

表面波励起マイクロ波プラズマを利用した奥行きのある凹面形状に対するスパッタコーティング法の開発

名古屋大学大学院工学研究科 機械理工学専攻 生産プロセス工学グループ

助手 上坂 裕之

(平成 15 年度奨励研究助成 AF-2003024)

キーワード：凹面コーティング，プラズマ，マイクロ波，表面波

1. 研究の目的と背景

産業上幅広く活用されてきた材料表面のプラズマ表面改質・コーティング技術は、主に平面や凸面を加工対象としており、プラズマの輸送に難のある円筒内面や凹面の加工には不向きである場合が多い(図 1)。これは外部で生成したプラズマを内部へ輸送する際に内壁への拡散損失が生じ、コーティングが不均一となるためである。よって円筒内面や凹面を処理するためには被加工面近傍でプラズマが生成される必要があり、一般にそのような用途には直流グロー放電が用いられる(図 2)。円筒内面へのスパッタリング成膜を例にとると、円筒内にターゲット棒を挿入し、被加工円筒との間に直流電圧を印加して得られるグロー放電を利用する。この場合ターゲット表面はすべて等電位、同じく円筒内面もすべて等電位(典型的には接地)であることから、円筒端部を除いて軸方向に非常に均一なプラズマが生成される。すなわち軸方向に均一に成膜が行われる。印加電圧を高周波(~数十MHz)とする場合も同様である。しかしながら直流または高周波の電圧印加によって得られるプラズマの密度は一般に低く($10^9 \sim 10^{10} \text{ cm}^{-3}$)、高速成膜を望むことは出来ない。そこで本研究では表面波励起マイクロ波プラズマを利用して、高密度プラズマをターゲット表面近傍で直接かつ均一に生成する技術を開発する。本技術は、ピストンシリンダーや軸受け等の円筒面、金型上に形成された凹面への固体潤滑薄膜高速成膜技術として応用可能であると考えている。また耐食性が必要な配管内面への高速コーティング技術としての応用も期待される

表面波とは誘電体と高密度プラズマとが接する境界に沿って伝播する電磁波のモードである(図 3)。表面波励起プラズマ生成法は磁場との共鳴効果を利用せずに高密度プラズマを生成することが出来る方法として知られ、2.45 GHzのマイクロ波を用いた場合は 10^{11} cm^{-3} 以上の高密度プラズマが生成可能である。表面波励起プラズマは誘電体近接領域において電磁波からパワーを吸収するため、一般に誘電体部材が必要である。しかし負にバイアスされた金属表面のシーズ層を誘電体層として機能させ、シーズ-

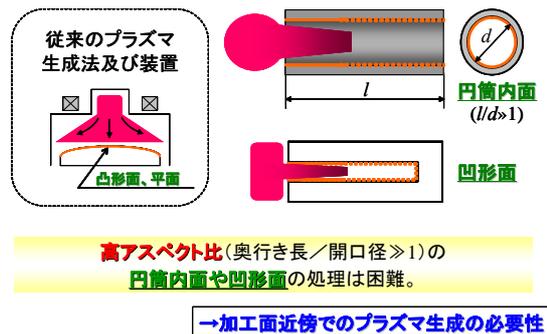


図 1 典型的なプラズマ表面処理/コーティング装置とその問題点



図 2 電圧印加型グロー放電による円筒面の均一処理法

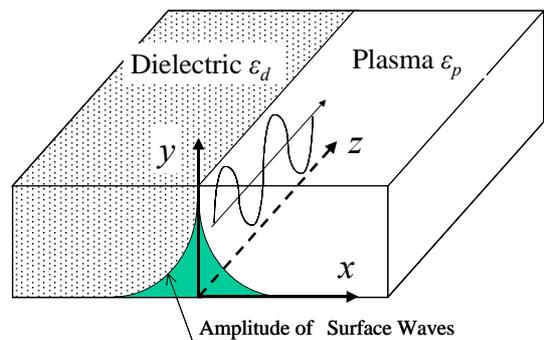


図 3 表面波の概略

プラズマ境界面に沿って表面波を伝搬させれば、導電体近接領域でもパワー吸収が可能となる(図4:特願2002-201025)。生成されるプラズマ中のイオンはバイアスによってターゲットに衝突し、ターゲット原子をスパッタする。バックグラウンドガス圧力が十分に低圧であれば、このターゲットを奥行きのある凹面内に挿入することにより、その内壁にターゲット原子を効果的にスパッタ蒸着できると考えられる(図5)。本原理によるスパッタ装置を表面波同軸スパッタ装置と称する。ガス圧力が高い場合スパッタは抑制されるものの、内壁でCVDや窒化等を行うためのプラズマ源として利用可能ではないかと期待される。

