

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 23 日現在

機関番号：26402

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420061

研究課題名(和文)多価重イオンビームの結晶材料の隆起現象を利用した3次元ナノ加工技術の開発

研究課題名(英文)Development of three-dimensional nano-processing technique using the swelling phenomenon of crystal materials with highly-charged ion beams

研究代表者

百田 佐多生(Momota, Sadao)

高知工科大学・環境理工学群・准教授

研究者番号：50299393

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：イオンビーム照射による結晶材料の隆起現象に着目し、新しいナノマイクロメートルサイズの三次元加工法としての可能性を検証した。

シリコンや炭化ケイ素結晶を被加工物として加工特性を評価し、ビームのエネルギーや照射量によって100nmまでの隆起高さを4 nm以下の精度で達成することに成功した。シリコン結晶を使って構造物のサイズを表面方向にも変形できることを実証した。比較的少ない照射量で隆起が達成できるため、隆起加工後の結晶材料の機械的強度の劣化が従来のイオンビーム加工に比べて低減されており、機械的要素として利用するのに適していることを示した。

研究成果の概要(英文)：The feasibility of ion-beam-induced swelling phenomenon on crystal materials as a new method to fabricate 3-dimensional structure in the nano-micro meter order has been investigated.

A swelling height of Si and SiC crystal was observed as a function of processing parameters, energy and fluence of irradiated Ar and Kr ion, and a fabrication of swelling structures has been achieved up to the height of 100 nm within a precision of 4 nm. The deformation of structures on Si crystal along a lateral direction has been successfully demonstrated. Relatively lower fluence of irradiated ion beam has prevented fabricated structure from serious deterioration of its mechanical properties, compared with conventional ion-beam technologies. This result indicates that swelling structures would be suitable for mechanical use.

研究分野：重イオンビームの照射効果や加工・改質技術に関する研究

キーワード：微細加工技術 半導体結晶材料 ナノ材料科学 粒子ビーム科学

1. 研究開始当初の背景

より高機能なマイクロ・ナノメートルサイズのデバイスや機械的要素を併せ持つ MEMS・NEMS の生産工程において、マイクロ・ナノメートルスケールの 3 次元構造の加工技術は必要不可欠な技術である。このスケールにおける従来の加工技術は主に二次元（表面方向）に限定されており、3 次元構造を形成するためには複数の加工工程から構成されるプロセスが必要であった。被加工素材に関しても、従来利用されてきたシリコン (Si) 結晶に加えて、機械的強度や温度特性に優れる炭化シリコン (SiC) などの利用価値が高まっている。イオンビームは、上記のような 3 次元加工に対して高い親和性が期待される。しかし、従来のイオンビーム技術には、3 次元加工の制御性や効率を高める必要があった。

研究代表者は、先行研究で観測されたイオンビーム照射による結晶材料表面の隆起現象に注目し、その隆起高さがイオンビームの照射条件によって変化することを実証した (引用文献 A, B)。特に、高い加速効率を持つ多価重イオンを利用すると、加速電圧が一定でも価数とともに隆起高さが高くなることを示した (引用文献 A)。以上の結果が本研究を着想するきっかけとなった。

<引用文献>

- (A) S.Momota 等, Control of swelling height of Si crystal by irradiating Ar beam, Journal of Nanosci. and Nanotech., 12 (2012) p.552-556.
- (B) S.Satake, S.Momota 等, Surface deformation of Ar⁺ ion collision process via molecular dynamics simulation with comparison to experiment, Journal of Appl. Phys., 106 (2009) 044910.

2. 研究の目的

MEMS・NEMS の基盤技術であるマイクロ・ナノメートルサイズの 3 次元加工技術を発展させるため、1 価のイオンが利用されてきた従来の微細加工技術に多価重イオンビームを適用する。本研究を効率的に実施するために、使用する重イオンビーム照射装置の性能を高める。この照射装置を用いて結晶性の半導体材料に重イオンビームを照射し、隆起現象を利用した加工特性に関する基礎データを取得する。得られた基礎データに基づいて、より複雑な 3 次元構造体の加工の可能性を検証する。そして、機械的要素を持つ MEMS・NEMS への応用を目的とし、加工後の結晶表面の機械的特性を評価する。

(1) 使用する重イオンビーム照射装置の性能を向上させる。幅広いエネルギー領域のイオンビームを利用するために、今までビーム強度が非常に弱かった低エネルギー (10 keV 以下) および高エネルギー (100 keV 以上) のビーム強度を増強する。また、ビーム径 (2mm 程度) によって制限されていたビーム照射領域

