

特 集 論 文

コーティング装置と、その要素技術の変遷

Progress of Coating Systems and Their Elemental Technologies

岡崎 尚 登*	宮崎 修*
N. Okazaki	O. Miyazaki
吉原 健*	田野 義 浩*
K. Yoshihara	Y. Tano

概要

当社では、1986年からアークイオンプレーティング装置の開発・製造・販売を行っており、その歴史は、32年に及んでいる。この間、市場やユーザーニーズの変化に伴って、必要な要素技術も変化してきており、我々も、それらに対応すべく様々な開発を進めてきた。特にアーク法特有のドロップレット問題への対応が主な内容であり、ここではその一部を紹介する。

Synopsis

Nissin Electric Group has been engaged in developing, manufacturing and selling arc ion plating equipment for 32 years since 1986. During this period, elemental technologies required by our customers have changed due to the changes of the market requirements, and we have continued to develop various kinds of technologies to meet their demands. The countermeasures to solve the 'droplet' problem which is specific to the arc evaporation method have always been the biggest issue. In this paper, a part of our activities on this issue will be discussed.

■ 1. まえがき

当社は1986年に米国マルチアーク社から、アークイオンプレーティング法の技術導入を行って以来、装置の改良や新技術の開発、装置の製造販売や受託加工事業の海外展開など、長年に亘って当分野での事業に携わってきた。

2010年には、それまで日新電機で行っていた装置の製造販売事業を、子会社である日本アイ・ティ・エフ株式会社に譲渡し、お客様の生産規模に応じて、受託加工と装置販売の両者を、国内外問わず提案できる体制を整えた。

本稿では、この32年に及ぶ事業運営の中で大きな変化点となったいくつかの技術開発の内容と成果について解説する。

■ 2. アークイオンプレーティング法の原理と処理プロセス

蒸発させるべき金属（チタンやクロム等）を陰極（カソード）、真空チャンバを陽極（アノード）として装置を構成し、両者間に直流電源を接続して真空中でアーク放電をさせることで、金属元素のプラズマを発生させる。基板には、陰極よりもさらに負のバイアス電圧を印加し、プラズマ中の金属イオンを基板に向けて加速して成膜を行う。純金属の薄膜を形成するにはアルゴンなどの不活性ガス、TiNなどの窒化物を形成する場合には窒素ガスなどの活性ガスを導入する。図1に、アークイオンプレーティング法の原理図を示す。

*日本アイ・ティ・エフ株式会社

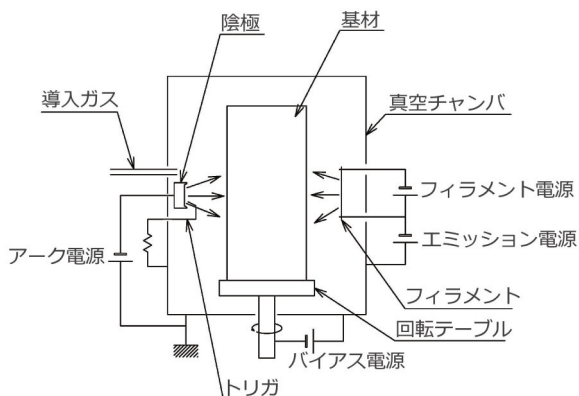


図1 アークイオンプレーティング法の原理図

以下に、TiN膜を形成する場合の一般的な処理プロセスを説明する。

(1) 基材のセット、初期真空排気

基材であるワーク（工具、金型、部品などの被処理物）を、予め十分に脱脂洗浄した後、真空チャンバ内の回転テーブルにセットする。回転テーブルを通じて電流（バイアス電流）が流れる必要があるため、導通があり、かつ、振動などで落下しないようにしっかりと固定する。チャンバのドアを閉めて、真空ポンプ（図示せず）を用いて、通常、 1×10^{-2} Pa程度まで排気する。

(2) 加熱真空排気

真空チャンバ内に設置されたヒータ（図示せず）で基材を加熱する。基材や真空チャンバ内に付着した水分などの不純物ガスを脱離させると同時に、基材の加熱によって膜の密着性を向上させるのが、この工程の目的である。通常、基材温度を約400℃まで加熱した状態で、 1×10^2 Pa程度まで排気を行う。

(3) GBU処理

図1に示したフィラメント、フィラメント電源、エミッション電源などを、一つのユニットとして、GBU（Gas Bombardment Unit）と当社では呼称しており、これを使って基材表面をエッチングして、自然酸化膜など、コーティング膜の密着を阻害する不純物を取り除く工程がGBU処理である。

