実施課題番号: 2006A0193 使用ビームライン: BL19B2

ガスクラスターイオンビームを照射した磁性膜のダメージ層の構造解析

角田茂(実験責任者)<sup>1)</sup>、平野辰巳<sup>2)</sup>、松尾二郎<sup>3)</sup> 瀬木利夫<sup>3)</sup>、二宮啓<sup>3)</sup>、羽田真毅<sup>3)</sup>、市木和弥<sup>3)</sup>

1) (株) 日立製作所 生産技術研究所、2) (株) 日立製作所 日立研究所

3) 京都大学大学院工学研究科 附属量子理工学研究実験センター

# 1. 緒言

磁性膜の超低損傷加工を開発する上で、加工損傷の評価は非常に重要である。これまで、二次イオン質量分析(SIMS)法や微小角入射 X 線回折法を用いて、Ar-GCIB 照射に伴う組成ずれ損傷  $^{11}$ や、PtMn 膜の格子間距離の変化  $^{21}$ について評価した。上記評価により、Ar-GCIB を入射角  $80^{\circ}$  で照射することにより、PtMn 膜の組成や応力の深さ分布に影響を与えることなく、表面を加工できることが明らかになった。

本課題では、微小角入射 X 線回折(XRD)法を用いて、照射損傷に対する Ar-GCIB のエネルギー、クラスターサイズ、入射角依存性を評価する。さらに通常の Ar イオンビームを照射した結果との比較を行う。

# 2. 実験方法

試料はSi 基板上に成膜したPtMn(膜厚60 nm)を用いた。PtMn は熱処理をせず、無配向、fcc 構造である。評価を行った試料の照射条件をTable 1 に示す。ビームに対して傾斜させることができる自転ホルダー上に試料を固定した。イオンビーム照射に伴うエッチ量は蛍光 X 線法により測定した。GCIB の発生方法やクラスターサイズの制御方法に関しては、既報 3 で詳細に述べているので、ここでは省略する。

| # | 加速電圧    | Dose 量             | 入射角             | サイズ  | E⊥/atom   | エッチ量 |          |
|---|---------|--------------------|-----------------|------|-----------|------|----------|
|   | Va (kV) | $(ions/cm^2)$      | $\theta$ (deg.) |      | (eV/atom) | (nm) |          |
| A | 20      | $5 \times 10^{15}$ | 80              | 3000 | 0.2       | 2. 3 | GCIB     |
| В | 10      | $1 \times 10^{16}$ | 80              | 3000 | 0.1       | 0. 2 | GCIB     |
| С | 39      | $3 \times 10^{15}$ | 80              | 6000 | 0.2       | 4. 0 | GCIB     |
| D | 20      | $5 \times 10^{15}$ | 80              | 6000 | 0.1       | ≈0   | GCIB     |
| Е | 0. 1    | $6 \times 10^{15}$ | 80              | 1    | 3         | 2. 2 | モノマー     |
| F | _       | _                  | _               | _    | _         | _    | As depo. |

Table 1 試料に対する照射条件

微小角入射 X 線回折法は、X 線を基板面に対して低角度で入射させることで X 線の侵入深さを制御して、その回折線を測定する手法である。本報告では、微小角入射の薄膜回折と面内回折を測定した。前者は、入射 X 線と回折 X 線とからなる散乱面が基板面に垂直で、回折角を 2 として、基板面と θ 傾いた格子面からの回折を測定する。後者は、散乱面が基板面とほぼ平行で、基板面に垂直な格子面からの回折を測定する。両者の測定結果から試料の歪を算出し、GCIB による照射損傷の深さ分布を評価した。測定には SPring-8 の BL19B2 の回折装置を用いた。回折線は、波長: 1.5418 Å、入

射強度:  $1.7 \times 10^9$  cps、ビームサイズ:  $0.2 \times 8$  mm、角度広がり: 0.013 度(垂直方向)、ソーラースリット: 0.1 度、2 した。

## 3. 実験方法

測定した回折線を Voigt 関数でフィッティングし、その面間隔を算出した。薄膜回折からの (111) 面間隔  $(d_{op})$  と面内回折からの (111) 面間隔  $(d_{ip})$  を用いて試料の膜歪を計算し、図 1 に示した。図 1 では、GCIB、イオンビーム照射の影響を評価するため、加工前の深さに対する膜歪を表示した。

