

研究論文

フィルタードアークプラズマビームの磁界制御による
ドロップレットフリーDLC膜の形成

豊橋技術科学大学

奥田浩史、神谷雅男*

田上英人、須田善行

滝川浩史

(*伊藤光学工業株式会社)

Preparation of Droplet-Free Diamond-Like Carbon Film by
Magnetically Controlled Filtered-Arc-Plasma BeamHiroshi OKUDA, Masao KAMIYA*, Hideto TANOUE,
Yoshiyuki SUDA, Hirofumi TAKIKAWA

Toyohashi University of Technology, *Itoh Optical Industrial Co., Ltd.

Abstract

Carbon plasma beam horizontally entrancing from T-shape filtered arc deposition (T-FAD) module to process chamber was magnetically deflected upward and rotated in order to obtain wide area coating of droplet-free diamond-like carbon (DLC) film. The magnetic fields for those motions were applied at the connection part between the T-FAD module and the process chamber. The deflection angle of the plasma beam linearly increased up to approximately 16 degree from horizontal line of T-FAD module, as the deflection magnetic flux density increased for with/without rotation magnetic field. The rotation of plasma beam attained wide area coating with allowable uniformity, for with/without deflection. Almost droplet-free DLC film could be obtained when the film was prepared above the horizontal line of the T-FAD module by employing the beam deflection.

Keywords: DLC film, T-shape filtered arc deposition (T-FAD), Droplet free, Beam deflection

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (diamond-like carbon; DLC) 膜の中でも最も硬いテトラヘドラルアモルファスカーボン (ta-C) 膜は、ハードディスクドライブのスライダの表面保護、アルミニウム合金加工用ドリルや金型などの保護膜として注目されている¹⁻⁶⁾。ta-C 膜は、ダイヤモンド構造 (sp³) がリッチな DLC 膜であり、膜中に含まれる水素が少ないほど硬く、高温耐久性が高い¹⁻³⁾。同膜を工業的に生産性よく形成できる方法として、真空アーク蒸着法¹⁻¹²⁾がある。しかしながら、この手法は、陰極点から多量の陰極材料微粒子 (ドロップレット) を放出し、

これが生成膜に付着すると膜の均質性や耐久性の低下を招くという欠点がある。この問題を解決する手法の一つに、フィルタードアーク蒸着法 (filtered arc deposition; FAD)¹⁻¹²⁾がある。同法の一タイプとして、筆者らは、T 字状フィルタードアーク蒸着装置 (T-shape filtered arc deposition; T-FAD) の開発を進めている^{2-7, 10-12)}。本研究では、同装置において、プラズマビームを偏向したり、回転させたりすることで、従来と同程度の成膜範囲を確保しつつ、基板に付着するドロップレット数を更に削減することができかどうかを実験的に確かめた。

2. 実験

Fig.1 に、T-FAD 装置の上面図および側面図を示す。陰極-陽極間で真空アーク放電プラズマを発生させ、T 字状プラズマ輸送ダクトの外部に配置した電磁コイルで発生させた磁界とダクトに印加した電界によって、同プラズマと同ダクト内で屈曲させ、ビーム状にプロセスチャンバ方向へ輸送するものである。陰極から発生したドロップレットのほとんどは、電磁界の影響を受けないため直進し、陰極正面の T 字状ダクトの延長部内で捕集される。

Fig.2 に、プラズマビームスキャン用の電磁コイルの配置と制御回路を示す。T-FAD モジュールと真空チャンバとの接続部の大気側に、上下左右 4 個の電磁コイルを配置し、対向する 2 個を直列接続した。上下コイル対 CS1-3 と左右コイル対 CS2-4 とを用いれば、ダクト内に回転磁界を印加することができる。コイルへの入力は、ファンクションジェネレータ (NF 回路設計ブロック、WF1943B) からの 2 チャンネル交流信号 (周波数: 60 Hz、位相差: 90° 、正弦波) を PWM-DC アンプで増幅して行った。また、上下コイル対 CS1-3 には、直流オフセット電流を重畳し、上方向への偏向磁界を印加した。スキャン用コイルとダクトとの間に収束用コイル C6 を配置した。磁束密度はテスラメータ (F.W.BELL、5080) で計測した。本論文では、磁束密度を、CS1-3 コイル対または C6 コイルを単独で用いた場合のダクトの中心磁束密度で示す。CS1-3 コイル対および CS2-4 コイル対の形成する磁界の方向は、Fig. 2 に示す向きを正とした。ただし、プラズマビームは紙面から手前に進行するとした。C6 コイルの形成する磁界の方向は、プラズマビームの向きと同じ向きを正とした。

