

# トピックス

## スパークレスアーク (SLA) 法による DLC 膜を非球面ガラス レンズ金型向けに量産開始

日本アイ・ティ・エフ

石塚 浩, 須藤 知仁,  
西村 和也, 森口 秀樹

### 1. まえがき

近年、DLC (Diamond-Like Carbon) 膜は、さまざまな特性をもつ膜へと改良・開発が進み、各種産業分野への応用展開が進められている<sup>1)</sup>。特に真空アーク法 (以下、Arc 法) で成膜した DLC は水素含有量が極めて少なく、水素フリー膜と呼ばれ、高硬度かつ潤滑油中で摩擦係数が低い<sup>2)</sup> ことから、当社では自動車エンジン部品である直打式バルブリフタ (以下、VL) への適用を進め、水素フリー DLC 膜の量産ラインを構築した<sup>3)</sup>。

Arc 法では、蒸発源のグラファイトカソードから発生する数~数十  $\mu\text{m}$  程度の火花 (以下、スパーク) がマクロパーティクル (以下、ドロップレット) となり DLC 膜中に取り込まれ凸部を形成するため、しゅう動相手材を摩耗させてしまう課題があったが、VL 量産時には、成膜後の DLC 膜表面をラップ処理により平滑化することで製品化している。

水素フリー DLC 膜の応用が進められている他の産業分野の一つとして、ガラスレンズ成形金型の離形膜としての適用があげられる。デジタルカメラや一眼レフなどの光学機器には、多くの非球面ガラスレンズが搭載されているが、これらのレンズは 400 ~ 700  $^{\circ}\text{C}$  強という高温下の不活性ガス中でガラス材を軟化させ、成形面が nm オーダの超平滑な上下の金型でホットプレスすることで量産されている。この際、ガラス材と金型間の離形性向上のため、耐熱性が高い水素フリー DLC 膜が適用されている。

当社では蒸発源から発生するスパークすなわちドロップ

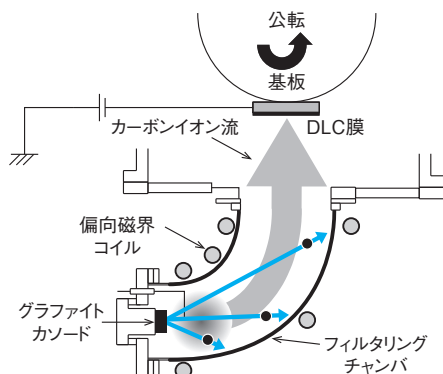


図1 FVA装置概念図

レットを偏光磁界によりフィルタリング除去できる FVA (Filtered Vacuum Arc) 装置を開発し、レンズ分野の顧客ニーズに応じてきた<sup>4)</sup>。FVA 装置の概念図を図1に示す。

しかし FVA 法では、ドロップレットがフィルタリングチャンバの内壁を多重反射しながら、微細化して被成膜体であるレンズ金型に到達し、成形レンズ側に転写されるため、顧客からさらなるドロップレットフリー化の要望を受けていた。

このような背景の中「発生するスパークをわざわざフィルタリングにより除去するのではなく、そもそもスパークが発生しない蒸発源がつかれないか?」という発想から生まれたのが、本報で紹介するスパークレスアーク (Spark-Less Arc: 以下、SLA) の技術である。

### 2. SLA 放電現象

通常の Arc 蒸発源の放電現象を図2 (a) に、また、今回開発した SLA 蒸発源の放電現象を図2 (b) に示す。

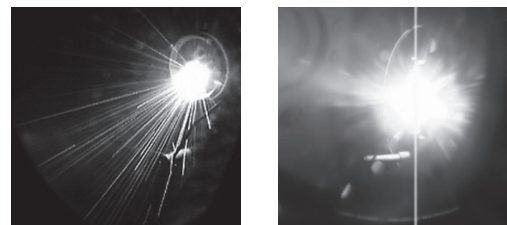


図2 カソード表面における放電状況

図2 (b) に示すようにスパークが全く発生しない放電現象を発見し、世界に先駆けて日新電機 (株) 研究開発部と共同で基礎開発を推進した。さらに当社では、この基礎技術を活用し、安定的な生産を可能とする SLA 蒸発源と DLC 成膜プロセスの開発に成功した。

