

平成26年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「超高速・低温フレイムを特徴とする衝撃焼結被覆技術を用いた、
溶融相を持たない昇華性材料、窒化アルミニウム（AlN）
溶射皮膜形成技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成27年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 公益財団法人群馬県産業支援機構

目 次

| | | |
|--|-------|----|
| 第 1 章 研究開発の概要 | | 1 |
| 1 研究開発の背景・研究目的及び目標 | | 1 |
| 2 研究体制 | | 2 |
| (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者) | | |
| 3 成果概要 | | 4 |
| 4 当該研究開発の連絡窓口 | | 6 |
| 第 2 章 本論 | | 7 |
| 1 優れた耐プラズマ性および熱伝導性・放熱性を 兼ね備えた AlN 皮膜の開発 | | 7 |
| 2 CASP 技術を用いた製造技術の開発 | | 15 |
| 第 3 章 全体総括 | | 20 |

1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究の背景・目的

本研究開発の目的は、半導体製造工程における生産性の向上のため、セラミックヒーターや静電チャックのセラミック基材がプラズマアタックを受けて劣化し、ウェハ上にダストが付着するという問題を解決することである。そのため、本研究においては、衝撃焼結被覆技術（以下「CAS P」という。）を用いることにより耐プラズマ性及び熱伝導性・放熱性に優れた窒化アルミニウム（以下「AlN」という。）皮膜形成技術を開発し、この皮膜を従来使用されている高純度AlN焼結体の部材表面に成膜し、耐プラズマ性に優れた部材を開発する。

研究開発の目標としては、

- ①耐プラズマ性：腐食減量が Y_2O_3 焼結体と比較して20%以下
- ②熱伝導性・放熱性：フラッシュ法を用いて評価を行い、AlN焼結体部材と比較し、99%以上の熱伝導性・放熱性
- ③灯油と酸素において流量の設定値がそれぞれ0.1 (ml/min)、0.1 (l/min) 毎に制御、実測のバラつきが10%以下とする。

(2) 研究の概要

本研究開発では、実用化をめざしAlNの成膜条件の最適化とデジタル制御機構による再現性を確立する。また、更なる高性能のAlN膜の成膜を可能とするナノ複合粒子材料による最適皮膜条件の確立を目指す。

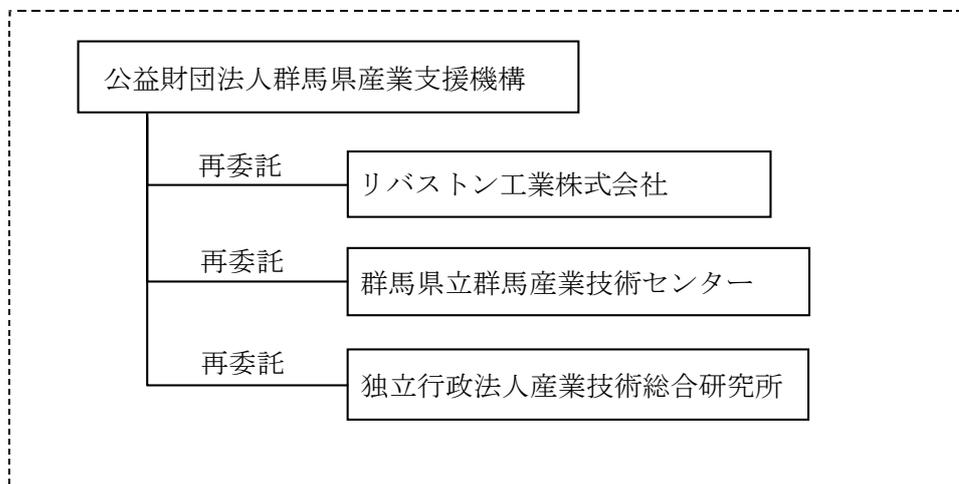
最適化されたAlN膜の形成メカニズムを解明し、耐プラズマ性・熱伝導性・放熱性に優れたAlN膜を完成させ、皮膜実用特性評価を行う。

実用化に適した製造体制を確立するため、品質管理体制を構築し、成膜方法と皮膜構造との関係についてはデータの蓄積を継続して行う。

2 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

①研究組織（全体）



総括研究代表者（PL）
 リバストン工業株式会社
 代表取締役 石川 幸一

副総括研究代表者（SL）
 独立行政法人産業技術総合研究所
 ナノシステム研究部門 フィジカルナノプロセス
 研究グループ グループリーダー
 川口 建二

(2) 管理員及び研究員

【事業管理機関】

(管理員)

公益財団法人群馬県産業支援機構

| 氏名 | 所属・役職 | 備考 |
|------|--------------|----|
| 藤村 聡 | 工業支援課 企業振興室長 | |

【再委託先】

(研究員)

リバストン工業株式会社

| 氏名 | 所属・役職 | 備考 |
|-------|-----------|----|
| 石川 幸一 | 代表取締役 | |
| 石川 哲也 | 取締役副社長 | |
| 山田 正志 | コーティング事業部 | |

| | | |
|-------|------------------------|--|
| | 研究開発室 研究員 | |
| 内田 新 | コーティング事業部 研究開発室 研究員 | |
| 細川 禎也 | コーティング事業部 研究開発室 研究員 | |

群馬県立群馬産業技術センター

| 氏名 | 所属・役職 | 備考 |
|-------|---------------|----|
| 石田 一成 | 材料技術係 独立研究員 | |
| 和田 智史 | 材料技術係 技師 | |
| 加部 重好 | 応用機械係長 | |
| 大槻 洋三 | 応用機械係 独立研究員 | |
| 野口 貴生 | 応用機械係 独立研究員 | |
| 田辺 佳彦 | 計測係 独立研究員 | |
| 高橋 勇一 | 生産システム係 独立研究員 | |

独立行政法人産業技術総合研究所

| 氏名 | 所属・役職 | 実施内容 (番号) |
|-------|---|-----------|
| 川口 建二 | ナノシステム研究部門 フ ィジカルナノプロセス研究 グループ グループリーダ ー | |
| 清水 禎樹 | ナノシステム研究部門 フ ィジカルナノプロセス研究 グループ 主任研究員 | |

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理機関)

