

金型への応用を想定したHIPIMS膜の機械的特性評価

寺西 義一^{*1)} 近藤 ゆりこ^{*1)} 長坂 浩志^{*1)} 渡部 友太郎^{*2)}
 森河 和雄^{*3)} 清水 徹英^{*4)}

Evaluation of mechanical property of HIPIMS deposition assuming metal die application

Yoshikazu Teranishi^{*1)}, Kondou Yuriko^{*1)}, Hiroshi Nagasaka^{*1)}, Tomotaro Watanabe^{*2)}

Kazuo Morikawa^{*3)}, Tetsuhide Shimizu^{*4)}

キーワード：HIPIMS膜，機械特性 密着摩耗試験

Keywords：HIPIMS deposition, Mechanical property, Adhesion and wear test

1. はじめに

一般に金型は，寿命を延ばすために，金型表面に硬質膜を成膜する場合が多い。金型表面の皮膜に要求される特性は，密着性が良く，緻密で硬質，平滑であること，付き回り性がよいことなどである。さらに近年，精密金型などは製品精度に対する要求が高く，従来の成膜法と比較して，より平滑で，基材の熱変形が小さい低温成膜法が求められている。従来からの優れた硬質皮膜形成技術としてアークイオンプレーティングなどが，切削工具や各種工業製品に応用されている。しかし膜形成時に熱がかかることや，マイクロパーティクル（ドロップレット）などが発生することが多いため，より優れた特性を有する薄膜の形成技術に対する要求も高まっている。

これに対し，従来技術に次ぐ新しいスパッタリング技術として，高出力インパルスマグネトロンスパッタリング（High Power Impulse Magnetron Sputtering，以下HIPIMS）が注目されている^{(1)~(3)}。HIPIMSプロセスでは，従来のDC電源に変わり，パルス電源により，数10～数100 μsec程度のパルス幅で1 kHz以下の比較的低い周波数のパルス電力を付与することで，通常の直流マグネトロンスパッタリング（以下，DCMS）の1000倍にも達する，数kW/cm²の大電力を投入する⁽⁴⁾⁽⁵⁾。これによりプラズマ電子密度を高め，スパッタリングガスおよびターゲット材料のイオン化率を著しく向上させる。この高いイオン化率を有するプラズマによって薄膜を形成することにより，①膜の高密度化と平滑化，②高い密着性，③三次元形状への付き回り性，④低温成膜，などが優れていると期待されている。

そこで本稿では，HIPIMS成膜法により形成したTiAlN膜

について，前述よりマイクロレベルの精密金型への応用を想定して，実機を模してスクラッチによる密着性試験，摩擦摩耗試験による測定などを行い，従来のDCMS成膜法と比較して，その特性を検証した。

2. 実験方法

2.1 HIPIMS法によるTiAlN膜の成膜方法 HIPIMS成膜装置として，HIPIMS用パルス電源システムSIPP2000（Melec社製）を装備したPVDコーティングシステムDominoMini（Sulzer Metaplas社製）を用いた。HIPIMSプロセスの比較対象として，同HIPIMS用電源をDCMSモードに切り替え，同じ成膜チャンバー内でDCMSによりTiAlN膜を成膜した。ターゲット材料には，高Al含有のTi33Al67at%合金を用いた。基板-カソード間距離を70 mmとして，アルゴン（Ar）ガスおよび窒素（N₂）ガスを導入する事により，TiAlN膜を形成した。ターゲットへの時間平均出力は，両プロセスともに7.5 kWとした。基板材料として，SKH51や15 mm角のSi（001）ウェハなどを用いた。表1に成膜条件を示す。

表1. 実験条件

コーティングシステム	DominoMini (Sulzer Metaplas社製)	
成膜モード	HIPIMS	DCMS
基板材料	SKH51	
ターゲット材料 (寸法)	TiAl 33/67at% (45x7.5[cm ²])	
プロセス圧力	0.5[Pa]	
基板加熱	450[°C]	
バイアス電圧	-50[V]	
平均出力	7.5[kW]	
ガス流量(Ar/N ₂)	100/30[sccm]	70/70[sccm]
パルス条件	Ton:50[μs] f=1[kHz]	-

事業名 平成24年度 基盤研究

*1) 表面技術グループ

*2) 広報室

*3) 高度分析セクター

*4) 首都大学東京

2.2 TiAlN膜の各種特性評価 TiAlN膜の機械的特性評価として、マイクロビッカース等による硬さ、スクラッチによる膜密着性、摩擦摩耗試験機による膜耐久性の評価を行った。スクラッチの測定条件はダイヤモンド圧子球状先端半径200 μm 、試験距離は5 mm、試験速度は5 mm/min、負荷荷重増分は100 N/minで行った。またボールオンディスク摩擦摩耗試験の条件は、ボールはSUS304(ϕ 6 mm)、摺動速度は50 mm/s、摺動回転数は2000回転、負荷荷重:0.5 N (300 MPa)で行った。また成膜後の膜の表面形態および表面粗さを評価するため、原子間力顕微鏡(以下、AFM)(Veeco社製 Dimension Icon®)による観察・評価を行った。

