

神保 睦子 教授

ナノテクノロジーとスピエレクトロニクス



1970年代より薄膜作製技術が次第に進歩し、現在ではナノメーターオーダーの膜厚を持った多層膜が作製できるようになりました。ナノメーターオーダーの膜厚は伝導電子の平均自由行程よりも小さく、そのため伝導中のスピが保存され、電子伝導現象の中にスピの寄与が観測されるようになってきました。その典型的な例が巨大磁気抵抗効果(GMR)です。GMRはナノメーターオーダーの多層膜の界面での スピンと スピンの電気伝導度の違いにより生じるものです。この発見を契機としてスピを制御するということが磁性体の分野でも、半導体の分野でも注目されるようになりました。即ち、従来の半導体デバイスは電荷のみを制御するものです。しかし、電子は電荷とスピを持ち、スピには スピンと スピンが存在します。ナノテクノロジーの進歩によりこのスピをも区別して制御することが可能となったわけです。このように電荷とスピをコントロールして、新しいエレクトロニクスを創造しようとする分野を、スピエレクトロニクスと最近呼んでいます。スピエレクトロニクスでは、電荷とスピのみならず光をも融合して新しい現象、新しいデバイスの可能性を追求しています。この分野では微細加工が必須で、フォトリソグラフィ、電子線リソグラフィ等の技術を用いて加工が行われています。また、リソグラフィの技術では到達できない微細化としては薄膜成長時の自己



写真1 イオンミリング装置

組織化等も応用されようとしています。本学でも5月に大同特殊鋼より寄付いただいたイオンミリング装置によりフォトリソグラフィによる微細化が行えるようになり、

これらの分野への寄与も可能となりました。また、同時に寄付いただいたSEMに描画装置を追加することにより電子線リソグラフィも可能となります。

写真1は寄付いただいたイオンミリング装置です。図1は我々グループのスピエレクトロニクス関連の結果です。これはSi /Ta /NiFe /Cu /Co /FeMn /Ta膜で、3端子構造により電流変化を測定したもので、従来のGMRに比較すると非常に大きな変化率を得ています。今後微細化を行ってデバイスへの可能性を検討していく予定です。

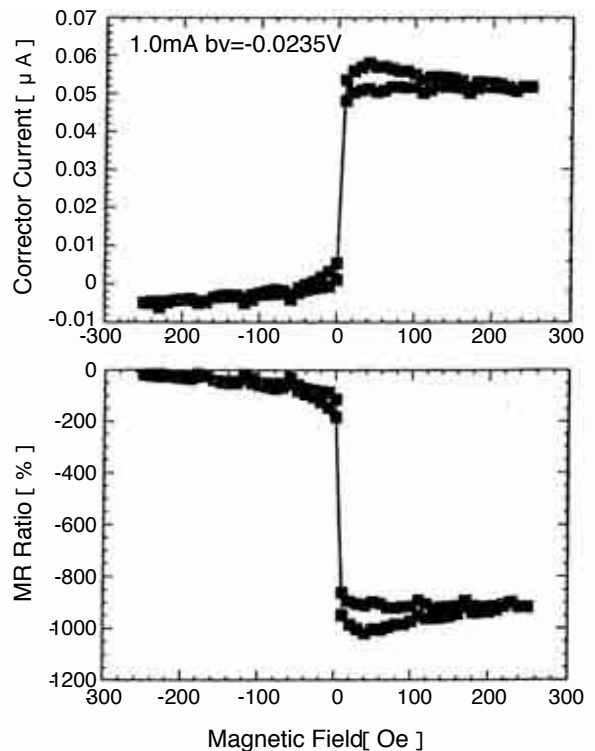


図1. スピエレクトロニクス関連の結果

中井 靖男 教授

ダイヤモンドの低圧気相合成



ダイヤモンドは高価な宝石として知られていますが、優れた工業用材料としてその利用が期待されていることは意外に知られていません。ダイヤモンドの宝石としての価値はその物質としての最高の硬度、透明性、大きな屈折率などによります。このようなダイヤモンドの特別な物理的性質が宝石としての価値を超え、新しい工業材料として注目されるようになったのはそれほど最近のことではありません。高い硬度、機械的な強度、高い熱伝導率等の優れた性質から、岩石用のドリルや鋸の刃先、金属切削工具の刃先等の新しい材料として私たちの身近で既に実用化されています。このような目的に用いられるダイヤモンドのほとんどが高圧合成法により人工的に作られています。ダイヤモンドが相図上では炭素の高温高圧結晶相であることから

