

652 W 被覆鋼材の硬さ値分布に及ぼす基材表面粗さと熱処理の影響

Influences of substrate roughness and heat treatment on distribution of hardness value for tungsten coated steel

○学 舟越 慎典 (新潟大院) 正 大木 基史 (新潟大学)
正 石橋 達弥 (新潟大学)

Shinsuke FUNAKOSHI, Graduate School of Science and Technology, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata
Motofumi OHKI, Faculty of Engineering, Niigata University, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata
Tatsuya ISHIBASHI, Faculty of Engineering, Niigata University, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata

Key Words : Tungsten, Heat treatment, Distribution of hardness value, Roughness

1. 緒言

スパッタリング法によってコーティングされる薄膜材料は、半導体、記録メディア、光学薄膜、光通信、ディスプレイ、電子部品等広範囲な市場で使用されており、ますます応用分野は拡大している。薄膜の材料特性はバルク材料と異なっているため、これらのデバイスやシステムの設計、製造のために薄膜の材料特性評価は重要であるが、薄膜の材料特性は基材の表面状態 (表面粗さ) によっても影響を受ける。そこで、表面粗さの異なる基材上にイオンスパッタリング法による W コーティングを施した試験片に対して超微小硬さ試験及び走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察を行った。さらに、コーティングと基材間の密着性向上を目的とする熱処理を付加し、同様に評価を行った。

2. 試験方法

2.1 試験片

本研究では S45C 丸棒 (直径 15mm、厚さ 8mm) を基材とした。基材表面研磨手順として、耐水ペーパー #600、#1000、#2000、バフと粒径 0.05 μ m の Al₂O₃ パウダー、で行った。成膜装置としてスーパーファインコーター ESC-101⁽¹⁾ (エリオニクス社製) を使用した。予備試験片の断面観察結果から、W 成膜レートは 3.5nm/min であった。基材表面研磨の最終処理、W コーティングの有無、熱処理付加の有無により 6 種の試験片を準備した。試験片の諸元を Table 1 に示す。

Table 1 Specification of specimens

specimen	substrate material	final surface treatment	deposition time[min]	heat treatment
A	S45C	#600	-	-
A'	S45C	#600	180	-
A''	S45C	#600	180	○
B	S45C	Al ₂ O ₃ powder	-	-
B'	S45C	Al ₂ O ₃ powder	180	-
B''	S45C	Al ₂ O ₃ powder	180	○

2.2 熱処理

A'' 及び B'' 試験片に対して熱処理を付加した。熱処理プロセスは、真空電気炉 (真空度 1 \times 10⁻⁴Pa) 中において 60min で 1200 $^{\circ}$ C まで温度上昇→20min 保持→炉中で自然冷却、である。

2.3 試験装置

2.3.1 硬さ試験

硬さ試験機として島津ダイナミック超微小硬度計 DUH-201⁽²⁾ (島津製作所製) を、圧子として稜角 115 $^{\circ}$ のベルコピッチ型ダイヤモンド圧子を使用した。試験機は振動の影響を取り除くために除振台 nano-K (minua-K TECHNOLOGY 社製) 上に設置した。すべての試験片に対して 0.201~493.9[N] の荷重範囲で 11 段階、各荷重 5 回ずつ試験を行った。

2.3.2 表面観察、成分分析試験

試験片表面の走査型電子顕微鏡⁽³⁾ (日本電子株式会社製) 観察、成分分析、X 線回折⁽⁴⁾ (理学電気株式会社製) を行った。

3. 硬さ値算出理論式

圧子先端部は、圧子製造プロセス及び使用に伴う磨耗に起因する理想的先端形状との相違 (トランケーション・圧子先端部の丸み) を有している。また、実際の測定結果には試験機の弾性変形量 δ_E も含まれている。このため、圧子のトランケーションと試験機の弾性変形量を考慮した補正を測定値に行う必要がある。今回使用した較正用試験片 (硬さ基準片) HVM500 は硬さ値が 508 と値付けられているので、この硬さ値 508 及び HVM500 に対する予備試験結果を用いて、(1) 式より試験機の弾性変形量と圧子のトランケーションを含む補正值 δ_{Et} を算出した。 δ_{Et} と試験片に対する圧子押込み量 $\delta_{t(sp)}$ を用いて (2) 式より補正後の圧子押込み量 δ_{tf} を求め、その後 δ_{tf} 、試験荷重 L_M を用いて (3) 式より補正後の硬さ値 HV_f を求めた。

$$\delta_{Et} = \delta_{t(HMV500)} - \sqrt{0.0378 \times L_M / HV_{HVM500}} \quad (1)$$

