

パルスレーザー堆積法により作製した SiCN 薄膜の機械的特性に及ぼす窒素ガス圧と基板温度の効果

Effects of Nitrogen Pressure and Substrate Temperature on Mechanical Properties of Pulsed Laser Deposited SiCN Thin Films

龍谷大¹, 富山大² ○(B) 竹中達貴¹, 野瀬正照², 青井芳史¹

Ryukoku Univ.¹, Toyama Univ.², ○Tatsuki Takenaka¹, Masateru Nose², Yoshifumi Aoi¹

E-mail: aoi@rins.ryukoku.ac.jp

【緒言】切削工具等の硬質保護膜として一般的に TiN や CrN の硬質保護膜がよく知られている。一方で、高温下において耐酸化性が高く、優れたトライボロジー特性を示す SiCN 薄膜は、過酷な環境下での硬質・耐摩耗性保護膜として期待されているが、薄膜の組成および結合状態と機械的性質の相関関係について検討されている研究はまだ少ない。そこで、本研究ではパルスレーザー堆積法 (PLD 法) により異なるガス圧、基板温度での SiCN 薄膜の製膜を試み、その構造と機械的性質の関係について検討した。

【実験方法】SiCN 薄膜はパルスレーザー堆積法 (PLD 法) で作製した。SiC ターゲットに Nd:YAG レーザー (波長 266 nm、4.5 J/cm²) を用い、ターゲットの対向に設置した Si 基板に厚さ 1μm 以上になるように製膜を行った。製膜は窒素ガス導入なしでの製膜 (5.0×10^{-8} Torr) とチャンバー内に窒素ガスを導入し 0.5×10^{-2} Torr から 3.0×10^{-2} Torr の間で変化させ、また基板温度は 25 °C から 500 °C の間で変化させ行った。得られた薄膜の構造については Raman 散乱分光法、X 線光電子分光法 (XPS)、原子間力顕微鏡 (AFM) により、機械的性質はナノインデンテーション試験で評価した。

【結果と考察】Raman 散乱スペクトルからは Si-C、Si-N 結合に由来するピークが確認でき、製膜時の窒素ガス圧の増加に伴い Si-N 結合に帰属されるピークの増加が確認された。XPS により、薄膜の組成と結合状態を確認したところ、窒素ガス圧の増加に伴い、薄膜中の窒素含有量の増加と共に炭素含有量の減少が確認できた (Fig. 1)。XPS Si 2p スペクトルより、薄膜中の Si の結合状態について検討したところ、ガス圧増加に伴って Si-C 結合の割合が減少し、Si-N 結合の割合が増加したことがわかった。薄膜中の窒素含有量と硬さの関係を Fig. 2 に示す。窒素含有量の増加に伴う硬さの減少が確認された。これは薄膜中の Si-C 結合の増加および Si-N 結合の減少によるものであると考えられる。窒素ガス圧 3.0×10^{-2} Torr の条件下、室温で作製した薄膜の窒素含有量は約 29 at.%であったが、基板温度の上昇に伴い基板温度 400 °C 以上で若干の窒素含有量の低下が見られ、基板温度 600 °C で約 23 at.%であった。基板温度の上昇に伴い、硬さの増加が確認され (Fig. 3)、基板温度を上昇させることで窒素含有量の増加に伴う硬さの低下が抑制されることが明らかとなった。

【謝辞】本研究の一部は科学研究費補助金・基盤 (C) (21K04720) ならびに大澤科学技術振興財団の研究助成を受けて行われました。

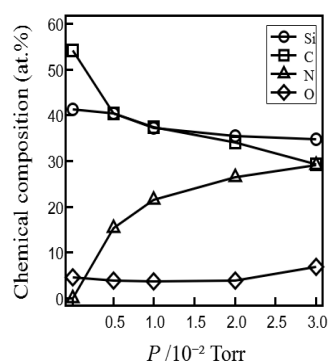


Fig.1. Chemical composition of the deposited films as a function of N₂ gas pressure.

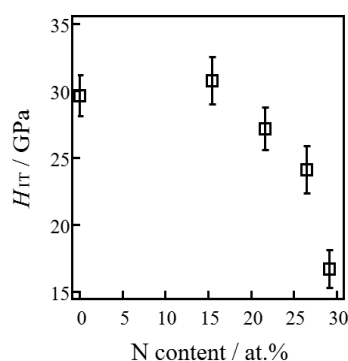


Fig. 2. Relationship between hardness (H_{IT}) and N content.

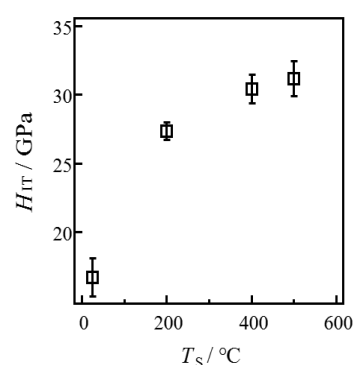


Fig. 3. Relationship between hardness (H_{IT}) and substrate temperature (T_s).