

Title	Synthesis and Evaluation of New Protective Thin Films by RF-Plasma Assisted Planar Magnetron Sputtering Method
Author(s)	周, 民
Citation	大阪大学, 2000, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/42123">https://hdl.handle.net/11094/42123</a>
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">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

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

Osaka University

氏名	周 民
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 15436 号
学位授与年月日	平成12年3月24日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科マテリアル応用工学専攻
学位論文名	Synthesis and Evaluation of New Protective Thin Films by RF-Plasma Assisted Planar Magnetron Sputtering Method (RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法による新保護膜の合成とその評価に関する研究)
論文審査委員	(主査) 教授 野城 清  (副査) 教授 山本 雅彦 教授 柴田 俊夫 教授 三宅 正司

#### 論文内容の要旨

本論文は、RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法により合成された Cr-B、Cr-N、Cr-B-N、および、Ti-Al-N 膜の構造、表面形態、機械的性質、および耐酸化性に関する系統的な研究とナノインデンテーション法における評価基準に関する研究結果をまとめたものであり、以下に示す9章から構成される。

第1章は、緒論であり、本研究の背景および研究目的について述べている。

第2章では、実験方法について述べている。特に、新開発の薄膜作製法である RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法について詳細に述べている。

第3章では、薄膜の機械的性質の評価に広く用いられているナノインデンテーション (Pharr-Oliver) 法の問題点について詳細に検討し、薄膜硬度測定値への基板の影響を除去するための条件として、薄厚に対する侵入深さの比が0.06以下とすべきであると新しく提案している。

第4章では、Cr-B 保護膜の作製とその構造、耐酸化性、および機械的性質について述べている。Cr-B 保護膜は非常に微細な結晶粒からなり、酸化開始温度が1000°C以上という優れた耐酸化性を有し、最高で24 GPa の高い硬度を示すことを明らかにしている。

第5章では、Cr-N 保護膜を作製し、窒素濃度を連続的に変化させるとともに、 $\beta$ -Cr<sub>2</sub>N、fcc-CrN などの単相膜を得ることに成功し、これらの膜の作製条件と構造および表面形態観察結果との関係を明らかにしている。また、CrN の (111) および (200) 配向膜の間に 5 GPa にもおよぶ硬度差があることを明らかにし、機械的性質が、膜の配向によっても大きな影響を受けることを初めて明らかにしている。

第6章では、Cr-B-N 膜を作製し、得られた膜の構造とその機械的性質におよぼす窒素濃度の影響について述べている。XRD および XPS による詳細な分析の結果、窒素濃度の増加にともない膜の主たる生成相の構造は CrB<sub>2</sub> から h-BN、そして  $\beta$ -Cr<sub>2</sub>N へと変化することを明らかにしている。さらに窒素を約20at%含む Cr-B-N 膜は、硬度14GPa、摩擦係数0.2、酸化開始温度が860°Cであり、潤滑性保護膜として有望であることを明らかにしている。

第7章では、(Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)<sub>2</sub>N 膜を作製し、 $x=0.6$ から $0.7$ では B1 + B4 の混合相になることを明らかにしている。この結果、この混合相からなる (Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)<sub>2</sub>N 膜は950°Cという高い酸化開始温度を有することを明らかにしている。

第8章では、本研究で得られた膜を比較し、Cr-B-N 膜が保護膜として総合的な特性に優れることを明らかにし

ている。

第9章では、本研究で得られた結果を総括している。

## 論文審査の結果の要旨

本論文では、最近、工業的にも注目されている薄膜の製造技術およびその特性の評価基準に関して、RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法により合成された種々の保護膜の構造、表面形態、機械的特性および耐酸化性に関する系統的な研究とナノインデンテーション法における評価基準に関する検討を行い、その一連の研究成果をまとめたものである。主な結果を要約すると以下の通りになる。

- (1) 薄膜の機械的性質を評価するナノインデンテーション法において、基板の影響を除去するための条件を詳細に検討し、真の硬度を得るためには膜厚に対する侵入深さの比が0.06以下である必要があることを提案するとともに、基板特性が薄膜の硬度測定誤差におよぼす影響について明確にしている。
- (2) RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法により、世界で初めてCr-B保護膜の合成に成功し、非常に微細なナノクリスタルが生成することを明確にしている。また、Cr/B比が1.8の時、24GPaの最高硬度および優れた付着特性、摩擦係数、耐酸化性を示すことを明らかにし、Cr-B膜の潤滑の機構についても明確にしている。
- (3) Cr-N膜を低温基板上に合成し、AFMによる観察によって実験条件と表面形態の関係を検討し、異なった実験条件において、Cr-Nの成長機構がことなることを明らかにしている。
- (4) RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法により世界で初めてCr-B-N保護膜を合成し、窒素が相の組成や機械的性質におよぼす影響を明確にしている。窒素分圧を増加させると、CrB<sub>2</sub>からh-BN、β-Cr<sub>2</sub>Nへと相転移することを観察し、h-BNの形成によって、硬さや耐酸化性はやや低下するものの、付着特性、靱性、摩擦特性が大きく向上することを明確にしている。これは組成を制御することで、適度な硬度、すぐれた付着特性、耐酸化性を備えた潤滑性保護膜を合成することが可能であることを示している。
- (5) (Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)N膜を合成し、50at% Al以下の範囲では、B1構造であり、60から70at% Alの範囲では、B1とB4の混合相になることを同定している。これらは混合組織であるにもかかわらず、非常にすぐれた耐酸化性を示し、準安定状態のB1構造(Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)N膜のすぐれた特性を明らかにしたといえる。

以上のように、本論文は、RF プラズマ支援平面マグネトロンスパッタ法によりCr-B、Cr-N、Cr-B-N、Ti-Al-N膜の合成を行い、それらの構造、表面形態、機械的性質、および耐酸化性について系統的に研究を行ったものであり、その結果は準安定相や多相膜コーティングおよびそれらを制御した薄膜特性への理解に有益な知見を与える。また、薄膜の機械的性質を評価するナノインデンテーション法の評価法に対して、詳細かつ慎重な解析を行い、重要な知見を示している。本研究は保護膜の新たな分野を開拓し、準安定相および多相膜の実用性を証明したもので、材料工学、特に材料開発分野の発展に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あるものと認める。