S3-8

イオン電磁加速法を用いた炭素系薄膜の新規生成法および硬度制御法の開発

DLC thin-film deposition by electromagnetic ion acceleration method

浅井朋彦 [1]
Tomohiko Asai[1]

Abstract: An innovative Diamond-like carbon (DLC) film deposition method has been developed. A plasmoid generated by a magnetized coaxial ion gun (MCIG) contains electrode material ablated and ionized by the discharge current. The sputtered electrode material contained in the plasmoid is electromagnetically accelerated by the Lorentz force, then deposited onto the substrate. A MCIG employing a graphite electrode enables DLC film deposition without hydrocarbon gas. Therefore, it is realized to control hydrogen content of generated DLC. In the presented developments, a DLC having Vickers hardness of 1336.1GPa has been formed on a silicon substrate.

１．はじめに

ダイヤモンドライクカーボン（Diamond-like carbon: DLC）と呼ばれる薄膜はさまざまな機能性を有し，多岐に応用されている．一般に，プラズマを用いて生成される DLC は，製膜法により異なった結晶構造と機能を発現し，その性能はおもに基板への炭素の衝突エネルギーと薄膜の水素含有量に依存し，硬さ，耐摩耗性，低摩擦性，ガスバリア性，生体親和性などの特性を有する．

日本大学理工学部・応用科学助成金の補助のもと行われた本研究では，日本大学理工学部において開発されてきた磁化同軸イオンガン（Magnetized Coaxial Ion Gun: MCIG）[1 ~ 5]を用い，炭素イオンの電磁加速によりエネルギーを制御することにで，DLC 薄膜の硬度を制御できる可能性について検証し，さらに実用化に必須である（１）低熱負荷，（２）水素含有量の制御，（３）高い膜厚制御性，（４）低ドロップレットを実現する新規 DLC 製膜装置の開発を目指した．

２．実験装置

本研究により開発された MCIG 成膜装置の概観図を Figure 1 に示す．

左端に示されているのが，同軸円筒状の１対の電極を持ったイオン生成・加速部である．中心電極および外部電極は，それぞれグラファイトとステンレス鋼製である．外部電極外部にはバイアス磁場コイルが設置され，電極間に z 軸方向のマグネトロン様の磁場構造を形成することで絶縁破壊を促進し，また生成されたプラズマを磁化することで，孤立した磁場構造を形成するはたらきがある．

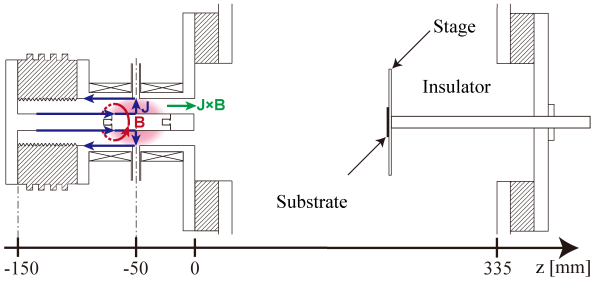

Figure 1. Schematic diagram of developed deposition apparatus for DLC thin-film.

電極間へのガス導入後，電源からパルス電圧が電極間に印加されると，絶縁破壊が起こりプラズマが形成される．このプラズマを介して流れる放電電流によって，電流密度の高い内部電極表面で電極材料がスパッタされ，このうちイオン化されたものが，放電電流と電流のつくる磁場の間の自己ローレンツ力により選択的に電磁加速され，基板上へ入射される．この実験ではグラファイト製内部電極に由来する炭素イオンが，放電のために導入されたアルゴンプラズマ中に混入した状態で電磁加速されることになる．

Figure 2 に，生成されたプラズマについて，反応チェンバー内で観測した放射光スペクトルの強度分布を示す．このデータからわかるように，生成・加速されたプラズマは，ほぼ動作ガスであるアルゴンの一価のイオンと，電極材料である炭素の同じく一価のイオンにより形成されていることがわかる．特筆すべきことは，このプラズマから中性粒子による発光が確認されないことであり，磁場構造を持ったプラズマが電磁加速されることよって，膜中のマク

1: 日大理工・物理・教員

ロ粒子の原因となる中性粒子がフィルタされているものと考えられる．

DLC は，前述のように，膜中の水素含有量によってもその性能が変化するが，多くの手法では，成膜のためのプラズマ生成に，メタンなどの炭化水素系ガスを用い，基板を加熱することで水素含有量を制御している．このため，特に低い水素含有量領域において，その制御が困難であるが，本手法では動作ガスに水素をドープすることで，生成される DLC の水素含有量を制御することが可能である．

