

PVD 法による超硬質薄膜の製造技術

ーイオンブレ-ティングによる TiCN 膜の生成と摩擦特性ー

鴨志田 武・

1. はじめに

イオンブレ-ティングによる耐摩耗性の向上を目的とした硬質膜として TiN, TiC が用いられその効果を発揮し工具などに数多く用いられている 1)。一般的に TiN は耐熱性に優れ TiC は TiN に比較して高硬度のため耐摩耗性に優れているとされている 2)。そこで今回は両方の特徴を兼ね備えた TiCN 複合膜を作成するために生成条件の検討を行った。

また, TiN, TiC の摩擦特性試験を行い冷間鍛造金型に適用して,その効果を確かめたので報告する。

2. 実験方法

2.1 実験装置

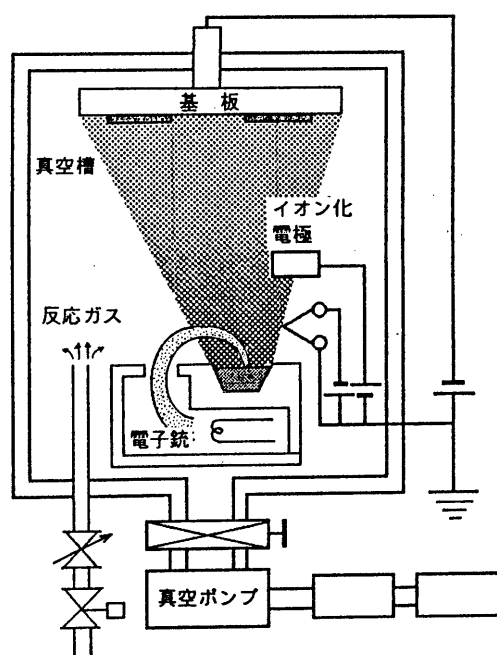
薄膜の生成に用いた装置の概略図を図 1 に示す。装置はアーク放電型イオンブレ-ティング装置(神港精機(株)製 AIF-1065SB)である。

イオンブレ-ティングによる方法はまず蒸発源の Ti を電子ビームにより加熱蒸発させ,反応ガス雰囲気中で蒸発物の蒸気圧と熱電子を利用してイオン化し,その粒子を加速し基板にたたきつけて皮膜を堆積させるものである。

2.2 基板および生成条件

基板材料には, S K D I 1 (20×60×10mm)S U S 304 (30×30×1mm)の鏡面研磨したものをを用いた。SKDI1 は

熱処理により硬さを HRC60 程度とした。摩擦試験用として超硬球 (1/8 インチ)を使用した。蒸発材料は純度 99.9%の Ti を用い超音波洗浄後ハースに挿入した。反応ガスとしてイオンボンバードにはアルゴン(Ar), TiN には窒素(N₂), TiC にはアセチレン(C₂H₂)を用い TiCN には N₂, C₂H₂ それぞれを混合して使用した。TiCN 膜は膜質に及ぼす因子として反応ガスの混合率を変化させて膜を作成した。その実験条件を表 1 に示す。



*機械金属部

表1 生成条件

処 理	電子銃出力		イオン化		反 応 ガ ス	ガ ス 圧 力 Torr	基 板 電 圧 (V)	基板加熱 温 度 (°C)	時 間 MIN.
	Acc (kv)	IE (mA)	電圧 (V)	電流 (A)					
スパッタリング	—	—	—	—	Ar	2.5×10^{-2}	300	300	10
Ti 皮膜	9	400	40	40	—	5×10^{-5}	300	300	5
TiN	9	400	40	40	N ₂	3×10^{-4}	300	300	20
TiCN	9	400	40	40	N ₂ , C ₂ H ₂ 75:25 50:50 25:75	3×10^{-4}	300	300	20
TiC	9	400	40	40	C ₂ H ₂	3×10^{-4}	300	300	20

2.3 薄膜の評価

作成した薄膜は、走査型電子顕微鏡による膜厚測定、表面の観察、X線回折による相組成、結晶性の比較、ビッカース硬度計による表面硬さの測定および引掻き試験による密着性の評価を行った。

