L-57

斜方晶 TaS_3 の収束イオンビーム装置による微細加工技術の確立

Nano-scale fabrication of orthorhombic TaS_3 crystals using focused ion beam technique

小松勇貴[1]，森島拓也[1]，皆藤孝[2]，胡桃聡[2]，鈴木薫[2]，松田健一[2]

Yuki Komatsu[1], Takuya Morishima[1], Takashi Kaito, Satoshi Kurumi[2], Kaoru Suzuki[2], and Ken-ichi Matsuda[2]

概要：本研究では，一次元伝導体中の電荷密度波状態を利用した超小型電流標準器の作製をめざし，斜方晶三硫化タンタル（*o*-TaS_3）の髭結晶に対し収束イオンビーム加工装置を用いたエッチング加工技術の検討を行った．その結果，一般的なシリコンに対するエッチング条件に近い条件で加工が可能であることがわかった．ただしエッチングレートは 7.0 pl/sec．程度と，シリコンの場合のおよそ倍であることがわかった．

１．研究背景

現在，「電圧標準」や「抵抗標準」は，それぞれ超伝導体／絶縁体接合を用いたジョセフソン効果や[1]，半導体の二次元電子系における量子ホール効果[2]によって，物理定数を用いて非常に正確に定められている．一方，電流標準については，いくつかの有望なデバイス構造があるが，前述の２つほどに確立されたものはこれまでのところ存在しない．この点については，電荷密度波（Charge-density waves: CDWs）の並進運動状態にマイクロ波を照射することで生じるモードロック現象[3]を利用した「電流標準」の提案がある．これが実現すれば，「電圧標準」や「抵抗標準」などの電気標準に比べて，非常に小型で，液体窒素温度程度で動作可能な「電流標準」を得る可能性がなる．しかし問題点として，通常の単結晶の太さが数ミクロン程度はあることから，移動する電荷量が多く電流標準として応用するには適さないことが挙げられる．この問題の解決策として，結晶を細く加工することが考えられている．

本研究では，比較的に高い温度で電荷密度波転移を生じる斜方晶 TaS_3 を取り上げ，電流標準への応用を目指して，低温で電荷密度波状態が実現していることを確認すること，FIB を用いて微細加工した際に電気抵抗の温度依存特性が変化するかどうか確認することを目的とした．

２．実験方法

本実験で用いた TaS_3 の結晶には，単斜晶と斜方晶の二つの結晶構造があることが知られているが，一般にエックス線等を用いた構造解析は容易ではない．結晶構造を決定するには，電気抵抗の温度依存性を測定し，そのデータから判別するのが最も容易である．そのため，TaS_3 結晶を熱酸化膜付き p 型 Si 基板に銀ペーストで接着し，電気抵抗−温度特性を測定した．それにより結晶系を確定させたのち，TaS_3 結晶を FIB 装置に移して微細加工の条件を変えながらエッチングを行った．

３．実験結果

３．１　電気抵抗の温度依存性

図 1 には，TaS_3 結晶の電気抵抗の温度依存性を示す．ここで縦軸は電気抵抗の常用対数をとり，また，横軸は温度を 1000/*T* でスケールしたものを示している．一見してわかるように，温度がおよそ *T* = 218 K 付近で急激に上昇し，その後も温度の低下とともに抵抗値が上昇していることがわかる．218 K 付近の上昇は，金属から電荷密度波状態への相転移に伴うものと考えられる．電気密度波転移によって金属的なフェルミ面が消失してエネルギーギャップが生じるため，低温に向かうにつれて抵抗値はアレニウス型の温度依存性を示しながら上昇する．TaS_3 には単斜晶と斜方晶の二つの結晶系があることが知られているが，この抵抗‐温度特性から，今回作製した結晶が斜方晶 TaS_3 であること

