ナノコンポジット AIBN 薄膜の硬度および膜構造に及ぼす B 添加の効果 B doping effects on hardness and film structures of nanocomposite AIBN thin films

九大院総理工1,福岡県工技セ機電研2,オーエスジー株式会社3,九大超顕微セ4

<sup>•</sup>内田 聖也<sup>1</sup>, 吉田 智博<sup>2</sup>, 村澤 功基<sup>3</sup>, **福井 康雄<sup>3</sup>, 櫻井 正俊**<sup>3</sup>, **工藤 昌輝<sup>4</sup>, 烏山 誉亮<sup>4</sup>**, 吉武 剛<sup>1</sup>

Dept. of Appl. Sci. for Electr. and Mat., Kyushu University.<sup>1</sup>, Mech. & Elec. Res. Inst., Fukuoka Industrial Technology Center<sup>2</sup>, OSG Corp.<sup>3</sup>,Kyushu Univ.<sup>4</sup> °S. Uchida<sup>1</sup>, T. Yoshida<sup>2</sup>, K. Murasawa<sup>3</sup>, Y. Fukui<sup>3</sup>, M. Sakurai<sup>3</sup>, M. Kudo<sup>4</sup>, T. Toriyama<sup>4</sup>, T. Yoshitake<sup>1</sup> E-mail : seiya uchida@kyudai.jp

## 1. <u>はじめ</u>に

金属部品へのハードコーティング技術は,耐摩耗性,耐焼付き性,耐食性,耐熱性,摺動性を向上させる技術として活用されている[1].ハードコーティングに用いる材料はダイヤモンドやダイヤモンド状炭素(DLC)などの炭素系材料が広く知られているが,鉄系母材に対しては常温・常圧下で鉄中に炭素が容易に拡散するために用いることができない.鉄系母材向けの材料としては窒化物である TiN や AITiN などが実用化されているがダイヤモンドの硬度には及ばない.現在,窒化物である立方晶窒化ホウ素 (c-BN)がダイヤモンドの硬度に匹敵する硬度を有する材料として有力視されているが,その薄膜堆積は基板温度が500℃以上となる CVD 法で行われるため,熱処理が施されている高速度鋼へは適用できない[2].低温合成が可能な新たな硬質皮膜材料の作製が必要とされている.

本研究では、ナノ微結晶ダイヤモンドアモルファスカーボン混相膜の作製で実績のある同軸型アークプ ラズマ堆積 (CAPD) 法を用いることで[3]、窒化アルミニウム (AIN) の一部を B で置換したナノ微結晶と アモルファスから構成されるナノコンポジット AIBN 薄膜を高速度鋼上へ作製した.本研究では B 含有率 の異なる AI-B 焼結体ターゲットを用いて AIBN を作製し、B ドープが膜の硬度および構造に及ぼす効果を 調べた.

## 2. <u>実験方法</u>

成膜は CAPD 法を用いて窒素雰囲気中で行った.同軸型アークガンと基板間には高速回転の羽型フィル ターを設置して、サブミクロン以上のサイズのドロップレットは捕捉

した. ターゲットには B 含有率 0, 10, 30 at.%の Al-B 焼結体ターゲットを用いた. チャンバー内は 10<sup>-4</sup> Pa 以下まで真空排気した後, N<sub>2</sub> ガス を 15 sccm で流入し,成膜時には 1 Pa とした. 基板間距離は 80 mm とし,室温にて成膜した. アーク放電電圧を 100 V, コンデンサ容量を 720  $\mu$ F とし,放電周期は 10 Hz とした. 作製した薄膜の硬度について ナノインデンテーション法により評価し,結晶構造を TEM により評価 した.

## 3. 実験結果

Fig. 1.にターゲットB含有率0~30 at.%で作製した AlBN の硬度を示 す.B含有率の増加とともに硬度は低下する.Fig. 2(a)及び 2(b)にB含 有率0と10 at.%のターゲットで作製した薄膜の高分解 TEM 像と電子 線回折パターンをそれぞれ示す.回折パターンには結晶に由来する回 折リングが観察される.0 at.%の膜ではリング中にスポッティな回折が

含まれ、10 at.%膜に比べて結晶粒の大きなものが含ま れていると考えられる.高分解 TEM 像ではナノ微結 晶とアモルファスのコンポジット構造となっている ことが確認できる.10 at.%膜では結晶粒径が 0 at.%膜 に比べて縮小する.AIBN 薄膜の硬度の低下は、B 添 加による結晶粒径の減少、あるいは結晶密度の低下に よると考えられる.

## 参考文献

- [1] 辻岡 正憲, "表面技術", Vol. 63, No.3, pp.134-139 (2012).
- [2] W. Zhang et al, Comp. Hard Mater. Vol. 1-3, pp.607-639 (2014).
- [3] T. Yoshitake et al, Jpn. Appl. Phys. Vol. 49, 015503 (2010).



Fig. 1. Boron content dependence of hardness.



Fig. 2. High-resolution TEM images and electron diffraction patterns of (a) 0 and (b) 10 at.% B-doped nanocomposite AlBN films.