

## 再結晶化におよぼすイオン衝撃の影響

原 田 美 徳  
新 井 一 喜  
樋 口 眞 次

### Influences of the Ion Irradiation on Recrystallization

Yoshinori HARADA  
Kazuyoshi ARAI  
Shinji HIGUCHI

In order to improve the resolution of depth profiling, the influences of the ion irradiation on solid surface have been investigated in detail. The Angle Resolved Reflection Electron Diffraction (ARRED) method was established for the quantitative estimation of crystallinity, and the change of crystallinity during the ion irradiation was measured for various bond types of crystals such as the covalent (Ge, GaAs), ionic (MgO), and metallic (Cr) ones. The crystallinity of covalent crystals was improved and became sooner recoverable, as the ion current density was lowered and the temperature of samples was raised. These phenomena are interpreted in terms of the competition between amorphization and recrystallization processes. From the analysis of the experimental results of kinetic study based on this assumption, the activation energy of recrystallization was estimated to be around 0.19 eV. On the other hand, ionic (MgO) and metallic (Cr) crystals exhibited little tendency toward amorphization during the ion irradiation.

#### 1. はじめに

イオンと固体表面の衝突現象は表面分析におけるイオンエッチング、スパッタリング法による薄膜形成、あるいは各種材料のイオン注入等多くの分野で応用されている<sup>1-5)</sup>。この内、表面分析においてはオージェ電子分光法 (AES: Auger Electron Spectroscopy)、光電子分光法 (XPS: Xray Photoelectron Spectroscopy) あるいは二次イオン質量分析法 (SIMS: Secondary Ion Mass Spectroscopy) で数kV以下のエネルギーのイオンを用いた深さ方向分析 (Depth Profile) が行われている。この手法は深さ方向分析を行う上で不可欠な手法になっているものの、イオン照射による表

面のアモルファス化及びミキシング、選択スパッタ等の効果により分解能が低下することが古くから指摘されている<sup>6)</sup>。このような現象は現在でもなおそのメカニズムが明確に理解されているとは言い難く、表面分析の深さ方向分解能を向上させ、分析精度の向上を計るためには定量的な現象の解析が是非とも必要である。そこで本研究ではイオン照射による結晶性の変化に注目し詳細な検討を行った。一方、数百kV以上の高エネルギーイオン照射ではアモルファス試料が再結晶化することが報告されており、薄膜成長に応用されている<sup>7-13)</sup>。これらの結果との関係についても検討した。

結晶性の評価には反射電子回折 (ARRED: Angle Resolved Reflection Electron Diffraction) を用い

た。これは基本的にはX線光電子回折 (XPD: X-ray Photoelectron Diffraction)<sup>14-17)</sup>あるいはオージェ電子回折 (AED: Auger Electron Diffraction)<sup>18-20)</sup>と同じ現象を利用したものであり、この場合測定する電子は光電子あるいはオージェ電子ではなく弾性散乱電子である。結晶内で弾性散乱された電子は波として周囲に伝搬し、その過程で散乱と干渉を生ずる。電子間の散乱では前方散乱が主であるため、測定試料が結晶性であれば散乱電子強度は原子の並びの方向で強度が高く、そうでない方向では低くなる。また、アモルファス状態の試料では測定方位による強度変化は観測されず、結晶性の程度に比例した形で強度変化を生ずる。

本研究ではこの反射電子回折の有用性を明らかにした後、固体表面におけるイオン照射の影響について検討する。

## 2. 実 験

### 〔1〕 測 定

用いた装置はオージェ電子分光分析装置 (日本電子製: JAMP-30) である。試料と入射電子、入射イオンおよび電子検出器の位置関係をFig. 1に示す。イオン照射は垂直方向に対し55°の方向から3 kVのAr<sup>+</sup>イオンを用いて行い、試料表面に対し垂直方向から入射した電子 (2 kV、1  $\mu$ A) の弾性散乱電子を約48°に設置した検出器 (CMA: Cylindrical Mirror Analyzer)

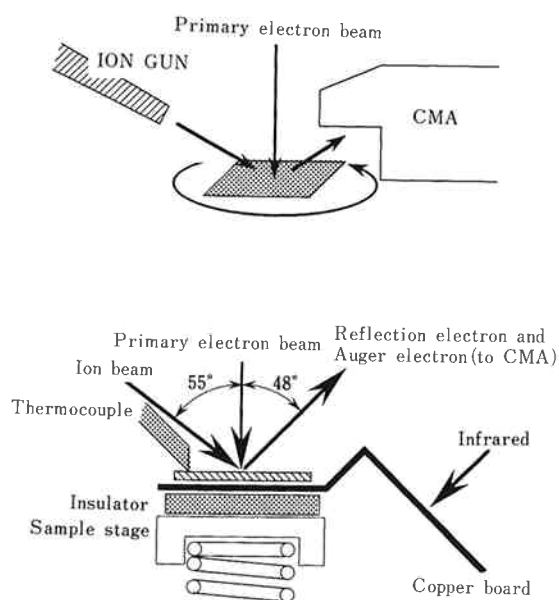


Fig. 1 Schematic diagrams showing the focal point of ion-gun and primary electron beam, thermocouple and copper board for infrared heating.

