

(解説)

## PVD装置の開発と将来展望

### Current and Future PVD Systems and Coating Technologies



高原一樹\*  
Kazuki Takahara



赤理孝一郎\*  
Koichiro Akari



河口博\*  
Hiroshi Kawaguchi



玉垣浩\*\*  
Hiroshi Tamagaki

Kobe Steel has been designing, manufacturing, and selling AIP systems, a type of PVD equipment, since 1986. It developed standard batch system, in-line systems, and special coating systems for piston-rings, etc. Kobe Steel also developed the coating technologies for a number of different applications. In 1998, the company started to sell UBMS systems and expanded PVD system application. This paper describes Kobe Steel's past, present and future developments related to PVD equipment and coating technologies.

まえばき = PVD (Physical Vapor Deposition) 法は、真空技術を用いた薄膜形成法であり、皮膜材料の一部またはすべてを固体材料から蒸発・昇華させて供給し、被処理物に堆積させるものである。当社は、1986年にPVD法の一つであるAIP (Arc Ion Plating System) 法の基本技術を米国から導入し、装置の国産化とその国内販売を開始した。AIP法による皮膜は緻密で密着力が良く、対磨耗硬質皮膜の形成に適しており、切削工具や摺動部品を中心としたハードコーティング分野を中心に、ユーザーニーズに合わせた装置及び皮膜開発を行ってきた。また、1998年には、同じくPVD法の一つであるスパッタ法のUBMS (UnBalanced Magnetron Sputtering) 装置を上市し、UBMSの特長を活かしてDLC用向けを中心に、装置販売と受託加工を行ってきた。本稿では、当社におけるAIP・UBMS装置及びそれらの装置を用いた皮膜の開発経緯と現状、また機能膜関係も含めた今後の開発方向について解説する。

#### 1. AIP

##### 1.1 AIP法の原理

AIP法は真空雰囲気において、ターゲット(皮膜形成材料)をカソード(陰極)としアノード(陽極)との間で真空アーク放電を発生させ、ターゲット表面から材料を蒸発、イオン化し、負のバイアス電圧を印加したワーク(被コーティング物)表面にイオンを堆積させることにより、皮膜を形成する薄膜コーティング法である。蒸発した材料のイオン化率が高く、緻密で密着性に優れた皮膜が形成できるため、これにより形成した耐磨耗硬質皮膜は(Ti, Al)Nコーティングに代表されるように、いまや切削工具用コーティングの代名詞にもなっている。

図1にAIP装置の基本構成を示す。AIP装置では真空チャンバの側面に平板ターゲットを有する蒸発源を配置

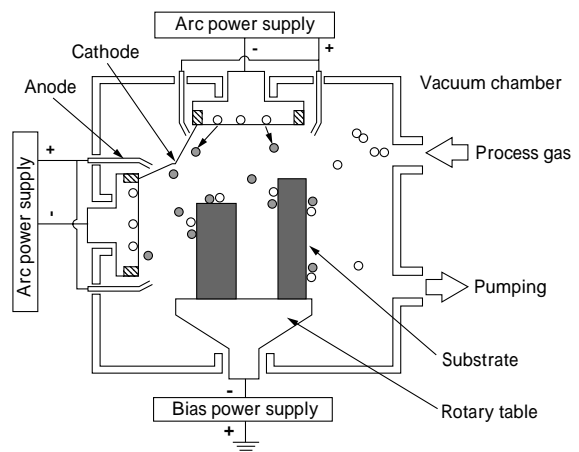


図1 AIP装置の基本構成  
Fig. 1 Schematic drawing of AIP system

するとともに、同チャンバ内にワーク積載用テーブルが搭載されている。ここで、蒸発源は通常高さ方向に複数個配列することで高さ方向膜厚分布とコーティング空間を確保するとともに、テーブルは回転機構を有することで多量のワークを周方向に均一なコーティングができるように考慮されている。

また、現在工業分野で使用されている装置には、コーティングの各工程(初期真空排気、ワーク予熱、ポンパード、コーティング、冷却)を一つのチャンバで行うバッチ方式装置と、各工程を個別の専用チャンバで行うインライン方式装置がある。

