

4 ダイヤモンドコーティング工具の開発（第3報）

本多正英，伊藤幸一，縄雅典生，山本 晃，筒本隆博

Development of diamond coated cutting tool (3rd Report)

HONDA Masahide, ITOH Koichi, NAWACHI Norio, YAMAMOTO Akira
and TSUTSUMOTO Takahiro

In this paper, large area diamond coating method was investigated for the mass production of diamond coated tools. Diamond was deposited on a substrate of 3 inches silicon wafer by hot filament CVD method with four straight tungsten filaments of 0.5mm thick wires. The following results were obtained. When the distance between the substrate and those filaments was 10mm, and the filaments interval was 24mm in the center and 18mm in the edge of the substrate, diamond was deposited uniformly over the whole substrate with the deposition rate of about $0.7 \mu\text{m/h}$.

キーワード：ダイヤモンド，気相合成，大面積基板

1 緒 言

ダイヤモンドの気相合成技術が1981年に開発されて以来，安価に合成できる気相合成ダイヤモンドを切削工具に適用しようとする研究が続けられてきた^{1)~2)}。しかし，ダイヤモンド薄膜の密着性，表面の平滑性などの問題がある。現在に至るまで，気相合成によりコーティングされたダイヤモンド工具は，一部の切削用のドリルに限られているのが現状である。本研究はこうした課題を解決し，安価で高性能なダイヤモンドコーティング工具を実現することを目標としている。一昨年度はダイヤモンド薄膜の平滑化について検討し³⁾，昨年度はそのダイヤモンド平滑膜を木材切削加工用の超硬チップに施して木材切削実験を行い，工具としての評価を行った⁴⁾。

本年度は，ダイヤモンド膜の量産技術として，一度の合成で多くの工具にコーティングできるよう，大面積合成方法について検討した。これまでは，一本のフィラメントで，基板を移動して大面積への合成を試みたが⁵⁾，本年度は多数本の線状フィラメントを用いて，大面積への合成を試みた。

2 実験方法

大面積基板として，今回は $20 \times 20\text{mm}$ または直径が3インチのシリコンウェハ（厚さ 0.38mm ）を用いた。前処理として，ダイヤモンドパウダーを用いて傷つけ処理を行

った。

ダイヤモンドの合成は，試作した熱フィラメントCVD装置を用いて行った。装置の外観を図1に示す。

左端の円筒型の容器は真空チャンバーであり，この内部でメタンと水素の混合ガスを反応させてダイヤモンド合成を行った。真空チャンバー内部の様子を図2に示す。直径 0.5mm ，長さ 160mm の直線状タングステンフィラメントを複数本，電極間に張った。右側の電極には可動機構が付いており，ばねによって張力をかけている。このため，フィラメントが通電時に加熱膨張しても，たるまないようになっている。

基板はフィラメントの下側に配置した。なお，基板は，厚さ 10mm の銅円板の上に乗せており，その銅円板は2個の Si_3N_4 セラミックチップを介して水冷した冷却板の上に乗っている。このため，基板は緩やかに，かつ，ほ



図1 熱フィラメントCVD装置

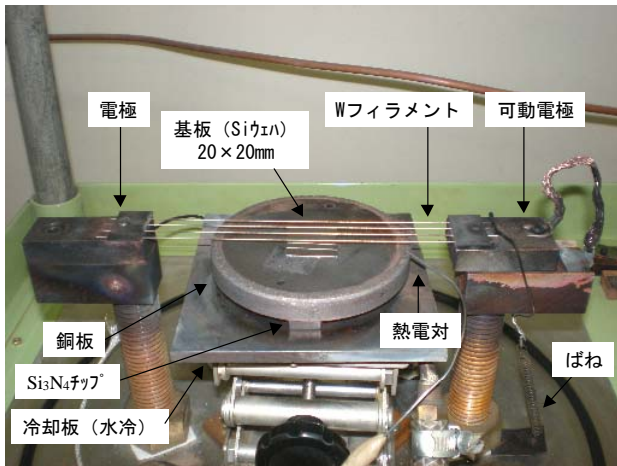


図2 真空チャンバー内部

表1 ダイヤモンドの合成条件

基板温度	900℃
フィラメント温度	2000℃以上
フィラメントー基板距離	5～10 mm
反応ガス	H ₂ -CH ₄ 混合ガス
CH ₄ %	5%
ガス流量	300 SCCM
ガス圧力	4 kPa
合成時間	4 時間

