

(様式第5号)

ナノコンポジット AIBN 薄膜の硬度と化学結合構造の相関解析 Relationship analysis between hardness and chemical bonding structure of nanocomposite AIBN films

吉田 智博¹
Tomohiro Yoshida¹
田中 佑樹²
Yuki Tanaka

¹ 福岡県工業技術センター 機械電子研究所

¹ Mechanics and Electronics Research Institute, Fukuoka industrial technology center

² 九州大学大学院 総合理工学府

² Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University

- ※1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より1人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

反応性同軸型アークプラズマ堆積を用いて、Bを0,10,30at%添加したAIBN薄膜の化学結合構造をXPS, SR-PES, NEXAFSにより解析した。AIBN薄膜の構成元素のAl, B, NはXPSのスペクトルから観察された。N-K端NEXAFSスペクトルは、B10at%では先鋭なピーク、B30at%ではブロードなピークが得られた。TEM像においてもB30at%で結晶粒径、密度の低下がみられており、NEXAFSのブロードなスペクトルはAIBN薄膜の結晶性に関係している可能性がある。

(English)

Chemical bonding structure of AIBN with B ratio of 0, 10 and 30 at% thin films deposited by reactive coaxial arc plasma deposition were analyzed by XPS, SR-PES and NEXAFS. Constituent elements of Al, B, N were observed on XPS spectra. N-K edge NEXAFS spectra shown sharp spectrum on B 10 at% and broad spectra on 30 at%, respectively. Grain size and density were decreased at TEM image of AIBN film with B 30 at%. The broad spectrum of NEXAFS might be related with crystalline of AIBN film.

2. 背景と目的

硬質皮膜にはダイヤモンドやDLC（ダイヤモンド状炭素）といった、炭素系の材料が知られているが、炭素は常温・常圧の環境下で鉄中に容易に拡散する拡散摩耗が生じるため、鉄系の母材向けの硬質皮膜としては応用できない。鉄系母材向けの硬質皮膜材料は、窒化物のTiNやTiAlNが実用化されており、4元素から構成されるTiCrAlNが研究されているが、ダイヤモンドの硬度とは大きな差がある。窒化物材料では、ダイヤモンドに次ぐ硬度を有している立方晶窒化ホウ素(c-BN)が有力であるが、高温高圧条件下での合成が必要なため、高速度鋼(ハイス鋼)のような熱処理が施してある鉄系母材上への薄膜成膜には適応できない。

本研究では、まったく新しい系として立方晶窒化アルミニウム(c-AlN)をベースとして、一部を

B で置換したナノ微結晶 c-AIBN 薄膜の合成を目指し、反応性同軸型アークプラズマ堆積 (RCAPD) 法によりハイス鋼上へ AIBN 薄膜の合成を行っている。CAPD 法は、炭素を原料とした薄膜合成において、ナノスケールのダイヤモンドとアモルファスカーボンのナノコンポジット薄膜が合成できると報告されている。ナノコンポジット構造は、転位やクラックの伸展をナノ微結晶が阻止することで、高い硬度が実現できるとの報告もあり[1], RCAPD 法を AIBN に適応することで、ナノスケールの c-AIBN 結晶とアモルファスのナノコンポジット構造の実現を目指す。

3. 実験内容 (試料, 実験方法, 解析方法の説明)

図1にRCAPD装置の模式図を示す。真空チャンバーは 10^{-4} Paまでターボ分子ポンプ, ロータリーポンプで真空排気した後, N_2 ガスを15 sccmで流入させ, ゲートバルブで成膜時の圧力を1 Paに調整した。基板ホルダーとアークプラズマガンはドロップレットフィルターを挟んで対向させ, ガン内部に設置したターゲットをパルスアーク放電によりアブレーションして, ハイス鋼基板上へ堆積を行った。パルスアーク放電の電圧は140 V, 周期を10 Hzとし, ターゲットにはB量0 at%, 10 at%, 30 at%としたAl-B焼結体を用いた。

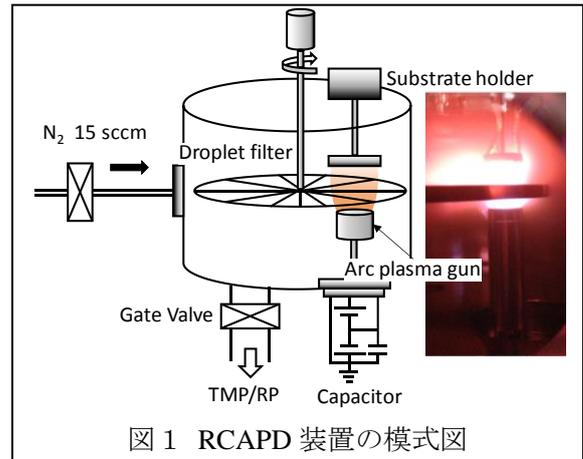


図1 RCAPD 装置の模式図

AIBN薄膜の評価には, BL12のAl-K α 線源およびシンクロトロン光を用いたSR-PES (Synchrotron Radiation Photo Electron Spectroscopy), NEXAFS (Near Edge X-ray Absorption Fine Structure) 測定を行った。