により検出した。CMAは広い電子立体補集角に基づいた高い感度を特徴とする。従って、このままでは角度分解能が極めて低く、結晶性の評価は不可能であるため、CMAの電子取り込み口に立体補集角を制限するためのスリットを取り付けた (Fig. 2)。このスリットにより電子の立体補集角は面内方向で約4°に制限された。

試料加熱はFig. 1に示す様に試料下部に置いた銅板に赤外線照射することにより行った。また試料方位の確認にはRHEED (高速電子回折法: Reflection High Energy Electron Diffraction) を用いた。

測定試料に室温で5分間Ar<sup>+</sup>イオン (3.0kV、25  $\mu$ A) を照射し、表面のクリーニングおよび表面酸化層を除去した。アモルファス化した試料表面を再結晶化させる必要がある場合には、600°Cで1分間加熱した。また、反射電子強度測定時には、イオン照射は一時停止している。

### 〔2〕 試 料

結合性の違いによる影響を調べるため、試料にはMgO (イオン結晶)、Ge、GaAs (共有結合結晶)、Cr (金属結合結晶) を用いた。

## 3. 結 果

### 〔1〕 反射電子回折

Fig. 3に結晶試料とアモルファス試料から得られた反射電子回折パターンを示した。測定対象とした試料は結晶状態のGaAs (001) と、この表面をアモルファス化した試料の2点である、Fig. 3の横軸は面内角、縦軸は反射電子強度で、面内角5°おきに測定を行なっ

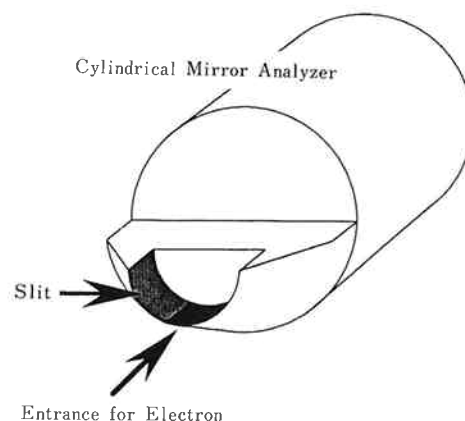


Fig. 2 Schematic diagram showing the cylindrical mirror analyzer with the slit which is attached on entrance for electron to restrict the solid angle.

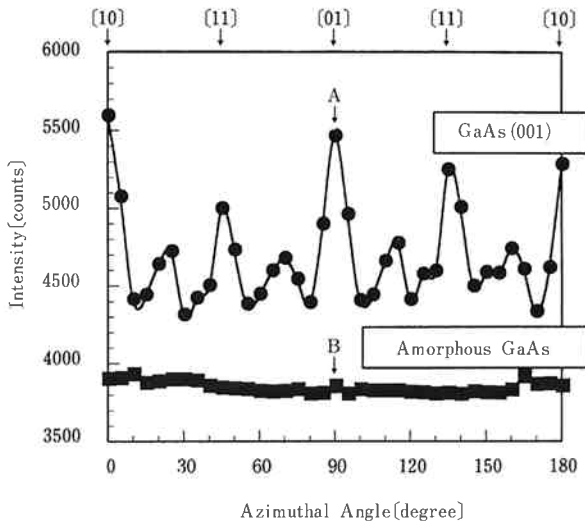


Fig. 3 Angle resolved reflection electron diffraction (ARRED) patterns measured from crystal GaAs(001) and amorphous GaAs using 2.0kV primary electron beam at room temperature. Zone axes determined by RHEED are shown.

ている。なお、各ピークに対応する結晶方位はRHEEDによって確かめてあり、Fig. 3 上方に示してある。結晶試料では回折に基づく明確な強度変化が表われているが、アモルファス試料ではほとんど強度変化が認められない。また、強度変化に差があるだけでなく、アモルファス試料と比べ結晶試料の方が全体的に反射電子強度が強い。これは、極角に限定して考えた場合、反射電子の検出位置である極角 $48^\circ$ の方向では比較的回折次数の低い条件が得られやすいために生じた現象と思われる。

次に、反射電子回折法における入射電子線加速電圧の影響をFig. 4 に示した。試料にはアニール処理により再結晶化したGe (001) を用い、入射電子線加速電圧は0.2~2.0kVとした。なお、測定結果は各加速電圧における結果を比較しやすいように上下にずらして表示してあり、RHEEDから求めた各ピークの面指数を図の上方に示した。この結果から分かるように、検出器 (CMA) が低指数方向を向いている時に高い反射電子強度が得られている。この傾向は、XPDやAEDから得られる結果と一致する。さらにFig. 4 の結果を見ると、低加速電圧 (~0.5kV) においてはブロードなピークしか得られていないが、1.15kV以上の加速電圧では明瞭な回折パターンが生じている事が分かる。このような現象の主な原因は2つ考えられる。1つは、加速電圧の低下にとともなる検出深さの減少で