$$\delta_{tf} = \delta_{t(sp)} - \delta_{Et} \quad (2)$$

$$HV_f = 0.0378 \times L_M / \delta_{tf}^2 \quad (3)$$

4. 試験結果及び考察

4.1 硬さ試験

Fig.1 に超微小押込み試験結果、Fig.2 に SEM 観察結果、Fig.3 に X 線回折結果をそれぞれ示す。

Fig.1(a)、(b)より、試験片 A'・B' は基材のみの A・B に比べて全体的に硬さ値が上昇している。これは W 薄膜付加の影響によるものと考えられる。Fig.1(a)、(b)、(c)より、個々の試験荷重における値のばらつきを検討したところ、試験片 A'・A'' は試験片 B'・B'' と比べてばらつきが比較的大きいことが分かった。これは、表面粗さの大小により押込み挙動が影響を受けた結果、硬さ値のばらつきとなって表れたものと考えられる。

Fig.1(b)、(c)より試験片 A''・B'' では、試験片 A'・B' に比べ押込み深さ 0.5 μ m 以降、基材より低い硬さ値を示したが、0.5 μ m から表面近傍にかけて急な上昇を示している。これは押込み深さが小さくなることにより、基材表面の影響をあまり受けずに W 薄膜自身の硬さの結果が測定され、0.5 μ m から硬さ値が上昇したと考えられる。

Fig.1(a)、(b)、(c)より熱処理後の試験片 A'' について、0.5 μ m 以上の押込み深さでは試験片 A、A' に比べて硬さ値が減少し、0.5 μ m 以下の押込み深さでは硬さ値が急に上昇していることが分かる。本研究では、1200 $^{\circ}$ C と高い温度での熱処理後、炉内での徐冷を行ったことから、基材が焼鈍しと同等の影響を受け、基材の硬さ値が減少したと考えられる。これらのことは、試験片 B、B'、B'' についても同様の結果が得られた。

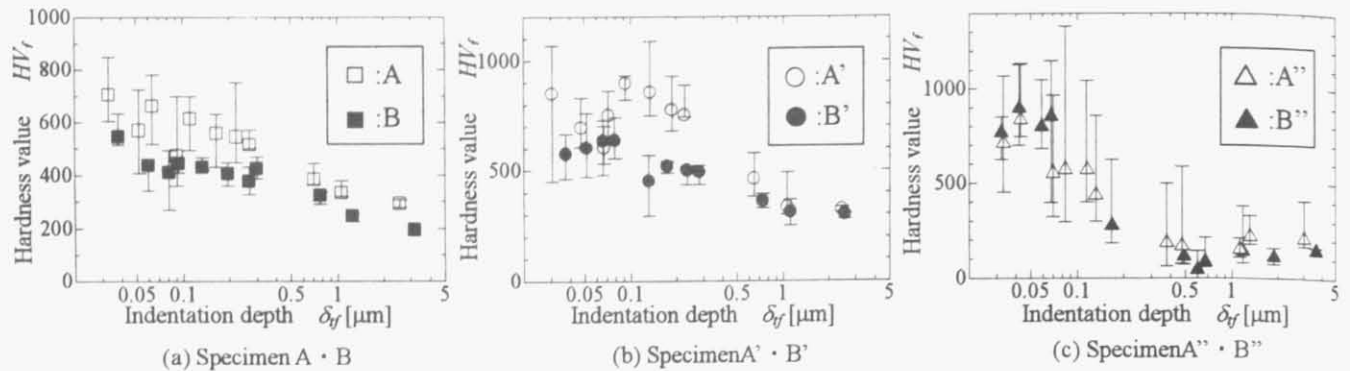


Fig.1 Relationship between Indentation depth and Hardness value

4.2 表面観察と硬さとの関係

Fig.2(a), (b)より試験片 A'の方が表面研磨による研磨痕の粗さが大きく残っており、硬さ値の大きなばらつきに影響したと考えられる。それに対して試験片 B'の表面はくぼみのよう

