

実施課題番号：2004A 0340-NI-np

実施課題名：微小角入射 X 線散乱測定によるダイヤモンドライクカーボン（DLC）膜の非晶質構造解析—水素含有量依存性の検討

実験責任者所属機関及び氏名：松下電工株式会社 電気 R&D センター 濱田 糾

使用ビームライン：BL19B2

実験結果：

目的：

ダイヤモンドライクカーボン（DLC）と称される非晶質カーボン膜はダイヤモンド的な高硬度による耐磨耗性とグラファイト的な優れた固体潤滑性を併せ持っており、摺動機械部品の次世代硬質コーティング膜として注目されている。その特性は一口に DLC と言っても組成、製造プロセスにより多種多様であり、その中で近年、膜中の水素含有量と硬度、摩擦係数の間に相関があることが報告されている。現在このメカニズムについて特にその表面構造に注目した議論がなされており、様々なモデルが提唱されている。しかしながら、膜の非晶質構造が実験的に解明されていないため、そのモデルの検証が進んでいないのが現状である。この非晶質構造が解明され特性の水素含有率依存性のメカニズムの検証が進めば、今後の特性改善の明確な開発指針が得られることが期待される。そこで我々は放射光を光源として用いた微小角入射 X 線散乱測定を DLC 薄膜に対して行い、その非晶質構造を試みている。今回は前回の実験（2003A 0840-RI-np）において問題となった技術的な問題点の解決を図るとともに、その構造の水素含有率依存性について系統的に検討を行うことを目標とした。

実験：

微小角入射 X 線散乱実験は、図 1 に示すように X 線を試料表面に対し、全反射条件を満たす入射角で入射することにより X 線侵入深さを抑制し、基板からの Background を抑えて薄膜からの X 線散乱信号のみを検出するものである。これにより、非破壊で測定を行うことが可能となる。この実験では入射角の高精度な制御が

要求されるために、試料の条件として表面が平坦な鏡面であることが必須である。前回の実験ではこの表面の平坦性の悪さに起因すると考えられる大きなバックグラウンドノイズのために定量的な議論に耐えうるデータを取得することができなかった。そこで今回は試料の表面サイズを 100×100mm から 50×10mm に小さくすることでこの平坦性の改善を

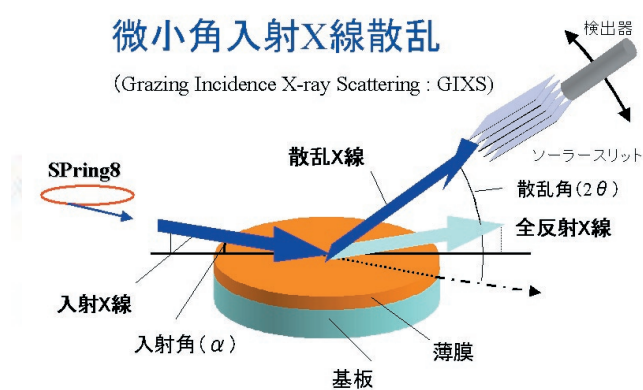


図 1. 微小角入射 X 線散乱の概念図

図った。試料は前回と同様ステンレス基板上に厚み2ミクロンで成膜した。

測定は産業利用ビームライン BL19B2 の第2ハッチに設置された多軸回折計を用いて行った。入射 X 線のエネルギーは 12KeV に設定した。単色化に使用したモノクロメータの Si の結晶面は(111)、モノクロメータ下流に設置された高調波成分除去用の X 線ミラーの角度は 4mrad とした。試料は回折計の ϕ ステージ上の試料ステージに水平にセットし、回折計の θ 軸を用いて X 線の入射角を設定し、 2θ アーム上に設置した検出器（シンチレーションカウンター）を入射 X 線を含む鉛直面内を回転させて散乱 X 線を検出した。試料表面における照射領域の広がりによる散乱角の角度分解能の劣化を防ぐために、検出器の前にソーラーズリット（角度分解能 FWHM 0.1° ）を設置した。

図2は入射角を決定するための全反射臨界角近傍の反射率測定である。試料表面平坦性の改善を評価するために前回の実験の試料と今回の試料のデータを比較して表示している。前回の試料では表面の平坦性が悪いため臨界角がはっきりしないが、今回のデータでは DLC 表面の臨界角（入射角約 0.14° ）と基板の臨界角（入射角約 0.17° ）が明瞭に確認でき、明らかに改善されていることが分かる。

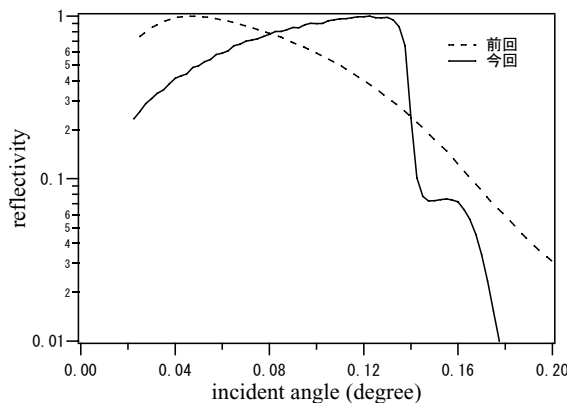


図2 反射率データ

入射角を 0.1 度に設定し散乱角 100 度までの X 線散乱プロファイルを測定した結果を図3に示す。この図に示されるように表面の平坦性は改善され、X 線の侵入深さの制御性は改善されたにもかかわらず、まだ大きなバックグラウンドは抑制し切れておらず、定量的な議論に耐えうるデータになっていない。この原因として考えられるのは

1. 試料サイズが小さくなったため、照射領域が試料表面をはみ出してしまったため、試料のエッジに当たって散乱されるバックグラウンドが低角度域で増加した。
2. 検出器に使用しているシンチレーションカウンターのエネルギー分解能では高角度域でバックグラウンドの原因となるコンプトン散乱を除去し切れなかった。

の2点がある。

1. については BL19B2 ではミラーによる入射光集光条件の問題から縦方向の入射光サイズが 0.2mm 以下に絞ることが困難である。この試料サイズでは 50 μ 程度まで絞る必要が

あるため、この点を改善するためには高強度のアンジュレータ光源を持つビームラインの使用が望ましいであろう。2. の点についてはエネルギー分解能の良い半導体検出器を使用して改善を図る必要がある。

今後これらの技術的な問題点を解決し、今回実施することのできなかつた最終目的である DLC の非晶質構造の水素含有量依存性の検討を行いたい。

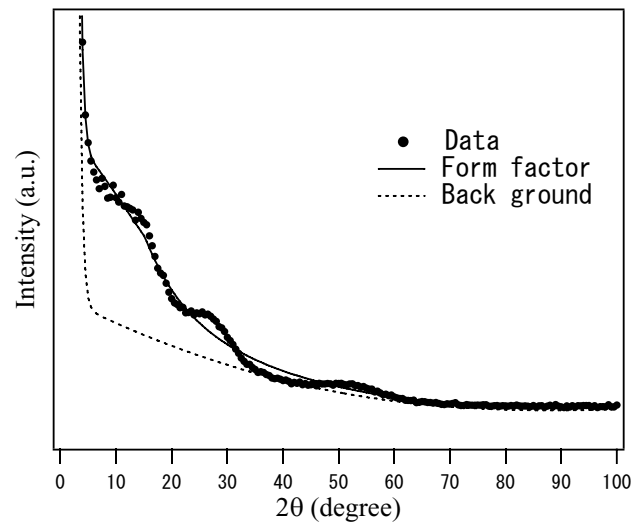


図 3. X 散乱データ