この合成法が発案され、成功してから既に50年近くにもなります。今日では幾つかの高圧合成法があり、希少価値のある天然結晶に対し高品質の結晶が安価に得られるようになり、工業的に広く利用されるようになってきました。

優れた物性を持つダイヤモンドを工業材料として新たな用途を開発する場合、結晶成長技術に他技術の融合が必要なが多い。このような場合、合成過程での高圧技術の必要性は大きな障害となります。低圧気相合成法はこの問題を解決する画期的な合成法で、主として炭化水素ガスを原料に一気圧以下の低圧で、薄膜状ダイヤモンド結晶を基盤結晶上に成長させること

が出来ます。この合成法は真空技術との両立が可能で、ダイヤモンドを優れた電気的特性を持った新しい電子デバイス材料として利用出来る技術として期待されています。しかしながら低圧気相合成法が実現してから既に30年近い現在、未だ電子デバイスに適用可能な結晶性、平坦性が良い薄膜を合成する技術が確立していません。この主要な原因は低圧気相合成法においてダイヤモンド結晶の生成機構の解明が不十分であることによりです。特に成長の起点となる結晶核の構造とその生成機構の解明がなされていないことが本質的な問題です。

本研究ではダイヤモンド低圧気相合成で、異種結晶基盤上にダイヤモンド結晶核が形成される機構を解明し、良質のダイヤモンド結晶薄膜を異種結晶基盤表面に生成する指針を得ることを目的としています。写真1に多結晶タングステン基盤表面に気相成長させたダイヤモンド粒子の例を示します。水素で3%に希釈したメタンガスを原料に、圧力50mmHgで熱フィラメントを用いたガス分解反応法により生成したものです。約10 μm のダイヤモンド結晶粒子が分散しています。この成長形態がこの成長法の本質を如実に示しています。(1)粒子径がよく揃っている、(2)外形が球形に近い、(3)粒子に特殊な晶癖がある、等です。この特徴から(1)ダイヤモンド結晶核はガス反応開始初期のみに限られた確率で起ること、(2)ダイヤモンドの成長はダイヤモンド表面のみに比較的容易に成長すること、(3)結晶核は特異な分子的構造をもつこと等が読み取れます。図1に見られる結晶をさらに成長させると大きな粒子同士が接触しダイヤモンドの膜が出来ます。しかしこの様な膜は表面の平坦性および結晶性が甚だ悪い。畑に植えられたキャベツの苗が大きく育っても下の畑土が見えるようなものです。もっと粒子密

度を高くし、小さな粒子同士を接触させ、出来上がった薄膜の平坦性を良くせねばなりません。稲の苗が苗代にびっしり育つと、下地も見えずに表面が平坦になるとちょうど似ています。この問題解決にはダイヤモンド結晶核がどのような素性のもので、どうしたら高密度に作れるか、基盤結晶表面で核が生き延びて成長出来る条件は何か、を明らかにする必要があります。我々は写真1に示したダイヤモンド粒子の生成には非常に微妙な条件が必要であることを最近明らかにしました。元来高温・高圧環境で安定なダイヤモンドが何故低圧環境で出来るか。この問題に対して、自然はそれほど複雑ではない筈である、と信じてひたすら思いをめぐらせています。

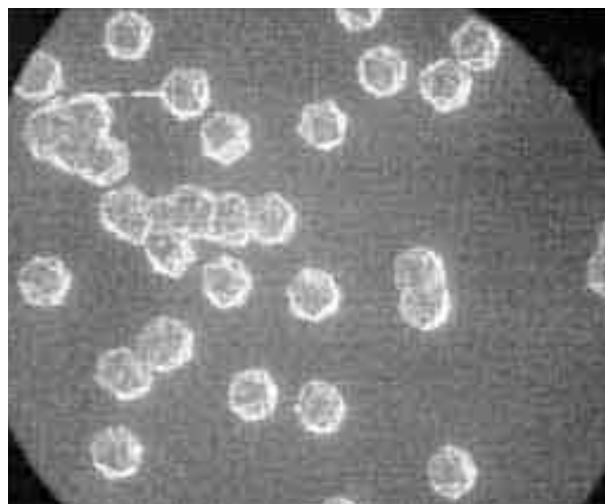


写真1 低圧気相成長法(熱フィラメント法)によりタングステン基盤上に成長したダイヤモンド微粒子(粒径約10 μm)

