

Mechanical properties of thin films controled residual stress by substrate vibration.

○ 正 鈴木崇雅 (名大院・工)

正 松室昭仁 (名大・工)

Takamasa SUZUKI, Nagoya University, Frou-cho, Chikusa-ku, Nagoya, Aichi

Akihito MATSUMURO, Nagoya University

Key Word : Substrate vibration, Residual Stress, Mechanical properties, Thin films,

1. はじめに

DLC, TiN, CrN などは表面改質膜として用いられ、機器の性能を飛躍的に向上させている。しかし、薄膜には剥離の問題があり、その主因は薄膜-基板間に発生する残留応力であると考えられている。これまで、残留応力制御は成膜条件のを変化や、中間層の形成により行われている。しかし、これらの手法は薄膜の配向性や組成を変化させるため膜の特性を劣化させるだけでなく、最適条件の探索に大きな労力が必要である。このため、薄膜形成技術が発展する上で大きな障害となっている。

そこで我々は基板励振法により薄膜の残留応力を制御する手法⁽¹⁾を提案した。この手法は結晶性の薄膜を形成する際に基板に垂直方向に縦振動させることにより、残留応力の大きさを任意に制御できる。本報告では基板励振法を用いて残留応力制御を行った膜の硬さ、弾性係数、摩擦係数、摩耗量、剥離に対する耐久性について硬質材料として有用な TiN, Ti 薄膜を用いて考察した。

2. 実験方法

2.1 成膜方法

Fig.1 に成膜装置の概略を示す。EB 加熱蒸着装置を用いた。Ti は真空中で、TiN は窒素ガス雰囲気中で成膜を行った。Ti の膜厚は 300 nm と一定にし、TiN は膜厚に対する依存性を検討するために膜厚を 100, 200, 400 nm とした。基板には Si (100)を用い、成膜前にアセトン中で超音波洗浄を行った。基板ホルダー内に設置した PZT 素子に振動数 100 Hz、印加電圧 0-100 V にて、基板の励振を行った。このときの印加電圧と振幅の関係は 0.2 nm/V である。

2.2 機械的性質の測定

薄膜の硬さに関してはナノインデンテーション法により、ダイヤモンド製 Berkovich 圧子を用いて測定を行った。押し込み荷重 0.8-3 mN で 0.2mN ごとに測定し、押し込み深

さと硬さの関係から外挿し、基板に依存しない膜固有の硬さを算出した。

耐摩耗性の試験にはピンオンディスク式摩擦試験機を用いて相対湿度 35 - 50 % , 室温 20 °C , 大気圧中で無潤滑下で行った。相手材には $\phi 5$ mm 鋼球 (JIS G 3539 SWCH 10R) を用いた。摩擦係数評価及び耐摩耗性試験時に荷重を 550 mN、回転数を 60 rpm 回転半径を 5 mm とした。また、鋼球及び試料は試験前にアセトン中で超音波洗浄を行った。摩擦係数は初期摺動を終え、膜の破壊が起こらない 50 回転から 100 回転の値を平均した。摩耗量は TiN は 100 回転後、Ti は 50 回転後の摩耗痕の断面積を触針式段差形を用いて測定した。剥離耐久性は基板と鋼球の摩擦係数である 0.6 に達した時に膜が破壊したとし、この時の回転数を比較した。

3. 実験結果及び考察

3.1 残留応力変化

形成された薄膜の残留応力測定は、表面形状測定装置を用いて測定された曲率半径から Stoney 法によって算出した。TiN 及び Ti の残留応力変化を Fig. 2 に示す。いずれの膜も残留応力が圧縮応力から残留応力 0 の点を通り引張り応力まで制御できることが分かった。TiN については膜厚に関係なく同様な傾向で残留応力が制御できた。また、作製した薄膜は Ti, TiN 共に、残留応力の変化と膜厚の変化による配向性の変化と組成の変化、界面化合物の生成はなく、表面粗さについても、いずれの膜も $Ra=1\sim 2$ nm で変わらないものであった。