ば均一に冷却されている。

ダイヤモンドの合成条件は表1のとおりである。

図1の右側の装置は電源部分である。多数本の平行フィラメントに交流を通電すると、磁力線の変化によりフィラメントが大きく振動する。そこで、今回はめっき用直流電源装置を用いた。最大電圧は100V、最大電流は100Aである。

合成したダイヤモンド薄膜は、その表面形態を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、ラマン分光分析装置で評価した。

3 実験結果と考察

3.1 フィラメント本数の検討

フィラメント本数は多ければ多いほど、基板に合成するダイヤモンド膜の膜質を均質にできる。一方、ダイヤモンドを合成するためには、フィラメント温度を2000℃以上にし、かつ基板温度を900℃前後にする必要がある⁶⁾。この条件を満たすには、フィラメントに大電流を流す必要があり、その総電流量はフィラメント本数にほぼ比例する。様々な実験を行った結果、電源装置の最大電流量が100Aである制約下で、4本までしかフィラメントを張ることができないことが明らかになった。

3.2 フィラメント間隔の検討 (その1)

まず、図2に示すように、比較的小きな20×20mmのSi

ウエハを基板とし、その上方5mmの位置に、5mm間隔で4本のフィラメントを張り、合成実験を行った。その結果、基板全体にほぼ均一にダイヤモンドを合成することができ、成膜速度は約4 μm/hであった。

そこで今度は、スケールアップして、基板を3インチのSiウエハとし、同様の条件で合成実験を行った。しかし、基板の中心付近に局所的な熱がかかり、熱の不均一により図3に示すように大きく歪んでしまった。

そのため、図4に示すように電極形状を変えて、フィラメント間隔を20mmに広げ、基板全体に熱がかかるようにして、合成を行った。その結果、基板が変形することにはなくなったが、図5に示すように、ダイヤモンドがフィラメント直下の付近しか合成されず、膜質、膜厚ともに不均一になった。



図3 熱により変形したSiウエハ



図4 電極部改造後の真空チャンバー内部

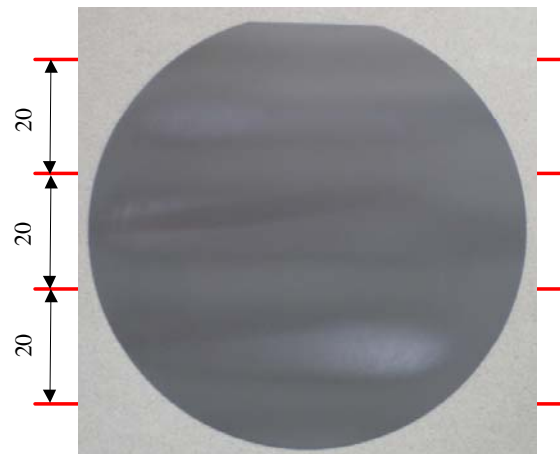


図5 基板上に不均一に合成したダイヤモンド膜

3.3 フィラメント-基板間距離の検討

今度は、**図6**に示すように、フィラメント間隔はそのままであるが、フィラメント-基板間距離を10mmに広げて、同様の実験を行った。その結果、**図7**に示すように全体的にかなり均一なダイヤモンド膜が合成された。これは、フィラメントと基板の距離を遠ざけることにより、基板の不均一な加熱が緩和されたことと、フィラメント付近で発生した活性種が、基板にまんべんに到達しやすくなったためと考えられる。しかし、SEMで膜表面を詳しく観察すると、真ん中2本のフィラメント間の部分は自形を持つダイヤモンド膜が合成されていたが、端のフィラメント間の部分はダイヤモンドが十分に成長しておらず、不連続膜になっていた(**図7**)。

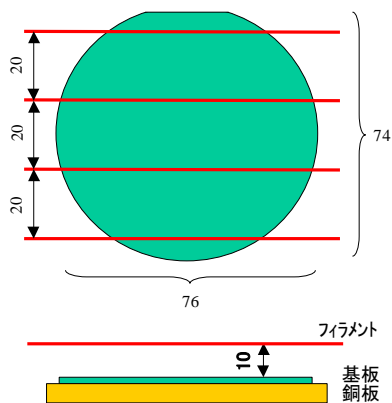


図6 フィラメントレイアウト
(フィラメント-基板間距離を変更)

3.4 フィラメント間隔の検討 (その2)

