Osaka University Knowledge Archive

| | |
|---|---|
| Title | 高硬度窒化ほう素膜の室温合成 |
| Author(s) | 安東, 靖典 |
| Citation | 大阪大学, 1991, 博士論文 |
| Version Type | |
| URL | https://hdl.handle.net/11094/37526 |
| rights | |
| Note | 著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。 |

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

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

Osaka University

【80】

| | |
|---|---|
| 氏名・（本籍） | 安東靖典（あんどう やすのり） |
| 学位の種類 | 工学博士 |
| 学位記番号 | 第 9470 号 |
| 学位授与の日付 | 平成3年2月1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 | **高硬度窒化ほう素膜の室温合成** |
| 論文審査委員 | （主査）<br>教授 藤本 文範<br>教授 三宅 正宣　教授 三宅 正司　教授 金丸 文一<br>教授 岡田 東一 |

## 論文内容の要旨

窒化ほう素はⅢ－Ⅴ族化合物でその結晶構造は炭素の場合と類似の結晶構造を持ち，そのために機械的特性もまた同様の特性を示す。特に高温，高圧下で安定な立方晶型窒化ほう素（cubic Boron Nitride；c-BN）はダイヤモンドと類似の閃亜鉛鉱型構造でダイアモンドに次ぐ高硬度を示すことが知られている。また，熱伝導率，電気抵抗率は高く，化学的な安定性はダイヤモンドに優る。したがって，c-BNの薄膜化による多くの応用が期待できる。

c-BNの薄膜化はCVD，P-CVD，スパッタ法等で試みられているが充分な性能を得ることは非常に困難である。本研究では，イオンビームが表面に入射した際に表層部に高温状態をつくることができ，且つ熱応力により表面近傍に高圧状態を造ることができることに着目し，窒素イオンビームの照射と同時にほう素膜の蒸着を行う，“イオン蒸着薄膜形成法”により室温でのc-BN相の合成を行っている。

第1章では，窒化ほう素の物性と薄膜化の必要性について示す。特に，高硬度薄膜の必要性については，各摩耗機構に関する解析から摩耗量を減少させるためには表面硬度を増加させる必要があることを述べている。

また，本研究で用いるイオン蒸着薄膜形成法について，イオンビームの使用による特長について示している。

第2章では，本研究で使用するために開発したイオン蒸着薄膜形成装置，および主要構成要素のイオン源について述べている。

次に，成膜実験方法の概要として，本研究に共通する内容について述べ，さらに，形成した薄膜の評価

方法について示している。

本章の最後に，本技術におけるイオンの効果としてサーマルスパイク効果と，この効果に伴う熱応力について評価を行った結果，窒化ほう素膜合成に関し，本技術はイオンビームを用いることによりピコ秒台の極短時間に表面層に高温・高圧状態を発生させることができ，本来高温高圧下で安定とされている高硬度のｃ-BN相を合成できる可能性を有することを示している。

第３章では，ほう素の蒸着と窒素イオンの同時使用によりシリコン基板上に堆積させた窒化ほう素膜について評価を行った結果，厚み方向に安定した組成の得られることを明らかにしている。

２００eV～１０keV の範囲で堆積した膜は，Ｘ線回折測定の結果から，いずれもｃ-BN相を形成しており，イオンビームの使用が有効であることを示している。

第４章では，窒素ガスに不活性ガスを混ぜた混合イオンビームを用いた場合の結果を述べている。

Ｘ線回折の結果，不活性ガスの混合により回折強度が増すことが明らかになっている。

この変化について，入射イオンが表面原子に与えるエネルギーについて検討を行った結果，電子阻止断面積が非熱平衡相の結晶化に効果を与えることを示している。

第５章では，窒化ほう素膜の工業的応用の観点から機械的特性として摩耗特性について評価を行っている。

試料には一般に使用されている高速度工具鋼（ＨＳＳ鋼）製のスローアウェイチップを用い，ＨＳＳチップの逃げ面に生じる摩耗量について評価を行っている。

窒素イオン注入による基板表面の窒化，および，界面にＳｉ－Ｎ 層を挿入することにより高硬度窒化ほう素の膜の性能を引き出せることを示している。

最後に，第６章では以上の結果についてまとめを行っている。すなわち，本研究の結果から，イオン蒸着薄膜形成法により室温でｃ-BNを含む高硬度窒化ほう素膜を堆積することができ，且つ実用化実験でも，基板との界面状態を最適化することにより優れた摩耗特性を有することを明らかにしている。

## 論文審査の結果の要旨

本論文においては，高温，高圧相であり，常温，常圧下では準安定な，ダイヤモンドとほぼ同等の硬度を持ち，熱的，化学的にはダイヤモンド より安定な立方晶型ほう素（ｃ-BN）をイオン蒸着薄膜形成法（ＩＶＤ）もしくはダイナミック・ミクシング法）によって室温，真空中で合成することに成功している。
次のような点でこの合成法が優れた方法であり，合成された窒化ほう素はすぐれた特性を持つという重要な成果を得ている。

(1) ほう素と窒素イオンの輸送比Ｂ／Ｎを１を中心にして大幅に変化させ，窒素イオンエネルギーを200 eV～２０keVの領域で変化させた。 その結果窒素エネルギー 1keV 以下で薄膜中における組成比は１の値を示し，ｃ-BN相も出来易いことをＸ線回折線，赤外吸収の吸収係数測定から明らかにしている。しかし 1keV 以下で作成された膜が剥離する現象が見られる。

(2) 窒化ほう素薄膜の硬度と赤外吸収との間には強い相関が見られる。このことは微視的には高硬度相の結合状態であるc-BN相の結合状態と同様の$sp^3$混成軌道による強い結合を生じるため高硬度のものが得られることを明らかにしている。

(3) 組成比を変えないでイオンによるエネルギーを増大させるために窒素イオンに不活性ガスイオンを混合し，その結果c-BNの（111）面からの回折強度が著しく増大し，赤外吸収係数にも著しい変化が認められ，0.3μmの厚みでしかないにも関わらずヌープ硬度は約4900kgf／$mm^2$に達することを確認している。

(4) 高硬度窒化ほう素薄膜の形成が可能になったのに続いて，切削工具であるHSSチップの逃げ面にBN薄膜を堆積させ切削試験を行っている。性能向上のため，特に窒化ほう素膜とHSSとの間の界面に注目し，BNの熱膨張率に近い値をもつ窒化珪素を境界部に挿入することにより，摩耗量は無処理の母材に対して15％以下に減少させることに成功している。これは画期的な結果といえる。

以上のように本論文は，イオン蒸着薄膜形成法により，常温，常圧下で準安定な立方晶型窒化ほう素膜を，室温，真空中で作成し，さらに不活性ガスイオンを窒素イオンに混合することにより4900kgf／$mm^2$のヌープ硬度の窒化ほう素膜を合成できたことは画期的な成果といえる。

また実際にHSSチップの逃げ面に窒化珪素を境界面に挿入して窒化ほう素膜を堆積させ，摩耗度を15％減少させたことは，新しい複合材料の合成の面からも材料科学の進歩発展に寄与するところが極めて大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。