ここで、試料に対し、微小角入射した X 線は試料内で大きく屈折する。薄膜 X 線回折で測定した回折角はこの屈折した角度方向を含むため、面間隔の算出にはその屈折効果を補正した。(111) 反射の回折角度 2 θ は約 40°であるため、薄膜<111>方向は、基板法線に対して約 20°傾いている。一方、面内<111>方向は基板面内にある。次式で歪を定義した。

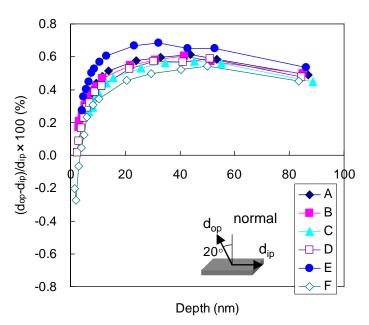


図 1 GCIB、Ar イオンビーム照射前後の PtMn 膜の 歪分布.

歪(%) = 
$$\frac{d_{op} - d_{ip}}{d_{ip}} \times 100$$

上記定義式より、歪の値が正であれば圧縮応力、負であれば引張応力が膜面内に存在する。

GCIB 照射前の試料 Fでは、膜全体で+0.4%の圧縮歪となり、最表面で-0.3%の引張 歪となっている。従来から、PtMn 膜は圧縮応力がかかっていることが知られており、 妥当な結果となっている。GCIB を照射した試料 A-D では最表面から圧縮歪となっている。また、照射前後で歪分布は、非常によく似ている。膜全体にわたって歪の変化量は 0.1%以内であり、非常に低損傷な加工が実現できた。残念ながら、今回の実験では、 照射条件による有意差は確認できなかった。これは、試料 A-D の照射条件における膜に垂直な方向のエネルギー成分が非常に小さいためと推定している。 1 原子あたりに 換算すると、Table 1 に示すように、いずれも 0.1-0.2 eV/atom である。

一方、従来のイオンビームを照射した試料 E でも、照射前後での歪分布は良く似ており、低損傷で加工ができることがわかった。しかし、照射前と比較すると膜全体にわたって歪の変化量は 0.2%となり、GCIB と比較すると大きい。従来のイオンビームでは、基板に垂直な方向のエネルギー成分が GCIB より 1 桁大きいことが原因として考えられる。基板に垂直な方向のエネルギー成分を GCIB と同等にするためには、加速電圧を 1 桁低減する必要がある。しかし加速電圧 10 V で十分なイオンビームを得ることは非常に困難である。

最後に、エッチ量について検討する。試料 A、C では、クラスターを構成する Ar 原

子1個あたりに換算した基板に垂直な方向のエネルギー成分が 0.2 eV である。この条件下で得られる Dose 量あたりのエッチ量は、基板に垂直な方向のエネルギー成分が 3 eV の従来のイオンビームとほぼ同等である。

すなわち、GCIBは、従来のイオンビームでは実現し得ない低エネルギー領域の照射によって効率よく低損傷加工を行うが可能であることがわかった。

### 4. 結論

ガスクラスターイオンビーム(GCIB)の斜め照射を行った PtMn 膜の結晶構造について微小角入射 X 線回折法を用いて評価した。その結果、GCIB を入射角 80°で照射する前後で歪分布は、歪の変化量は 0.1%以内と非常によく似ており、非常に低損傷な加工が実現できることがわかった。従来のイオンビームを入射角 80°で照射しても、低損傷加工が実現できるが、歪の変化量は 0.2%と、GCIB より大きな損傷が発生する。これは、原子 1 個あたりに換算した基板に垂直な方向のエネルギーが、従来のイオンビームに比べて 1 桁小さいことによる。一方で GCIB の Dose 量あたりのエッチ量はモノマーイオンビームと同等であることから、効率よく低損傷加工を行うが可能であることがわかった。

# 参考文献

- <sup>1)</sup> S. Kakuta, S. Sasaki, K. Furusawa, T. Seki, T. Aoki, and J. Matsuo, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 843, 183 (2005).
- 2) 平野辰巳, 上田和浩, 角田茂, 松尾二郎, 瀬木利夫, 二宮啓, 羽田真毅, 第19回日本 放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム予稿集, 8P052M (2006).
- 3) I. Yamada, J. Matsuo, N. Toyoda, and A. Kirkpatrick, Mater. Sci. Eng., R. 34, 231 (2001).