公益財団法人群馬県産業支援機構

(経理担当者) 工業支援課 石崎 祐史
(業務管理者) 工業支援課 企業振興室長 藤村 聡

(再委託先)

リバストーン工業株式会社

(経理担当者) 総務 石川 容子
(業務管理者) 取締役副社長 石川 哲也
コーティング事業部 部長 根岸 良寛

群馬県立群馬産業技術センター

(経理担当者) 総務係 浅田 岳治
 (業務管理者) 企画管理係長 小谷 雄二

独立行政法人産業技術総合研究所

(経理担当者) 総務本部 財務部 経理室長 山口 洋二
 (業務管理者) ナノシステム研究部門長 山口 智彦

(4) 他からの指導・協力者

研究開発推進委員会 委員

| 氏名 | 所属・役職 | 備考 |
|-------|---|--------|
| 石川 幸一 | リバストーン工業株式会社 代表取締役 | P L |
| 石川 哲也 | リバストーン工業株式会社 取締役副社長 | |
| 石田 一成 | 群馬県立群馬産業技術センター 材料技術係 独立研究員 | |
| 川口 建二 | 独立行政法人産業技術総合研究所 ナノシステム研究部門 フィジカルナノプロセス研究グループ グループリーダー | S L |
| 佐藤 道雄 | 株式会社アイ・エム・シー | アドバイザー |
| 仲川 政宏 | コンサルタント | アドバイザー |
| 野島 和夫 | コンサルタント | アドバイザー |
| 林 宏爾 | コンサルタント | アドバイザー |
| 古瀬 宗雄 | 独立行政法人国立高等専門学校機構 大島商船高等専門学校 学科長 | アドバイザー |
| 山本 亮一 | 国立大学法人横浜国立大学 共同研究推進センター 産官学連携コーディネーター | アドバイザー |
| 小暮 晴一 | 株式会社ユーキプラス 代表取締役 | アドバイザー |

3 成果概要

(1) 実施内容

①優れた耐プラズマ性及び熱伝導性・放熱性を兼ね備えたA1N膜の開発

①-1 最適皮膜特性の確立

①-1-1 材料の開発、組成の最適化

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター、独立行政法人産業技術総合研究所)

市販材料を使用した成膜条件を更に見直し、組成及び成膜条件の最適化を図る。また、市販材料に有機・無機化合物を添加したナノ複合粒子による組成及び成膜条件の最適化について検討を行うため、少量供給を可能とするナノ粒子ハイブリッド材料供給装置を製作した。

①-1-2 皮膜形成メカニズムの解明と、皮膜実用特性評価

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター、独立行政法人産業技術総合研究所)

①-1-1 の検討において、成膜条件と皮膜組成について、気孔率との関係を明確化した。

皮膜の実用特性については、熱伝導率及び耐プラズマ性の評価を行い、本技術の実用性を実証した。

② CASP 技術を用いた製造技術の開発

②-1 品質管理技術の確立

②-1-1 引張試験機による皮膜の密着性評価技術の確立

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター)

実用化レベルでの生産体制を確立するため、作製した A 1 N 膜を解析した。

皮膜の密着強度測定を逐次行い、知見の蓄積及び研究の方向性を見極める。また、密着強度測定の迅速な手法と体制を確立した。

②-1-2 簡易 SEM の導入による皮膜断面状態の解析技術確立

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター、独立行政法人産業技術総合研究所)

実用化レベルでの生産体制を確立するため、作製した A 1 N 膜を解析した。

皮膜表面及び断面観察を逐次行い、知見の蓄積及び研究の方向性を見極める。また、皮膜表面及び断面状態の迅速な観察手法と、体制を確立した。

②-1-3 品質向上に対する業務サイクルの確立と不良検出率 5% 以下の体制の確立

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター)

実用化レベルでの生産体制を確立するため、品質/生産管理システムを使用し、PDCA サイクルが円滑に機能するための取り組みを行っ

た。具体的には、下記に挙げることを実践した。

- ・システムからのデータによる統計的業務、工程分析を実施し、品質状況レポートの作成を行った。
- ・品質記録の作成・収集・分析・管理をトータルに実施し、トレサビリティシステムの確立を行った。
- ・規格を満たしていないものが発生した場合、原因を追究するとともにデータベース化し、それを基に再発防止に結び付けていく取り組みを実施した。

③ プロジェクトの管理・運営（実施：公益財団法人群馬県産業支援機構）

- ・事業管理機関・公益財団法人群馬県産業支援機構において、本プロジェクトの管理を行う。プロジェクトの研究経緯と成果について取りまとめ、成果報告書1部及び電子媒体（CD-ROM）一式を作成した。
- ・本研究の実用化に向けた到達の度合いを検証するとともに、事業化に向けての課題等について研究実施者と調整を行った。
- ・再委託先事業者が作成する証憑書類について、指導・確認を行った。
- ・研究開発推進委員会を委託契約期間内に開催した。

4 当該研究開発の連絡窓口

公益財団法人群馬県産業支援機構

工業支援課企業振興室 室長 藤 村 聡

TEL:027-255-6601 FAX:027-255-6161

E-MAIL:nwmn2@g-inf.or.jp

第2章 本論

1 優れた耐プラズマ性および熱伝導性・放熱性を兼ね備えた AlN 皮膜の開発

1-1 最適皮膜特性の確立

1-1-1 材料の開発、組成最適化

(実施：リバストーン工業(株)、群馬県立群馬産業技術センター)

(1) 目的

- ①成膜条件の最適化を行う。
- ②研究用として、原料少量供給を可能とする新たな装置を開発する。

(2) 実施内容および結果

本事業の集大成として、最適条件を確立した。(詳細は、ノウハウ事項に当たり割愛。)

1-1-2 皮膜形成メカニズムの解明と、皮膜実用特性評価

(実施：リバストーン工業(株)、群馬県立群馬産業技術センター、(独)産業技術総合研究所)

(1) 目的

- ①皮膜の実用特性について、熱伝導率及び耐プラズマ性の評価を行い、本技術の実用性を実証する。
- ②前述の1-1-1項において得られた皮膜の皮膜組成や気孔率との関係や微視的構造を明らかにし、皮膜形成メカニズムに関する考察を行う。
- ③前述の1-1-1項及び本項の結果を合わせ、本技術のまとめを行う。

