

## 細管内壁コーティングのためのヘリコン波プラズマ源の開発

小島 裕爾\*・篠原 正典\*\*  
松田 良信\*\*・藤山 寛\*Development of Helicon Plasma Source for the  
Inside Wall Coating of Narrow Tubes

by

Yuji KOJIMA\*, Masanori SHINOHARA\*\*, Yoshinobu MATSUDA\*\*  
and Hiroshi FUJIYAMA\*

For the high-rate inside wall coating of narrow tubes with low melting temperature, production of high-density plasma inside the tube is required at as low pressure as possible. Chemical or physical vapor deposition using helicon plasma source is one of the candidates for this purpose. Thus, the helicon plasma source has been constructed in our laboratory. Using an external half-turn helical antenna of 10 cm long, argon helicon plasma with the maximum electron density of  $8 \times 10^{11} \text{cm}^{-3}$  has been created in a 5 cm diameter quartz tube at the pressure of 30mTorr, with the input RF (13.56MHz) power of 500W and the magnetic field of 500 Gauss.

## 1. はじめに

近年、耐熱性、耐腐食性、耐摩耗性、耐摩擦性、非粘着性、耐薬品性などを向上させるため、さまざまな材料にコーティングが行われている。一方、機械・航空・自動車分野ではエンジンやロケット部品から火力・原子力発電設備のボイラ伝熱管、さらに医療分野では透析や輸血用プラスチック管、カテーテルなどさまざまな細管があり、細管内壁への機能性薄膜コーティングの技術確立が求められている。これら特殊形状の細管の内壁へのコーティングは、均一性や密着性の確保が容易でないため、非常にチャレンジングな研究対象となっている。

これまでに本研究室では、同軸パルス放電や同軸マイクロ波放電を用いたスパッタリング法で、mmサイズの細管内壁へのコーティングを研究し、比較的高融点基板の細管である金属管やガラス管の内壁に金属膜のコーティングが十分可能であることを実証してきた。一方、プラスチック管などの低融点基板に対する細管内壁コーティングの要求が近年非常に高まっており、その方向での研究は非常に重要と考えられる。そこで

我々は、低融点基板に対する細管内壁高速成膜を実現するための高密度プラズマ源の一つとして、低気圧において高密度プラズマ生成可能なヘリコン波プラズマに着目し、今回ヘリコン波プラズマ源を製作し、プラズマパラメータを調査した。

本論文では、細管内壁コーティング用ヘリコン波プラズマ源の装置構成、ラングミュアプローブ法と発光分光法によるプラズマ診断結果を示し、開発過程の現状を報告する。

## 2. 実験装置と方法

図1に本実験で用いた実験装置全体図を示す。動作ガスにはアルゴンを用いた。放電管は内径 $\phi 50\text{mm}$ のパイレックスガラス管であり、ガラス管中心軸を磁界用コイルと同軸に配置した。真空フランジとの兼ね合いで、ガラス管の両端は $\phi 30\text{mm}$ に絞り込まれた構造になっている。図1中には、ガラス管の中心軸上の磁界分布もグラフで示されている。約30cmにわたり均一磁界が得られていることがわかる。アンテナにはヘリカルハーフアンテナを用いてマッチング回路を介し

平成16年10月21日受理

\*大学院生産科学研究科 (Graduate School of Science and Technology)

\*\*電気電子工学科 (Department of Electrical and Electronic Engineering)

て13.56MHzのRF電力を供給した。アンテナの構造を図2に示す。実験は、ベース圧力を $2.5 \times 10^{-6}$ Torr以下に排気して行った。

