

放射光 X線回折法による高圧・高温環境下 DLC 被膜の構造解析

Structural Analysis of Diamond-Like Carbon under High Pressure and High Temperature by Synchrotron X-Ray Diffraction

平山朋子^{1*}, 江口友梨², 山下健志², 松岡 敬¹

¹同志社大学 理工学部 〒610-0394 京田辺市多々羅都谷 1-3

²同志社大学大学院 理工学研究科 〒610-0394 京田辺市多々羅都谷 1-3

1 はじめに

DLC (Diamond-like Carbon) は, sp^2 結合で構成されるダイヤモンド構造や sp^3 結合で構成されるグラファイト構造の 2 種類の炭素結合からなる準安定な硬質アモルファス炭素である. 一般的に, DLC は sp^2 結合や sp^3 結合, 水素原子の比率でその性質が変化するが, 硬度, 摩擦特性および表面平滑性などの優れたトライボロジー特性を示すことから, エンジン摺動部, 切削工具, 金型, 軸受, 磁気記録媒体などの幅広い工業分野で応用がなされている.

しかし, トライボロジー環境下で使用される DLC 膜は, 摺動面において生じる繰り返しの摩擦や摺動時に作用する負荷により摺動面全体が高温, 高圧にさらされる. それ故に, トライボロジー環境下での DLC 膜の構造は温度, 圧力により変化し, それに伴い摩擦特性も変化するすると予測される. そのため, 高温, 高圧下 DLC 膜の構造変化は重要であり, その DLC 膜の構造変化を定量評価することは高温, 高圧下で使用される DLC 膜の設計の指針を与え, また, 低摩擦の基礎的構造を明確にする一助となると考えられる. 現在のところ, 温度変化による DLC 膜の構造変化は研究報告されているが, 圧力変化による DLC 膜の構造変化を実際に測定した報告は見当たらない. そこで本研究では, 放射光 X 線回折法を用いて, 高温, 高圧下 DLC 膜の構造解析を行うこととした.

2 試料および実験系

本研究では, 高エネルギー加速器研究所機構 (KEK) 内の Photon Factory Advanced Ring (PF-AR) ビームライン NE5C に設置されている一段圧縮加圧方式のキュービックアンビル型高温高圧発生装置 MAX80 を用いた. 本実験では, サンプルセルの寸法を $16 \times 16 \times 16 \text{ mm}^3$, アンビル先端サイズを $12 \times 12 \text{ mm}^2$ とした. DLC はテフロン容器内に封入し, 圧力媒体には非晶質ボロンをエポキシ樹脂で固めたものを用いた. また, 圧力マーカーには NaCl プレートを用いた. スリット系に関しては, 上流側は $0.1 \times 0.5 \text{ mm}^2$, コリメータ径は 0.3 mm , 下流側は $0.1 \times 0.2 \sim 2.0 \text{ mm}^2$ (X 線強度に応じて変更) とし, 加熱なし試料および加熱あり試料の 2 種類を対象として, 室温環境下で分析を行った.

3 実験結果

各回折角度において, DLC 膜の散乱 X 線プロファイルはブロードなピークとなった. これは DLC 膜のようなアモルファス構造に見られる典型的な散乱プロファイルである. また, 圧力が増加するにつれて X 線散乱強度のピーク位置が高エネルギー側にシフトすることが確認できた. これは圧力によって原子間距離が徐々に縮まっているためであると考えられる. 得られた回折プロファイルより, 二体分布関数を算出した. その結果, $r=1.46 \text{ \AA}$ と $r=2.50 \text{ \AA}$ 付近に大きなピークが, また, $r=3.22 \text{ \AA}$ と $r=3.70 \text{ \AA}$ 付近に小さなピークが現れた. $r=1.46 \text{ \AA}$ 付近のピークは原子間の結合距離である sp^3 結合の $r=1.54 \text{ \AA}$ と sp^2 結合の $r=1.42 \text{ \AA}$ を反映し, $r=2.50 \text{ \AA}$ は sp^2 結合の 6 員環構造の 2 近傍距離である $r=2.46 \text{ \AA}$ を反映していると推察できる. 圧力の増加に伴うこのピーク高さの変化を図 1 に示す. これより, 圧力が増加するにつれて, DLC が徐々に sp^3 化することが分かった.

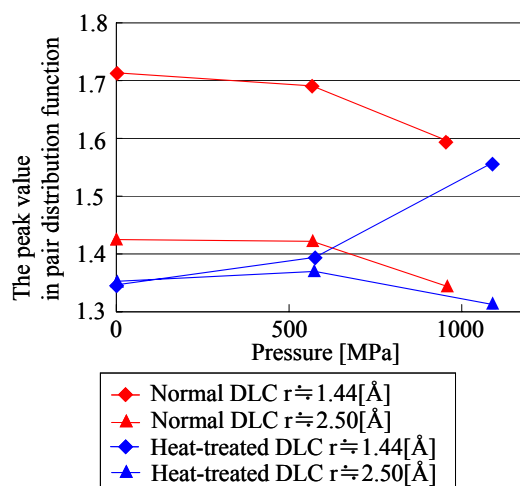


図 1 : 圧力変化に伴う DLC の二体分布関数におけるピーク高さの変化

謝辞

実験の実施に際して, 様々なアドバイスおよびサポートを頂いた高エネルギー加速器研究機構 亀卦川卓美先生に心よりの謝意を表す.

* thirayam@mail.doshisha.ac.jp