

# 大気圧プラズマ CVD 法で作製した非晶質炭素膜の表面形態

機械・材料技術部 材料物性チーム 渡 邊 敏 行  
 畔 柳 智 栄 子  
 慶應義塾大学 理工学部 平 子 智 章  
 慶應義塾大学大学院 理工学研究科 鈴 木 哲 也

ロール・ツウ・ロール式大気圧プラズマ CVD 法で大面積の Poly(ethylene terephthalate) (PET) フィルム上に非晶質炭素膜を作製した。膜表面に観察された粒状物の個数が  $C_2H_2$  流量とプラズマ放電時間に影響されることを見出し、適切な条件を選択すれば、より平滑な表面形態が得られる可能性があることがわかった。

キーワード：大気圧プラズマ，CVD，非晶質炭素，薄膜，表面形態

## 1 はじめに

当センターでは、ロール・ツウ・ロール式大気圧プラズマ CVD (Chemical Vapor Deposition) 装置による大面積フィルムへの成膜技術について研究をしている。特に、この方法で作製する非晶質炭素膜については、ガスバリア性などの機能に対する期待が高い。しかし、現状、材料特性の再現性が不十分な場合があり、この技術の実用化のためには、より微視的な観点での材料評価が必要である。

そこで今回は、ロール・ツウ・ロール式大気圧プラズマ CVD 装置で Poly(ethylene terephthalate) (PET) フィルム上に作製した非晶質炭素膜について、その表面形態に及ぼす  $C_2H_2$  流量およびプラズマ放電時間の影響を調べた。

## 2 実験方法

基材は PET フィルム (フタムラ化学製 FE2001, 幅 0.5 m, 厚さ 50  $\mu\text{m}$ ) とし、 $C_2H_2$  を  $N_2$  で希釈したガスを原料として、非晶質炭素膜を図 1 に示すロール・ツウ・ロール式大気圧プラズマ CVD 装置を用いて、表 1 の条件で蒸着した。

まず非晶質炭素膜の表面形態に対する  $C_2H_2$  流量の影響を調べるにあたり、他の要因を可能な限り除いて膜表面の凹凸を強調するため、30 s 蒸着しては元の位置までフィルム巻き戻して、その上に蒸着するという操作を繰り返し、5 回積層したものを試料とした。これらの試料に帯電防止の Au を蒸着して、その表面形態を走査型電子顕微鏡 (SEM, 日本電子製 JSM 6500 型) で観察した。

次に非晶質炭素膜の表面形態に対するプラズマ放電時間の影響を調べるため、 $C_2H_2$  流量を 1 L/min に固定し、

目視で膜表面上に粉塵の付着が認められる 900 s まで連続蒸着したものを試料とした。これらの試料の任意の時間に相当する位置の表面形態を、前出の  $C_2H_2$  流量を変えた試料と同様に SEM で観察し、8  $\mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$  の領域にある直径 0.1  $\mu\text{m}$  から 0.3  $\mu\text{m}$  までの粒状物をカウントし、単位面積当たりの個数に換算した。

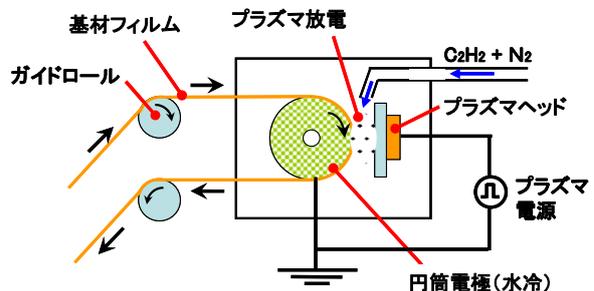


図 1 ロール・ツウ・ロール式大気圧プラズマ CVD 装置におけるフィルム搬送経路と電極配置。

表 1 非晶質炭素膜の作製条件

Amount of Gas Flow	
$C_2H_2$ (2Nup)	0.1, 0.2, 0.5, 1.0 L/min
$N_2$ (5N)	50 L/min
Discharge Voltage	
Discharge Voltage	14 - 17 kV
Frequency	30 kHz
Distance between Electrodes	1.0 mm
Roll Speed	1.0 m/min

### 3 実験結果

図 2 に  $C_2H_2$  流量を変えて作製した非晶質炭素膜の表面形態を示す。 $C_2H_2$  流量が 0.1 L/min から 0.5 L/min までの条件では、膜表面は、直径 0.05  $\mu m$  を超える粒状物は観察されず、比較的平滑であり、 $C_2H_2$  流量の影響はわずかであった(図 2(a)~(c))。しかし、 $C_2H_2$  流量が 1 L/min の条件では、凹凸が顕著になり、0.1  $\mu m$  を超える粒状物が観察された(図 2(d))。

