

課題番号：2005B0967

課題名：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

実施責任者：角田茂

所属：(株)日立製作所中央研究所

共同実験者：平野辰巳、松尾二郎<sup>\*</sup>、瀬木利夫<sup>\*</sup>、二宮 啓<sup>\*</sup>、羽田真毅<sup>\*</sup>

共同実験者所属：(株)日立製作所日立研究所、<sup>\*</sup>京都大学量子理工学研究実験センター

ビームライン名：BL19B2

## 1. 緒言

磁気ディスク装置(HDD)の記録密度向上に伴い、ヘッド - ディスク間距離(ヘッド浮上量)の低減が求められている。そのため、ヘッドがディスクに相対する面(浮上面)は超平坦化加工が要求されている。しかし、平坦化の際にヘッド浮上面に加工損傷を生じると、実効的な浮上量が増加する。従って、上記課題解決に向けては、ヘッド浮上面は、極めて低損傷で平坦化する技術が必須である。本研究では、ラテラルスパッタ効果と低エネルギー照射効果という特長を持つガスクラスターイオンビーム(GCIB)に着目し、磁性膜の超低損傷・超平坦加工プロセスを開発する。

超低損傷プロセスを開発する上で、損傷の評価技術は非常に重要である。これまで、二次イオン質量分析(SIMS)法を用いて、Ar-GCIB 照射に伴う組成ずれ損傷の入射角(基板の鉛直方向からの角度)依存性を評価してきた<sup>1)</sup>。その結果、入射角 80°で照射することにより、組成ずれ深さを 3 nm 以下に低減できることを明らかにした。一方、磁気特性は結晶構造変化に対して敏感であるが、SIMS 法では GCIB 照射が結晶構造に与える影響については評価することができない。そこで、微小角入射 X 線回折(XRD)法を用いて Ar-GCIB 照射に伴う PtMn 膜の格子間距離の変化について評価した<sup>2)</sup>。その結果、Ar-GCIB を入射角 80°で照射することにより、PtMn 膜の応力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。

しかし、上記プロセスでは、磁気ヘッド浮上面に露出する材料間で大きなエッチレート差が生じることが判明した。そこで、Ar-GCIB プロセスよりも材料間のエッチレート差を低減できるプロセスを開発した。本課題では、微小角入射 X 線回折(XRD)法を用いて、新規プロセスに伴う PtMn 膜の歪を測定し、膜に生じている応力の深さ方向分布を評価する。

## 2. 実験方法

GCIB の発生方法は、既報<sup>3)</sup>において詳細に記載されているので、ここでは簡単に述べる。ノズルから噴出した気体は断熱膨張により過冷却状態となり、クラスターを形成する。形成されたクラスターはイオン化室で電子衝撃によりイオン化される。電界によってイオン源から引き出されたクラスターイオンビームは、磁界によりビーム中に含まれるモノマーイオンを除去した後、試料に照射される。GCIB の入射角を可変とするために、試料はチル

ト及び回転機構を備えたホルダーに設置される。

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。表 1 に試料番号、試料条件の一覧を示す。試料 A は O<sub>2</sub>-GCIB を照射したもの、試料 B は O<sub>2</sub>-GCIB 照射に続いて Ar-GCIB を照射したもの、試料 C は Ar/O<sub>2</sub> の混合ガスからなるクラスターを照射したものである。試料 D は GCIB 照射を行っていない参照試料である。試料 D 以外は基板面の鉛直方向に対して斜め 80 ° 方向から GCIB を照射している。表 1 に示したエッチング量は、GCIB 照射前後で測定した蛍光 X 線法による膜厚から算出した。

微小角入射 X 線回折法は、X 線を基板面とのなす角が非常に微小となるように入射させることで 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  $2\theta$  として、基板面と  $\theta$  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、膜に生じている応力から 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:  $0.013^\circ$  (垂直方向)、ソーラースリット:  $0.1^\circ$ 、 $2\theta$  走査の条件で測定した。

表 1 GCIB 照射条件

試料	照射条件	エッチング量
A	O <sub>2</sub> -GCIB、斜入射	3.6 nm
B	1 <sup>st</sup> step: O <sub>2</sub> -GCIB、斜入射 2 <sup>nd</sup> step: Ar-GCIB、斜入射	4.6 nm
C	Ar/O <sub>2</sub> -GCIB、斜入射	4.5 nm
D	As deposited (reference)	-

### 3. 実験結果と考察

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( $d_{out}$ )と面内回折からの(111)面間隔( $d_{inp}$ )を用いて試料の膜歪を計算し、図 1 に示した。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  $2\theta$  は約  $40^\circ$  であるため、薄膜<111>方向は、基板法線に対して約  $20^\circ$  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。

$$\text{歪} (\%) = \frac{d_{out} - d_{inp}}{d_{inp}} \times 100$$

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。

参照試料 D では、膜全体で +0.4%の圧縮歪となり、最表面で -0.4%の引張歪となっている。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。また、参照試料 D の歪分布は、O<sub>2</sub>-GCIB や Ar/O<sub>2</sub>-GCIB で加工した試料 A、C の歪分布とほぼ一致し