当社は1986年に、バッチ方式AIP装置を国内において他社に先駆けて開発した。その後も継続した開発と経験に基づく改良を重ね、より高次元でユーザーニーズを満足するバッチ方式からインライン方式までの幅広いAIP装置を供給し続けており、既に国内外で200機を超える納入実績を有している。また、その用途は、工具、金型、自動車・機械部品、装飾など多様な工業用及び研究開発

\*機械エンジニアリングカンパニー 産業機械事業部 高機能商品部 \*\*機械エンジニアリングカンパニー 開発センター 開発部

用にまで及んでいる。

## 1.2 バッチ方式 AIP 装置

### 1) 汎用バッチ式 AIP 装置

本方式の AIP 装置はあらゆる用途に対応可能であり、多岐にわたる工業に普及している。当社では汎用バッチ式 AIP 装置 (AIP - S シリーズ) として、研究開発用小型装置から工業生産用大型装置までをラインナップしている。

この装置の主な特長を以下に示す。

- ・最新型ファインカソード<sup>1)</sup>(アーク蒸発源)による高品質被膜形成が可能である。
- ・熱フィラメント型プラズマ源による強化型ガスイオンボンバード機能により、被膜の高品質・高密着性を実現した。
- ・高温ヒータの採用及びゾーン分割により、これまで以上の高温域までのワーク均一昇温を実現した。
- ・熱電対による直接ワーク測温機能及びワーク温度制御機能により、低温度から高温度域までの正確なワーク温度管理が可能である。
- ・最新版マンマシンインターフェースによる簡単で快適な操作性と、全自動コンピュータシステムによる高いプロセス再現性を実現した。
- ・強力な真空排気系の採用により、排気時間短縮と高真空環境を実現した。
- ・蒸発源追加用予備ポートを標準装備しており、成膜方式を拡張することが可能である。

更に当社では、この汎用バッチ式 AIP 装置の拡張性を活かし、同一成膜チャンバに AIP 蒸発源とスパッタ蒸発源 (UBMS<sup>2)</sup>) を搭載した複合型 PVD 成膜装置を開発、実用化し 2003 年に上市した。図 2 に外観図を示す。

### 2) 厚膜コーティング用 AIP 装置<sup>3)4)</sup>

通常の AIP 法で形成される被膜厚さは数  $\mu\text{m}$  程度であるが、ピストンリングのように用途によっては数十  $\mu\text{m}$  の厚膜コーティングが要求される<sup>5)6)</sup>。そこで当社では、長時間の安定放電と処理コストに占めるターゲットコストの低減を図るため、円筒状 (ロッド) ターゲット蒸発源を成膜チャンバの中心に配置することで内側から外側に向かってコーティングを行う厚膜コーティング用 AIP 装置を実用化した。そして 2004 年に、さらなる機能向



図 2 複合型 PVD 成膜装置 / AIP-S70 複合  
Fig. 2 AIP/UBMS combined system / AIP-S70 Hybrid

上を加えた新型厚膜コーティング用 AIP 装置 (AIP-R600) を開発・上市した (図 3)。この装置の主な特長を以下に示す。

- ・新開発ロッド蒸発源により膜厚分布とターゲットコストを改善した。
- ・ツインテーブル方式の採用により無人 2 バッチ連続運転を実現した。
- ・新コンセプトチャンバ構造によりメンテナンス性を大幅に改善した。
- ・冷却機構を付加することで低温成膜にも対応可能である。

### 1.3 インライン方式 AIP 装置<sup>7)</sup>

バッチ方式 AIP 装置に対し、初期真空排気、予熱、ボンバード、コーティング、冷却の一連の各工程をそれぞれ専用のチャンバで行い、更に前後の搬送ラインと連動させることにより自動車部品や工具などの大量連続生産用として実用化したものが、インライン式 AIP 装置 (AIP-IV65) である。図 4 にその外観図を示す。この装置構成では、コーティングを行う処理室は常時真空に保持されるため放出ガスの影響がなく、高い生産性に加え高品質の皮膜形成が再現性よく行える。制御システムには、バッチ方式 AIP 装置と同様の最新版マンマシンイン

