

イオンビームを援用したナノ表面形態制御によるセラミックス薄膜の高機能化

研究代表者 兵庫県立大学大学院工学研究科
助教 中谷 正憲

1 研究の背景と目的

近年、環境問題の観点から機械加工においては冷却水の使用量を減らしたセミドライ加工または全くしないドライ加工が注目されている。その一方で、生産効率の向上のための高速加工に対する要求も高い。しかしながら、高速加工においては著しい発熱を伴うため、特にアルミニウムなどの低融点金属では切りくずの溶融による工具や金型への凝着が起りやすく、工具や金型の損傷を誘発する。したがって、摩擦抵抗の低減により発熱を抑制するとともに、溶融した金属の凝着をコントロールする必要がある。

摩擦特性および濡れ性（溶融金属の馴染みやすさ）は、どちらも表面の材料的な因子に依存することから、例えば耐摩耗性向上のための高硬質コーティングや潤滑性に優れた DLC コーティングなど物質そのものに関する研究が進められてきた。一方で、それらの物性は幾何学的形状にも強く依存する物理特性ことが知られており、近年の微細加工技術や成膜技術の向上に伴って、表面微細構造の制御およびその物性に関する研究が注目されている。工具や金型への適用を考えた場合に、マイクロマシニングなどによる微細構造形成と高硬質コーティングを組み合わせることによって、両方の特性の改善・制御が可能となる。しかしながら、少なくとも2つの工程を経る必要があり、工具の生産効率の低下やコストの上昇が懸念される。

本研究では、高密着性コーティング法であるイオンビーム支援蒸着法を用いて、表面にナノからサブマイクロオーダーの微細な構造を有する硬質セラミックスコーティング法を確立することを目的として、成膜手法について検討するとともに、その摩擦・摩耗特性および濡れ性の評価を行った。

2 研究方法・研究内容

2 - 1 研究内容

本研究においては、イオンビーム支援蒸着法により島状ナノ構造を有する TiN 薄膜を成膜し、島の寸法など形状を変化させる成膜条件について検討する。つぎに、作製した薄に対して、ボールオンディスク試験により摩擦・摩耗特性を、液滴の接触角測定により濡れ性を評価した。表面性状が摩擦・摩耗特性および濡れ性に及ぼす影響について検討した。

2 - 2 研究方法

成膜にはイオンビーム支援蒸着法を用いた。基板にはシリコン基板と冷間工具鋼 SKD61 を用いた。本実験においては、純チタンを電子ビーム蒸発させると同時に窒素イオンビームを照射することによって TiN 薄膜を成膜した。成膜装置の模式図を図 1 に示す。通常、基板を固定した状態あるいは面内で回転する状態で成膜することが多いが、図 1 の丸棒に基板

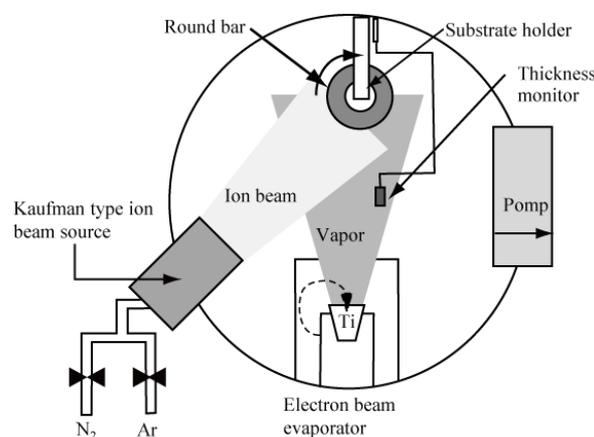


図 1 成膜装置の模式図

を固定し、丸棒を軸回転させながら成膜した。本研究では基板の回転速度を種々変更して成膜した。以下では、回転させて成膜した回転材に対して、イオンビームが表面に対して斜め 45° から照射されるように基板を固定して成膜した薄膜を固定材と呼ぶ。