(2) 実施内容および成果

①皮膜実用特性評価

i) 実験方法

a) 耐プラズマ性評価

神奈川県産業技術センター所有の ECR プラズマエッチング装置を用いて、プラズマ暴露を行った。プラズマエッチング条件は、ユーザーのプロセス条件を参考に、試験装置の仕様範囲で、可能な限り近づけた。

b) 熱伝導率評価

皮膜の熱伝導率(κ)評価は、キセノンフラッシュ法 (NETZSCH 社製 LFA447) を用いた。この方法では、サンプル全体の熱拡散率が計測される。基材のみと、皮膜の付いた基材の2つのサンプルを測定し、皮膜のみの熱拡散率を解析する事が可能である。

ii) 結果

a) 耐プラズマ性評価

図 1-1 に、今回の研究で確立した代表的な成膜条件、条件 E 及び条件 X で成膜した皮膜、AlN 焼結体、及び Y₂O₃ 焼結体の結果を比較した。

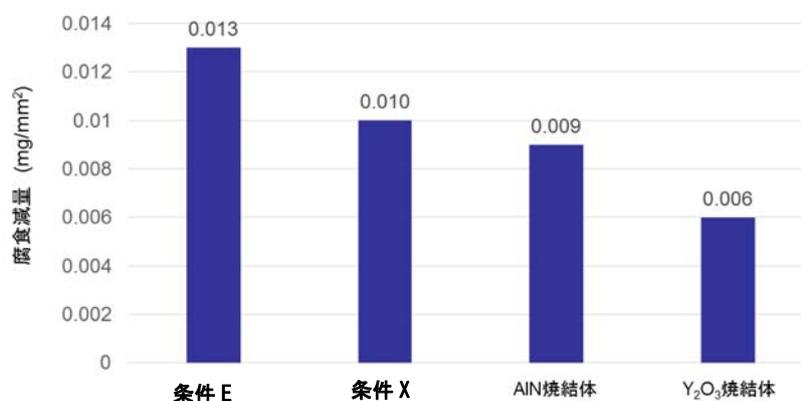


図 1-1 各種サンプルのプラズマ暴露による腐食減量

Y₂O₃ 焼結体との比較では、条件 E 皮膜では約 2 倍、条件 X 皮膜では 66% 増の腐食減量であった。又実用上の観点から AlN 焼結体と比較すると、条件 X 皮膜で約 10% 増程度、ばらつきの範囲でほぼ同等であった。

本事業の 3 年間の結果としては、化合物自体が持つ化学的安定性の差異を凌駕する事は出来なかったが、実用的な意味から、AlN 焼結体とはほぼ同等な耐プラズマ性を有している皮膜が得られた。

b) 熱伝導率評価

表 1-1 に熱伝導率の値を示す。AlN 皮膜を設ける事による熱伝導率の低下は見られず、概ね AlN 焼結体と同じ値が得られた。(ばらつきの範囲と考えられるが、逆に、熱伝導率が向上している。)

表 1-1 熱伝導率評価の結果

| 評価手法 | 条件 E サンプル | 皮膜厚み (μm) | 熱伝導率 (W/(m K)) | 備考 |
|------------|-----------|-----------|----------------|--------------|
| キセノンフラッシュ法 | 皮膜+基材 | 55 | 150 | |
| | 基材のみ | | 147 | 基板厚み 5mm、1mm |

②皮膜の微視的構造評価

i) 実験方法

- a) 蛍光 X 線 (XRF) 組成評価：群馬産業技術センター所有の波長分散型蛍光 X 線分析装置である島津製作所 (株) 製 XRF-1700 を用いた。X 線管球のターゲット材は Rh であり、管電圧 40kV で分析を行った。
- b) 気孔率評価：群馬産業技術センター所有の日本電子 (株) 製 JSM-5600LV を使い、サンプルの断面観察を行った。また SPring-8 による結像型 CT での評価も行った。CT では、一般に光源の品質によりその分解能が制限される。放射光は、図 1-2 に示すように、非常に平行度が高く、解像度の高い観察が可能になる。本研究で行った実験系を図 1-3 に示す。本装置では、約 200nm の分解能が得られる。図 1-4 には、実際にサンプルをセットしている様子を示す。

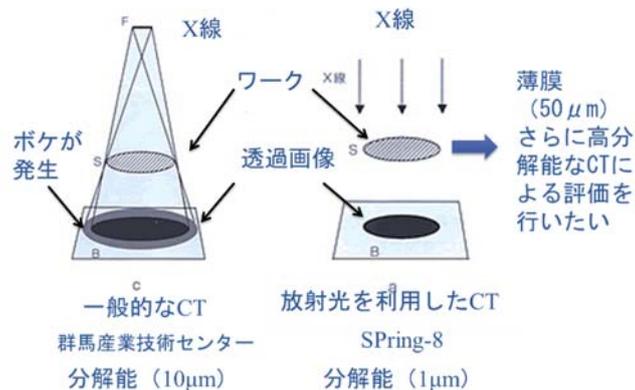
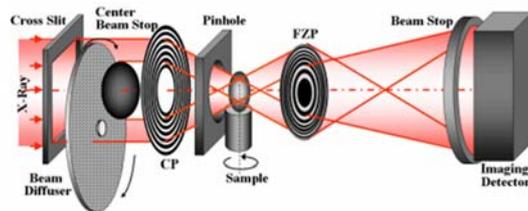
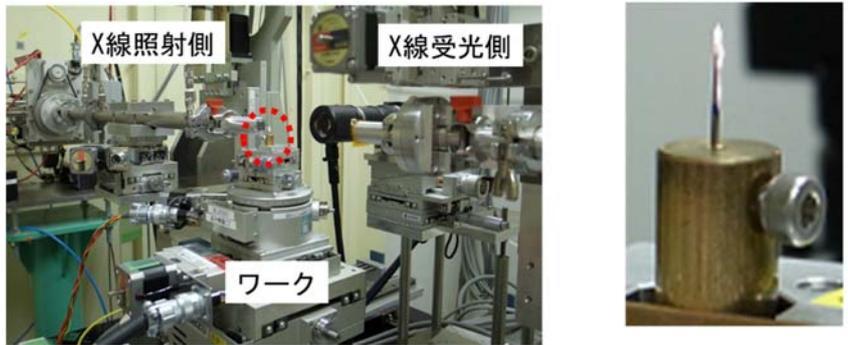


