c-BN 膜の密着性と切削特性*

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

Adhered Property of Cubic Boron Nitride Thin Films and Cutting Property by Cubic Boron Nitride Thin Films

Masao NOMA, Eiji KOMATSU, Toshio TOKORO,
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 14, 2007, Accepted May 10, 2008)

We developed high performance cutting Tools coated c-BN thin films. In the present report, the adhered property of c-BN thin films is depend on bombardment conditions. Important conditions in adhered property are substrate power of Ar bombardment, substrate voltage of Ti ion bombardment and substrate voltage of B layer. As result, better bombard conditions are 290~400 W substrate power in Ar bombardment, -5~-10 V substrate voltage in Ti ion bombard and -5 substrate voltage in B layer. The critical peeling load L of c-BN thin films with this condition is 90N or more. The c-BN thin film with better conditions on end-mill isn't cracked in cutting of S55C.

1. はじめに

近年切削工具用コーティングには、ビッカース硬度3000 Hv 以上の高硬度化、耐酸化温度1000℃以上など、高い強度と耐熱性が求められている。本研究は、このような要求を満足する工具用コーティングを得ることを目的とする。具体的には、工具母材として実績のある立方晶窒化ホウ素（以下 c-BN と略す）を磁界励起型イオンプレーティング法により薄膜化し工具に適応することを検討している^{1,2)}。

これまでに、c-BN コーティングをボールエンドミルに施すことで、切削速度302 m/minにおいて、TiAlN コート工具に対して切削寿命が1.7倍になるとの良好な結果が得られている³⁾。

しかし、c-BN コーティングをスクエアエンドミルに適応した場合には、切削寿命の延長効果を得ることができなかった。スクエアエンドミルは、ボールエンドミルの約100倍の量を切削する高負荷加工条件となり、かつ被切削材の硬度がHRC40からHRC53に増加することが原因と考えられる。この切削負荷による寿命の違いは、c-BN 薄膜の密着性不足に起因していることが明らかとなり、密着性向上の検討を開始することとなった。

本報では、c-BN 薄膜の密着性向上に関する検討結果、ならびに、効果検証結果について報告する。

2. c-BN 膜の密着性

c-BN 膜の硬さは、基板電圧により変化する。この硬さ変

化による密着性の変化を明らかにするために、ロックウェル C スケールの圧痕による剥離試験を行った。テストピースには、19×19×4.5 mm の超硬合金を用いた。19×19 mm 面を Ra 1 nm に鏡面研磨した。この研磨面にアークイオンプレーティング装置により TiAlN 膜を成膜し、次いで磁界励起イオンプレーティング装置により、Ti0.02 μm/c-BN 1 μm の成膜を行った。

成膜構造を Fig. 1 に、成膜条件を Table 1 に示す。成膜は、基板電圧をパラメーターとし、-50~-100 V まで変化

Fig. 1 Multi layer structure of c-BN thin films.

Table 1 c-BN coating conditions

Process	EB-gun Power	Heating	Anode		Substrate voltage	Ar:N2 Flow ratio	time
			voltage	current			
	kW	℃	V	A	-V		min
Bombard	non	non	20	20	20	60 : 0	50
Ti layer	4.5	250	45	70	0	60 : 0	2
B coat	4	250	50	30	0	60 : 0	1
c-BN	4	250	50	30	50~100	60 : 45	69

* 平成19年11月14日 第48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)

Substrate Voltage (-V)	50	60	70	80	90	100
Knoop hardness	2000HK	2300HK	2500HK	3000HK	3500HK	4000HK
Indentation of Rockwell C scale	OK	OK	OK	OK	peeling	peeling

Fig. 2 Adhered property by Rockwell C scale.

させた。Fig. 2 に c-BN 膜の剥離試験結果を示す。評価は、圧痕周りの剥離状況を光学顕微鏡で観察することにより行った。

Fig. 2 からわかるように、c-BN 膜のスープ硬度が3000 HK 以下である基板電圧 -50 V～-80 V では、圧痕のエッジに大きな剥離は観察されない。また、高硬度、高密着膜に見られる圧痕付近でのクラックも観察されていない。一方、c-BN 膜のスープ硬度が3000 HK 以上の基板電圧 -90 V、-100 V では圧痕の周りに大きな剥離エリアが観察された。剥離は、EPMA 分析により、TiAlN または Ti 上で生じていることがわかった。膜硬度増加に伴う膜応力の増加により、密着力が不足したことが原因と考える。

3. 密着性の改善

3.1 成膜プロセスの検討

2 項で述べたように c-BN 薄膜の剥離は、TiAlN 膜上、または Ti 膜上で剥離していた。そこで、TiAlN 膜に対するボンバード処理、Ti 膜成膜条件、c-BN 初期成膜条件を改良することで密着性の向上が図れると考察した。

Fig. 3 に c-BN 成膜改善プロセスを、膜の断面構造を Fig. 4 に示す。本研究では、ボンバードの効果を測定するために、Ti 膜は Ti/TiN の構造で密着力の測定を行った。この密着力が測定できた Ti 層を用いるため、Fig. 1 の Ti 層は Fig. 4 のように Ti/TiN/Ti の三層構造とした。以後上層の Ti 膜を Ti 層 a、下層の Ti 膜を Ti 層 b と呼ぶ。

