

プラズマ CVM による多成分材料の高精度加工に関する研究 (第4報) — 反応生成物の堆積量の温度依存性 —

大阪大学工学部 ○北出隼人, 孫榮硯, 川合健太郎, 有馬健太, ◎山村和也

要旨

我々は難加工材料である反応焼結 SiC(RS-SiC)材の加工技術として、プラズマ CVM の適用を検討している。プラズマ CVM は化学的なエッチングプロセスであるため、エッチングレートは表面温度に依存する。また、低温下の加工では表面に F 系の反応生成物が堆積し、エッチングが抑制される。本報では、加工精度や表面粗さに関与するエッチングレートや反応生成物の堆積量の温度依存性について考察した。

1. 緒言

反応焼結 SiC (Reaction Sintered Silicon Carbide : RS-SiC) は、耐熱性、耐摩耗性に優れ、化学的に安定であることから、ガラスモールド法に用いる金型の材料に適している。しかし、RS-SiC は高硬度かつ化学的不活性のため加工が困難である。ダイヤモンド砥粒を用いた機械的な加工プロセスを RS-SiC の加工に適用した場合、高効率、低コストで形状を創成できるが、脆性破壊や塑性変形を加工現象として利用するため、熱衝撃を受けた際に破壊の原因となるマイクロクラック、光散乱の要因となるスクラッチ、摩耗や剥離によって金型寿命を短くする加工変質層が形成されてしまう。これらの問題を解決するため、我々はプラズマ CVM 法 (Plasma Chemical Vaporization Machining: PCVM) を用いた形状創成を検討している。

プラズマ CVM とは、高圧力雰囲気中で空間に局在した高周波プラズマを発生させ、そのガス中に混合した加工用のガス分子を分解するとともに、反応性の高い中性ラジカルを生成し、これを加工物表面原子と反応させて揮発性の物質に変えることにより除去を行う加工法である。しかし、プラズマ CVM 加工を行う際に発生する F 系の反応生成物が基板上に堆積することでその後の反応が抑制され、図 1 に示すようにエッチレートの低下して加工精度が低下するという問題がある。

本原稿の内容のうち、登壇者は基板を加熱してプラズマ CVM 加工を行うことで、反応生成物の堆積を抑制し、良質な表面粗さが得られる基板温度について検討した。

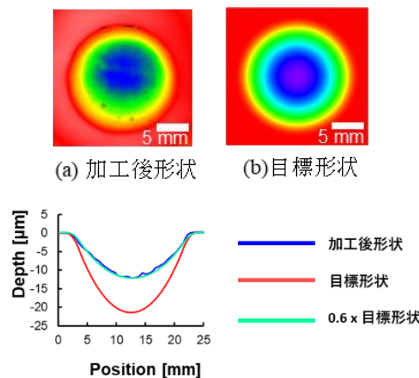


図 1 加工形状と目標形状の違い

2. 実験装置

実験にはダイヤモンドラッピングした 50 mm × 50 mm × 3 mm の RS-SiC 基板を用いた。マイクロ波空洞共振器の中央に配置した窒化アルミニウム製のノズルにキャリアガスの Ar ガスを導入して $f=2.45$ GHz のマイクロ波電力を空洞共振器に投入すると、空洞共振器の先端位置に生じる高電界によってプラズマが発生して、Ar 原子は Ar イオンと電子に電離するとともに、原子状のラジカルも生成される¹⁾。生成された Ar ラジカル流がセラミックノズルの下流にて、別のガス供給口からプロセスガスとして導入した Ar ガス、CF₄ ガス、O₂ ガスと合流する。このとき、Ar ラジカルと基底状態の Ar、CF₄、O₂ との衝突により、加工に寄与する F ラジカルと O ラジカルが二次的に生成される。

3. 実験結果と考察

表 1 の条件で、RS-SiC に対してプラズマエッチングを行った。基板温度は 27 °C (室温), 100 °C, 200 °C, 300 °C, 400 °C とした。加工面の SEM 像を図 2 に示す。室温での加工面には反応生成物の堆積が確認された。また図 3 に示すように、これが F 系の反応生成物であることが確認できた。このような堆積物は加熱を行った加工面では見られなかった。図 4 に EDX 測定の結果を示すが、加熱を行っていない場合には F が検出された。これらの結果から、基板温度が上昇することで反応生成物の堆積が抑制されるといえる。基板上でプラズマが照射されている部分は高温であるため反応生成物は堆積しづらいが、周囲の低温の部分には堆積しやすい。基板全体を加熱することで、反応生成物の堆積を抑制できると考えられる。

表 1 実験条件

Ar (キャリアガス) (ml/min)	500
Ar (プロセスガス) (ml/min)	1000
CF ₄ (ml/min)	10
O ₂ (ml/min)	90
ギャップ (mm)	3.5
基板温度 (°C)	27-400

