The Society of Materials Science, Japan

102

AIP 法により SKD61 基板に被覆した TiAlSiN 薄膜材の摩耗挙動に関する研究

徳島大学[院]　○松田裕也　　徳島大学[工]　米倉大介　村上理一

1 緒言

AIP 法によって作製した薄膜にドロップレット形成されることがある。ドロップレットは、ターゲットが成膜過程において完全に蒸発せず、液滴状のまま基板材に付着し、膜の表面粗さを粗くさせる。これを通じて摩擦摩耗特性に大きな影響をおよぼす。

一般に Al は容易に Ti に固溶し、靭性を害することなく強度が向上することで知られている [1] ことから、TiAlN 薄膜および TiAlN 薄膜に他元素を添加した薄膜は摩擦摩耗対策に大変有用であると考えられ、これまでの研究において TiAlSiN 薄膜が大変良好な耐摩擦摩耗特性を示した。上記の背景より本研究では AIP 法により SKD61 基板に被覆した TiAlSiN 薄膜に着目し、薄膜の成分および結晶構造の分析を行うと同時に、薄膜自身の表面粗さとドロップレットが膜特性および摩耗特性に与える影響を詳細に検討した。

2 実験装置及び実験方法

本研究では鏡面加工を施した φ20×10mm の SKD61 試験片に TiAlSiN 薄膜を AIP 法により被覆した。表 1 に成膜パラメータを示す。その後 X 線回折装置、蛍光 X 線装置およびエネルギ分散型 X 線解析装置により、結晶構造分析、成分分析および面分析を行い、詳細な検討を行なった。

Table 1　Process parameter of AIP

	Bombard	Coating
Base pressure	3.0×10^{-5}Torr	
Process gas (N_2) flow	53sccm	300sccm
Way of gas control	flow	pressure
Treatment time	1.0min	100min
Arc current	60A	200A
Vies voltage	700V	300V
Treatment pressure	3.8mTorr	20mTorr
Temperature of heater	500℃	300℃

Table 2　Surface roughness of films

	Treatment	Surface roughness (Ra: Å)
A film		8,900
B film	Polishing by emery paper(#150)	4,100
C film	Polishing by emery paper(#800)	2,000
D film	Buff polishing by Al_2O_3 powder(0.06 μm)	1,700

次に表面粗さを表 2 に示す A、B、C および D 膜の 4 種類に変化させた。それらを表面形状測定装置によって測定した表面状態を図 1 に示す。これらの膜においてボールオンディスク方式の摩擦摩耗試験(相手材：SUJ2 ボール)を大気中、無潤滑下で行った。すべり速度は 250　mm/sec、垂直負荷荷重は 10N、すべり距離 5,000m とした。評価方法として、摩擦係数、摩耗係数、試験片ならびに相手材ボールの摩耗質量、体積の測定および光学顕微鏡、SEM による摩耗痕観察を行った。なお、すべり距離 100、500、1,000、2,000、3,000m 時には試験を一時停止し、試験片ならびに相手材ボールの摩耗質量測定および摩耗痕観察を随時行なった。

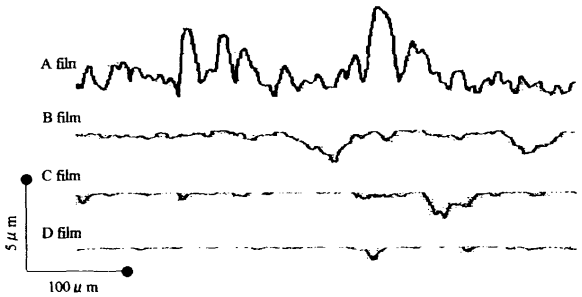

Fig. 1　Surface condition of films

3 実験結果と考察

3.1　X 線回折および蛍光 X 線分析結果　TiAlSiN 薄膜の X 線回折結果を図 2 に示す。Si が $Ti_7Al_5Si_{12}$ という形で検出されたが、蛍光 X 線装置では検出されなかった。Si の絶対量が微量であったためと思われる。またターゲット時に約 1:1 であった Ti:Al 比は 1:1.7 に変化した。蒸発した Ti の一部が成膜されなかったことが原因と考えられる。