まず、チャンバ内にアルゴンガスを導入し、フィラメントに電流を流して赤熱状態とする。その後、エミッション電源を用いて、フィラメントに負の電位を印加すると、赤熱状態のフィラメントから熱電子が放出され、アルゴンガスと衝突して、アルゴンイオンが生成される。ここで、基材にバイアス電源から負の電位を印加して、

アルゴンイオンを衝突させ、基材表面を物理的にエッチングする。

(4) 金属イオンボンバード処理

基材に600から1000Vの負のバイアス電圧を印加し、アルゴンなどの不活性ガスを導入してアーク放電を行う。アーク電源をONにして、陰極表面にトリガ電極を短時間接触させ、引き離す際に生じるスパークをきっかけとしてアーク放電を開始させる。

この処理によって、基材表面に純金属層が形成され、膜の密着性が向上する。

(5) 成膜工程

バイアス電圧を、0～400V程度の負電位に変更し、窒素ガスを導入して、チャンバ内の圧力を1～10Pa程度に維持しながらアーク放電を継続させると、基材の表面にTiN膜が形成される。通常の成膜速度は、0.5～1.5 $\mu\text{m/h}$ 程度である。

(6) 冷却工程

通常、基材温度が160℃程度まで下がるのを待ってから、チャンバを大気開放する。冷却時間を短縮するために、窒素ガスなどを 8×10^4 Pa程度まで導入する事も行われており、更なる短縮のために、窒素ガスを冷却しながら循環させる方式が採られる場合もある。

3. 開発課題と対応する要素技術

3.1 膜の平滑性向上

アーク法は、密着性や生産性に優れているが、ドロップレット（図2）の発生が大きな課題である。

ドロップレットとは、アーク放電を起こした際にカソード表面から飛び出す、数十～数百 μm 径の金属粒子のことである。

膜を耐摩耗用途に使用する場合、ドロップレットが起点となって剥離を起こしたり、成膜後に研磨処理を行う場合、ドロップレットが脱落して凹みになる事で、離型性が悪化したりすることがある。

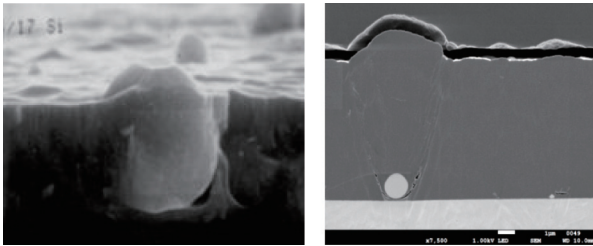


図2 ドロプレット (左) と膜表面までの粒成長例 (右)

3. 1. 1 2S蒸発源

チタン系 (TiN, TiAlN など) 膜の場合、窒素ガスを導入して数Paの圧力下で行う成膜工程よりも、窒素の存在しない金属イオンボンバード処理時の方がドロプレットの付着が多く、窒素によってドロプレットの発生が抑制される事が分かった。

そこで、金属イオンボンバード時に、アルゴンではなく窒素を微量導入する事とし、圧力を変化させて実験を行ったところ、 $10^{-2} \sim 10^{-1}$ Paの圧力域にドロプレット量が急激に変化するしきい値がある事がわかった⁽¹⁾。

窒素を導入する事で陰極金属表面の仕事関数が小さくなり、アークスポットの数が増加して蒸発粒子径が小さくなる事が、ドロプレット数減少の原因と推定している。但し、ドロプレットの放出は抑制されたが、膜の密着性が悪化する事がわかった。

そこで、これらのトレードオフ関係を緩和するために、微量の窒素ガスを蒸発源近傍に導入する事で、ドロプレットの発生抑制と膜の密着性向上を両立させることができる蒸発源を開発し、2S蒸発源 (図3) と名付けた。また、2S蒸発源を搭載し、メンテナンス性や生産性を改良した新型装置Mシリーズ (図4) を開発して上市した。



図3 2S蒸発源外観



図4 Mシリーズ外観 (M500D)

