

準大気圧水素・メタン混合パルスグロー放電を用いたDLC成膜における
パルス電圧の繰り返し周波数効果

Effects of pulsed voltage repetition frequency on DLC film preparation using a
hydrogen/methane pulsed glow discharge under sub-atmospheric pressure

峯 卓馬¹, 菊池 祐介¹, 井岡 克也¹, 政井 瞭平¹, 八束 充保¹
MINE Takuma¹, KIKUCHI Yusuke¹, IOKA Katsuya¹, MASAI Ryohei¹,
YATSUZUKA Mitsuyasu¹

¹兵庫県立大
¹Univ. of Hyogo

1. はじめに

DLCは高硬度、低摩擦係数、化学的不活性などの優れた特性を有し、幅広い産業分野に応用されている[1]。我々は準大気圧ヘリウム(He)・メタン(CH₄)混合パルスグロー放電を使用したDLCの高速成膜を実施し、硬度13GPa、成膜レート0.1 μm/minを得た[2]。本研究では、高価なHeに代わり水素(H₂)を用いたDLC成膜実験の結果を示す。

2. 実験方法・結果

真空容器内に、上部電極(直径:50 mm, 厚さ:10 mm)と下部電極(直径:70 mm, 厚さ:5 mm)から構成される平行平板電極を電極間距離30 mmで設置した。ここで、電極は水冷軸により冷却されている。高繰り返しナノ秒パルス電源(最高周波数:300 kHz)により電極間にパルス幅300 nsの電圧を印加してプラズマを生成した。成膜実験ではアセトン洗浄後のシリコン基板(25 mm×25 mm×0.6 mm)を下部電極上に設置し、ガス圧力1.2 kPaにてH₂/CH₄プラズマを5分間照射した。

繰り返し周波数(f)を変化して成膜した炭素膜のラマン分光スペクトルを図1に示す。図1からDバンド(1350 cm⁻¹)とGバンド(1550 cm⁻¹)が重なったDLC特有のスペクトルが確認できる。Gピーク位置およびDバンドとGバンドの面積比から算出したsp³の割合[3]は、 $f = 50$ kHzで約35%、 $f = 250$ kHzで約30%と得られた。図2にナノインデントで計測した膜硬度を示す。図2から、 $f = 30$ kHzから80 kHzに増加すると硬度は上昇し、 $f = 80$ kHzから150 kHzまでは約15 GPa一定となることがわかる。また、 $f = 200$ kHz以上では膜硬度は約10 GPaまで低下する。この原因は、基板温度の高温化によるDLCのグラファイト化の結果と考えられる。

本実験では基板温度制御を行っていないため、 f の増加に伴い基板温度は上昇し、 $f = 200$ kHzで250℃に達した。成膜時の基板温度の違い

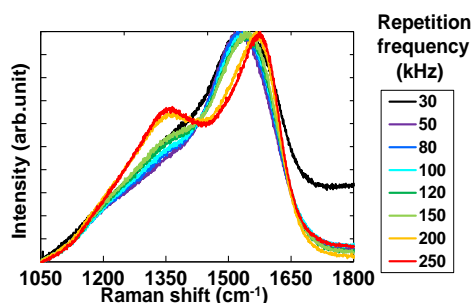


図1 DLCのラマン分光スペクトルの繰り返し周波数依存性

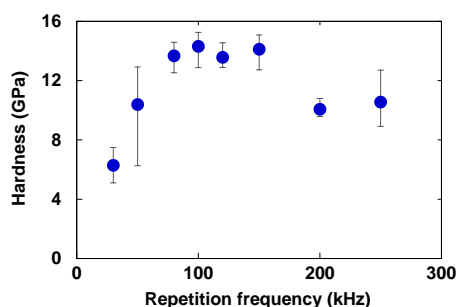


図2 DLC硬度の繰り返し周波数依存性

を排除するため、水冷軸と電極の間に金属スペーサーを挿入し、基板温度を f によらず一定にした。その結果、膜硬度は f に依存せず約15 GPaと得られた。 $f < 100$ kHzにおける高硬度化の原因として、水素原子ラジカル照射によるグラファイト成分の選択的エッチング[4]が考えられる。

参考文献

- [1] J. Robertson, Mater. Sci. Engineering (2002) 129.
- [2] Y. Kikuchi et al., Jpn. J. Appl. Phys. (2017) 100306.
- [3] A.C. Ferrari and J. Robertson, Phys. Rev. B (2000) 14095.
- [4] B.N. Jariwala et al., J. Appl. Phys. (2009) 073305.