

一般論文

スパークレスカーボンアーク
蒸発源の開発

Development of Spark-Less Carbon Arc Evaporation Source

高橋 正人* 加藤 健治**
M. Takahashi K. Kato
小寺 繁和* 三上 隆司*
S. Kotera T. Mikami

概要

DLC（ダイヤモンドライクカーボン）は優れた摺動特性を持ち、特に真空アーク法で作製したDLCは、高硬度で耐熱性が高いことなどが特長である。しかし蒸発源から放出されるマクロパーティクルが膜中に取り込まれるために、膜の表面平滑性が悪いという問題があった。筆者らはこのような問題を克服するために、革新的とも言えるスパークレスカーボンアーク蒸発源の開発を実施した。

そこで本稿では、スパークレスカーボンアーク蒸発源を用いて作製したDLC膜の特長について報告する。

Synopsis

DLC (Diamond-Like Carbon) has excellent tribological characteristics. In particular, DLC deposited by cathodic vacuum arc technique has various features such as high hardness, high heat-resistance and so on. However, because macro-particles emitted from the graphite cathode of the evaporation source are incorporated into the DLC films, the DLC films have a high surface roughness values. In order to solve this problem, we have developed an innovative Spark-Less Carbon Arc Evaporation Source.

In this paper, we report the features of DLC films deposited by this spark-less carbon arc evaporation source.

1. まえがき

DLC (Diamond-Like Carbon: ダイヤモンドライクカーボン) は、摩擦係数が低く、耐摩耗性が高いなどの優れた摺動特性を持ったアモルファスカーボン系の薄膜である。特に真空アーク法で作製したDLCは高硬度で、水素含有量が極めて少なく、潤滑油中では更に摩擦係数が低くなることが知られている。⁽¹⁾

このような背景のもとで、当社の関連子会社である日本アイ・ティ・エフ株式会社（以下、ITF社）では、自動車エンジン用直動式動弁系バルブリフター（以下、VL）に対して、真空アーク法で作製した水素フリーDLCコーティングが可能な量産ラインを構築した。⁽²⁾

しかし真空アーク法では、蒸発源のグラファイトカソードから放出される数~数10 μ m程度のマクロパーティ

クル（以下、MP）と呼ばれる異物が膜中に取り込まれるために、膜の表面平滑性が非常に悪くなり、摺動相手部材を損傷してしまうなどの問題があった。そこでVLへのコーティングでは、DLC表面を磨いて平滑化することによって本問題を解決している。

一方、デジタルカメラや光通信機器などには、その一部に非球面ガラスレンズが搭載されている。非球面ガラスレンズは、成型面が超平滑かつ超精密な金型を用いて、500~700℃という高温下においてガラス材をモールド成型している。その際、ガラス材と金型の離形性を良くするために、金型の成型面には高温でもガラス材との離形性の良い薄膜がコーティングされており、その中でもガラス材との離形性が良く、耐摩耗性や耐熱性が高いDLCが期待されている。

* 研究開発本部
** 知的財産部

このような背景のもとで、当社では、原理的には真空アーク法と同じであるが、発生するMPを除去するような機能を有したFVA (Filtered Vacuum Arc) 装置を開発し、ITF社に技術移管を行い、ITF社においてお客様のニーズに対応してきた。⁽³⁾

しかしFVA法では、MPを除去する際に原子状炭素イオンも同時に除去してしまうことになり、成膜速度が通常の真空アーク法の場合の数分の一程度にまで低くなるという問題があった。またレンズの高精度化にともない、お客様からは更なるDLC膜表面の平滑化が求められてきた。

以上の状況を鑑み、当社では次世代の成膜技術として、MPが発生せず、生産性は従来の真空アーク法と同等である、従来の延長技術とは異なる全く新しいコンセプトの成膜技術を開発したので、以下にその状況を報告する。

なお、当社では真空アーク装置をMAV (Multi Arc Vacuum) 装置と称してきたことから、以下ではMAV装置、MAV法などの略称を使用する。

2. スパークレスカーボンアーク蒸発源の特徴

今回開発したスパークレスカーボンアーク蒸発源の放電状況は、従来のMAV法におけるものとは全く異なるものであった。

MAV法における放電状況を図1 (a) に示す。カソード表面からは大量のスパークが発生しており、これは一部の高温に達したMPであるものと考えられる。⁽⁴⁾

一方、スパークレスカーボンアーク法 (以下、SLA法) の場合を図1 (b) に示すが、スパークが発生しておらず、この状況からもMPが非常に少ないことが予測できる。そして、このスパークが発生しないことがSLA法の視覚的な最大の特徴であることから、今回開発した新型蒸発源を「スパークレスカーボンアーク蒸発源: Spark-Less Carbon Arc Evaporation Source」、その略称を「SLA蒸発源」と命名し、同様に「SLA法」、「SLA放電」などの略称を使用するに至った。