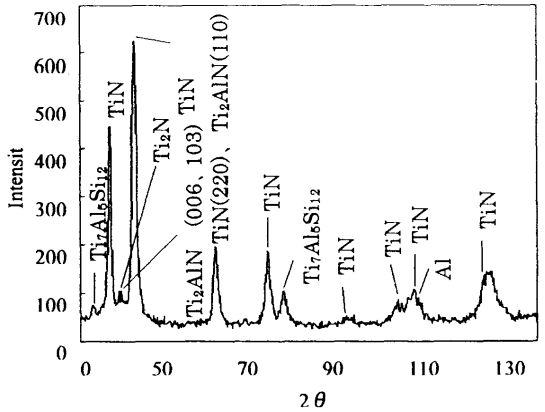

Fig. 2　XRD spectrum of TiAlSiN

3.2　膜表面観察結果　図 3 に A および D 膜の SEM 観察画像を示す。A 膜において白色に観察される表面上のドロップレットは D 膜表面上から脱落し、平滑に加工されている。B および C 膜においても表面上のドロップレットはいずれも大半が脱落していた。また、ドロップレットが脱落せず削られた状態も少数ではあるが B、C および D 膜表面に白い円形状に観察することができた。

NII-Electronic Library Service

The Society of Materials Science, Japan

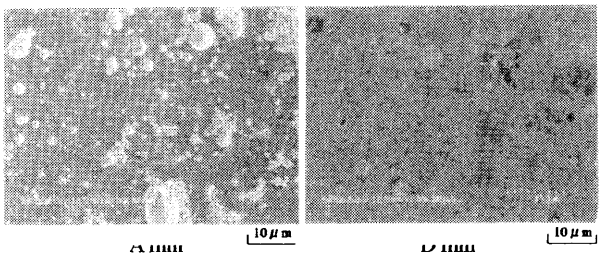

Fig. 3 SEM micrographs of A and D film's surface

3.3 試験片摩耗量測定結果 試験片の摩耗量はいずれも±1mg 以内に収まる低い値となり、表面粗さの影響は認められなかった。図 4 に示すように、全ての薄膜において初期摩耗に差が見られるが、すべり距離 500m を超えてからは変動が極めて少ない。このことから膜の摩耗および凝着はどちらも小規模であり、一度その現象が起きた後は大きな変動を起こしにくいことが分かる。初期摩耗時に表面上に存在するドロップレットが脱落し、それに伴って小規模な膜の剥離が起き、その量は微量で今回のように凝着量が摩耗量を上回る場合もあると考えられる。これらのことから摩耗質量と膜表面粗さの間に相関関係は認められなかったが、TiAlSiN 薄膜の摩耗形態を考察することができた。

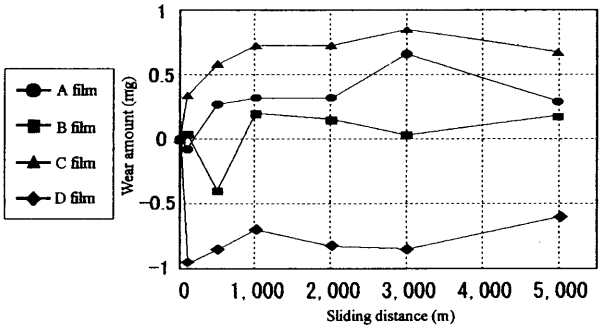

Fig. 4 Wear amount of TiAlSiN films

3.4 試験片摩耗体積測定結果 摩耗体積の測定では、表面形状測定装置によって全ての膜で増加が確認された。図 5 に示すように A、B、C および D 薄膜摩耗痕の表面形状は主に凸状となっている。これらの波形は代表的な表面形状測定結果を抜粋し、比較のため縦軸を統一してある。

エネルギ分散型 X 線解析装置による面分析の結果、全ての膜に図 6 に示すような大規模な Fe (SUJ2) の分布が確認され、この個所は表面形状測定装置により凸状部分であることが分かった。Fe の分布が少ない個所では主に Ti と Al が分布しており、これらのことから相手材 SUJ2 の TiAlSiN 薄膜表面上に対する大規模な凝着が証明された。A、B、C および D 膜摩耗痕全てにおいて同様の凝着が観察されている。

