

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1995 No. 7

ニュース

筑波移転完了のごあいさつ／

磁性合金のドライエッチング法を開発／

電子線回折強度からの規則度の計測に成功

筑波移転完了のごあいさつ

所長 新居 和嘉

本年7月1日をもって、金属材料技術研究所は筑波移転を完了しました。この移転により当研究所は、シーズ創出型の基盤研究やこれらの研究ポテンシャルを結集した総合研究を推進する本所（千現地区）と、大型研究設備を設置し極限条件下で材料研究を行う極限場研究センター（柴崎地区）、データシート作成業務を継続して実施する材料試験事務所（目黒地区）の3地区から構成されることになります。

当研究所の筑波移転は、当初一部移転ということで計画されましたが、昭和62年に第3次長期計画を策定し、その際、研究所の一層の発展を図るため全面移転を打ち出しました。昭和63年度には国の行政機関等の移転に関する閣議決定を受けて特定国有財産整備計画が認められ、平成元年度から特別会計による整備が始まりました。それからすでに6年が経過しております。その間、解決すべき多くの問題乗り越え、ここに世界でも最高レベルの施設、設備をもった材料研究所を開設することができました。これもひとえに我々の筑波移転計画に対する科学技術庁を始めとする関係各位のご理解とご協力によるものと深く感謝する次第です。

この移転を契機に、我々は新材料開発、材料信頼性確立のための研究を材料科学技術の基本に立ち帰り、より効率的に進めることを決意しております。そしてそのための研究組織、管理組織の改編を行うことに致しました。研究組織に関しては、7月1日付けをもって、強磁場ステーション、精密励起場ステーション（計測解析研究部の振替え）の2ステーションよりなる「極限場研究センター」と「計算材料研究部（材料設計研究部の振替え）」を新設致しました。「極限場研究センター」は各種の強力マグネット等の大型研究設備を整備し、新材料開発のためのブレー



クスルーを探ろうとするものです。また「計算材料研究部」では、スーパーコンピュータの導入により材料物性やプロセスのシミュレーション、それによる新材料開発の可能性をより強力に探究していくこととしております。さらに研究支援をより効率的に進めるため管理部を組織替えし、「研究支援課」、「安全施設課」を新設致しました。

これまでも繰り返し述べてきましたように、我々の筑波移転は単なる移転ではなく、新しい材料研究所の創設と考えております。その中で我々は新たなブレイクスルーを目指した研究として、「極限場を利用した量子効果発現に関する研究」を科学技術振興調整費の中核的研究拠点（COE）育成制度に提案し、平成7年度の新規テーマとして採択されました。これは極高真空中での単原子操作により単一電子トランジスタ等の極微構造物質の開発を図ろうとする意欲的な研究です。

我々は新しい筑波の研究所で新しい課題に挑戦し、材料科学のフロンティアをさらに広げていきたいと思っております。我々のこのような努力に対して、今後とも関係各位の変わらぬご理解とご協力をお願い申し上げます。

磁性合金のドライエッチング法を開発

— 磁性合金の超微細加工の実現に前進 —

1 キロビットのMOSメモリが1970年代の初頭に出現してから最近の1 ギガビットMOSメモリまでの、シリコン集積回路の目ざましい発展を支えてきたのが半導体Siの微細加工技術であることは周知の所である。半導体に比べると磁性体の微細化技術は大きく遅れ、1984年にわが国で磁気集積回路の概念が提唱されたのが最初であり、薄膜磁気ヘッドや薄膜インダクタなどが現在ようやく数 μm の加工精度領域に入った段階である。その加工方法は現在では旧式となった光リソグラフィと湿式エッチング法である。磁性材料の微細化が遅れた理由は、磁性材料が半導体材料よりもはるかに種類が多彩であることから、高機能磁気素子を実現するのに一定の素材に加工その他のデバイス作製方法を編み出すよりも、むしろ新材料の開発によって解決しようとしてきた歴史的な経緯の他に、超微細加工に必須のドライエッチング法として、遷移金属を主成分とする磁性体合金に対して有効な方法がこれまでなかったことにある。

磁性体の微細加工技術は、インダクティブ磁気ヘッドや磁気抵抗効果ヘッドなどの高密度磁気記録分野に限らず、携帯電話やコンピュータ等を将来さらに軽量化する上で必要とされるマイクロインダクタ、フィルタ、マイクロトランスなどの創製に鍵を握る技術である。