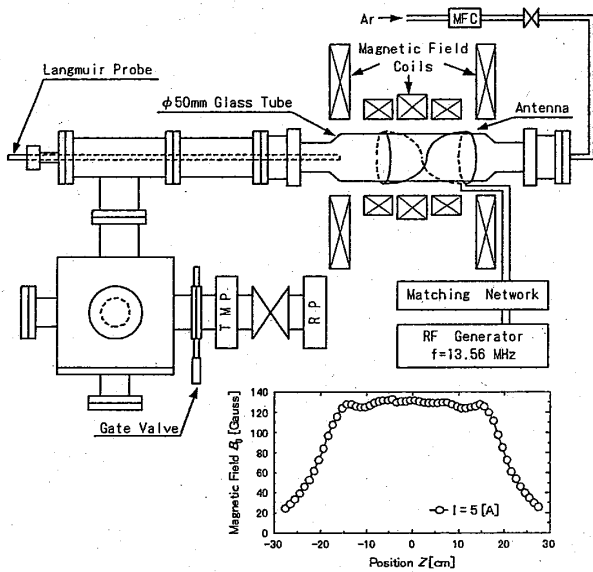


図1. 実験装置図

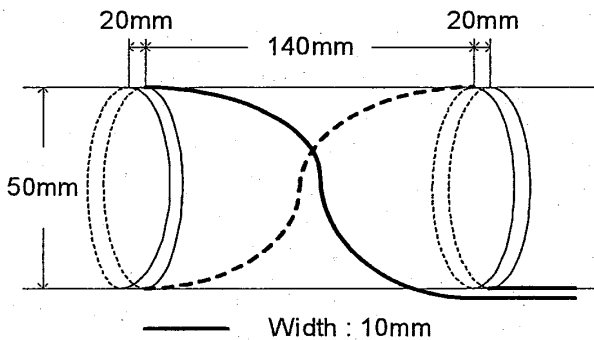


図2. アンテナの構造

ヘリコン波プラズマの診断には、ラングミュアプローブ法と発光分光法を用いた。図3は実験に用いたプローブ回路図を示す。プローブ測定位置は、アンテナ端から80mm下流である。プローブ電圧とプローブ電流をモニターするためのX端子とY端子の電圧測定は、ローパスフィルタ(5MHz以上の高周波を遮断)を挿入して行った。図4には発光分光測定の詳細図を示す。発光分光測定には、発光スペクトルを同時観測できるマルチチャンネル分光計測装置(SPEX270M)と、特定波長の発光強度の時間変化を高精度に観測できるシングルチャンネル分光器(日本分光)の2つの分光器を用いた。マルチチャンネル計測装置SPEX270M分光器の観測場所は図4の60mmの位置で固定し、日本分光分光器の観測場所は図4の-100mmから+90mmまで軸方向に変化させた。