図 3 に  $C_2H_2$  流量を 1 L/min に固定し、プラズマ放電時間の異なる位置からサンプリングした非晶質炭素膜の表面の SEM 像を示す。それぞれの SEM 像において観察された直径 0.1  $\mu m$  から 0.3  $\mu m$  までの粒状物の個数とプラズマ放電時間の関係を図 4 に示す。 $C_2H_2$  の放電開始から 180 s まで、直径 0.1  $\mu m$  を超える粒状物は殆ど認められなかった。180 s を超え 300 s 以上になると、直径 0.1  $\mu m$  から 0.3  $\mu m$  までの粒状物の個数が次第に増加し、720 s で最大となった。さらに 720 s を超えると、粒状物の個数が減少することがわかった。

これらの結果から、より粒状物の少ない平滑な表面形態を有する非晶質炭素膜を得るためには、 $C_2H_2$  流量が 1 L/min の条件の場合、プラズマ放電時間が 180 s 以下にすることで、プラズマ放電時間が 180 s を超える場合、 $C_2H_2$  流量を 0.5 L/min 以下にし、適当なプラズマ放電時間を選ぶことが必要であることがわかった。

### 4 まとめ

ロール・トゥ・ロール式大気圧プラズマ CVD 法で PET フィルム上の非晶質炭素膜を作製し、膜表面に観察される粒状物の個数が  $C_2H_2$  流量とプラズマ放電時間に影響されることを見出した。膜表面の粒状物が少なくなり、平滑な表面形態をもつ非晶質炭素膜を得ることができれば、材料特性の評価精度が向上し、再現性の問題も明らかになり、さらに将来、大面積フィルムの産業用途が広がることが期待できると考えられる。今後、非晶質炭素膜の粒状物をさらに低減する技術の開発についても進めていきたい。

### 文献

- 1) 渡邊敏行, 畔柳智栄子, 平子智章, 鈴木哲也, 神奈川県産業技術センター研究報告, No.18, 21(2012).

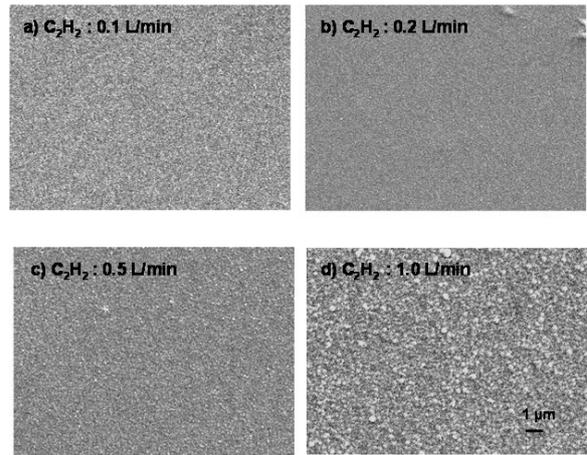


図 2  $C_2H_2$  流量による非晶質炭素膜の表面形態の変化 (SEM)。

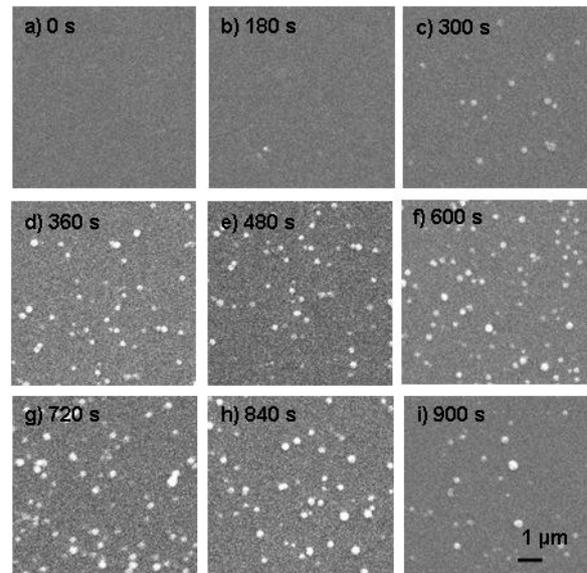


図 3 プラズマ放電時間による非晶質炭素膜の表面形態の変化 (SEM)。

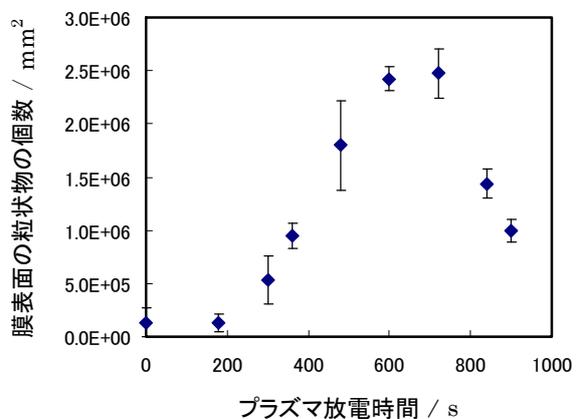


図 4 非晶質炭素膜表面に観察された粒状物の単位面積あたりの個数。