

# 46th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films

大阪府立大学 大学院工学研究科 物質・化学系専攻 化学工学分野

教授 齊藤 丈靖

(平成 30 年度 国際会議等参加助成 AF-2018054-X1)

キーワード：超硬合金, 密着性改善, Ti 系硬質膜

## 1. 開催日時

2019 年 5 月 19 日～2019 年 5 月 24 日

## 2. 開催場所

San Diego, CA, USA

## 3. 国際会議報告

2019 年 5 月 19 日から 5 月 24 日までの 6 日間

カリフォルニア州のサンディエゴで開催された第 46 回 ICMCTF (46<sup>th</sup> International Conference on metallurgical Coatings and Thin Films) に参加させていただき、下記の 3 件を報告してきた。

「Adhesion Strength of Titanium Carbide Thin Film Coatings on Surface Microstructure Controlled WC-Co」(口頭発表)

「Microstructure evaluation of chemically modified WC-Co surface for Adhesion strength improvement」(口頭発表)

「Low Temperature Titanium Boron-Carbide Based Thin Film Coatings by Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition on Surface Microstructure Controlled WC-Co」(ポスター発表)

切削工具や金型として利用される超硬合金(WC-Co)は機械的特性を向上させるためにアニール処理や表面エッチングなどを行った後、その表面にアルミナ、クロム化合物やチタン化合物などの薄膜コーティングが施される。そのため、WC-Co の表面の微細構造制御は非常に有用である。

薄膜コーティングの密着性改善のために、王水での湿式処理と CF<sub>4</sub> プラズマによる乾式処理を用いて超硬合

金の表面をエッチングすることにより、表面の粗さを増大(表面積の向上)させるとともに、超硬合金表面の微細構造の変化を定量的に評価した。王水および CF<sub>4</sub> プラズマによるエッチングの結果、表面粗さと表面積率は有意に変化できた。王水処理において最大で算術平均粗さ Ra が 175nm に達した。さらに、エッチングした超硬合金基板表面にスパッタリング法を用いて TiC を製膜し、スクラッチ試験で薄膜の密着性を評価した。表面粗さの増大に伴い、コーティング膜の臨界荷重も上昇し、最大で 67.7N に達した。表面粗さによるコーティング膜の密着性改善がみられた。

また、王水を用いたエッチングによる超硬合金の強度への影響を調べた。過度なエッチングを行わなければ、酸によるエッチングによる超硬合金への強度を低下させる影響は小さい。これらの結果は超硬合金への機能性付与を目的とする薄膜コーティングを効率化するために非常に重要である。さらに、Ra、Rz、表面積のいずれかが超硬合金上に形成した TiC 薄膜の密着力に影響があるかについて検討した。

一方、PVDの処理温度(400~600°C)と同程度の温度で製膜できる RF plasma CVD法を用いてTiB系硬質膜(TiB<sub>2</sub>およびTiBC)を成長し、その物性を調べた。(B/Ti比)=1のときCH<sub>4</sub>の供給量の増加に伴い、製膜速度は低下した。(C/Ti比)=0の条件では、X線光電子分光測定によると、膜の主成分はTiOとTiO<sub>2</sub>である、また、XRD測定からTiOとTiO<sub>2</sub>のピークが見られないため、薄膜は非晶質あるいは微細結晶粒から構成されると考えられる。(C/Ti比)=1の条件では膜の主成分はTiO<sub>2</sub>とB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>であり、XRD測定からTiBCが生成している可能性が示唆された。また作製した膜の硬度はWC-Coと比較して低い値を示したことなどを報告した。

この会議に初めて参加したが、参加者はとても多く、700人以上の参加者がいた。参加者比率はヨーロッパから45%、米国から25%、アジアから25%程度であり、ハードコーティング分野でヨーロッパが依然として高いレベルを維持していることが認識できた。さらに、ヨーロッパでは国際的な研究開発プログラムが企業・大学・研究所を組織化して複数進んでおり、資金面、リソース面でも充実した研究体制が取られていることが分かった。一方、中国、台湾からの参加者も多く、日本のハードコーティング分野は非常に地味な存在であった。この点は、今後、日本国内で何とかしなければならないと感じた。

本会議は主に以下の8つのセッションに分かれていた。

- A) Coatings for Use at High Temperatures
- B) Hard Coatings and Vapor Deposition Technologies
- C) Fundamentals and Technology of Multifunctional Materials and Devices
- D) Coatings for Biomedical and Healthcare Applications
- E) Tribology and Mechanical Behavior of Coatings and Engineered Surfaces
- F) New Horizons in Coatings and Thin Films
- G) Surface Engineering – Applied Research and Industrial Applications
- H) Advanced Characterization Techniques for Coatings, Thin Films, and Small Volumes

上記のセッションの内、我々の発表はセッション B の Properties and Characterization of Hard Coatings and Surfaces であり、ほとんどの時間はセッション B で発表を聞いていた。

国立東華大学の M.S. Wong 氏が招待講演に登壇し、Co スパッタリングによる金属ホウ化物の硬質膜について発表した。セッションでの発表内容は Ti 系の硬質膜が多く、特に TiAlN の組成制御や B や O を導入する多元化についての発表が多く見られた。

本会議の登壇者は学生が少なく、ほぼ学位を取得した企業の研究者であった。会議を通じて研究員と企業とをつなぐプログラム(展示会や毎日の懇親会)が開催され、最新の測定法や測定機器を知る機会もあり大変有意義であった。

発表後に知り合った国内研究者とご縁が出来て、帰国後もディスカッションなどが継続できており、今後の研究にフィードバックをかけることが出来るように感じている。世界の現状を改めて認識できた事含め、非常に有意義な経験をさせて頂きました。

## 謝 辞

本会議に参加するに当たり、研究グループならびに研究者に対し、慈愛極まる理解を示し助成を頂きました公益財団法人天田財団には厚く御礼申し上げます。