The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	Low-temperature Synthesis of Superhard Nanocomposite Films by ICP Assisted PVD Method
Author(s)	李, 鋳国
Citation	大阪大学, 2004, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/44916
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、大阪大学の博士論文についてをご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

【46】

氏　　名	李（リ）　鋳（ズ）　国（グオ）
博士の専攻分野の名称	博　士（工　学）
学　位　記　番　号	第　１８６９７　号
学位授与年月日	平成 16 年 3 月 25 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	Low-temperature Synthesis of Superhard Nanocomposite Films by ICP Assisted PVD Method （ICP プラズマ支援 PVD 法による超硬質ナノコンポジット薄膜の低温合成）
論　文　審　査　委　員	（主査） 教　授　三宅　正司 （副査） 教　授　山本　雅彦　　教　授　森　博太郎

論　文　内　容　の　要　旨

過酷な使用環境から母材を保護し、耐磨耗性の向上などを求めた新しい膜材料の合成が盛んに研究されている。これらの中で、最近特に注目されているのが、新たな物質としての超硬質ナノコンポジット薄膜である。その作成法としては、使用環境および工業的な応用を目指す上で有利な低温 PVD 技術が数多く行われているが、本論文は、ICP プラズマ支援マグネトロンスパッタリング法という新規な手法による超硬質ナノコンポジット膜の低温合成および膜特性の評価をまとめたもので、序論、本論４章および結論の６章より成っている。

第１章では、研究背景と目的について述べている。

第２章では、ナノコンポジット薄膜の合成および評価方法を述べている。

第３章では、ICP プラズマの特性を調べ、ICP プラズマ支援マグネトロンスパッタリング法は、基板に対して高密度低エネルギーのイオン照射を行うことが出来ることを明らかにしている。そして、本手法によって（200）配向で平滑表面を有する緻密な TiN 膜を低温合成できることを明らかにしている。

第４章では、本手法によりナノコンポジット Ti-Cu-N 薄膜（硬質/軟質タイプ）を合成した結果について述べている。低い基板温度（Ts＝300℃）で成膜したにも拘わらず、得られた膜は圧縮応力が 1.5 GPa 以下で小さく、2 at% の Cu を含んだ最も硬い Ti-Cu-N 膜は 42 GPa の硬度に達することを示している。又膜はナノ結晶 Ti/ナノ結晶 Cu 構造を示し、極めて小さな Cu 結晶粒が TiN 結晶粒の柱状晶界面間に分散していることを明らかにしている。

第５章では、低応力、超硬質ナノコンポジット Ti-Si-N 薄膜（硬質/硬質タイプ）を 150℃以下の低い基板温度で合成した結果を述べている。得られた超硬質 Ti-Si-N 膜は、ナノ結晶 TiN/アモルファス Si_3N_4 構造を示し、TiN 結晶粒の柱状晶界面間にアモルファス Si_3N_4 が存在することを明らかにしている。また、その硬度は 48 GPa という大きな値を示したが、これはアモルファス Si_3N_4 薄層の分離による TiN 結晶粒界面強化のためであることを推論している。

第６章では、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

多くの工業分野の中でも特に乾式機械加工における切削工具のコーティングに適用する材料として、超硬質ナノコンポジット薄膜が最近大いに注目されている。そしてこれまで、硬質/硬質および硬質/軟質などの材料を組み合わせることによって、この膜が超硬質となる可能性が報告されてきている。しかしながら、膜中には高い圧縮応力が存在することが多く本超硬質材の実用化を困難にしているとともに、超硬質発現の機構解明をあいまいにしている。そこでこれを解決するために、本研究ではICPプラスマ支援PVD法を利用して、低応力かつ超硬質のナノコンポジット膜を低温で合成するとともに、薄膜の構造と特性を詳細に調べて超硬質発現の機構を解明し、種々の新しい知見を得ている。

本論文の成果を要約すると以下の通りである。

(1) 絶縁被覆された内部コイルによるICPプラズマ支援により、基板への高密度低エネルギーイオン照射を実現している。

(2) ICPプラズマ支援PVD法において基板に高密度低エネルギーのイオン照射を行うことにより、(200)配向で平滑表面を有する緻密なTiN膜の低温合成を実現している。又これにより低温で膜密度の高いコンポジット薄膜の合成を可能としている。

(3) ICPプラスマ支援PVD法によってTiNにCuを添加した低応力（<1.5 GPa）でかつ超硬質（H_{max}=42 GPa）のナノコンポジットTi-Cu-N薄膜を低い成膜温度で合成できることを示している。硬質/軟質タイプの超硬質発現がナノコンポジット効果に起因していることを解明している。すなわち、本Ti-Cu-N膜はナノ結晶TiN/ナノ結晶Cuコンポジット構造により超硬質となることを明らかにしている。

(4) ICPプラスマ支援PVD法によってTiNにSiを添加した低応力（<1.5 GPa）でかつ超硬質（H_{max}=48 GPa）のナノコンポジットTi-Si-N薄膜を、150℃以下の低い成膜温度で合成できることを示している。この膜はナノ結晶TiN/アモルファスSi_3N_4コンポジット構造を示しており、TiNナノ柱状晶間に分離されたアモルファスSi_3N_4が存在することで超硬質が発現されていることを明らかにしている。

以上のように、本研究では、ICPプラスマ支援PVD法という新しい手法で優れた特性を有する超硬質ナノコンポジット薄膜を合成することに成功している。そして低応力かつ超硬質ナノコンポジット膜を低い成膜温度で合成する上で、ICPプラスマ支援PVD法が極めて有効であることを明らかにしている。さらに得られた膜の特性評価により超硬質発現の機構を明らかにしている。本研究で得られた結果は、超硬質ナノコンポジット膜の実用化、ならびに材料工学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のあるものと認める。