凝着体積は摩耗痕部の表面形状測定によって近似的に算出した結果、A 膜が 6.52×10^{6}、B 膜が 5.23×10^{6}、C 膜が 3.40×10^{6}、D 膜が 3.19×10^{6}(いずれも μm^3)となり、表面粗さの大きい膜ほど多くなる傾向となった。摩耗質量測定結果においてこの傾向が認められなかったのは、摩耗体積測定における表面形状測定装置の触針が微小な凹状部分を感知しないためと思われる。凸状部分は必ず感知されることから、図 5 の結果が示すように凝着摩耗が起こっていることは確実である。

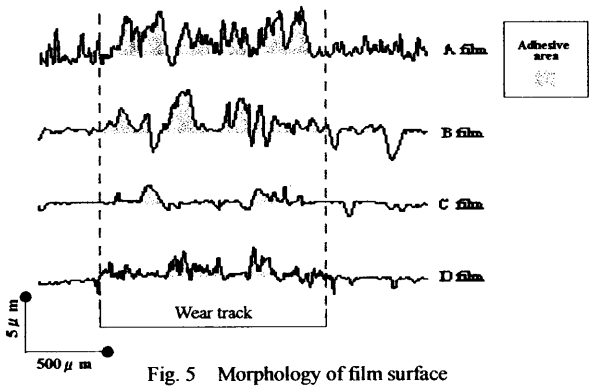

Fig. 5 Morphology of film surface

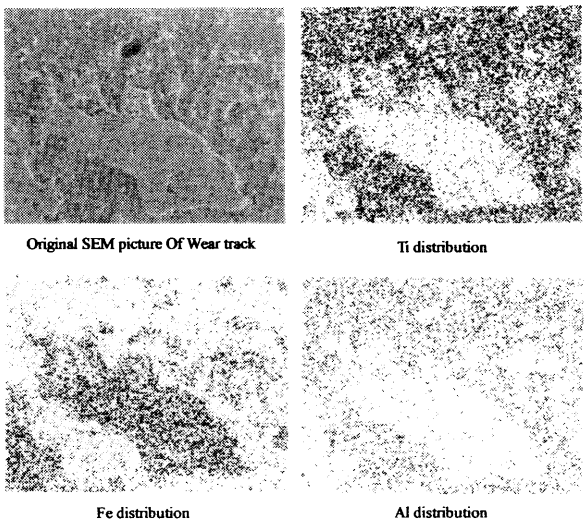

Fig. 6 Plane analysis result of wear track

3.5 ボール摩耗量測定結果 相手材ボール摩耗量は、全ての薄膜においてすべり距離と比例して増加した。A 膜ボール摩耗量は約 12mg、他膜ボールはどれも約 4mg の摩耗量であったことから、表面上のドロップレットが相手材ボールの摩耗に強く影響していることが分かる。ドロップレットが相手材ボールにとってヤスリのような役割を果たしたものと考えられる。

また、相手材ボール摩耗痕が全てほぼ真円形状となった。膜に摩耗があった場合、相手材ボールの摩耗痕形状は楕円形になることから、今回の TiAlSiN 薄膜は A、B、C および D 膜全てにおいて深刻な摩耗は起こっていないと判断できる。

4 結言

(1) TiAlSiN 薄膜の含まれる Si は微量で $Ti_7Al_5Si_{12}$ 形でのみ存在する。またターゲット時には等量であった Ti:Al 比は被覆後に約 1:1.7 となる。

(2) TiAlSiN 薄膜は今回の摩擦摩耗試験において凝着摩耗が主となり、薄膜表面粗さの高いものほどその凝着量は多い。摩耗量および凝着量は初期摩耗後ほとんど変動しない。

(3) 膜表面上に付着するドロップレットは相手材表面に深刻な影響を与えるが、そのほとんどは手磨きによる研磨で脱落させることができる。

参考文献

1) 馬場秋次郎、"機械工学必携 第 7 版"、p229(1996)

NII-Electronic Library Service