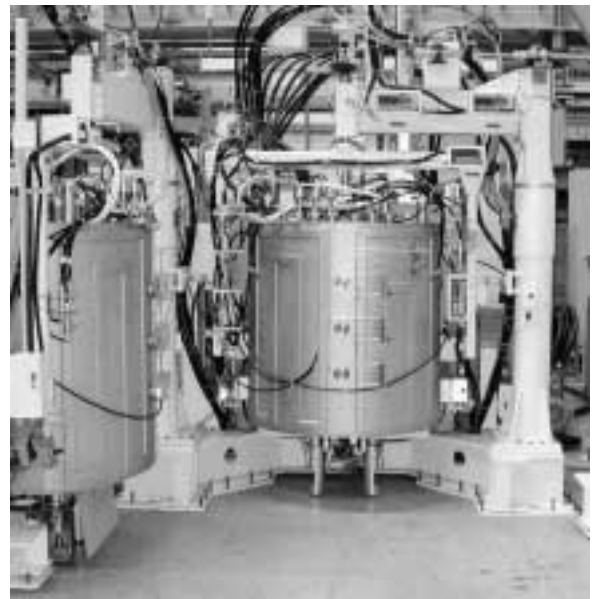


図 3 新型厚膜コーティング用 AIP 装置 / AIP-R600  
Fig. 3 New thicker film AIP system / AIP-R600

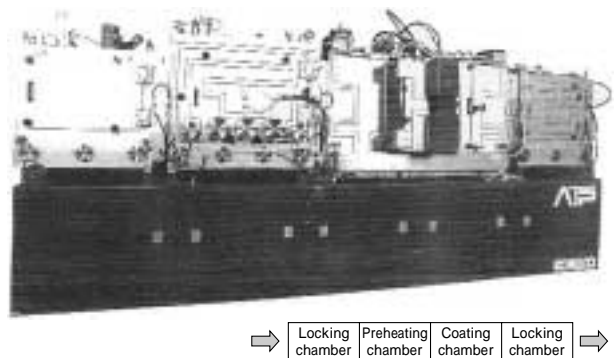


図 4 インライン式 AIP 装置 / AIP-IV65  
Fig. 4 AIP-IV65 inline series (mass production use)

ターフェースによる簡単で快適な操作性を持つ全自動コンピュータシステムを採用し、前工程、後工程との連動により、夜間を含めた完全無人運転にも対応できる。

#### 1.4 AIP 成膜技術の展開

当社では装置開発に加えて、それを用いた皮膜及び成膜技術開発も積極的に展開している。以下にその代表例を示す。

##### 1) TiAl 系硬質皮膜 (TiCrAlN)<sup>3)</sup>

工具用皮膜として現在主流のチタンアルミナイトライド (TiAlN) は、チタンナイトライド (TiN) にアルミ (Al) を添加することにより、TiN の硬度と酸化開始温度を大幅に向上したものであるが、金属成分 (Ti と Al) に対する Al の組成が 60 原子% を越えると結晶構造が硬質の立方晶構造から軟質の六方晶構造に変わっていくため、硬度の向上には限界があった。これに対し当社では、前述のファンカソードを用いることで、TiAlN への Cr 添加により、結晶構造を硬質の立方晶構造に維持したまま金属成分 (Ti, Cr と Al) に対する Al の組成を 70 原子% 程度まで高めた皮膜を開発した。これによりピッカース硬度が 3 500 (TiAlN は約 2 800) まで向上し、更に Al 組成向上と Cr 添加により酸化開始温度も 1 000 以上 (TiAlN は約 800) に向上した。エンドミルによる高硬度 (HRC50) の合金工具鋼の高速ドライ切削試験で、既存 TiAlN 膜の約 2 倍の切削寿命が得られ、更に従来 TiAlN 膜では苦手とされてきたボールエンドミルによる低硬度炭素鋼の高速ドライ切削においても、約 2 倍の耐磨耗性を発揮することを確認した。