3.2 ボンバード条件の検討

磁界励起型イオンプレーティング法によるボンバードは、イオンの生成と基板バイアスを独立に制御し基板の表面処理を行うものである。イオン化は、磁界励起イオン源を用い、圧力 5×10^{-2} Pa の Ar ガス雰囲気中で Ar イオンの生成を行う。基板バイアスは、イオン生成に関係しないため、任意の基板電圧が設定できる。なお、基板バイアス印加はバイポーラパルス電源を用いた。

ボンバード処理は、以下の条件を満たすことが実用上必要である。

- ① Si ウェハの自然酸化膜10 nm が除去できること。
- ② ボンバード処理をした後に TiN 膜を一定条件で成膜し TiN 膜のスクラッチでの剥離臨界荷重が60 N 以上あること。

Fig. 3 c-BN coating process.

Fig. 4 Multi layer structure of c-BN thin films.

3.2.1 Ar ボンバードのエッチングレート

Ar ボンバード条件の検討を行うにあたり、Si エッチングレートを評価指標として用いることとした。Si エッチングを行ったボンバード条件を Table 2、に測定結果を Fig. 5 に示す。

ボンバード条件 B-0 が密着不良を起こした条件であり、Si エッチングレートは -6 nm/h であった。つまり、エッチングされずに試料表面に不純物が付着したために、TiAlN 上に生成した Ti の密着核が少なくなり、密着性が低下した

Table 2 Various Bombard conditions

Process	Si etched depth nm/h	Substrate Power W	Heating °C	Anode		Ar:N ₂ flow ratio	time min	Super alloy damage
				voltage V	current A			
B-0	-6	25	non	20	20	60 : 0	50	non
B-1	6	80	non	20	20	60 : 0	50	non
B-2	22	180	non	20	20	60 : 0	30	non
B-3	40	390	non	40	40	60 : 0	30	non
B-4	52	480	non	50	50	60 : 0	30	damage

Fig. 5 Si etched depth by Substrate Power conditions.

ものと考えられる。したがって、この処理条件では、膜応力の強い膜ほど剥離しやすくなることが考えられる。

ここで、エッチングレートは、基板出力（基板バイアス電圧と基板電流値の積）の増加に比例して増加する。ボンバードによるエッチング量が大きすぎると逆に母材にダメージを与えることになるので、母材ダメージの閾値を把握しておく必要がある。そこで、超硬エンドミルに対して、B-0～B-4のボンバード処理を施し、切削実験を行った。B-0～B-3は未処理と同じ摩耗状況であったが、B-4は、未処理よりも摩耗が多い結果となった。つまり、B-4条件では、ボンバードによるダメージが生じたと考えられる。以上より、Arボンバードは、条件B-3以下、すなわちSiエッチングレート40 nm/h以下で処理しなければならないことがわかった。

3.2.2 Ar ボンバードによる密着性向上効果

Ar ボンバード後に、Table 3 に示す成膜条件で TiN 薄膜を1.4 μm 成膜し、Ar ボンバードの効果を評価した。密着性の測定は、ダイヤモンド圧子先端 $\phi 0.2 \text{ mm}$ を用いたスクラッチ試験機により行った。結果を Fig. 5 に示す。

Fig. 5 より、剥離臨界荷重は、基板出力の増加にともなって増加することがわかる。しかし切削工具用途では60N以上の剥離臨界荷重が必要とされ、この値が得られる条件は、母材ダメージが確認されたB-4のみである。そこで、次節に述べる新たなボンバード条件を検討する必要が生じた。

3.2.3 Ti イオンボンバード

イオンプレーティング法では、密着性を向上させるために金属イオンをボンバードに用いる手法、メタルイオンボンバードが一般的である。そこで、次に成膜を行う金属種であるTiイオンによるメタルイオンボンバードを検討した。

Ti イオンボンバード条件は、Table 3 に示した Ti 成膜条

Table 3 TiN coating conditions

Process	Process No.	EB-gun power kW	Heating °C	Anode		sub- strate voltage - V	Ar:N ₂ flow ratio	time min
				voltage V	current A			
Ti layer a	Ti-1	4.5	250	45	70	0	60 : 0	2
TiN coat	TiN-1	4.5	250	45	70	10	50 : 200	10
	TiN-2	4.5	250	45	70	20	50 : 200	10
	TiN-3	4.5	250	45	70	30	50 : 200	10
	TiN-4	4.5	250	45	70	40	50 : 200	10
	TiN-5	4.5	250	45	70	50	50 : 200	20

Fig. 6 The relationship between Substrate Power and Critical peeling force.

Fig. 7 The relationship between Ti Bombard Voltage and Critical peeling force.