摩擦特性の評価は一定荷重による繰り返し摩擦試験を行い摩擦係数の変化を調べた。

3. 結 果

3.1 膜組成と結晶性

作成した薄膜のX線回折の結果を図2に示す。X線回折の結果、いずれの膜も結晶性に優れた薄膜が得られた。いずれの膜も(111)に強い配向性を示した。反応ガスを混合させた場合には(111)ピークはTiCとTiNの間に入っていることからTiCNの複合膜になっていると思われる。EPMAの分析からTiCNの複合膜になっていることを確認した。しかし、混合率(1:1)の場合には(111)ピークは小さくなりTiのピークが見られ結晶性が落ちる傾向がある。これは、反応ガスを混合させた場合に何らかの原因イオン化が不安定になることが考えられる。今後、詳細に検討する必要がある³⁾。

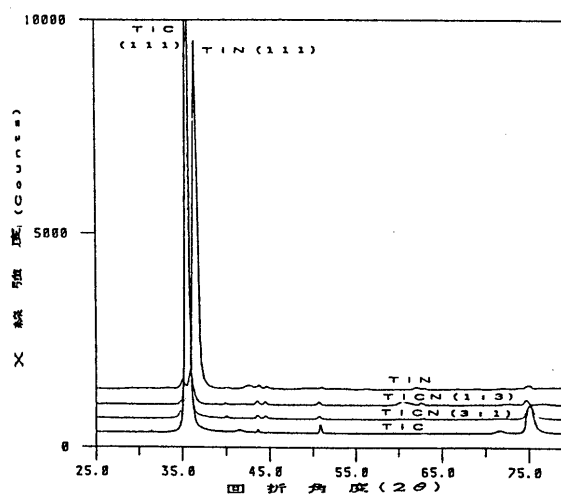


図2 反応ガス組成と結晶性

3.2 硬 さ

反応ガス組成と硬さの関係を図3に示す。作成した薄膜の膜厚は約4 μ mである。

硬さ測定時の荷重は25gfで測定した。TiN膜はHV2100, TiC膜でHV

2900程度であった。また、反応ガスの比率により変化しC₂H₂が多くなるほど高くなった。これはTiN膜中に取り込まれるC元素の量に対応している。

このことから反応ガスをコントロールすることにより目的の硬さのある程度制御できることがわかった。しかし、N₂, C₂H₂を1:1で混合させた場合には硬さは低くなった。このことから蒸発物とガスが十分に反応していないことが伺われる。

3.3 密着性

膜組成と剥離限界荷重の関係を図4に示す。試験の結果TiNがTiCよりも剥離限界荷重はやや高い傾向がみられた。これは膜自体のじん性値と関連していると思われる。反応ガスを混合してTiCNにした場合にはN₂が増えるに従いやや剥離限界荷重は向上した。

また、TiNはTiCに比較して引掻時の抵抗が小さい。また、ガスを混合した場合にはC₂H₂が多くなるほど引掻抵抗は高くなる。これはTiCが引掻針のダイヤモンドと同じC元素のために親和力が大きいためと思われ膜中のC濃度と対応する。また密着力は前処理や生成条件により大きく変化することもあり洗浄や前処理に十分に配慮する必要がある。