##### 2) ナノ積層硬質皮膜<sup>9)</sup>

近年、切削工具や摺動部品向けの硬質皮膜、いわゆるトライボコーティングは、より過酷な環境において高い耐磨耗性が要求されており、元素添加による多成分系化や複層化など皮膜組成・構造が多様化する傾向にある。そこで当社では、前述の複合型 PVD 成膜装置により、AIP 蒸発源により高速で皮膜を形成しながら、同一成膜チャンバ内に装備された UBMS 蒸発源により AIP 法では蒸発が困難な元素を添加することで、AIP と UBMS 双方の蒸発源の特徴を活かしたナノ積層構造を有する硬質皮膜を形成する技術を開発した。この技術により成膜された皮膜は従来にないユニークな皮膜構造を持っており、硬質層と機能層の材料の組み合わせ、あるいは積層周期の制御によりさまざまな特性を発現できる。図 5 に一例として、複合型 PVD 成膜装置により成膜した CrN/BCN 複合皮膜の TEM 観察図を示す。

##### 3) アルミナ皮膜<sup>10)</sup>

アルミナは切削工具・摺動部品などに PVD 法、CVD 法を用いて被覆され、耐酸化性・耐熱性の向上に有効であり、特にコランダム構造をもったアルミナ (アルミナ) は高温でも熱的に安定な構造を維持するため、耐熱性向上に適している。しかし CVD 法では 1 000 以上の高温でアルミナを形成するために、基材の材質によっては軟化・変形を起こすものが多く、使用できる基材に限られる問題がある。当社では、前述の複合型 PVD 成膜装置を用いた反応性スパッタリング法にて、アルミ

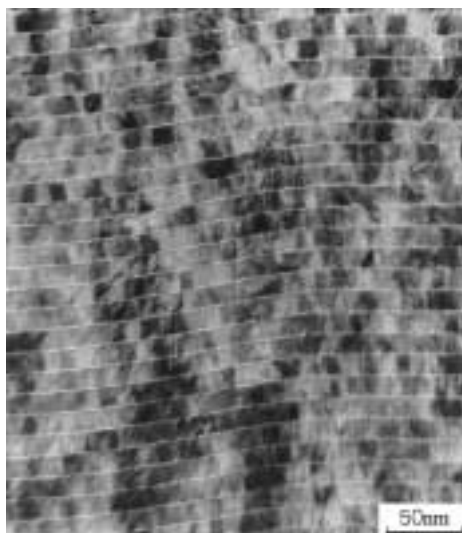


図 5 CrN/BCN 複合皮膜  
Fig. 5 CrN/BCN nano-multi layer film

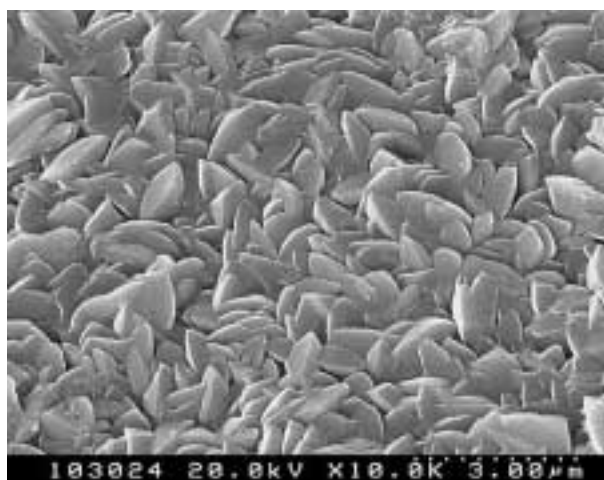


図 6 PVD アルミナ皮膜  
Fig. 6 PVD  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film

ナ成膜を基材温度 750 , 成膜レート 0.5 ~ 0.7  $\mu\text{m}/\text{h}$  で形成できる技術を開発した。図 6 に複合型 PVD 成膜装置により成膜したアルミナ皮膜の SEM 観察図を示す。