3. 結果と考察

図1にスクラッチ試験による膜密着性の評価結果を示す。DCMS膜は、約40 N強ほどから剥離が生じているが、HIPIMS膜は約60 N弱まで剥離しない。よってHIPIMS膜はDCMS膜よりも密着性に優れることがわかった。

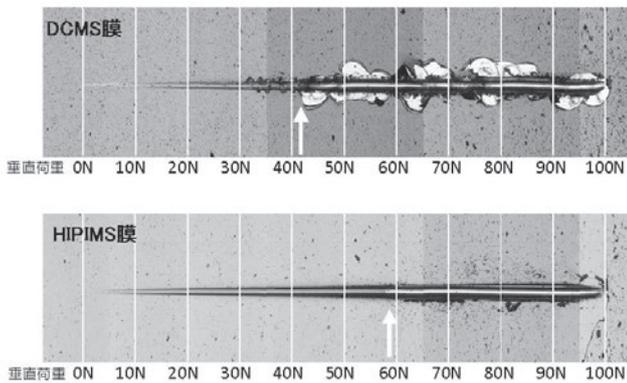


図1. スクラッチ試験結果

図2にボールオンディスク摩擦摩耗試験による膜耐久性の評価結果を示す。DCMS膜は摩耗痕深さが深く、摩耗粉が多く発生している。それと比較してHIPIMS膜は摩耗痕深さが浅い。よってHIPIMS膜はDCMS膜よりも耐摩耗性に優れることがわかった。

図3にAFMによる縦横5 μm の範囲の表面観察結果を示す。HIPIMS膜はDCMS膜と比較して結晶粒の形態が細かいことが観察される。また粗さ測定の結果、HIPIMS膜はDCMS

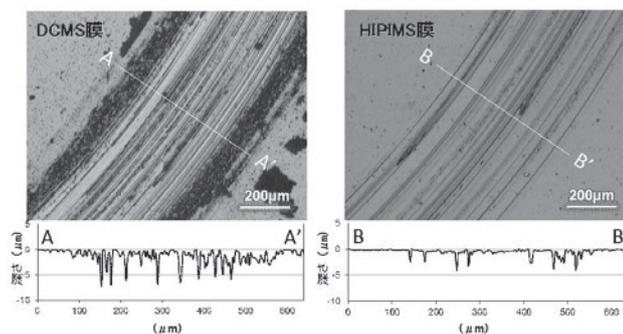


図2. 摩擦摩耗試験結果

膜と比較して、二乗平均平方根粗さは、約1割(約18 nm→約15 nm)、最大高さ粗さでは約2割(161 nm→約126 nm)小さくなっており、平滑性が向上していることがわかった。

また硬度についても測定したところHIPIMS膜はDCMS膜の約1.4倍(約1570 Hv→約2290 Hv)に向上していることがわかった。

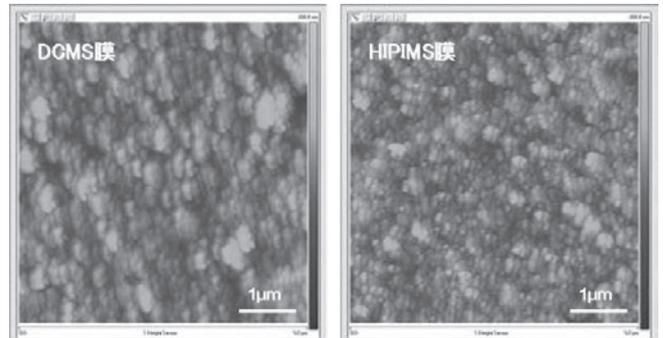


図3. AFMによる観察像

4. まとめ

従来のDCMS膜に対して、HIPIMS膜は密着性、耐久性も高いことがわかった。また二乗平均平方根粗さでは約1割、最大高さ粗さでは約2割平滑性が向上し、硬度は約1.4倍に向上することが可能となった。

これらの結果を踏まえて、将来HIPIMS膜の微細金型への応用や、機能性膜の開発などへつなげて検討していく予定である。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月12日再受付)

文 献

- (1) Sarakinos, K., Alami, J., Konstantinidis, S.: "High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art", Surface and Coatings Technology, Vol.204, pp.1661-1684 (2010)
- (2) 清水徹英:「HiPIMS技術とドライコーティングへの適用」, 月刊トライポロジーNo.308, pp.1-4 (2013)
- (3) 渡部友太郎:「高出力インパルスマグネトロンスパッタリング法」, プラスチックス, 第65巻, 第12号, pp.17-21 (2014)
- (4) Alami, J., Bolz, S., Sarakinos, K.: "High power pulsed magnetron sputtering: Fundamentals and applications", Journal of Alloys and Compounds, Vol.483, pp.530-534 (2009)
- (5) Lattemann, M., Helmersson, U., Greene, J.E.: "Fully dense, non-faceted 111-textured high power impulse magnetron sputtering TiN films grown in the absence of substrate heating and bias", Thin Solid Films, Vol.518, pp.5978-5980 (2010)