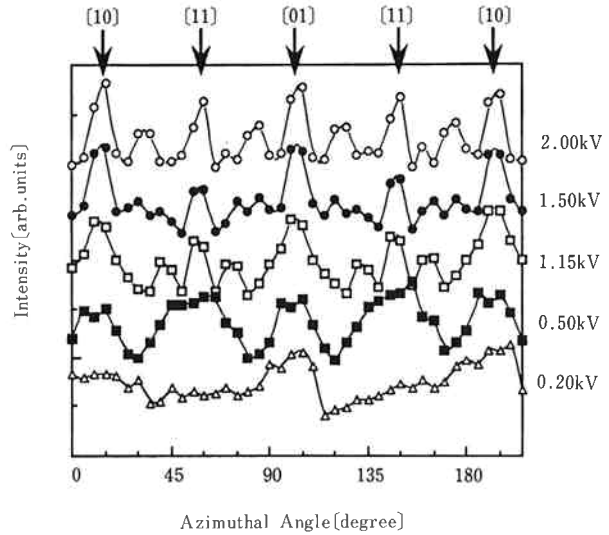


Fig. 4 ARRED pattern for Ge(001) of different acceleration voltages of primary electron beam at room temperature. The acceleration voltages of primary electron beam are from 0.2 to 2.0 kV. Zone axes determined by RHEED are shown.

Table 1 Inelastic Mean Free Paths (IMFP) calculated from Tanuma's formula<sup>21)</sup>

Electron Energy[eV]	IMFP[nm]
0.20	0.69
0.50	1.26
1.15	2.35
1.50	2.89
2.00	3.62

ある。検出深さが減少すれば、反射電子回折法はそれだけ表面敏感な手法になってくる。そして試料内部に比べ表面に近い領域では結晶性が低下していることは十分考えられる。つまり試料最表面付近でのみ結晶構造が乱れている場合、入射加速電圧を下げていけば反射電子回折パターンはブロードなものとなる。ここで、検出深さの目安としてTable 1 にTanumaら<sup>21)</sup>の式から求めた各加速電圧における電子の非弾性平均自由行程を示した。0.2kVと2.0kVでは、非弾性平均自由行程の値が5倍程度異なることが分かる。低加速電圧ではブロードなパターンしか得られないもう1つの理由は、電子銃の性能に起因するものである。今回用いた電子銃では、0.2kVや0.5kVと言った低加速電圧時に干渉性の良いビームを作り出せないため、位相のそろった平面波を試料に入射することが出来ず、明瞭な回折

パターンが得られなかったのだと思われる。

次に、AEDと反射電子回折法との比較を行った。AEDと反射電子回折法はともに電子の回折現象を利用した手法であるが、これらが本質的に同じ過程により起こるものだとすれば、単一の元素からなる結晶を測定した場合2つの手法からは同様の回折パターンが得られるはずである。そこで、Ge(001)単結晶試料のオージェ電子回折パターンと反射電子回折パターンを測定した(Fig. 5)。AEDではGe LMM(1148eV)のピーク強度を測定した。また反射電子回折法では、検出する電子のエネルギーをAEDと同程度にするため入射電子加速電圧を1150eVとした。この結果を見ると、AEDの結果と反射電子線回折法の結果が酷似していることが分かる。このことから、AEDと反射電子回折法は同様の理論で解析する事が可能だと思われる。また、反射電子はオージェ電子に比べ、はるかに高い強度を示す(この場合の実験条件では約50倍である)。従って、測定時間も両者で大きく異なり、Fig. 5の測定時間はAEDで5~6時間にも及んでいるが、反射電子回折法では15分程度である。このことから、元素を特定せず単に結晶構造のみを測定するには反射電子回折法の方が有用であることが分かる。

この様に反射電子回折法は短時間で測定が可能なもの、今回の実験では更に短時間で結晶性を定量的に測定する必要がある。そこでFig. 3の結果に着目し、試料の[01]方向を検出器の方向に一致させ、この方

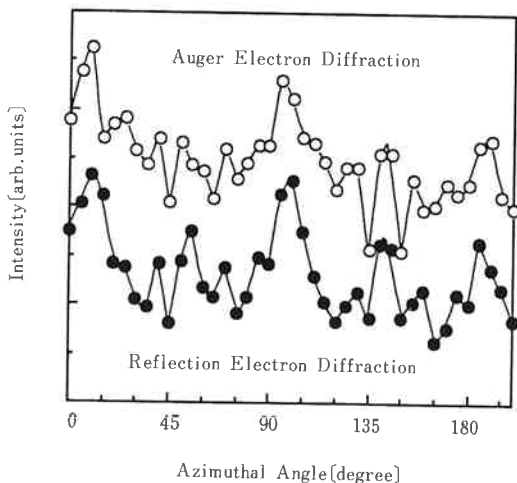


Fig. 5 ARRED and Auger electron diffraction patterns for Ge(001) at room temperature. The acceleration voltages of ARRED is 1150 eV, the energy of Auger electron is 1148 eV (Ge LMM).