## 2. UBMS

### 2.1 UBMS 法の原理

スパッタリング法は、イオンプレーティングと並ぶ PVD 法の代表的なプロセスであり、半導体・電子機能部品分野から装飾用コーティングまで広範囲の産業分野で利用されているコーティング法である。Ar などの不活性ガスを導入した真空雰囲気において、固体ターゲットをカソードとして、ターゲットに高電圧を印加して発生するグロー放電を利用する。グロー放電プラズマ中の Ar イオンが高エネルギーでターゲットに衝突して、ターゲット原子/分子を弾き飛ばす“スパッタ”蒸発現象によってターゲット材料を気体化し、対向して配置されたワーク上に皮膜を形成する。ターゲット材料は導電性材料から絶縁性材料まで適用範囲が広く、また非常に平滑な皮膜表面が得られるという特徴がある。イオンプレーティング法と大きく異なる点は、スパッタ粒子はほぼ電氣的に中性である点で、イオンによって皮膜形成を行う

AIP法に比べると、皮膜形成粒子のエネルギーは低くなる。このため、従来強固な密着性や耐磨耗性が要求されるハードコーティング分野でのスパッタ法の適用は限られてきた。

UBMS法とは、スパッタ粒子のエネルギーを増すために、積極的に基板へのイオン照射を行う方法を導入した新しいスパッタ技術である。ほとんどのスパッタ法では、ターゲット裏面に配置した磁石による磁場を利用して、ターゲット前面に高密度プラズマが生成可能なマグネトロンスパッタ源が採用されている。UBMS法で用いるスパッタ蒸発源は、通常マグネトロンスパッタ源と異なり、図7に示すように、外側磁極の磁場を内側磁極より強くして、バランスを意図的に崩した非平衡磁場が特徴である。非平衡磁場では、外側磁極からの磁力線の一部が基材側まで及び、ターゲット近傍に収束していたプラズマの一部が磁力線に沿って基材近傍まで拡散しやすくなる。その結果、皮膜形成中に基材に照射されるArイオン量を増大させることが可能となる<sup>2)</sup>。UBMS法におけるArイオンのアシスト効果は、スパッタリングのイオンプレーティング化と考えることができ、基板に印加するバイアス電圧によって、皮膜特性を制御することが可能となる。

## 2.2 UBMS装置

当社は、国内メーカーとしては初めて1998年にUBMS装置を上市し、既に20機以上の納入実績を有している。

AIP装置と同様に、汎用バッチ式UBMS装置として、研究開発用小型装置(UBMS202)から工業生産用大型装置(UBMS707)までをラインナップしている。本装置は、UBMSプロセスによるイオンアシスト効果を用いた高機能コーティングが可能であるほか、PVD装置としての基本的なハード面は、1章で述べた当社最新AIP装置の特長を継承している。

また、汎用バッチ機以外に、樹脂フィルムなどのシート状の基材に成膜を行うためのロールコータ(図8)も実用化している。ロールコータは、ロール状に巻いたフィルム基板を連続的に巻戻し、巻取りながら成膜が可能な装置で、フィルムは搬送される間で、加熱脱ガス、必要により実施するプラズマ又はイオン照射、及びUBMS法による皮膜形成が連続的に行えるように設計されている。成膜に用いるUBMSカソードは、DC(直流)、パル

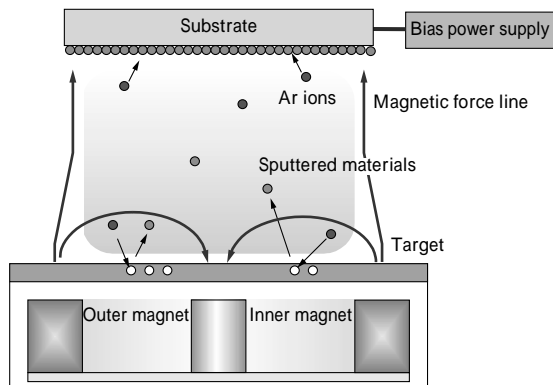


図7 UBMスパッタ源の概念図  
Fig. 7 Model of UBM sputtering source

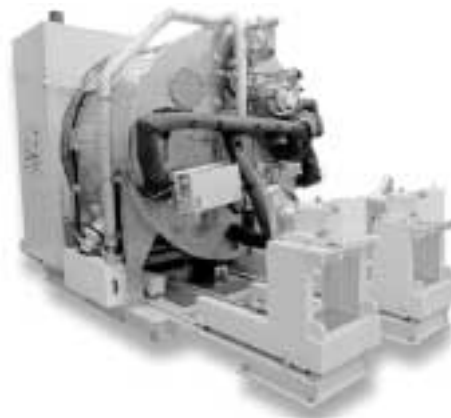


図8 UBMSロールコータ  
Fig. 8 UBMS roll coater

表1 UBMS法の効果と用途  
Table 1 Effect and application of UBMS

Effect	Application
High hardness	DLC
High density	DLC, SiO <sub>x</sub> , SiON
High reactivity	TiN, TiAlN, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , etc. reactive sputtering
Low resistivity	ITO
High-activity catalyst	TiO <sub>2</sub>