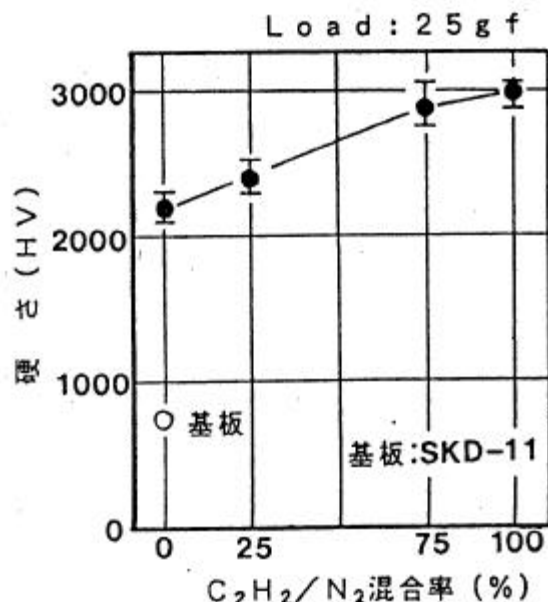


図3 反応ガス組成と硬さ

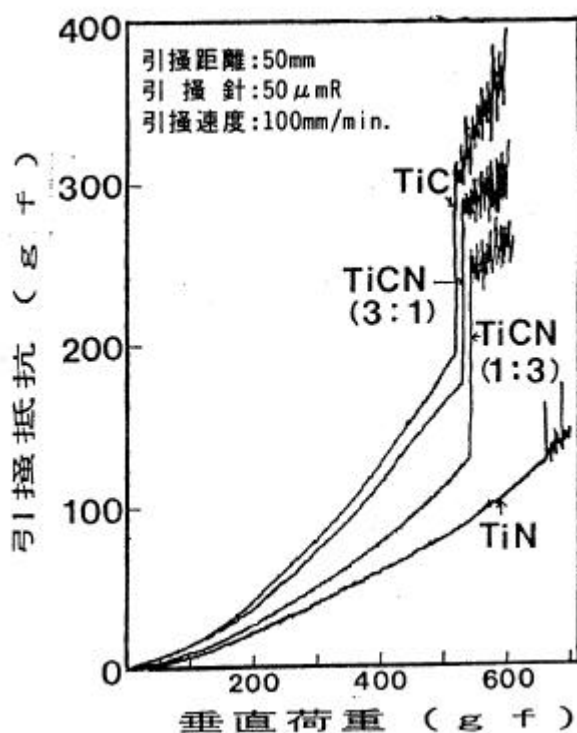


図4 膜組成と密着性

3.4 摩擦特性

摩擦試験は 1/8 インチの超硬ボールに TiN, TiC をコーティングし、一定荷重での繰り返し摩擦を行い摩擦係数の変化を調べた。比較のために鋼、超硬球のコーティングなしについても試験を行った。荷重は100, 250, 500gf である。相手材料としては軟鋼(SPCC), 表面処理鋼板(Zn ハキ)ステンレス鋼(SUS304)とした。

荷重 500gf の時の試験結果を図5, 6, 7 に示す。軟鋼に対しては超硬、TiC が良好な摩擦特性を示した。しかし、ステンレス鋼や焼き付き、カジリの発生しやすいZnめつき鋼板では鋼、超硬、TiC が早い段階で凝着によると思われる急激な摩擦係数の増加が見られたのに対し TiN は摩擦係数が低く安定した摩擦特性を示した。このことからTiN は軟加工材などのカジリ対策として有効であると思われる。

荷 重 : 500 gf (4.9 N)
摩擦速度 : 100 mm/min.
摩擦距離 : 50 mm

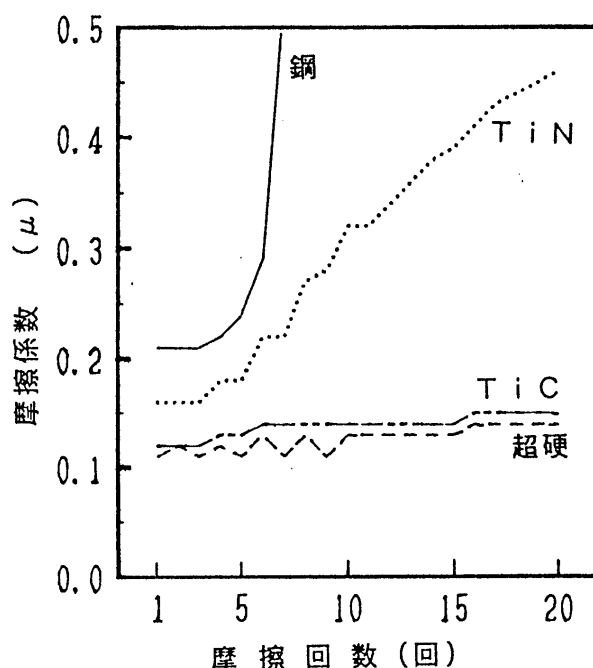


図5 摩擦特性(軟鋼:SPCC)

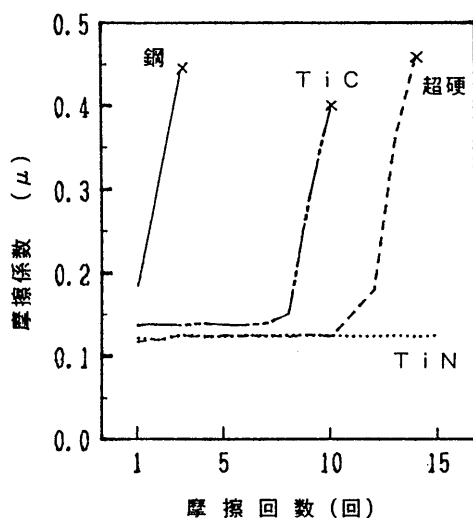


図6 摩擦特性(Zn ハキ鋼板)

