

# 6 ダイヤモンドコーティング工具の開発

山本 晃，筒本隆博

## Development of diamond coated cutting tool

YAMAMOTO Akira and TSUTSUMOTO Takahiro

Diamond is the hardest material on the earth. And single crystalline diamond and sintered diamond cutting tool were used in precision processing and difficult processing materials. Natural and synthesized diamond are expensive, and its industrial applications were limited. The diamond film can be synthesized in low cost by chemical vapor deposition. But normally synthesized diamond film shows a rough surface, which causes the main problem for the diamond film to use for the cutting tool. In this paper, methane concentration of reaction gas and bias voltage of substrate during deposition, were varied in order to realize a smooth surface of diamond film.

キーワード：ダイヤモンド，気相合成，平滑，バイアス，切削工具

### 1 緒 言

ダイヤモンドは地球上に存在する物質の中で最も硬く，高い熱伝導率など優れた特徴を有することから，切削工具として広く用いられている。単結晶ダイヤモンドを用いた切削工具は鏡面加工などの精密加工に用いられる。また高圧合成ダイヤモンドの粉末をコバルト等のバインダで固めた焼結ダイヤモンド工具は，広く難削材等の切削加工に用いられている。しかし，こうしたダイヤモンド工具は天然，若しくは高温高圧下で製造されるため，高価であり，焼結ダイヤモンド工具については，バインダを用いているために耐食性に欠けるという問題があった。

ダイヤモンドの気相合成技術が1981年に開発されて以来，安価に合成のできる気相合成ダイヤモンドを切削工具に適用しようとする研究が続けられてきた<sup>1)・2)</sup>。しかし，ダイヤモンド薄膜の密着性，表面の平滑性などの問題がある。現在に至るまで，気相合成によりコーティングされたダイヤモンド工具は，一部の切削用のドリルに限られているのが現状である。本研究はこうした課題を解決し，安価で高性能なダイヤモンドコーティング工具を実現することを目標としている。今年度はダイヤモンド薄膜の平滑化を図ることを目的として，ダイヤモンドの合成条件の検討と合成した薄膜の評価を行った。

### 2 実験方法

ダイヤモンドを合成するための基板としては，超硬合金(K10)を用いた。前処理として，村上処理及び過酸化水素水と硫酸による表面処理<sup>3)</sup>を行った後，ダイヤモンドパウダーを用いて傷つけ処理を行った。

ダイヤモンドの合成は熱フィラメントCVD装置を用いて行った。装置の外観を図1に示す。中央の真空チャンバーの内部にフィラメント及び基板を配置し，メタンと水素の混合ガスを反応させてダイヤモンドを合成する。



図1 熱フィラメントCVD装置

次にダイヤモンド薄膜の合成条件を表1に示す。反応

表1 ダイヤモンドの合成条件

基板温度	900
フィラメント温度	約2500
フィラメント - 基板距離	5 mm
反応ガス	H <sub>2</sub> - CH <sub>4</sub> 混合ガス
CH <sub>4</sub> %	3 ~ 5%
ガス流量	300 SCCM
ガス圧力	4 kPa
合成時間	60分

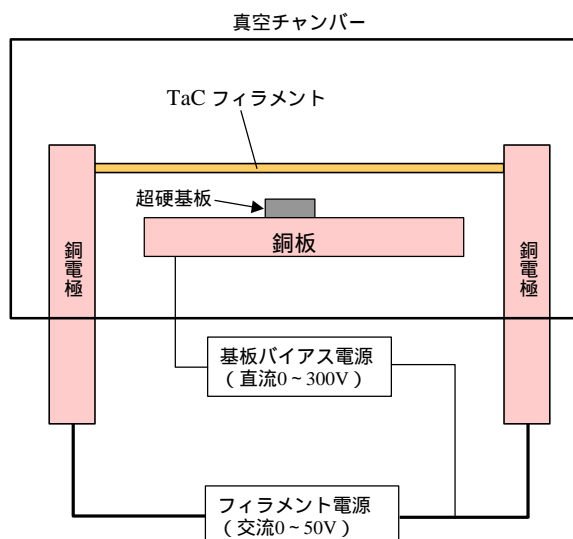


図2 構成図

ガスのメタン濃度を3~5%まで変えて合成を行うとともに、合成中の超硬基板に基板バイアスを与えてその影響を評価した。合成したダイヤモンド薄膜は走査電子顕微鏡 (SEM) 及びX線回折により膜の性状及び膜質を評価した。