スDC、あるいはDMS(デュアルマグネトロンスパッタリング)方式の各方式の電源とも組み合わせが可能であり、用途に応じて適切な駆動方式を選択している。

## 2.3 UBMS法の適用

表1にUBMS法の代表的な適用分野を示す。成膜時に高密度プラズマ照射を行うUBMS法は、ハードコーティング分野のDLC膜をはじめ、アルミナ、MoS<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、機能膜(SiO<sub>x</sub>、ITO)など幅広い分野で高い皮膜特性を実現している。

### 1) DLC膜

DLC膜とは多種多様な特性を持つアモルファスカーボン(-C)膜の総称で、ダイヤモンドのような高硬度とグラファイト的な低摩擦係数を持つ皮膜である。UBMS法ではArのイオンアシスト効果を利用して、図9に示すように、バイアス電圧による硬度の制御が可能である。さらに、固体ターゲットを材料とするUBMS法では、水素フリーまで含めて水素量を制御したDLC膜や、金属ターゲットと同時にスパッタすることで各種金

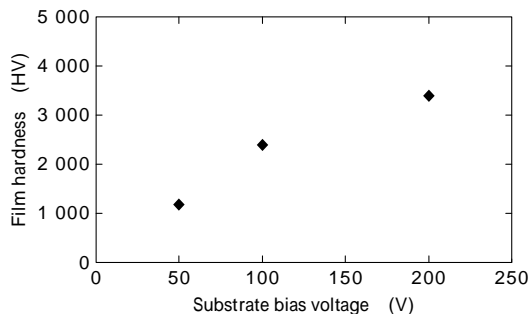


図9 バイアス電圧とDLC膜硬度の関係  
Fig. 9 Film hardness of DLC as a function of bias voltage

表2 UBMS法で低温成膜したITO皮膜の特性

Table 2 Characteristics of ITO deposited by UBMS at low temperature

Resistivity	350 $\mu \cdot \text{cm}$
Carrier density	$4.8 \times 10^{20} / \text{cm}^3$
Carrier mobility	$38 \text{cm}^2 / \text{V} \cdot \text{s}$
Crystallization	Amorphous

Substrate : 0.2mm plastic film  
Coating thickness : 132nm

属元素を添加したDLC膜(Me-DLC)の形成も可能で、より幅広い特性をもったDLC膜の形成が可能であることが特徴である。また、UBMS法によるDLC膜形成では、基材材質に応じて最適化した金属層と金属/炭素の混合傾斜組成層を中間層とした皮膜構成とイオンアシスト効果による界面強化により、従来、DLC膜形成において実用上最も問題となっていた基板との密着性を大幅に改善している<sup>11)</sup>。

DLC膜の魅力は、高硬度、低摩擦係数といった摺動膜として最適な特性に加え、化学的に安定で離型性、耐凝着性にも優れるといった多機能性にある。密着性の改善に伴い、多岐にわたる用途への展開が加速しているが、特に期待される分野として、自動車部品分野がある。自動車は燃費向上のために車体の軽量化とエンジン周辺部材での低摩擦化が最重要課題であるが、金属を添加したMe-DLC膜<sup>12)</sup>やPVD法による水素フリーDLC膜の適用によって摩擦係数が低減すること<sup>13)</sup>が確認され、自動車部品のトライボロジ特性の更なる高機能化の一つの方向として、DLC膜の実用化に向けた動きが加速しつつある。当社も、UBMS法の特長を活かせるMe-DLC膜や水素フリーDLC膜によるオイル中の低摩擦化に現在取り組んでいる。