位のみ強度変化を測定することとした。結晶試料から得られた反射電子強度(Fig. 3、点A)を $I_{cry}$ 、アモルファス試料から得られた反射電子強度(Fig. 3、点B)を $I_{amo}$ とする。ここで $I_{cry}$ が完全な結晶から、 $I_{amo}$ が完全なアモルファス状態の試料から得られた値とし、測定された反射電子強度を $I_{obs}$ とした時、その結晶性 $C_{obs}$ は以下のように表される。

$$C_{obs} = \left( \frac{I_{obs} - I_{amo}}{I_{cry} - I_{amo}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

ここで1/2乗としているのは、測定強度が干渉領域に含まれる原子数の2乗に比例しているためである。この方法によれば、[01]方向の反射電子強度を測定するだけで試料の結晶状態を定量的に知る事ができ、測定に要する時間もわずか20秒足らずである。そこで今後は、この方法を用いて結晶性を評価する事とする。

## [2] イオン励起再結晶

まず、イオン照射による試料表面のアモルファス化について調べた。アニール処理により表面を再結晶化させたGe(001)試料を、赤外線加熱によって130、175、220℃に加熱し、それぞれの温度においてイオン照射量に対する結晶性の変化を測定した。この結果をFig. 6中に白抜きのプロットで示した。このグラフの横軸はイオンの照射量、縦軸はGeの[01]方位で測定した反射電子強度である。つまり、結晶性が良いほど反射電子強度は強く、結晶構造が失われるに従い反射電子強度は減少していく。Fig. 6を見ると、130℃ではイオン照射にともない速やかに反射電子強度が減

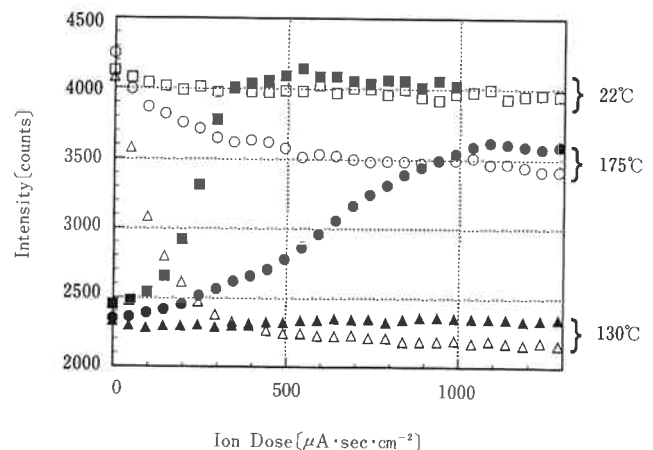


Fig. 6 Changes of ARRED intensities from Ge(001) during ion irradiation at various temperatures. The acceleration voltage of ion is 1kV. Ion current density is  $5.5 \mu A cm^{-2}$ .

少しており、表面がアモルファス化されていく様子が見て取れる。これに対し220℃では反射電子強度がほとんど一定であり、イオン照射を行っても結晶構造を保ったままであることが分かる。ここで行った実験では、再結晶化させたGe (001) 表面に対しイオンを照射した。そこで次に、あらかじめ表面をアモルファス化したGe (001) に対して同様の実験を行い、試料の初期の結晶性が実験結果にどう影響するか調べてみた。その結果をFig. 6中に黒塗りのプロットで示した。この結果を見ると、130℃では結晶性の変化は見られず試料表面はアモルファスのままであるが、175℃と220℃ではイオン照射量の増加にともない結晶性が回復し、再結晶化が進行していることが分かる。また、220℃では速やかに結晶性が回復しているのに対し、175℃ではより緩やかに再結晶化が進行している。さらに、175℃では8割程度までで結晶性の回復が止まってしまう。ここで、試料の初期条件が異なる2種類のプロット結果を見ると、試料温度が同じであれば最終的な結晶性には大きな差が生じていないことが分かる。このことから、イオン照射を十分な時間行えば、最終的に得られる表面はイオン照射前の結晶性によらないことが分かる。なお、イオン照射を行わず赤外線加熱のみで結晶性を回復させたところ、450~475℃の間で結晶性の回復が確認された。つまり、イオン照射は再結晶化温度を200℃以上引き下げているわけである。

次に、イオン電流密度がイオン照射による再結晶化にどのような影響を与えるかについて検討した (Fig. 7)。ここで用いた試料はGaAs (001) である。試料温度は60℃から130℃の範囲とし、またイオン電流密度は $1.5 \mu \text{Acm}^{-2}$ から $25 \mu \text{Acm}^{-2}$ の範囲とした。Fig. 7の横軸はイオン照射時間、縦軸は前述の方法で測定した結晶性であり、縦軸の値が0の時は完全なアモルファス試料である。また、試料温度およびイオン電流密度は図中に記してある。なお、図中のプロットを結ぶ曲線は後述するカーブフィット結果である。まず、Fig. 7 (a)に注目する。(a)ではFig. 7の3つの結果中最小のイオン電流密度でイオン照射を行っている。この図の60℃の結果を見ると、イオン照射時間が60秒を経過してもほとんど結晶性に变化が無く、試料表面がほぼアモルファスのままであることが分かる。これに対し、結晶性の回復は試料温度が増すに従い顕著になっており、試料温度110℃では8割程度結晶性が回復している。またイオン照射による結晶性の経時