を $10 \times 10 \text{mm}^2$ へ拡張する。

(2) 多価重イオンビームを Si と SiC 結晶に照射し、照射条件が隆起高さに及ぼす影響を測定する。(1) で実現した幅広いエネルギーを持つ重イオンビームを活用して、半導体結晶表面に最高 100 nm までの隆起構造を 5 nm 以下の精度で加工する。

(3) あらかじめ表面に構造を持つ半導体結晶に重イオンビームを照射し、結晶材料の膨張効果を利用して表面方向に形状を変化させる。

(4) 隆起現象が顕著な照射条件において結晶材料の機械的強度を測定し、イオンビーム照射が結晶材料の機械的特性に与える効果を検証する。特に、従来あまり測定されていない深さ方向の変化について基礎データを取得する。

3. 研究の方法

(1) 使用する重イオンビーム照射装置で 10 keV 以下の低いエネルギーをもつ重イオンビームを生成するために、一旦高エネルギーに加速したビームを減速するためのシステムを付加する。ビームスポットに対して半導体結晶を移動する機能を持つ X-Z 軸テーブルを利用して、重イオンビームの照射領域をビームサイズ (2mm 径) から $10 \times 10 \text{mm}^2$ に拡張する。

(2) (1) で開発した幅広いエネルギーで加速可能な重イオンビーム照射装置を使ってアルゴン (Ar) とクリプトン (Kr) の多価重イオンビームを生成し、Si と SiC 結晶に照射する。照射後の表面に生成された隆起構造の高さを段差計を用いて測定する。ビームのエネルギーや照射量などの照射条件と隆起高さの関係を加工特性として取得する。測定結果から 1 nm から 100 nm の間で隆起高さを加工する条件と加工精度を導出する。

(3) あらかじめ表面に図 1 のような断面 (高さ 500 nm で幅が 100~500nm) の構造を持った Si 結晶に Kr ビームを照射し、この構造の幅の変化を測定する。Kr ビーム照射が Si の結晶構造に及ぼす影響を評価するため、断面を透過型電子顕微鏡で観察する。

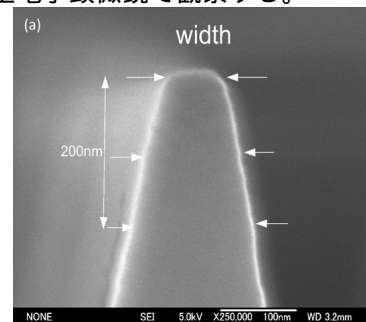


図 1 Si 結晶表面の初期構造の断面図 (雑誌論文)

4) Kr ビームを照射した表面の機械的特性を評価するために、ナノインデンテーション測定でビーム照射後の硬度と弾性定数を測定する。照射効果が機械的強度に及ぼす効果が

深さとともに変化する様子を観測するため、連続剛性測定法を採用する。

4. 研究成果

(1) 使用する重イオンビーム照射装置にビーム減速システムを付加し、Ar ビームを減速した。以前は加速電圧 5 kV 以下ではビームとして利用できなかった Ar ビームが、図 2 のように 1 kV でも生成できるようになった(学会発表)。X-Z 軸テーブルを利用して Ar ビームを Si 結晶に $10 \times 10 \text{ mm}^2$ の範囲で照射し、この領域内に隆起構造が形成されていることを確認した。

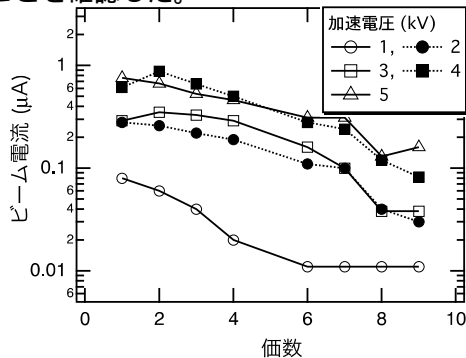


図 2 減速システムを付加した重イオンビーム照射装置によって生成した Ar ビーム電流(学会発表)

(2) Ar, Kr ビームを Si, SiC 結晶に照射し、生成された隆起構造の隆起高さを測定した。Ar ビームを Si 結晶に照射し、先行研究で測定されていた照射量と隆起高さの関係をより詳細に測定した。減速した Ar ビームを Si 結晶に照射し、1nm 程度の隆起構造を持つ表面形状(図 3, 学会発表)を得た。これが本研究で実現できた隆起高さの下限である。2 種類のエネルギーの Ar ビームを SiC 結晶に照射し、照射量と隆起高さの関係を得た(図 4, 一部は学会発表, 論文として投稿予定)。この測定で、本研究で実現できた隆起高さの上限である 100 nm を得た。いずれのエネルギーでも、照射量が $1 \sim 10 \times 10^{15} / \text{cm}^2$ の間で変化させることで隆起高さを制御できることが分かった。制御できる隆起高さの範囲は、90keV(1 価)のビームでは 1~16 nm、700keV(7 価)のビームでは 60~100 nm であり、その精度は $\pm 4 \text{ nm}$ 程度以下であることが分かった。今回観測されていない 16~60 nm の隆起高さに関しては、たとえば 700keV の Ar ビームを $3 \times 10^{15} / \text{cm}^2$ 以下で照射することによって達成できると予想される。