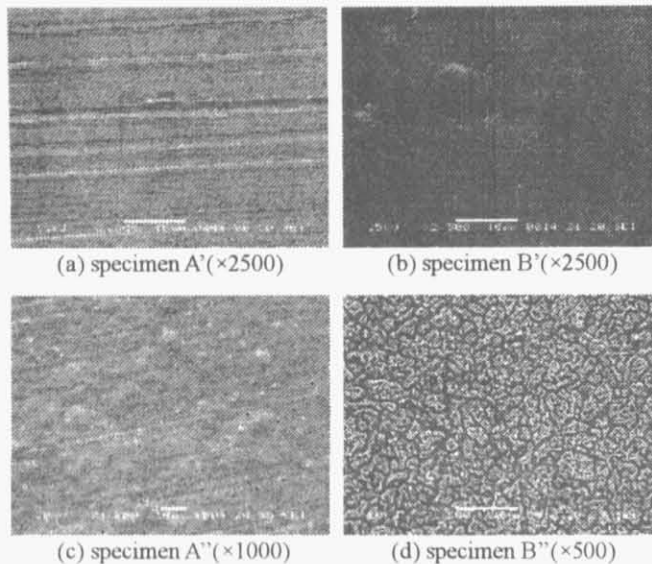


Fig.2 Observation picture of specimen surface

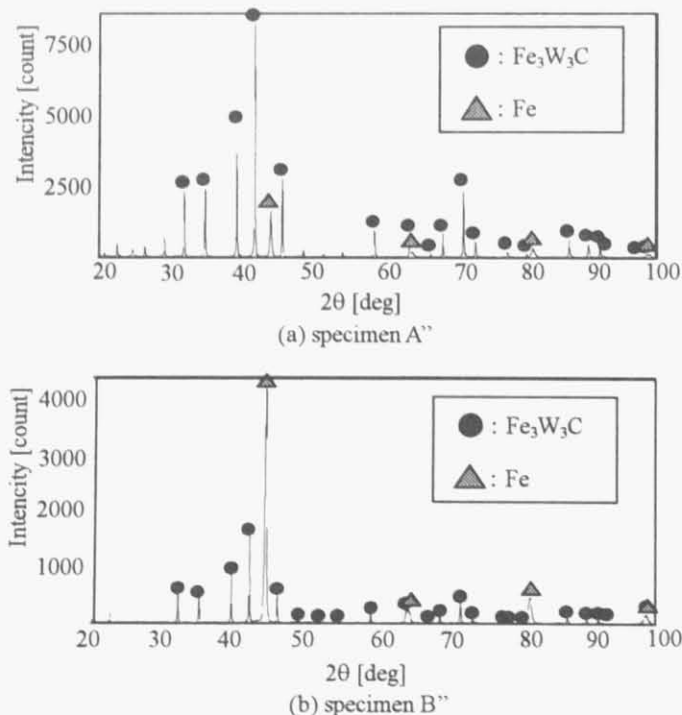


Fig.3 Results of X-ray diffraction

なものが存在するが、試験片 A'の表面に比べて平滑であることがわかる。これにより硬さ値のばらつきが試験片 A'に比べて小さいものが測定されたと考えられる。

Fig.2(c), (d)より試験片 A'', B''では、熱処理によりコーティングされた表面の状態が完全に変わっており、試験片 A''と B''では全く違う構造になっていることが分かる。試験片 A''では薄膜が基材全体コーティングされた状態になっているが、穴や浮き上がった部分が多く確認できる。Fig.1(c)の硬さ値分布結果から、この試験片 A''ではばらつきが非常に大きいことが分かるが、これは SEM 観察で確認されたこの浮き上がり部分などの影響と考えられる。試験片 B''では、基材上に網目構造のようにコーティングが分布している。Fig.1(d)より、押し込み深さが小さいとき硬さ値のばらつきが大きいのは、網目構造による押し込み時の圧子のすべりが生じたことによる影響と考えられる。

4.3 X 線回折

Fig.3 の X 線回折結果から、A''・B''共に熱処理によって W コーティングは W-Fe-C 系の化合物を形成していることが示された。さらに、C (炭素) 含有量が多い鑄鉄を基材にしての実験を行い、その際生じる化合物を解析することにより、基材と薄膜の密着性の向上・機械的特性を検討する。

5. 結言

- (1) 超微小硬さ試験結果より、W コーティングを付加した場合は硬さ値が上昇し、基材表面粗さが大きい場合はより顕著に結果に影響し、結果のばらつきが大きくなることが示された。
- (2) 本研究で作成した W コーティングのように基材・コーティング間の化学的・物理的結合が弱い場合、コーティングの密着強度は機械的結合に頼らざるを得なくなる。そのため表面粗さの大きい試験片は、より剥離の発生が少なくなると考えられる。
- (3) 熱処理の焼鈍効果により、基材の硬さ値が減少することが示された。
- (4) X 線回折結果より、熱処理の影響で Fe-W-C 系の化合物が形成されることが示された。組成、構造の変化についてはこれからさらに検討する必要がある。

謝辞

学部 4 年の志田哲郎君にお手伝いいただき感謝します。

参考文献

- (1) スーパーファインコーター-ESC-101 取扱説明書
- (2) 島津製作所株式会社 島津ダイナミック超微小硬度計 DUH-201 取扱説明書
- (3) 日本電子株式会社パンフレット 走査型電子顕微鏡
- (4) 理学電気株式会社：X 線ハンドブック(1998)