摩擦・摩耗特性はボールオンディスク試験により評価した。炭素鋼球に垂直荷重 1.96N または 9.8N を加えた状態で水平方向に振幅 2mm で往復運動させた。濡れ性は表面に滴下した液滴の輪郭形状から接触角を測定して評価した。

3 研究成果

3 - 1 島状ナノ構造を有する TiN 薄膜の作製

回転速度を変えて成膜した薄膜の表面を固定材 (0rpm) と比較して図 2 に示す。固定材は凹凸が少なく極めて平滑な表面であるのに対して、回転材は直径 100~200 nm 程度の島状ナノ構造を有していることがわかる。回転材においては、丸棒に固定した基板が回転している過程で、蒸発流やイオンビームの入射角は絶えず変化する。中でも、チタンの蒸発流が基板に対してすれすれの角度から到達する場合には、すでに形成された核がその後方への蒸発流の到達を阻害し、結晶の成長が抑制される。これを自己遮蔽効果と呼ぶ。回転によって、蒸発流の入射角が小さくなると均一的に結晶は成長する。このプロセスを繰り返すことにより、島状の構造が形成されたと考えられる。

つぎに、回転速度の影響についてみると、回転速度 0.1 rpm の場合には島状の構造が見られるものの、その表面は連続的で、比較的平坦である。1 回転あたりに成膜される膜厚がおよそ 200 nm と大きく、膜成長の初期段階で島同士の合体が進んだ結果と考えられる。さらに回転速度が速くなると、はっきりとした島の形を呈し、その寸法は小さくなる傾向にあった。また、原子間力顕微鏡により測定した表面粗さ回転速度の関係を図 3 に示す。回転速度を増加すると表面粗さは増加した。これは、回転速度が速くなるほど、一回転中の核成長時間が短くなり、個々の島の合体 (水平方向への結晶の成長) が抑制されるためと考えられる。

上記は極めて平滑な Si 基板に対して成膜した場合の結果であるが、鏡面研磨仕上げの冷間工具鋼に成膜した場合には回転速度との相関は見られなかった。結晶性の違い (Si 基板は単結晶、工具鋼基板は多結晶) や工具鋼基材の表面に残存する加工痕が影響したと考えられる。

3 - 2 濡れ性評価

測定した接触角と回転速度の関係を図 4 に示す。表面ナノ構造を有する薄膜における接

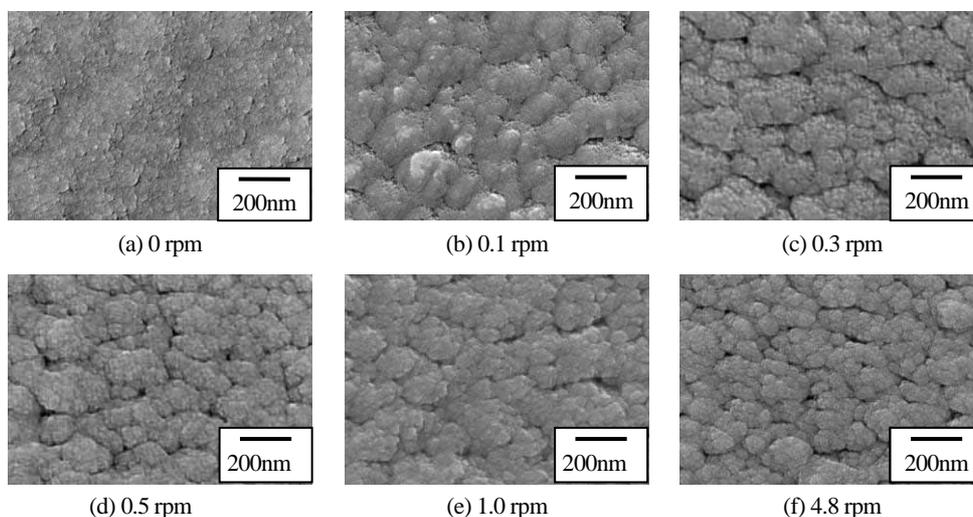


図 2 島状ナノ構造 TiN 薄膜の表面性状に及ぼす回転速度の影響

触角は、平滑な薄膜におけるそれと比べて大きくなった。また、触角は回転速度が速くなるほど増加した。前述の表面粗さの測定結果を併せて考えると、表面粗さが大きくなるほど、TiN との実接触面積が減り、空気との接触面積が増えるため、触角は大きくなったと考えられる。このことから、薄膜の表面微細構造を制御することにより、液体に対する濡れ性を制御できると言える。