共通の実験条件は次のとおりとした。陰極材料: 黒鉛、アーク電流: 25 A、ダクトバイアス: 15 V、ベース圧力: 5×10^{-3} Pa 以下、プロセス圧力: 0.02 Pa 以下。また、基板には、透明ポリエ

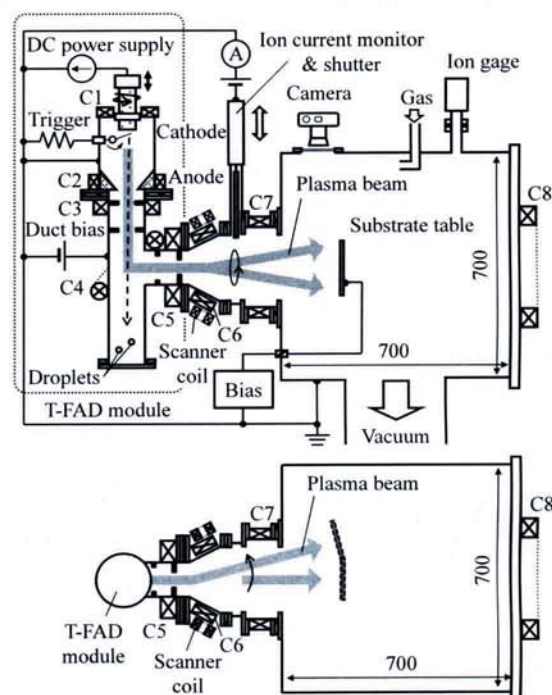


Fig. 1 Schematic diagram of T-shape filtered arc deposition (T-FAD) system (Upper, top-view; lower, side-view).

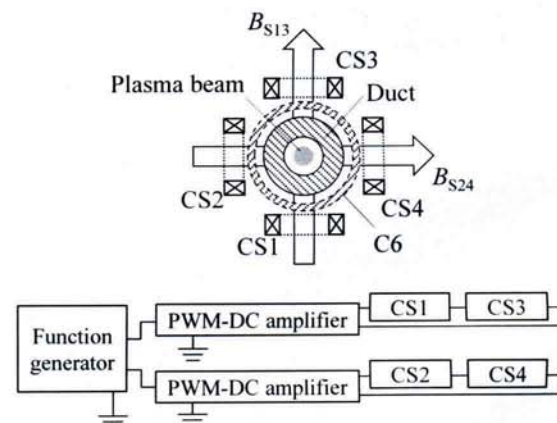


Fig. 2 Scanner coil configuration (upper) and control system (lower).

ステルシート (幅 210 mm、長さ 297 mm、厚さ 0.1 mm) と、シリコンウェハ ($n < 100$ 、厚さ: 525 μm 、導電率: $2\text{--}10 \Omega \cdot \text{cm}$) とを用いた。基板の前処理には、カーボン-アルゴンプラズマビームを用いた⁴⁾。成膜時の基板への印加バイアスは、直流パルス (パルス電圧: -100 V、パルス周波数: 10 kHz、パルス幅: 20 μs 、デューティ比: 20 %) とし、基板温度は 100°C 以下とした。

チャンバ内へ輸送されたプラズマビームの様

相を、Fig.1 に示した位置からデジタルカメラ（NIKON、D90）を用いて観測した。撮影条件は、露光時間 1/5 s、絞り F/4、ISO 感度 3200 とした。

ポリエステルシート基板への生成した膜の外観は、スキャナ（EPSON、GT-X800）を用いて画像化した。また、Fig. 3 に示す測定系⁷⁾を用い、レーザ光（波長：632 nm）の透過率分布を求めた。今回作製した DLC 膜（ta-C 膜）の屈折率および消衰係数は、それぞれ、約 2.6 および約 0.04 である⁵⁾。従って、膜は光学的に干渉するものの、膜厚が増加するに伴って干渉のピーク値は減少する。そこで、計測した透過率分布の極小ピークが膜厚を反映するとして膜厚分布を得た。計測条件を同一にしたため、成膜条件は異なるものの相対的には比較できる。一方、Si 基板へ生成した膜に関しては、触針式表面形状測定器（Veeco, Dektak3）を用いて膜厚を測定した。また、同基板上的膜を走査型電子顕微鏡（SEM；日立、S-4500II）で観察し、ドロップレット数を数えた。なお、基板は、それぞれの条件でプラズマビームの中心に設置した。

