

Title	高周波イオンプレーティング法による薄膜形成に関する研究
Author(s)	柏木, 邦宏
Citation	大阪大学, 1986, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/1445">https://hdl.handle.net/11094/1445</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名・(本籍)	かしわ 柏	ぎ 木	くに 邦	ひろ 宏
学位の種類	工	学	博	士
学位記番号	第	7078	号	
学位授与の日付	昭和61年1月31日			
学位授与の要件	学位規則第5条第2項該当			
学位論文題目	高周波イオンプレーティング法による薄膜形成に関する研究			
論文審査委員	(主査)			
	教授	難波	進	
	(副査)			
	教授	末田	正	教授 浜川 圭弘 教授 山本 錠彦
	教授	平木	昭夫	

### 論文内容の要旨

物理的、化学的両手段による薄膜形成技術は、熱的に非平衡状態を有するプラズマや、金属イオン、励起粒子を利用することにより、より低温のプロセスに移行しつつある。

従来からある真空蒸着は、大多数の付着粒子が電気的中性であるのに対し、イオンプレーティングは、中性粒子の他にイオン、励起粒子を同時に含んだ薄膜形成法である。

まず、基板へ付着する粒子のイオン化と励起に、低圧気体の高周波放電を用いた、高周波イオンプレーティング法の開発を行ない、その系が蒸発領域、イオン化領域、加速領域の三つに分けられ、各々の領域内での成膜条件が独立に制御できることを示した。高周波イオンプレーティング装置内の基礎的な諸特性を測定し、安定なプラズマをえるための条件を求めるとともに、代表的な成膜条件下におけるプラズマの電子温度を測定した。

次に、高周波イオンプレーティング法による薄膜形成過程を、空気中でへき開したNaCl(001)面に金を成膜し、透過型電子顕微鏡で調べ、且つ真空蒸着膜と比較し、その特徴を示した。この結果、薄膜形成過程において、高周波イオンプレーティング膜は、真空蒸着膜に比較すると、粒子が細かく、100～150℃程度低い温度でエピタキシャル成長をし、結晶性が良いことを明らかにした。

また、イオンの存在する膜のモルホロジーを走査型電子顕微鏡で調べ、イオン効果、ガス圧効果、基板電位効果について明らかにした。表面が平滑で、粒子がち密な膜をえるには、ガス圧、成膜速度、イオン化電力が成膜条件として、大きく影響をおよぼすことを明らかにし、成膜過程における中性粒子にエネルギーを付与することがプラズマの物理的特長であることを述べた。

さらに、高周波イオンプレーティング法では、 $N_2$ 、 $NH_3$  ガスのプラズマを使うことにより、窒化膜

の形成ができることを実験で示すとともに、この反応過程を化学式をもって示し、実験結果と一致することを明らかにした。この特長を利用した応用として、高温電子材料の一つである窒化アルミニウム ( $\text{AlN}$ )、硬質表面処理材料の一つである窒化クロム ( $\text{Cr-N}$ )、磁性材料の一つである窒化鉄 ( $\text{Fe-N}$ ) の三種類の薄膜形成を行ない、成膜条件と諸物性の関連性について研究を行なった。

$\text{AlN}$  膜は、 $\text{Si}(111)$  面、スピネル (111) 面の各基板上に成膜した。スピネル基板上にえられた膜の方がエピタキシーが起こりやすく、基板面に対し、 $\text{AlN}$  膜の  $c$  軸が垂直に成長していることを見出し、基板結晶と  $\text{AlN}$  膜の方位配列の関係を明らかにした。

$\text{Cr-N}$  膜は、 $\text{Cr}$  の蒸発速度と反応中の  $\text{N}_2$  ガス圧が、膜構造に顕著に影響をおよぼすことを示し、硬質表面処理膜としては、 $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$  (hexagonal) 構造を有する膜が最適であることを明らかにした。 $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$  構造を有する膜は  $\text{Cr}$  組成比が 65~85 at%、硬度  $\text{Hv} = 2200$  程度であった。

$\text{Fe-N}$  膜は、 $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  (cubic) 構造がいずれの成膜条件下でも比較的良好に現れることを示した。磁性特性に関しては、 $\text{NH}_3$  ガス中で、基板電位を印加してえられた膜が、一番飽和磁化が大きく、斜方向蒸着を行なうことにより、基板に対し粒子の入射角が 60 度付近に大きい保持力を持つ膜がえられることを明らかにした。

## 論文の審査結果の要旨

薄膜形成技術は近年著しい進歩を遂げ、また薄膜の応用範囲も急速に広がりつつあるが、技術開発の重点は、低温プロセス化、付着強度の増大、各種化合物薄膜の形成などに向けられている。本論文は、基板へ付着する粒子の一部イオン化に、低圧気体の高周波放電を用いる高周波イオンプレーティング法を開発するとともに、それを利用して、低温において付着強度の強い種々の化合物薄膜の形成を行い、各種の膜の特性を測定した結果をまとめたものである。

先ず、高周波イオンプレーティング装置の最適化を行い、制御性よく膜を形成するための成膜条件を決定した。

次に、薄膜形成過程の電子顕微鏡観察により、高周波イオンプレーティング膜では、通常の真空蒸着膜に比し、著しく低い温度 ( $100^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ ) で結晶性の良い膜がエピタキシャル成長することを示した。

さらに、 $\text{N}_2$ 、 $\text{NH}_3$  ガスのプラズマを用いる高周波イオンプレーティング法により、各種金属の窒化膜が形成できることを明らかにし、高温電子材料として窒化アルミニウム ( $\text{AlN}$ )、硬質表面処理材料として窒化クロム ( $\text{Cr-N}$ )、磁性材料として窒化鉄 ( $\text{Fe-N}$ ) の三種類の窒化膜形成を行い、成膜条件と薄膜の諸物性との関連を明らかにした。

$\text{AlN}$  膜に関しては、スピネル (111) 面上に  $c$  軸が垂直に配向した  $\text{AlN}$  単結晶膜が成長することを示し、またイオンプレーティング中の  $\text{Cr}$  や  $\text{Fe}$  の蒸発速度と  $\text{N}_2$  ガス圧の膜構造に及ぼす影響を詳しく調べ、 $\text{Cr-N}$  膜に関しては、硬度  $\text{Hv} = 2200$  にも達する良質の  $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$  膜の形成条件を見出した。

また、Fe-N膜に関しては、磁気特性の良好な $\delta$ -Fe<sub>4</sub>N 形成条件を明らかにした。

これらの研究は、薄膜製造技術としてのイオンプレーティング法の工業化に大いに役立っており、薄膜技術の発展に貢献するところ大であり、よって本論文は工学博士論文として価値あるものと認める。