

# 超音速フリージェット PVD による ナノ結晶窒化アルミニウム厚膜の開発

芝浦工業大学大学院 理工学研究科 材料工学専攻 修士課程 2 年 (助成時)  
横浜ゴム株式会社 (現 在)

清水 麻里

## 1. 緒 言

窒化アルミニウム(AIN)は III-V 族半導体であり、優れた熱伝導率や絶縁特性を有するため広く応用されている<sup>1)</sup>。近年の電子部品の高機能化に伴う使用電圧の増加により、現在の AIN 膜の主流である薄膜から数  $\mu\text{m}$  以上の厚膜化への展開が期待されている<sup>2)</sup>。また、電気特性の向上には厚膜化と皮膜の微結晶化による電流伝導パスの伸展及び複雑化が効果的である<sup>3)</sup>。しかし、既存の成膜技術には種々の技術的課題を有しており、優れた特性を有する緻密なナノ結晶 AIN 厚膜を低温環境下で成膜可能とする成膜法が求められている。超音速フリージェット PVD は、生成直後の活性なナノ粒子を超音速ガス流により加速させ、基板に衝突・堆積させる新規成膜法である。本研究は、超音速フリージェット PVD により AIN 厚膜の形成を試み、成膜条件が及ぼす膜性状への影響を評価することを目的とした。

## 2. 実験方法

Fig.1 に超音速フリージェット PVD 装置の概略図を示す。本装置は真空排気系および上下 2 つのチャンバにより構成され、両チャンバは搬送管により連結されている。本法による成膜は両チャンバを真空排気し、窒素( $\text{N}_2$ )ガスを下部チャンバに導入し真空排気している上部チャンバと下部チャンバとの差圧によりガス流を生起させる。 $\text{N}_2$  ガス雰囲気とした下部チャンバにおいて Q スイッチ制御による Nd:YAG レーザをターゲットに照射・蒸発させ、AIN ナノ粒子を生成させる。生成された AIN ナノ粒子はガス流により上部チャンバに搬送され、搬送管の先端に設置された超音速ノズルによりマッハ 4.2 まで加速させたガス流によって基板上に高速衝突・堆積し膜形成する。また本実験では、基板に SUS304( $10 \times 10 \times t=1.5\text{mm}$ )及び石英( $10 \times 10 \times t=2.0\text{mm}$ )を用い、膜原料となるターゲットには純 Al(3N)を用いた。即ち、金属 Al から AIN をその場合成し、AIN 膜を成膜することを試みた。成膜条件は、ノズル加熱温度( $550^\circ\text{C}$ )一定下で、レーザー出力(1-3W)、 $\text{N}_2$  ガス圧力(30, 90kPa)を変化させ影響を評価した。レーザー照射条件は波長 532nm、周波数 10Hz とし、焦点レンズ距離(以下 Z とする)の変化によるレーザー照射面積変化によりレーザーエネルギー密度の制御を行った。

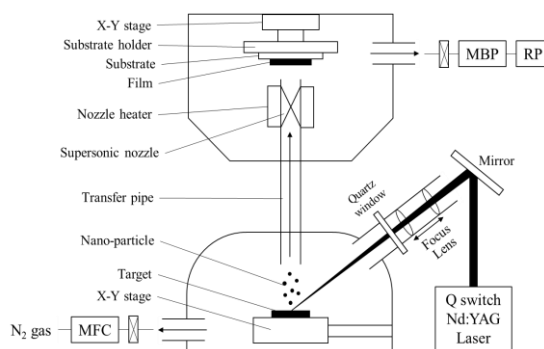


Fig.1 Schematic diagram of SFJ-PVD apparatus.

## 3. 実験結果及び考察

Z=0mm 一定とし、 $\text{N}_2$  ガス圧力を 30, 90kPa、レーザー出力を 1-3W と変化させ石英基板上に作製した AIN

膜の XRD 測定結果(Fig.2)から、本法により作製した AlN 膜はいずれの成膜条件においても多結晶 h-AlN(ウルツ鉱型構造)を呈することが明らかとなった。また、Z=0mm, N<sub>2</sub> ガス圧力 90kPa 一定とし、レーザ出力を 1,3W と変化させ SUS304 基板上に作製した AlN 膜の TEM 観察を行った結果、いずれの成膜条件で成膜した皮膜においても結晶粒径約 20nm のナノ結晶組織を呈すること、h-AlN のみで構成されていることが確認された。以上 XRD 及び TEM 観察結果より、本法により金属 Al や Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含まない単相 AlN 膜の形成に成功したことが明らかとなった。