4. 実験結果と考察

図2にAl線源を用い, Ar エッチング後のXPSの広範囲スキャンのスペクトルと, B 1sの結合エネルギー範囲の詳細スキャンを示す。AIBN 薄膜を構成するAl 2s, Al 2p, N 1s, 膜表面に吸着した炭化水素に起因すると考えられるC 1s, 表面酸化に起因するO 1sピーク, 基板のハイス鋼に起因するFe, Coも一部観察された。添加元素のB 1sは, 広範囲スキャンではみられないが, 詳細スキャンでは添加量に応じて, ピーク強度の増加が観察された。

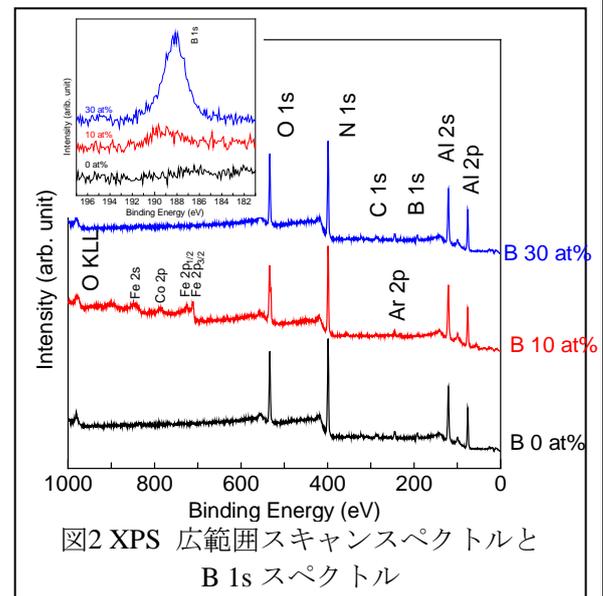


図2 XPS 広範囲スキャンスペクトルと B 1s スペクトル

図3にN-K端NEXAFSを示す。B 10at%で先鋭なピークで, 六方晶系 α -AlN に似たスペクトルが得られた[2]。B 30 at%ではブロードなピークがみられた。B 10 at%ではTEMによる分析でも, 10 at%でAIBN膜中の結晶粒子径, 密度が高い事が観察されており, スペクトルの変化は結晶性に関連すると考えられる。

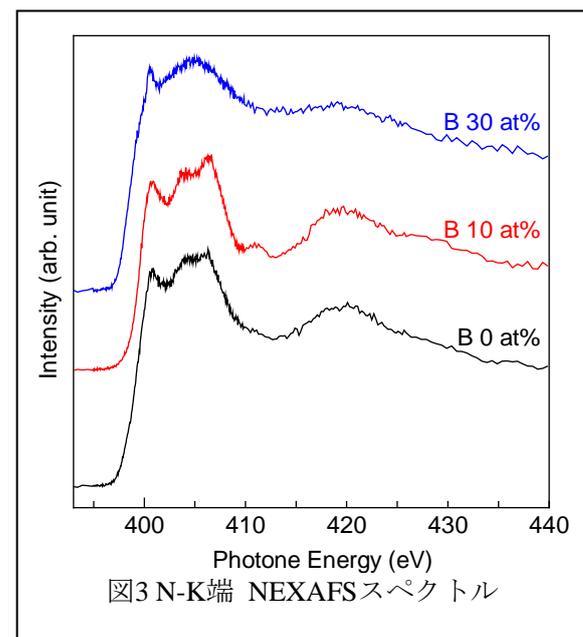


図3 N-K端 NEXAFSスペクトル

5. 今後の課題

今回の測定では AIBN 膜中に B が取り込まれており, ターゲットへの添加量に従い増加していることを確認することができた。今後は, NEXAFS スペクトルの解析, B-K 端, Al-L 端 NEXAFS の測定により, B の膜中への取り込まれ方を解析する必要がある。

6. 参考文献

- [1] Stan Vepr̃ek, J. Vac. Sci. Technol. A, 17, 5 (1999) 17, 5, 2401-2420.
- [2] Teruyasu Mizoguchia, Isao Tanaka, Masahiro Kunisu, Masato Yoshiya, Hirohiko Adachi, W.Y. Ching, micron 34 (2003) 245-253.

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

なし

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3)

同軸型アークプラズマ堆積法, AIBN 薄膜, ハードコーティング

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください(2018年度実施課題は2020年度末が期限となります)。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告 (報告時期： 2021年 3月)

② ~~研究成果公報の原稿提出 (提出時期： 年 月)~~