図 1-2 光源による透過画像の違いの説明



コンデンサプレート (Condenser plate CP)
フレネルゾーンプレート (Fresnel zone plate FZP) により、
X線を集光し、200nmの分解能を実現

図 1-3 結像型 CT のセットアップ



ワークサイズ
80 μm \times 80 μm \times 100 μm

図 1 - 4 結像型 CT のセットアップの実際

- c) X 線回折 (XRD) 構造評価：群馬産業技術センター所有の (株) 島津製作所製 XRD-6000 を用い θ - 2θ 法により解析を行った。X 線源は、Cu ターゲット X 線源を用いた。
- d) 電子線回折 (TEM) 構造評価：産業技術総合研究所所有の JEOL 製 JEM-2010 を用いて行った。

ii) 結果

a) XRF 評価

図 1-5 に条件 E 皮膜の XRF 分析スペクトルを示す。

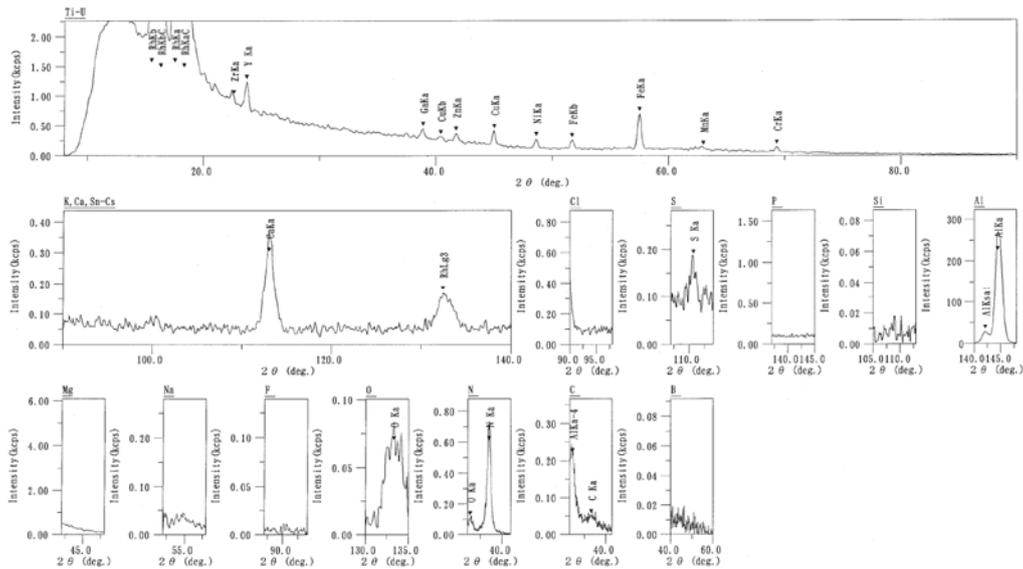


図 1 - 5 条件 E 皮膜の XRF 分析スペクトル

また表 1-2 に、上述まで組成分析を行って来たリバストーン工業所有 EDS による結果と、XRF による結果の比較を示す。表 1-2 からは、EDS での O 組成値は過大に見積もっている可能性が示された。

表 1-2 条件 E 皮膜の EDS、XRF による組成(at.%)評価結果の比較

| 組成 | EDS 測定 | XRF 測定 |
|-------|--------|--------|
| N 組成 | 31.9 | 31.6 |
| O 組成 | 29.5 | 12.6 |
| Al 組成 | 38.6 | 54.6 |
| C 組成 | 0.0 | 1.2 |
| その他 | 0.0 | — |

b) 気孔率評価

図 1-6 に条件 E 皮膜及び比較として AlN 焼結体の 1,000 倍断面 SEM 像を示す。また、SPring-8 の結像型 CT で測定した AlN 皮膜の断層画像の一例を図 1-7 に示す。

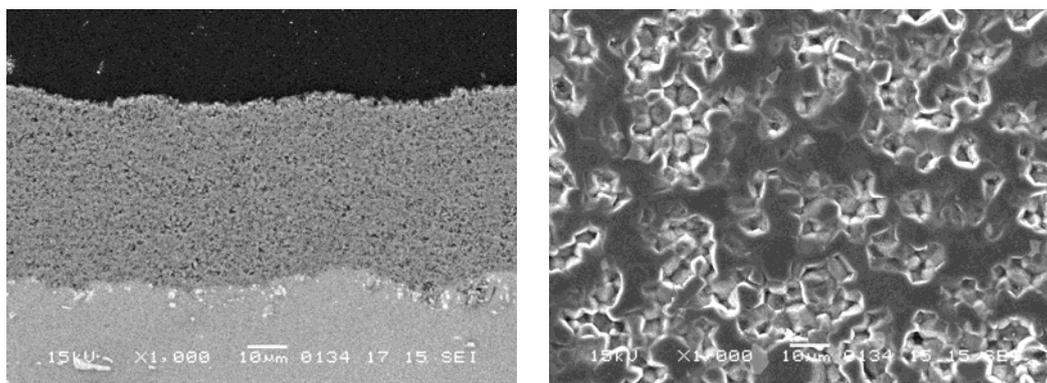


図 1-6 1,000 倍断面 SEM 像。条件 E 皮膜 (左) 及び AlN 焼結体 (右)

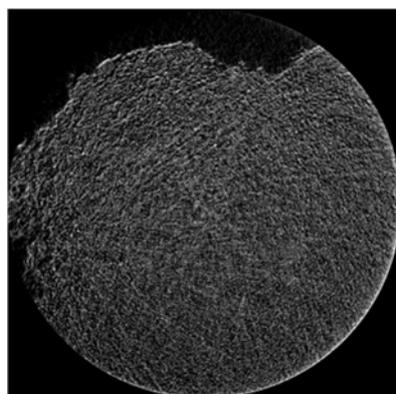


図 1-7 AlN の断層画像の一例

ここで、この断層画像から、最終的に気孔率を算出する為の空隙データを作るまでの道筋の概念図を、図1-8に示す。また、実際測定された空隙データ（上）とその粒径分布（下）を図1-9に示す。

