

9 HiPIMS を用いた DLC 膜の特性

縄雅典生, 伊藤幸一, 井鷲洋介, 吉田善明*, 岡本圭司*, 中谷達行**

Characterization of diamond-like carbon films prepared by high power impulse magnetron sputtering

NAWACHI Norio, ITOH Koichi, ISAGI Yosuke, YOSHIDA Yoshiaki, OKAMOTO Keishi and NAKATANI Tatsuyuki

In this work, the characteristics of diamond-like carbon (DLC) films deposited by high power impulse magnetron sputtering (HiPIMS) have been investigated. DLC films were prepared on silicon (Si) by HiPIMS and direct current magnetron sputtering (DCMS) for comparison. Depositions were performed from a graphite target (210mm in diameter) operated at chamber pressure of 0.5 Pa. The same experimental arrangement was used for the DCMS depositions. The DLC films were analyzed by two methods: film thickness by a surface profiler and hardness by a nanoindenter.

In the HiPIMS discharge, the target voltage and peak current are approximately -900V and 275 A, respectively, at a duty cycle of 5 %. The deposition rate in HiPIMS is approximately 50 % lower (25 nm/min) than that in DCMS, while the hardness of DLC film deposited by HiPIMS is higher than that by DCMS.

キーワード: DLC, HiPIMS

1 緒 言

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は、高硬度、耐摩耗性、低摩擦係数などの特長から、被膜材料として自動車部品や金型への応用が進められている。また生体適合性の高い DLC 膜は、医療分野でも注目され、冠動脈用ステント¹⁾に続き、医療用インプラント (人工歯根、人工股関節など) への適用が検討されている。

DLC の成膜にはプラズマ CVD (Chemical Vapor Deposition: 化学的気相成長) 法, イオン化蒸着法, アークイオンプレーティング (AIP) 法などが用いられる。中でも AIP 法は膜中の水素含有量が低く、硬い膜が形成できる上、比較的緻密な膜が得られることから、耐久性が要求される医療用インプラントの被膜形成には有用である。しかし、AIP 法は、一般的にドロップレットと呼ばれる溶融粒子が試料に付着し、膜表面が粗くなりやすいといった欠点がある。そこで、本研究では、医療用インプラントへの被膜形成を目的に、溶融粒子を低減 (ドロップレットフリー) でき、かつ緻密な膜が形成できる DLC 成膜技術の基礎的検討を行った。具体的には、近年、欧州を中心に研究が盛んな HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering: 大電力パルスマグネトロンスパッタリング) 法を用いて DLC の成膜及び特性評価を行った。

2 実験方法

マグネトロンスパッタリング (MS) 法は、成膜材料 (ターゲット) に直流 (DC) などを印加して、基板表面に膜を堆積する技術である。一方、MS 法の一種である HiPIMS 法は、低い Duty 比, 低い周波数のパルス波形をターゲットに印加することで、DCMS 法よりも大電力スパッタが実現できる手法²⁾として注目されている。HiPIMS 成膜装置の模式図を **図 1** に、また、ターゲットへの印加電圧波形を **図 2** に示す。

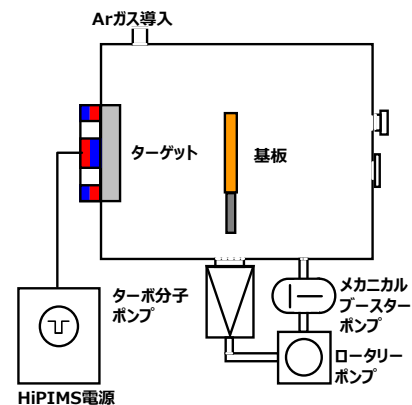


図 1 HiPIMS 成膜装置の模式図

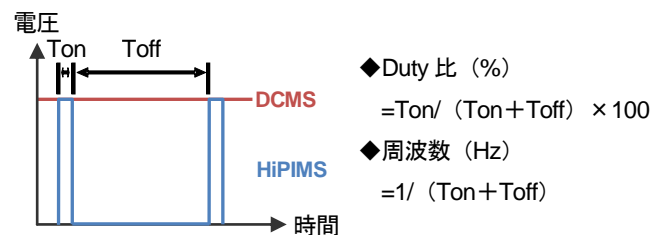


図 2 ターゲットへの印加電圧波形

*トーヨーエイテック(株)

**岡山理科大学 技術科学研究所

本報では、HiPIMS 法と同種のスパッタリング法との特性の違いを調べるため、HiPIMS 法、DCMS 法の 2 手法で DLC 膜を形成した。ターゲットには $\phi 210\text{mm} \times 5\text{t}$ のカーボン (C) を、基板にはシリコン (Si) を用いた。スパッタガスには、アルゴン (Ar) を導入し、成膜時の圧力は 0.5Pa とした。また、HiPIMS 法では、Duty 比 2%、周波数 400Hz 、電圧 -900V (設定値) のパルス波形を、一方、DCMS 法では、 -900V (設定値) の電圧 (一定) をターゲットに印加した。形成した DLC 膜は、触針式表面形状測定器 (株アルバック製 Dektak³ST) を用いて、膜厚測定を行い、膜厚から成膜速度 (膜厚/成膜時間) を求めた。また、ナノインデントテンション装置 (Hysitron 社製 Triboscope) により DLC 膜の硬度を測定した。