堀尾 吉己 助教授

薄膜ナノ材料の分析・評価法 - RHEED法について -

ここでは特に、結晶基板上にナノオーダー(10⁻⁶mm程度)の薄膜を成長させる時の成長様式の観察、薄膜の結晶性、形態についての分析・評価法について述べます。用いるプローブとしては電子線、X線、イオン、光などがあります。信頼性のある分析・評価法には、薄膜成長のその場観察が望まれます。その意味では薄膜成長中に電子線を常に照射し続け、その反射回折図形あるいは反射電子強度の変化を計測する反射高速電子回折法(RHEED法)が最も有力であり(図1(a)参照)、現在広く用いられているのでこの方法について概説します。

一般に薄膜ナノ材料は、残留汚染ガスの極めて少ない超高真空中で基板結晶表面に原子を堆積させて薄膜を成長させます。成長の様式は、基板原子と堆積原子との組み合わせ、基板の清浄度、基板温度、堆積速度等の成長条件に強く影響を受けます。例えば、堆積する原子が基板上で3次元島状に成長する系もあれば、2次元平面状に1原子層づつ層状成長する系もあります。後者の場合、図1(b)に示すように原子レベルで表面粗さが周期的に繰り返されるため、鏡面反射電子強度を観測すれば、粗い表面では反射強度が減衰し、平坦表面で反射強度は回復する描像が考えられます。厳密にはこのような単純な解釈ではなく電子回折現象として解釈すべきですが、直感的にはこれで十分です。実際に層状成長系について実験観察を行うとこのよ

うな変化が見られます。これをRHEED強度振動と呼びます。

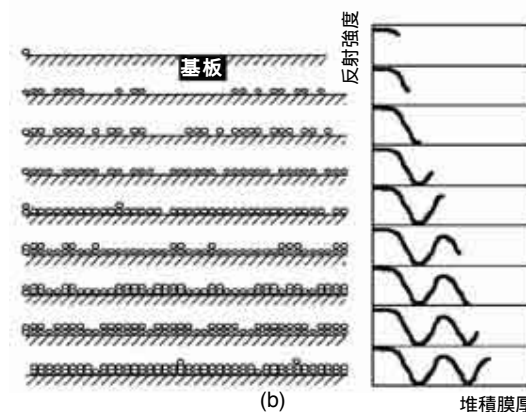
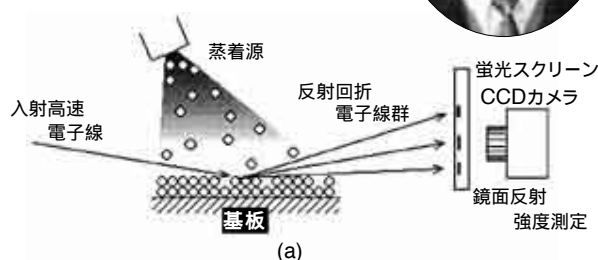


図1 (a)RHEED法、(b)RHEED強度振動

(4ページへ続く)

一方、3次元島成長系では単調な強度減衰となるので、成長様式の識別が可能です。RHEED強度振動の1周期が1原子層の成長を意味するため、シャッターを併用すれば原子レベルで原子層の構築の制御も可能となり、多元素の積層にも広く応用できます。

また、回折図形の幾何学から薄膜の結晶性を評価できます。例えば基板結晶と薄膜結晶の方位関係や結晶分域の大きさ、さらには薄膜表面に存在する原子ステップ形態情報までもRHEED法で評価可能です。

坂 貴 教授

X線による薄膜および表面・界面の評価

薄膜あるいは表面の分析・構造解析は電子線をプローブとする方法が主流であり、X線はバルクの分析・構造解析に用いられています。これは電子線と物質との相互作用がX線に比べて大きいからです。しかし、「全反射を用いる方法」あるいは「表面定在波を用いる方法」など、X線による薄膜の評価方法も開発されており、それらは電子線にない特徴を有します。今回、X線回折装置が共同利用研究設備として導入されることになったので、これを用いて開発しようと考えているX線による新しい薄膜評価法について述べます。