3.2 硬さ試験

残留応力の変化に伴う硬さの変化を Fig. 3 に示す。すべての膜において圧縮応力の低下に伴う硬さの低下が見られた。TiN 薄膜では膜厚に依らず残留応力 1 GPa あたり 0.4

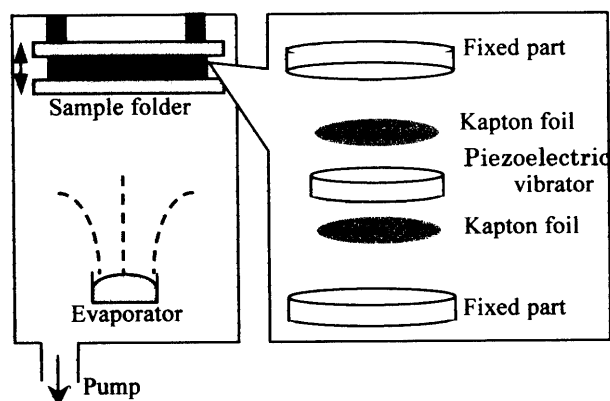


Fig. 1 Schematic of deposition system

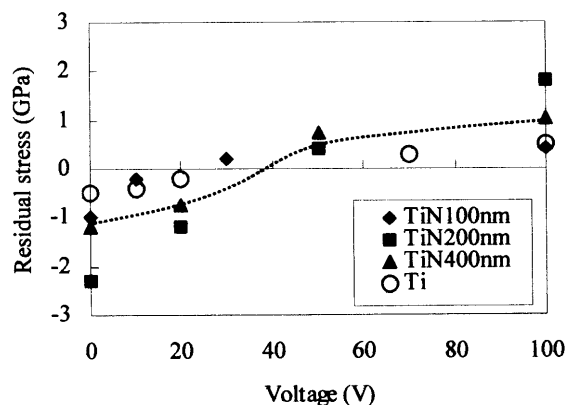


Fig. 2 Variations of residual stress with voltage

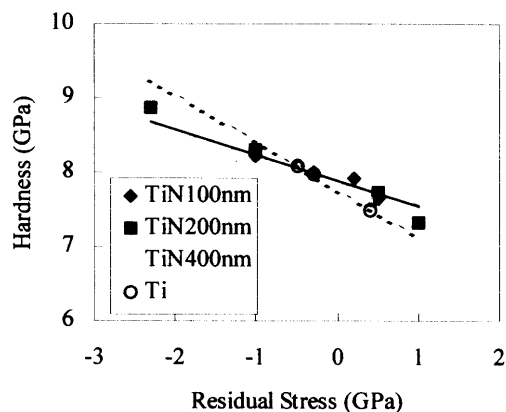


Fig. 3 Variations of hardness with residual stress

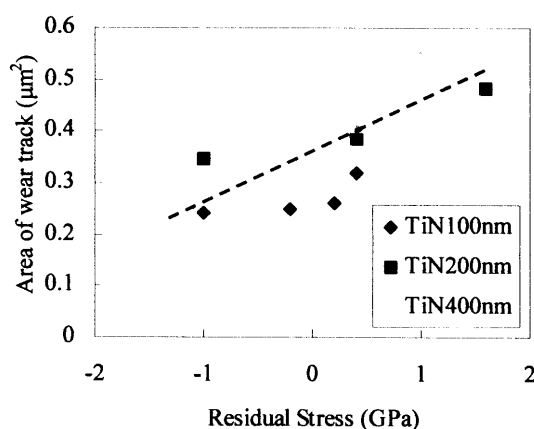


Fig. 4 Variations of wear track area with residual stress

GPa, Ti 薄膜では 0.6 GPa の硬さ変化が見られた。これは曲げ応力の低下により測定された硬さ変化である残留応力 1GPa 当り硬度変化 1GPa⁽²⁾と定性的に一致している。