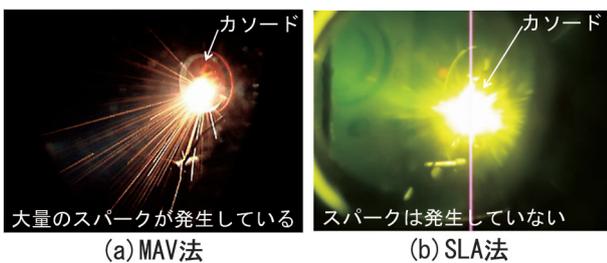


図1 カソード表面における放電状況

3. SLA蒸発源を用いて作製したDLC膜の諸特性

SLA蒸発源を用いて、DLCを超合金製テストピース (以下、TP) に成膜し、その諸特性を評価した。その際、比較のために当社製MAV装置ならびにFVA装置によっても同条件で成膜を実施・評価したので、以下にこれらの内容について説明する。

3.1 表面平滑性

MAV法、FVA法、そしてSLA法によって、TPに膜厚0.1 μ mのDLCを成膜し、膜表面を光学顕微鏡で観察した結果を図2 (a) ~ (c) に示す。図中において白い斑点がMPであるが、MAV法では大量のMPが膜表面上に付着していることがわかる。またFVA法では大幅にMPが減少していることがわかるが、更にSLA法ではほとんどMPがなく、非常に平滑性に富んだ膜表面であることがわかる。

これらを定量的に評価するために、触針式段差計を用いて、膜表面の凸欠陥を評価した。具体的には、段差計のダイヤモンド圧子に1.5mgの荷重をかけて膜表面の5ヶ所をそれぞれ5mm掃引し、得られた表面プロファイルから凸欠陥の平均粒度分布を算出することによって評価した。

図3 (a) ~ (c) に結果を示すが、横軸は凸欠陥における凸高さの粒度分布であり、例えば10~20nmは10nm以上で20nm未満の範囲を意味している。また縦軸はその範囲内のPC値 (凸欠陥数) を表している。MAV法ではPC値の合計が400個程度と非常に多いことが確認できる。一方で、FVA法ならびにSLA法ではPC値は非常に少ないが、詳細に見ると差異があることがわかる。すなわち、FVA法ではPC値の合計値が2.2個であるのに対してSLA法では0.8個であり、約1/3程度と非常に少ないことがわかる。

同様に膜厚0.3 μ mのDLCを成膜して評価した場合の結果を図4 (a) ~ (c) に示す。MAV法ではPC値が多すぎてカウント不能であったが、おそらく合計値としては数1000個程度と考えられる。一方で、詳細に見るとFVA法ではPC値の合計値が24.6個であるのに

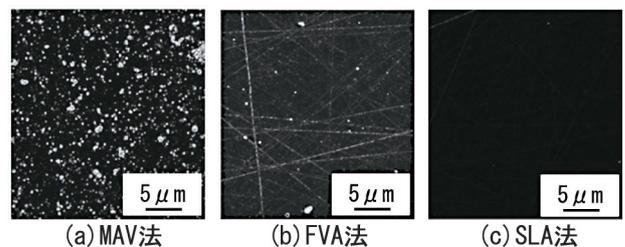


図2 DLC表面のマクロパーティクル

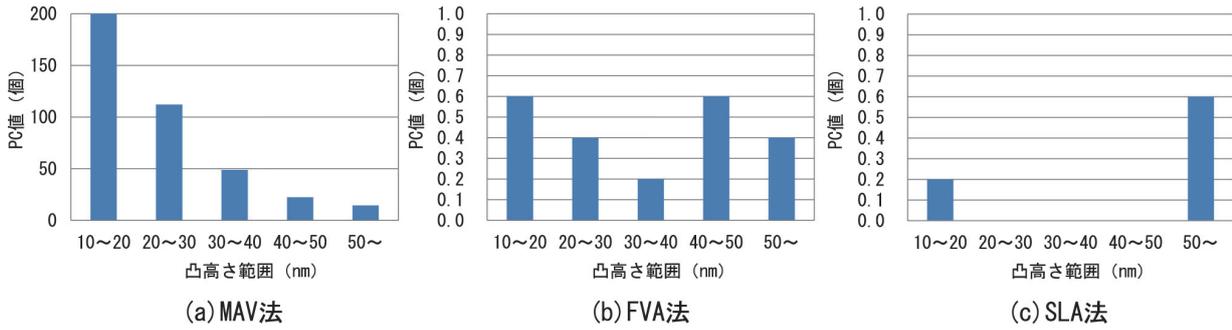


図3 マクロパーティクルの粒度分布 (膜厚0.1μmの場合)

