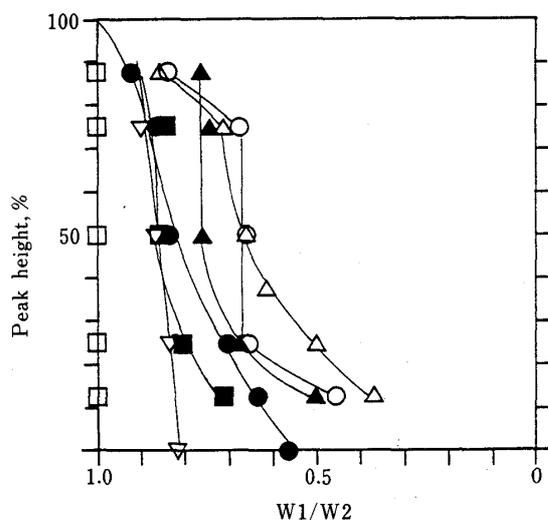


Fig. 10 Relation between peak height and peak shape of C1s spectrum

□: natural diamond, ○: graphite carbon, △: glassy carbon, ▽: polyethylene, ▲: i-carbon, ■: amorphous carbon, ●: diamond film, W1: peak left width, W2: peak right width

素類が存在していることが予想される。

次に各試料のスペクトルの対称性について考察する。

Fig. 8でのピークの分解法を用いて、スペクトルのベースラインを0%、トップを100%とする。今回測定した試料について各高さでのW1/W2の比をプロットした結果をFig. 10に示す。図において天然ダイヤモンドはW1/W2=1となり、対称性のよいスペクトル形状をもつことが分かる。これに対し天然ダイヤモンドと同じ σ 結合のみのC-C結合で構造を形成するポリエチレンではW1/W2<1を示した。この結果はスペクトルが高結合エネルギー側にテイリングしていることを表している。ポリエチレンC1sスペクトルの高結合エネルギー側へのテイリング(非対称性)はBriggsらの結果と一致する¹⁴⁾。ポリエチレンが非対称性を示す要因はC-H伸縮振動励起によるものである¹⁹⁾²⁰⁾。このC-H伸縮振動励起による化学シフト量は比較的小さく、Briggsらによれば0.39 eVと報告されている¹⁴⁾。

黒鉛のC1sスペクトルはピーク高さ75%から25%までがW1/W2=一定を示した。25%以下ではW2の広がりが大きくなる。グラッシーカーボンではピークトップからベースラインまでW1/W2が増加する。アモルファスカーボン膜ではi-カーボン膜に比べW2の広がり小さくなった。この非対称性は、ポリエチレンの場合と同様、C-H振動励起による化学シフトによるも

のである。

一般にXPSスペクトルの基本型はガウス-ローレンツ混合関数によって表されている。又この関数に非対称性を加味したものが現在多く報告されてきている^{13)16)~18)}。非対称性を示すスペクトルのテイリングにはconstantテイリング及びexponentialテイリングの2種類があり、スペクトル形状を表すとき多く用いられている²¹⁾²²⁾。前述した様に、Fig. 10に示す結果において、黒鉛はスペクトルのピーク高さのうち75%から25%の領域にW1/W2=一定領域が存在している。この一定領域がconstantテイリングを示す領域となる。それ以外の領域(ピークトップ、ベースライン近傍)はexponentialテイリングを示している。グラッシーカーボンは、前述したように、ピークトップからベースラインにわたってW2の広がり大きく、W1/W2は指数関数的となっている。この結果からグラッシーカーボンはexponentialテイリングが支配的であることが判明した。ダイヤモンド薄膜でのW1/W2の挙動は、ピークトップから中心部までの形状がポリエチレンの形状に類似しており、中心部からベースラインまではアモルファスカーボン膜に類似した結果となった。

CVD法におけるダイヤモンド薄膜の生成過程は現在解明されてきており²³⁾、その主な過程は、メタン分子が水素による引き抜き反応によりメチルラジカルを生成、これが電子による励起や水素原子との反応によって、励起状態の炭素原子が形成し薄膜形成に寄与する。この炭素原子の励起状態が下地表面での結晶核発生、又は成長時点まで保たれればダイヤモンドの成長が可能となる²³⁾。このプラズマ中での反応過程で、メチルラジカル以外のラジカル種としてはCH₂、CH、C、H、イオン種としてはCH₄⁺、CH₃⁺、CH₂⁺、CH⁺などが生成される。又ダイヤモンド成長表面での炭素原子の未結合手は水素原子と結合することにより安定化される。そのため成長膜中にはC-H結合(残留水素)が多く存在することが予想される。Fig. 10でのダイヤモンド薄膜の測定結果は、上記の解析より、膜中にC-H結合が存在していることを示しており、これは膜成長過程の反応機構とよく一致している。

以上Fig. 9及び10のスペクトル形状の解析より、今回測定したダイヤモンド薄膜は天然ダイヤモンドに近い構造を形成していることが分かった(Fig. 9の結果より)。しかし膜中には無定型炭素成分、及び残留水素(C-H結合含有)が存在していることが推測された(Fig. 10より)。この結果は、Fig. 5のC1sスペクトルにおいて、約290 eV付近にshake-upピークが観測さ

れず, このため混在している炭素はアモルファスカーボンが主であるという結果とも一致している。

以上述べたように XPS を用いてダイヤモンド薄膜の解析を行う場合, 化学シフトからではなく, スペクトル形状の解析を行うことにより, 薄膜中でのダイヤモンドの確認, 及び膜中に混在している無定型炭素類の有無などについて, 結晶学的評価, 化学結合の評価が行えることが分かった。

