

Ar + N₂混合ガスによる窒化鉄薄膜の生成

日大生産工 (院) ○松本 恵
日大生産工 新妻 清純・蒔田 鐵夫

1.はじめに

1972年に東北大学のT.K.Kimと高橋実博士らにより,抵抗加熱による真空蒸着法を用いて作製したFe系窒化物である α' -Fe₁₆N₂が,それまで最大の飽和磁化を示すとされてきたFe₇₀Co₃₀(パーメンジュール合金)より高い値を有することが報告された¹⁾²⁾.以来, α' -Fe₁₆N₂は高飽和磁化特性を有する優れた磁性材料として期待され,種々の手法による薄膜作製の研究が成されてきたが,その飽和磁化値の報告例は,作製方法等により大きく異なる³⁾⁴⁾.さらに,高飽和磁化となる理論的な機構も未だ明確でない.

当研究室では,RFスパッタ法による窒化鉄薄膜に関する研究を行い,その結果,RFバイアス20[W]印加時に得られた薄膜の飽和磁化値は α -Feのバルク値4[%]を超えたと報告している⁵⁾.

そこで,本研究ではRFマグネトロンスパッタリング法によりAr+N₂混合ガスを用いて高飽和磁化を有する窒化鉄薄膜を作製することを目的とし,Ar+15%N₂混合ガスによる投入電力および成膜ガス圧の影響について検討をおこなった.

2.実験方法

2.1 作製方法

本研究では,RFマグネトロンスパッタリング法により,窒化鉄薄膜試料を作製した. RFマグネトロンスパッタリング装置の概略図をFig.1に示す.ターゲットには $\Phi 101.6\text{mm}$,純度99.9[%]Feを用いた.

まず,チャンバー内を $4.0 \times 10^{-4} [\text{Pa}]$ 以下まで高真空排気し,Ar+15%N₂混合ガスを用いて,成膜ガス圧を3~5 [Pa],高周波電源により投入電力300~500[W]として放電を行い,ターゲットより100[mm]の距離を隔てた基板上に膜厚が1000

[nm]一定となるように成膜した.基板にはソーダライムガラス基板と無酸素銅基板をそれぞれ用いた. また,基板加熱は行わず,冷水装置より20[°C]に設定した純水を基板ホルダーに流した.

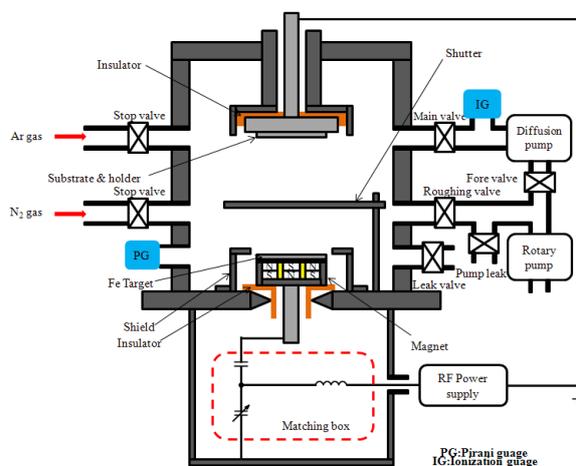


図1 RFマグネトロンスパッタリング装置の概略図

2.2 物性評価方法

試料の評価方法として,膜厚測定には繰り返し反射干渉計,磁気特性には振動試料型磁力計(VSM),結晶解析にはCu-K α 線(波長 $\lambda=0.154\text{nm}$)を線源とするX線回折装置(XRD),定性分析には電子線マイクロアナライザ(EPMA)をそれぞれ用いた.

3.実験結果

3.1 投入電力による X 線回折図形の変化

投入電力 300~500[W],成膜ガス圧 3.0[Pa]の条件下で作製した薄膜試料に対して, $2\theta=20\sim90$ [deg.]の範囲で X 線回折を行なった.その結果を図 2 に示す.

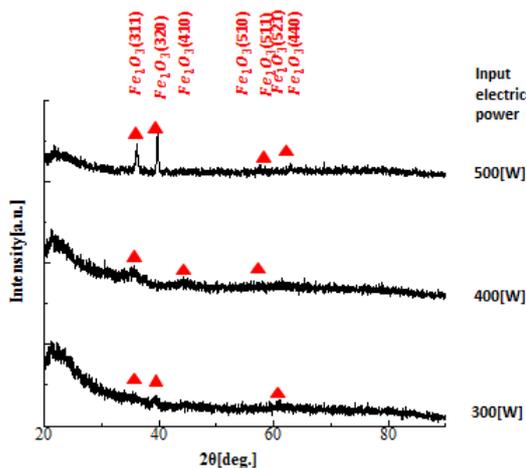


図 2 X 線回折図形の投入電力依存性

図より, 投入電力を増加すると薄膜の結晶性は向上する傾向にあることが分かる.さらに,作製した試料から酸化鉄である Fe_2O_3 の回折線が確認された. $2\theta=35.6$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (311), $2\theta=38.8$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (320), $2\theta=44.7$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (410), $2\theta=56.1$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (510), $2\theta=57.2$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (511), $2\theta=60.6$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (521), $2\theta=62.9$ [deg.]付近に Fe_2O_3 (440)が確認された.

3.2 成膜ガス圧による X 線回折図形の変化

投入電圧 500[W]一定とし,成膜ガス圧を 3[Pa],4[Pa],5[Pa]と変化させ.X 線回折を行ない,その結果を図 3 に示す.

図より,成膜ガス圧を増加すると回折強度が弱くなり,結晶性が低下する傾向がみられた.さらにガス圧の変化による X 線回折図形においても,酸化鉄からの回折線が認められた.

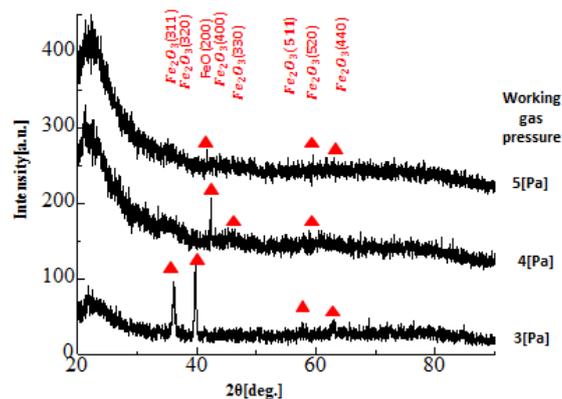


図 3 X 線回折図形の成膜ガス圧依存性

酸化鉄である Fe_2O_3 が生成された原因として考えられるのは,残留ガスによるスパッタ中の酸化か真空漏れが考えられるが,現在調査中である.

5.参考文献

- 1) T.K.Kim and M.Takahashi : Magnetic Material Having Ultrahigh Magnetic Moment, Appl. Phys Lett, 20,492(1972)
- 2) 高橋実:「高飽和磁気モーメント Fe_{16}N_2 磁性体の発見-発見までの経緯と将来の展望-」固体物理,7,(1972),483
- 3) 中島健介,岡本祥一:「窒素イオン注入によって作製した Fe_{16}N_2 薄膜の構造と磁性」日本応用磁気学会誌,18,(1990),271
- 4) 小室又洋,小園祐三,華園雅信,杉田愷:「 Fe_{16}N_2 単結晶薄膜のエピタキシャル成長と磁気特性」日本応用磁気学会誌,14,(1990),701
- 5) 鶴飼克宏,新妻清純,移川欣男:「RF スパッタ法による N_2 プラズマ中における窒化鉄薄膜の作成並びに飽和磁化特性に関する研究」平成 9 年度修士