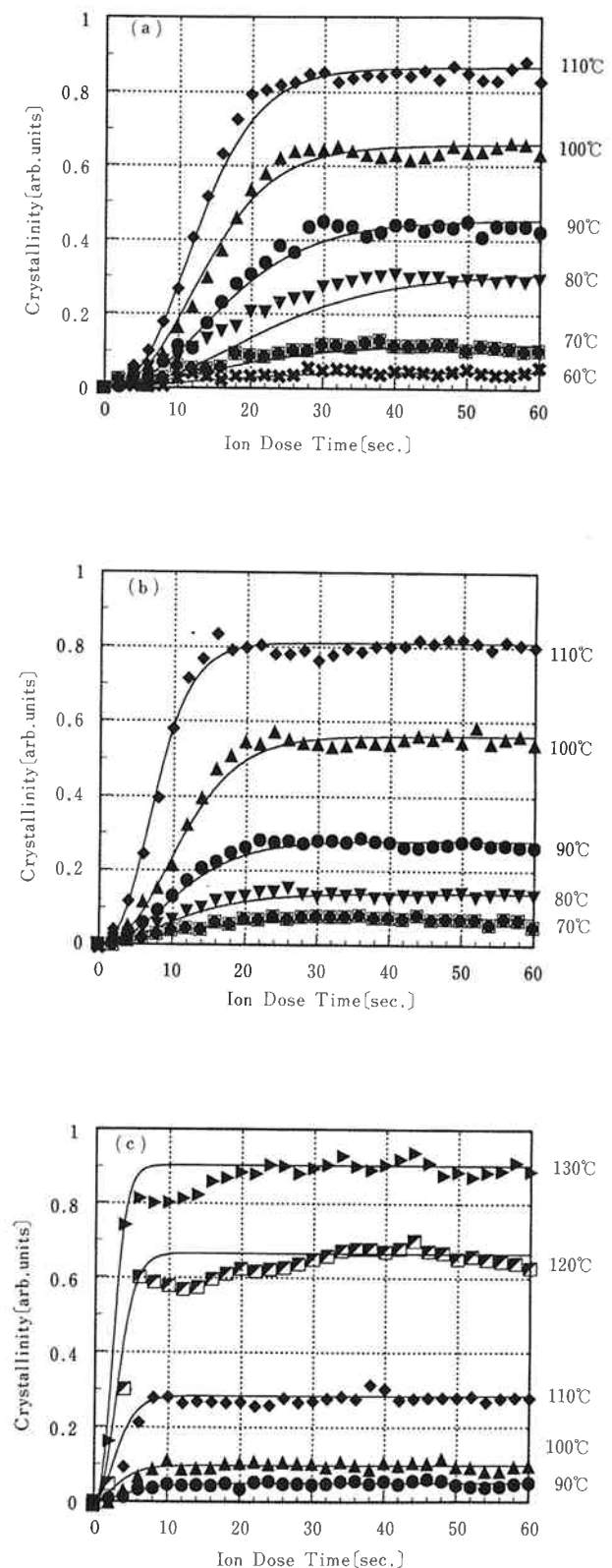


Fig. 7 Influences of Ar ion irradiation for Ge(001) crystallinities at various temperatures and ion current densities. The Acceleration voltage of ion is 3kV. Ion current densities are (a)  $1.5 \mu \text{Acm}^{-2}$ , (b)  $4.4 \mu \text{Acm}^{-2}$ , (c)  $25 \mu \text{Acm}^{-2}$ .

変化に着目すると、イオン照射初期においては緩やかに結晶性が回復し、その後結晶性の回復が急速に進んだ後、またもや回復が緩やかになっている。このように、Fig. 7のプロットはS字の曲線を描いている。また、イオン電流密度の影響に着目すると（例えばFig. 7の(a)、(b)、(c)で100℃の場合の結果）最も密度が低い(a)では30秒程度で結晶性の回復が落ちつき、その時の結晶性は0.65程度であるのに対して、(b)では25秒程度で結晶性の回復が落ちつき、その時の結晶性は0.55程度である。更に、最も電流密度が高い(c)では10秒程度で結晶性の回復が落ちついており、その時の結晶性は0.10程度である。このように、イオン電流密度が高くなるほど結晶性の回復が落ちつくまでの時間が短くなるが、到達する結晶性は悪くなっている。

イオン結合および金属結合の試料に対するイオン照射の影響を調べた結果をFig. 8に示す。Fig. 8(a)

