

## 中性子利用によるDLC膜中の水素含有量測定技術の調査

Analysis of hydrogen content in DLC film by neutron reflectivity

尾関和秀<sup>1)</sup>、永島勲<sup>1)</sup>、斎藤秀俊<sup>2)</sup>、米村雅雄<sup>1)</sup>、武田全康<sup>3)</sup>、平栗健二<sup>4)</sup>、西口晃<sup>5)</sup>

Kazuhide OZEKI, Isao NAGASHIMA, Hidetoshi SAITO, Masao YONEMURA, Masayasu TAKEDA, Kenji HIRAKURI, Akira NISHIGUCHI

<sup>1)</sup>茨城大学、<sup>2)</sup>長岡科学技術大学、<sup>3)</sup>原子力機構、<sup>4)</sup>東京電機大学、<sup>5)</sup>ナノテック(株)

中性子反射率計(C2-2 SUIREN)を用いることにより、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)中に含まれる水素含有量の定量化を試みた。

キーワード：ダイヤモンドライクカーボン (DLC)、水素

### 1. 目的

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)は、高硬度、低摩擦性、生体適合性に優れ、近年、工業応用が着実に進んでいる。DLC膜は、一般に sp<sup>3</sup>炭素、sp<sup>2</sup>炭素、水素、未末端から構成されるが、成膜方法やその条件により、様々なDLC膜が存在し、様々なパラメーターの違いにより、その物性(硬度、潤滑性、耐摩耗性)が大きく異なる。DLC膜の物性を決定するパラメーターの一つに水素量があるが、現在、水素量を測定する上で有力な測定方法は、弾性反跳散乱分析(ERDA)が最も一般的である。しかし、ERDA法は10<sup>-5</sup>Pa程度の高真空中で電子線を当てるため、小さなサンプルにしか対応できないこと、500nm以上の膜厚のDLC測定は困難であること、膜の破壊を伴うといった問題がある。そこで、本課題では非破壊で大気中での測定が可能な中性子を利用することで、DLC膜中の水素量測定が可能かについて検証を行うことを目的とする。

### 2. 方法

DLC膜作製時に、CVD法にてメタンガスと水素ガス流量を変化させたサンプルとスパッタリング法によりグラファイトターゲットによるサンプルを作製し、中性子反射率計(C2-2 SUIREN)にて測定を行った。また、水素分析には長岡科学技術大学のERDAを用い、X線反射率の測定にはリガク電機及び長岡科学技術大学の反射率計を用いた。各試料のX線及び中性子反射率の結果から、膜の水素量の定量を行い、ERDA結果と比較検討を行った。

### 3. 研究成果

右表に反射率測定結果から求めた各ガス流量比に対する水素量とERDA測定から求めた水素量を示す。この結果から、水素フリー以外のサンプルでは、水素流量比を変化させても、膜内の水素量は大きく変化しないことがわかる。また、水素フリー以外のサンプルにおいては、ERDAとの水素量を比較すると、最大で9%程度の開きが見られる。水素フリーに関しては、結果に15%以上の開きが見られた。

H <sub>2</sub> /(CH <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> )	反射率 (%)	ERDA (%)
H free	35.5	18
0	35.8	30
30	38.4	30
60	41.5	32
90	40.1	35

### 4. 結論・考察

水素フリー以外のサンプルにおいては、水素量はERDAとの比較でも10%以内に留まったことから、今後、更なる解析法の検討により、より高い精度の水素量定量化が期待できる。一方、水素フリーに関しては、ERDA結果においても、水素量が18%と比較的高い数値が出たこと、また、ERDAと反射率測定結果にも大きな値の差が見られるなど、今後、更に検討が必要と考えられる。