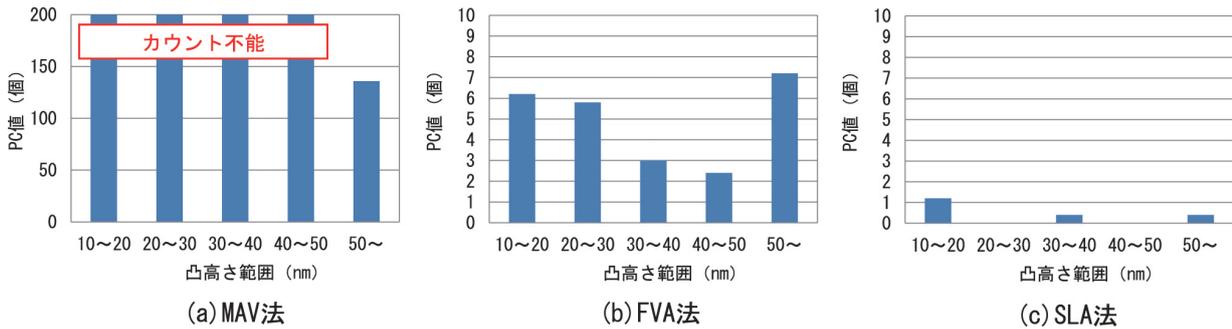


図4 マクロパーティクルの粒度分布 (膜厚0.3μmの場合)

対してSLA法では2.0個であり、約1/12程度と非常に少ないことがわかる。またSLA法では膜厚の増加に対して、MAV法やFVA法に比べてPC値の増加が極めて少ないこともわかる。

以上の結果より、SLA法はMAV法は無論であるが、FVA法に比べてもMPの発生が極端に少ない優れた成膜手法であることがわかった。

3.2 硬度

TPに膜厚0.3 μmのDLCを成膜し、エリオニクス社製ナノインデンタ (ENT-1100a) により、300mgf 荷重でナノインデンテーション硬度を測定した結果を図5に示す。膜厚が薄いためTPの影響を若干は受けているものの、SLA法で作製したDLCは、相対的に比較してMAV法やFVA法の場合と同等の50GPa

以上であることから、MAV法やFVA法で作製したDLCと同様に摺動性や耐摩耗性においても非常に優れているものと期待される。

3.3 膜構造

SLA法によって作製したDLCの膜構造はラマン分光法により評価した。詳細は他の文献に譲るが、1580cm⁻¹近傍のピーク強度I_gと1350cm⁻¹近傍のピーク強度I_dの比I_d/I_gによって膜構造を評価できることが知られている。⁽⁵⁾ 本手法を用いて評価した結果を図6に示す。以前に当社においてプラズマCVD法により作製したDLCはI_d/I_gが0.8程度であったが、⁽³⁾ SLA法で作製したDLCは、MAV法やFVA法で作製したDLCと同様にI_d/I_gが0.3以下と非常に小さいことがわかる。このことから、SLA法で作製したDLCは、

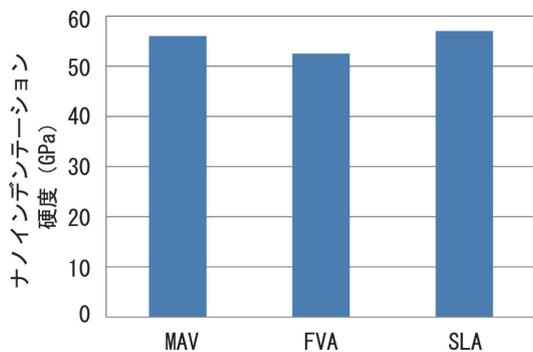


図5 DLCのナノインデンテーション硬度

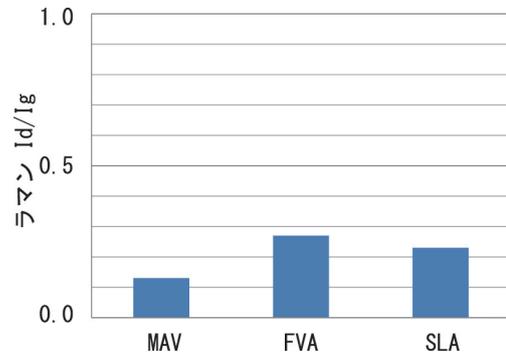


図6 DLCのラマン分光法による膜構造評価

MAV法やFVA法で作製したDLCと同様に、sp³結合が多いダイヤモンドライク構造となり、極めて水素含有量の少ないta-C (tetrahedral amorphous carbon) 膜であることがわかった。