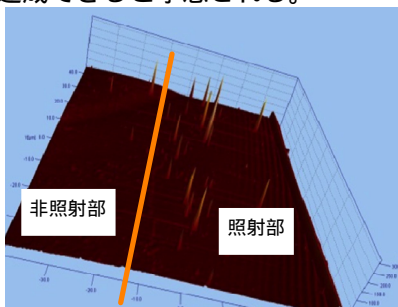


図 3 原子間力顕微鏡で測定された Ar ビームが照射された Si 結晶の表面形状 図中の直線はビーム照射部と非照射部の境界である。

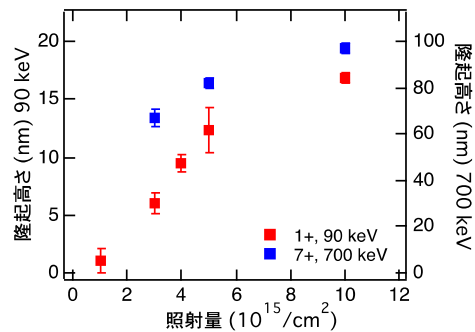


図 4 Ar ビームによって SiC 結晶表面に生成された隆起構造の高さ

(3) 本研究で利用している隆起現象は、イオンビーム照射による結晶材料の膨張効果に起因する。この膨張効果を利用して、図 1 のような Si 結晶表面の初期構造にイオンビームを照射して横方向のサイズを変化させた。240 keV の Kr ビームを照射したところ、照射量とともに横方向のサイズが変化した。このサイズの変化を膨張率に換算したところ、照射量との関係が図 5 のようになった。膨張率は照射量が $1 \times 10^{14} / \text{cm}^2$ で最大値 30% に達し、この照射量を超えると膨張率が減少して元の形状に戻ることが分かった(雑誌論文)。また、初期構造として直径 500 nm 程度の穴構造を持つ Si 結晶に 240 keV の Kr ビームを照射すると、穴の直径が照射量に対応して図 6 のように変化した。以上の結果は、結晶材料表面の構造体を、イオンビーム照射によって表面方向に変形できることを意味し、Kr ビームと Si 結晶の組み合わせでは $10^{14} / \text{cm}^2$ 程度の照射量で十分であることが分かった(学会発表)。

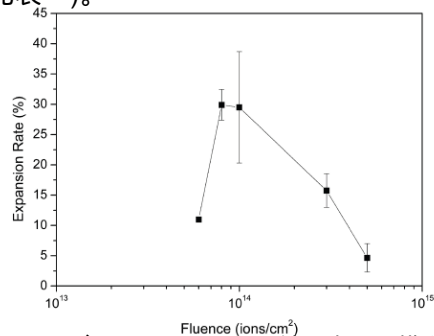


図 5 Kr ビームによって Si 結晶表面の構造体に生じた横方向の膨張(雑誌論文)

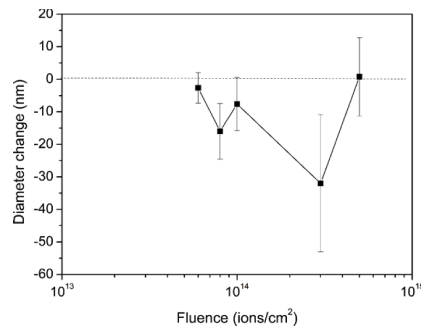


図6 Kr ビームによって Si 結晶の穴構造に生じた直径の変化(学会発表)

(4) 240 keV の Kr ビームを照射した Si 結晶表面の機械的強度を評価した。図 7 (a), (b) は、それぞれ弾性率と硬度が深さとともに変化する様子を表している。弾性率・硬度のいずれも、Kr ビームの照射によって減少した。弾性率(図 7 (a))が照射量にあまり影響されないのに対して、硬度(図 7 (b))は照射量によって大きく変化した。イオンビームによる隆起加工が効果的に達成できる照射量(10^{14} / cm^2)では、Kr ビーム照射による機械的強度の減少は 15%程度と比較的小さい。従来のイオンビームによる加工法(スパッタリング法)では一桁以上多い照射量を必要とし、機械的強度は大幅に減少する。これに対してイオンビーム照射による隆起加工は、機械的強度の劣化を極力抑制できるので、機械的要素を持つ MEMS・NEMS への応用に向いていると言える。本研究で、深さによる硬度の変化で特徴的な不連続性(図 7 (b))がはじめて観測された。この不連続性が生じる深さは照射量とともに深くなることから、ビーム照射によって生成された Si 結晶の変質(非晶質)層と、もともとの結晶との境界面(図 8)が重要な役割を果たしている可能性が高い。今回適用した連続剛性測定法が、イオンビーム照射効果の新しい評価技術となる可能性を見いだしたことになる。以上の結果を、雑誌論文で発表した。

