

ダイヤモンドライクカーボンによるナノ精密金型表面加工技術の開発

西口 晃** 三浦 周二** 坂本 哲也** 大森 整***¹ 片平 和俊***¹
前濱 文人***² 小茂鳥 潤***² 島崎 景正* 原田 泰男*

Development for modified ground surface of nano-precise mold by DLC coatings

NISHIGUCHI Akira, MIURA Shuji, SAKAMOTO Tetsuya, OHMORI Hitoshi,
KATAHIRA Kazutoshi, MAEHAMA Fumihito, KOMODORI Jun,
SHIMAZAKI Kagemasa, HARADA Yasuo

抄録

100nm以下のプロファイル精度、10nm以下の表面品質が要求される超精密光学素子やマイクロ光学素子の成型金型の製造において、ELID（電解研磨）研削法を用いて、金型表面に熔融ガラスとの離形性に優れているDLC薄膜との相性が良い、C（カーボン）やSi（シリコン）を残存させる研究を行った。更に、CO₂真空プラズマ洗浄をDLCコーティング前に行い、密着力の向上を確認した。

キーワード：DLC，ELID研削，ナノ精度金型，CO₂洗浄，表面改質

1 はじめに

近年、デジタル撮像機器、大容量光学記録装置等の急速な小型化・高性能化に伴い、ナノレベルの形状精度・高品位表面を有するマイクロ非球面光学素子の製造技術が重要視されている。マイクロ非球面レンズの成形において、射出成形金型などにはステンレス鋼やNiコーティング金型が適用され、ガラスモールドを含む熱圧縮成形金型には超硬合金や蒸着処理した硬質膜コーティング金型材が求められ、これらの金型素材に対応した超精密加工技術（特に研削）が要求される。また一般に、より高い屈折率を得るためにはガラス転移点温度や硬度・粘性の高い成形材料が使用されることから、これらを圧縮成形する金型が受けるダメージは大きく、メンテナンス頻度の増大や型寿

命が懸念される。そこで、マイクロ成形金型の超精密化と長寿命化を両立させるためには、ナノレベルの表面加工のみならず、耐摩耗性、耐食性等の表面機能を付与する硬質薄膜の適用が必須と考えられる。本研究では、従来加工技術では実現できなかったナノレベルの金型加工精度の達成可能な電解加工と機械加工を複合化させた新しい加工プロセスにより、加工と同時に表面改質を行うことのできる革新的なプロセス技術を開発する。表面改質加工とは加工と同時に表面改質を行うことのできる革新的なプロセス技術である。表面改質加工を施すことにより被加工物の表面組織が改質され、耐食性、機械的特性を向上させることを目的とする。

一方、マイクロ成形金型の表面改質においては、耐食性や成形時の離型性の改善を目的として、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）薄膜¹⁾²⁾³⁾、ALF₃（フッ化アルミニウム）薄膜など、硬質薄膜の用途拡大が強く期待されている。しかしながら、これらの薄膜は1500HV以上もの高い硬度を有す

** ナノテック株式会社

***¹ 独立行政法人 理化学研究所

***² 慶應義塾大学

* 生産技術部

るため、基材との極端な硬度差が要因となり、割れや剥離を起こしやすいことが指摘されている。

2 超精密金型の小型 DLC 装置用搬送及び洗淨システムの開発

昨年度、開発した小型 DLC 装置を改造し、ELID 研削により加工、製作された未洗淨サンプルの真空プラズマ洗淨及びコーティング室への搬送システムを開発した。

元々、酸素ガスによる DLC エッチング（剥離）技術を要していたため、その放電方式を応用した。酸素ガスを使用すると DLC 膜がない場合、母材表面に、酸化膜を生成してしまい、DLC をコーティングするには、逆に密着力が悪くなってしまう。酸素の代わりに表面への酸化の影響が少ない、洗淨ガスとして一般によく使用されている二酸化炭素ガスを選択した。

昨年度、本開発により製作したDLC用チャンバーを左チャンバーとし、新たに付け加えた二酸化炭素(CO₂)プラズマ洗淨用チャンバーを右チャンバーと呼ぶ。CO₂プラズマ洗淨時に、CO₂ガスが左チャンバー内に流入し、汚染しないよう、左右チャンバーの間に6インチのゲートバルブを設けた。このゲートバルブの開閉により、プラズマ洗淨後、左チャンバーを大気開放せず、サンプルを搬送することが可能となった。また、装置外観及び細部を以下に示す。