3. 実験結果と考察

3.1 プラズマビームの様相

Table 1 に、CS1-3 コイル対および CS2-4 コイル対で回転磁界および偏向磁界を印加した場合のプラズマビームの様相を示す。図中の点線は、特に発光している領域をプラズマビームの輪郭として示したものである。(a)は回転磁界および偏向磁界を印加していない場合であり、プラズマビーム中心部の発光が強く、ダクトの中心軸と同軸方向に直進しながら拡散している。(b)は約 0.8 mT の回転磁界のみを印加した場合であり、(a)よりも発光領域が広がっている。これは、スキャン速度が写真撮影速度よりも速いため、見かけの結果であることを意味している。一方、約 1.3 mT の偏向磁界を印加した場合、(c)、(d)、それぞれ、プラズマビームは、ダクト中心

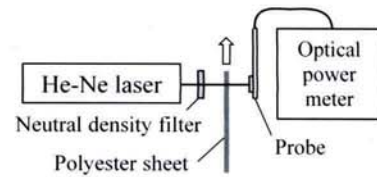
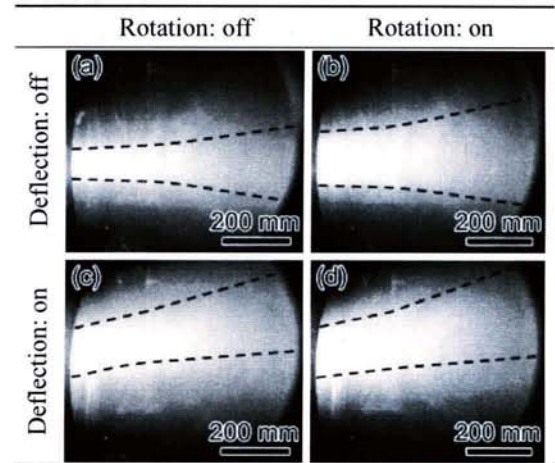


Fig. 3 Measurement setup of optical film thickness.

Table 1 Photographs of carbon plasma beam in process chamber.



軸より上方に約 15 度偏向していることが確認できる。

3.2 プラズマビームの偏向角

CS1-3 コイル対に重畳した電流が形成する偏向磁界の磁束密度を変化させ、プラズマビームの偏向角との関係を調べた。偏向角は、撮影したデジタル写真においてプラズマビームの発光中心を直線的に近似し、その線とダクト出口中心との間の角度とした。Fig.4 に、CS1-3 コイル対中心の偏向磁束密度とプラズマビームの偏向角との関係を示す。なお、回転磁界も印加した。CS1-3 コイル対の中心磁束密度を増加するにつれ、偏向角は増加し、1.5 mT まではほぼ比例している。1.5 mT 以上では、偏向角が約 16 度で飽和した。スキャナ部中心とチャンバ接続口の内径が作る角度は約 16 度であるため、この結果は、偏向ビームの一部がチャンバ接続口のダクト上面に接触してしまったためと考えられる。

ところで、偏向磁束密度と偏向角との関係を理論的に考察してみる。今回、収束用コイル C6

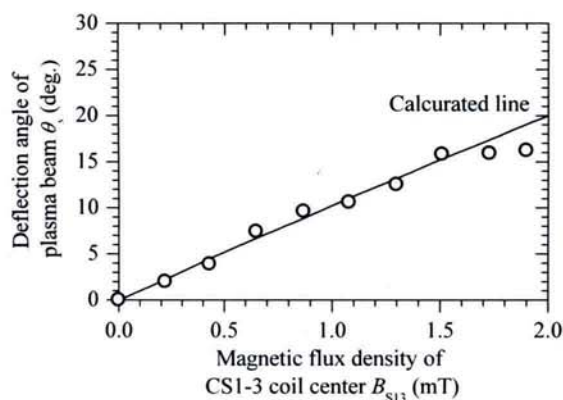


Fig. 4 Deflection angle of plasma beam as a function of magnetic flux density for deflection at center of CS1-3 coil pair.