### 3. SLA 法を用いて成膜した DLC 膜の特性

SLA 法を用いて成膜した DLC 膜の諸特性を以下に示す。なお、比較対象として通常の Arc 法および FVA 法により成膜した DLC 膜の特性も示す。

#### 3-1 表面性状観察結果

当社保有の Arc 装置、FVA 装置および SLA 装置の3機種を用い、清浄な Si ウェーハ上に 0.1  $\mu\text{m}$  の膜厚で DLC を成膜し、マイクロスコープにより写真撮影した後、2値化処理した画像を図3 (a) ~ (c) に示す。

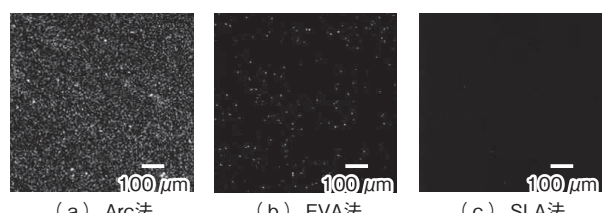


図3 各種成膜手法 DLC 膜の表面性状

光の乱反射によりサイズが拡大されて写っているが、写真中の白点がドロップレットに相当する点である。

Arc 法では大量のドロップレットが膜中に存在しておりまた、FVA 法の膜ではドロップレットの数は大幅に減少しているものの、フィルタリングで除去しきれなかった少量のドロップレットの存在が確認された。一方、SLA 法により成膜した DLC 膜表面にドロップレットは、ほとんど存在しないことが確認された。

### 3-2 表面粗さ評価結果

触針式段差計を用い、触針  $R = 12.5 \mu\text{m}$ 、 $0.5 \text{ mm}/30 \text{ s}$  の条件で、Si ウェーハ上に各手法で成膜した  $0.1 \mu\text{m}$  厚の DLC 膜の表面粗さ  $R_a$ 、 $R_z$ 、 $R_p$ 、 $R_v$  を  $n=5$  にて測定し、平均化した結果を図 4 に示す。参考のため未処理の Si ウェーハ素地の値も示している。

SLA 法で成膜した DLC 膜は、他の手法で成膜した膜に比べ極端に凹凸が少なく、未処理の Si ウェーハ素地と同等の値であることが確認された。

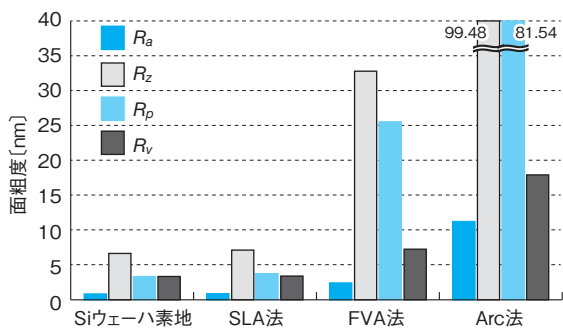


図 4 表面粗さ評価結果

### 3-3 耐熱性評価結果

SLA 法による DLC 膜の耐熱性を下記手順にて評価した。

- ① レンズ金型の主たる素材である超硬合金基板上に  $0.1 \mu\text{m}$  厚の DLC 膜を成膜し、その表面をラマン分光法により測定後、 $I_d/I_g$  値<sup>5)</sup>、<sup>†1)</sup> を求めた。
- ② この DLC 成膜基板を管状炉に入れ、レンズ成形を模擬した不活性ガス雰囲気中  $500^\circ\text{C}$ 、 $1 \text{ h}$  の条件で加熱・