図1 プラズマ洗淨及び搬送システム付小型 DLC 装置

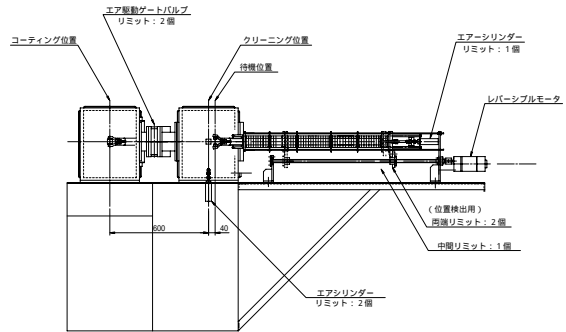


図2 プラズマ洗淨及び搬送システム組図



図3 チャンバー内 アーム外観

本開発で製作した装置にて、下記のサンプル条件により、CO₂プラズマ洗淨及びDLCコーティングテストを実施した。その条件は以下のとおりである。

サンプル条件

ELID 研削時の使用される水溶性研削液 C G 7（アルカノールアミン・炭酸塩・モリブデン酸塩・非鉄金属防食剤の原液を水で薄めたもの）をサンプル表面に塗布

アセトン超音波洗淨 10分

DLC コーティング

サンプル条件

同研削液 C G 7 をサンプル表面に塗布窒素ブロー後 CO₂プラズマ洗淨 + DLCコーティング

サンプル条件

同研削液をサンプル表面に塗布 紙により吸い取り後 CO₂プラズマ洗淨 + DLCコーティング

サンプル条件

同研削液をサンプル表面に塗布水道水に浸漬後 CO₂プラズマ洗淨 + DLCコーティング

サンプルは超合金テストピース 12×12×5t(mm) K10 種相当品 表面粗さ Rmax<0.3 である。

CO₂真空洗浄条件

真空引き時間 5分 0.1Pa まで

真空度 1.5Pa

CO₂プラズマ洗浄時間 30分

基板バイアス -600V

プラズマ洗浄後、ゲートバルブを開いて左チャンバーへ洗浄済みサンプルを移動し、連続してDLCコーティングを実施した。

DLCコーティング条件

A r ガス流量 10ccm

A r ボンバード時間 20分

基板バイアス -2kV

ベンゼンガス流量 1.0ccm

真空度 1.8×10^{-3} Pa

コート時間 120分

各テストピースに対して、ダイヤモンド圧子で引っ掻くスクラッチ試験機 (CSM Instruments Revetest) を用いて、DLCコーティング膜の密着力を評価した。テスト条件は以下の通りである。

