二成分スパッタリングによる 硬質 Al_2O_3 -TiN複合薄膜の作製と摩耗特性

高谷 松文*, 松永 正久*, 沖 猛雄**

Preparation of Hard Al_2O_3 -TiN Composite Coatings by Binary Sputtering and Their Wear Characteristics

Matsufumi TAKAYA*, Masahisa MATSUNAGA* and Takeo OKI**

Key Words : Binary Sputtering, Composite Coating, Hardness, Wear Resistance

1. 緒 言

硬質セラミックの薄膜被覆は切削工具に施され表面改質することで、長寿命化が計られている。そのコーティング方法にはCVD法、PVD法、スパッタリング^{(5)~(7)}がある。CVD法ではTiC、TiN、TiCN、HfN、 Al_2O_3 の炭化物、窒化物、酸化物及び複化合物らが単層または多層に施されている。またPVD法では窒化物のTiNの単層が主に用いられているようである。これらのコーテッド工具の効果としてはハイスや超硬合金に比較して、硬質で化学的安定度が高く、熱的摩耗に強いことが挙げられている。

Al_2O_3 のコーテッド工具はTiN、TiCよりも熱的摩耗が支配的な場合の切削に有効であることも報告されている。その他、スパッタリングによって超硬合金に被覆した Al_2O_3 薄膜は耐摩耗性に優れていることが報告されている。

以上述べたように硬質セラミック薄膜は耐摩耗性薄膜として有効で、その応用が期待される。しかしながら複合セラミック薄膜の作製とその摩耗特性についての報告が少ないようである。そこで本研究は切削工具に被覆することで、長寿命化に有効な Al_2O_3 とTiNとの硬質 Al_2O_3 -TiN複合薄膜の作製を目的に、筆者ら^{(1),(2)}が考案した一電源方式の高周波マグネトロンスパッタリングを用いて複合薄膜の作製を試み、得られた薄膜の摩耗特性について検討した。

2. 実験方法

高周波マグネトロンスパック装置は二個のターゲットを有し、薄膜組成を変えるため、それぞれのターゲット

への電力分配機構を付加したもので、ダイヤル目盛りによってそれぞれ0~500pF範囲の電力を任意に変化できる。また本装置の容量は1kWで、磁場は100Gusである。

実験は基板を取り付け後、系内を 8×10^{-4} Paオーダーの真空にし、Arを 2×10^{-2} Paまで導入させ、基板の逆スパッタを行い試料表面のクリーニングをした後、所定の組成のスパッタリングを全負荷180Wの条件で行った。スパッタリングに用いた Al_2O_3 及びTiNターゲットはいずれも75mm ϕ ×10mm寸法で、その純度は99.9%及び99%焼結体である。基板とターゲットの距離は45mm、基板温度200℃とし、複合薄膜を作製するため基板を10rpmで回転させた。試験片はSK3(炭素工具鋼, 12mm ϕ ×17mm)を用い、熱処理を施したものをバフ研磨仕上げした。更に薄膜の表面状態の観察及び組成の測定用としてスライド及びカバーガラスを併用した。複合薄膜の Al_2O_3 -TiN組成のAl, Tiの原子比はEPMAによってZAF法を用いて算出した。薄膜組成の同定はX線回折(Cuターゲット, 30kV, 20mA)で行った。薄膜厚さ測定はカバーガラス上に所定組成で3時間スパッタリングを行い破断面をSEMによって写真撮影することで求めた。薄膜の硬さはマイクロビッカースを用い荷重10gf, 30sの条件で測定した。

耐摩耗性の評価はテーバーアブレシブ摩耗試験機によって、本スパッタリングで作製した試験片を挿入保持できるように改良したアルミニウム製ホルダーを用い摩耗輪CS-10(α - Al_2O_3 系), 荷重1kgfの条件で、1000回転毎の摩耗減量を1/10mg精度の電子式精密科学天秤で秤量し、耐摩耗性(WR)を単位摩耗量(μm)当たりの回転数として次式より求めた。

$$WR = N \cdot S \cdot \rho / 10 (W_1 - W_2)$$

WR: 耐摩耗性 (rpm/ μm), N: 回転数 (rpm),
 W_1 : 試験前の質量(mg), W_2 : 試験後の質量 (mg),
 S: 摩耗部の面積 (cm^2), ρ : 供試材の密度 (g/cm^3),
 複合薄膜の ρ は Al_2O_3 を3.97 (g/cm^3), TiNのそれ

* 千葉工業大学 (〒275 千葉県習志野市津田沼2-17-1)

Chiba Inst. of Tech. (17-1, Tsudanuma 2-chome, Narashino-shi, Chiba 275)

