

バイアスパッタリング法による窒化鉄積層薄膜の生成

日大生産工(院) ○松本 恵
日大生産工 新妻 清純・矢澤 翔大

1. はじめに

1972年に東北大学の高橋実博士らにより、真空蒸着法を用いて作製したFe系窒化物である α'' -Fe₁₆N₂が、それまでに最大の飽和磁化値を示すとされていたFe₆₀Co₃₀(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は高飽和磁化値を有する優れた磁性材料として期待され、種々の手法による研究が成されてきた。最近では、2011年に東北大学の高橋研博士らが作製した窒化鉄粉末(バルク) α'' -Fe₁₆N₂の飽和磁化値M_sは、純鉄 α -Feと同程度であるという報告をしている。しかし α'' -Fe₁₆N₂の飽和磁化値は、作製方法等により大きく異なることが報告されている³⁾⁴⁾。さらに、高飽和磁化値となる理論的な機構も未だに明確ではない。

本研究では、強磁性薄膜と非磁性薄膜の積層による巨大磁気抵抗効果の発現等、互いに異なる性質を持つ物質を積層させることで、その材料に求められる特性が向上するという例から、鉄薄膜と窒化鉄薄膜の積層によって、単相の薄膜とは異なる磁気特性を有する磁性材料の生成を期待し検討した。

2. 実験方法および物性評価方法

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、窒化鉄積層薄膜を作製した。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 ϕ 101.6mm、純度99.9%のFeを用いた。

まず、ロータリーポンプおよびターボ分子ポンプを用いてチャンバー内の最終到達真空度 4.0×10^{-4} Pa以下まで高真空排気した後、Ar+15%N₂混合ガスを用いて、成膜ガス圧を3.0Pa、高周波電源により投入電圧500W、DC

バイアス電圧を0~300Vとして放電を行った。ターゲットより100mmの距離を隔てた基板の上に膜厚が1000nm一定になるように成膜した。基板にはソーダライムガラスと無酸素銅基板を用いた。また、基板加熱は行わず、水冷装置より20℃に設定した純水を基板ホルダーに流した。

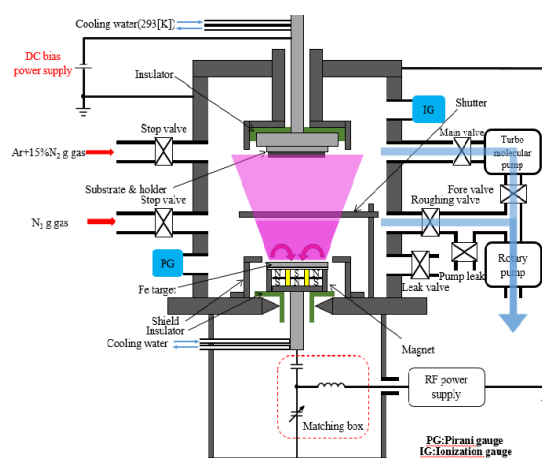


Fig.1 Schematic diagram of RF magnetron sputtering apparatus.

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、磁気測定には振動試料型磁力計(VSM)、結晶解析にはCu-K α 線(波長 $\lambda=0.154$ nm)を線源とするX線回折装置(XRD)をそれぞれ用いた。

3. 実験結果及び考察

3.1 結晶構造

投入電力500W、成膜ガス圧3.0Pa、DCバイアス電圧0Vで作製した試料のX線回折図をFig.2に示す。

Formation of Iron Nitried Multilayered Thin Films by Bias Sputtering Method

Satoshi Matsumoto, Kiyozumi Nizuma, and Shota Yazawa

Fig. 2より, DCバイアス0Vでは, $2\theta = 37.91^\circ$ 付近に ϵ (10 $\cdot$ 0), $2\theta = 41.1^\circ$ 付近に γ' (111), $2\theta = 43.2^\circ$ 付近に ϵ (10 $\cdot$ 1), $2\theta = 47.8^\circ$ 付近に γ' (200), $2\theta = 70.1^\circ$ 付近に γ' (220), $2\theta = 84.6^\circ$ 付近に γ' (311), $2\theta = 89.4^\circ$ 付近に γ' (222)の回折線がそれぞれ認められ, γ' -Fe₄Nに ϵ -Fe₃Nが若干混入した薄膜であることが確認された。