2. 実験と考察

2.1 導電体近接領域で表面波励起プラズマが生成されることの実証

導電体近接領域で表面波励起プラズマを生成する原理は、これまでにない独創的な方法であり、我々による予備実験を除いてはその特性を明らかにした研究は存在しない。よってまずは本原理を計測により物理的・定量的に実証する必要である。

図6に本実験用に開発した表面波励起マイクロ波プラズマ源の概略図を示す。コーティング対象となる長尺物(奥行きのある凹面, 円筒部品等)を配置できるように直径150mm, 長さ500mmの高真空チャンバーを用いた。チャンバー内の圧力は接続された油拡散ポンプによって 10^{-4} Pa台まで排気可能である。チャンバーの一端にはWX-39D同軸導波管が接続されており、真空をシールする石英窓を通して2.45GHzマイクロ波がチャンバー内に投入される。直径1cmのグラファイトターゲットがチャンバーの中心軸に沿って挿入され、その一端はマイクロ波導入部石英窓に接している。ターゲットのもう一方の端には高電圧を印加するための配線が接続されている。また図に示すようにターゲットの一部は絶縁体で覆われ、プラズマにさらされる有効ターゲット長は188mmとなっている。マイクロ波導入部から下流に100mmの位置に計測ポートが設けられ、半径40mmの位置に固定されたラングミュアプローブと半径方向に移動可能な磁気プローブとが同時に90°異なる方向から挿入されている。

Arガス流量20sccm, 圧力4.5Pa, 投入マイクロ波パワー200Wにてプラズマ点火を行った。図7(a)にターゲットにバイアスを印加しない場合のチャンパー内部写真を示す。図中Bottom Viewによるとプラズマが点火していることが明らかであり、Side View(≈ 100 mm)からは生成されているプラズマが入り口側に局在していることが明らかである。この場合入り口の石英窓部を伝播する表面波によってプラズマが生成され、そのプラズマが下流へ拡散してきていると考えられる。図7(b)はターゲットに-240Vのバイアスを印加した場合のチャンパー内の様子を