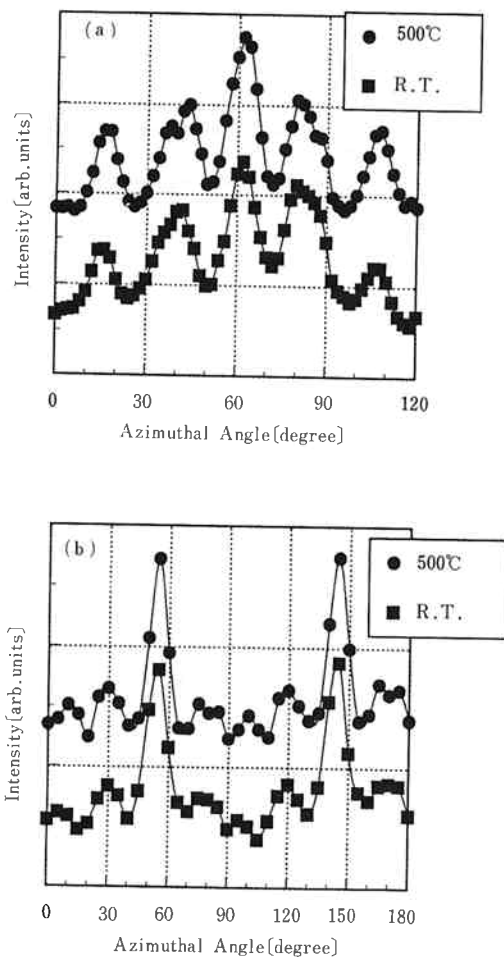


Fig. 8 ARRED patterns measured from Cr (001) and MgO(001) at room temperature and 500°C.

には金属結合の試料であるCr (001) の結果を、また Fig. 8 (b)にはイオン結合の試料であるMgO (001) の結果を示した。ともに、室温および500℃の試料温度でイオン照射を行っている。これらの結果を見ると、どちらの温度でも回折パターンにほとんど差がないことが分かる。この事から、イオン結合および金属結合の試料に対してイオン照射を行っても室温以上では結晶性に影響がないことが分かる。

#### 4. 考 察

結晶上のアモルファス層 (100nm~) にイオン照射 (数百keV以上) を行くと、結晶/アモルファス層界面が試料表面に移動したり、場合によってはより深い領域に界面が移動する。この現象を利用して種々の研究が行われている<sup>7-13)</sup>。金山等はCaAs (001) のAr<sup>+</sup>イオン (150keV) による照射損傷をRBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) を用いて研究した結果、0.75eVの活性化エネルギーを持つ点欠陥の移動により照射損傷回復が生じていると指摘している<sup>11)</sup>。また、Johnsonら<sup>12)</sup>はGaAs (001) のイオン誘起再結晶の活性化エネルギーを0.17eVと見積もっている。このように、これらの報告では格子欠陥の回復 (すなわち再結晶化) を点欠陥、あるいは空格子の移動によるものと考え、その活性化エネルギーについても言及している。しかしながら、なぜ格子欠陥の回復が結晶/アモルファス層界面から生じるかについては明確にされていない。我々は、これらのものとは視点を変え、再結晶化における結晶粒の役割に着目したうえで考察を行った。

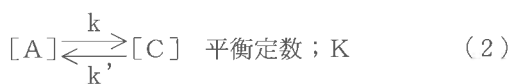
Fig. 7から分かるように、イオン照射した際に試料表面が再結晶化するかアモルファス化するかについては試料温度に明確なしきい値 (例えば融点のような) が存在しない。我々はその理由を、アモルファス化と再結晶化が一種の競争反応を行っているためだと考えた。

イオンを試料表面に照射した場合、イオンの飛程近傍の原子はカスケード衝突によってある物は格子振動が励起され、またある物は格子点から弾き出される。この時、飛程近傍の原子は格子振動が励起されており、理想液体に近い状態にある (Liquid Like Model)<sup>22)</sup>。このエネルギーの高い不安定な状態からエネルギーの低い固体の状態に戻る際にいかに安定な構造をとるか、固体に戻った時の結晶性が決まると考えられる。ここでの考え方としては2通りある。すなわち、励起

状態にある原子が照射イオンのエネルギーに応じた結晶性で再結晶化するという考え方と、励起状態にある原子が安定な状態に戻る際、結晶化とアモルファス化と言う相反する2つの競争反応を起こしているとする考え方である。

まず、前者について考えてみる。試料表面に入射したイオンの飛程近傍の原子は、その格子振動が励起される。照射イオンのエネルギー (3000eV) に比べ、測定した範囲での原子の格子振動エネルギーは0.03eV程度と非常に小さいため、これらの原子はイオン照射条件により一意に決まる結晶性に再結晶化すると考えられる。従って、この場合イオン照射時間に対し結晶性が一定となるまでの時間は試料表面の全ての場所にイオンが入射するのに要する時間と等しくなり、測定した温度範囲では温度による差がほとんど認められないはずである。しかしFig. 7 (a)を見ると、110℃では25秒前後で一定の結晶性に落ちついているが、80℃では40秒前後の時間を要しており、明らかに温度による差が認められる。また、前述のとおり結晶化に要する時間は「試料表面の全ての場所にイオンが入射するのに要する時間と等しくなるはずである」ので、イオン照射初期においては急速に結晶性が回復し、イオン照射時間が経過するにつれ結晶性の回復速度はゆるやかになるはずである。しかしながらFig. 7を見ると、イオン照射初期においては実にゆるやかに結晶性が回復し、その後急速に回復が進み、しばらくするとまた緩やかに結晶性が回復する、と言う結果となっている。この2点の理由から、励起状態にある原子が単に入射イオンのエネルギーに応じた結晶性で再結晶化するとした考え方では、実験結果を説明できない。