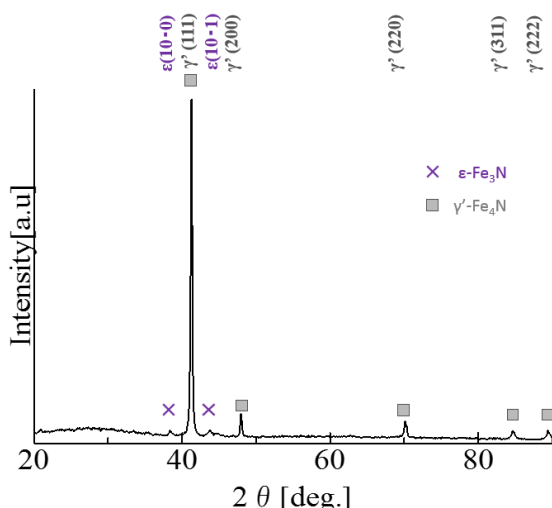


Fig. 2 X-ray diffraction pattern of Fe-N thin film under DC bias voltage 0[V].

3.2 磁気特性

投入電力500W, 成膜ガス圧3.0Pa, DCバイアス電圧0Vで作製した試料において, 印加磁界 $H=800$ [kA/m]とした時の磁化曲線をFig.3に示す。

Fig. 3より, 飽和磁化値 $M_s=1.12$ Tを示し, 保磁力 $H_c=8.64$ kA/mを示した。この飽和磁化値は, γ' -Fe₄Nのバルクにおける飽和磁化値 M_s とほぼ同値(γ' -Fe₄Nのバルク: $M_s=1.14$ T)を示したため, 磁気特性的にはほぼ γ' -Fe₄N単相膜であると考えられる。

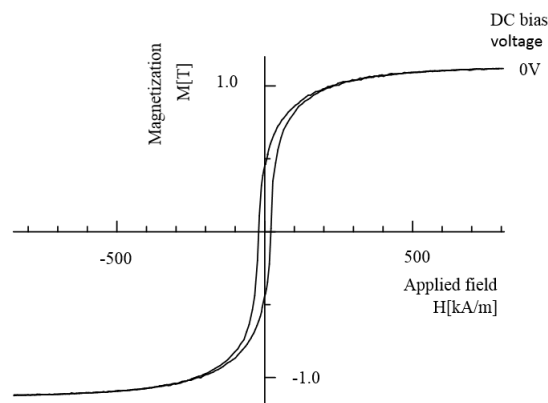


Fig. 3 M-H loop of Fe-N thin film under DC bias voltage 0[V] ($H=-800\sim 800$ [kA/m]).

4. まとめ

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, 得られた試料の磁気特性と結晶構造の観点から検討した。本研究をまとめると以下の通りである。

1) XRDによる結晶構造解析

Ar+15%N₂ 混合ガスで作製すると, γ' -Fe₄Nに ϵ -Fe₃Nが若干混入した薄膜試料が得られた。

2) VSMによる磁気特性

飽和磁化値 $M_s=1.12$ Tを示し, 保磁力 $H_c=8.64$ kA/mを示した。 γ' -Fe₄Nのバルクにおける飽和磁化値 M_s とほぼ同値(γ' -Fe₄Nのバルク: $M_s=1.14$ T)を示した。

5. 今後の検討問題

- 1) バイアス電圧を0~300V印加し, α -Fe単相となる最適バイアス電圧を検討する。
- 2) γ' -Fe₄N単相膜と α -Fe単相膜の積層化を試み, 最適積層回数を検討する。

6. 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 Fe₁₆N₂ 磁性特性体の発見-発見までの経緯と将来の展望-」 個体物理, 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 Fe₁₆N₂ 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, 杉田愼: 「Fe₁₆N₂ 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