さらに1990年代に入って、スピン散乱磁気抵抗効果、スピンバルブ効果、強磁性トンネル接合などスピニク

機能性と呼ばれる新しい展開が磁性体に始まった。これらの現象は微小サイズの磁性体に特有な量子効果に基づくもので、巨視的サイズの磁性体が示す物理現象とは大きく異なるものである。これらの量子効果の研究およびそれを応用した磁気デバイスの実現には、磁性材料のナノメートルサイズの微細加工技術が是非とも必要である。このような中であって、当研究所ではわが国で最初

に電子線リソグラフィを用いた磁性体の微細加工の研究を行ってきたが、この程、磁性合金に有効なドライエッチング法を開発し、それを電子線リソグラフィと組み合わせて磁性合金を10nm(ナノメートル)の精度で超微細加工することに成功した。この方法は一酸化炭素ガス(CO)とアンモニアガス(NH₃)の高周波プラズマを用いて鉄-ニッケル(Fe-Ni)合金やコバルト-クロム(Co-Cr)合金などの磁性合金を高速度でエッチングする方法である。エッチングに際して、横広がりがなく、精度よくエッチングでき、また磁性合金へのイオン衝撃の損傷を少なくするように高真空中の磁界中で高周波プラズマを発生させている。

全体の加工プロセスを図に示した。ガラス基板の上に加工対象物のFe-Ni合金薄膜を、さらにその上に石英、非晶質炭素、電子線感光剤のレジスト(樹脂塗膜)を層状に合計4層に重ねたものから出発する。電子線描画法によってレジストに微細な図形を描き、酸素ガス中の高周波プラズマで非晶質炭素膜をエッチングし、続いて四塩化炭素ガス(CCl₄)の高周波プラズマ中で石英膜をエッチングし、これにより石英膜に転写された微細図形をマスクとして、先述の方法でFe-Ni合金膜に転写する。

写真は、このようにしてガラス基板上のFe-Ni合金膜に幅250nm、間隔250nmで線状に施した1000本の孔開け加工の電子顕微鏡像である。写真から分かるように細線の斜面は切り立っており、仕上がりに粗さや凹凸もなく、精密な形状に加工されていることがわかる。

この成果により、磁性体での新しい量子効果の発掘や、超マイクロ磁気素子等の実現が大きく推進されることになる。これら一連の技術に関して数件の特許申請がなされ、さらに詳細な研究成果は近く日本応用磁気学会誌上、および本年11月にフィラデルフィアで開催される第40回「磁気と磁性材料に関する国際会議」で発表される。

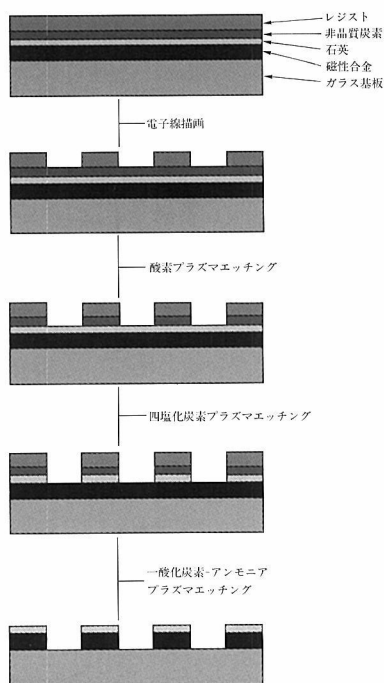


図 磁性合金の超微細加工のプロセス

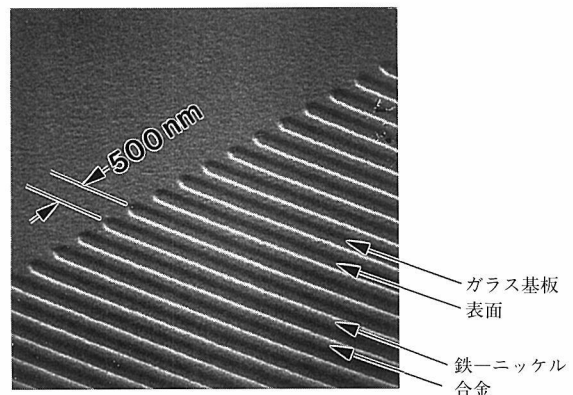


写真 幅250nm、間隔250nmで線状に孔開け加工したFe-Ni合金膜の電子顕微鏡写真

電子線回折強度からの規則度の計測に成功

— 微小領域の規則度の計測が可能になる —

多くの物質は、2種類以上の原子から構成されているが、一般に異種原子の配列の規則性はその物性に大きな影響を及ぼす。原子の規則配列の度合を示すための規則度は、配列が完全に規則的な場合を1、完全に不規則な場合を0とするように定義されている。従来、規則度はX線回折法や中性子回折法によって測定されてきた。しかし、これらの方法では、特定の微小領域における規則度を計測することは原理的に不可能である。

