



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	Synthesis of Novel TiN-based Hard Films by Thermal CVD for Metal Cutting Applications [an abstract of dissertation and a summary of dissertation review]
Author(s)	PASEUTH, Anongsack
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第13369号
Issue Date	2018-09-25
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/71845
Rights(URL)	https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/
Type	doctoral thesis
File Information	PASEUTH_Anongsack_review.pdf, 審査の要旨



学位論文審査の要旨

博士の専攻分野の名称 博士（工学） 氏名 Anongsack PASEUTH

	主査	教授	島田	敏宏
	副査	教授	忠永	清治
審査担当者	副査	教授	幅崎	浩樹
	副査	特任教授	日夏	幸雄
	副査	准教授	樋口	幹雄
	副査	助教	三浦	章

学位論文題名

Synthesis of Novel TiN-based Hard Films by Thermal CVD for Metal Cutting Applications

(熱CVD法による新規TiN系硬質膜の合成と切削工具への応用)

本論文では、低コスト、低環境負荷、省資源の要求に応えるため、金属切削用途に使用される超硬合金工具の性能を向上させるための新しいセラミックハードコーティング膜の開発に焦点を当てている。切削性能の向上を達成するために、新規なセラミックハードコーティング膜として、 $\text{TiCl}_4\text{-CH}_3\text{CN-C}_2\text{H}_4\text{-H}_2$ 系を原料にした中温化学気相析出法 (MT-CVD) による $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ 膜の形成、および $\text{AlCl}_3\text{-TiCl}_4\text{-NH}_3\text{-Ar-H}_2$ 系を原料にもちいた低圧化学気相析出法 (LP-CVD) プロセスにより $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ 膜の形成を行い、微細構造、硬度、接着性、トライボロジー特性、相安定性および切断評価に対する組成の効果を調べている。

まず、 $\text{TiCl}_4\text{-CH}_3\text{CN-C}_2\text{H}_4\text{-H}_2$ 系を原料にした MT-CVD を用いて $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ コーティング (MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$) を形成した場合の効果について検討を行っている。MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ コーティングにおいて、 x の増加が結晶子サイズの減少による硬度を増加させることを明らかにした。 x が 0.66~0.69 の範囲において、最大硬度 28.6GPa を達成し、そのときの結晶子サイズは最小の 39 nm であることがわかった。一方、MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ コーティングの基材への密着性は、微細組織の変化および不連続な界面の形成のために、 x の増加とともに減少した。中間層および MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ コーティングの化学組成の相違による密着性の低下は、MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ コーティングの x 値を最適化 ($x = 0.63$) することによって抑制している。従来の MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ($x = 0.45$) コーティングのものと比較して、改質された MT- $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ ($x = 0.63$) コーティングにおいて、粒子構造、微小配向、機械的特性および摩擦係数が向上することにより、鋼および鋳鉄旋削加工用途において、工具寿命が 30%~60% と改善することを明らかにした。

次に、切削工具において、より高い切削速度および乾式加工での性能の向上のために、LP-CVD による高 Al 含有立方晶 (c-) AlTiN コーティングの形成を検討している。(100) および (111) の優先配向および平均の x 値が 0.82 および 0.73 である c- $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ コーティング膜を形成した。これらの c- $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ コーティングは、c- $\text{Al}(\text{Ti})\text{N}$ / c- $\text{Ti}(\text{Al})\text{N}$ ナノラメラ構造を有し、平均ラメラ周期は成膜直後の状態で 4.5 ~ 7.7nm であり、Al の含有量は<100>方向に変動していることがわかった。このような特徴的な自己組織化されたナノ構造は、スピノーダル分解によって発生すると考えられ、このことにより、組織の形成自由エネルギーを減少させ、高温での相安定性を高めている。アニールを行った場合の高 Al 含有立方晶 c- $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ コーティングの相安定性および機械的特性について、従来のアーク物理気相蒸着法 (PVD) により作製した c- $\text{Al}_{0.6}\text{Ti}_{0.4}\text{N}$ コーティング膜と比較した。その結果、本研究で得た膜は、PVD の膜より

も良好な熱安定性と 1000℃以上でも優れた硬度を示すことがわかった。高 Al 含有 $c\text{-Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ コーティングの熱安定性および機械的特性の向上により、従来の CVD-TiCN/ Al_2O_3 および PVD-AlTiCrN と比較して、それぞれ、切削工具寿命が約 2 倍および約 10 倍増加することを明らかにした。

以上本論文では、切削工具の性能を飛躍的に向上できる TiN 系硬質セラミックス薄膜を、熱 CVD 法を用いて形成するプロセスを開発し、その新プロセスにより得た新規 TiN 系硬質セラミックス薄膜の物理特性を明らかにしている。さらに、薄膜の組成や微細構造と膜の物理的特性の関連の理解が非常に重要であることを示しており、学術的にも非常に価値の高い研究であると言える。

よって著者は、北海道大学博士（工学）の学位を授与される資格があるものと認める。