基板バイアスを印加するための装置の構成図を図2に示す。基板バイアスは、超硬基板がフィラメントに対して正になる条件と負になる条件の両方で印加して合成を行った。

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 メタン濃度と膜質の関係

メタン濃度を変えて合成したダイヤモンド薄膜のSEM像を図3に示す。

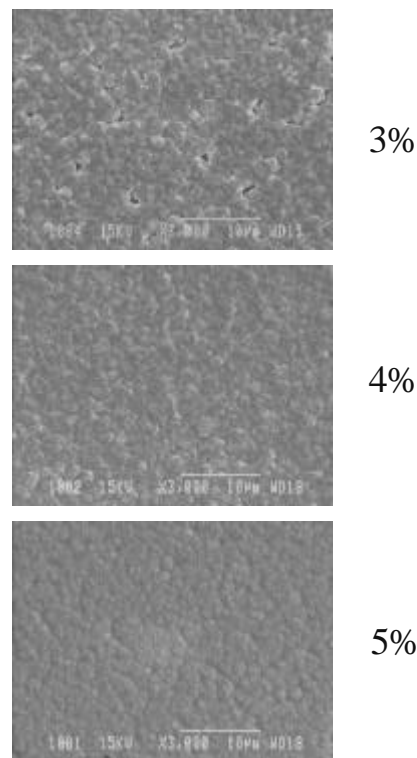


図3 メタン濃度と表面状態

メタン濃度を増加させるにつれて多結晶ダイヤモンドの粒径が小さくなり、5%においては自形が失われて平滑な膜に変化していることがわかる。この膜をX線回折で分析した結果を図4に示す。

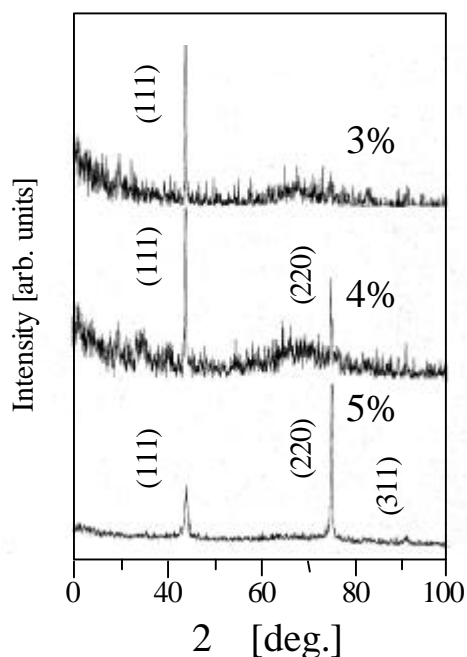


図4 X線回折の結果

いずれのメタン濃度のサンプルにおいてもダイヤモンドに固有の回折線が得られているが、メタン濃度を増大させるにつれて(111)配向から(220)配向に結晶面が変化していくことがわかる。表面性状のSEM像によれば、メタン濃度5%ではダイヤモンドの自形は失われているが、X線回折の結果から判断するとメタン濃度5%においても(220)配向のダイヤモンドの結晶粒が存在していることがわかる。

こうした結果から、ダイヤモンドを合成する際のメタン濃度を5%以上とすることにより、工具としての使用に適した平滑なダイヤモンド膜を得ることが可能なが示された。また自形の失われた平滑な膜においても微結晶の形でダイヤモンドが含まれていることが明らかになった。