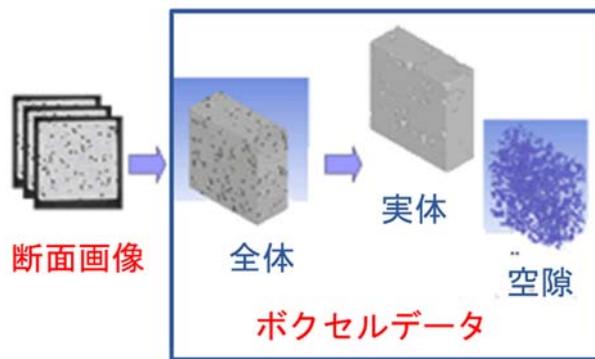


図1-8 断層画像から空隙の3次元像を得るまでの流れ

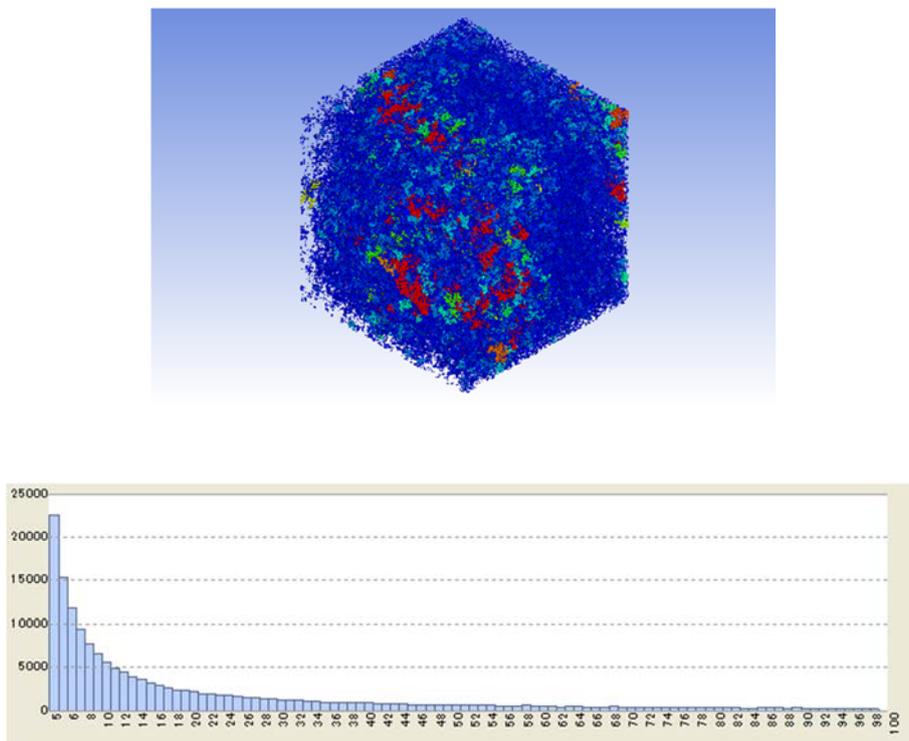
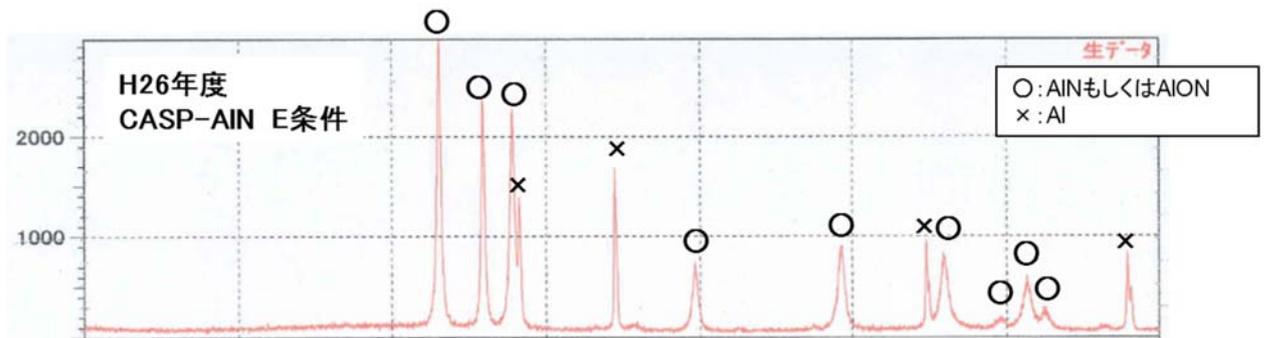


図1-9 空隙ボリュームデータ（上）と空隙の粒度分布（下）

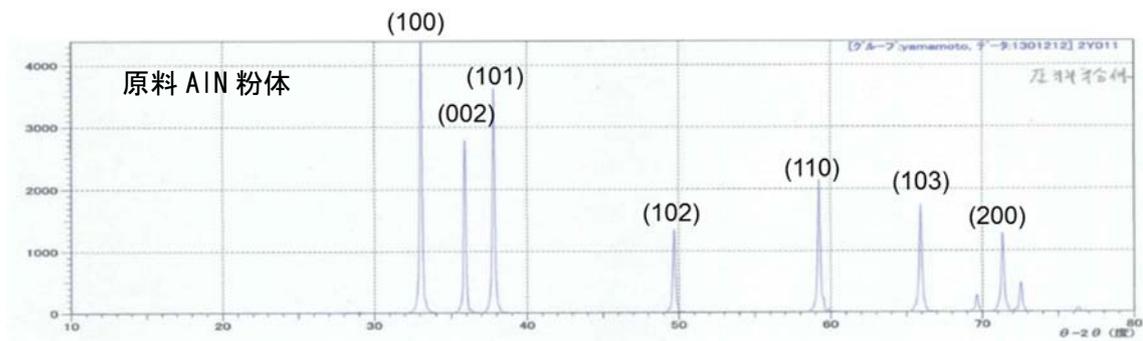
ところで、ルーチン的に SPring-8 結像型 CT で評価する事は出来ない。結像型 CT で評価したサンプルを基準として、図1-6に示す様な断面 SEM 観察から気孔率を測定した。実際の値は省略する。

c) XRD 評価

図 1-10 に XRD 結果を示す。回折パターンから、基材の Al 由来のピークを除くと、主として AlN (もしくは AlON) 由来のピークしか見られない。元素分析では比較的酸素量が多く見られるが、それは Al_2O_3 の様なきちんとした酸化物結晶を形成しているものではない。