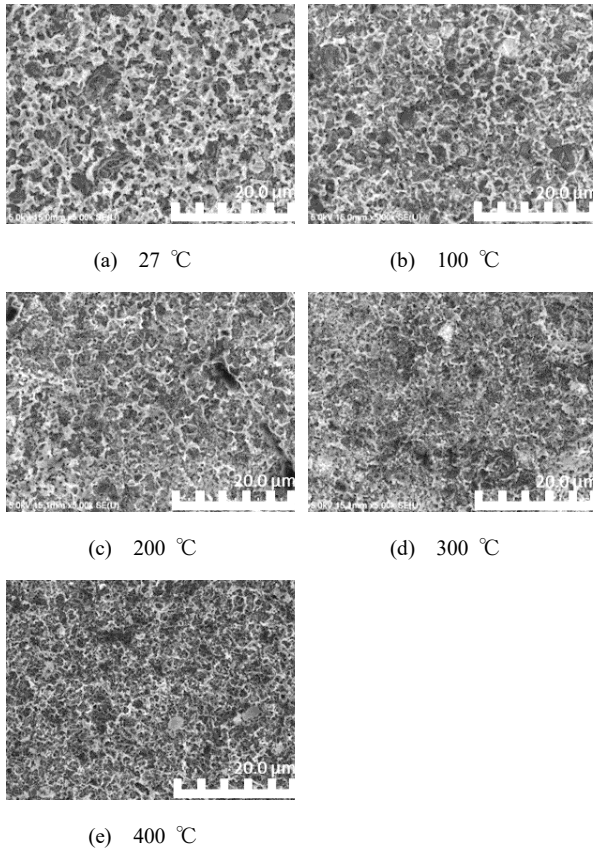
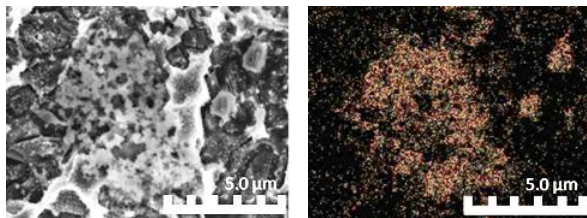


図2 プラズマ CVM による加工表面の SEM 像



(a) 反応生成物の SEM 像 (b) EDX を用いた F マッピング

図3 室温での加工において堆積した反応生成物

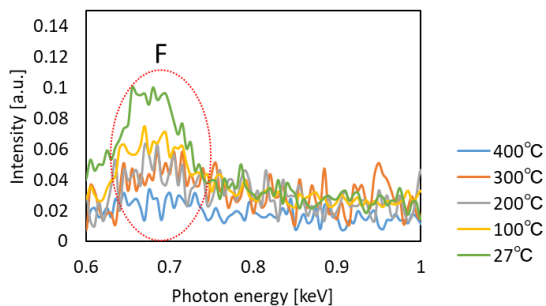


図4 プラズマ CVM による加工表面の EDX スペクトル

図5に各基板温度におけるエッチレートを示す。プラズマエッチングは化学反応であるため、エッチレートは基板温度と相関がある。基板温度が200℃を越えるまでは温度が上昇するにしたがってエッチレートも上昇し、その形状はアレニウスの反応式に則る。しかし、基板温度が200℃から300℃にかけては、エッチレートが停滞し、さらに温度を上昇させるとエッチレートは低下し始める。プラズマエッチングでは、供給された反応分子が基板表面に吸着することで化学反応が行われる。しかし基板が高温である場合、基板の熱振動が激しく、反応分子の吸着が起こりにくくなる²⁾。形状精度を向上させるためには、エッチレートが終始安定していることが求められるため、プラズマの照射によって温度が多少上昇してもエッチレートが変動しづらい温度を選択するのが望ましい。よって、エッチレートが停滞する200-300℃まで基板を加熱するのがよいと考えられる。

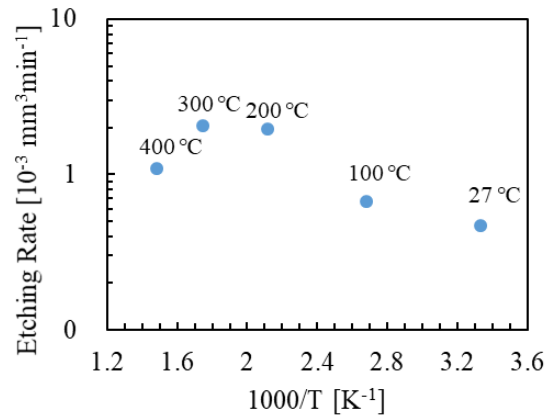


図5 エッチレートの温度依存性

4. 結言

本報では、RS-SiCのプラズマCVM加工における加工精度や表面粗さに関与するエッチレートや反応生成物の堆積量の温度依存性について考察した。基板を加熱することで、反応生成物の堆積を抑制することに成功した。ただ、エッチレートの観点から考えると、基板温度はエッチレートの変化率が小さい200-300℃が最適であると考えられる。今後、基板を加熱することでプラズマCVMの加工精度を向上させることを目標に実験を行っていく。

参考文献

- 1) R. Sun, Xu, Yang, Y. Ohkubo, K. Endo, K. Yamamura
Optimization of gas composition used in plasma chemical vaporization machining for figuring of reaction-sintered silicon carbide with low surface roughness Scientific Reports. 8 (2018) 2376.
- 2) Plasma Process and Polym 13 (2016)1128–1135.