令和元年度経常研究

CrN膜の内部応力が膜物性に及ぼす影響

: 栃木県産業技術センター 材料技術部 担当部所

背景

CrN膜のようなCr系窒化物膜は、機械部品や切削工具、金型等の工業製品の耐摩耗性や摺動性の向上、 耐食性付与のために広く利用されているが、さらなる性能の向上が求められている。スパッタリング法により 形成された薄膜には、内部応力が発生する。この内部応力は、皮膜の硬さや基材との密着性等の膜物性に 影響を及ぼすことが知られている。

そこで本研究では、CrN膜の内部応力と膜物性(ビッカース硬さ、密着強度)を評価し、内部応力が膜物性 に及ぼす影響について検討した。

研究目標と結果

研究目標

- ●CrN膜の内部応力と膜物性の関係を調べる。
- ●アニール処理がCrN膜の内部応力と膜物性に及ぼす影響を調べる。

<u>実施内容</u>

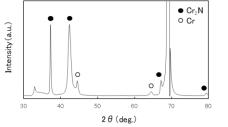
① 皮膜の成膜条件とX線回折(XRD)による評価

•成膜条件

成膜法:スパッタリング法

ターゲット: Cr 導入ガス: Ar, N₂

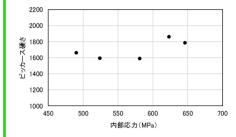
成膜温度:300℃ 基材:シリコンウエハー



Cr₂Nが主成分の皮膜が得られた。

図 XRD測定結果

② 内部応力と膜物性の関係



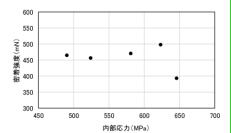


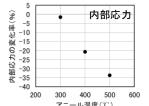
図 内部応力とビッカース硬さ及び密着強度の関係

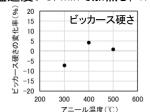
- 得られたCr₂N膜は450~650MPaの範囲で引張応力を示した。
- ・内部応力とビッカース硬さに相関は確認されなかった。
- 内部応力と密着強度に相関は確認されなかった。

③ アニール処理後の内部応力と膜物性

<アニール処理条件>

: 温度:300, 400, 500℃ 方法:目標温度まで昇温速度5℃/minで加熱し, 1時間保持後徐冷した。





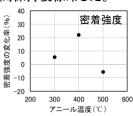


図 アニール処理による内部応力,ビッカース硬さ,密着強度の変化

- ・内部応力は、アニール処理により緩和し、アニール温度が高いほ
- •ビッカース硬さは、各温度で顕著な変化は確認されなかった。
- ·密着強度は、300℃アニール処理で5%増大、400℃アニール処理 で22%増大した。

④ 皮膜の耐熱性に対するアニール処理の影響

<加熱試験方法> 600°Cで3分間加熱後, 空冷した。

No.1:未処理(アニール処理無し)

のCr₂N膜 No.2: 400°Cアニール処理後のCr₂N

未処理と加熱試験後の値を 比較すると、No.1とNo.2ともに 密着強度は10%弱減少した。

表 アニール処理及び加熱試験後 の内部応力、密着強度

No.		1	2
内部応力 (MPa)	未処理	581	646
	アニール処理後	1	575
	加熱試験後	256	467
密着強度 (mN)	未処理	471	394
	アニール処理後	1	569
	加熱試験後	444	365

まとめ

- ●引張応力450~650MPaの範囲では、内部応力とビッカース硬さ及び密着強度に相関はない。
- ●アニール処理は、内部応力の緩和、基材との密着性の向上に有効である。
- ●アニール処理は、皮膜の耐熱性の向上には影響しない。

ご来場の皆様へ

問い合わせ先:栃木県産業技術センター 材料技術部 TEL 028(670)3397

● アニール処理により、Cr系窒化物膜の密着強度の向上が期待できます。