対称ラウエケース（透過型）による単結晶からの回折では、結晶が一様に湾曲していても歪の影響は現れません。しかし、回折条件を満たしたまま、結晶を反射ベクトルの回りに回転させる（ θ -回転）と歪の影響が現れ、1次消費効果の減少により回折強度（積分反射強度）が増大します。また、結晶に吸収がある場合はボルマン吸収の影響が回転の方向（ θ の正負）によって異なります。 θ -回転により結晶の「見かけ上の」厚さは $1/\cos\theta$ 倍になるが、吸収の大きさが回転の方向によって異なるため、強度の非対称が観測されます。これを利用して基板の歪を感度良く検出することが可能です。図1は714 μm 厚さのSi結晶のスクラッチによる歪を検出した例です。結晶を $\theta = 0$ より少し回転させることにより強度が大きく増大します。また、強度の非対称も観測されます。この結果は結晶が曲率半径 $\sim 700\text{M}$ で湾曲していると仮定することにより説明できます（図2）。この方法は薄膜からの情報を直接得ることは出来ないが、表面処理あるいは積層した薄膜による基板の歪を極めて感度良く検出することが可能であり、薄膜・表面の評価に適用できると期待されます。図1の例からは5000m以上の曲

このようにRHEED法の優れた点を列挙したが、最大の弱点は観察対象が回折図形といった逆空間であり、初心者にはなかなか逆空間から実空間のイメージが把握しづらいことと電子線が照射されている領域の平均情報であることが挙げられます。最近普及し始めた走査トンネル顕微鏡あるいは原子間力顕微鏡を用いれば実空間で局所的な形態観察が可能であるため、RHEED法と併用することで薄膜の分析・評価は極めて有力となります。ここでは紙面の関係上、元素分析法については割愛します。



率半径の湾曲まで検出可能と推測されます。用いる波長や反射面などの回折条件の最適化を行うことにより、さらなる感度の向上が期待できます。

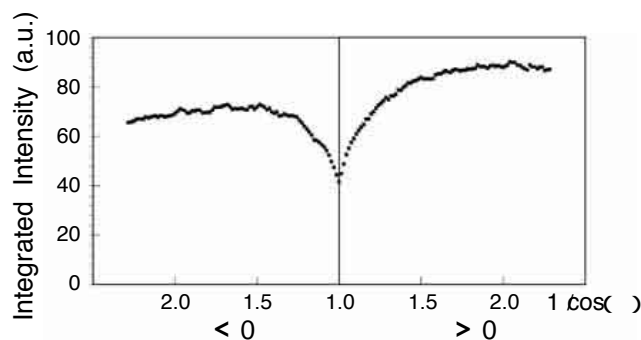


図1 θ -回転による積分反射強度の変化、(555)反射、0.415Åの波長を用いた。

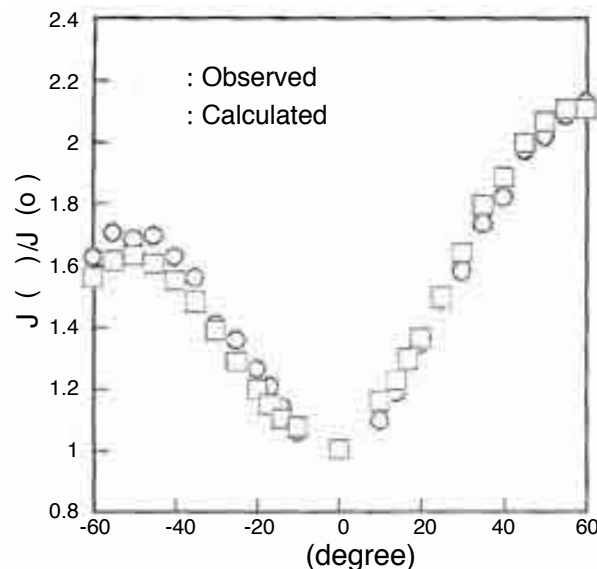


図2 観測された積分反射強度と計算値の比較。曲率半径 $\sim 700\text{M}$ と仮定。 $J(\theta)/J(0)$ は θ だけ回転させたときの積分反射強度を表す。

お問い合わせ

大同工業大学 産学連携共同研究センター リエゾンオフィス

〒457-8530 名古屋市南区滝春町10-3 TEL(052)612-6132 FAX(052)612-5623
Eメール crc@daido-it.ac.jp ホームページ <http://www.daido-it.ac.jp/>