(a)



(b)

図 1-10 XRD 結果。(a) 条件 E 皮膜、(b) 原料 AlN 粉体

また、条件 E の皮膜は、原料に比較し (002) ピークが相対的に強い。皮膜の結晶配向が、若干 C 軸に配向している事を示す。

d) 電子線回折評価

図 1-11 に、皮膜から採取した粒子の明視野像 (左) 及び暗視野像 (右) を示す。暗視野像は、観察領域内 (この場合は一粒子) で、どの領域が結晶化しているか、また、粒内の歪などを観察するのに有効な観察法であり、結晶化している部分は、明るく表示される。

図1-11の暗視野像からは、粒子内の大部分の領域は、歪を持つ結晶である事が分かる。一方、粒子上方の光っていない領域は、さほど結晶性が良くない事が分かる。

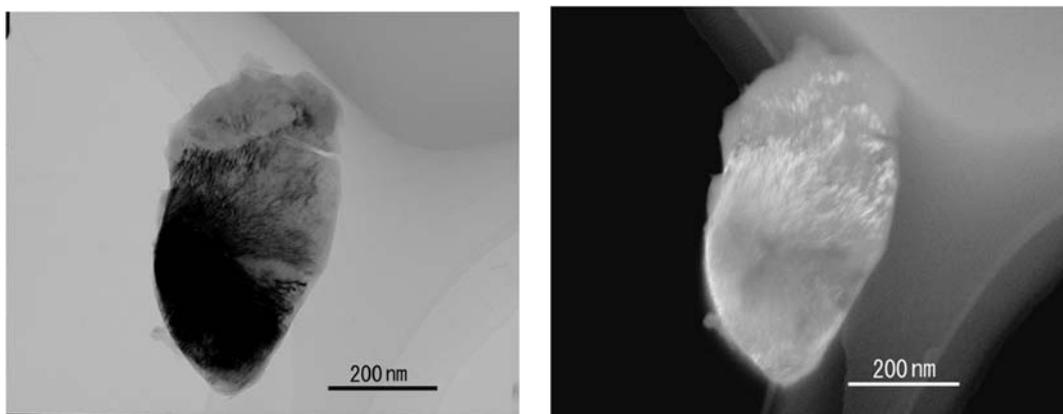


図1-11 皮膜から採取した粒子の明視野像（左）及び暗視野像（右）

図1-12に、電子回折結果を示す。この結果から、この粒子は、基本的にはAlN結晶である事が分かる。また、暗視野像で光っていない部分も、結晶性は若干良くないがAlN結晶である事も示されている（図1-12右上）。

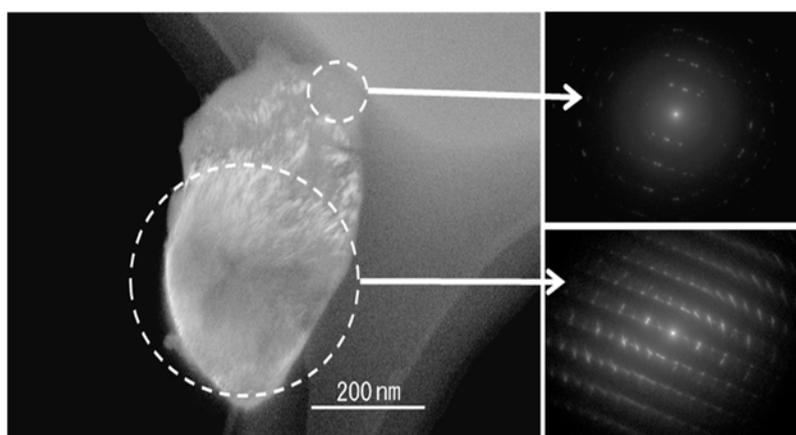


図1-12 暗視野像（左）の電子回折結果（右上下）

図1-13及び表1-3に、上述の粒子の様々な部位のTEM付属のEDSによる組成分析結果を示す。但し、サンプルの形状・厚みが、使用したEDS装置の校正条件と大きく異なるため、組成の絶対値の信頼性は低い。領域間の相互の元素含有量の比較は可能である。

暗視野像で強く光らず、結晶性も良くない上部の領域は、それ以外の領域に比べて、10倍以上酸素が多い事が分かる。

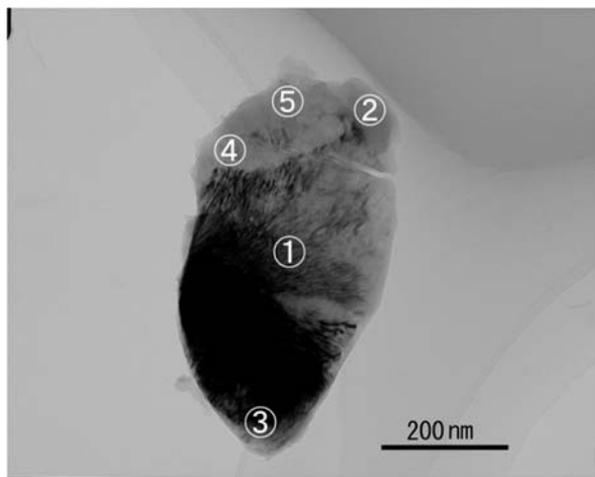


図 1-13 組成分析を行った位置

表 1-3 粒子の様々な部位の TEM 付属の EDS による組成分析結果

| 組成 | ① | ② | ③ | ④ | ⑤ |
|-------|------|------|------|------|------|
| N 組成 | 12.9 | 4.30 | 18.9 | 9.10 | 3.00 |
| O 組成 | 1.10 | 29.5 | 2.00 | 2.40 | 25.2 |
| Al 組成 | 86.0 | 66.2 | 79.1 | 88.5 | 71.5 |