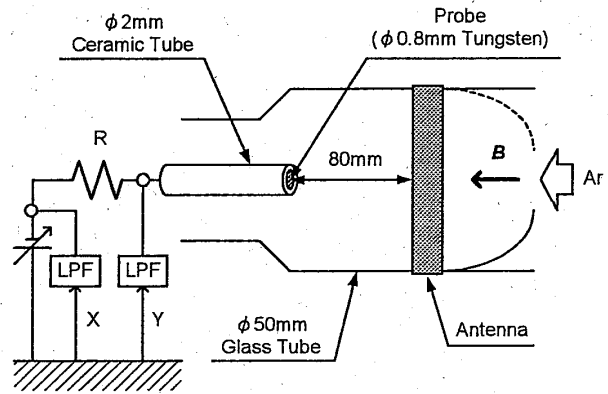


図3. プローブ回路図

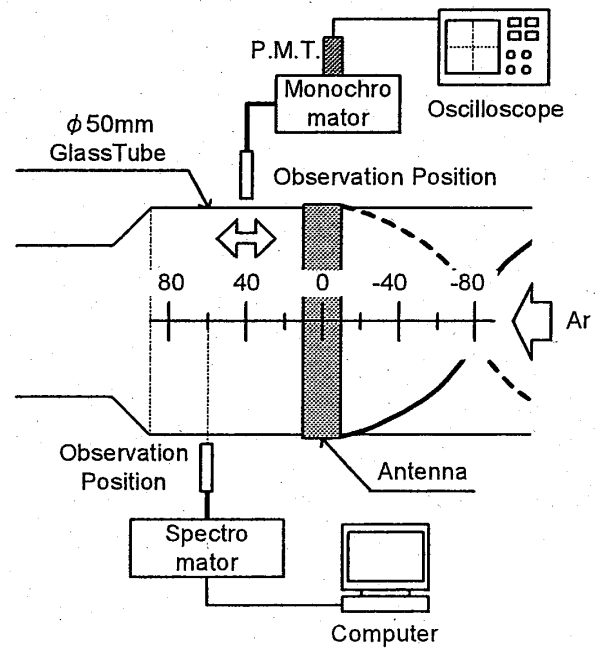


図4. 発光分光測定図

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 ヘリコン波プラズマの生成

今回製作したプラズマ源でどのようなプラズマが生成されているかを確認するために、まずラングミュアプローブ法で電子密度と電子温度を測定した。RF電力依存性、磁界依存性、動作圧力依存性について調査した。図5は、磁界500Gauss一定として動作圧力を5~30mTorrまで変化させたときの電子密度のRF電力依存性である。 $10^{10} \text{cm}^{-3}$ 台から $10^{11} \text{cm}^{-3}$ 台に電子密度が一桁以上急激に増加することがわかる。これは、密度ジャンプというヘリコン波プラズマの特徴であると考えられる。動作圧力30mTorr、磁界500Gauss、RF電力500Wにおいて $8 \times 10^{11} \text{cm}^{-3}$ の電子密度が得られた。高密度条件下では、ヘリコン波プラズマは $10^{12} \text{cm}^{-3}$ から $10^{13} \text{cm}^{-3}$ の電子密度をもつと報告されている。しか

し、今回我々が用いたRF電力と磁界強度と同程度の条件でのプラズマ生成に関する他の論文[1]~[3]と比較すると、本実験条件の電子密度は妥当な値と考えられる。

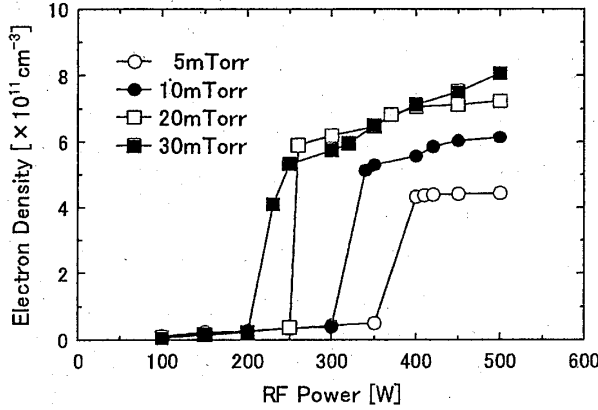


図5. 電子密度のRF電力依存性 (B=500[Gauss])

密度が急増したモードでは、放電管中心軸に局在化した青色に激しく輝くプラズマが観測された。これは高エネルギー電子によるアルゴンイオン原子の発光のためであると考えられる[2][3]。これら発光の様子からも、 $m=\pm 1$ モードのヘリコン波プラズマが生成されたものと考えられる。

図6は、マルチチャンネル計測装置を用いて、動作気圧20mTorr、磁界350Gauss、RF電力500W一定として、観測場所アンテナ端下流50mmにおいて発光スペクトルの発光強度を測定した結果である。この図から波長420nm前後と740~820nmにおいて強い発光強度が見られることがわかる。以降の発光分光測定は、波長434.5nmと波長763.5nmの2つの発光線に対して行った。

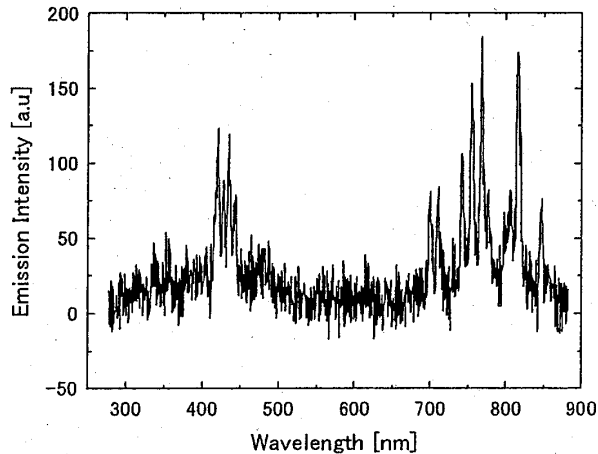


図6. 発光スペクトルの発光強度 (p=20[mTorr], B=350[Gauss], P<sub>rf</sub>=500[W])

