

反応性プラズマ支援成膜法により形成した BN 膜の構造変化と密着性 Phase change and adhesion property of BN films prepared by Reactive Plasma-Assisted Coating (RePAC)

神港精機¹, 兵庫県立工業技術センター², 京大院工³, 阪大産研⁴
 ○野間 正男¹, 山下 満², 江利口 浩二³, 長谷川 繁彦⁴
 SHINKO SEIKI Co., LTD.¹, Hyogo Prefectural Institute of Technology²,
 Kyoto Univ.³, Osaka Univ.⁴
 ○Masao Noma¹, Michiru Yamashita², Koji Eriguchi³, Shigehiko Hasegawa⁴
 E-mail: m-noma@shinko-seiki.com

1. はじめに

機械特性に優れる窒化ホウ素の構造は、立方晶(c-BN)、ウルツ鉱型(w-BN)である¹⁾。PVD、PECVD 法により形成された c-BN 膜は、大気雰囲気中で数日～数か月後に、表面に形成されるクラックの進展により BN 膜中で剥離する現象が観察されている²⁾。反応性プラズマ支援成膜法(RePAC)を用いた BN 膜は、良好な密着性を示す。また BN 膜の表面は、 sp^2 と sp^3 結合状態が混在する BN ナノクラスター構造からなり、その混合比は Ar/N_2 ガス流量比(R_{AN})と基板バイアス電圧(V_{sub})により制御できる³⁻⁵⁾。一方我々は、RePAC にて(R_{AN} , V_{sub})を広範囲で変化させると、BN 膜表面にクラックが生じることを観測した。本講演では、特定の(R_{AN} , V_{sub})により成膜した BN 膜表面でのクラックの生成機構について報告する。

2. サンプル構造および成膜条件

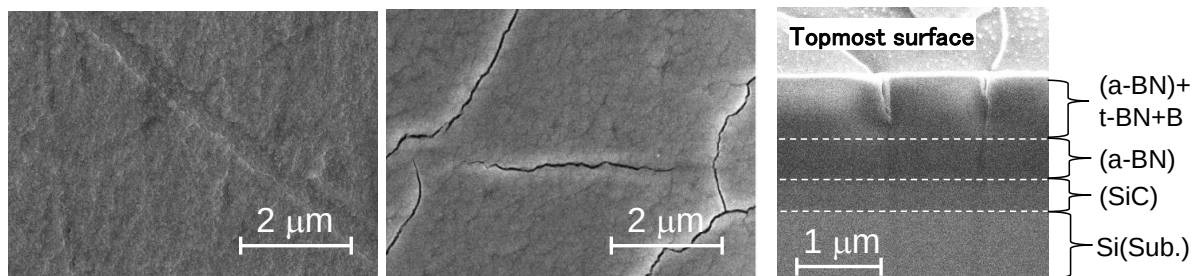
RePAC を用いた c-BN 膜積層構造(c-BN/t-BN/a-BN/SiC/Si 基板=試料 A)は、 $V_{sub} = -35 \rightarrow -120$ V、 $R_{AN} = 2.40 \rightarrow 1.09$ と制御することで作製できる。なお、a-BN 層の形成条件は、 $V_{sub} = -35$ V、 $R_{AN} = 2.40 \rightarrow 1.09$ である。我々は、比較対象として、c-BN/t-BN 層の代わりに、a-BN/SiC/基板上に $V_{sub} = -35$ V、 $R_{AN} = 1.09$ の条件で、BN 膜を形成した(=試料 B)。この BN 膜の成膜時間は、c-BN/t-BN 層のそれと同じ 100 分である。作製試料に対し SEM による表面観察、XRD による構造解析を行った。

3. 結果及び考察

図 1 に各試料表面の SEM 像を示す。試料 B のみクラックが観察できた。図 2 に試料 B の断面 SEM 像を示す。膜表面に生じたクラックは、最表面から a-BN 層との界面付近まで達していた。試料 B の XRD 解析で得られたピークから、t-BN とホウ素の存在が確認できた。(試料 A では c-BN の存在は確認できている。) 我々は、a-BN 層中に存在するホウ素が、大気中の水分・酸素と反応し、体積膨張することで、このホウ素が存在する部分を起点にクラックが進展したと考えている。

4. おわりに

RePAC においても、特定条件で成膜した BN 膜では、大気放置すると BN 膜表面にクラックが形成される。膜中に偏析するホウ素が大気暴露のより体積膨張し、クラックを進展させると考えられる。BN プロセスで剥離を防止するためには、クラックの形成原因となるホウ素の偏析を抑制するプロセスの開発が必要である。



(a) Sample A ($V_{sub} = -120/-75$ V) (b) Sample B ($V_{sub} = -35$ V)

Fig. 1 SEM surface views of BN films.

Fig. 2 Cross sectional SEM image of sample B.

謝辞 本研究の一部は、科研費・基盤研究(B) 15H04159 および物質・デバイス領域共同研究拠点 2015384 による助成を受けて行われました。

参考文献

1) C. B. Samantaray and R. N. Singh: Int. Mat. Rev. **50**, 313 (2005). 2) I-H. Kim, S-H. Kim, and K-B. Kim: J. Vac. Sci. Technol. **A16**, 2295 (1998). 3) M. Noma et al.: Jpn. J. Appl. Phys. **53**, 03DB02 (2014). 4) 野間ら: 2014 年応用物理学会春季大会 18p-E13-1; 2014 年応用物理学会秋季大会 17a-C5-3; 2015 年応用物理学会春季大会 12p-P16-19. 5) 長谷川ら: 2015 年応用物理学会秋季大会 15a-1D-2.