### 3.2 基板バイアスと膜質の関係

基板バイアスを変えて合成したダイヤモンド薄膜のSEM像を図5に示す。メタン濃度3%である。

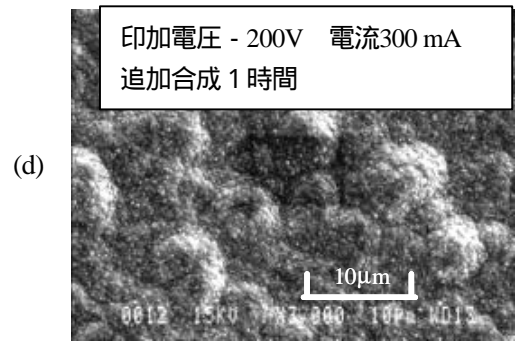
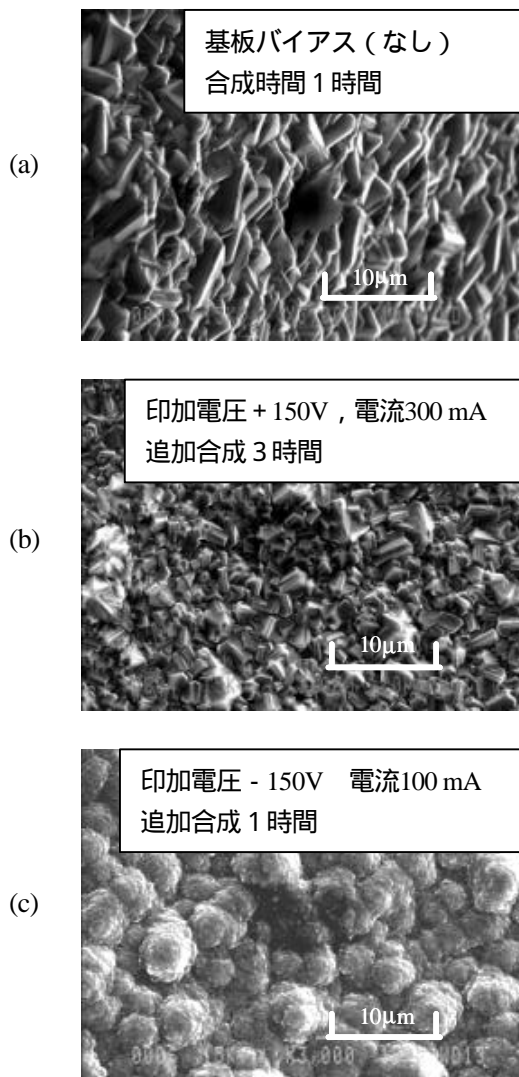


図5 基板バイアスと表面状態

最初にダイヤモンドを合成した状態では明瞭に自形が見られる(a)。その後、基板にフィラメントに対して正の電圧を印加して追加合成を行ったものが(b)である。小さな自形を持つ結晶が発生しているのがわかる。そして基板に逆に負の電圧を印加して追加合成したものが(c)、(d)である。いずれも自形が崩れボール状の膜が生成している。長時間、大電流の条件でバイアスを印加することにより結晶の自形が崩れ、微結晶化、平滑化が促進されていることがわかる。

基板に正の電圧を印加すると、高温になったフィラメントで生成された熱電子が容易に引き出され、基板に到達する。この状態は電子衝撃法<sup>4)</sup>と呼ばれるダイヤモンドの合成法と同様の状態であり、引き出された熱電子によりフィラメント-基板間でプラズマを生成し活性種の密度を増大させる。そして活性種の量、種類が変化することにより特有の表面性状を有する(b)の膜が生成されたと考えられる。

基板に負の電圧を印加すると、メタンが分解して生成した炭化水素のイオンが基板に引きつけられる。そのため核生成密度が増大して微結晶からなる膜((c)、(d))が生成されたと考えられる。

こうした結果から基板に負の電圧を印加することにより微結晶化した平滑な膜を得ることができると考えられる。

## 4 結 言

超硬基板を用いて熱フィラメントCVD法により平滑なダイヤモンドを合成するための実験を行った。その結果、次のような結果が得られた。

- (1) メタン濃度が5%以上で膜の自形は崩れ平滑化する。自形は確認できないが、X線回折によるとダイヤモンドの微結晶の存在が認められる。
- (2) 基板へのバイアス電圧印加がマイナスの時、膜の自形は崩れ、平滑化する。

( 3 )基板へのバイアス電圧印加がプラスの時 , 小さく明瞭な自形を示す膜が生成する。

今後はこの平滑膜合成技術をもとに , 切削工具へのダイヤモンドコーティングを行っていく予定である。

C - 95 (1995), 25

3 ) Haubner et al., J. de Physique C5 (1995) , 753

4 ) 犬塚 : エレクトロニク・セラミクス , 17 (1986) 80, 26

## 文 献

1 ) 小柳他 : New Diamond , 9 (1993) 4, 22

2 ) 神田他 : 電気学会金属・セラミクス研究会資料 , M