

DLC 膜中含水素の測定と DLC 膜特性の評価

藤巻 康人*1)、中尾 節男*2)、上田 志津代*3)、
○寺山 暢之*4)、笹倉 大督*5)、基 昭夫*6)

1. はじめに

DLC は水素含有量によって硬度や内部応力等膜の特性が変わることが知られている。PVD 法および CVD 法を用いて水素含有量の異なる DLC を作製し、水素量測定に用いられている ERD 法と、容易に非破壊で結合水素量を測定できる FT-IR 法との相関性を調べた。DLC 膜特性の評価法として FT-IR 法を活用するため、摩擦試験による水素含有量と耐剥離性の関係も比較検討した。

2. 供試材および試験方法

供試材は表 1 に示す成膜方法で Si 基盤上に 100nm 厚で DLC をコーティングした。摩擦試験には、超硬基盤上に中間層/1.0 μm 前後で DLC をコーティングしたものを用いた。摩擦試験は φ6mm SUJ2 ボール 3 個を用い、大気中・無潤滑・摩擦速度 31mm/s で行った。

3. 結果・考察

表 2 に ERD 法による水素含有量の測定結果を示す。ERD 法によって得られた水素含有量を真値、FT-IR 法によって得られた C-H 基吸収帯の相対ピーク面積値を結合水素量として比較したとき、両者の間に $R^2=0.83$ の高い相関性が認められた(図 1)。これは、DLC 膜中含水素量の定量に FT-IR 法が適用可能であることを示している。

水素含有量と耐剥離性の関係を、図 2 に示した。水素含有量が 25at% 前後および水素フリー-DLC の剥離荷重は 400~600N、摩擦係数は 0.14~0.2 である一方、水素含有量が 33at% 前後の DLC の剥離荷重は 1000N 以上と高く、摩擦係数も 0.1 程度で安定していた。高密着皮膜を形成するには、中間層の最適化に加えて、皮膜の水素含有量を 30at% 以上で制御することが重要だと考えられる。

4. まとめ

- ① ERD 法によって得られた水素含有量を真値、FT-IR 法によって得られた C-H 基吸収帯の相対ピーク面積値を結合水素量として比較したとき、両者の間に $R^2=0.83$ の高い相関性が認められた。
- ② 高密着皮膜を形成するには、中間層の最適化に加えて、皮膜の水素含有量を 30at% 以上で制御することが重要だと考えられる。

表 1 供試材の成膜方法

試料	成膜法	ターゲット	成膜ガス	基板バイアス(V)
1	PVD	カーボン	Ar+C2H2	-100
2			Ar+C2H2+H2	-100
3			Ar+CH4	-100
4			Ar(水素フリー)	-100
5	CVD	なし	Ar+C2H2	-600
6			Ar+C2H2	-400
7			Ar+C2H2	-300

表 2 ERD 法による
水素含有量測定結果(%)

試料番号	1	2	3	4	5	6	7
水素量	24.8	25.4	33.3	4.8	24	32.7	34.4

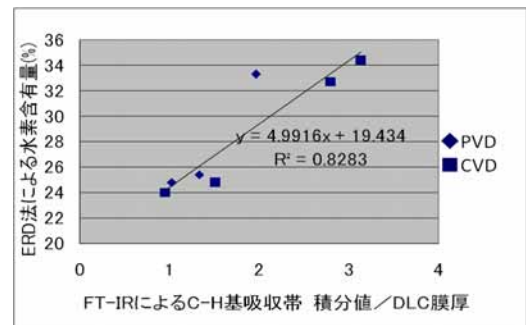


図 1 ERD 法と FT-IR 法における
含有水素量測定値の比較

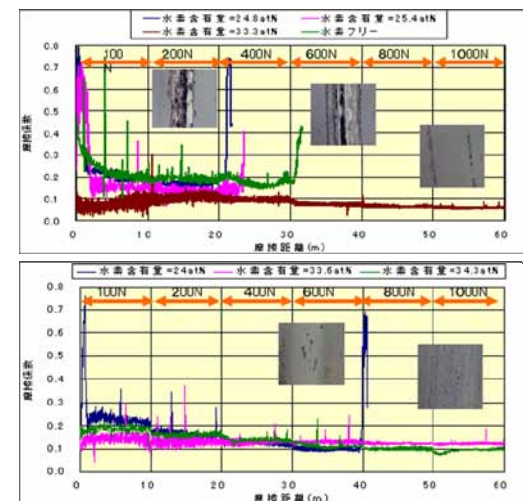


図 2 水素含有量と摩擦試験結果

*1) 城東支所、*2) (独) 産業技術総合研究所、*3) (株) 不二越、*4) 神港精機 (株)、
*5) ブルカー・オプティクス (株)、*6) パナテック