c-BN 膜の硬さ特性と工具応用*

野間 正男^{*1}・小松 永治^{*1}・所 敏夫^{*2}
大西 宏明^{*2}・小川 圭二^{*3}・中川平三郎^{*3}

Hardness Property of Cubic Boron Nitride Thin Films and Tool Applications by Cubic Boron Nitride Thin Films

Masao NOMA, Eiji KOMATSU, Toshio TOKORO,
Hiroaki OHNISHI, Keiji OGAWA and Heisaburo NAKAGAWA

^{*1}Development Department, Shinko Seiki Co., Ltd., Moriyama-shi, Shiga 524

^{*2}North-Eastern Industrial Research Center of Shiga Prefecture, Hikone-Shi, shiga 522

^{*3}The University of Shiga Prefecture, Hikone-Shi, shiga 522

(Received November 7, 2006, Accepted February 10, 2007)

We studied high performance of the Tools coated c-BN thin films. The tools coated c-BN depended on substrate power supply frequency for tool performance. The tools performance coated c-BN with substrate power supply frequency 13.56 MHz was 0.4 times compared with the tools coated TiAlN. The tools performance coated c-BN with substrate power supply frequency 100 kHz was 2.0 times compared with the tools coated TiAlN. Hardness of c-BN thin films depended on substrate voltage, the hardness changed from 2000 HK to 4500 HK. The tool performance of ball-end mill coated c-BN with 3000 HK was same to the tools coated TiAlN. The tool performance of ball-end mill coated c-BN with 4000 HK was 1.7 times compared with the tools coated TiAlN.

1. はじめに

c-BN コーティング工具で切削加工が可能であるが^{1,2)}, TiAlN に対して優位な特性が得られていなかった. この原因は, c-BN 膜のコーティングプロセスにおいて工具母材である超硬合金が基板電源周波数のために印加する高周波により加熱され超硬合金の表層が劣化することが判った³⁾. この劣化を防止するため基板電源周波数を13.56 MHz から100 kHz に変更し, 切削実験によりその効果を明らかにした.

2. 成膜条件および実験方法

2.1 磁界励起イオンプレーティング装置

c-BN 膜は, 多量の窒素ラジカルと Ar イオンが共存する雰囲気中で成膜することができ, この条件を満たす装置として **Fig. 1** に示す磁界励起イオンプレーティング装置を用いた. 本装置は, 基板と磁界励起イオン源との距離を約100 mm としており, この磁界励起イオン源は, 以下の特徴を持つ.

- A. アノードと対向する熱電子放出フィラメント間の260 mm×300 mm 空間で安定な放電が可能である.
- B. 導入ガスのみで低電圧大電流 (最大60 V 100 A) のアーク放電ができる.
- C. 磁極傾斜により, 基板電圧 0 V でも安定に基板へのイオン照射が可能である. また, 基板電流密度25 mA/cm² 以上のイオン照射が可能である.

Fig. 1 Mass product type of magnetically enhanced plasma ion plating (MEP-IP).

2.2 成膜方法

成膜処理は, ①ボンバード②Ti 中間層形成 (0.02 μm) ③c-BN 膜の成膜とし, ボンバード, 成膜はすべて磁界励起イオンプレーティング法を用いて処理した.

基板電源周波数の影響を検討するための, RF 電源 (13.56 MHz) 及びバイポーラパルス電源 (100 kHz) を用いた.

周波数100 KHz において, c-BN 成膜時の基板電圧を-50 ~ -100 V に変化させ, c-BN 膜硬度の変化を測定した.

2.3 評価法

① c-BN 膜の形成を確認するために, 波長分散型の EPMA (島津製作所 EMPA-810I2CH) を用いた. **Fig. 2** に示すように, リファレンスとして金属ホウ素, 高温生成した h-BN, c-BN のパウダーを測定した. c-BN パウダーの主

* 平成18年11月7日 第47回真空に関する連合講演会で発表

^{*1} 神港精機株式会社 (〒524-0051 滋賀県守山市三宅町30番地)

^{*2} 滋賀県東北部工業技術センター (〒522-0037 滋賀県彦根市岡町52)

^{*3} 滋賀県立大学 (〒522-8533 滋賀県彦根市八坂2500番地)