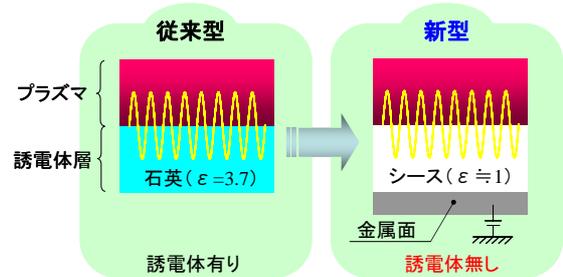


図4 導電体近接領域で生成される表面波プラズマ

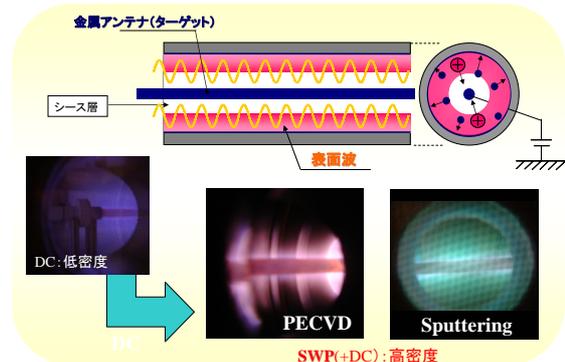


図5 表面波励起マイクロ波プラズマを用いた表面改質・コーティング装置の概念

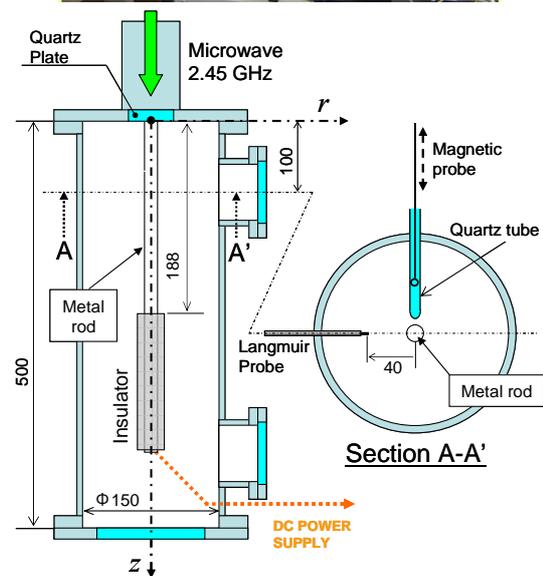
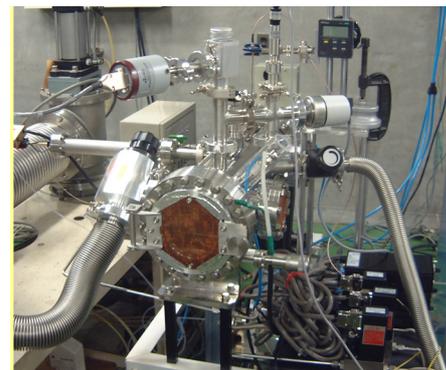


図6 実験装置図

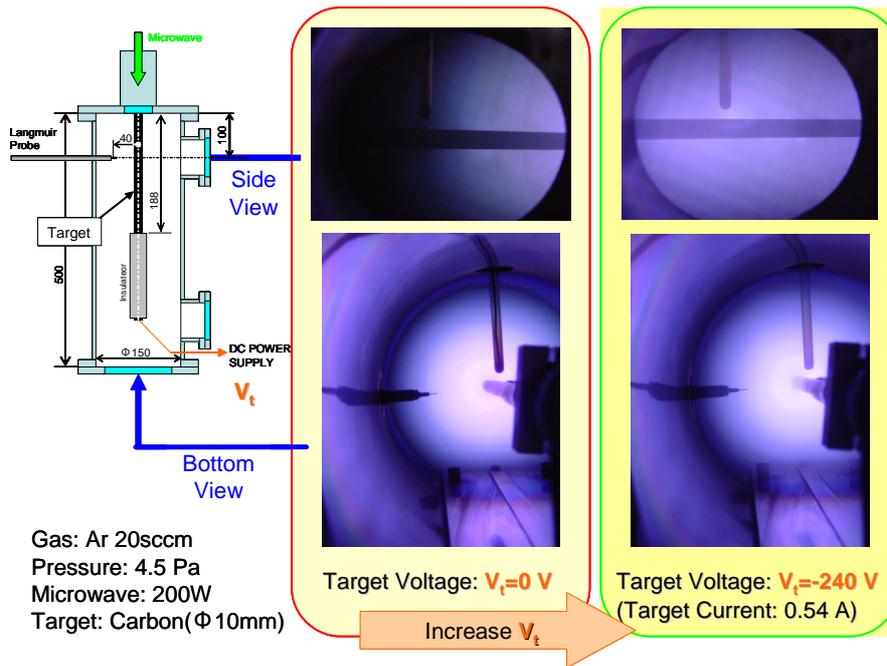


図7 プラズマ点火. (a)ターゲットバイアス無し, (b)バイアス有り.

示している. Side View からは生成されているプラズマが入り口側に局在せず, ターゲット全体を覆うように存在していることが確認できる. 電圧印加時には表面波がグラファイトターゲットに沿ってチャンパー内に深く伝播・進入している, 即ちプラズマの生成領域がターゲットに沿ってチャンパー内に伸展してきたと考えられる. このことを電磁波の分布から実証するため磁気プローブを用いてマイクロ波磁界強度の直接測定を行った. 図8に $z=100$ mmにおける磁界強度の半径方向分布を示す. 黒線(●)はマイクロ波が投入されているもののプラズマが点火していない場合の分布であり, プラズマ不在時は図のようにチャンパー全体にマイクロ波が分布していることがわかる. プラズマ点火直後(図7(a)写真)は赤線(▽)が示すように, 磁界がゼロでありマイクロ波が $z=100$ mmの位置までは進入していないことがわかる. これはマイクロ波導入部石英窓近傍に局在する高密度プラズマのカットオフ効果により, マイクロ

波の進入が阻害されているためである. これに対してバイアスを印加した場合(図7(b)写真)のマイクロ波磁界分布は緑色の線(□)であり, 1 cm程度の特性減衰をもつ電磁界分布の存在を示している. このような指数関数的減衰傾向は表面波の最大の特徴であり, ここでは金属面に存在しかつバイアスによって拡大されたシースと高密度プラズマとの境界に伝播する表面波に起因すると考えられる.

