

## プラズマアシスト成膜装置と DLC 薄膜作製

キーワード：プラズマ CVD、ダイヤモンドライクカーボン、DLC

はじめに

CVD(Chemical Vapor Deposition)法は、化学的なプロセスを経て、原料ガスから薄膜を作製する方法です。ここで紹介する本装置で用いられているプラズマ CVD 法は、プラズマで原料ガスを分解し、基板上で薄膜形成を行います。薄膜形成に必要なエネルギーを熱として供給する熱 CVD 法(基板温度 600 ~ 1000 以上)より、成膜時の基板温度の低温化を図ることができるので、例えば、プラスチック等の低融点材料にも成膜することができ、様々な材質の基材への成膜要求に対応することが可能です。

装置

図 1 に本装置の概略図を示します。装置は、プラズマガンと成膜室で構成されていて、プラズマ生成に寄与する電子を有効利用するために、陰極(熱フィラメント)と対向して反射電極を設けています。陰極から放出された熱電子は、陽極及び注入電極から供給されるエネルギーで、プラズマガンに導入された Ar ガスをプラズマ化し、成膜室へ供給します。

プラズマを閉じ込めて高密度化( $10^{11}\text{cm}^{-3}$  ~)し、かつ低圧( $10^{-2} \sim 10^{-1}\text{Pa}$ )でも大電流の放電を維持するために、成膜室の上下に設置したコイルによる磁場を印加しています。材料ガスである  $\text{C}_2\text{H}_2$  ガスは、成膜室に導入され、Ar プラズマにより、解離、イオン化されます。基板は、高エネルギー電子の衝撃を避け、低温で成膜ができるよう、プラズマの周囲に設置され、パルス電圧を印加することにより、プラズマ中のイオンを基板表面に供給し、薄膜を生成します。また、基板は、プラズマの周囲を自公転させることが可能で、膜厚分布、膜質の均一化を図ります。

成膜室側面には、DC マグネトロンスパッタ用のターゲットが設置されています。また、この DC マグネトロンスパッタと、プラズマ CVD を同時に行うことで、様々な複合材料を成膜することが可能です。

排気は全自動、成膜は半自動で、操作はすべてタッチパネルから簡単に行うことができます。表 1 に、本装置の基本仕様を示します。

表 1 プラズマアシスト成膜装置の基本仕様

到達圧力	: $8.0 \times 10^{-5}\text{Pa}$ 以下
排気時間	: $2.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ まで 15 分以内
排気系	: 油拡散ポンプ、ルーツポンプ、ロータリーポンプ
標準基板寸法範囲	: $100 \times \text{h}200(\text{mm}) \times 8$ 軸
基板回転	: 自公転、公転、固定
基板加熱	: ~ 350
基板バイアスパルス DC 電源	容量: max 5kW 周波数: 50 ~ 250kHz
スパッタターゲット	: $100 \times \text{t}5(\text{mm})$
スパッタ用 DC 電源	: max 5kW
使用ガス	: Ar、 $\text{H}_2$ 、 $\text{C}_2\text{H}_2$ 、 $\text{N}_2$ 、TMS(テトラメチルシラン( $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ ))

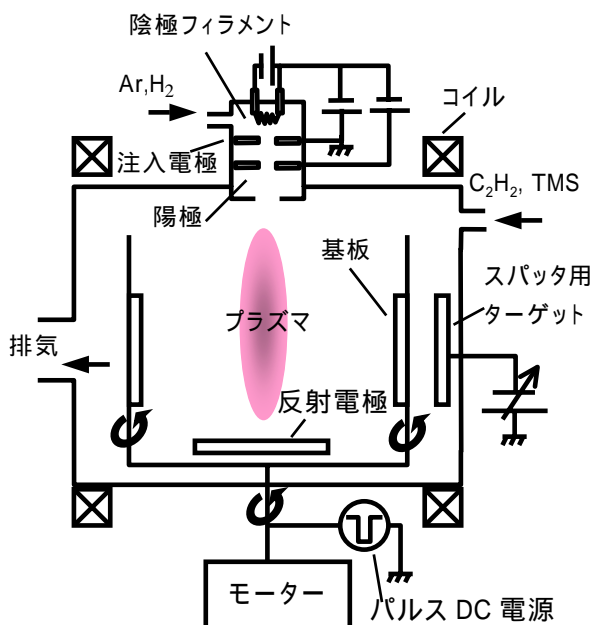


図 1 プラズマ CVD 装置概略図

## 薄膜の作成例

本装置を用いて、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）薄膜を成膜しました。DLC 薄膜とは、ダイヤモンドに近い性質を示す非晶質の炭素薄膜で、電子材料としてだけでなく、潤滑性、耐摩耗性、化学的安定性等に優れることから、機械、光学、医療など広範囲の分野での応用が期待されている材料です。