図7は、動作圧力を10mTorr、磁界を0と500Gaussとしたとき、アンテナ端下流10mmで観測される(a)波長763.5nmと(b)波長434.5nmの発光強度について、そのRF電力依存性を測定した結果である。プローブ測定によると、磁界0 Gaussのときはヘリコン波へのモードジャンプが起こらず、RF電力を増加すると電子密度は徐々に増加するだけである。一方、磁界500GaussのときはRF電力が約400Wでモードジャンプが起こる。これらのプローブデータと比較すると、(a)波長763.5nmの発光は、比較的低エネルギーの電子によるもので、一方(b)波長434.5nmの発光は、ヘリコン波の励起によって生成された高エネルギー電子によるものであると考えられる。この2つのAr原子発光の波長とエネルギー準位間の遷移データを表1に示す。

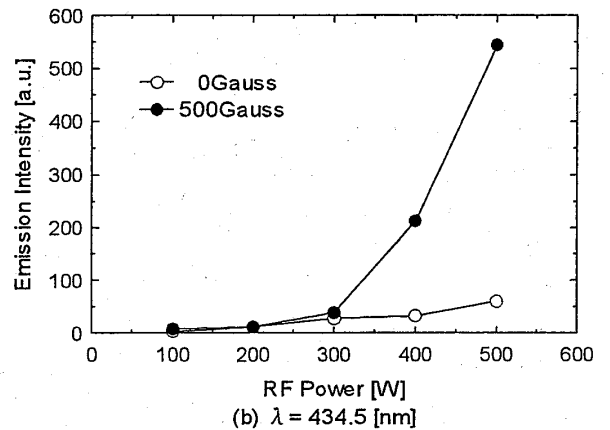
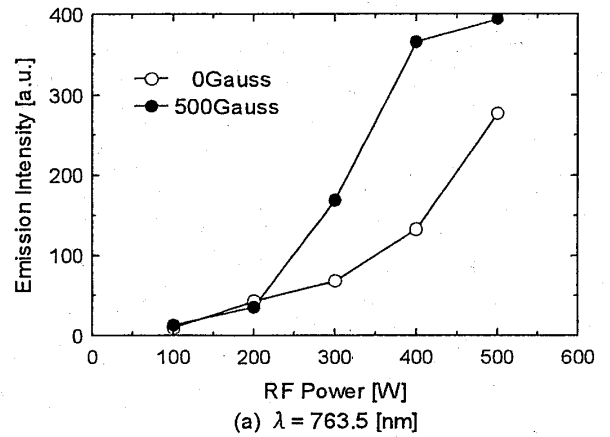


図7. 発光強度のRF電力依存性 (p=10[mTorr], X=10[mm])

表1. Ar原子の発光波長とエネルギー遷移データ

Wavelength[nm]	E[eV]		Term	
434.5167	11.62	14.66	4s[1/2](J=1)	5p[3/2](J=1)
763.51056	11.55	13.17	4s[3/2](J=2)	4p[3/2](J=2)

図8は、磁界を500Gauss, RF電力を500W一定として発光強度の軸方向分布を測定した結果である。アンテナのリング部分の中心を位置0としている。波長763.5nmの発光強度は、アンテナ外部の20~50mmでは発光強度が減少している。50~70mmの間では、ガラス管の形状が90mmの位置から $\phi$ 50mmから $\phi$ 30mmに小さくなっているための影響と考えられる。また、アンテナ内部の-90~-20mmの間ではほぼ均一となっている。これは、波長763.5nmの発光の上準位に電子衝突励起するための電子エネルギーがアンテナの誘導電界で加速されるエネルギーで十分であるためであると考えられる。一方、波長434.5nmの発光強度は、アンテナ外部の20~60mmではほぼ一定の発光強度であるものの、それ以上の距離の位置では徐々に減少した。これは、60mm以降ヘリコン波が徐々に減衰しているためだと考えられる。この軸方向分布からアンテナ外部20~60mmの均一部分の電子密度は、ラングミュアプローブで測定したアンテナ外部90mmの位置の電子密度のより数倍以上あると考えられる。また、アンテナ内部の-100~-40mmにおいて、波長434.5nmの発光強度はアンテナ外部コイルに向けて徐々に増加している。このことから、アンテナ内部の-40mmからアンテナ外部の60mmにかけて付近でヘリコン波による高エネルギーの電子の生成が行われているものと考えられる。