(3) まとめ

今回開発した皮膜の耐プラズマ性は、 Y_2O_3 焼結体との比較では若干劣ったものの、AlN 焼結体と比較すると、条件 X 皮膜でほぼ同等の性能を示した。また、熱伝導率も AlN 焼結体と同等の値であった。即ち AlN 焼結体と同等の性能を有する皮膜を形成する技術が確立出来た。

2 CASP 技術を用いた製造技術の開発

2-1 品質管理技術の確立

2-1-1 引張試験機による皮膜の密着性評価技術の確立

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター)

(1) 目的

CASP 技術を用いた製造技術の開発において、品質管理技術の向上を図る必要がある。その一環として引張り試験機による AlN 皮膜の密着性評価技術を確立する。AlN の成膜条件と密着性との関係を把握し、皮膜の良質化を図る。最終的には、実用化における皮膜品質管理のデータとする。

(2) 実施内容および成果

引張試験機の扱える技術者の育成を行い、逐次知見の蓄積を図った。図 1-14 に典型的な引張試験の生データを示す。

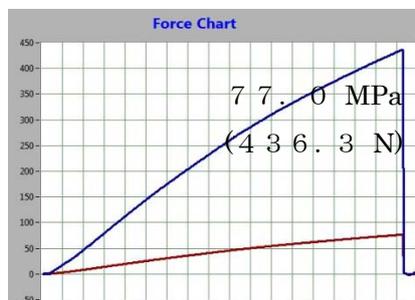


図 1-14 典型的な引張試験結果

(3) まとめ

「引張試験機による皮膜の密着性評価技術の確立」をテーマに3年間、膨大なデータの蓄積を行ってきた。結果として、1年目よりも2年目、3年目といったように AlN 皮膜の密着強度は大きくなり、膜密度も向上した。引張試験という今まで無かった皮膜に対するデータの蓄積方法が出来、蓄積した情報を成膜条件へフィードバックすることによって、皮膜の良質化が急速したと考えている。最終的に、本プロジェクト内で得られた最大密着強度は、7.7 MPaとなった。

2-1-2 簡易SEMの導入による皮膜断面状態の解析技術確立

(実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター、独立行政法人産業技術総合研究所)

(1) 目的

CASP 技術を用いた製造技術の開発において、品質管理技術の向上を図る必要がある。その一環として簡易 SEM (日立ハイテクノロジーズ社製 TM3000) の導入により AlN 皮膜表面および断面状態を逐次観察し、気孔の有無や粒子の大きさ等を観察する。AlN 粒子の堆積状態や粒子形状、粒子間結合状態を把握し、皮膜の良質化を図る。最終的には、実用化における皮膜品質管理のデータとする。

(2) 実施内容および成果

上述のさまざまな実験で簡易 SEM 像を用いた評価も行ってきた。図 1-15 に典型的な簡易 SEM での断面写真を示す。

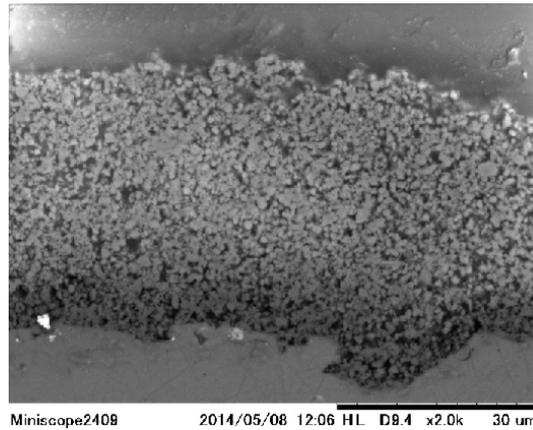


図 1-15 典型的な簡易 SEM による断面写真

(3) まとめ

再現性の確認に於いては、簡易 SEM による評価は有効である事が確認できた。量産化へ向けたアプローチを行なう上で、品質管理として非常に有益な習得技術であったと感じる。また、SEM による断面観察を行う上で、専用樹脂へ埋没し研磨する技術の高度化が必須であった。3年間の研究開発を終え、合計5名の取扱い可能な技術者の育成に成功した。また、SEM 観察から得られた情報のフィードバックを行い、開発の速度向上に寄与出来た。

「引張試験機による皮膜の密着性評価技術」と「簡易 SEM の導入による皮膜断面状態の解析技術」の研究開発を完了できたことによって図 1-16 に示すような体制の確立に至った。

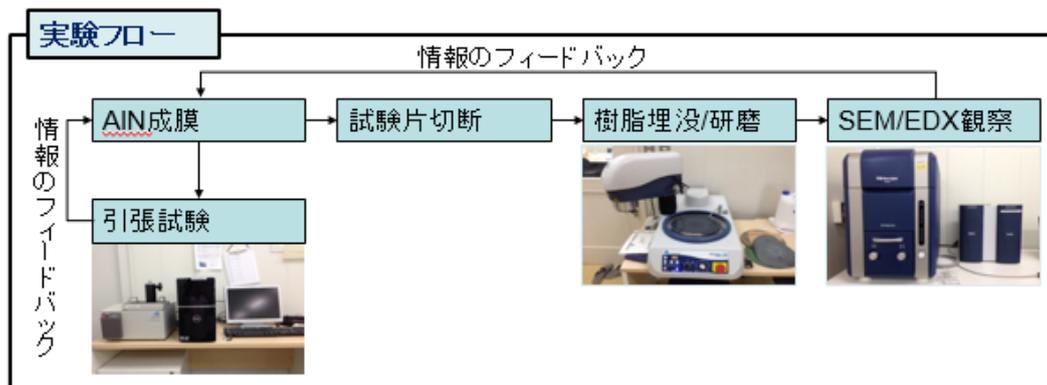


図 1-16 実験フロー体制図

2-1-3 品質向上に対する業務サイクルと不良検出率低減の体制の確立 (実施：リバストーン工業株式会社、群馬県立群馬産業技術センター)

(1) 目的

自社内の品質/生産管理システムを使用し、PDCA サイクルが円滑に機能するための取り組みを行なう。具体的には、下記に挙げることを実践する。

- ・自社製生産管理システムからのデータによる統計的業務、工程分析を実施し、品質状況レポートの作成を行なう。
- ・品質記録の作成・収集・分析・管理をトータルに実施しトレサビリティシステムの確立を行なう。
- ・規格を満たしていないものが発生した場合、原因を追究し、データベース化し、それを基に再発防止に結び付けていく取り組みを実施する。
- ・品質保証業務に対するスキル確保・人材育成の強化を行なう。