ターゲットに沿って表面波が存在するのであれば, 同様にターゲットに沿って高密度プラズマが生成されていなければならない. そこで同じ $z=100$ mmで $r=40$ mmの位置に固定したラングミュアプローブにより電子密度計測を行った. 図9に電子エネルギー分布(EEDF: Electron Energy Distribution Function)の測定結果を示す(電子密度はEEDFより算出). 電圧を印加しない場合は $n_e=4.37 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ と低密度である. これは石英窓部で生成されたプラズマが拡散によって下流に輸送されてきたためである.

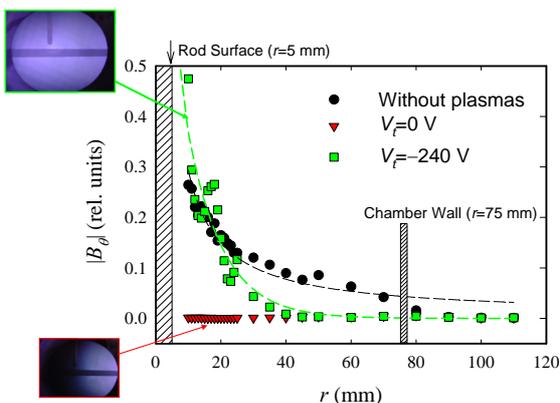


図8 プラズマ中の電磁波成分 B_θ の分布.

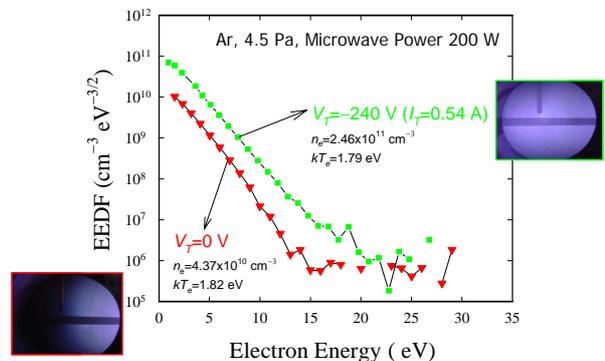


図9 プラズマ中の電子エネルギー分布測定(ターゲットバイアス電圧有無での比較).

これに対してターゲットにバイアスを印加した場合は $n_e = 2.46 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ と高密度のプラズマが計測された。これはターゲットに沿って表面波が伝播し、プローブ計測位置近傍でプラズマが生成されるようになったためである。(ここまでの結果は、参考文献1として学会発表、参考文献2として論文発表されていた。)

2. 2 生成されるプラズマ柱の圧力依存性

導電体近接領域で表面波励起プラズマを生成する原理によって生成されるプラズマを奥行きのある凹面コーティングへ応用するには、プラズマ中の空間分布を明らかにする必要がある。またガス圧力は非常に重要なパラメーターであり、例えばスパッタリングに適用する場合は低圧(数 Pa 未満)で望ましいプラズマ特性が得られなければならない。本研究のように長尺物に対するスパッタを目的とすれば、低圧でプラズマ柱が軸方向に均一になることが望まれる。

はじめにマイクロ波投入パワー300 W, Ar 流量 10 sccm でガス圧力を 1.0, 3.1, 6.2, 18, 63 Pa と変化した場合のプラズマ柱の特性変化を調べた。図10にそれぞれの圧力時のターゲット電圧とターゲット電流の関係を示す。いずれのガス圧力時にも印加可能な最大電圧が存在し、それ以上の電圧を印加するとプラズマ生成が不安定となった。また電圧印加とともにプラズマ中が伸長することも視認により確認された。図11に1.0, 6.2, 63 Paにおけるプラズマ柱最大進展時(最大電圧印加時)の写真を示す。