次に、後者について考えてみる。イオンの飛程近傍の原子は格子振動を励起されており、局部的に液体に近い状態にある<sup>22)</sup>。激しい格子振動を起こしている原子や格子点からはじき出された原子は、これらがどのような安定状態に落ちつくかで再結晶化するかアモルファス化するかが決定的される。ここで、結晶とアモルファスの存在比を『濃度』のように扱ると、結晶とアモルファスは以下のような関係にある。



ここで、[A] はアモルファスの存在比率、[C] は結晶の存在比率、k は結晶化の速度定数、k' はアモルファス化の速度定数、K は平衡定数である。一方、

結晶上のアモルファスが再結晶化する際には、再結晶化は結晶とアモルファスの界面から進行する<sup>7-13)</sup>。これは、結晶自身が再結晶化の一種の触媒として働いているためだと思われる (自己触媒)。そこで、この触媒作用が微少な結晶粒の表面積に効いてくると仮定し、上の関係を式に表すと以下ようになる。

$$[A] + [C] = 1 \quad (3)$$

$$\frac{d[C]}{dt} = -k'[C] + k[A][C]^{\frac{2}{3}} \quad (4)$$

さらに、(3) 式を (4) 式に代入すると、以下の式が得られる。

$$\frac{d[C]}{dt} = -k'[C] + k(1-[C])[C]^{\frac{2}{3}} \quad (5)$$

この式は、イオン照射時間 dt [sec.] の間にどれだけ結晶の存在比率 [C] が増加するかを表わしており、更に (4) 式右辺の第2項の [C] は結晶自身が再結晶化の触媒として働くことを表している。この (5) 式を用い、Fig. 7 の結果に対しフィッティングを行った。ただし、(5) 式は解析的に解くことができないため、Fig. 7 を数値微分した結果に対して (5) 式のフィッティングを行った。こうして得られた再結晶化の速度定数 k の値を Table 2 に示した。さらに、(5) 式のフィッティング結果を Fig. 7 中に曲線で示した。Fig. 7 を見ると、おおむね良好なフィッティング結果となっており、実験結果をうまく再現していることが分かる。この事から、励起状態にある原子が安定な状態に戻る際、結晶化とアモルファス化と言う相反する2つの競争反応を起こしているとする考え方が正しいことが分かる。そこで、再結晶化の速度定数 k を用い

Table 2 Rate constants of recrystallization of GaAs (001)

Temperature [°C]	Ion Current Density [ $\mu A \cdot cm^{-2}$ ]		
	1.5	4.4	25
60	0.090	—	—
70	0.109	0.144	—
80	0.107	0.180	—
90	0.151	0.212	—
100	0.187	0.231	0.521
110	0.205	0.345	0.730
120	—	—	0.811
130	—	—	1.039

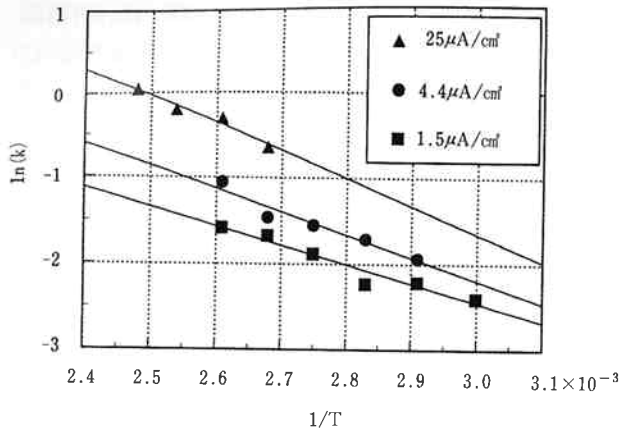


Fig. 9 Arrhenius plots of recrystallization rate constants shown on table 2.

Table 3 Activation energies of recrystallization of GaAs (001)

Ion Current Density [ $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ ]	Activation Energy [eV]
1.5	0.19
4.4	0.23
25	0.28

アレンウスプロットを行った (Fig. 9)。この結果を見ると、比較的直線性の良いプロット結果となっていることが分かる。また、イオン電流密度が上がれば高エネルギー状態にある単位時間あたりの原子数が増えるため頻度因子は大きくなるはずであるが、Fig. 9の結果はこの予想と一致する (アレンウス・プロットを行った場合、頻度因子が大きくなると直線は図の上方にシフトする)。一方、このプロットの傾きから求めた活性化エネルギーをTable 3に示した。イオン電流密度が大きいくほど活性化エネルギーも大きな値となっているが、これは単位時間あたりのスパッタアウト原子が増えるほど断熱の条件が大きく崩れるためだと思われる。ゆえに、イオン電流密度が最も小さい時に測定された活性化エネルギー (0.19eV) が最も信頼できる値だと思われる。この値はJohnsonら<sup>12)</sup>の示した0.17eVに非常に近い値となっており、この事からも上に示したような考え方が正しいことが分かる。