ドロプレットが起点となって膜が破壊され、耐磨耗性が低下する様な場合に、2S蒸発源を適用すると、従来品と比較して良好な結果が得られた。その

改善結果の一例 (ハイスドリルでSCM415材を貫通させる試験) を図5に示す。

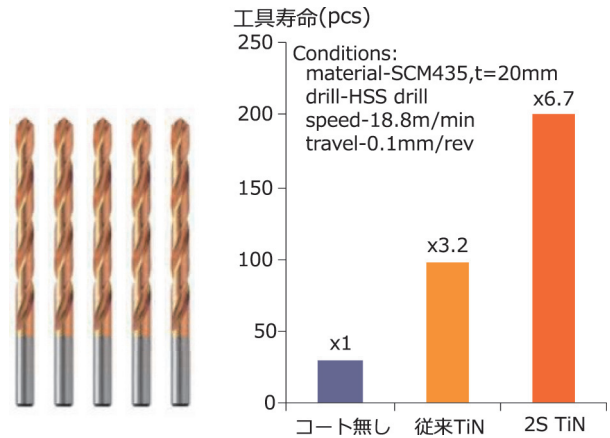


図5 2S蒸発源によるTiN膜のドリル性能改善

3. 1. 2 3S蒸発源

前述の様に、チタン系の膜では、窒素導入でドロプレットを減少させる事が出来たが、クロム系の場合はその効果が見出せなかったため、Cr, CrN膜専用として、米国マルチアーク社から導入したエンハンストアーク蒸発源を改良して、3S蒸発源を開発した。

エンハンストアーク蒸発源は、既報⁽²⁾に示す通り、強い磁場を形成するコイルと、コイルの内側に磁気レンズを作り出す磁性体と非磁性体との組み合わせ体を有する。

エンハンストアーク蒸発源においては、カソード中央にアークスポットがある時にはアーク電子がチャンバに流れるが、カソード端部に移動した場合にはフランジに流れるため、アーク電圧が高くなって、アークが不安定になる (途切れやすい) という問題点がある。

上記問題を解決するためコンピュータシミュレーションによる磁場解析を進め、磁性体/非磁性体をうまく組み合わせることで、チャンバ内に放射状に伸びる磁場配置を持つ3S蒸発源を完成させて特許化⁽³⁾した。

図6に、磁場によるドロプレット低減効果と、磁場解析結果の一例を示す。また図7には、表面写真で見えるドロプレット低減効果を示した。前述の2S蒸発源は窒素を用いる必要があるが、本蒸発源の場合、アルゴン雰囲気でもドロプレット低減効果が認められるので、平滑な金属下地層や窒化膜の形成時に有用である。

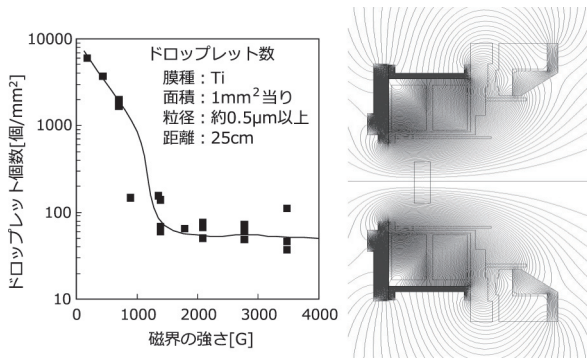


図6 3S蒸発源の特性、磁力線図

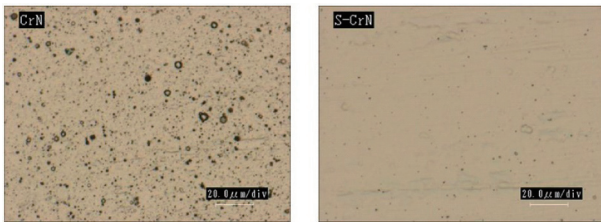


図7 表面写真で見るドロップレット低減効果
(左：従来法、右：3S蒸発源)

3. 2 材料コストの低減

3. 2. 1 送り出しユニット

従来の蒸発源は、カソード材料の約20重量%程度しか利用できず、クロムなどの高価な金属材料の場合にはランニングコストが高くなるため、適用範囲を拡大する事が難しかった。

当社では、この問題の解決に向けて、クロム材料の持つ昇華性に着目した。アーク放電中、陰極材料が比較的低温に保たれるため、電極を丸棒状とし背面および側面を冷却して、丸棒の端面から蒸発させる構造とし、これをユニット化する事で、カソードの約80重量%が利用できる様になった。基本的な構造を図8に示す。この開発により、本ユニットを搭載した装置の適用範囲を拡大させる事に成功した。