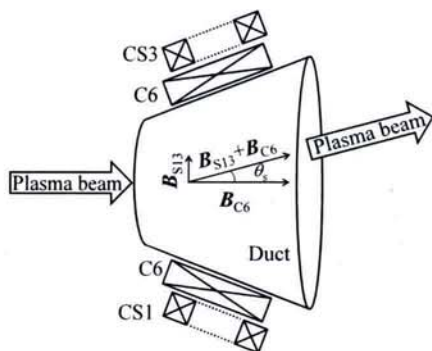


Fig. 5 Schematic diagram of magnetic flux density vector for deflection at scanner part.

のスキナ部中心の磁束密度を 5 mT とした。C6 コイルの磁束密度 B_{C6} と CS1-3 コイルの磁束密度 B_{S13} とはほぼ直行するとすれば、Fig. 5 に示すように、プラズマビームはそのベクトル和の方向に進行することになる。この場合、偏向角 θ_s は次式で表せる。

$$\theta_s = \tan^{-1} \frac{B_{C6}}{B_{S13}} \quad \dots (1)$$

この式に従って求めた計算値を、Fig.4 中に直線で示した。その直線と計測プロットとは、1.5 mT 以下においてほぼ一致している。このことから、プラズマビームの偏向角は垂直方向の磁束密度の大きさによって制御できることを確認できた。なお、以降の実験では、偏向角は約 15 度とした。

3.3 成膜分布

偏向なしのプラズマビームでポリエステルシ

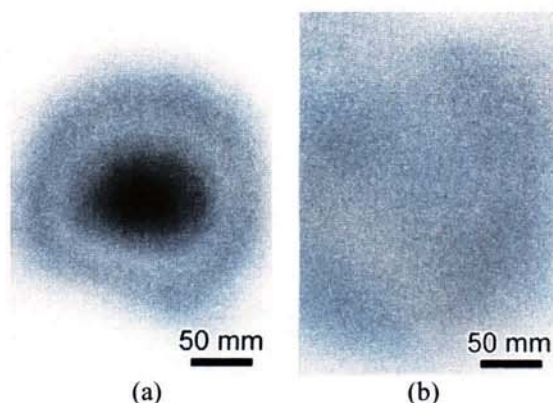


Fig. 6 Scanned images of DLC films prepared on polyester sheet. (a) rotation, off; deflection, off. (b) rotation, on; deflection, off.

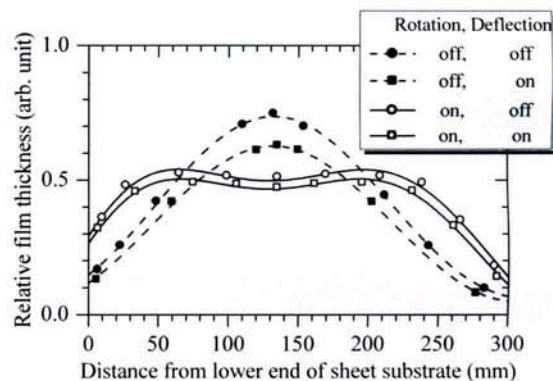


Fig. 7 Relative film thickness distribution of DLC films prepared on polyester sheet.

ート上に生成した DLC 膜の様相を Fig.6 に示す。回転磁界を印加しない場合、同図(a)に示すように、中心から外側に向かって色調が変化している。DLC 膜は膜厚に依存して色が変わる⁵⁾ことから、この結果は、中心から外側に向かって膜厚が変化していることを示唆している。一方、回転磁界を印加した場合、同図(b)に示すように、見た目にはほぼ一様な膜が形成された。

ポリエステルシート上に形成した DLC 膜の相対的膜厚分布の結果を Fig.7 に示す。膜厚分布はシート中心の垂直方向を計測し、上を正とした。偏向なしで回転なしの場合、分布中心から離れるに従って薄くなった。偏向ありで回転なしの場合も同様であった。一方、回転ありの場合、回転なしの場合と比べ、ビーム偏向のありなしに関わらず、約 200 mm の範囲では

ば均一な膜厚分布が得られた。これらのことから、ビームを偏向しても回転磁界を印加することで、偏向しない場合とあまり変わらない成膜速度で、かつ、ほぼ均一な成膜範囲を広く確保することができることを確認できた。

