

課題番号 : F-13-AT-0147  
利用形態 : 技術代行  
利用課題名(日本語) : 水素アニールが窒化ケイ素基板に与える影響の分析と、ナノクリスタルダイヤモンド薄膜の構造及び基板との界面観察(水素アニールを施した窒化ケイ素基板について)  
Program Title (English) : The influence of hydrogen annealing to Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and the investigation of both structure of nanocrystalline diamond film and interface between film and substrate  
利用者名(日本語) : 西山 祐太  
Username (English) : Y. Nishiyama  
所属名(日本語) : 慶應義塾大学 理工学部 機械工学科 鈴木哲也研究室  
Affiliation (English) : Department of Mechanical Engineering, Keio University.

### 1. 概要(Summary)

気相合成法により合成されるナノクリスタルダイヤモンド(NCD)薄膜は、基板との密着性が乏しいことが実用化への妨げとなっている。筆者は密着性の向上が期待される前処理手法として、水素アニールを提案してきた。本研究では、水素アニール前処理が窒化ケイ素基板及びNCD薄膜の微細構造、界面付近の化学組成に与える影響を観察、分析することによって、水素アニールによる密着性向上の可能性を示唆した。

### 2. 実験(Experimental)

試料として、(i)未処理の窒化ケイ素基板、(ii)水素アニール処理を施した窒化ケイ素基板、(iii)水素アニール処理後にNCD薄膜を合成した窒化ケイ素基板の3種類を用意した。産業技術総合研究所に設置されている集束イオンビーム加工観察装置(FIB)(FB-2100)を使用し透過型電子顕微鏡(TEM)用試料を作製し、物質・材料研究機構に設置されているTEM(JEM-2100F2)を用いて試料の観察及び分析を実施した。なお、本報告書では技術代行で実施した(ii)の試料について報告する。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig.1にFIBによって加工したTEM用試料のSIM像を示す。試料の厚さは60~70nmであり、TEM用試料として十分に薄膜化することに成功した。

Fig.2に試料表面付近(表面から1μm以下)の代表的な像(HRTEM)、Fig.3に試料深部(表面から1μm以上)の代表的な像を示す。Fig.2について、表面付近の窒化ケイ素粒子には空孔(図中矢印)が見られ、アモルファスな構造をしていることが明らかとなった。一方で、Fig.3の基板深部の像を見ると、表面付近と比較して結晶性の良い格子像が確認された。以上の結果から、窒

化ケイ素基板に水素アニール処理を施すことによって、表面から1μm以下の比較的表面付近の窒化ケイ素の結晶性が低下し空孔が生じたことが判明した。これは、水素アニールにより表面付近の窒化ケイ素粒子に対してエッチングが生じたためであると考えられる。

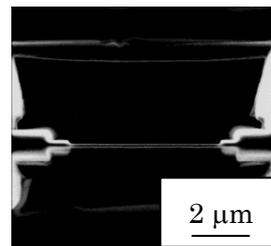


Fig.1 The TEM sample which was processed by FIB and was complete.

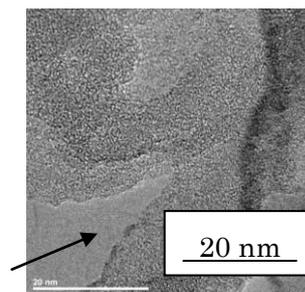


Fig.2 The HRTEM image near the surface.

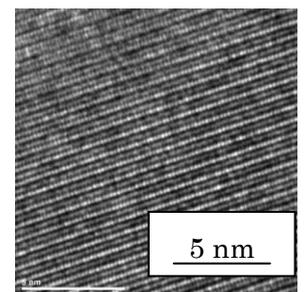


Fig.3 The HRTEM image in the deep part.

### 4. その他・特記事項(Others)

本研究のFIBに関する事項は、産業技術総合研究所 飯竹 昌則氏の多大なる御協力の下遂行されました。また、TEMに関する事項は、物質・材料研究機構 長谷川 明氏、根本 善弘氏の御指導の下実施されました。

### 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

### 6. 関連特許(Patent)

なし。