ている。事前検討で実施した SIMS 分析の結果より、参照試料の最表面には自然酸化膜が形成されていることがわかっていて、これらの結果から、試料 A、C、D の最表面で引張歪となっている原因は PtMn 膜の表面に酸化膜が形成されているためと考えられる。また、試料 A、C はそれぞれ 3.6、4.5 nm のエッチングが行われているにもかかわらず、膜の応力分布は加工前に対して変化していない。これは、 $O_2$ -GCIB や Ar/ $O_2$ -GCIB による加工は、膜表面をエッチングすると同時に最表面を酸化しているためと考えられる。

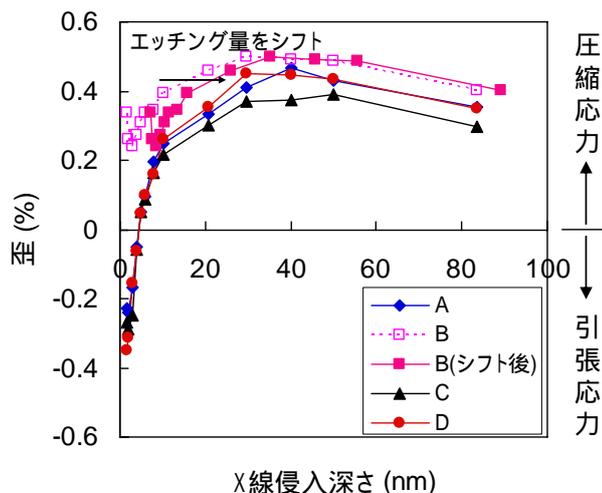


図 1 歪の X 線侵入深さ依存性

一方、 $O_2$ -GCIB 照射後に Ar-GCIB を照射した試料 B ( で表示) では、膜全体にわたって圧縮応力となる。図 1 に示した試料 B の応力分布は、今回使用した試料と同じ PtMn 膜に Ar-GCIB を加速電圧 20 kV、入射角  $80^\circ$  で照射した試料の応力分布とよく一致している<sup>2)</sup>。また、試料 B のエッチング量は 4.6 nm である。GCIB 照射による加工損傷がまったくなければ、試料 B の応力分布は試料 A の 4.6 nm より深い部分の分布と一致すると予想される。そこで、試料 B の分布をエッチング量だけ右方向にシフトさせた分布( で表示)と試料 D の分布を比較すると、試料 B の 3 nm より深い部分の分布は試料 D の 8 nm 以降の分布と類似している。このことから、GCIB の斜め照射により、膜の内部にはダメージを与えておらず、低損傷加工が実現されていることがわかる。最表面から 3 nm までの領域では、圧縮方向に歪が 0.2% 増加する損傷部が存在する。この原因は、加工後の形状や Pt リッチの表面層の存在等によると考えられるが、詳細は明らかになっていない。

図 2 に試料 A 及び B の GCIB 加工プロセスによる歪分布の変化の模式図を示す。 $O_2$ -GCIB プロセスにより、照射前の膜の構造を保存したまま、全体膜厚のみが減少する。さらに Ar-GCIB を照射することにより、表面の引張歪層がエッチングされ、最表面に圧縮歪層が形成される。

今後、磁性膜をより低損傷に加工するためには、最表面の圧縮歪層を低減する必要があり、GCIB 照射条件の最適化が重要である。

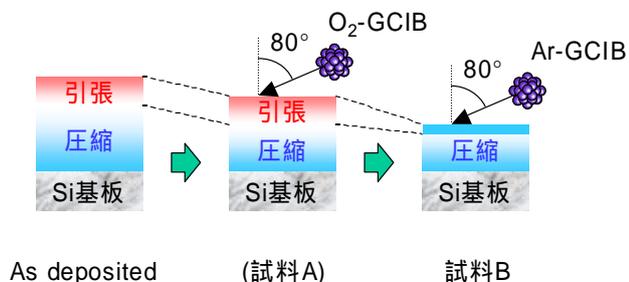


図 2 GCIB プロセスによる歪分布の変化

#### **4. 結論**

磁気記録密度の向上に伴い、磁性膜の超低損傷・超平坦加工プロセスが必要とされている。本課題では、ガスクラスタイオンビーム(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、O<sub>2</sub>-GCIB や Ar/O<sub>2</sub>-GCIB による加工は、応力分布が未照射の試料とよく一致することが分かった。これは、自然酸化膜をエッチングすると同時に最表面を酸化しているためと考えられる。一方、O<sub>2</sub>-GCIB 照射後に Ar-GCIB を照射すると、最表面から 3 nm より深い部分での応力分布は変化しないことがわかった。すなわち、O<sub>2</sub>-GCIB と Ar-GCIB を連続して照射する 2 段階加工を行うことによって低損傷加工が実現できた。今後、磁性膜をより低損傷に加工するためには、最表面の圧縮歪層を低減する必要があり、GCIB 照射条件の最適化が重要である。

#### **参考文献**

- 1) 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).