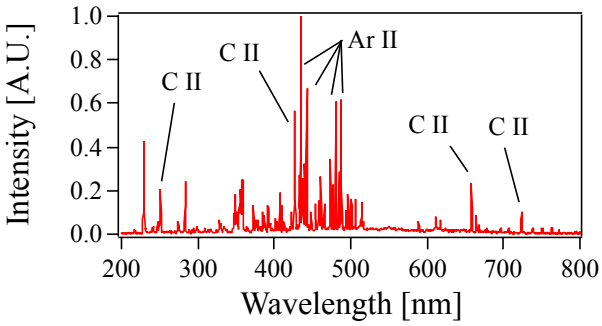

Figure 2. Spectrum distribution of generated plasma on the MCIG.

３．実験結果

開発された MCIG を用いて DLC 成膜を行った結果を以下に示す[6]．シリコン基板に対して成膜した実験では，MCIG － 基板間距離 200mm，放電パルス数 1500 発，MCIG への投入エネルギー約 246 J/Pulse の条件下において成膜試験をおこなった。この薄膜について Nano Indentation Tester（ENT-2100）による硬度評価を行ったところ，ビッカース硬さ換算で 1336.1GPa の比較的ドロップレット混入の低い DLC であることがわかった．この実験では，従来の DLC 成膜法では不可欠であった基板電位の制御を行わずに成膜をおこなった．基板電位の制御によるイオンの電界加速は，基板材料を制限するなどの問題があったが，本手法により電界加速なしに DLC を生成可能であることが示された．

また，別の条件下において，MCIG への印加電圧と薄膜強度の依存性を検証した．Table 1 にその結果を示す．実験データはまだ不十分であるが，放電電圧，すなわち入射イオンのエネルギーに依存して薄膜の硬度が増大する傾向があることがわかる．現在の成膜装置では，とくに改造等を行わずに数倍程度の放電電圧の増大が可能であることから，今後，DLC 薄膜の高硬度化について検証を進める予定である．

Table.1 Dependence of hardness and critical load of formed DLC on discharge voltage.

Voltage (kV)	Hardness (HV)	Critical load (mN)
2	830	76
3	901	61

４．まとめ

本プロジェクトにより開発されたグラファイト製中心電極を有する MCIG システムを用い成膜実験を行った．この結果，電磁加速法を用いたプラズマ PVD（Physical Vapor Deposition）による DLC 薄膜生成法が，DLC 成膜にも応用可能であることが示された。本手法の最大の利点は、動作ガスに炭化水素系ガスを用いずに DLC の成膜が可能な点にあり，DLC の性能のうち，特に摺動部品などへの応用を考えた場合に重要な硬度や摩擦係数に大きな影響を与える水素含有量について，基板の加熱などを行わずに，他のパラメータと独立した制御が可能であることである．現在，本手法によって生成される DLC の性能について，水素含有量とイオンのエネルギーへの依存性の評価を行っており，また，同装置の実用化に向けた研究開発を，ナノテック株式会社（千葉県柏市）と連携で進めている．

本研究は，平成 26 年度日本大学理工学部応用科学研究助成金の助成を受け行われたものである．

５．参考文献

[1] 浅井朋彦 他：「同軸磁化プラズマ生成装置と同軸磁化プラズマ生成装置を用いた膜形成装置」，特許第 4769014 号，2011 年 6 月 24 日．

[2] 浅井朋彦 他：「同軸磁化プラズマ生成装置」，特許第 5532720 号，2014 年 5 月 9 日．

[3] 浅井朋彦 他：「合金薄膜生成装置」，特開 2014-051699，2014 年 3 月 20 日．

[4] 浅井朋彦 他：「磁化同軸プラズマ生成装置を用いる薄膜生成装置」，特願 2015-182857，2017 年 9 月 16 日．

[5] 高津 幹夫，浅井 朋彦，平塚 傑工：「同軸プラズマガンによる製膜装置の開発と評価」，電気学会論文誌 A，Vol.134, No.9, pp.503-508, 2014.

[6] 加藤達也他，「イオンの電磁加速を用いた DLC 薄膜の生成」平成 27 年電気学会基礎・材料・共通部門大会，17-P-12（2015）．