テスト条件

A E 感度 1.0

ダイヤモンド圧子半径 0.2mmR

荷重スピード 100N/min

テーブルスピード 10mm/min

図4、6にスクラッチ測定データ及び図5、7にスクラッチ痕(光学顕微鏡観察)を示す。

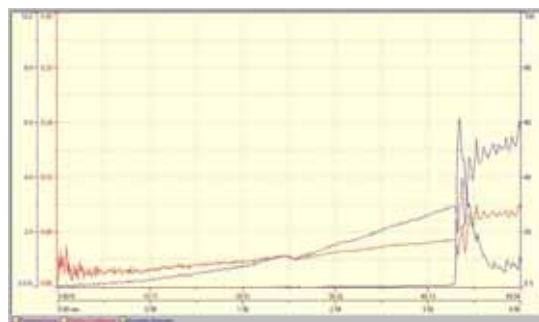


図4 条件 4 スクラッチ測定データ

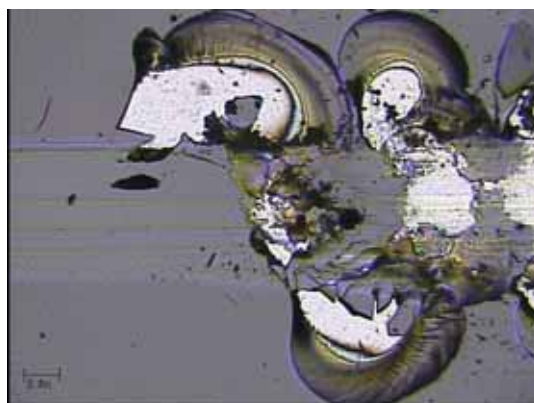


図5 条件 5 スクラッチ痕

条件 5 の水に浸漬後に、プラズマ洗浄を行ったサンプルの密着力の数値は、アセトン超音波洗浄を行ったサンプルより高い数値を示した。

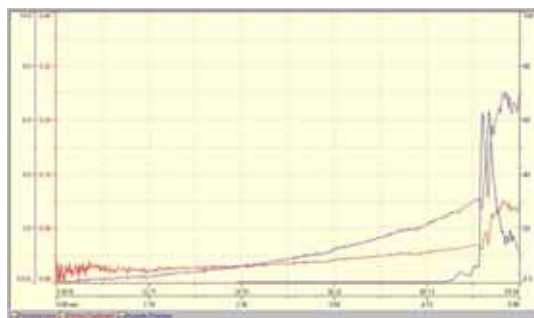


図6 条件 6 スクラッチ測定データ

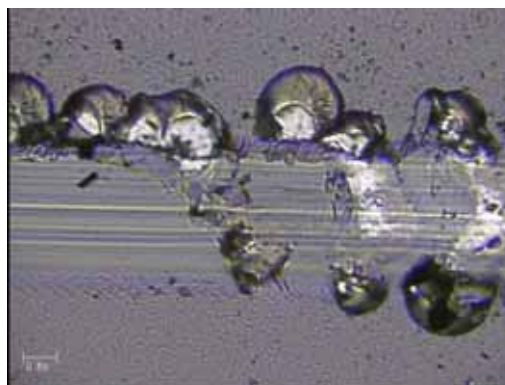


図7 条件 7 スクラッチ痕

テスト結果 臨界荷重値 (Lc)

条件 4	2 N	表面はきれい
条件 4	0 N	サンプル端部に白い染み
条件 7	N	半分白い染みあり
条件 5	1 N	表面はきれい

また、スクラッチ痕も、条件 5 より条件 7 の方が、膜の剥離サイズが小さく、密着力が良いと判断できる。条件 4 の場合、拭き取りだけでは、サンプル上の油分が取れず、密着力が極端に悪くなった。

これにより、CO₂プラズマ洗浄を行い、連続してDLCコーティングした被膜の密着力は超音波洗浄した場合と同等かそれ以上の効果があると判断できた。

3 DLC 装置用搬送及び洗浄システムの開発の考察

3.1 省エネルギー化

ELID 研削加工後、超音波洗浄を行わなくとも、同程度の密着力が確保できたため、コーティングシステムに、超音波洗浄機の必要性がなくなった。

また、本開発装置は、二酸化炭素ガスを酸素ガスに換えることにより、従来のDLCエッチングシステムへも変更が可能である。現在は、DLCコーティング装置とエッチング装置の2台を利用し、DLCリサイクルシステムを構築している。しかし、一時大気に曝さざるをえなく、サンプル表面の酸化の問題が残っている。1つのチャンバーでエッチングとDLCコーティングを行うと、チャンバー内部の酸化により異常放電が起き易くなり、コーティングが不安定になることもある。大気開放せず、真空中で連続処理を望む顧客が多く、本開発によるツインチャンバー装置により、小スペース化効果と重なり、販売の可能性も高まった。

3.2 迅速処理性

サンプルを右チャンバーへセットしてから、真空引き+プラズマ洗浄で35分、既に真空引きが終了している左チャンバーへの移動が2分、Arポンパード+DLCコーティング時間を40分(膜厚100nm)とすると、一工程は、約80分で完了する。更に、コーティングが終了した左チャンバーから右チャンバーへ搬送アームにより、サンプルを戻し、次のサンプルと取替え、左チャンバーの真空を破らず、連続して処理ができる。この繰り返しにより、1日8時間で、5回の処理が可能となる。

4 ナノ精密金型用新表面改質加工法の開発

マイクロ非球面レンズ成形金型の超精密加工にELID研削⁴⁾を適用し、超精密研削プロセス中に

金型表面を改質する手法の構築を狙った。その表面改質加工プロセスを解明し、制御するための基礎実験として、超精密金型用ステンレス鋼に対して、数種類の砥石を用いてELID研削を施し、処理後の試験片に対して、詳細な分析を行うことによって表面改質層の実態について調査した。その結果、従来加工法と比較して表面改質加工を施した表面は最表面の硬さが数10%向上するという改質効果が認められた(図8)。さらに表面改質加工後にDLCコーティングを施すと、その密着性が大幅に改善されることが明らかとなった(図9)。これら改質効果の発現は、砥粒成分元素であるC, Si, SiCなどを研削加工中に積極的に金型表面へ浸透拡散させる物質置換現象に起因していると考えられる。さらに図10はFE-SEMを用いて、拡散層の断面を観察し、検出されたC元素のマッピングを行った様子である。最表面にDLC薄膜があり、その下に表面改質層が存在して薄膜との密着性を確保している様子がはっきりと観察される。