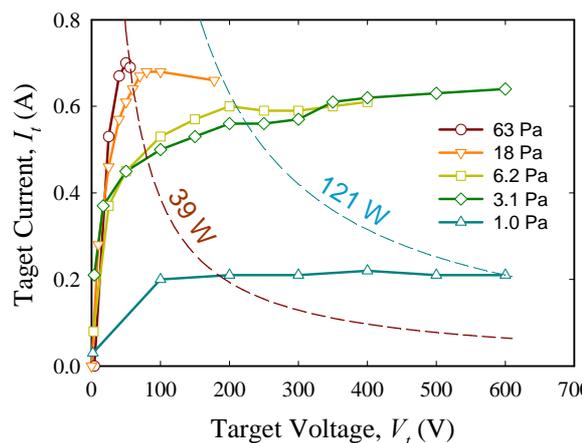


図10 ターゲット電圧とターゲット電流の関係

低ガス圧力時にはマイクロ波導入石英窓から離れるにしたがって発光が弱まっていることが確認できる。それに対して高ガス圧力になると発光が比較的軸方向に均一になる。図10からは63 Paで最大伸張時に39WのDC電力を要したことがわかり、高ガス圧力時には低電圧、低電力で均一性の高いプラズマ柱が得られることを示唆している。

上記の傾向を実測によって確認するため、軸方向に移動可能なラングミュアプローブを用いてターゲットに沿ったプラズマの分布を計測した [(a) 低圧力条件: 1.0 Pa, マイクロ波パワー100 W. (b) 高圧力条件: 33 Pa, マイクロ波パワー200 W. 両条件ともに Ar ガスを流量 5 sccm で使用]. 図12にそれぞれのガス圧力においてバイアス量とプラズマ分布と

