

# Influence of Film Density on Adhesions of HD-DLC Films

## Prepared by FAD System

—フィルタードアーク蒸着法で作製した高密度DLC膜の密着性におよぼす膜密度の影響—

鷹合滋樹\* 安井治之\* 瀧真\*\*

### 緒言

DLC(ダイヤモンドライクカーボン：ダイヤモンドのような炭素)膜は低摩擦係数，耐剥離性，表面平滑性を必要とする自動車部品や工具部品等の表面処理法として実用化されている。低摩擦によるエネルギーの低減，油不要のドライ加工などを考慮したモノづくりのために，密度および密着力において優れた特性をもつDLC膜が要求される。著者らはこのようなニーズに対し，フィルター機構付きのアーキオンプレーティング装置による高密度DLC膜の開発を行った。また，これらのDLC膜の密度評価については，従来，膜表面の硬さやラマン分光による間接的な手法により評価しているが，最近では薄膜の密度評価手法として，中性子反射率法が有効であることがわかってきた。中性子反射率法は全反射を行う臨界角を求めることで，密度測定が可能である。また，炭素等の軽元素に対する測定の感度がX線に比べると高いという特徴がある。

本研究では，開発した高密度DLC膜の密度測定に対し，水素などの軽元素の分析に有効な中性子反射率法を活用した。さらに，DLC膜の成膜時のバイアス電圧を制御することで膜密度が異なる試験片を作製し，密着性におよぼす膜密度の影響を明らかにした。

### 実験方法

高密度DLC膜は図1に示すフィルタードアーク蒸着法(FAD)により作製した。密度測定用の試験片はそれぞれ基板上にバイアス電圧を150~100Vの範囲で調整することで，密度の異なるDLC膜を成膜した。密度測定の比較のために用いた従来DLC膜はプラズマCVD法で作製した。DLC膜の膜厚は，従来DLC膜で400nm，高密度DLC膜は150nmである。基板材料は密度測定用をシリコン単結晶とし，密着力測定用に超硬合金を用いた。

中性子による反射率測定には日本原子力研究開発機構(茨城県東海村)における実験用原子炉(JRR-3)内の表面反射率測定機(SUIREN)を使用した。膜密度測定は，臨界角(屈折による全反射現象がおきる角度)付近の中性子回折強度を計測することで行った。中性子の波長はモノクロメータにより単色化させ，波長は0.39nmとした。

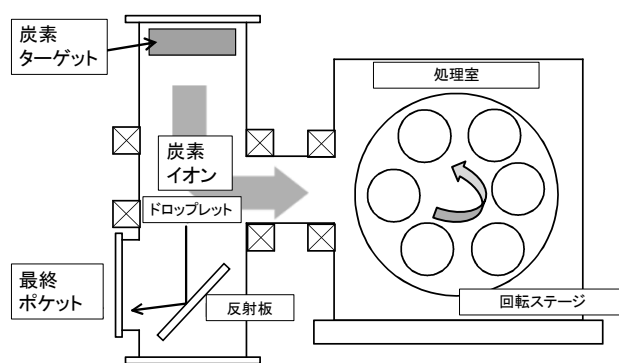


図1 フィルタードアーク蒸着による成膜装置の概要

膜の密着性はスクラッチ試験機(先端半径0.2mm)を用い、荷重を漸次増加させる条件とした。密着力は光学顕微鏡にてスクラッチ試験後の表面を観察し、完全に剥離し、基板が露出した地点の荷重値により求めた。

## 結果および考察

中性子によるDLC膜の反射率の測定結果を図2に示す。角度約0.15~0.2度以下(表面すれすれの入射角付近)では一定値を示し、角度の増加につれて中性子反射率(反射してくる中性子強度)が減少している。図中の反射率の減少開始点(臨界角)は、高密度DLC膜の場合、従来DLC膜に比べ角度が大きくなる傾向がある。これらの波形に対して解析を行い、密度を計算した。その結果、従来DLC膜が $2.0\text{g/cm}^3$ であるのに対し、高密度DLC膜は $3.1\sim 3.4\text{g/cm}^3$ の値が得られた。本値はダイヤモンド( $3.5\text{g/cm}^3$ )に近い値であり、ダイヤモンドに匹敵する高密度の膜ができていると考えられる。

