OUKA
The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	Analysis of Microstructure and Growth Mechanism of Ion-Plated Cubic Boron Nitride Thin Film by Soft X-Ray Spectroscopy
Author(s)	上月, 秀徳
Citation	大阪大学, 1995, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3108103
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

【 23 】

氏名	上月秀徳（こうづきひでのり）
博士の専攻分野の名称	博士（理学）
学位記番号	第 12190 号
学位授与年月日	平成7年12月21日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
学位論文名	Analysis of Microstructure and Growth Mechanism of Ion－Plated Cubic Boron Nitride Thin Film by Soft X－Ray Spectroscopy （イオンプレーティング法で作製した立方晶窒化ホウ素薄膜の微細構造と成長機構に関する軟X線分光分析法による解析）
論文審査委員	（主査） 教授 金丸 文一 （副査） 教授 渡會 仁　教授 川合 知二

論文内容の要旨

立方晶窒化ホウ素（c－BN）は，通常ダイヤモンドと同様高温高圧下で合成されているが，本研究では，低圧気相合成法の一つである反応性イオンプレーティング法によりc－BN膜を合成し，合成したc－BN膜のキャラクタリゼーションを軟X線分光分析法で行い，c－BN膜の微細構造と成長機構について解析を行った。本研究において解明できた主な内容を以下に要約する。

1. 本研究においてc－BN膜の合成に用いた反応性イオンプレーティング法の特徴は，成膜時の熱陰極プラズマの安定化とホウ素，窒素等のイオン化を促進するために磁界を利用したことである。c－BN膜の合成には，成膜時の窒素ガス雰囲気中にArガスを添加し，基板バイアス電圧（本研究では，基板への高周波電力の印加により発生する負の自己バイアス電圧を基板バイアス電圧として利用）で熱陰極プラズマ中に発生したAr，窒素イオン等により，15～65eVのエネルギーで成長する被膜にイオン衝撃を与えることが必要なことを明らかにした。
2. 種々のPVD・CVD法による低圧気相合成法で作製されたc－BN膜は，数十ナノメータ以下の微結晶からなりしかも0.5μm以下の薄膜であるため，その分析・評価が難しい。通常，c－BN膜は赤外線分光分析法と電子線回折法で評価・相同定されているが，これらの分析法だけではキャラクタリゼーションが不十分と考えられている。このため，低圧気相合成法でのダイヤモンド膜の生成が完全に認知されているのに対して，低圧気相合成法によるc－BN膜の生成に関しては今だ疑問視されている面がある。本研究では，合成したc－BN膜の評価・分析を赤外線分光分析法，電子線回折法だけでなく，軟X線分光分析法，電子エネルギー損失分析法，薄膜X線回折法，ラマン分光分析法でも行った。いずれの分析法からもc－BN膜の生成が確認でき，特にc－BN膜の生成を立証する上で必要不可欠と考えられているc－BNに対応するラマンスペクトルが得られ，反応性イオンプレーティング法によるc－BN膜の生成が実証できた。
3. 本研究の最大の特徴は，c－BN膜の評価・分析法として新たに軟X線分光分析法を適用したことである。この分析法は，高分解能透過電子顕微鏡観察等による膜微細構造の分析法に比較して容易な方法である。ホウ素特性KX線スペクトルを使ったc－BN膜の軟X線分光分析の結果，c－BN膜の微細構造としてはシリコン基板上に厚さ約

30nmの六方晶窒化ホウ素（h－BN）膜が存在し，この h－BN 膜上に c－BN 膜が存在する構造であることが明らかとなった。この h－BN 膜は c－BN 膜成長前の成膜初期段階に必ず生成し，c－BN 膜生成の前駆体としての役割を果たしていると考えられる。h－BN 膜からのホウ素特性KX線スペクトルについて DV－Xα 法（分子軌道計算法の一方法）により理論解析した結果，h－BN 膜は数ナノメータ以下の微結晶からなりしかもその底面すなわち（0001）面が基板表面に垂直に配向していることが解明された。

4. 反応性イオンプレーティング法による c－BN 膜の生成には15～65eV程度のエネルギーで被膜にイオン衝撃を与える必要があり，このイオン衝撃により膜中に生成・蓄積される圧縮応力は5～3GPaと見積もられた。一方，約250℃（成膜時の基板温度）のときの h－BN から c－BN への相転移圧力は約2GPaである。したがって，反応性イオンプレーティング法による c－BN 膜の成長機構としては，成膜直後には常温常圧安定な h－BN 膜が生成し，成膜の進行とともに h－BN 膜中にイオン衝撃により圧縮応力が生成・蓄積され，圧縮応力の大きさが c－BN 相安定となる応力値に達した時点から c－BN 膜が成長すると考えられる。この c－BN 膜生成に必要な大きな圧縮応力の発生・蓄積のために，基板表面に対する h－BN 膜底面の垂直配向が必要不可欠である。

論文審査の結果の要旨

上月秀徳君は，イオンプレーティング法で作製した立方BN膜について，B－KX 線スペクトルの DV－Xα 分子軌道法による解析および衝撃イオンで膜に誘起される圧縮応力の定量的評価を行い，析出初期に優先配向した六方BN層が生成すること，その層に閾値以上の圧縮応力が蓄積されて立方BNが生成し始めることなどを明らかにした。以上，本論文は，BN膜の評価法としての軟X線分光法を確立するとともに，立方BN膜の生成機構を解明したもので博士（理学）の学位論文として十分価値あるものと認める。