

課題番号 : F-14-IT-0043
 利用形態 : 技術代行
 利用課題名(日本語) : スパッタ薄膜における堆積初期段階の評価
 Program Title (English) : Characterization of initial growth stage of sputtered films
 利用者名(日本語) : 中込将成、林原久憲、高村陽太、中川茂樹
 Username (English) : M. Nakagome, H. Hayashibara, Y. Takamura, and S. Nakagawa
 所属名(日本語) : 東京工業大学大学院理工学研究科
 Affiliation (English) : Dept. of Physical Electronics, Tokyo Institute of Technology

1. 概要(Summary)

我々の研究室で開発した対向ターゲット式スパッタ(FTS)法では、基板面内方向に巨大な磁気異方性を有する FeCoB/Ru 膜など、様々な機能性薄膜を作製できる。これは、これは FTS においては、基板面内方向に異方的な応力をもった薄膜を形成できるためであり、その応力の形成過程を明らかにすることは大変重要である。

これまでの我々は、片持ち梁法を用いて、ガラス基板上に堆積した Ru 膜の成膜初期段階における応力の形成過程の評価を行ってきた。特に見込み膜厚が数 nm の領域で、優位に形成されている応力の方向が圧縮から引っ張りに変化し、Ru が島状から連続膜へと変化することを示唆する結果(Fig. 1)が得られていた。本研究課題では、堆積初期段階における Ru の状態を明らかにすることを目的とし、平面透過型電子顕微鏡観察(Fig. 2)を試みた。TEM 像から、見込み膜厚が増加するに伴い、Ru が島状から連続膜へと変化の様子が観察された。(Fig. 3)また、変化が生じた膜厚は、応力方向が変化する膜厚とほぼ一致した。以上より、引っ張り応力が優位に形成されている膜厚領域では、Ru が島状成長し、圧縮応力の膜厚領域では、連続膜成長していることを明らかにした。この知見は、より高性能な機能性薄膜を作製するために大変重要であると考えられる。

2. 実験(Experimental)

透過型電子顕微鏡(TEM)観察用カーボン皮膜付き Mo グリッド基板に、プラズマ CVD 装置(サムコ PD-240 1)で SiO₂ を 10nm 成膜し、グリッド基板の表面をガラス基板に近い状態とした。次いで、このグリッド基板を、対向ターゲット式スパッタ装置に導入し、Ru をスパッタ成膜した。様々な Ru 膜厚 t_{Ru} の試料を用意し、透過型電子顕微鏡で平面像の観察を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1 に応力の成長過程を示す。 $t_{Ru}=5\text{nm}$ までは引っ張り応力が形成され、その後圧縮応力が形成されることがわかる。Fig. 2 に平面 TEM 観察用の試料を作製する。Mo グリッドの隙間を透過した電子の回折を測定するで平面像が得られる。Fig. 3 に様々な Ru 堆積膜厚 t_{Ru} での TEM 観察結果を示す。 t_{Ru} が 1nm から 5nm の試料の観察像では、明部が Ru の存在しない領域を表しており、Ru が島状に成長している様子が分かる。一方、 $t_{Ru} = 8\text{nm}$ の試料の像から、連続膜になっていることも確認した。この像でも線上の明部が見られるが、これは TEM 観察の artifacts である。

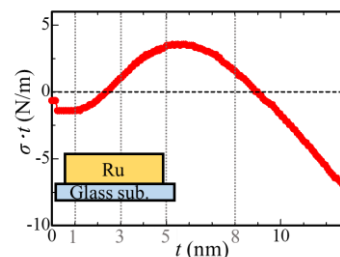


Fig. 1 Stress in-situ observation for Ru sputtered on a glass substrate.

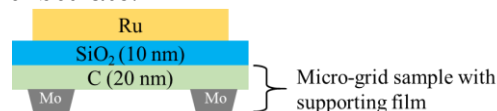


Fig. 2 Sample structures for surface TEM observation

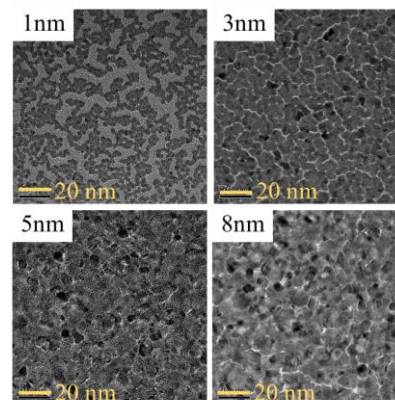


Fig. 3 Surface TEM images for various nominal Ru thickness

4. その他・特記事項(Others)

透過型電子顕微鏡観察は、東京工業大学分析支援センターで行った。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) Y. Hayashibara, M. Nakagome, Y. Takamura, and S. Nakagawa, "In-situ internal stress observation of ferromagnetic thin films at the initial stage of the film growth during sputter-deposition process", IEEE Int'l Magn. Conf. (Intermag), Beijing, China, May 15, 2015.
- (2) S. Nakagawa, Y. Hayashibara, Y. Takamura, "Anomalous change and development of anisotropic residual stress at the initial stage of FeCo film growth", Int'l Conf. Magn., Barcelona, Spain, submitted, July 5-10, 2015.

6. 関連特許(Patent)

なし。