膜の密着性に関しては、スクラッチ試験(JIS H 8690)を利用した。図3に試験後のDLC膜表面の観察結果を示す。中央の光沢がある部分は素材であり、これらが完全に露出した際の荷重を剥離荷重とした。この値と膜密度の結果を図4に示す。図では、膜密度の増加により剥離荷重値は増加し、密着性が向上している。密度増加にともない膜の緻密性が向上し、膜の剛性が改善されたため、荷重に対する抵抗力が向上し、高い密着力が得られたと考えられる。

## 結言

- (1) フィルタードアーク蒸着法で作製した高密度DLC膜の膜密度はダイヤモンドに近く、プラズマCVD法で作製したDLC膜の約1.5倍の密度である。
- (2) 高密度DLC膜の密度は、成膜時のバイアス電圧を調整することで変化させることができる。その結果、膜の密着性は密度の増加にともない向上する。

## 論文投稿

Transaction Material Research Society of Japan (日本材料科学研究協会)2012, vol. 33, p. 233-236

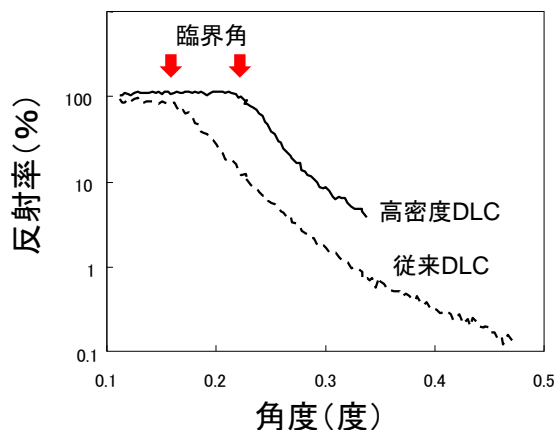


図2 DLC膜表面の中性子反射率測定結果

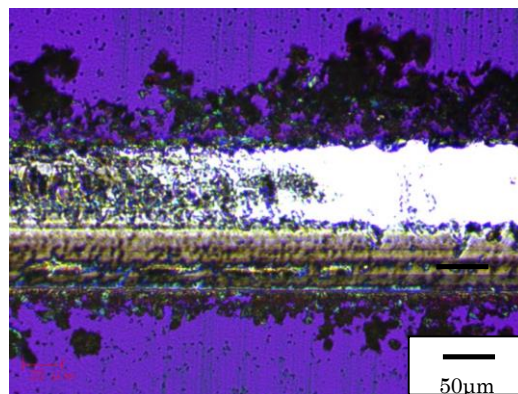


図3 スクラッチ試験により完全剥離したDLC膜の表面

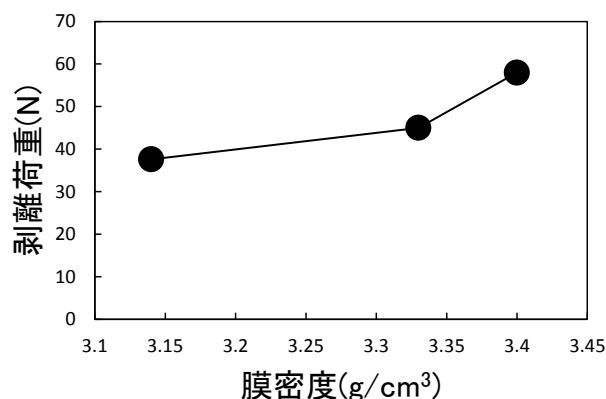


図4 剥離荷重と密度の関係