イオンミキシングによる表面改質

児島 慶享*, 福島 正武*, 有松 啓治**

Surface Modification by Ion Mixing Process

Yoshitaka KOJIMA*, Masatake FUKUSHIMA* and Keiji ARIMATU**

Key Words : Surface Modification, Ion Mixing, Ion Implantation

1. はじめに

最近の技術革新は表面改質の分野でも著しく進歩し多様化してきている。半導体薄膜製造技術として発展してきた物理的蒸着 (PVD), 化学的蒸着 (CVD) 及びそれらを組み合わせたハイブリット技術等が構造材料の表面改質に適用されるようになってきた。これらの技術ではイオン・プラズマ等が積極的に利用され, より高性能な表面改質が行われている。最近, これらの技術は超耐熱材料開発の一環でセラミックスから金属へ組成が傾斜的に変化する傾斜機能材料開発の手段としても注目されている¹⁾。

本報で対象とするイオンを利用する表面改質は, (1) 原子, 分子をイオン化し数V～数MVの電位で加速しイオン照射で表面改質を行うイオン注入, (2) 蒸着, スパッタリング等の皮膜形成技術と前述のイオン照射を組み合わせたイオンミキシングに大別される²⁾。イオンミキシングは基材上に形成した皮膜にイオンを照射する方法, あるいは皮膜形成とイオン照射を同時に行う方法等がある。これらのイオン応用技術は従来の方法に比べ新しい特長を有した表面改質の可能性があり, 現在, 各方面で積極的に研究開発が行われ, 応用分野が開拓されている³⁾。

2. イオンミキシングの特長

図1はイオン応用表面改質装置の概要図を示す⁴⁾。装置は真空室, イオン源, 蒸着源, 試料取付部, 排気系等で構成されている。ここで用いたイオン源は最大加速電圧40kV, 最大電流 0.6Aでイオンビーム径は $\phi 100\text{mm}$ である。従来の半導体を対象としたイオン源はイオン電流, ビーム径が小さく材料の表面改質には不向きであっ

図1 装置の概略図

たが, このような大容量, 大口径のイオン源の開発により材料の表面改質が可能になってきた。イオン種としてはAr, N₂, O₂等のガスが利用できる。

この装置では基材へのイオン注入, あるいは蒸着とイオン照射を同時に行うダイナミックイオンミキシングの両方の処理が可能である。イオン注入処理としては, 例えばAl合金を基材とし窒素イオンを注入することにより表面にイオン注入層 (窒化物層) を形成できる。このイオン注入層は明るい黄色で表面の摩擦係数の低減化に有効である⁵⁾。蒸着源としてTiを用い窒素イオンとミキシングすることにより TiN化合物皮膜が形成できる。

このような方法の特長としては, (1)イオン注入作用による密着性の優れた皮膜, (2)イオン照射による非熱平衡反応での化合物皮膜の形成があげられる。又, 基材を冷却した状態で処理することにより, 前述した特長を有した皮膜を低温で形成することもできる。プロセス的には, 化合物を形成する際のパラメータが独立制御できるイオン量, 蒸着量であることも特長で, それらを制御することより種々の組成の成膜が可能になる。更に, ダイナミックミキシングの前処理としてイオン注入を組み合わせることもできる。

* (株)日立製作所日立研究所 (〒317茨城県日立市幸町3-1-1, ☎0294-21-1111)
Hitachi Research Lab., Hitachi Ltd. (1-1, Saiwai-cho 3-chome, Hitachi-shi, Ibaraki316)

** (株)日立製作所国分工場, ☎02494-36-1111
Kokubu Works, Hitachi Ltd. (1-1, Kokubu-cho 1-chome, Hitachi-shi, Ibaraki316)

図2 ミキシング層形成の概要

3. 皮膜の性質及びその応用

図2はダイナミックミキシングの特長の一つである皮膜の密着メカニズムを検討した例を示す⁴⁾。基材としてSiを用いその表面にTiNを形成した場合、皮膜と基材の境界部にミキシング層が形成される。透過型電子顕微鏡による断面観察の結果、ミキシング部はSi中に窒素が注入した部分とSi, Ti, Nが混在したと考えられる部分から成るのが判る⁴⁾。ミキシング層はラザフォード後方散乱 (RBS) 等の分析によっても確認される。又、ミキシング層は基材が他の金属材料、セラミック材料においても形成される。この層は数百Åオーダーと非常に薄い層であるが、皮膜の密着性向上に大きく寄与する。

例えば、SUS304を基材としその表面にTiNを形成した場合、スクラッチ試験による密着性評価の結果、TiNのはく離が生じる荷重はイオンの加速電圧とともに増加し、30kVでイオンプレーティングの約3倍となる。このようなミキシング層の形成は基材の温度が低温でも可能であり、Al合金等を基材とした場合でも優れた密着性が得られる⁵⁾。

低温処理が可能で、かつ、密着性の優れた皮膜が形成できるダイナミックミキシングは、金型、工具等の処理歪をきらう、あるいは強固な密着性が要求される部品への応用が検討されている。その一例として、合金工具鋼製の冷間鍛造用金型、あるいは超硬材製のマイクロドリル等へのTiNコーティングの検討例があり、部品の長寿

図3 冷間鍛造金型での試験結果

命化の効果が得られている⁴⁾。図3は、冷間鍛造用金型での検討結果を示す。又、蒸着源としてAlを用い窒素イオン照射により低温 (90~95℃) で無色透明のAlNが形成でき⁶⁾、このような皮膜は光学特性膜としての応用が可能である。

4. まとめ

材料の表面改質の分野において、イオン注入、イオンミキシング等のイオンを利用した技術は開発の緒について段階であるが、得られる皮膜は他の処理法では得られない新しい特性を有しており、一部その効果も確認されつつある。

現在、プラズマを応用した表面改質は実用段階に入っているが、イオンを利用した技術はイオン源等のハードの開発、成膜メカニズムの解明、皮膜の特性把握等の研究開発の進歩により、今後、その応用は機能性分野まで広がっていくと期待される。

(1988-12-7 受理)

文 献

- 1) 佐々木眞, 平井敏雄; 第103回秋期日本金属学会講演大会講演概要集, p. 438 (1988)
- 2) M. Sato; *Proc. 5th Symp. Ion Source and Ion Ass. Tech.* p. 349 (1981)
- 3) 例えば 金属表面技術, イオン注入技術による表面改質特集号, 39(10) (1988)
- 4) 福島正武ら; 金属表面技術, 39, p. 72 (1988)
- 5) 朝日直達ら; 金属表面技術, 38, p. 329 (1987)
- 6) 大島耕吉ら; 第4回イオン注入表面処理シンポジウム予稿集, p. 5 (1988)