

マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマによる超高速 DLC 成膜

1. はじめに

高硬度、低摩擦、耐摩耗、化学的安定性といった優れた機械・材料特性を有する DLC (Diamond-Like Carbon) 膜の応用が摺動部材を中心に広がってきた。DLC 膜のさらなる展開に向けた重要課題には、①高速成膜 (低コスト化)、②耐荷重能の向上 (高密着化)、③低温処理、④内面形状への対応などの製造技術的な課題が多い。DLC 膜の形成にはプラズママイオンによる非平衡反応場が必須であり、したがって

課題①～④はいずれも製造技術としてのプラズマ・イオンプロセスの進化によって解決されなければならない。われわれは課題①を解決するために、マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマ⁽¹⁾を用いたプラズマ CVD による超高速 DLC 成膜技術を開発してきた⁽²⁾⁽³⁾。

2. マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマの生成原理と特徴

マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマは、プラズマ-イオンシース境界に沿って伝播する表面波モードのマイクロ波によって生成維持されるプラズマであり、金属基材の表面近傍で $n_e \sim 10^{11} - 10^{12} \text{cm}^{-3}$ を超える高い電子密度のプラズマを得る⁽¹⁾。従来法との違いを簡単に説明する。図 1(a) に示すように、基材に DC バイアスを印加することで基材形状に沿ったプラズマ生成が可能であるが、プラズマ中の電子密度の絶対値が $10^8 - 10^{10} \text{cm}^{-3}$ 程度でしかない。これに対して基材へのバイアス印加と同時に基材の一端からマイクロ波を投入すると、図 1(b) のように金属基材の三次元形状面に沿ってマイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマが得られる。

3. 超高速 DLC 成膜への応用

このような基材に近接する高密度プラズマを用いて DLC 成膜を行えば、従来法による $\sim 1 \mu\text{m/h}$ 程度の成膜レートを大きく超えることが期待された。そこで図 2 のチャンバを用いて表 1 に示す成膜条件で DLC 成膜を行った (表 1 の DC+MW)。従来法との比較のために、同じチャンバと成膜条件でマイクロ波だけをオフにした状態、すなわち DC バイアス印加による低密度プラズマが生成されている状態での成膜も行った (表 1 の DC)。なお、マイクロ波やバイアスは表に示す条件でパルス状に投入・印加される。DC バイアス印加のみで成膜したときの最終的な処理温度は 80°C であった。マイクロ波を併用した成膜では基材電流が前者のおよそ 100 倍の 1A 程度に達し、最終的な処理温度は 12 秒間という短

時間にもかかわらず 270°C に達した。DC プラズマによる成膜レートと膜硬度はそれぞれ $2.5 \mu\text{m/h}$ および 11.8GPa であった。一方マイクロ波を併用した成膜では、成膜レートと膜硬度はそれぞれ $156 \mu\text{m/h}$ および 20.8GPa であった。このように従来法より二桁以上高いレートでの高硬度 (20GPa 以上) な DLC の成膜が実証された。現在さらなる高速化を目指しており、もう一桁高い成膜速度が実現されれば、DLC 成膜のインライン化にも繋がるのではないかと期待している。(なお、マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマは内径が mm サイズでアスペクト比が 10 以上の細穴内面への DLC 成膜にも有効である。詳しくは参考文献⁽⁴⁾⁽⁵⁾を御参照ください。)

4. おわりに

マイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマを用いたプラズマ CVD による、超高速 DLC 成膜を紹介した。本技術は DLC 成膜にかぎらずさまざまなプラズマ処理との組み合わせが可能である。本稿がプラズマ処理の高速化を望む方の一助となれば幸いである。

謝辞

本研究の一部は、NEDO 平成 23 年度先導的産業技術創出事業 (No. 11B06004d) の助成を受けて遂行された。

(原稿受付 2012 年 7 月 17 日)

[上坂裕之 名古屋大学]

●文 献

- (1) Kousaka, H., Umehara, N., Ono, K. and Xu, J., Microwave-excited high-density plasma column sustained along metal rod at negative voltage, *Jpn. J. Appl. Phys.* **44** (2005), L1154-L1157.
- (2) 岡本隆志・上坂裕之・ほか, マイクロ波励起・高密度近接プラズマによる超高速 DLC 成膜, 電気学会プラズマ研究会資料, **PST-12-002** (2012), 7-13.
- (3) Takaoka, Y., Kousaka, H., Umehara, N., Ultra-high-speed coating of DLC at over $100 \mu\text{m/h}$ without softening of low-temperature tempered steel substrate, *Extended Abstract of Plasma Surface Engineering 2012 (PSE2012)*, OR1807.
- (4) 上坂裕之, プラズマによる立体形状表面加工の最新動向とトライポロジー, *トライポロジスト*, **55-11** (2010), 790-796.
- (5) 上坂裕之, ミリメートルサイズの細穴内面形状へのプラズマ成膜, *砥粒加工学会誌*, **56-2** (2012), 90-93.

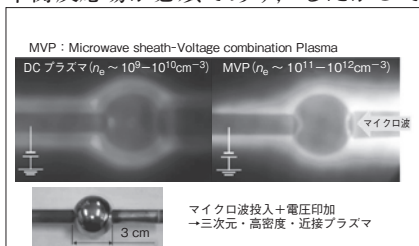


図 1 立体形状を有する金属基材に沿って生成される DC プラズマおよびマイクロ波励起・高密度・基材近接プラズマ

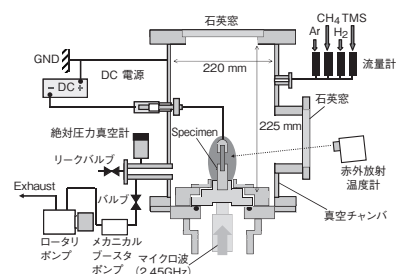


図 2 MVP 法を用いた超高速 DLC 成膜装置の模式図

表 1 成膜条件

		DC	DC+MW
Gas flow, sccm	Ar	40	
	CH ₄	200	
	TMS	20	
Total gas flow Q _{total} , sccm		260	
Pressure P, Pa		75	
Deposition time t, sec.		750	12
Micro-wave (2.45GHz)	Peak power		1kW
	Pulse frequency		500 Hz
	Duty ratio		50%
Bias	Voltage	-500V	
	Pulse frequency	500Hz	
	Duty ratio	50%	
Substrate temperature T, °C		80	270