** 名古屋大学工学部 (〒464-01 愛知県名古屋市千種区不老町)
 Fac. of Eng., Nagoya Univ. (Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya-shi, Aichi 464-01)

Fig. 1 Effect of composite composition by electrical power distribution. ●: Ti, ○: Al

は5.44 (g/cm³) として算出した。

3. 実験結果及び考察

3. 1 電力分配による複合薄膜組成

図1はTiN, Al₂O₃ターゲットのそれぞれの電力分配を変化させた時の薄膜中のTi, Al at%の分析結果を示す。分配目盛(-6)~9の広範囲に渡ってTi, Alの組成がほぼ直線的に変化し、複合薄膜が形成されている。また複合薄膜のO₂, Nの分析も参考のため行ったところ、同様な結果が認められるものであった。

そこでこれら分析結果を基に薄膜中の酸素及び窒素がAl₂O₃とTiNの化合物を形成するものとして組成比を求めたところTiN/Al₂O₃=95~85/5~15at%の範囲で複合薄膜が作製されている。

3. 2 複合薄膜のX線回折

TiN成分の最も多い薄膜(分配目盛(-12))はTiN(111)の強いピーク、次いでTiN(200)ピークが認められた。Al₂O₃成分を増した複合薄膜(分配目盛, (0))ではTiN(111)のみが認められ、TiN(200)のピークは検出されなく、またAl₂O₃成分も認められなかった。さらにAl₂O₃を多くした複合薄膜は非晶質状のX線回折パターンを示した。スパッタリングによるAl₂O₃薄膜形成がアモルファスになりやすいこと、活性化反応性イオンプレーティングによるAl₂O₃薄膜も酸素ガス圧を高めると薄膜がアモルファス化することが報告されている。本法で得られたAl₂O₃成分の多い薄膜もスパッタリングによってアモルファス化したことが考えられる。

3. 3 複合薄膜の硬さ及び耐摩耗性

図2はTiN-Al₂O₃複合薄膜の電力分配の変化による見掛け硬さ及び耐摩耗性を示す。複合薄膜の硬さは分配目盛0~6の範囲で単一薄膜より高い値を示し、硬さの大きい薄膜作製が可能である。TiNとAl₂O₃を複合することによっての硬さの変化は、スパッタリング条件による結晶成長過程、薄膜の熱膨張係数、さらに内部応力に関与することが考えられる。TiNの硬さは約Hv1700³⁾とされているが、本法で得られた薄膜の硬さは約Hv

Fig. 2 Relation between wear resistance and hardness of composite coatings by electrical power distribution. ○: Wear resistance, ●: Hardness

1400で幾分低いものであった。また同様にAl₂O₃のそれはHv2700程度を示すことが知られているが、本法のものはHv2300と若干小さい値を示した。このことはTiN, Al₂O₃単一層分配電力での薄膜はいずれも密着性が小さく、そのため硬さが低い値を示す結果となったことが考えられる。

複合薄膜の耐摩耗性は薄膜の硬さの挙動と同様の傾向を示し、薄膜の硬さが高いものが優れている。薄膜の耐摩耗性は母材に対する密着性も重要な要因であった。Al₂O₃-TiN複合薄膜は電力分配目盛(-3)~6の範囲で母材に対する密着性が優れたもので耐摩耗性が向上し、これらの複合薄膜作製条件下では硬さの高いほど耐摩耗性が優れている傾向が認められた。

4. 結 論

一電源方式の高周波マグネトロンスパッタリングで、それぞれのターゲットに可変コンデンサーを用いて電力分配することでセラミックのTiNとAl₂O₃との複合薄膜の作製及び摩耗特性を検討した結果、以下の通りである。

1. 本装置を用いてターゲットTiN, Al₂O₃に電力分配を行うことでTiN/Al₂O₃=95~85/5~15at%の範囲で複合薄膜の作製が可能である。
2. TiN-Al₂O₃複合薄膜の見掛け硬さは電力分配目盛0~6の範囲で極大を示し、最高値Hv2400であった。
3. 複合薄膜のX線回折パターンはAl₂O₃成分が多くなるにつれ非晶質状となった。
4. 複合薄膜の硬さと耐摩耗性の関係は母材との密着性が良好で硬さの高いほど優れている傾向が認められた。

(1988-8-24 受理)

文 献

- 1) 高谷松文, 松永正久; 金属表面技術, 37, 173 (1986)
- 2) 高谷松文, 松永正久; 金属表面技術, 37, 616 (1986)
- 3) 沖 猛雄; 熱処理, 27, 257 (1987)