以上を結論すると, 今回の XPS による測定から, 炭素同素体において内殻軌道 (C 1s) スペクトル形状に構造を反映する違いが観測された。それによりスペクトル形状の解析から同素体の区別が可能となった。結果としてダイヤモンド薄膜の評価, 薄膜中に混在する炭素種の識別及び他のカーボン材料の構造研究に XPS が有効な方法となり得ることが示された。これは, 化合物の骨格を形成する C-C 結合の平面構造あるいは立体構造の様な空間的な配置の違いが, 内殻スペクトルのエネルギー値 (化学シフト値) ではなく, 観測されるスペクトル形状に大きく反映するためである。従って, 以上述べてきたスペクトル形状の解析は, ダイヤモンド薄膜以外の一般的なカーボン材料の構造解析研究に対しても有効な解析方法となり得ることを示唆している。

試料の提供及び御助言をいただきました青山学院大学理工学部, 電気電子工学科, 犬塚直夫教授に感謝いたします。

文 献

- 1) A. Sathyamoorthy, W. Weisweler: *Thin Solid Films*, **87**, 33 (1982).
- 2) D. Mathine, R. O. Dillon, A. Khan, G. Buabbud, J. A. Woolan, D. Lin, B. Banks, S. Domitz: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2**, 365 (1984).
- 3) T. Mohri, Y. Namba: *J. Appl. Phys.*, **55**, 3276 (1984).
- 4) T. Miyazawa, S. Misawa, S. Yoshida, S. Gonda: *Proc. 7th. Int. Conf. Vacuum Metallurgy*, p. 392 (1982), Tokyo.
- 5) A. Sawabe, T. Inuzuka: *Appl. Phys. Lett.*, **46**, 146 (1985).
- 6) S. Matsumoto: *J. Mater. Sci. Lett.*, **4**, 600 (1985).
- 7) S. A. Solin, A. K. Ramdas: *Phys. Rev. B*, **1**, 1687 (1970).
- 8) A. Sawabe, T. Inuzuka: *Thin Solid Films*, **137**, 89 (1986).
- 9) K. Ashida, K. Kanamori, K. Watanabe: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **6**, 2222 (1988).
- 10) H. Raether: "Springer Tract in Modern Physics", Vol. 38, p. 85 (1965), (Springer Verlag, Berlin).
- 11) F. R. McFeely, S. P. Kowlaczyk, L. Ley, R. G. Cavell, R. A. Pollak, D. A. Shirley: *Phys. Rev. B*, **9**, 5268 (1974).
- 12) H. Tsai, D. B. Body: *J. Vac. Sci. Technol. A*, **5**, 3287 (1987).
- 13) T. T. P. Cheung: *J. Appl. Phys.*, **53**, 6857 (1982).
- 14) G. Beamson, D. T. Clark, J. Kendrick, D. Briggs: *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, **57**, 79 (1991).
- 15) D. R. Penn: *Phys. Rev. B*, **35**, 482 (1987).
- 16) S. Evans: *Surf. Interface Anal.*, **17**, 85 (1991).
- 17) P. M. A. Sherwood: "Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy", Edited by D. Briggs, M. P. Seah, p. 459 (1983), (Wiley, Chichester).
- 18) T. T. P. Cheung: *J. Appl. Phys.*, **55**, 1388 (1984).
- 19) J. J. Pireaux, S. Svensson, E. Basilier, P-A. Malmqvist, U. Gelius, R. Caudano, K. Siegbahn: *Phys. Rev. A*, **14**, 2133 (1976).
- 20) W. Meyer: *J. Chem. Phys.*, **58**, 1017 (1973).
- 21) A. E. Hughes, B. A. Sexton: *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, **46**, 31 (1988).
- 22) A. Proctor, D. M. Hercules: *Appl. Spectrosc.*, **38**, 505 (1984).
- 23) M. E. Fraser, D. A. Fee, R. S. Sheinson: *Plasma Chem. Plasma Process*, **5**, 163 (1985).



Diamond film characterization by analyzing C 1s peak shapes with X-ray photoelectron spectroscopy. Yoshitoki IJIMA and Kenzo HIRAOKA (*Application and Research Center Electron Optics Division, JEOL Ltd., 3-1-2, Musashino, Akishima-shi, Tokyo 196, **Faculty of Engineering, Yamanashi University, 4-3-11, Takeda, Kofu-shi, Yamanashi 400)

Characterization of diamond films by XPS was carried out by measuring the FWHM (full width at half maximum) and the peak shape of a core C 1s spectrum, and this method was also applied to other carbon films. C 1s peak shapes of natural diamond, graphite carbon, amorphous carbon, glassy carbon, polyethylene (PE) and diamond films formed by the CVD method were analyzed. The C 1s peaks of natural diamond and diamond films showed the same FWHM value, *i.e.*, the diamond films had diamond

structure. While the C 1s peak of the natural diamond was symmetric, and those of the other carbon samples were asymmetric. The C 1s peak shape of diamond films was similar to that of amorphous-carbon containing C-H bonds. As a result, it was found that the diamond films contain the C-H bonds in their structure.

(Received July 16, 1992)

Keyword phrases

X-ray photoelectron spectroscopy; diamond film; peak shape; C 1s spectrum.