3 - 3 摩擦・摩耗特性

往復式ボールオンディスク試験中（垂直荷重 1.96N）における摩擦係数の変化を図 5(a) に示す。また、工具鋼基板上的薄膜の表面粗さおよびビッカース硬さの測定結果を表 1 に示す。島状構造を有する 3 種類の薄膜は未処理材や固定材と比較して 50~60%の摩擦係数となり、初期の摩耗において島状構造を付与させることで摩擦係数を低減できることがわかった。また、シビア摩耗から定常摩耗に遷移するまでの時間は、島の寸法、表面粗さが大きく、硬度が低いほど短かった。

つぎに、アプレシブ摩耗状態（垂直荷重 9.8N）における摩耗試験中の摩擦係数の変化を図 5(b)に示す。摩擦係数が著しく上昇するまでの時間を比較すると、TiN-2.0rpm、TiN-4.8rpm、TiN-0.3rpm の順に遅くなっており、島の寸法が大きく、硬度が低いほど遅くなる傾向が見られた。これは、溝深さが大きいほど島状構造の凹部に摩擦面で発生した摩耗粉がトラップされ、アプレシブ摩耗の進行が抑制されたことが原因であると考えられる。また、島状

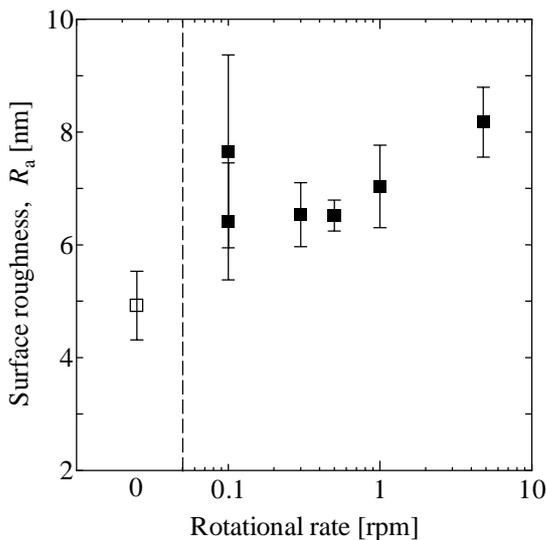


図 3 TiN 薄膜の表面粗さに及ぼす回転速度の影響

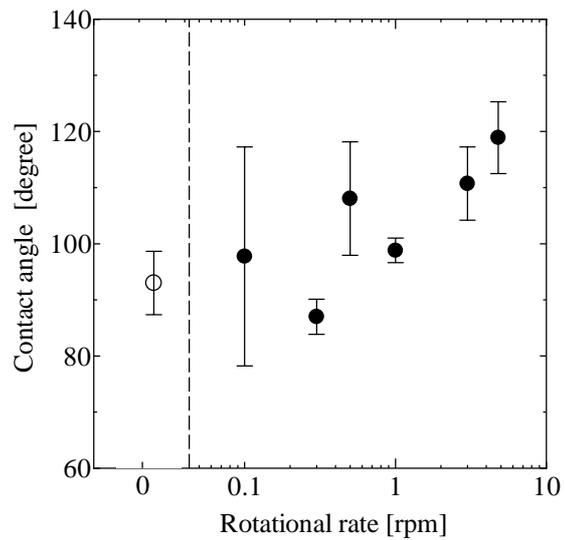
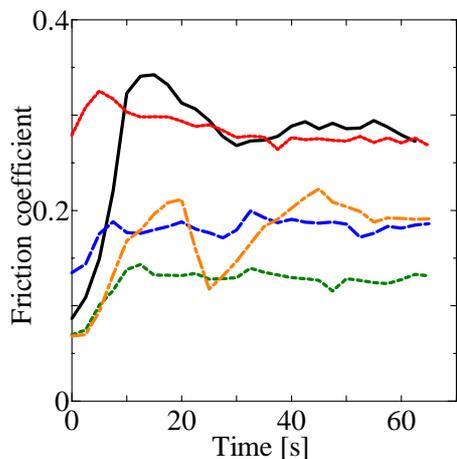
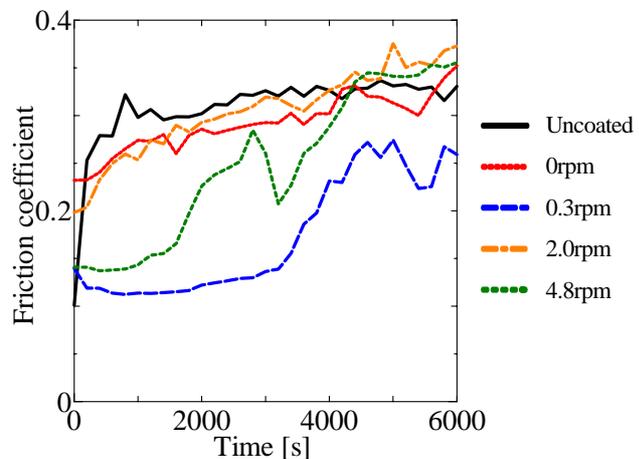


図 4 TiN 薄膜の接触角に及ぼす回転速度の影響



(a) $P_v=1.96\text{ N}$



(b) $P_v=9.8\text{ N}$

図 5 ボールオンディスク試験中における摩擦係数の変化

構造を有する TiN-0.3rpm, TiN-4.8rpm は摩擦係数が一定に保たれる時間が未処理材, TiN-0rpm と比較して長いことから, 島状ナノ構造の付与により摩耗の進行を抑制できることがわかった。

4 研究がもたらす効果および波及効果