図2に作製した DLC 薄膜の構造を示します。



図2 積層構造

ここで、非晶質 SiC 層は、DLC 薄膜と基板との密着性向上のため、テトラメチルシラン ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ , TMS) ガスにより成膜します。基板が鉄系の基材の場合、DC マグネトロンスパッタ源を用いて Cr 薄膜を基板上に形成し、その後、非晶質 SiC 層を成膜することにより、膜の密着力の向上を図ります。また、DLC 層の内部応力緩和のため、TMS による Si を含有させることも可能です。DLC 層中の Si の含有量は、 $\text{C}_2\text{H}_2$  ガスと TMS ガスの流量を調整することで制御しています。

今回、非晶質 SiC 層を 50nm、DLC 層を 800nm の厚さで DC7059 ガラス、石英、Si 基板上に成膜しました。DLC 薄膜の成膜レートは、70nm/min と比較的高速でした。得られた DLC 薄膜は、剥離することなく、基板と良好な密着性を示しました。また、ポリカーボネート板、シリコンゴム等にも、基板が変形することなく、比較的低温で成膜することができます。

図3は、作製した薄膜のラマンスペクトルです。得られたスペクトルは、典型的な DLC 薄膜のラマンスペクトルで、DLC 薄膜が生成したことがわかりました。

図4は、作製した DLC 薄膜の走査電子顕微鏡 (SEM) 写真です。DLC 薄膜表面は、非常に平滑であることがわかります。また、SKD11 基板に DLC 薄膜を  $2.7\ \mu\text{m}$  成膜したものを、SUJ2 ボールを用いて往復摺動式摩擦試験機で評価したと

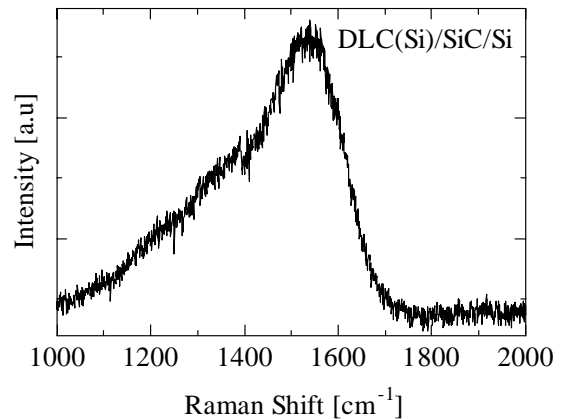


図3 作製した DLC 薄膜のラマンスペクトル

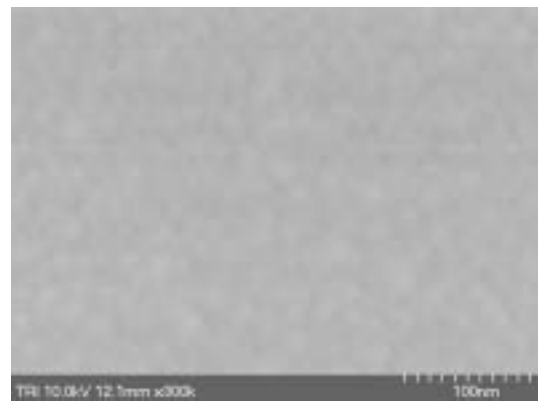


図4 作製した DLC 膜の SEM 像 (30万倍)

ころ、負荷加重 4.9N において、摩擦係数は約 0.05 以下と、非常に低い値を示しました。

成膜に要する時間は、例えば DLC 膜厚が 800nm の場合、基板装着から成膜、基板取り出しまで約 1 時間で処理が完了しており、比較的短時間で行うことができました。これは、排気速度の大きな排気系と、ガスを効率的にイオン化できる放電系を有することが主な要因で、生産性の面でも高速成膜は非常に重要なポイントです。

## おわりに

本装置は、生産機を少し小型化したもので、高速成膜が可能で生産性が高く、操作も簡単です。また、プラズマ CVD とスパッタを同時に行うことで、DLC 薄膜内に様々な元素を混入し、多種多様な薄膜を作製することができます。是非、一度ご利用下さい。