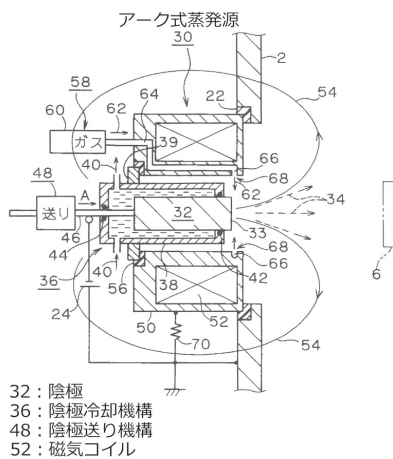


図8 送り出しユニット概念図⁽⁴⁾

3. 2. 2 ステアワン蒸発源

蒸発源におけるカソード材料の直径は64mmで、その裏面を直接水冷するという方式は、事業開始以来変更していなかった。ドロップレットの放出は比較的少なかったが、材料使用効率が悪く、まれにはあるが、カソードの組付精度が不十分なためにチャンバ内に冷却水が漏れるトラブルが発生していた。

そこで、カソードの大型化と間接冷却方式(薄いダイヤモンドで冷却水と真空とを隔てる方式)の採用について検討を行った。

単にカソードを大型化しても均一には消費しないため、十分な材料コストの低減は期待できない。また間接冷却のため効率が低下するので、ドロップレットが放出されやすくなるという問題の解決のため、カソード裏面に永久磁石を回転させる機構を備えたステアードアーク方式⁽⁵⁾を採用した。また、この機構を設置するスペースを確保するために、独自の磁場配置を発明し、特許化⁽⁶⁾を行った。こうして開発されたものを「ステアワン STEER-ONE」蒸発源と名付けた。

アークスポットの強制的な掃引により、カソードの利用効率のみならず、Al含有合金(TiAlN、AlCrNなど)膜の平滑性が大幅に向上した。粉末冶金法で製造された陰極材料にはAlの粒子が含まれており、その融点が高いために、アークスポットが滞在しやすくなるという傾向が、強制的な磁場掃引によって抑制されたのが、その理由と考えている。

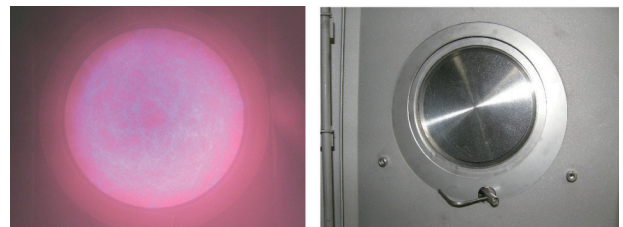


図9 ステアワン蒸発源のアーク放電の様子と外観図

3. 3 高機能化

当社では、IT,IoT,3D技術を取り入れることで、設計業務の効率化や製品の高機能化を図っている。過去には、大型コンピュータや専用ワークステーションなどが必要であったが、最近では、パソコン性能の飛躍的な向上により、比較的簡単なシミュレーションや3D解析が、より身近なものになっている。