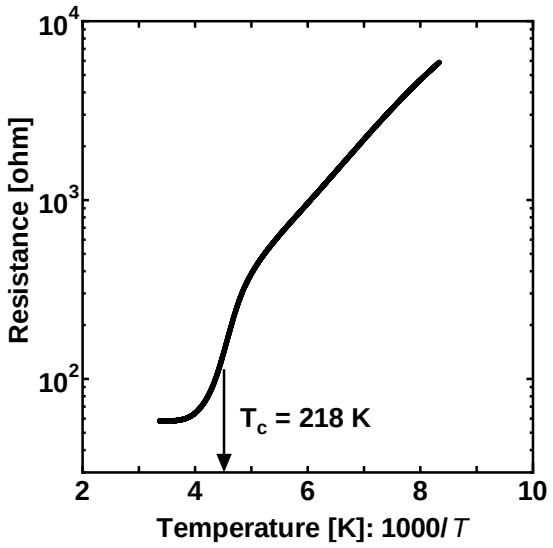

Figure 1. TaS_3 の温度−抵抗特性

１：日大理工・学部・電気，２：日大理工・教員・電気

が確認された．

３．２ FIB による微細加工

図 2 には，TaS_3結晶の表面の一部を FIB により削り落としたものを示す．加工前の結晶は，太さが 16 μm 程度のひげ結晶であり，表面には大きな凹凸が見られた．これに対して，図の中央付近を，ビーム電流＝2 nA の条件で表面を削り落としたところ，内部は比較的に均質なことが確認できた．*o*-TaS_3 は室温では金属（導体）であるため，FIB 加工時の帯電効果は小さいと考えられるが，実際にはチャージアップのためビーム照射位置がずれることが，特に表面付近で発生してしまった．この原因として考えられることは，結晶育成の過程で表面に析出した硫黄成分が試料の表面に付着していることにより導電性が低くなったこと，Si 基板の取り付けが不十分だったことが考えられる．表面に大きな凹凸が観察できたことも成長時に余った硫黄が堆積したことを示唆していると考えられる．

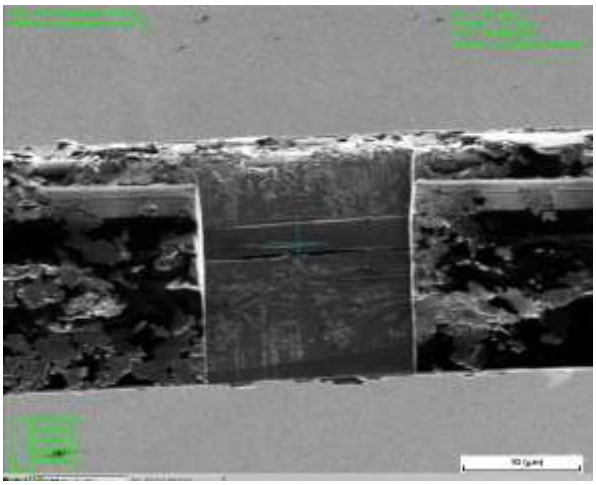

Figure 2. FIB により表面を削り落とした斜方晶 TaS_3 結晶の SIM 像. 中央付近の 15 μm 程度の領域を FIB によって削り落とした.

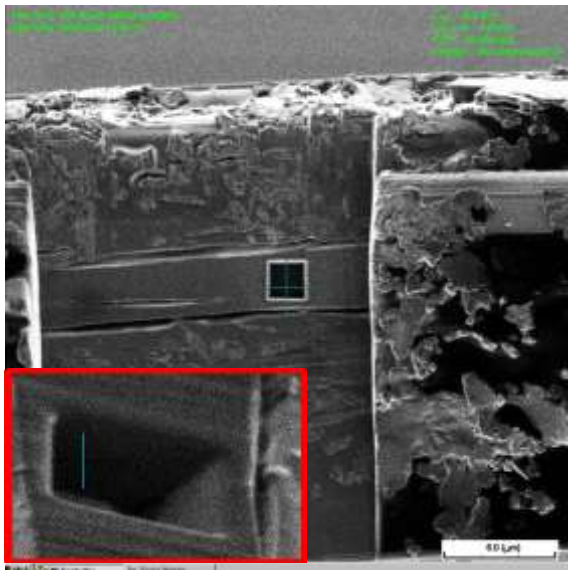

Figure 3. FIB により 2 μm 程度の領域を穴あけ加工した図．挿入図は，穴あけ部分の拡大図.

図 3 には，図 2 で示した結晶の削った部分の中でも単結晶と思われるものとして整っている部分をさらに深さ方向に微細加工したものを示す．この時の FIB の設定値はビーム電流=494 pA で 2 μm 四方を 1 分 54 秒削った．その際のエッチング速度は，約 7.0 pl/sec. となり, 実際の深さ方向には 2 μm 程度まで削れていたことを確認した．これは，Si よりも 1.5~2.0 倍のエッチング速度があることを示している．

４．まとめ

今回，小型かつ動作温度の比較的に高い電流標準の作製を目指し，擬一次元伝導体 TaS_3 の FIB による微細加工を行った．

電気抵抗の温度依存性測定を行ったところ, 約 218 K 程度で電荷密度波転移を生じたことが確認された．また，抵抗 - 温度特性の形から，結晶が斜方晶であることも確認された．さらに，FIB により TaS_3 の表面を削り落とせることが可能であると確認した．Si よりも 1.5~2.0 倍のエッチング速度があることが確認された．

５．今後の展望

電荷密度波転移温度が変化するか確認するため TaS_3 の太さを徐々に細くしていき, 抵抗の温度依存性を測定する. また, 液体窒素温度で電流と電圧の特性を測定する.

６．参考文献

[1] A. Barone and G. Paternó, “*Physics and Applications of the Josephson Junctions*”, John Wiley & Sons, New York, (1982).

[2] R. E. Prange and S. M. Girvin, “*The Quantum Hall Effect*”, Springer, New York, (1987).

[3] M. S. Sherwin and A. Zettl, Phys. Rev. B **32**, 5536 (1985).

[4] G. Grüner, “*The dynamics of charge-density waves*”, Rev. Mod. Phys. **60**, 1129 (1988).