今度は、**図8**に示すように中心部は疎(24mm間隔)に、端部は密(18mm間隔)にフィラメントを張った。その結果、**図9**に示すように全体的に均一なダイヤモンド膜を合成することができた。真ん中2本のフィラメント間の部分(①~③)とフィラメントに垂直な部分(A~C)の膜表面と膜断面のSEM像も示したが、どれもダイヤモンドの自形が見られ、膜厚も3 μm前後で一定だった。

図9の各部位におけるラマンスペクトルを**図10**に示す。どのスペクトルも1333cm⁻¹付近にダイヤモンドの鋭いピークと、1550 cm⁻¹付近に非晶質炭素の緩やかなピークが見られ、ほとんど同じであった。これらの結果より、基板全面において、膜質、膜厚ともほぼ均質なダイヤモンド膜を合成することができた。なお、成膜速度は約0.7 μm/hであった。

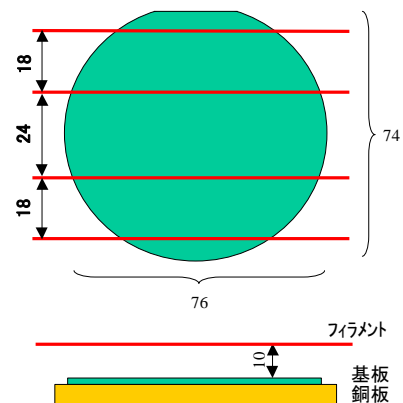


図8 フィラメントレイアウト
(フィラメント間隔を変更)

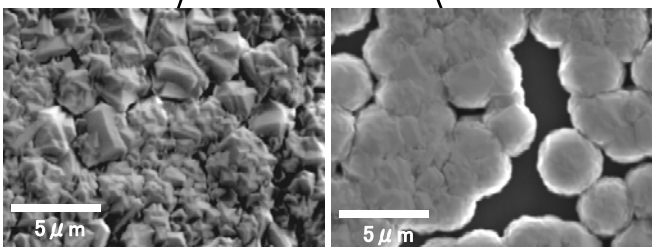
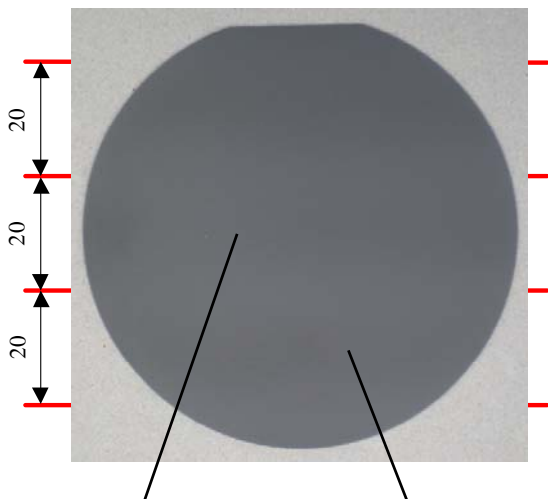