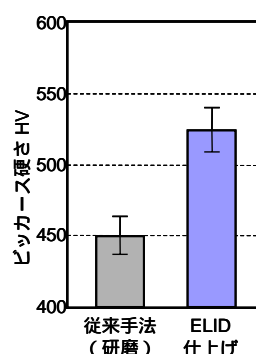


図8 ナノインデントを用いて金型表面の硬さを測定した結果

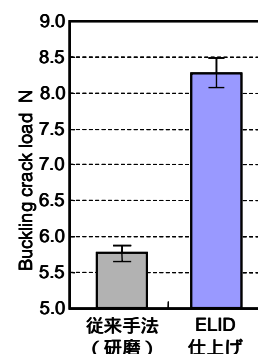


図9 金型表面にDLCを被覆しラッチ試験を行った結果

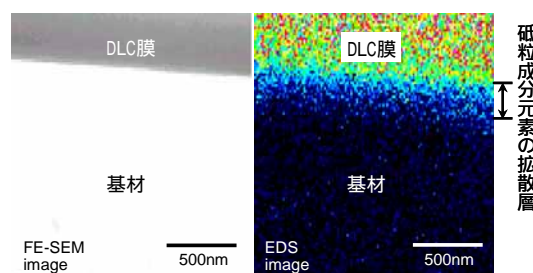


図10 DLC薄膜と基材界面のFE-SEM断面イメージ像, 砥粒成分元素が拡散している様子

表面改質加工を施すことにより、インプロセスでナノ精度加工と表面改質が可能という、すなわち加工と改質が複合化された画期的な新プロセス技術を確立するためには、表面改質層の生成メカニズムを解明し、改質プロセスをコントロールするための専用電源システムの開発が不可欠である。表面改質加工を実現するためには、仕上げ加工後の表面に安定な不導体皮膜(一種の酸化皮膜)をいかに効果的かつ均質に形成し得るかどうかが重要である。そこで、仕上げ加工中に、より強固で緻密な酸化皮膜を効率良く均質に生成する新プロセス技術の確立を目指す。すなわち、加工プロセス中の電気化学反応を応用して、研削液中に水酸化イオンを過飽和に発生させ、それをワーク表面(+電位)において微細な酸化現象により非晶質酸化膜として瞬時に定着させる。特に、加工物に対しても極短パルスの直流電流を与えることにより、成形する酸化皮膜の一層の微細化、均質化、高速化等を行う。このプロジェクトでは、極短パルス(0.1 μ sec)直流電源システムのプロトタイプを製作し動作確認及び基礎実験の検討を行っている。製作した表面改質加工専用電源システムは種々の特殊な電気部品、基板、トランスから構成されており、これらをデスクトップ加工機と統合システム化することによりその機能を十分に発揮するための実証実験及び検証、加工システムへのフィードバックを進める。

5 まとめ

本研究により、ELID 研削を用い、DLC 薄膜と結合性の高い Si 系の物質を、金属表面に拡散させ、DLC 薄膜の密着力が向上した。さらに、洗浄機能システム付き小型 DLC 装置の完成により、消費電力低減、改質省スペース化、装置容積や工数低減を実現した。

今後は、実際に生産に使用される精密金型に、本研究で開発した表面改質加工 + DLC 処理を施し、耐久性向上の確認作業を行う。また、ELID 装置と小型 DLC 装置との統合化を図り、総合的な効率化を目指す。

この研究は、平成 15 年度及び 16 年度の「彩の国コンソーシアム研究推進事業」として行われたものである。

参考文献

- 1) 中森 秀樹：アイオニクス イオンの科学と技術(1999.6)
- 2) 熊谷 泰：New Diamond Vol.16 No.4(2000.11)
- 3) 西口 晃：真空 VOL.47 No.12(2004.12)
- 4) 片平 和俊：理研シンポジウム(2005.3)



図 11 表面改質加工専用電源をデスクトップ加工機にセットした様子