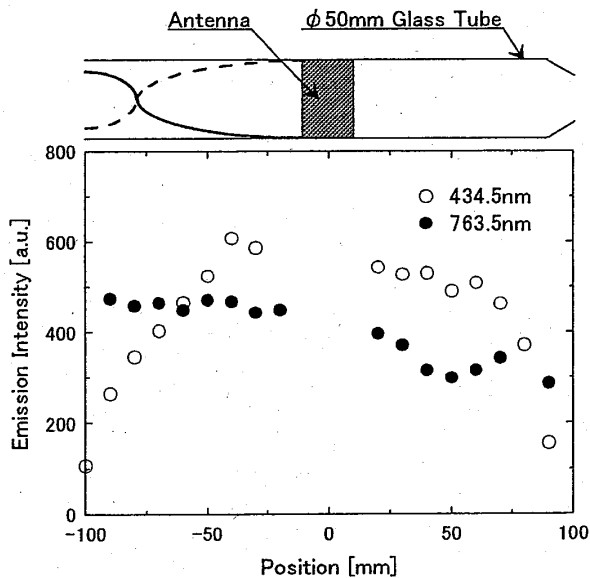


図8. 発光強度の軸方向分布  
( $B=500$ [Gauss],  $P_{rf}=500$ [W])

### 3.2 アンテナ長の最適化

ヘリコン波を励振する場合に波長の整合条件が重要になる。そこで本節では、アンテナ長(アンテナの軸

方向の長さ)を80, 100, 120, 140mmと変化させたとき、電子密度と発光強度がどのような特性を示すかを調査した結果を示す。プラズマの発光強度はアンテナ端から10mm離れた位置で測定した。

図9は、磁界を500Gauss, RF電力を500W一定として5~30mTorrの各動作圧力における電子密度のアンテナ長依存性を測定した結果である。動作圧力5~30mTorrにおいて、アンテナ長100mmのとき電子密度が最大となった。これより動作圧力に対するアンテナ長の最適値は100mmであることがわかった。また、低圧力になるほど電子密度が低下し、その電子密度最大値はアンテナ長に敏感に影響を受けることがわかった。

図10は、磁界を500Gauss, RF電力を500W一定として各動作圧力5~40mTorrにおける波長434.5nmの発光強度のアンテナ長依存性を測定した結果である。動作圧力を高くすると、20mTorrまでは発光強度が増加

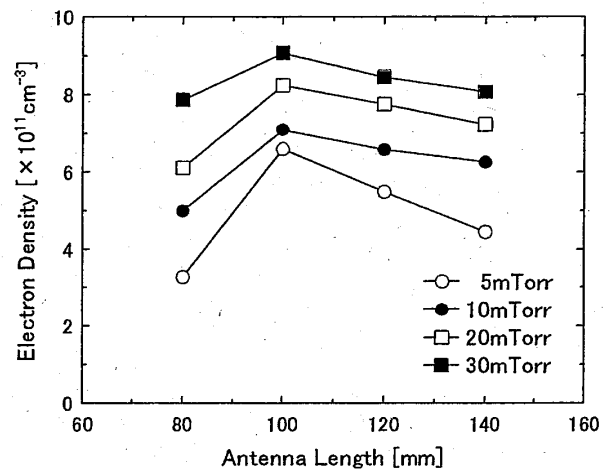


図9. 電子密度のアンテナ長依存性  
( $B=500$ [Gauss],  $P_{rf}=500$ [W])