3.4 DLC膜の様相とドロップレット数

回転磁界を印加したプラズマビームで Si 基板に成膜した DLC 膜の表面の SEM 写真を Fig.8 に示す。図中、白く見える点がドロップレットである。ビーム偏向なしの場合、同図(a)に示すように、基板表面に少量のドロップレットが観察された。偏向ありの場合、同図(b)に示すように、ドロップレットはほとんど観察されず、ビーム偏向成膜の有用性が確認できた。

Table 2 に、これまで開発してきた装置およびプロセスを用いた場合の成膜速度およびドロップレット数をまとめた。主要なプロセスパラメータであるアーク電流およびT字状ダクトへの印加バイアスも示した。基板は Si であり、ドロップレット数は SEM 写真において一定面積中に観察された数を成膜速度で除したものである。今回の結果として示したのは回転磁界を印加した場合のものである。同表の上から見ていくと、まず、従来の真空アーク蒸着やトーラス FAD、リニア FAD に比べ、T-FAD はドロップレットの除去効率が優れていることがわかる。次に、ア

ーク電流を低くするとドロップレットの放出量が減少し、また、プラズマ輸送ダクトに適切なダクトバイアスを印加するとプラズマの輸送効率が向上するため、ドロップレット数が減少することがわかる¹¹⁾。更に、静電トラップ (Electrostatic droplet trap; ES-trap) を導入すれば、

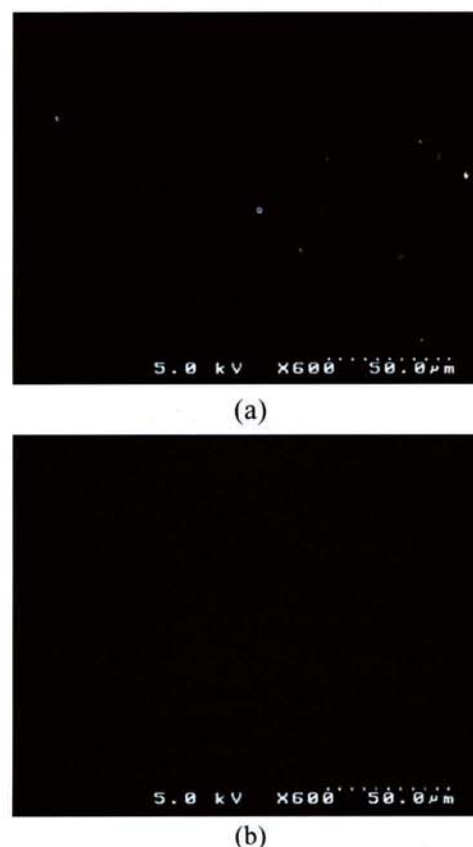


Fig. 8 SEM micrographs of DLC film on Si substrate. (a) rotation, on; deflection, off. (b) rotation, on; deflection, on.

Table 2 Process conditions, deposition rate, and number of droplets in various arc deposition systems.

System	Arc current (A)	Duct Bias (V)	Deposition rate (nm/min)	Number of droplets (0.1 mm ² •Deposition rate (nm/min)) ⁻¹
Conventional vacuum arc deposition ¹⁰⁾	50	0	42	151
Torus-FAD ¹⁰⁾	50	0	28	50
Linear-FAD ¹⁰⁾	50	0	57	20
T-FAD ¹⁰⁾	50	0	13	1.03
T-FAD ¹²⁾	30	15	19	0.26
T-FAD (ES-trap) ¹²⁾	30	15	17	0.09
T-FAD (Beam deflection: off) ^{This time}	25	15	15	0.08
T-FAD (Beam deflection: on) ^{This time}	25	15	14	0.03

ドロップレットの除去率が向上する¹²⁾。従来と今回の結果を比較すると、偏向なしの場合でもドロップレット数が減少している。これは、主に、アーク電流を従来よりも低くしたことに起因する。これに加え、プラズマビームを偏向させ、T-FAD モジュールの水平軸よりも上方で成膜を行うと、更にドロップレット数を削減できることがわかった。これは、ダクト壁で炸裂したドロップレットなどがダクトを通過してくるため、ダクトの直視方向から外れた位置で成膜を行えばよいことを意味している。

