

窒化ケイ素のECR - プラズマエッチング

材料2部構造材料グループ 須田明彦

ECR-Plasma Etching of Silicon Nitride

Akihiko Suda

セラミックス材料の研究開発において、微構造の観察は重要である。通常、セラミックスの微構造の観察は、酸、アルカリなどによる化学エッチングや、熱エッチングによって結晶粒の形状を浮き立たせることで行う。窒化ケイ素は、自動車部品にも使用されている代表的な構造用セラミックスであるが、通常のエッチング方法では微構造観察が困難である。近年、三友らによって水素プラズマによるエッチングが提案されている¹⁾。水素プラズマによる窒化ケイ素のエッチングでは、結晶粒がエッチングされるため小さい結晶粒の脱落が無く、粒界が明確に観察できる。しかし、10時間程度の処理時間の長さが欠点である。そこで、ECR（電子サイクロトロン共鳴）- プラズマによるエッチングを検討した。その結果、15分程度の短時間で明瞭なエッチング組織が得られることを明らかにした²⁾。

エッチングは、次のように行った。プラズマ発生室、プラズマ処理室を 10^{-5} Paにした後、水素ガスを導入し、ECR条件を満たす磁場（875gauss）を印加した。2.45GHzのマイクロ波を石英窓を介してプラズマ発生室に導入した。発生したECRプラズマを電磁コイルによる発散磁場によりプラズマ処理室に導き、試料台に設置した鏡面研磨後の試料をエッチングした。

6wt%の Y_2O_3 と3wt%の Al_2O_3 を助剤とする窒化ケイ素のエッチング面をFig.1に示す。結晶粒界が白い線として観察される。 Y_2O_3 と AlN を1:9のモル比で12wt%添加した（ $\alpha' + \beta'$ ）複合サイアロンのエッチング面をFig.2に示す。白い点状組織が相対的に大きく疎である結晶粒が β' 相、白い点が細かく密の結晶粒が α' 相である。この白点状組織は、サイアロンの特徴ではなく、ECRプラズマエッチングに特有のもので、 SiO_2 が主成分である。これらのエッチング面の画像解析から求めた複合サイアロンの α' 相と β' 相の存在比はX線回折

からの値と対応した。しかし、粒界相の量はエッチング時間につれて変化するため定量性はなかった。エッチングのメカニズムについては十分に明らかになってはいないが、窒化ケイ素の微構造観察法の決め手として今後の普及が期待される。

最後に、この実験はLSIプロセス研究室、ミクロ解析研究室の協力を得て実施した。

参 考 文 献

- 1) Mitomo, M., Sato, Y.: J. Am. Ceram. Soc., 74-4(1991), 856 ~ 858
- 2) 須田明彦, ほか: 日本セラミックス協会1992年会講演予稿集, (1992), 377

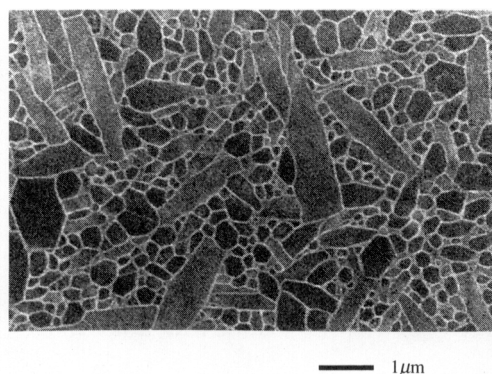
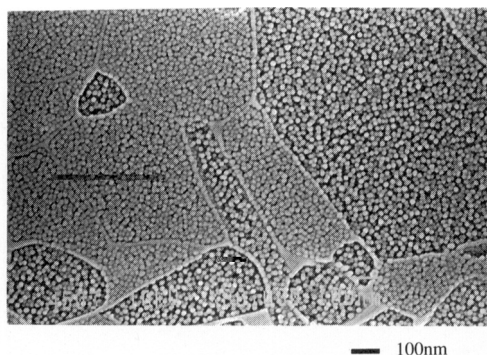


Fig.1 Etched surface of silicon nitride.

Fig.2 Etched surface of α'/β' composite sialon.