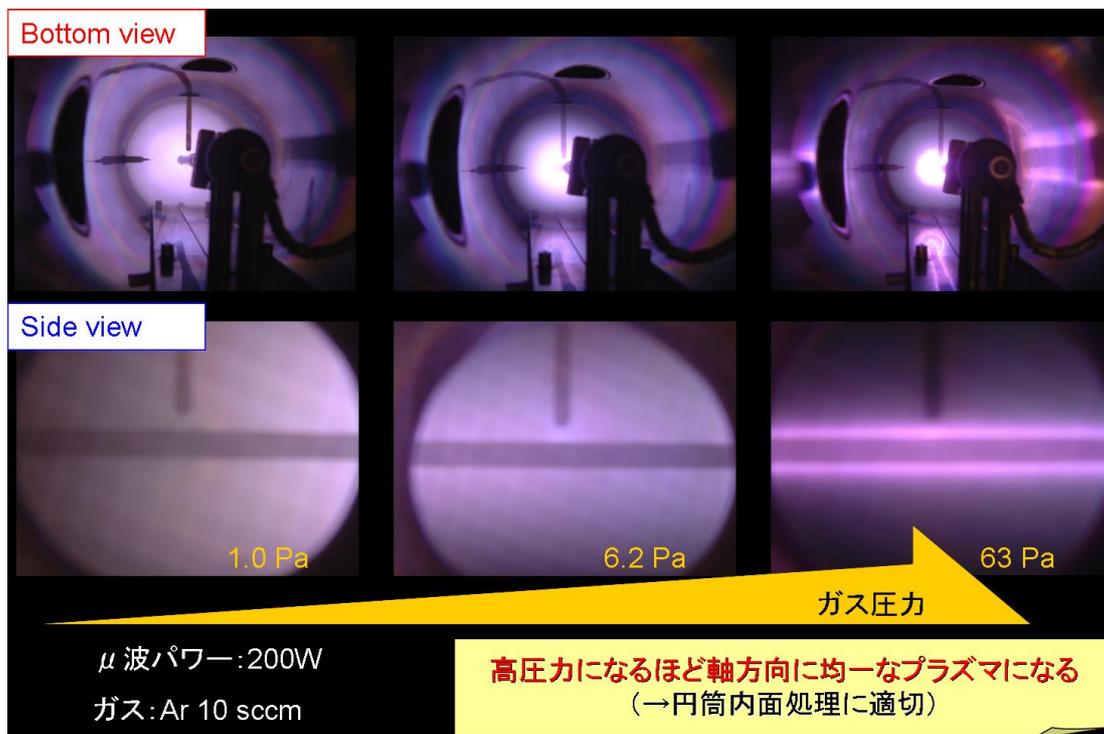


図11 アルゴンガス圧力 1.0, 6.2, 63 Pa における表面波励起マイクロ波プラズマ柱。いずれも最大進展時(最大電圧印加時)の写真。

の関係を示す。1Paにおいては0-1000 Vにおいてほとんどプラズマ分布が変化せず、いずれのバイアス量においてもプラズマは指数関数的減衰傾向を示していた。これは上流でのみプラズマ生成が行われ、拡散によって輸送されてきたプラズマが計測されているからである。このことは1.0 Pa付近においてはバイアスによって表面波プラズマ柱を伸張させる効果が低いことを示している。高ガス圧力の33 Paになるとバイアス量の増加によってプラズマ柱が伸張する様子が強く見られた。-45Vの印加電圧においては入り口から200mm程の領域で入り口付近と変わらないプラズマ密度を達成できた。

2. 3 スパッタ成膜試験

奥行きのある凹面形状への成膜特性を調べるため、トライアルとしてカーボン膜の成膜実験を行った。成膜基板としてガラスを用い11枚の基板をターゲット軸に沿って配列した。ターゲットと基板との距離は6.5 cmとした。圧力条件として0.8, 6.1 Paを選び、前者ではマイクロ波投入パワー250 W, アルゴン流量5 sccm, ターゲットバイアス電圧-260V, 後者ではマイクロ波投入パワー200 W, アルゴン流量20 sccm, ターゲットバイアス電圧-65 Vで成膜を行った。いずれの印加電圧もプラズマ柱の最大伸張時の値である。図13にターゲット軸方向の膜厚分布を示す。いずれの圧力時も $z=60$ mmまでは比較的均一な、膜厚分布であるものの、 $z=60$ mm以降は顕著な減衰傾向を示した。これは前節で計測されたプラズマ分布の軸方向不均一に起因している。成膜速度で見ると、低圧時のマイクロ波導入部近傍($z=10-40$ mm)では $0.4 \mu\text{m/h}$ と比較的高い成膜速度が得られた。これは表面波によって生成された高密度プラズマにより高速成膜が可能であることを示している。

3. 結論及び今後の予定

出願特許(特願2002-201025, 導電体近接領域において表面波励起プラズマを生成する方法)を利用し、棒状金属ターゲットに沿って高密度表面波プラズマ柱を生成する装置を新規設計、開発した。当該装置を用い、円筒内に挿入された棒状グラファイトターゲット周囲で安定的にプラズマが生成されることを確認した(ワーキングガスAr, 圧力0.1-100 Pa)。この時ターゲット面に沿って伝搬するマイクロ波が表面波モードであることを高周波電磁界測定により明らかにした。さらに得られたプラズマが 10^{11}cm^{-3} 以上の高密度であることも実証した。(しかしながら得られたプラズマの軸方向分布が不均一であり、現状では奥行きのある凹面内壁を均一にコーティングすることは難しいと判断される。)ここで試験的にArガス1 Paの雰囲気下で、Cターゲットを用いたガラス基板へのカーボン膜スパッタ成膜実験を行った(投入マイクロ波パワー250 W, スパッタ電圧250 V)。プラズマ分布の軸方向不均一に起因して膜厚分布も同

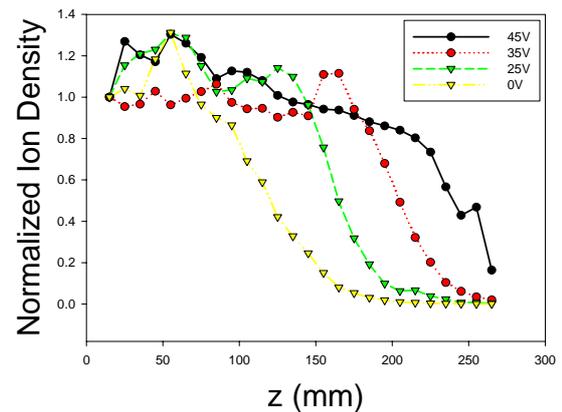
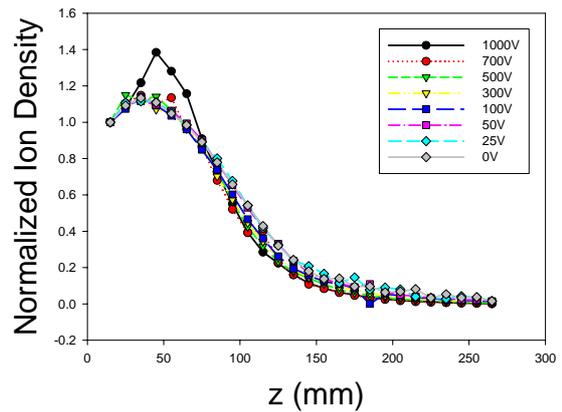