ピーク位置は、68.0 Å であり、この主ピークは、成膜条件により変化し、ヌーブ硬度1500 HK 以下の硬度を示す薄膜の主ピーク位置は h-BN の68.6 Å に変化するため、68.0 Å に主ピークを持つ薄膜を c-BN 薄膜と判断した。

② 硬さは c-BN 膜の膜厚が 1 μm であるため、マイクロヌーブ硬度計により、荷重25 g で測定した。

③ 切削試験には、TiAlN コート済み超硬工具を用いた。切削方法は、クーラントにエアーを用いた高速軽切り込みのドライ切削法を用いた。

3. 基板電源周波数の検討

3.1 基板電源周波数の表皮効果

c-BN 薄膜が基板を覆うとイオン照射によりチャージアップが発生しやすい。このチャージアップ防止するため、一般的に基板電源には、高周波電源を用いる。

高周波による電力供給を行う場合には、周波数により変化する表皮効果を考慮する必要がある。この表皮効果の影響を調べるため、基板電源周波13.56 MHz と13.56 MHz に対して表皮効果の影響が 1/10 になる100 kHz の2条件により、Si ウェハ上に TiN, c-BN の順で成膜した。成膜条件は Table 1 に示す。この2種類の薄膜の X 線回折の結果を Fig. 3 に示す。13.56 MHz で成膜した場合にのみ TiSix の

ピークが見られ、13.56 MHz での TiSix は加熱により基板 Si と中間層の Ti が合金化していると思われる。一方、100 kHz では、TiSix は見られない。

Ti と Si の合金化温度は、Si と Ti のパウダーを混合し、真空中で加熱する実験により、900℃以上の温度で TiSix の結晶化が XRD により確認しており、100 kHz では13.56 MHz に対して表皮効果が約 1/10 になるために、基板表面での加熱現象が防止でき、TiSix が形成されなかったと考えられる。

実際の切削工具で用いる WC+Co 系の超硬材料は、Si に比べて抵抗率が低い。抵抗率が低い材料の場合、さらに表皮効果が強くなる。このため、基材の表面温度は、Si 上で900℃以上の条件であれば WC+Co 系では1000℃以上になっている可能性がある。特に WC+Co 系の η 相が生じる1260℃になると超硬材料が脆くなる。

表皮効果による表皮厚さ σ (単位 m) は以下の式で計算できる。

$$\sigma = 50.3 \cdot (\rho / (f \cdot \mu_s))^{0.5}$$

ρ : 固有抵抗, f : 基板電周波数, μ_s : 比透磁率

工具材料である W の13.56 MHz での表皮厚さは32 μm, Fe は43 μm である。このため、切削時の刃先は表皮効果を

Fig. 2 B K x-ray emission spectra measured by an EPMA on (1) c-BN film -100 V, (2) c-BN powder, (3) h-BN powder, (4) metallic boron.

Fig. 3 XRD Pattern by (a) 13.56 MHz, (b) 100 kHz.

Table 1 TiN/c-BN coating conditions

Substrate supply frequency	TiN conditions					c-BN conditions				
	EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness	EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness
13.56 MHz	5.4 kW	-50 V	45 V 70 A	50 : 135	1200 nm	4.5 kW	-70 V	50 V 30 A	60 : 45	1000 nm
100 kHz	5.4 kW	-50 V	45 V 70 A	50 : 135	1200 nm	4.5 kW	-70 V	50 V 30 A	60 : 45	1000 nm

Table 2 Ti/c-BN coating conditions

Substrate supply frequency	TiN conditions					c-BN conditions				
	EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness	EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness
100 kHz	5.4 kW	0 V	45 V 70 A	60 : 0	20 nm	4.5 kW	-70 V	50 V 30 A	60 : 45	1000 nm

受けた深さまで脆化し、表皮厚さの範囲30~50 μm が急速に摩耗すると考えられる。

したがって、周波数100 kHzを用いることで工具母材の表面温度が低く抑えられ脆化を防止でき、工具摩耗が抑制できることが考えられる。

3.2 c-BN 膜成膜時の基板電源周波数と切削特性

TiAlN 成膜済み $\phi 10$ mm スクエアエンドミルに c-BN 膜をコーティングし切削実験を行った。c-BN コートは、

Table 3 Cutting conditions

Work-piece	SKD61 53HRC
Cutting speed	302 m/min
Feedrate	0.1 mm/tooth
Radial depth of cut	0.25 mm
Axial depth of cut	7.9 mm
Runout	<5 μm
Coolant	Dry air

Fig. 4 Machining equipment for Cutting Test.

