

反応性スパッタリング法による

$\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ (001)成膜時の RHEED 振動の観察

小島泰介 田結荘健 Sonia Sharmin 柳原英人
(筑波大学 物理工学域)

Observation of RHEED oscillation of $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ (001) thin films deposited by reactive sputtering technique

T. Ojima, T. Tainosho, S. Sharmin and H. Yanagihara

(Inst. of Appl. Phys., Univ. of Tsukuba)

はじめに

磁気材料の薄膜に広く用いられている物理蒸着法 (PVD) として、分子線エピタキシー(MBE)法やパルスレーザーデポジション(PLD)法、スパッタリング法などが挙げられる。薄膜材料、基板、成膜条件が整うことで、MBE 法や PLD 法では、膜が一原子層ずつ成長する層状成長をすることが知られており、これに対応して反射高速電子線回折(RHEED)の鏡面反射成分の強度変化が観察される。一般にスパッタリング法では、膜の形成初期段階は島状であり、この島が大きくなることで膜厚が増加するため、薄膜の平坦性は低く層状成長は難しいと考えられてきた[1]。我々の研究グループでは、反応性スパッタリング法により平坦性の高く、バルクの磁気特性に近い Fe_3O_4 (マグネタイト)や $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (マグヘマイト)の成膜に成功している[2]。そこで、成膜中の反射高速電子線回折(RHEED)の強度変化を測定することで、反応性スパッタリング法における薄膜成長の過程を調べた。

実験方法

反応性スパッタリング法により MgO (001)基板上に酸素流量を変えることで Fe_3O_4 と $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ をそれぞれ成膜した。基板温度は 300°C 、ターゲットには Fe を用いて $\text{Ar}+\text{O}_2$ 雰囲気中で成膜を行った。成膜中、膜の $\langle 100 \rangle$ 方向から電子線を入射しながら、RHEED の強度変化を測定した。また、作成した試料に対して、X 線反射率測定法(XRR)により膜厚を測定した。

実験結果

Fig. 1 に(a) MgO (001)、(b) Fe_3O_4 (001)の RHEED 像を示す。明瞭なストリークと菊池線が表れていることから、平坦性の高いエピタキシャル膜であることが示唆される。Fig. 2 に Fe_3O_4 成膜中の RHEED 強度の推移を示す。真空蒸着法による原子レベルでの層状成長に特徴的な強度振動が本実験でも観測された。周期は 7.6 秒で、これが Fe_3O_4 の一分子層($\approx 2.10 \text{ \AA}$)の積層に相当すると仮定すると、成膜レートは 0.276 \AA/s となり、XRR 測定より求めた成膜レート 0.282 \AA/s とよく一致する。また、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の成膜中、周期 43.9 秒の RHEED 振動が観測された。これより求められた成膜レートは 0.0476 \AA/s であり、XRR 測定より求めた 0.0486 \AA/s とよく一致する。以上の結果より、反応性スパッタリング法による $\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ (001)膜の成長過程は、層状成長であることが確認された。講演当日は上記に加え、より詳細な振動の傾向について議論する。

参考文献

- [1]金原稔：スパッタリング現象(1984) 東京大学出版
[2] H. Yanagihara et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 47 (2014) 129501

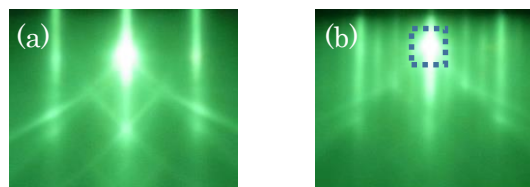


Fig. 1 RHEED images of (a) MgO (001) and (b) Fe_3O_4 (001)

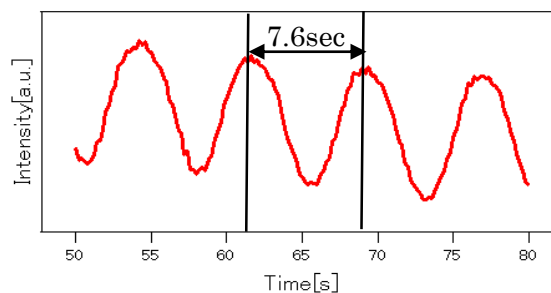


Fig. 2 Time dependent RHEED intensity corresponding to the square area of Fig. 1 (b) .