3. 3. 1 丸棒状ワーク側面の周方向均一性の解析

ドリルやエンドミルなどの丸棒状ワークは、図10に示す様に、通常は三重に自公転する治具に取り付けられて成膜される。

膜構造の複雑化に伴い、異種金属（図10ではAとB）を同時に放電させながら多元金属窒化膜を形成する例も珍しくない。

その場合、丸棒状ワークの外周面全体を、均等に蒸発源に向ける様なギヤ比設計が必要であり、シミュレーション技術を活用している（図11, 12参照）。

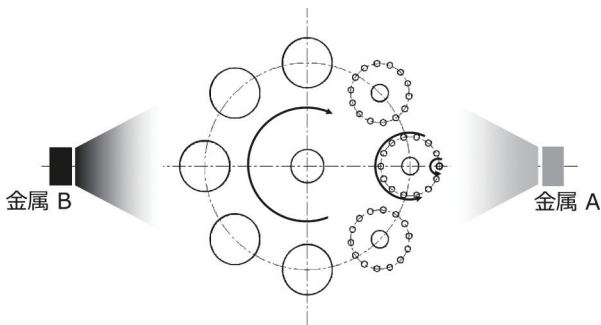


図10 2種金属同時成膜のシミュレーションモデル

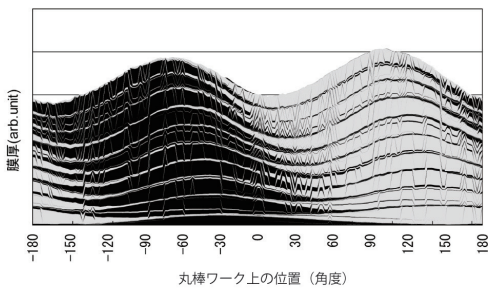


図11 棒状ワーク周方向の膜質分布（ギヤ比が不適切な場合）

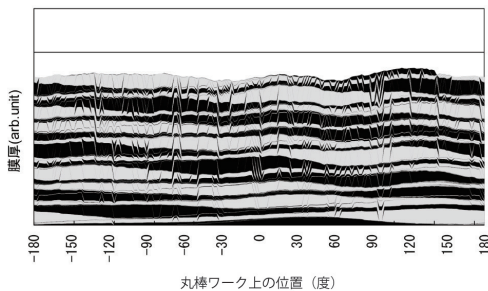


図12 棒状ワーク周方向の膜質分布（ギヤ比が適切な場合）

3. 3. 2 iDSシリーズ

これまでに開発した各種要素技術を反映した部品や機構、スパッタ源、今後の開発品等がレトロフィットできる様に、蒸発源取付部を縦長穴形状とするなど、より汎用性を持たせた真空チャンバの設計が必要になってきている。

この場合、チャンバの強度が問題となるが、当社では3D構造解析技術（図13）を活用して、重量を現実的な値に収めつつ、必要な強度を持つ真空チャンバを設計・製作している。

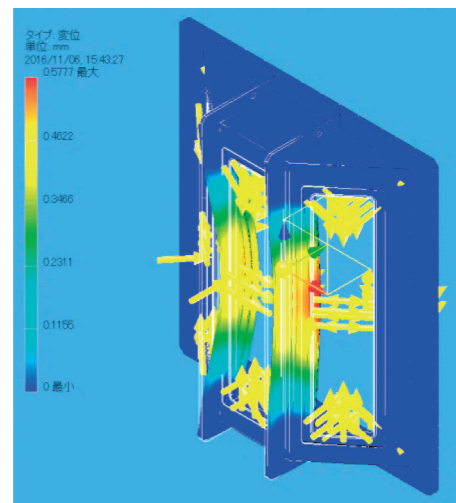


図13 真空チャンバ扉の強度解析例

また、ステアワン蒸発源、適切なギヤ比の治具、構造解析結果に基づいて設計されたチャンバなど、上述した様々な新規開発技術の成果を取り入れた装置を製品化している。一例として、2014年10月に発売を開始したiDS500 (Innovated Deposition System 500) を図14に示す。



図14 iDS500外観

201421©

■ 4. あとがき

アーカイオンプレーティング装置の基本的原理、GBUプロセスを含む成膜工程、ドロップレットの低減を主目的とした各種技術開発の成果と要素技術の変遷について述べた。最近では、DLC(Diamond Like Carbon)もアーク方式で成膜する事が一般的になってきたが、カーボン蒸発源の場合、ここで報告した方法ではドロップレットの低減は困難であり、当社においても、その専用技術の開発に鋭意取り組んでいるところである。

技術の高度化が進む中、次々と新しい課題が生まれてくるが、当社においては、その解決に遅れをとる事なく、タイムリーに対応する技術を開発・提供できる様に努力を続けていく所存である。

参考文献

- (1) 岡本 他：「マルチアークPVD装置によるTiN膜の研究」日新電機技報、Vol.32 No.2 (1987.4)
 - (2) 石井 他：「Enhanced Arc蒸発源」日新電機技報、Vol.38 No.2 (1993.10)
 - (3) 日本特許：4019457号 日新電機 岡崎、他
 - (4) 日本特許：3104701号 日新電機 岡崎、他
 - (5) 特許公報：昭64-262号 ハンス、他
 - (6) 日本特許：6074573号 日本アイ・ティ・エフ 岡崎、他
- (注) 「iDS」は、日本アイ・ティ・エフの登録商標です。

執筆者紹介



岡崎 尚登 Naoto Okazaki
日本アイ・ティ・エフ株式会社
装置部 部長



宮崎 修 Osamu Miyazaki
日本アイ・ティ・エフ株式会社
装置部 次長



吉原 健 Ken Yoshihara
日本アイ・ティ・エフ株式会社
装置部 グループ長



田野 義浩 Yoshihiro Tano
日本アイ・ティ・エフ株式会社
装置部 主任