Fig. 5 Influence of substrate power supply on cutting performance

Table 2 で示す条件で成膜した。切削条件を **Table 3**、切削実験構成図を **Fig. 4**、切削結果を **Fig. 5** に示す。

TiAlN 上に 13.56 MHz で成膜した c-BN 膜では、TiAlN より寿命が短く、100 kHz で成膜した c-BN 膜は、耐摩耗性が良いことが判る。

したがって、表皮効果の影響が緩和される 100 kHz で成膜することにより、母材薄膜である TiAlN 膜の切削寿命の約 2 倍の切削寿命が得られた。

4. c-BN 膜の硬度検討実験

4.1 膜硬度と基板電圧

PVD 法による硬質薄膜では、基板電圧増加と共に膜硬度が増加することが多い。このため、c-BN 成膜時の基板電圧をパラメータにとり、膜硬度を測定した。測定結果を **Fig. 6** に示す。Fig. 6 から、c-BN 成膜時の基板電圧増加に従い、膜硬度が増加することが判る。また、基板電圧 -90 V 以下で c-BN バルクを持つ本来の硬さ 3500 HK 以上の薄膜が得られた。

4.2 膜硬度と切削特性

膜硬度と切削特性の関係を調べるため、基板電圧 -80 V での c-BN 膜 3000 HK と基板電圧 -100 V での c-BN 膜 4000 HK 以上の成膜条件を用いて、 $\phi 6$ mm 2 枚刃超硬ボールエンドミルに c-BN を成膜した。**Table 4** に成膜条件、切削テスト条件を **Table 5**、切削結果を **Fig. 7** に示す。

Fig. 7 から、c-BN 膜の硬度と共に耐摩耗性が向上し、切削距離 1000 m の時点で 4000 HK の膜は、3000 HK, TiAlN 膜に対して逃げ面摩耗幅が 1.7 倍向上した。

5. ま と め

- 1) c-BN 膜成膜時の基板電圧の周波数を 100 kHz にすると切削寿命が TiAlN 膜工具の 2 倍になった。
- 2) c-BN 膜の硬さは、基板電圧により変化し、-90 V 以

Fig. 6 Influence of substrate power supply on Knoop Hardness.

Table 4 Ti/c-BN coating conditions

Knoop Hardness (HK)	Substrate supply frequency	Ti conditions					c-BN conditions				
		EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness	EB power supply	Substrate Voltage	Anode	Gas Inlet ratio Ar : N2	Thickness
3000	100 kHz	5.4 kW	0 V	45 V 70 A	60 : 0	20 nm	4.5 kW	-80 V	50 V 30 A	60 : 45	1000 nm
4000	100 kHz	5.4 kW	0 V	45 V 70 A	60 : 0	20 nm	4.5 kW	-100 V	50 V 30 A	60 : 45	1000 nm

Table 5 Cutting conditions

Tool	TiAlN STANDERD TOOL	WC/TiAlN
	c-BN coated tool No 1 c-BN (3000 HK)	WC/TiAlN/Ti/c-BN c-BN (3000 HK) Substrate Voltage-80 V
	c-BN coated tool No 2 c-BN (4000 HK)	WC/TiAlN/Ti/c-BN c-BN (4000 HK) Substrate Voltage-100 V
Work-piece	NAK80 HRC40 (Plastic Mold Steel)	
Cutting speed	18000 min ⁻¹ (302 m/min)	
Feedrate	0.1 mm/tooth (3600 mm/min)	
Axial depth of cut	0.15 mm	
Pick Feed	0.6 mm	

下で c-BN の特徴である3500 HK 以上の硬さを持つ。

3) c-BN 膜コートボールエンドミルは高硬度ほど耐磨耗

Fig. 7 Influence of hardness on cutting performance.

性が向上し，3000 HK 膜に対して4000 HK 膜は，1.7倍の耐磨耗が向上した。

〔文 献〕

- 1) 野間正男，玉岡克康，小松永治：真空，47(6) (2004) 488.
- 2) 野間正男，柏原哲隆，小松永治：真空，48(3) (2005) 109.
- 3) 所 敏夫，大西宏明，野間正男，小川圭二，中川平三郎 2006 年度 精密工学会春季大会予稿集 D32.