4. まとめ

T-FAD 装置で発生させたカーボンプラズマビームに対し、偏向磁界および回転磁界を印加することで、プラズマビームの偏向制御および回転制御を行って DLC 膜を形成した。本研究で得られた結果を以下にまとめる。

(1) スキャナ部で偏向磁界を印加するとプラズマビームを偏向できる。偏向角は磁束密度の大きさに比例する。回転磁界を印加した状態でも偏向できる。

(2) 回転磁界を印加すると、約 200 mm の広い領域でほぼ均一な膜厚分布の成膜ができる。偏向磁界を印加しても同様である。

(3) 偏向磁界を印加し、ダクト中心軸よりも上方で成膜すると、基板に付着するドロップレット数を減少でき、ほぼドロップレットフリーの DLC 膜が得られる。

謝辞

本研究の一部は、豊橋技術科学大学外部資金プロジェクト、教育研究活性化経費、VBL プロジェクト研究、未来ビークルシティ事業、文部科学省グローバル COE プログラム「インテリジェントセンシングのフロンティア」、科学研究費補助金、JSPS 拠点大学交流事業、および JST 研究成果最適展開支援事業 (A-STEP) の支援を受けて行われた。

References

- 1) J. Robertson: Diamond-like amorphous carbon, *Mater. Sci. Eng. R*, **37** (2002) pp.129-281.
- 2) N. Ohtake (Ed.): Application and Technology of DLC Films, CMC Publishing, Japan, (2007) in Japanese.
- 3) M. Kamiya, H. Tanoue, H. Takikawa, M. Taki, Y. Hasegawa, M. Kumagai: Preparation of various DLC films by T-shaped filtered arc deposition and the effect of heat treatment on film properties, *Vacuum*, **83** (2009) pp.510-514.
- 4) H. Tanoue, M. Kamiya, S. Oke, Y. Suda, H. Takikawa, Y. Hasegawa, M. Taki, M. Kumagai, M. Kano, T. Ishikawa, H. Yasui: Argon-dominated plasma beam generated by filtered vacuum arc and its substrate etching, *Appl. Surf. Sci.*, **255** (2009) pp.7780-7785.
- 5) M. Kamiya, Y. Kawaguchi, H. Tanoue, Y. Suda, H. Takikawa: Optical properties of various Diamond-Like Carbon films fabricated by filtered arc deposition, *Journal of IAPS*, **Vol.17**, No.2 (2009) pp. 125-132 in Japanese.
- 6) H. Takikawa and H. Tanoue: Review of cathodic arc deposition for preparing droplet-free thin Films, *IEEE Trans. Plasma Sci.*, **35**, 4 (2007) pp.992-999.
- 7) N. Miyakawa, S. Minamisawa, M. Marunaka, T. Doi, H. Takikawa, T. Sakakibara: Preliminary experiments of Cu interconnect preparation by magnetically transported-shielded cathodic arc deposition, *IEEJ Trans. FM*, **Vol.123**, No.5 (2003) pp.462-467 in Japanese.
- 8) I. I. Aksenov, V. E. Strel'nitskij: Properties of diamond-like coatings prepared by vacuum arc deposition, *Surf. Coat. Technol.*, **47** (1991) pp.98-105.
- 9) I. I. Aksenov, V. E. Strel'nitskij, V. V. vasilyev, D. Yu. Zaleskij: Efficiency of magnetic plasma filters, *Surf. Coat. Technol.*, **163-165** (2003) pp.118-127.
- 10) H. Takikawa, K. Izumi, R. Miyano, T. Sakakibara: DLC thin film preparation by cathodic arc deposition with a super droplet-free system, *Surf. Coat. Technol.*, **163-164** (2003) pp.368-373.
- 11) Y. Iwasaki, S. Minamisawa, H. Takikawa, T. Sakakibara, H. Hasegawa: Influence of duct bias on deposition rate of DLC film in T-shape filtered arc deposition, *Vacuum*, **80** (2006) pp.1266-1271.
- 12) M. Kamiya, T. Yanagita, H. Tanoue, S. Oke, Y. Suda, H. Takikawa, M. Taki, Y. Hasegawa, T. Ishikawa, H. Yasui: T-shape filtered arc deposition system with built-in electrostatic macro-particle trap for DLC film preparation, *Thin Solid Films*, **518** (2009) pp.1498-1502.