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>

<sup>1)</sup>(株)日立製作所 生産技術研究所、<sup>2)</sup>(株)日立製作所 日立研究所 <sup>3)</sup>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<sup>11</sup>や、PtMn 膜の格子間距離の変化<sup>21</sup>について評価した。上記評価 により、Ar-GCIB を入射角 80°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	$E_{\perp}/atom$	エッチ量	
	Va (kV)	$(ions/cm^2)$	$\theta$ (deg.)		(eV/atom)	(nm)	
А	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:1.5418Å、入 射強度:1.7×10<sup>9</sup>cps、ビームサイズ:0.2×8mm、角度広がり:0.013度(垂直方向)、 ソーラースリット:0.1度、2\走査の条件で測定した。

# <u>3. 実験方法</u>

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。



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

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。

# <u>参考文献</u>

<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).

- <sup>2)</sup> 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).
- <sup>3)</sup> I. Yamada, J. Matsuo, N. Toyoda, and A. Kirkpatrick, Mater. Sci. Eng., R. 34, 231 (2001).