(2) 実施内容および成果

- a) PDCA をベースとした FMEA 促進グループを立ち上げ、各工程において現状で起こりうる問題点とその原因を“なぜなぜ予測”ですべて挙げ、原因解明と改善計画を立て、評価基準を決めたのち、確認行動を実施した。
- b) 量産工程において、自社製生産管理システムからのデータによる統計的業務、工程分析を実施し、3 四半期（3 月～11 月）で不良率低減の試みを行った。その結果、目標を達成する事が出来た。

(3) まとめ

「なぜなぜ解析」を行った結果、不良に繋がる問題点が潜在的であったことが判明した。今まで重大な不良が出ていなかったことに安心感を覚えた。研究開発を行なうにあたり、技術的な観点からの「なぜなぜ解析」を行うと更に開発速度を向上することが可能ではないかと感じた。

大手メーカーで品質保証担当をしていた退職者の方による教育訓練を行い、当社の品質保証担当者および製造担当者の品質に対する意識付けを行った。また、FMEA 促進グループを立ち上げ、各工程で現状起こり得る問題点とその原因を「なぜなぜ解析」ですべて抽出し、原因解明と改善計画を立て、評価基準を決めたのち、確認行動を実施した。

上述のような、社員教育等により社内不良率低減の実現を可能とした。今後、更なる改善が出来るよう、品質管理における会議等を実施していくこととした。

3 その他

(1) プロジェクト成果としての特許出願（期間全体）

特開 2014-198898「皮膜付き基材およびその製造方法」1 件を出願した。現在、特許公開中。今後、審査請求を行なう予定となっている。また、本研究開発が終了した時期にもう 1 件、出願することを想定している。

(2) 新聞報道等 (期間全体)

- ① グラフ群馬 (群馬県広報誌) : 見出し「官民共同で優れた製品開発」。群馬産業技術センター内にて、センター研究員の方と当社研究員が溶射皮膜の引張試験を行っている様子を撮影した写真が掲載。



図 3-1 グラフ群馬に掲載された記事

- ② 群馬経済新聞 : 見出し「溶射代替の独自コーティング技術を開発」。群馬産業技術センター内にて、リバストーン工業 (石川) が取材を受け、半導体製造装置内向けに実用化されている CASP 皮膜について掲載された。



図 3-2 群馬経済新聞に掲載された記事

第3章 全体総括

(1) 当初の目標

本開発は、H24年時点での特定ものづくり基盤技術高度化指針、「七）溶射・蒸着に係る技術に関する事項 2 溶射・蒸着技術における高度化目標の達成に資する特定研究開発等の実施方法」に挙げられた「(1) 高機能化に対応した技術開発の方向性

①部材表面の機能付与（耐熱性・耐食性・耐摩耗性等）

・溶射・蒸着材料の粒度調節（微粒化、粒径・粒子形状の制御）による皮膜・薄膜の気孔率制御

・溶射・蒸着による成膜時の粒子の低温化・高速化等による材料抑制

及び「・上記を踏まえた高度化目標

ア. 皮膜・薄膜の諸特性の向上（耐プラズマ性、熱伝導性・放熱性の向上）」に基づいて行って来た。

(2) 年度毎の実施事項

初年次は、皮膜開発としては、本研究開発に用いる成膜装置を設計製作した。成膜条件を詳細に検討する為に必須となる溶射粒子温度及びフレーム温度測定装置を、選定、導入した。また、皮膜形成メカニズムの解明や皮膜実用特性評価の為に、蛍光X線法、X線回折法、透過電子顕微鏡法などの機器分析を用いて現状の皮膜の特徴の解析を行うと共に、その有効性を確認した。更に、皮膜の実用性能、耐プラズマ性及び熱伝導率評価の為に手法を検討した。

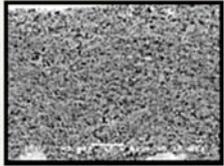
製造技術開発としては、引張試験治具を作製し、皮膜の引張強度（密着性）を評価する技術を確立した。また、簡易SEMを導入し、皮膜の評価技術を確立した。

二年次は、実験計画法を用いて種々の成膜条件の最適化を行った。また、製造技術開発としては、成膜条件を極めて正確に制御する事を可能とした超精密成膜装置を設計、製作、確立した。

最終年次は、更に成膜条件の最適化の詰めを行い、確立した。また、製造技術開発としては、大手メーカーで品質保証担当をしていた退職者による教育訓練、FMEA促進グループの立上げを行った。

(3) 達成内容と今後の事業展開

達成内容としては、耐プラズマ性及び、熱伝導性共に、AlN焼結体と比較し同等の性能を到達した。その他、諸特性を下図にまとめる。

| CASP-AIN性質 | |
|-------------------|--|
| 原料粉末 | AIN |
| 原料粒径(μm) | 1~2 |
| 密着強度(MPa) | 56~68 |
| 表面粗さ(Ra(μm)) | 1.6~1.8 |
| AIN分子量比(%) | 76.5%* |
| 成膜実績膜厚(μm) | 100 |
| 成膜実績基材 | Al, Al ₂ O ₃ , SiO ₂ etc |
| 断面SEM像 (×2000) |  |

※弊社EDXによる元素分析結果から推測

今後の事業展開として、下記の2つの事業が可能となる。

- ・ 現状 AIN 焼結体のみから作られている部材（静電チャックなど）の代替
- ・ AIN 焼結体部材のリペア

現状の顧客からの引き合い、サンプル評価等の状況を下表に示す。本事業で開発した技術に追加研究による技術も合わせて、上記サンプル出荷先等から得られる市場ニーズに対応し、事業展開を図って行く。

| 客先 | サンプル評価状況 |
|-----|-------------------------|
| A 社 | 技術提案中。今後、サンプル評価を実施する予定。 |
| B 社 | 技術提案中。今後、サンプル評価を実施する予定。 |
| C 社 | サンプル提出済み。評価中。 |
| D 社 | サンプル提出済み。評価中。 |
| E 社 | サンプル提出済み (2015/2)。 |