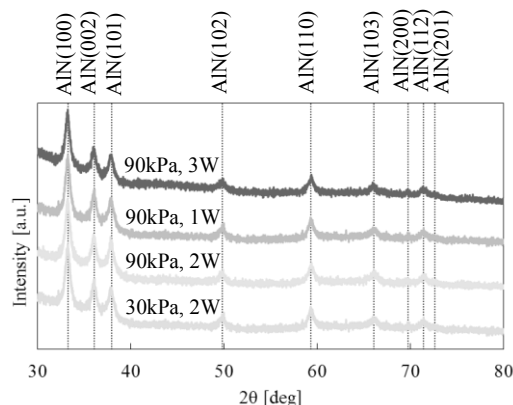


Fig.2 X-ray patterns of AlN film on quartz glass.

次に、Z=0mm, N<sub>2</sub> ガス圧力 90kPa 一定とし、レーザ出力を 1-3W と変化させ作製した AlN 膜の膜断面写真の観察結果から 1W では欠陥量の増加、3W では界面き裂が観察され、2W にて緻密な被膜が形成されていることが確認されたため、レーザ出力 2W が最適条件であることが示唆された。また、Z=87mm, レーザ出力 2W 一定とし、N<sub>2</sub> ガス圧力を 30, 90kPa と変化させ作製した AlN 膜の膜断面写真を Image J により画像解析した結果、膜中の欠陥面積は 1.069μm<sup>2</sup>(30kPa), 0.144μm<sup>2</sup>(90kPa)と、N<sub>2</sub> ガス圧力の増加に伴い膜中の欠陥面積が 87%減少することが確認された。XRD 測定で得られた回折ピークを用い、Scherrer 法により結晶子サイズを算出した結果、16.8nm(30kPa), 14.8nm(90kPa)と N<sub>2</sub> ガス圧力の上昇により結晶子サイズが低減することが確認された。結晶子サイズの低下により粒子径も伴い低下することが推測され、基板に衝突する際の運動エネルギーが増大することで緻密な膜形成の駆動力となることが示唆された。すなわち、N<sub>2</sub> ガス圧力は膜組織の微細化及び緻密な膜形成における重要な支配因子であることが明らかとなった。Z=0mm, N<sub>2</sub> ガス圧力 90kPa, レーザ出力 2W で作製した緻密な AlN 厚膜の膜断面写真を Fig.3 に示す。従来の研究結果より最適条件で厚膜形成を行ったところ非常に緻密な厚膜(約 130μm)の形成に成功した。

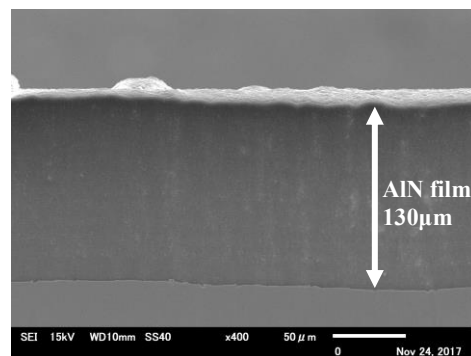


Fig.3 Cross-sectional SEM image of AlN film on SUS304 substrate.

#### 4. 結言

超音速フリージェット PVD の成膜条件が及ぼす AlN 膜性状への影響を検討し、以下の知見を得た。

- 1) N<sub>2</sub> ガス圧力の増加に伴い欠陥のない緻密な AlN 厚膜が形成されることを明らかとし、膜厚 130μm の AlN 厚膜の形成に成功した。
- 2) 本研究で検討した全ての成膜条件において、AlN 膜は単相 h-AlN 多結晶性を呈し、結晶粒径が約 20nm のナノ結晶膜であることが明らかとなった。

#### 参考文献

- 1) 一ノ瀬昇, 桑原秀行: ナイトライドセラミックス, 日刊工業新聞社, (1998), p88.
- 2) 一木正明, 他: “圧電性材料の厚膜形成技術と MEMS への応用 —PZT 系材料の積層構造体作製とデバイス形成に関する研究—”, IEEJ Trans. SM, Vol.123, No.12, (2003), pp560-564.
- 3) 安藤秀泰, 他: “世界最高耐圧を達成した避雷器用超高耐圧 ZnO 素子”, 東芝レビュー Vol.57, No.10, (2002), p60.