

シリコンを添加したダイヤモンドライクカーボン (DLC-Si) 薄膜の表面構造解析

利用者 今井肇¹、原田雅史²、蒲沢和也²、森広行²、杉山純²
 所属 ¹茨城県企画部、²豊田中研

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) は、高耐摩耗性、低摩擦特性・耐腐食性などの優れた特性を有するため、工具・金型・各種摺動部品の表面コーティングとして適用が検討されている。DLCの低摩擦化のため金属元素の添加や水素含有量の選択等がされているが、大気中無潤滑下で低い摩擦係数を示すシリコンを添加したDLC膜 (以下、DLC-Si膜) が注目されている。これまでに、X線光電子分光法と赤外分光法などで、膜中のSiと大気中の水分との反応によるSi-OH基の生成および吸着水膜の存在が明らかにされてきた¹⁾。現在、DLC-Si膜表面の吸着水の役割については、流体膜としての機能あるいは吸着水自身による境界膜としての作用であるか不明であり、吸着水の膜厚測定が必要である。しかし、これまで吸着層の厚さなどDLC-Si表面の構造は明らかとなっていない。そこで、中性子反射率法によって表面近傍の断面プロファイルを解析する。

2. 実験

DLC-Si薄膜は直流プラズマCVD (Chemical Vapor Deposition) 法によって直径76mmのシリコン基板上に作製した。いずれも、膜厚は2 μmに制御した。原料ガスとしては、CH₄、Si(SH₃)₄、Ar、H₂を用いた。膜の典型的な組成は、C : H : Si = 66 : 30 : 4 (atom%) で、密度は1.7 g/cm³である。DLC-Siの薄膜は組成を変えて3種類調整した (5, 12, 17at%)。試料は、H₂OまたはD₂Oに浸漬して保存した。中性子反射率計によって3種類のDLC-Si薄膜の鏡面反射を測定した。波長は3.93 Åである。測定の雰囲気は、密閉ボックスにより湿度100%とした。湿度はH₂OまたはD₂Oで与えた。

3. 結果および考察

H₂Oで湿度を与えた試料に関する中性子反射率の測定結果を図1に示す。シリコンの添加量によってスペクトルは系統的に変化した。モデルフィッティングして求めた散乱長密度 (SLD) のプロファイルを図2に示す。SLDは膜の密度と組成の関数で、膜の内部のSLDは計算値にほぼ一致した。表面から100 Å程度の領域はいずれもSLDが異なる層が観測され、表面層のSLDの値はシリコン添加量の増加に伴って減少した。膜中の水素が多いほどSLDは小さくなることが知られているので、表面層ではシリカ (SiO₂) が形成されており、シリコンの添加量の増加に伴ってシラノール (SiOH) 基が増加していると推測される。D₂Oで湿度を与えた試料の中性子反射率スペクトルはH₂Oの場合に対して大きく変化したが、臨界角が小さくなったので再検討が必要と思われる。

4. まとめ

シリコンを添加したダイヤモンドライクカーボンの表面に散乱長密度の異なる層が約100 Å存在することを中性子反射率法で見出した。これは、添加したシリコンや大気中の水などによって表面の組成が変化したことを反映していると考えられる。今後は、X線反射率法を適用して相補的な情報を得るとともに、重水素でコントラストをつけた試料により、モデルの妥当性について検討する予定である。

【参考文献】

1) 森ら, 表面技術, 59, 401 (2008)

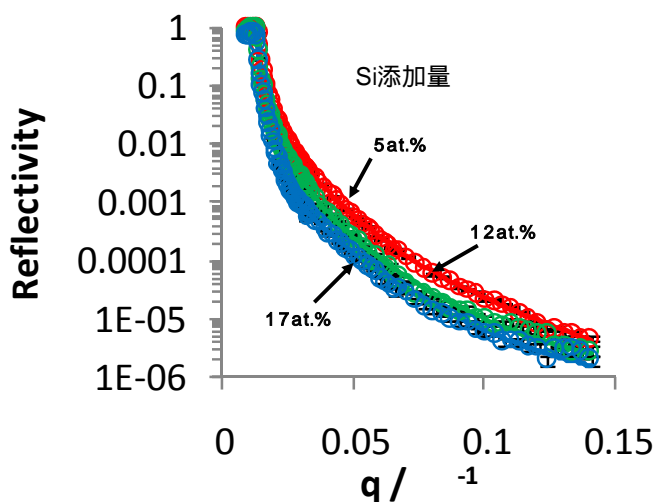


図1 中性子反射率スペクトル

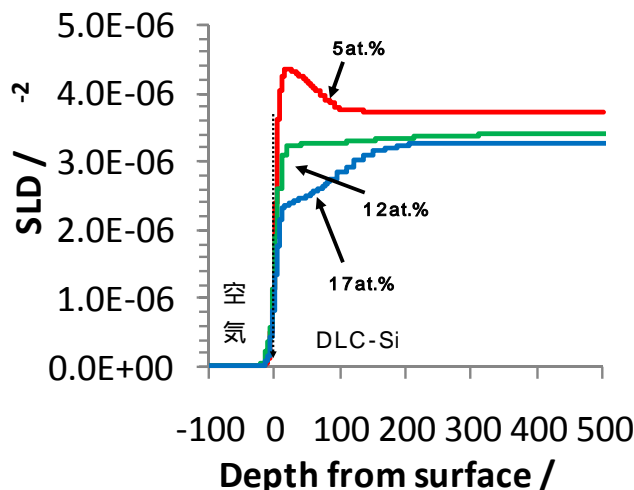


図2 散乱長密度プロファイル