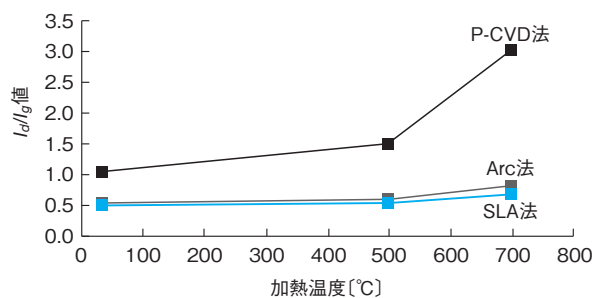


図 5 加熱による  $I_d/I_g$  値の変化

†1  $I_d/I_g$  値が小さいほど、 $sp^3$  結合性が高く、ダイヤモンドに近い性能であることが知られている。また、この値が外部環境により変化しないことは、構造が安定していることを示す。

徐冷後、同様に  $I_d/I_g$  値を算出した。

- ③ さらに同一基板に対し、 $700^\circ\text{C}$  で同様の処理を行い、 $I_d/I_g$  値を算出した。

加熱温度に対し、 $I_d/I_g$  値をプロットした結果を図 5 に示す。参考のためプラズマ CVD 法により成膜した水素を含有する DLC 膜の測定結果も示す。

プラズマ CVD 法による水素を含有する DLC 膜は、高温にさらされると水素抜け現象を発生し、ぜい化を伴う DLC の膜構造変化を起こすといわれている。図 5 においても、プラズマ CVD の DLC 膜は  $500^\circ\text{C}$ 、 $700^\circ\text{C}$  の順に  $I_d/I_g$  値が上昇し、構造変化を起こしている様子が確認された。これに対し、水素フリー DLC 膜の  $I_d/I_g$  値は、 $500^\circ\text{C}$  では全く変化なく、 $700^\circ\text{C}$  でわずかに変化しただけで、高温にさらされても構造変化を起こすことなく、非常に安定していることが確認できた。以上の結果から、SLA 法による DLC 膜がレンズ成形時の高温環境にも耐え得ることを証明できた。

### 3-4 硬度測定結果

SLA 法による DLC 膜のナノインデント硬度は、 $50 \sim 60 \text{ GPa}$  の値であり、Arc 法や FVA 法による水素フリー膜の硬度とほぼ同等である。

## 4. レンズ成形金型用途での供試状況

SLA 技術の開発により、水素フリー膜のドロップレットフリー化を実現し、当社はガラスレンズ成形金型用途で受託コーティングを開始した。実際に SLA 法による DLC 膜を試したレンズメーカーの顧客からは「これまで成形できなかった特殊組成のガラスレンズ成形が可能になった」、「 $700^\circ\text{C}$  前後の高温成形にも耐え、従来の DLC 膜よりも寿命が延びた」とご高評を頂戴している。

## 5. あとがき

現在、膜厚  $0.2 \mu\text{m}$  以下の膜をレンズ金型向けに限定して提供を開始した状況であるが、SLA 法による DLC 膜が幅広い分野の顧客にご利用いただけるよう、応用開発を進めていきたい。

最後に、当技術の基礎開発にご尽力いただいた日新電機(株) 研究開発部の高橋正人氏や関係各位に深く感謝いたします<sup>6)</sup>。

### 参 考 文 献

- 1) 森口秀樹 ほか：SEI テクニカルレビュー、第 188 号 (Jan. 2016)
- 2) Y. Yasuda, et al. : SAE Paper, 2003-01-1101 (2003)
- 3) 大原久典 ほか：日新電機技報、53 (Oct. 2008)
- 4) 石塚 浩 ほか：日新電機技報、53 (March 2008)
- 5) J. Robertson : Mater. Sci. and Engineering R. 37, pp. 129-281 (2002)
- 6) 高橋正人 ほか：日新電機技報、61 (April 2016)

### 執筆連絡先

石塚 浩 (Hiroshi Ishizuka)  
日本アイ・ティ・エフ株式会社技術開発センター  
〒 615-8686 京都府京都市右京区梅津高畝町 47