パルス放電プラズマ CVD による DLC と BN 膜の作製

Formation of DLC and BN Films by Pulsed Discharge Plasma CVD

パルスプラズマ技研 [1]，ライテック研 [2]　○野田　三喜男 [1]，堀部　勲夫 [2]
Pulse Plasma Technology GK[1],　Lightech Lab.[2]　Mikio Noda[1], Isao Horibe[2]
E-mail: m_noda2003@ybb.ne.jp

1.　序言

高硬度で低摩擦である DLC のコーティングが広くおこなわれるようになってきている。このなかで，焼き入れや焼き戻しなどで調質されているため，約 200℃の A_0 変態点以下でコーティングせねばならない鉄鋼材料への対応が要望されている。また，DLC は耐熱温度が 300℃程度で低い，鉄と反応するため鉄合金の切削には使用できない，という欠点があり，これらを克服する材料として，DLC と類似の構造をもつ BN 膜のコーティングが注目されている。

ここでは，これらの DLC と BN の成膜を安価におこなう方法として，放電をパルス化したプラズマ CVD により，パルス放電の大きなピークパワーを利用して成膜した結果について報告する。

2.　実験方法

Fig. 1 に作製した実験装置の概要を示す。AC 入力を変圧器で昇圧し，全波整流した後，コンデンサーバンクで直流にし，放電を安定化するための L と R を通して放電させた。試料は，IGBT の 1 と 2 を ON にするとマイナスになり，3 と 4 を ON にするとプラスになる。パルスの繰り返し周波数（f）は 20 kHz とし，試料をマイナスおよびプラスにしたときのデューティ比を，DLC の場合は 6 および 3 %とし，BN の場合は 10 および 5 %とした。

DLC の場合は，H_2 と N_2 により窒化処理をした後，N_2，H_2 と CH_4 により CN を中間層として成膜し，その上に，H_2 と CH_4 により DLC を成膜した。試料の温度は，放射温度計で測定し，約 180˚C とした。BN の場合は，H_2 と N_2 により窒化処理をした後，BF_3 と N_2 により成膜し，試料温度は約 500 ˚C とした。

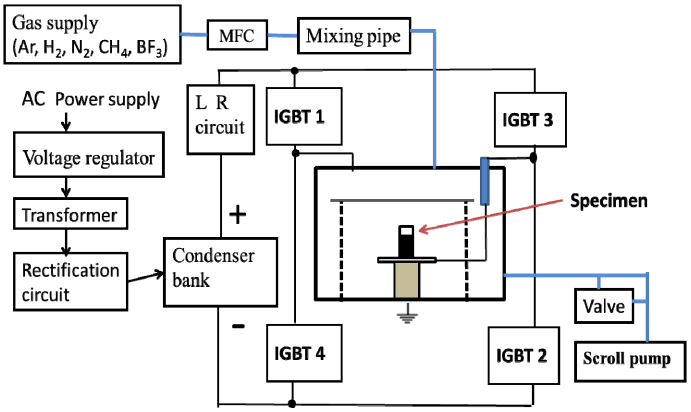

Fig. 1. Schematic view of the deposition system

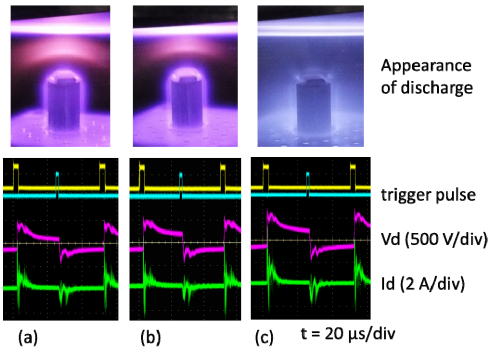

Fig. 2.　Appearance of the discharge at nitridation (a), deposition of CN film (b) and deposition of DLC (c). Vd and Id are discharge voltage and current.

3.　結果

Fig. 2 に，DLC 成膜時の放電状態と，電極間の電圧(Vd)および電流(Id)を示す。トリガーパルスにより約 500V の Vd が印加され, OFF にした後も試料表面の電荷の蓄積により減衰する電圧が存在している。この残留電圧を逆方向の電圧を加えることにより打消しながら成膜している。このようにバイポーラにしたパルス電源にすることにより, 安定した放電を持続することができた。ちなみに，モノポーラの場合は，アーキングの発生やグローが逃げるなどの現象により成膜が困難であった。

堆積した膜の硬度は，DLC で 12 GPa，BN で 11 GPa 程度であった。今後，成膜条件を変えながら改良していく予定であり，詳細は講演時に述べる。

© 2017年 応用物理学会