## 2) ITOの低温成膜

UBMS法をFPD(Flat Panel Display)や太陽電池などの透明電極として使うITO成膜に適用した場合、特に100以下の低基板温度域での皮膜特性が通常のスパッタリング法に比べて大きく改善可能である<sup>14)</sup>。FPD基板をガラスから樹脂フィルムへと転換する検討が始まっているが、UBMS法はこのような用途でのITO成膜に適している。

表2にはUBMS法により樹脂フィルム基板(厚さ0.2mm)上に、ITO膜をDCスパッタにより成膜した場合の代表特性を示す。350  $\mu \cdot \text{cm}$ と良好な抵抗率が得られ、10 / 以下の低抵抗皮膜の形成が可能である。

スパッタ法で低基板温度で良好な皮膜特性を得るために、従来は、対向ターゲット方式や、DCとRFのバイアス電圧重畳などによる低電圧スパッタ方式など、成膜中の高エネルギーイオンの照射を減らす手段を用いていたが、UBMS法を用いると複雑な機構を使用しない単純なDCスパッタでも良好な膜質が実現できる。

## 3) 透明ハイバリア膜

ITO膜と同様に、ディスプレイ基板として樹脂フィルムを使用する場合、酸素や水蒸気に対するバリア性能の

表3 UBMS法で成膜した透明バリア膜の特性例

Table 3 Characteristics of transparent barrier film deposited by UBMS

	SiO <sub>x</sub>	SiON
WVTR (g/m <sup>2</sup> ·d)	0.06	0.02
OTR (cc/m <sup>2</sup> ·d)	0.04	0.16

Substrate : Plastic film  
WVTR : JIS K7129B (90%RH, 40 )  
OTR : JIS K7126B (23 dry)

実現が必要となるが、UBMS法でSiO<sub>x</sub>、SiONなどのバリア膜形成において優れた特性が得られている。表3にUBMS法でSiターゲットから反応性スパッタにより成膜した約50nmのSiO<sub>x</sub>、SiON膜の特性を示す。液晶や有機EL表示素子用途において問題となる水蒸気バリア性について、いずれの皮膜でもモコン法による計測の限界に近いバリア性を得ている。

バリア膜では、ガス分子の皮膜中拡散の抑制が必要であり皮膜の緻密さが重要な要素となる。UBMS法は、DLC成膜の事例でも述べたとおり、相対的に緻密性の高い皮膜を得ることが可能であり、バリア膜形成用途において有利に作用する。

むすび=当社における約20年間のPVD装置・皮膜の開発経緯を概説した。ハードコーティング分野・機能膜分野とも、ユーザの装置・皮膜に対するニーズは、ますます高度化・多様化してきており、継続的な開発が強く求められている。当社も、ユーザニーズに応えるべく装置・皮膜の開発を継続し、PVD装置・皮膜の用途・市場拡大を図っていく。

## 参考文献

- 1) 高原一樹ほか: R&D 神戸製鋼技報 Vol.50, No.2 (2000) p.53.
- 2) 赤理孝一郎ほか: R&D 神戸製鋼技報 Vol.50, No.2 (2000) p.58.
- 3) 公開特許: 平 5-081406.
- 4) US PAT: No.5730847.
- 5) 自動車用ピストンリング編集委員会:「自動車用ピストンリング」(1997), 山海堂.
- 6) 山本英継ほか: 自動車技術会 学術講演会前刷集 934 1993-10.
- 7) H. Tamagaki et al.: Surf. Coat. Technol., 54/55 (1992) p.594.
- 8) K. Yamamoto et al.: Surf. Coat. Technol., 174/175 (2003) p.620.
- 9) 久次米進ほか: 粉末冶金協会講演概要集 平成16年度秋季大会 (2004) p.65.
- 10) T. Kohara et al.: Surf. Coat. Technol., 185 (2004) p.166.
- 11) E. Iwamura: Processing Mater. for Properties (Sanfrancisco, 2000) p.263.
- 12) 斉藤喬士ほか: トライボロジー会議予稿集東京 2000-5(2000), p.63.
- 13) Y. Yasuda et al.: SAE Paper 2003-01-1101 (2003).
- 14) 黒川好徳ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.52, No.2(2002) p.31.