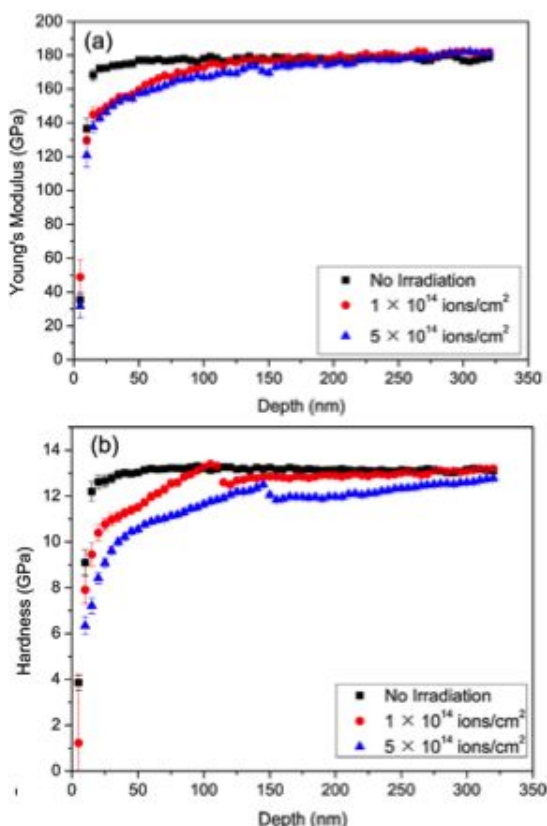


図7 Kr ビーム照射が Si 結晶の機械的強度に及ぼす影響(雑誌論文)

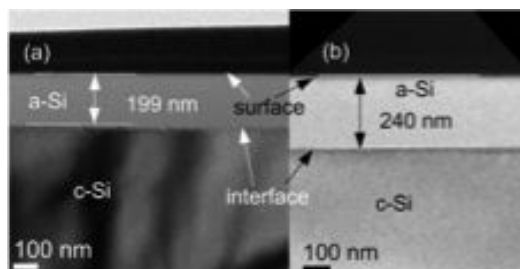


図8 Kr ビーム照射によって Si 結晶表面に生成された非晶質層(雑誌論文)

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計2件)

X. Guo, S. Momota, N. Nitta, T. Yamaguchi, N. Sato, H. Tokaji, Modification of mechanical properties of Si crystal irradiated by Kr-beam, Applied Surface Science, 査読有, 349, 2015, pp. 123-128

DOI: 10.1016/j.apsusc.2015.04.193

X. Guo, S. Momota, N. Nitta, K. Maeda, Lateral Deformation of a Silicon Crystal Surface Structure Induced by Low-Fluence Ion-Beam Irradiation, e-Journal of Surface Science and Nanotechnology, 査読有, 13, 2015, pp. 35-41

DOI: 10.1380/ejsnt.2015.35

[学会発表](計8件)

S. Momota, Morphological modification of surface of crystal materials by means of ion-beam induced expansion, Int. Conf. on Appl.&Eng. Phys., 2015年10月14日, Hanoi(Vietnam)

S. Momota, X. Guo, N. Sato, S. Tezuchi, H. Tokaji, Fabrication and modification of nano-structure by means of ion-beam induced expansion effect, 5th Joint Meeting of the Int. Conf. on Hyp. Int. and the Int. Symp. on Nucl. Quadrupole Int. (HFI/NQI2014), 2014年9月24日, Cberra(Australia)

戸梶秀人, 百田 佐多生, 佐藤法幸, 手槌 聡, 郭小偉, 減速した多価重イオンビーム照射によって生成したシリコン結晶表面の隆起構造, 精密工学会秋季大会学術講演会, 2014年9月16日, 鳥取大学(鳥取・鳥取市)

S. Momota, J. Zhang, X. Guo, Modification of Surface Profile by means of Ion-Beam Induced Expansion Effect on Crystal Materials, 15th Int. Conf. on Ion Sources (ICIS2013), 2013年9月10日, 国際会議場(千葉・千葉市)

6 . 研究組織

(1)研究代表者

百田佐多生 (MOMOTA, Sadao)

高知工科大学・環境理工学群・准教授

研究者番号：50299393