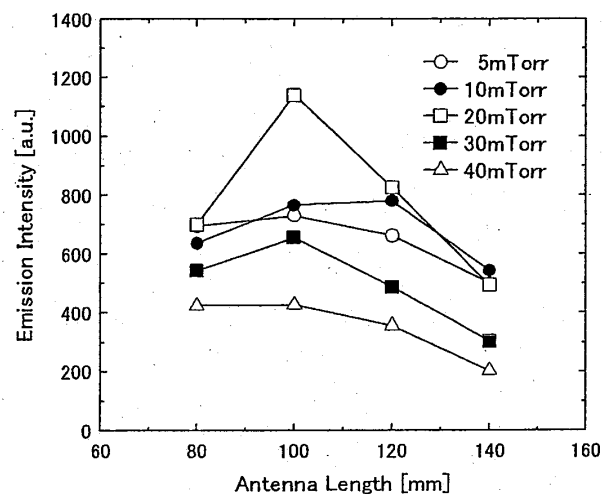


図10. 発光強度のアンテナ長依存性  
( $B=500$ [Gauss],  $P_{rf}=500$ [W],  $\lambda=434.5$ [nm])

し、さらにそれ以上に動作圧力を高くすると発光強度は減少する。動作圧力10mTorrを除いて、アンテナ長100mmで発光強度が最大となった。動作圧力20mTorrにおいて発光強度が最大となり、電子温度が最も高いと考えられる。この特性も動作圧力変化における電子密度のアンテナ長依存性と同じである。これより、圧力に対するアンテナ長の最適値は100mm付近であることがわかった。

以上の電子密度と発光強度の測定結果から、本実験では、アンテナ長が100mmのときヘリコンモードによく結合する条件となったと考えられる。このとき、ヘリコンモードの軸方向波長は $\lambda_z \approx 200$ [mm]となる。この波長に対応する波の位相速度で電子が加速されるとして、以下の関係式を用いて電子エネルギーを評価すると、

$$\lambda_z = \frac{2\pi}{k_z} = \frac{3.83}{R} \frac{B_0}{e\mu_0 n_0 f}$$

$$\varepsilon_E = \frac{1}{2} m \left[ \frac{\omega}{k_z} \right]^2$$

より、 $\varepsilon_E \approx 20.6$ [eV]と見積もられた。この値はアルゴン原子の電離エネルギーより高い。このようにして、電離が促進されているものと考えられる。

#### 4. まとめ

低融点の細管内壁に高速に薄膜形成を行うためにヘリコン波プラズマ源の利用を提案し、ヘリカルハーフ

アンテナを用いた13.56MHzヘリコン波プラズマ源を製作した。アルゴンを動作気体として、プローブを用いた電子密度測定と分光器を用いた発光分光測定により、プラズマパラメータを評価した。アンテナへの投入高周波電力を増加させると、ある閾値を境に $10^{10}$ cm<sup>-3</sup>台から $10^{11}$ cm<sup>-3</sup>台に電子密度が一桁以上急激に増加することが確認された。この高密度モードでは、プラズマが放電管中心軸付近にピンチする様子が、強い青色の発光として観測された。励起状態アルゴン原子の発光分光を行った結果、高電子密度のモードでは高エネルギー電子の生成が示唆された。以上よりヘリコン波プラズマが生成させたものと考えられる。

本実験ではアンテナ長が100mmのとき、ヘリコンモードに最も効率的に結合することが確認された。このとき、ヘリコン波による電子加速エネルギーは約20eVと見積もられた。動作圧力30mTorr、磁界500Gauss、RF電力500Wにおいて $8 \times 10^{11}$ cm<sup>-3</sup>の最大電子密度がアンテナ端から80mm下流で得られた。

#### 参考文献

- [1] Francis F. Chen, J. Vac. Sci. Technol. A 10, (1992) 1389.
- [2] A. Komori, T. Shoji, K. Miyamoto, J. Kawai, and Y. Kawai, Phys. Fluids B, 3 (1991) 893.
- [3] J. Q. Zhang and Y. Setsuhara, J. Vac. Sci. Technol. A14 (1996) 2163.