図7 合成したダイヤモンド膜とSEM像

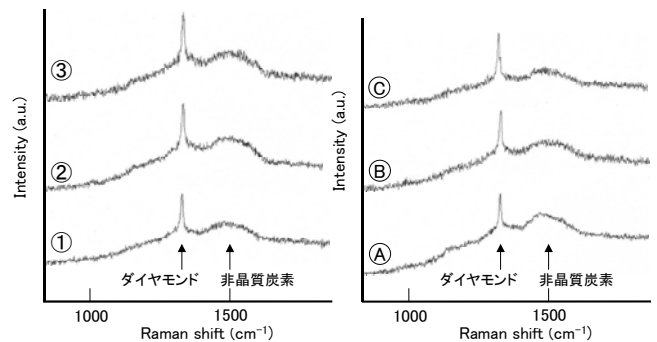


図10 合成したダイヤモンド膜のラマンスペクトル

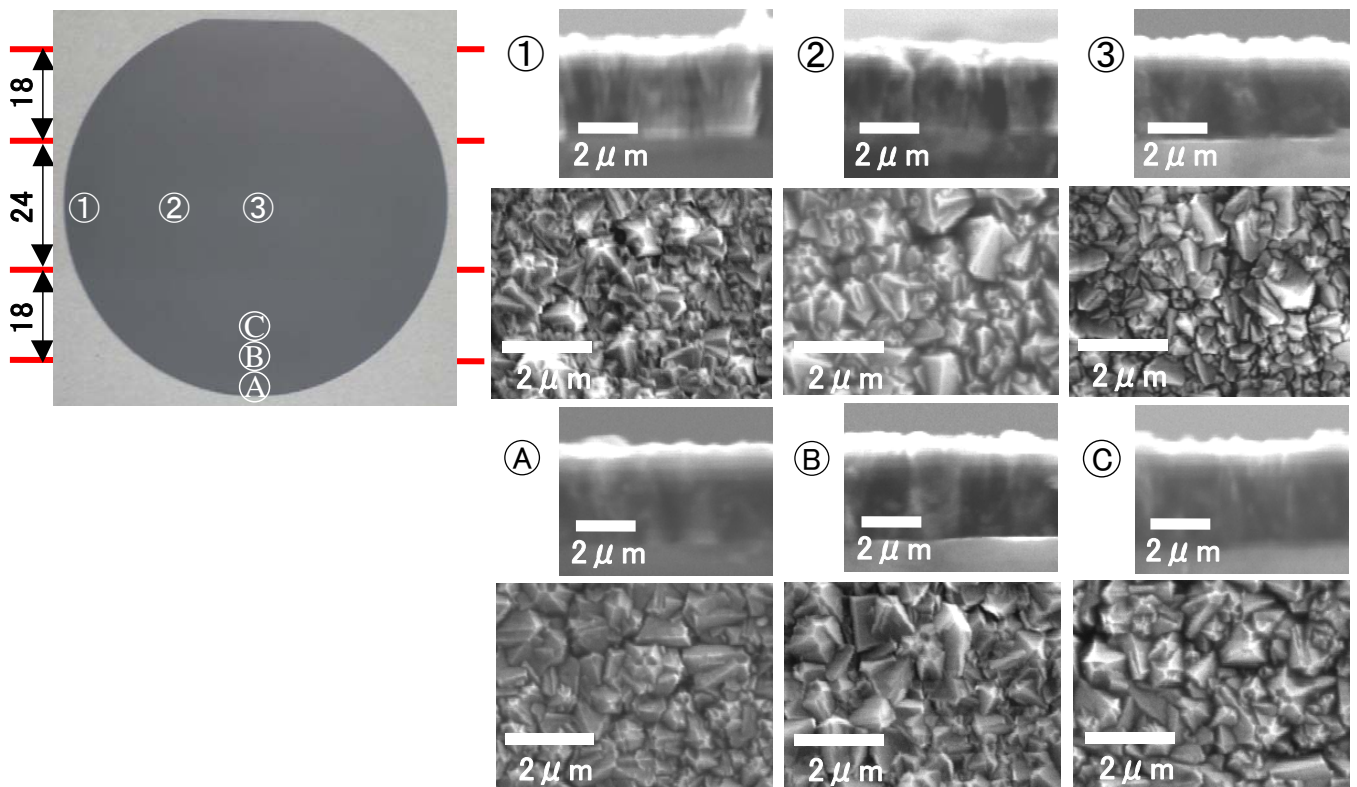


図9 合成したダイヤモンド膜と各部位におけるSEM像（断面，表面）

4 結 言

直径0.5mmのWフィラメントを4本平行に張った熱フィラメントCVD法により，3インチのSiウェハ基板上にダイヤモンド合成を行なった。

その結果，局所的な熱が基板にかからないようフィラメント間隔を広げ，かつ中心部は疎（24mm間隔）に，端部を密（18mm間隔）に張り，さらに基板からの距離を10mmに離すことにより，基板全体にほぼ均一にダイヤモンドを合成することができた。

なお，今回の結果より，さらに大きなサイズのSiウェハを基板とする場合には，最大電流量を上げ，より多くのフィラメントを中心部は疎，端部を密に張ることによって，ダイヤモンドを均一に合成することが可能になると考えられる。

文 献

- 1) 小柳他：New Diamond, 9 (1993) 4, 22
- 2) 神田他：電気学会金属・セラミクス研究会資料, MC-95 (1995), 25
- 3) 山本他：広島県立西部工業技術センター研究報告, No. 49 (2006), 20-23
- 4) 本多他：広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告, No. 50 (2007), 21-24
- 5) 筒本他：広島県立西部工業技術センター研究報告, No. 45 (2003), 41-43
- 6) 吉川他：気相合成ダイヤモンド, オーム社, 1995