当研究所では、電子線回折強度から長範囲規則度（以下、「規則度」と略記）を導出するためのシステムの開発に世界にさきがけて成功し、これにより特定の微小領域における規則度の計測が初めて可能となった。

電子線回折強度の精密測定は、64,000ものダイナミックレンジを有する米国Photometrics社製のスロースキャン式の冷却型CCDカメラを用いて行い、そのデータをリアルタイムでコンピュータに入力した（金材技研ニュース、1994年No.4）。規則格子反射と基本格子反射の強度比から規則度を導出するための計算機プログラムの開発は電子線回折強度の動力学的理論に基づくMulti-slice法と逐次近似計算手法とを組み合わせることでC言語を用いて行った。

電子線回折強度は回折領域内の厚さの最小値と最大値に依存して大きく変わることから、厚さの測定誤差による規則度計測の誤差を小さく抑えられる回折領域の厚さを計算によって求め、実験精度の向上を図るなどの工夫を行った。厚さの精密測定には、収束電子線回折（CBED）法と透過電流測定法を併用した。

開発した規則度導出システムの妥当性を調べるために、Cu₃Au合金を850℃から急冷した後に250℃で1369時間の規則化の熱処理を行い、正確に（001）方向から入射した電子線の回折強度分布を測定し、（100）規則格子反射と（200）基本格子反射の強度比から合金の規則度を求めた。

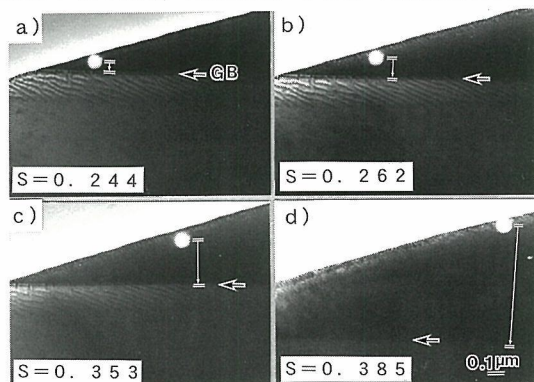


写真 Cu₃Au合金（850℃×30時間→超急冷→250℃×1時間）。粒界（矢印）近傍の電子顕微鏡像と電子回折領域（白円）の規則度S。（結晶粒内の規則度はS=0.419）

開発システムを用いて結晶粒内数点で測定して得られた規則度の平均値はS=0.957で、X線回折法を用いて得られた値S=0.972に極めて近いことが確かめられた。

開発システムを用いて得られた興味ある実験結果を示す。写真は、超急冷するために設計・開発した「縦型急冷式電気炉」を用いてCu₃Au合金を850℃で熱処理および超急冷して過飽和原子空孔を凍結させた後、250℃で1時間の規則化熱処理を行った場合の粒界近傍の電子顕微鏡像である。白円で示す直径約80nmの制限視野電子回折領域（中心部の厚さは約110～130nm）が粒界に近づくほど、その規則度は減少している。図に超急冷後に熱処理した2種類のCu₃Au合金の規則度を粒界からの距離の関数として示す。いずれも粒界に近づくほど規則度が減少している。Cu₃Auは均一規則化を示す数少ない規則合金として知られているが、このように粒界近傍で規則度が減少する理由としては、規則化熱処理中に原子空孔が粒界で消滅し、規則化の促進効果を有する原子空孔の濃度が粒界近傍で減少したためと考えられる。

規則化の熱処理前に高温からの超急冷を行って原子空孔を多量に凍結させた場合、規則化の初期過程において規則度の空間的なゆらぎ（結晶粒内数点で計測した規則度の標準偏差値を平均値で割った値で定義）が大きくなることも、本開発システムを用いて初めて明らかになった。

今後、当研究所では、本開発システムの計測精度の向上、ワークステーション等の利用による計算時間の短縮化、規則度のリアルタイム解析化を図るとともに、微小領域の規則度を測定できる唯一の実験手法として、本開発システムの酸化物高温超伝導体、金属間化合物等の先端材料に関する基礎研究への応用を計画している。例えば、規則度のゆらぎと超伝導特性との相関性の解明、ホウ素添加によるNi₃Al合金の粒界脆化改善の機構解明、