## 5. ま と め

数kV以下のエネルギーのイオンが固体表面に及ぼす影響について検討し、以下の結果を得た。

1) 反射電子回折法について検討を行い、結晶性の定

量的評価を可能にした。

2) GeおよびGaAs単結晶試料 (共有結合試料) に対して $\text{Ar}^+$ イオン (1~3 kV) を照射したところ、以下の現象が確認された。

a) 室温では試料表面はアモルファス化される。  
b) 試料温度を上げると、試料表面は再結晶化される。この時の温度はイオンを照射しない時よりも低温である。

c) b) の効果はイオン電流密度が低い程、また試料温度が高いほど顕著である。

3) 2) の現象はアモルファス化と再結晶化の競争反応に基づいており、再結晶化においては結晶自身が触媒として働く (自己触媒)。

4) 再結晶化の活性化エネルギーは約0.19 [eV] である。

5) Cr単結晶 (金属結合試料) に対して $\text{Ar}^+$ イオン (3 kV) を照射しても試料表面はアモルファス化されない (試料温度500℃および室温)。

6) MgO単結晶 (イオン結合試料) に対して $\text{Ar}^+$ イオン (3 kV) を照射しても試料表面はアモルファス化されない (試料温度500℃および室温)。

この様に、イオン照射によるアモルファス化及び再結晶化を定量的に解析することができた。この事は、深さ方向分析において試料を任意の結晶状態で分析できることを意味しており、非常に有用な知見を得たことになる。

## 6. 謝 辞

本研究を進めるにあたり有益な助言および議論をしていただいた解析研究室の石川芳光氏に感謝いたします。

## 参 考 文 献

- 1) S. Roosiled, R. Dolan, B. Buchanan, *J. Electrochem. Soc.*, **115**, 307 (1968).
- 2) D. E. Davies, *Can. J. Phys.*, **47**, 1750 (1969).
- 3) H. J. W. Zandvliet, H. B. Elswijk, E. J. van Loenen, I. S. T. Tsong, *Phys. Rev. B*, **46**, 7581 (1992).
- 4) Y. Sekino, M. Owari, M. Kudo, Y. Nihei, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **25**, 538 (1986).
- 5) H. J. Lezec, C. R. Musil, J. Melngailis, L. J. Mahoney, J. D. Woodhouse, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B9**, 2709 (1991).



- 6) K. Tsunoyama, T. Suzuki, Y. Okahashi, H. Kishikada, *Surf. Interface Anal.*, **2**, 212 (1980).
- 7) J. Nakata, M. Takahashi, K. Kajiyama, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **20**, 2211 (1981).
- 8) J. Linnros, G. Holmén, *J. Appl. Phys.*, **62**, 4737 (1987).
- 9) R. R. Hart, R. P. Vijay, J. D. Rubio, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B59/60**, 427 (1991).
- 10) K. H. Kim, D. H. Kim, S. T. Nam, J. J. Lee, I. H. Kim, S. C. Kim, J. Y. Lee, M. Nicolet, G. Bai, *J. Appl. Phys.*, **74**, 1046 (1993).
- 11) 金山敏彦, 田上尚男, 電子技術総合研究所彙報, **57**, 368 (1993).
- 12) S. T. Johnson, R. G. Elliman, J. S. Williams, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B39**, 449 (1989).
- 13) 金山敏彦, 電子技術総合研究所彙報, **57**, 379 (1993).
- 14) 尾張真則, 簡 佩薰, 工藤正博, 二瓶好正, 鎌田 仁, 分光研究, **32**, 103 (1983).
- 15) H. A. Aebischer, T. Greber, J. Osterwalder, *Surf. Sci.*, **239**, 261 (1990).
- 16) G. R. Harp, D. K. Saldin, B. P. Tonner, *Phys. Rev. B*, **42**, 9199 (1990).
- 17) J. M. Pan, B. L. Maschhoff, U. Diebold, T. E. Madey, *Surf. Sci.*, **291**, 381 (1993).
- 18) D. G. Frank, T. Golden, O. M. R. Chyan, A. T. Hubbard, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **9**, 1254 (1991).
- 19) R. D. Rydgren, H. F. Helbig, C. A. Moyer, *Surf. Sci.*, **244**, 81 (1991).
- 20) 河野省三, 文部省科学研究費補助金研究成果報告書, 1990年3月.
- 21) S. Tanuma, C. J. Powell, D. R. Penn, *Surf. Interface Anal.*, **11**, 577 (1988).
- 22) 志水隆一, 応用物理, **54**, 876 (1985).



著 者

氏名 原 田 美 徳  
Yoshinori HARADA  
入社 平成3年4月1日  
所属 東京研究所  
解析研究室  
研究員



著 者

氏名 新 井 一 喜  
Kazuyoshi ARAI  
入社 平成4年4月1日  
所属 東京研究所  
薄膜分野  
研究員



著 者

氏名 樋 口 眞 次  
Shinji HIGUCHI  
入社 昭和59年9月15日  
所属 東京研究所  
解析研究室  
主任研究員