



Title	イオンビーム支援蒸着法による準安定窒化物硬質薄膜の合成に関する研究
Author(s)	鈴木, 常生
Citation	大阪大学, 1999, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.11501/3155727">https://doi.org/10.11501/3155727</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

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

The University of Osaka

氏 名	すが 鈴 木 常 生
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 1 4 8 4 4 号
学 位 授 与 年 月 日	平 成 11 年 5 月 28 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 2 項該当
学 位 論 文 名	イオンビーム支援蒸着法による準安定窒化物硬質薄膜の合成に関する研究
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 三 宅 正 司 (副査) 教 授 井 上 勝 敬 教 授 池 内 建 二 教 授 小 林 紘 二 郎 教 授 飯 田 孝 道 教 授 松 尾 伸 也

## 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、イオンビーム支援蒸着法による準安定窒化物硬質薄膜の合成に関する研究をまとめたもので、序論、本論 4 章および結論の 6 章より成っている。

第 1 章は序論であり、本研究の目的、方針および論文の構成について述べている。

第 2 章では、本研究で用いたイオンビーム支援蒸着法 (IBAD 法) の原理と特徴、および実験方法について述べている。

第 3 章では、IBAD 法による  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  薄膜の合成について述べている。 $\text{Ti-Al-N}$  系はイオンビームを照射することによって  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  として準安定化し、 $\text{TiN}$  に  $\text{AlN}$  が固溶した構造となることを格子定数の変化から明らかにしている。さらに、準安定状態での  $\text{TiN}$  に対する  $\text{AlN}$  の最大固溶限を実験的に求め、電子論による予測値とよく一致することを示している。また、硬度や耐酸化性などの特性が  $\text{TiN}$  よりも優れていることを明らかにし、さらに、 $\text{AlN}$  含有率  $x$  が多い  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  薄膜は、スピノーダル分解による相分解の可能性があることを示している。

第 4 章では、六方晶窒化ホウ素薄膜 ( $h\text{-BN}$ ) にイオンビームが照射されることによって  $c\text{-BN}$  へ変換されることを実験的に示している。そして IBAD 法による  $\text{BN}$  薄膜の合成では、照射するイオンビームが窒素イオンのみの場合は立方晶窒化ホウ素 ( $c\text{-BN}$ ) は合成できず、窒素・アルゴンの混合イオンを使用し、さらに基板を加熱することによって、 $c\text{-BN}$  相を多く含有した薄膜が合成されることを示している。

第 5 章では、第 4 章で得られた  $c\text{-BN}$  薄膜の基板との剝離現象を防止し、実用化への道を拓くために、ホウ素過剰の  $\text{BN}$  (ホウ素過剰層) を  $c\text{-BN}$  薄膜の下部に中間層として挿入する形で形成している。そして、ホウ素過剰層自身はアモルファス様であることを確認している。また、ホウ素過剰層付きの  $c\text{-BN}$  薄膜は、ハードコーティング材料として十分な硬度を有することを確認している。さらに、これにより薄膜の剝離が防止され、高硬度でかつ密着性の高い  $c\text{-BN}$  薄膜が実現できることを示している。また、この系では、ホウ素過剰層で密着性を担い、 $c\text{-BN}$  層で硬度を担っていることを確認している。

第 6 章は結論であり、本研究で得られた結果をまとめ、本論文の総括としている。

## 論文審査の結果の要旨

過酷な使用環境から母材を保護し、耐食性、耐摩耗性、耐熱性などの性質を飛躍的に向上させるための表面被膜法が急速に実用化されつつあるとともに、さらなる耐酸化性や硬度の向上などを求めた新しい材料の合成が研究されつつある。これらの中で、特に注目されているのが、新たな物質としての「準安定物質」である。本論文では、高温での耐酸化性に優れた  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  と、硬度や化学的安定性に優れた立方晶窒化ホウ素 (c-BN) に注目し、イオンビーム支援蒸着法によってこれら2つの準安定物質を合成するとともに、その構造・特性を明らかにし、いくつかの新しい知見を得ている。

本論文の成果を要約すると次の通りである。

(1)  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  薄膜の合成において、イオンビームを照射することにより、TiN 中の Ti 原子の一部が、Al 原子に強制的に置換固溶し、結晶化していることを示している。

(2)  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  薄膜は、TiN よりも高硬度であり、AlN 固溶度が最大付近で最大の硬度を示している。また、高温での耐酸化性も TiN よりも優れていることを実験により示している。

(3) AlN 含有率が最大付近での NaCl 型単相の  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  薄膜は、自然時効によって NaCl 型+ウルツ鉱型の2相になり、これはスピノーダル分解によるものであると推測している。

(4) 結晶性に乏しい六方晶窒化ホウ素 (h-BN) 薄膜に、窒素イオンを追注入することによって、低注入量では h-BN での結晶化が促進し、高注入量では h-BN が c-BN に変換されることを確認している。

(5) c-BN 薄膜合成においてイオンビームに窒素とアルゴンの混合イオンを使用し、基板加熱を行うことによって、結晶性 c-BN 薄膜の合成が可能になることを示している。

(8) 基板からの c-BN 薄膜の剝離を防ぐために、中間層としてホウ素過剰の BN を c-BN 層と基板との間に挿入することによって膜の密着性が著しく向上することを明らかにしている。

以上のように、本研究では、準安定物質に属する  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  と c-BN に注目して、イオンビーム支援蒸着法でそれらを合成し、優れた特性を有する薄膜の合成が可能である事を示している。そしてイオンビームを使用することによって、容易に非平衡状態を実現しており、準安定物質の合成に対して、イオンビーム支援蒸着法が極めて有効であることを明らかにしている。本研究で得られた結果は、イオンビームによる準安定窒化物薄膜の合成、ならびにこれらの超硬質薄膜の実用化に対して寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値のあるものと認める。