高速マグネトロンスパッタリングによる炭素薄膜の作製

小西 暁夫**・細川 直吉**・安納 勝人***・平塚 一***

(昭和55年2月6日 受理)

Preparation and Properties of Carbon Films with Magnetron Sputtering

Akio KONISHI**, Naokichi HOSOKAWA**, Katsuto ANNOH***

and Hajime HIRATSUKA***

**(Anelva Corporation, Fuchu, Tokyo)

*** (Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai, Naka-gun, Ibaraki)

(Received February 6, 1980)

1. 緒 言

核融合炉第一器壁面内のコーティングの為に各種方式と材料が多くの人々により精力的に研究されている¹⁾。プラズマの温度上昇の障害をできるだけ除く為に、コーティング材料として軽い元素でありしかもスパッタ率の小さな炭素を用いることが考えられる。我々はマグネトロンスパッタリングによる炭素被膜作製の可能性に関する検討を行ってきた。

炭素薄膜は蒸着、イオンプレーティング、CVD 等て良く作製されその報告も多いが、スパッタリングによる炭素薄膜に関しては従来若干の実験報告²⁾があるだけで、実用性を検討する為には、かなりの実験調査が必要である。当面問題となるのは①充分な膜付着速度が得られるか、②充分強固で付着力の強い膜が得られるか、の2点である。以上の2点について実験した結果を報告する。

Fig. 1 Schemata of two magnetron sputtering systems

2. 実 験

実験にはFig. 1 に示した、プレーナ型及び同軸型マグネatron高周波スパッタ装置を用いた。

2.1 プレーナ型

スパッタ条件と炭素薄膜の密着性の関連性について基礎的な調査をする為に、 $\phi 4"$ プレーナマグネatron電極付小型スパッタ装置(日電アネルパ製 SPF-210H)を用いた。ターゲットには、日本カーボン製グラファイト板($100\text{ mm}\phi \times 5\text{ mm}^t$)をターゲット電極に接着し用いた。スパッタ圧力は $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-1}$ Torr, 装置に投入した電力は最大900Wまでである。ターゲットと基板の間隔は38mmに設定した。基板には酸洗いをしたSUS-304ステンレス板とソーダガラスを用いた。膜厚は重量法で測定した。作製した膜のSEM観察、ガラス基板上の炭素膜の透過率の測定及びスコッチテープによる剝離強度試験を行なった。

2.2 同軸型

トカマク第一器壁面へのコーティングの可能性を調査する為に、 $\phi 40\text{ mm} \times 300\text{ mm}^l$ の同軸マグネatron電極を中型のスパッタ装置($700\text{ W} \times 700\text{ mm} \times 1000\text{ mm}$ チェンバーを持つDP系)に組込んで、膜付着速度と膜厚分布について調べた。また基板に -300 V のバイアスを印加し、付着力への影響についても調査した。

なお、いずれも純アルゴンによるスパッタリングを行った。

3. 実験結果

3.1 付着力・SEM(2000倍)による観察

付着力に影響を及ぼすかも知れないとして検討した要因と結果をTable 1に示す、スパッタ圧力の影響が顕著であった。SUS基板上に 6×10^{-3} Torr以下で付着した

*第20回真空に関する連合講演会の講演(15a-4)

**日電アネルパ株式会社、東京都府中市四谷5丁目8番1号

***日本原子力研究所東海研究所、茨城県那珂郡東海村白方白根

Fig. 2 Surface of carbon film deposited on SUS-304 substrate, at argon pressure of 1×10^{-3} Torr, and with rf input power of 300W. Average thickness is 2.9 μm .

Fig. 4 Surface of carbon film deposited on glass substrate, at argon pressure of 6×10^{-3} Torr, and with rf input power of 300W. Average thickness is 1.0 μm .

Fig. 3 Surface of carbon film deposited on SUS-304 substrate, at argon pressure of 6×10^{-2} Torr, and with rf input power of 300W. Average thickness is 1.5 μm .

炭素 (**Fig. 2**) は、煤状であり剥がれやすく「薄膜」と言えるか問題である。高压で付着した膜 (**Fig. 3**) は付着力が強く、表面は次第に連続化する傾向を持つ。

ガラス基板上の膜 (**Fig. 4**) は平滑であるが、厚くなると亀裂が入り自然剥離する。又 SUS 基板の場合と同様に高压で作製した膜は付着力が強く、刃物で傷を付けても剥がれにくかった。

3.2 ガラス基板上的炭素膜の透過率

単位面積当たり同じ重量の炭素膜が付着してても、高压力で作製した場合の方が透過率が大きくなる傾向がある。

3.3 プレーナ及び同軸型による膜付着速度と膜厚 分布

付着速度はほぼ投入電力に比例する (**Fig. 5, 6**)。また同軸型の場合、電極・基板間隔を d とすると、付着速度

Table 1 Factors influencing the adhesion of carbon films

factor	planar magnetron	cylindrical magnetron
sputtering argon pressure	higher sputtering pressure improved adhesion	—
distance between substrate and target	—	not clarified
deposited film thickness	thicker film tended to peel off from the substrate	thicker film tended to peel off from the substrate
deposition rate	no influence on adhesion within the region from 50 to 700 $\text{\AA}/\text{min}$.	—
substrate bias	—	no effects to increase adhesion
substrate temperature	no influence on adhesion within the region from 20 to 300 $^{\circ}\text{C}$	not clarified

Fig. 5 Deposition rate vs. input rf power with planar type.

Fig. 7 Deposition rate vs. target-substrate distance with cylindrical type.

Fig. 6 Deposition rate vs. input rf power with cylindrical type.

4. 考察とまとめ

基板の種類により炭素膜は、煤状になったり平滑状になったりすることがわかった。これは基板下地の単なる平滑性の影響なのか、材質の影響なのか判明できていない。

スパッタ炭素膜の自然剥離は膜に比較的大きな圧縮応力が生ずる為であるように思われる。自然剥離の進行状況は森崎等の報告と酷似している²⁾。高圧下でスパッタを行うと、ターゲットで反跳されるアルゴン原子が基板をより低エネルギーで衝撃する為に、内部応力の発生が抑制され、付着力の強い膜が得られると思われる。

尚トカマク炉に炭素スパッタリングを用いる場合には、作製された膜とプナズマの関係及び装置の配置等をさらに検討する必要がある。

〔文 献〕

- 1) T. Tajima: J. Nuclear Materials, **76** (1978) 594.
- 2) 森崎 弘, 岩瀬満雄, 矢沢一彦: 真空 **18** (1975) 314.

は $d^{-3/2}$ に比例することがわかった (Fig. 7).