件 (Ti-1) に基板バイアスを印加した条件とし、基板バイアスは、-5～-25 V まで 5 V きざみに変化させた。TiN 膜の膜厚は、1.4 μm とした。

Ti ボンバードを施した試料に対してスクラッチ測定を行った結果を Fig. 7 に示す。なお、Ar ボンバードは、基板出力290 W で処理したものを使用した。

Fig. 7 に示したとおり、基板電圧-5～-10 V の範囲では、80 N 以上の剥離臨界荷重が得られ、密着性向上の効果が得られることがわかった。さらに、切削実験により Ti ボンバードの効果確認を行ったところ、Ti ボンバード時の基板

Ti-b layer substrate voltage (-V)	B layer substrate voltage (-V)				
	0	5	10	30	50
0
5
10
30
50

Fig. 8 Adhered property by Rockwell C scale.

Table 4 c-BN coating conditions

Process	EB-gun power	Heating	Anode		substrate	Ar:N2 flow ratio	time
	kW	℃	voltage V	current A	voltage - V		min
Bombard	non	non	20	20	20	60 : 0	50
Ti layer a	4.5	250	45	70	5	60 : 0	2
TiN coat*	4.5	250	45	70	10→20→30→40 →50	non	60
Ti layer b	4.5	250	45	70	0, 5, 10, 30, 50	60 : 0	2
B coat	4	250	50	30	0, 5, 10, 30, 50	60 : 0	1
c-BN	4	250	50	30	80	60 : 45	69

※ refer to table 3

電圧 0～-10 V では、刃先での欠けは無く、-15 V 以上で刃先が欠け易くなるとの結果が得られた。

以上より、Ti ボンバードは、-5～-10 V の範囲で行う必要があることがわかった。

3.3 c-BN 膜界面の密着性

超硬合金と TiN 膜の密着性に関しては、工具応用に必要な 60N 以上の剥離臨界荷重を得ることができた。本節では、TiN 膜と c-BN 膜の密着性向上を検討する。

Fig. 4 に示したように、TiN 膜と c-BN 膜間には、Ti-b 層と B 層がある。このため、この二層に印加する基板電圧を Table 4 のように変化させることで最適条件を求めることとした。実験は、まず B 層基板電圧を 0 V とし、Ti-b 層基板電圧を 0, -5, -10, -30, -50 V と変化させた。次に Ti-b 層の条件を、剥離が生じなかった基板電圧 -5 V に固定して、B 層の基板電圧を 0, -5, -10, -30, -50 V と変化させた。Fig. 8 にロックウェル C スケールの圧痕テストの結果を示す。B 層基板電圧 0 V の場合は、Ti-b 層基板電圧 -5 V, -50 V の場合に高密着性を示した。Ti-b 層基板電圧 -5 V に固定した場合には、B 層基板電圧 0～-30 V まで良好な密着性を示した。特に、-5 V の場合のみ、圧痕エッジに剥離が観察されていない。したがって、Ti-b 層基板電

Fig. 9 Flank damage by cutting length of 20 m.

Table 5 Cutting conditions

Work-piece	S55C
Cutting speed	8000 min ⁻¹ (150 m/min)
Feedrate	0.1 mm/tooth (1600 mm/min)
Axial depth of cut	8 mm
Radial depth pf cut	0.3 mm
coolant	Dry air
Milling Method	Side Milling (Down cut)

圧、B 層基板電圧ともに -5 V が最適条件であることがわかった。

4. 切削による密着性の検証

ボンバード法、c-BN 成膜プロセスの条件最適化による密着性向上の効果を確認するために切削による検証を行った。評価工具には、超硬 2 枚刃スクエアエンドミルを用いた。Table 5 に切削条件を示す。切削距離 20 m 時の刃先先端の逃げ面の光学顕微鏡写真を Fig. 9 に示す。比較のために、B 層基板電圧 0 V の結果も示した。基板電圧 0 V は、密着不良を起こした条件であり、-5 V は前節で述べたとおり良好な密着性が得られた条件である。

B 層基板電圧 0 V の刃先先端は、逃げ面に成膜された c-BN 膜が粉碎状になっているのに対して B 層基板電圧 -5 V の刃先先端は損傷が観察されていない。すなわち、切削時の負荷にも問題なく使用できるものと考えられる。

5. ま と め

c-BN コート工具を負荷が大きな切削にも対応できるよう改善するために、密着性の向上について検討を行った。以下に結果を示す。

① Ar ガスボンバードは、Si エッチングレートに換算し、40 nm/h 以下のレートで行う必要がある。

② Ti イオンボンバードは、基板電圧 -5 V～-10 V で行った場合に高密着性と考えられる剥離臨界過重 90N を得ることができる。

③ c-BN 成膜プロセスの初期層である B 層の基板電圧条件は -5 V が最適条件である。

④ 本研究により最適化した c-BN 成膜条件によって，切削応用に供しても破壊しないと考えられる工具用コーティングが得られた．

〔文 献〕

- 1) Masao Noma, Tetsutaka Kashiwabara and Eiji Komatsu: Shinku, **48** (2005) 109.
- 2) 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
- 3) Masao Noma, Komatsu, Toshio. Tokoro, Hiroaki Ohnishi, Keiji ogawa and Heisabro Nakagawa: Shinku, **50** (2007) 382.