

反応性 CAPD 法により成膜した AIBN 硬質皮膜の構造解析

Structural analysis on AIBN hard coating films deposited by reactive CAPD

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

○吉田 智博¹, 田中 佑樹², 村澤 功基³, 工藤 昌輝⁴, 鳥山 菅亮⁴, 内田 聖也²,
福井 康雄³, 櫻井 正俊³, 吉武 剛²

Fukuoka Ind. Tech. Center¹, Kyushu Univ.², OSG Corp.³, URC Kyushu Univ.⁴

○T. Yoshida¹, Y. Tanaka², K. Murasawa³, M. Kudo⁴, T. Toriyama⁴, S. Uchida²,
Y. Fukui³, M. Sakurai³, T. Yoshitake²

E-mail: yoshida@fitc.pref.fukuoka.jp

1. はじめに

代表的な硬質被膜は、ダイヤモンドやDLC（ダイヤモンド状炭素）が知られているが、炭素系被膜は、鉄系材料中への拡散による摩耗の課題がある。TiNやAlTiNに代表される窒化物系硬質被膜は、鉄中への拡散は無いがダイヤモンドの硬度100 GPaに比べ30 %程度の硬度である。高硬度窒化物硬質被膜は、c-BNが有力候補でありバルクで40 GPaの硬度を有するが、被膜形成には基板温度が1000 °C以上となるプラズマアシストCVDが主に報告されており、熱処理が施してある鉄系材料には適用が難しく、c-BN膜自体にも高い内部応力から母材との密着性、厚膜化に課題が残っている[1]。窒化物硬質被膜には、ナノ微結晶とアモルファスとの複合構造を有するナノコンポジット構造により高硬度化が期待でき、ナノ微結晶TiNとアモルファスSi₃N₄の構造でダイヤモンドに匹敵する105 GPaのビッカース硬度を有するとの報告もある[2]。

本研究では、AlターゲットでAlNナノコンポジット薄膜形成が可能である同軸型アークプラズマ堆積法を用い、Al-B焼結体ターゲットを用い窒素雰囲気中で反応させナノコンポジットAIBN薄膜の成長を行った[3]。本発表では、高速度鋼上に成膜したAIBN薄膜のナノスケールでの微細構造と、化学結合構造について報告する。

2. 実験方法

CAPD 法のパルスアーク放電電圧を 140 V とし、放電周期は 10 Hz とした。ターゲット-基板間は 80 mm とし、ターゲットは 99% の Al と、99.9% の Al-B 焼結体で B 10 at%, 30 at% の比率とした。チャンバー内は RP, TMP で 10⁻⁴ Pa まで真空排気した後、N₂ ガスを 15 sccm で導入し、ゲートバルブで圧力 1 Pa に調整し成膜を行なった。薄膜の硬度、弾性率はナノインデンテーションを用い、構造評価は TEM, XPS, SR-PES により評価した。

3. 実験結果

Fig. 1 に Al-B 10 at% の AIBN 薄膜の高分解 TEM 像と電子線回折パターンを示す。電子線回折パターンからは結晶に起因するスポット状のリングが観察された。高分解 TEM 像から薄膜は 5 nm 程度の結晶粒子とアモルファスのコンポジット構造であった。Fig. 2 に SR-PES の N 1s スペクトルを示す。397 eV に先鋭なピークと、391 eV にブロードなピークがみられた。N₂ ガスでは 400 eV 付近、Al-N 結合での N 1s ピークで 397.8 eV との報告があり、391 eV のピークは B もしくはコンポジット構造由来のピークの可能性がある。B 量での AIBN 薄膜の硬度とナノ構造、化学結合状態の相関の詳細は当日報告する。

[1] M.Keuncke et al., Thin solid films, **515** (2006) 967-972.

[2] S.Vepřek, Journal of Vacuum Science & Technology A **17.5** (1999) 2401-2420.

[3] 吉田智博 他, 表面技術, 68 巻 12 号 (2017) 735-737.

[4] P. Motamedi et al., Applied Surface Science **315** (2014) 104-109.

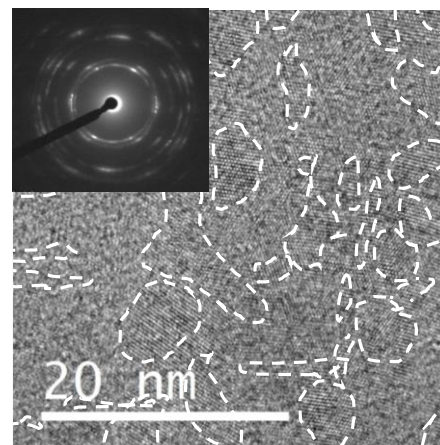


Fig.1 High resolution TEM image and electron beam diffraction pattern of AIBN film.

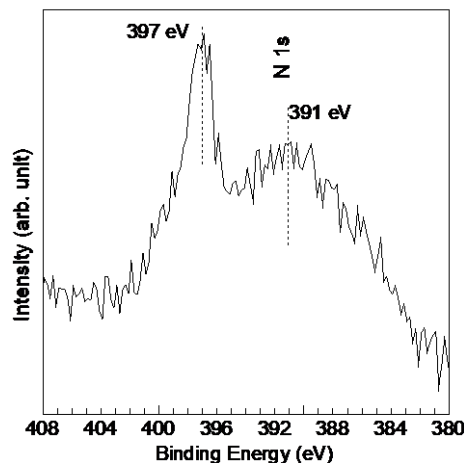


Fig.2 SR-PES spectrum of AIBN film