

大気圧 μ プラズマ DLC 成膜における基板温度、 H_2 添加の効果

The Effect of Sub. Temperature and H_2 Addition on DLC Films Deposited by an AP μ Plasma

鶴岡高専 電気電子工学科¹、(現)キャノン電子² °吉木 宏之¹、佐藤順樹¹、丸藤 好恭^{1,2}

Tsuruoka Natl College of Tech.¹, Canon Inc.² °Hiroyuki Yoshiki¹, Junki Sato¹, Kousuke Gando^{1,2}

E-mail: yoshiki@tsuruoka-nct.ac.jp

1. はじめに

ダイヤモンド状炭素 (DLC) 膜は潤滑性、高耐磨耗性、耐食性に優れ多くの機械部品のコーティング材として用いられている。成膜はスパッタリングやイオンプレーティング等の減圧プロセスが主流であるが、近年製造コスト低減や高速成膜を目指して常圧プラズマ化学気相成長 (PE-CVD) 法が提案されている。^{1,2} 特に、多品種少量生産のマイクロマシン摺動部や極細エンドミルの DLC 局所被覆への大気圧 μ プラズマ利用は生産性向上の観点から有望である。

筆者は、注射針電極を RF 励起して大気圧非平衡プラズマ流を生成するペン型プラズマ源を用いて、He/CH₄ プラズマで DLC 局所成膜を試みて膜厚 0.6 μ m、表面硬さ約 11 GPa を得た。³ さらに、 H_2 添加と基板温度上昇により表面硬さ 17 GPa 以上が得られる事を報告した。⁴ 本研究では基板温度、 H_2 添加の効果をラマン分光分析等から明らかにする。

2. 実験装置および結果

本研究で用いた実験装置の構成を図1に示す。 ϕ 0.9 mm $\times$ 30 mm の注射針を石英管 (外径/内径: 2.7 mm/1.0 mm) で覆い、He/CH₄/H₂ 混合ガスを注射針に導入して RF (13.56 MHz) 電圧を印加して大気圧非平衡プラズマ流を生成する。He/CH₄/H₂ 総流量 510/30/0-335 ml/min、RF 電力 16-20 W (V_{pp} : 約 1 kV)、石英管 - 基板間距離 d は 1 mm、エタノールと純水で超音波洗浄した 1-2 cm 角の Si 基板を 2.2 mm/s で移動して成膜した。基板温度をヒーターで 100-300°C に制御した。堆積膜の化学構造を顕微レーザーラマン分光、FT-IR で分析し、膜硬度は薄膜硬度計 (PICODENTOR HM 500) を用いて測定した。

膜厚 0.3-0.5 μ m で基板との密着性も良好であった。図2にラマン分光スペクトルを示す。基板温度の上昇で G バンドのピークが 1510 cm^{-1} から 1540 cm^{-1} へシフトし、バックグラウンド (蛍光成分) が減少した。更に H_2 添加に伴い蛍光成分が急激に減少した。これは膜中の水素濃度の減少を示唆しており、膜表面 40 nm でのインデンテーション硬さ H_{IT} は H_2 添加無しで 7 GPa、 H_2 添加 38%、基板温度 300°C で約 17 GPa (H_v 換算 1625) を得た。

3. おわりに

CH₄ を原料とした大気圧 μ PE-CVD で Si 基板への DLC 局所成膜を試みた。ラマン分光分析から基板温度の増加と H_2 添加で膜中の水素濃度が減少して、表面硬さ約 17 GPa の膜を得た。

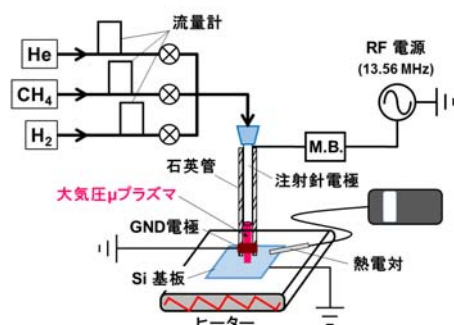


図1 大気圧局所 DLC 成膜装置の概略

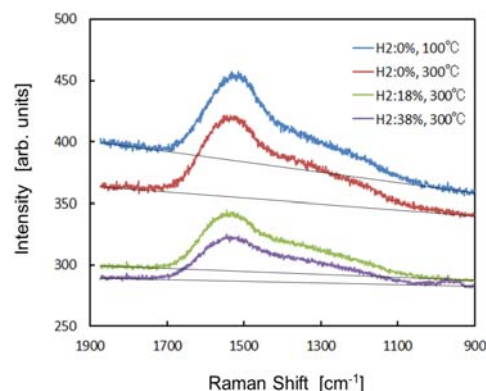


図2 DLC 膜のラマン分光スペクトルの基板温度、He/CH₄/H₂ 比率依存性

- 1) 大竹尚登 他, 表面技術 Vol.60, No.6 (2009) 376. 2) M. Noborisaka *et al.* TSF **527** (2013) 114.
- 3) 吉木宏之 他, 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会 予稿集 DVD 07-172 (2016).
- 4) 吉木宏之 他, 第 78 回応用物理学会秋季学術講演会 予稿集 DVD 07-162 (2017).