

大気開放マイクロ波 CVD による DLC 膜の作製と評価

Preparation of DLC Films using Microwave Plasma CVD in Open-air

愛媛大, °弓達新治, 林矩, 夏井潤, 柳田啓一郎, 山本和也, 本村英樹, 八木秀次

Ehime Univ., °Shinji Yudate, Nori Hayashi, Jun Natsui, Keichiroh Yanagida, Kazuya Yamamoto,

Hideki Motomura, Hidetsugu Yagi

E-mail: yudate.shinji.me@ehime-u.ac.jp

〔背景〕 大気開放マイクロ波プラズマ CVD は高密度プラズマによる高速成長が可能である。また、真空装置を用いないため、装置導入コスト及び連続成膜時のスループットに関して優れている。本装置を用いた大気開放下の DLC 膜成膜により、膜厚が $4\mu\text{m}$ 、硬度が減圧プラズマ CVD と同等の 20GPa(ナノインデント測定)の DLC 膜が報告されている[1]。現在、さまざまな基板(Si 基板、ステンレス基板、ガラス基板)上に成膜を試み、基板が成膜に与える影響について調べている。また、成膜時の圧力増加にはプラズマの高温化が伴う為、耐熱性の低いガラス及び樹脂基板への成膜を目指して、プラズマ低温化を行った”大気開放マイクロ波プラズマ CVD による成膜”にも取り組んでいる。

〔実験方法〕 図 1 に成長装置概略図を示す。マイクロ波は電極先端部に導かれ、電極基板間に生じた電場によりプラズマが生じる。作製条件は、SUS304 基板(厚さ:3mm)上に CH_4 流量が 15sccm、 H_2 流量が 150sccm、He 流量が 165cc、投入電力が 50W、成膜時間が 10 分で行った。大気が成膜に及ぼす影響を考慮し、He シールドガス流量を 290cc とした。Si 基板上へも同条件で作製を行った。XPS 測定により DLC 膜の化学結合状態を調べた。プラズマ低温化のため、パルス化及び電極基板間へのメッシュ電極挿入を検討した。

〔実験結果〕 まず、ステンレス基板上に成膜した DLC 膜の XPS 測定を行った。図 2 の C1s XPS スペクトルから $\text{sp}^2/(\text{sp}^2+\text{sp}^3)$ 比は 0.7 程度であった。また C=O 結合に対応するピークが見られた。大気開放中で比較的高い基板温度(基板の中心部が 280°C 程度)で成膜を行っていることから、成膜中及び成膜後の降温中にグラファイト成分が優先的に酸化している可能性がある。さらに、 Fe2p XPS スペクトルから、基板材料である Fe 成分の膜中への混入が確認された。膜の直上の温度が非常に高いことが考えられる。ただし、Fe と炭素成分の結合割合は非常に小さく(1%以下)、炭素と結合しないモデルを考えているが詳細は検討中である。Si 基板を用いた場合も、同様に Si の膜への混入が見られた。次に、プラズマの低温化について検討し、比較的耐熱温度の低い無アルカリガラス基板へも良好に成膜可能であることが示された。

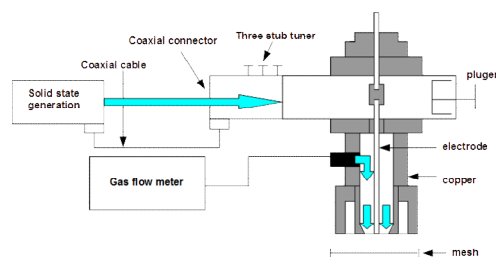


図 1 成長装置の概略図

[1] 八木, NEW DIAMOND 28 (2012) 16.

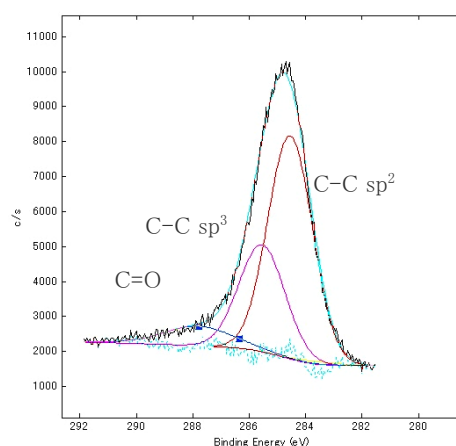


図 2 DLC 膜の C1s XPS スペクトル(基板:SUS304)