3 実験結果および検討

3.1 放電特性

図 3 に HiPIMS 法 (Duty 比 5%) でのターゲット電圧・電流波形の一例を示す。図 3 からターゲット電圧は、印加直後から速やかに立ち上がり、ほぼ設定値 (-900V) に達している。一方、電流は、電圧印加からやや遅れて徐々に上昇し始め、最大値 275A を示した。DCMS 法で同電圧を印加した時のターゲット電流の最大値は 4A 以下であったことから、HiPIMS 法の特長である大電力が瞬間的にターゲットに発生していることが確認できた。

3.2 成膜速度および硬度

成膜速度および硬度を図 4 に示す。HiPIMS 法で成膜した試料の成膜速度は $25.0\text{nm}/\text{min}$ で、DCMS 法の成膜速度 $51.2\text{nm}/\text{min}$ と比べ $1/2$ 以下であった。金属材料 (銅、チタンなど) をターゲット材に用いた M. Samuelsson らの報告³⁾でも、HiPIMS 法は、DCMS 法と比べて成膜速度が減少しており、カーボンにおいても

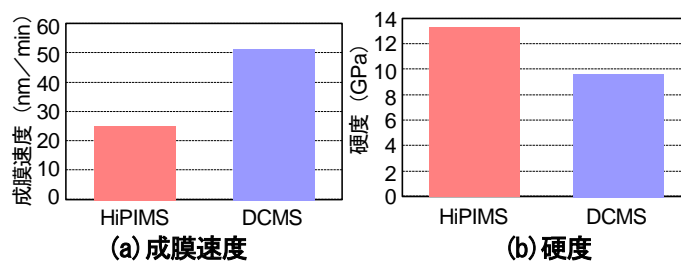


図 4 特性評価

同様の傾向が見られた。一方、膜硬度は、HiPIMS 法が 13.3GPa と DCMS 法の 9.6GPa を上回り、当センターの CVD 装置で成膜した DLC 膜硬度 (約 15GPa) に相当する値を示した。

4 結 言

本研究では、医療用インプラントへの被膜形成を目的に、ドロップレットフリーで緻密な膜が形成できる DLC 成膜技術の基礎的検討を行った。その結果、以下の知見を得た。

- (1)カーボンターゲットに -900V (設定値) , Duty 比 5% のパルス電圧を加えた結果、ターゲット電流は最大値 275A を示し、瞬間的に大きな電力がターゲットに発生していることが確認できた。
- (2)HiPIMS 法 (Duty 比 2%、周波数 400Hz) で成膜した試料の成膜速度は、DCMS 法と比べ $1/2$ 以下であった。
- (3)HiPIMS 法 (Duty 比 2%、周波数 400Hz) による DLC 膜硬度は、DCMS 法を上回り、当センターの CVD 装置で成膜した DLC 膜硬度 (約 15GPa) に相当する 13.3GPa を示した。

今後は、成膜条件の調整とともに、膜密度、表面粗さなどの膜質評価を行い、HiPIMS 法による DLC 成膜技術の向上に努めていく予定である。

文 献

- 1) T. Nakatani, K. Okamoto, I. Omura, and S. Yamashita: J. Photopolymer Science and Tech. 20(2007), 221
- 2) V. Kouznetsov, K. Macak, J. M. Schneider, U. Helmersson and I. Petrov: Surf. Coat. Technol. 122(1999), 290
- 3) M. Samuelsson, D. Lundin, J. Jensen, M. A. Raadu, J. T. Gudmundsson and U. Helmersson: Surf. Coat. Technol. 205(2010), 591

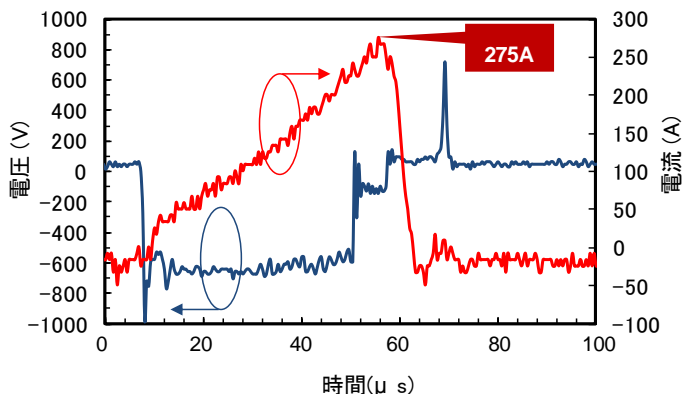


図 3 ターゲット電圧・電流波形