本研究で得られた結論は以下のとおりである。

1. イオンビーム支援蒸着法において, 基板を面外方向に回転させながら成膜することにより, ナノからサブマイクロオーダーの表面構造を有する TiN 薄膜 (島状ナノ構造 TiN 薄膜) を作製することができ, その寸法も制御することができる。
2. 表面構造を有することにより, 従来の平滑な TiN 薄膜よりも撥水性が強くなり, 表面粗さに依存する。
3. 表面構造を有することにより, 平滑な TiN 薄膜よりも摩擦係数は小さくなり, 耐摩耗性は向上する。

したがって 本研究で作製した島状ナノ構造 TiN 薄膜の表面構造を制御することにより, 濡れ性および摩擦・摩耗特性の両方から最適な TiN コーティング条件を見出すことができるといえる。今年度はそれぞれの特性について個々に検討したが, 実機においては, 潤滑条件下でアルミニウムなどの低融点金属の切削という複雑な条件下で使用されることから, それらを模擬した条件で検討を行い, 表面構造の効果や最適条件などを明らかにする必要がある。それによって, 従来の表面改質法に比べて工具寿命の大幅な向上や冷却水使用量の低減が可能となる。

近年では, 生物特有の特性 (ハスの葉の超撥水性など) が非常に注目されており, それらは特異な表面形状やマルチスケールな表面構造を有することが知られている。したがって, 従来の微細加工技術によるマイクロスケールの構造と本研究で提案したサブマイクロスケールの構造を複合化することによって, さらなる機能の向上が期待できる。

また, 幾何学的な表面の微細構造は, 濡れ性や摩擦・摩耗特性のほかに, 光学特性や電気特性などさまざまな物理特性と密接に関係している。本研究で用いたイオンビーム支援蒸着法は蒸発材料の選択肢が広く, 成膜材料を変更することによってさまざまなコーティングあるいは薄膜材料の高機能化が可能となる。

末筆となりますが, 本研究の遂行にあたり財団法人ひょうご科学技術協会より多大なご支援をいただいたことを厚く御礼申し上げます。