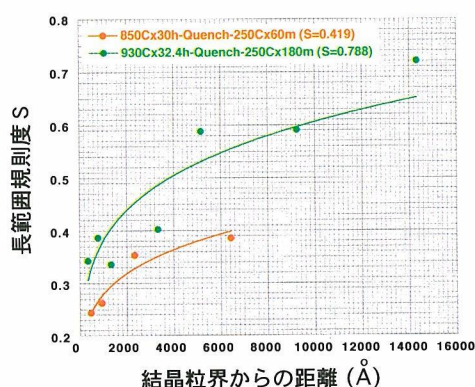


図 高温から超急冷後に規則化熱処理を行ったCu₃Au合金における規則度の粒界からの距離依存性

規則化が粒界から進行して不均一規則化を呈する多くの金属間化合物の規則化と靱性との相関性の解明など、基礎的研究への応用である。

◆短 信◆

●受 賞

金属組織写真賞

材料設計研究部 宝野和博

「三次元アトムプローブによる Co—22at.%Cr 磁性薄膜中の濃度変調の定量的観察」により平成7年4月4日、左記の賞を受けた。

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
減速集束イオンビーム装置	7.3.6	07—045647	知京豊裕, 小口信行
酸化物超電導体	7.3.7	07—047314	戸叶一正, 熊倉浩明, 北口 仁 他3名(旭硝子株式会社との共同出願)
荷電粒子ビームガイド	7.3.15	07—083203	吉原一紘, 他2名(工業技術院電子技術総合研究所との共同出願)
単結晶製造方法	7.3.15	07—055685	木村秀夫, 沼澤武則, 佐藤充典
溶融試料の切り放し方法とその装置	7.3.15	07—055686	木村秀夫, 沼澤武則, 佐藤充典
ドライエッチング方法	7.3.15	07—055687	中谷 功
高融点超合金	7.3.15	07—055688	小泉 裕, 呂 芳一, 中沢静夫 村上秀之, 原田広史
HfC 分散強化型 W 合金の製造方法	7.3.27	07—067296	板垣孟彦
六フッ化ニケイ素の合成法	7.3.27	07—068414	野田哲二, 鈴木 裕, 荒木 弘
アルカリ金属置換アンチモン酸リチウムとその製造方法	7.3.28	07—070138	中村博昭, 小林幹彦, 笠原 章 天野宗幸
非接触型変位量測定装置	7.4.3	07—078011	中沢静夫, 小泉 裕, 原田広史 他3名(東伸工業株式会社及び安川商事株式会社との共同出願)

◆組 織◆

平成7年7月1日付で組織改正が行われた。

これにより、当研究所の組織は以下のとおり

所 長 新 居 和 嘉

—科学研究所 小 口 醇

—企 画 室 和 田 仁

総括研究企画官 石 井 利 和

—管 理 部 本 間 清

庶 務 課 石 井 治 夫

会 計 課 広 瀬 博

安 全 施 設 課 谷 治 治 男

研 究 支 援 課 矢 部 一 義

—物性解析研究部 松 本 武 彦

—機能特性研究部 天 野 宗 幸

—計算材料研究部 田 中 千 秋

—力学特性研究部 鈴 木 洋 夫

—反応制御研究部 河 部 義 邦

—表面界面制御研究部 吉 原 一 紘

—組織制御研究部 佐 藤 彰

—損傷機構研究部 西 島 敏

—環境性能研究部 八 木 晃 一

—第 1 研 究 グ ル ー プ 戸 叶 一 正

—第 2 研 究 グ ル ー プ 白 石 春 樹

—第 3 研 究 グ ル ー プ 中 村 森 彦

—第 4 研 究 グ ル ー プ 木 戸 義 勇

—第 5 研 究 グ ル ー プ 新 谷 紀 雄

—特 別 研 究 官 大 河 内 春 乃

<極限場研究センター>

—センター長 岡 田 雅 年

—強磁場ステーション 前 田 弘

—精密励起場ステーション 斎 藤 鉄 哉

<材料試験事務所>

—事 務 所 長 佐 藤 信 夫

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
TEL (0298) 53-1045(企画室直通),
FAX (0298) 53-1005

通巻 第440号
編集兼発行人
問 合 せ 先
印 刷 所

平成7年7月発行
石 井 利 和
企画室普及係
前 田 印 刷 株式会社
茨城県つくば市東新井14-5