

「特集 中性子産業利用の新展開」

中性子を用いたDLC膜の密度評価の検討

安井治之* 鷹合滋樹*

緒言

石川県では金属材料の表面改質の研究を1980年代からスタートし、「イオン」と「プラズマ」の2つのキーワードを基本として薄膜作りを行ってきた。この間、薄膜の評価を最先端の手法(加速器を用いた薄膜中の含有水素量, 中性子を用いた膜密度)により検討を行ったが, 地方公設試験研究機関においては, 薄膜の評価手法について設備的に限界があるため, 中央の研究機関(日本原子力研究開発機構, 産業総合技術研究所, 理化学研究所等)の協力を得ながら新しい評価手法を取り入れてきた。

本稿では, その一例として石川県工業試験場で20年以上研究を継続しているダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜について「中性子」を用いた膜密度評価を行った事例に関して紹介する。

研究の背景

近年, 金属材料が過酷な条件で摺動し合う自動車部品や工具部品等は, 耐摩擦性, 耐剥離性, 表面平滑性, 高寿命化が要求され, その使用環境も高温下, 腐食雰囲気下等, 過酷になってきている。特に最近では, 低摩擦によるエネルギーの低減, 油不要のドライ加工等, 環境問題にも配慮した薄膜の需要が高まっている。このような要求に対して, 材料の硬度や耐摩擦・摩耗特性を改善し, 部材の寿命を高めるために, フィルター機構付きのアーキイオンプレーティング装置(FADシステム)による高密度DLC膜の開発を行ってきた。これまでDLC膜の密度評価については, 膜表面の硬さやラマン分光による間接的な手法を用いてきたが, 最近では薄膜の密度評価手法として, X線反射率法(XRR法)が有効であることがわかってきたが, XRR法では炭素等の軽元素についての感度は小さい。そこで, XRR測定に加えて中性子の利用を提案した。中性子を利用した反射率法の場合, X線同様に密度の定量測定ができ, X線に比べ水素や炭素等の軽元素に対する感度が高い。本研究では, DLC膜の密度をX線および中性子による反射率法によって測定を行い, 両手法の有効性を検討した。

硬度を追求した高密度DLC膜の作製

高密度DLC膜は, 固体グラファイトを原料とし, FADシステムを用いて成膜した。このとき, 膜中にグラファイトの粒(ドロップレット)の混入を極限まで下げた。その成膜条件は, 超硬基板とSiウェハ基板を用い, 圧力は0.02Pa以下, 基板温度は150℃以下, 基板バイアスはDC-100Vとした。なお, 比較用の従来DLC膜は, C₂H₂ガスを用いたプラズマCVD法により成膜した。

高密度DLC膜の基本的特性は, Hysitron製ナノインデンテーション試験機による硬さ測定, およびCSM製トライボメータによる摩擦係数測定により評価した。その結果, 図1のように高密度DLC膜の硬さは90GPaと, 従来DLC膜(約20GPa)の4倍

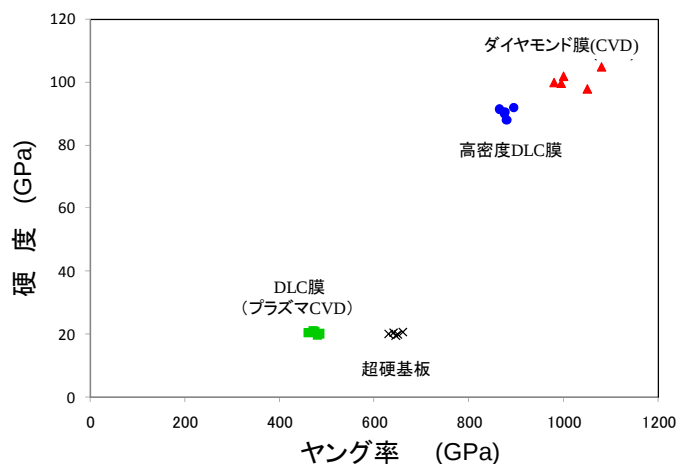


図1 高密度DLC膜の硬度測定結果

*機械金属部

以上の硬さを持ち、ダイヤモンド(約100GPa)に準じる硬さを示すことがわかった。また、アルミニウム合金(A5052)ボールとの摩擦係数測定の結果、摩擦係数は、高密度DLC膜が従来DLC膜より40%以上低い0.09であった。

中性子を用いた高密度DLC膜の密度評価

前項で述べた高密度DLC膜について、中性子による密度評価を行った。中性子法は、反射率減少の開始点(臨界角)が明瞭であること、中性子が軽元素に対する反射の感度が高いこと、中性子の波長がX線よりも2倍近く長いこと等の特徴を有するので、高精度な膜密度測定が可能となるものと考えられる。

この評価では、反射率法を用い、中性子反射率測定は、日本原子力研究開発機構東海研究所JRR-3内のSUIRENを使用した。また、従来のX線による反射率測定も併せて行った。X線による反射率測定は、X線回折装置(ブルカー製D8DISCOVER Ultra GID)を用いた。

図2に高密度DLC膜と従来DLC膜に対する中性子の回折角と反射率の測定結果を示す。臨界角の数値、および試料の表面状態等の各種パラメータ(粗さ、密度)を用いて、膜密度を計算することができる。膜密度の計算した値を表1に示す。その結果、高密度DLC膜の方が従来DLC膜より膜密度が高くなっており、また中性子反射法での測定結果は、X線回折法のそれと比較して、5～6%大きい値が得られた。

結言

原子炉から発生する中性子を利用した反射法により、DLC膜の臨界角度等から膜密度を測定することができた。その結果、従来DLC膜に対して高密度DLC膜は密度が高くなっていることが確認できた。今後のDLC膜の密度測定に対し、中性子反射率法が活用できると考えられる。しかしながら、中性子を用いた測定は、測定場所が限られているため、汎用装置であるX線反射率法と相補的に利用することが有用であると考えられる。

論文投稿

放射線と産業. (財)放射線利用振興協会. 2011, no. 129, p. 15-20.

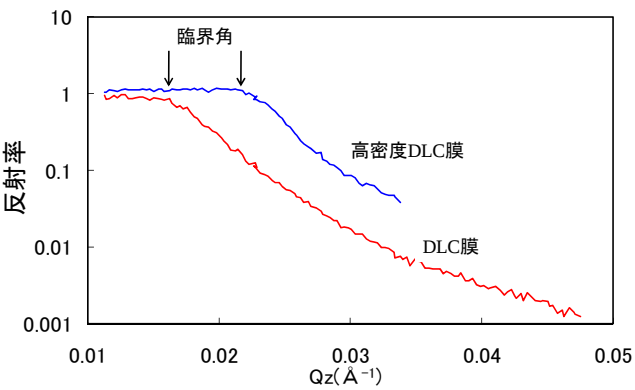


図2 中性子反射率法による高密度DLC膜とDLC膜の反射率と臨界角の関係の測定結果

表1 高密度DLC膜とDLC膜の密度評価結果

試料	膜密度(g/cm ³)	
	X線	中性子
従来DLC膜	1.9	2.0
高密度DLC膜	3.0	3.2