図12 ターゲット電圧とプラズマの軸方向分布の関係。アルゴンガス圧力, (a)1.0 Pa, (b)33 Pa.

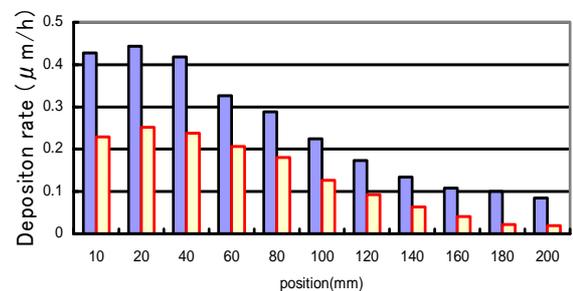
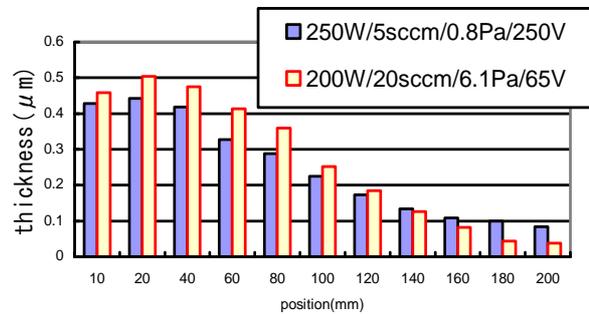


図13 (a)ターゲット軸方向のカーボン膜厚分布及び(b)成膜速度分布(スパッタ成膜, 直径1 cmグラファイトターゲット, 基板:ガラス, ターゲット-基板間距離6.5 cm). 成膜条件, (1)0.8 Pa, マイクロ波投入パワー250 W, アルゴン流量5 sccm, ターゲットバイアス電圧-260 V, (2)6.1 Pa, マイクロ波投入パワー200 W, アルゴン流量20 sccm, ターゲットバイアス電圧-65 V.

様の軸方向不均一性を示したが、最高 $0.4 \mu\text{m/h}$ の成膜速度が得られた。

(今後の予定)

- 設計した装置において生成されるプラズマの軸方向均一化を計る。ターゲットの両端間で表面波の定在波を立てることが重要であると考え、ターゲットの電圧負荷側に μ 波を反射させる構造を取り入れることを考えている。
- プラズマ分布の均一化を達成した後、長さや径の異なる SUS 管に対してカーボン膜スパッタ成膜を行い、膜特性(膜厚, 硬度, 密着強度, 摩擦係数等)分布を測定する。
- 高ガス圧力 (>10 Pa) の方がプラズマ分布の軸方向均一性が良いという結果が得られている。このことから低圧 (<1 Pa) で行うスパッタよりもより高圧 (>10 Pa) で行う CVD 成膜による内壁コーティングにもトライする。

謝辞

本研究は H15 年度NEDO産業技術研究助成事業 及び 平成15年度天田金属機械加工技術振興財団, 奨励研究助成 の援助を受けて遂行されました。

参考文献・発表

- [1] Hiroyuki Kousaka, Noritsugu Umehara, Kouichi Ono, and Junqi Xu: *Proc. Plasma Science Symposium 2005 / 22th Symposium on Plasma Processing* (2005.01) Nagoya, Japan.
- [2] Hiroyuki Kousaka, Junqi Xu, Noritsugu Umehara, and Kouichi Ono: *Proc. 52st Spring Meeting of the Japan Society of Applied Physics and Related Societies* (2005.03) Saitama, Japan [in Japanese].
- [3] Hiroyuki Kouaka, Noritsugu Umehara, Kouichi Ono, Junqi Xu: submitted to *Applied Physics Letters*.