3.3 摩擦特性

摩擦係数に関してはすべての膜において 0.28~0.33 で、本装置の誤差範囲内で一定であり残留応力による変化は観察されなかった。

残留応力の変化に伴う TiN の摩耗量の変化を Fig. 4 に表す。すべての膜厚において圧縮応力が緩和されるに従って、摩耗量が増える傾向にある。また、Ti についても同様の傾向性が見られた。これらの摩耗量の増加は、圧縮応力の低下による硬さの低下に起因するものと考えられる。

次に残留応力の変化に伴う TiN, Ti 薄膜の剥離耐久性(剥離時の摩擦回数)の変化を Fig. 5 に示す。Ti, TiN すべての膜厚において圧縮側・引張側共に、残留応力の絶対値が小さくなるほど剥離に対する耐久性が大きくなることが分かった。Fig. 6 に膜厚 200 nm, 残留応力(a) -2.4 GPa, (b) 0.4 GPa の 100 回転後の摩耗痕の一例を示す。(a) の残留応力の大きな薄膜の摩耗痕には所々で剥離が見られている。(b) の残留応力の小さな薄膜の摩耗痕には剥離箇所は見られなかった。これらのことから基板励振法により残留応力を緩和することは薄膜の耐久性を向上させる有効な手法であることが明らかになった。

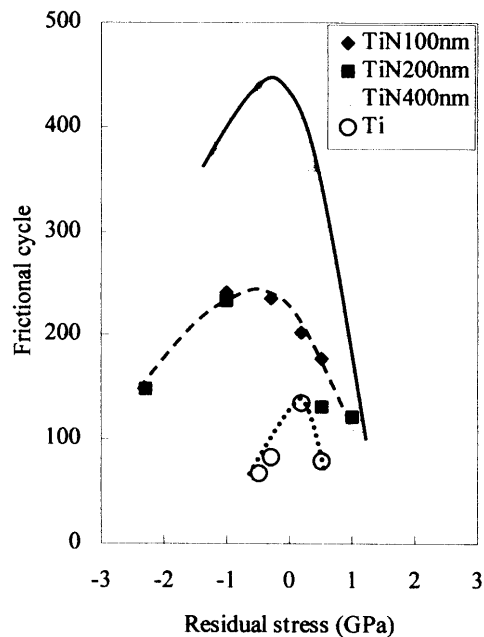


Fig. 5 Results of wear life

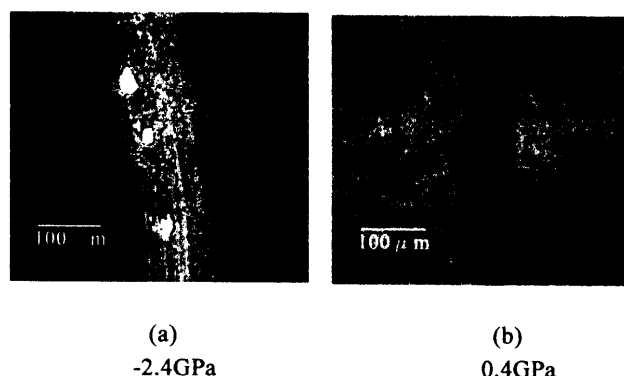


Fig. 6 Images of wear tracks after 100 cycle in 200nm TiN films

4. まとめ

基板励振法により残留応力制御された薄膜の機械的特性について以下のことを明らかにした。

- (1) 残留応力と機械的特性の関係は膜厚に依らず定性的に一致した。
- (2) 圧縮応力を緩和することにより硬さは低下し、摩耗量が増加した。
- (3) 残留応力の大きさを緩和することで剥離に起因する耐久性を向上させることができた。

以上の結果、基板励振法による残留応力制御は薄膜の剥離に対する耐久性を向上させるのに有効であることが分かった。

5. 参考文献

- (1) 松室昭仁 鈴木崇雅 久保山剛 森野大輔 真田祐紀 機械学会論文集 (投稿中)
- (2) A. W. Eberhardt, R. Pandey, J. M. Williams, J. J. Weimer, D. Ila and R. L. Zimmerman. Materials Science and Engineering A, **229** (1997) 147-155