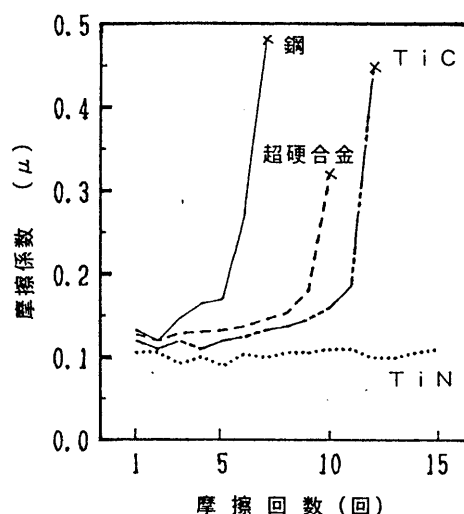


図7 摩擦特性(SUS304)

表面処理鋼板の摩擦試験後の SEM 像と摩擦抵抗の変化を図8 に示す。TiN 処理した(a)においては滑らかな表面をして摩擦抵抗も安定しているのに対し(b)の無処理の超硬合金においては明らかに凝着によると思われるカジリと摩擦抵抗の大きな変化が見受けられる。

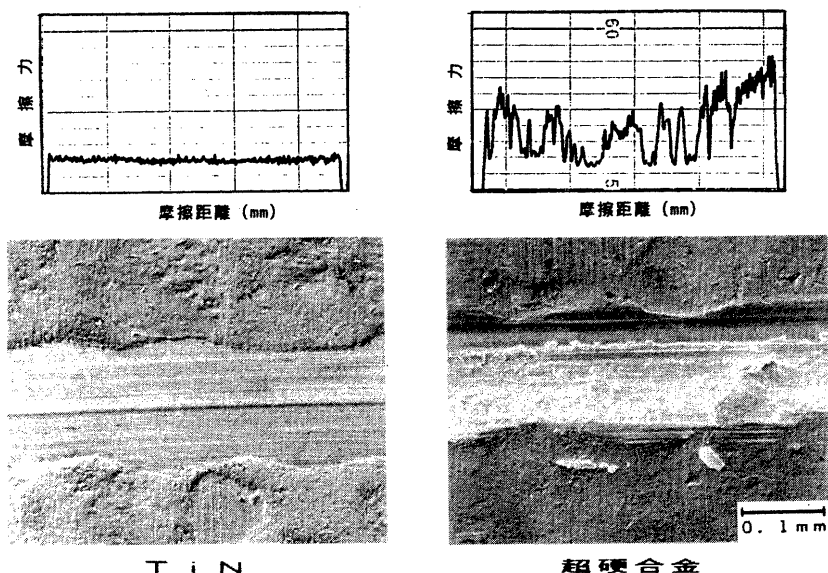


図8 摩擦試験後の表面状態と摩擦力の変化(Zn メッキ鋼板: 15 回後)

3.5 適用化試験

軟加工材料であるステンレス鋼の加工用金型にイオンプレーティング処理を行った。

膜の種類は摩擦試験の結果からステンレス鋼との相性のいい TiN 膜を選定し 4 μ m]-ティングした。母材は超硬合金である。この結果、無処理の状態では凝着によるカジリが発生し加工できなかったものが焼き付きが発生しなくなり加工が可能になった。3000 個加工後のパンチを EPMA で分析をした結果ある一部において摩耗による TiN 膜の膜厚減少や下地の露出がみられた。

4. まとめ

イオンプレーティングによる TiCN 膜の生成条件と膜の特性を調べた。

- 1) 導入する反応ガスの種類と条件を選択することにより、目的とする生成相や硬さなど特性を変えた TiCN 被膜を得ることができる。
- 2) 生成された TiCN 膜は膜中の C 濃度と密着性および硬さとの関係があり C 濃度が高いほど硬さは大きくなるが密着性は小さくなる。
- 3) 一定荷重での摩擦試験で TiN はステンレスに対して凝着しにくく摩擦特性に優れている。

参考文献

- 1) たとえば島田: 金属表面技術協会誌, vo1.35, No.1, P67 ~ 70
- 2) 染 谷: プレス技術, vo1.23, No.8, P40 ~ 47
- 3) 沖ほか: 金属表面技術協会誌, vo1.35, No.1, P62 ~ 66