4. SLA蒸発源の生産性

コーティング分野では、膜性能が高いことは無論であるが、生産性が高いことも非常に重要な要素である。本節では、成膜速度及び成膜領域について説明する。

4.1 成膜速度

成膜領域における最大成膜速度を図7に示す。ただし、本図では最大成膜速度をMAV法における最大成膜速度で規格化した。SLA法における最大成膜速度は、FVA法の5倍以上と非常に速く、またMAV法と比較しても同等程度であることがわかった。

4.2 成膜領域

成膜領域の拡がりは、成膜速度分布において成膜速度が最大値の半値になる幅、つまり半値全幅により評価した。結果を図8に示すが、本図では半値全幅

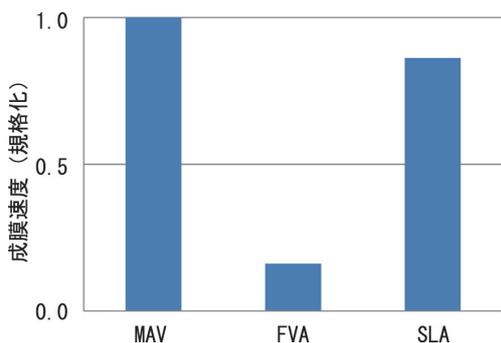


図7 最大成膜速度

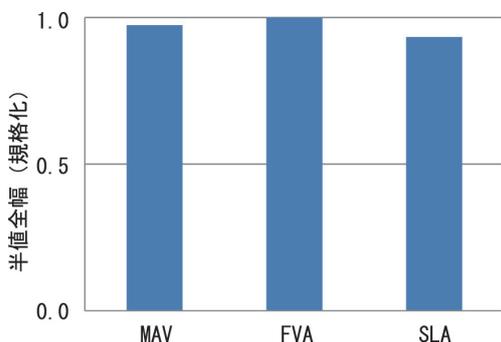


図8 成膜領域の拡がり

FVA法における半値全幅で規格化した。SLA法における成膜領域は、MAV法やFVA法と比較しても同等程度であることがわかった。

5. むすび

次世代の成膜技術として開発したSLA法は、従来の真空アーク法に比べて、下記特長があることが確認できた。

- (1) SLA放電は、従来アーク法と違い、スパークが発生しない特筆すべき放電現象であった。
- (2) 作製したDLCのMP数は、MAV法に対して1/500以下、FVA法に対しても1/3~1/12程度と非常に少なく、圧倒的な優位性があった。
- (3) 作製したDLCは、従来アーク法と同様に、非常に高硬度であり、また極めて水素含有量の少ないta-C膜構造であることから、摺動性、耐摩耗性及び耐熱性においても非常に優れているものと期待される。
- (4) 成膜速度はFVA法の5倍以上、MAV法とは同等程度であり、成膜領域は従来アーク法と同等程度であることから、高い生産性を有していることを確認した。

既に本技術はITF社に移管済みで、数社のレンズメーカー様への試作では、SLA法で作製したDLC膜の性能に対して、当社FVA法相当の手法で作製した他社DLC膜に比べて、

- ・膜表面の欠陥数が格段に減少
- ・レンズ成型ショット数が安定化
- ・不可能であった高成型温度 (~700℃) 等のガラス材の成型が可能

などの非常に高い御評価を頂いており、現在量産プロセスの確立に注力している。将来的には工具、機械・自動車部品など様々な分野への適用を検討している。

最後に、本開発を実施するにあたり、膜評価で御協力頂いたITF社の西村和也氏、石塚浩氏に深く感謝します。

参考文献

- (1) Y.Yasuda, et al. : SAE Paper 2003-01-1101 (2003)
- (2) 大原 他 : 日新電機技報 Vol.53 (2008.10)
- (3) 石塚 他 : 日新電機技報 Vol.53 (2008.3)
- (4) T.Schulke, A.Anders : Plasma Sources Sci.Technol. 8 (1999) 567-571
- (5) J.Robertson : Materials Science and Engineering R 37 (2002) 129-281

✎ 執筆者紹介



高橋 正人 Masato Takahashi
研究開発本部
ビーム・プラズマ技術開発研究所 主幹
兼 システム開発グループ 主幹



加藤 健治 Kenji Kato
知的財産部
特許グループ 主査



小寺 繁和 Shigekazu Kotera
研究開発本部
ビーム・プラズマ技術開発研究所
システム設計グループ



三上 隆司 Takashi Mikami
研究開発本部
ビーム・プラズマ技術開発研究所 主幹
兼 システム開発グループ長