

課題番号 : F-14-RO-0043  
 利用形態 : 技術代行  
 利用課題名(日本語) : 超臨界蒸着法により作製した  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  磁性薄膜の膜組成分析  
 Program Title (English) : Analysis of composition of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  thin film formed by the supercritical fluid deposition  
 利用者名(日本語) : 春木将司  
 Username (English) : M. Haruki  
 所属名(日本語) : 広島大学大学院工学研究院  
 Affiliation (English) : Department of Chemical Engineering, Graduate School of Engineering, Hiroshima University

### 1. 概要(Summary)

近年、半導体の高集積化に伴い、基板上へ作製する薄膜の微細加工性の向上が要求されている。その中で新しい成膜法として超臨界流体蒸着法(SCFD法)が注目されている。SCFD法とは、超臨界二酸化炭素( $\text{scCO}_2$ )が持つ低粘性、低表面張力及び高拡散性を利用し、 $\text{scCO}_2$ 中へ溶解させた成膜材料前駆体を微細孔深部へ輸送し成膜する方法である。

本研究では、高密度記録媒体の磁性膜である  $\text{CoCrPt}$  合金の代替材料として期待されているコバルトフェライト( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ )薄膜の SCFD 法による作製に関して、作製した薄膜の組成分析をラザフォード後方散乱によって試みた。

### 2. 実験(Experimental)

利用した装置:ラザフォード後方散乱(RBS)測定装置

本研究では、Co 前駆体として  $\text{tris}(2,2,6,6\text{-tetramethyl-3,5-heptandionato})\text{cobalt(III)}$  ( $\text{Co(thd)}_3$ )、Fe 前駆体として ferrocene、酸化剤として  $\text{O}_2$ (純度>99.5%)を用い、基板として  $\text{MgO}$ (厚さ 500  $\mu\text{m}$ 、結晶方位(1 0 0))を使用した。

成膜には cold-wall 型の攪拌静置型成膜装置を用い、成膜前セル内温度 80 $^\circ\text{C}$ 、 $\text{CO}_2$ 分圧 12.2 MPa、 $\text{O}_2$ 分圧 0.1 MPa、成膜時間を 60 min とし、基板温度 300 $^\circ\text{C}$ 、攪拌速度 500 rpm の条件で成膜した。80 $^\circ\text{C}$ 、12.2 MPa の  $\text{CO}_2$  に対する  $\text{Co(thd)}_3$  と ferrocene の溶解度を比較した結果、 $\text{Co(thd)}_3$  の方が ferrocene より溶解度が低く、その差は2倍以上であることから、実験では、 $\text{Co(thd)}_3$  導入量を飽和溶解量の 0.5 倍( $3.44 \times 10^{-5} \text{ mol}$ )とし、ferrocene 導入量は  $\text{Co(thd)}_3$  導入量の 2 倍とした。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1 に得られた薄膜の SEM 像を示す。図のように  $\text{MgO}$  基板上に平滑な薄膜の形成が確認できた。さらにこの薄膜の原子組成の推定をラザフォード後方散乱分光法(RBS法, 日新ハイボルテージ:AN-2000H)ならびに同時に得られる粒子励起 X 線分析(PIXE法)により試みた。分析結果を Fig. 2 に示す。RBS 分析では、1500 keV に

薄膜の最表面の Co と Fe のピークが現れ、1300 keV 程度までフラットな形状を示した。また、700 keV 付近には薄膜との界面に位置する基板の Mg と O のスペクトルが得ら

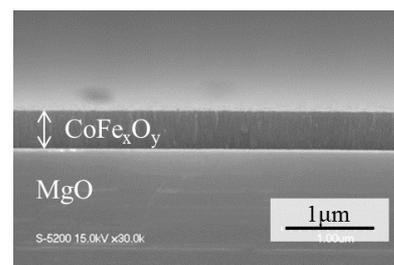


Fig. 1 SEM image of  $\text{CoFe}_x\text{O}_y$  thin film

れた。一方、PIXE 分析では、Fe- $\text{K}\alpha$ に帰属するピークが 6.3 keV、Co- $\text{K}\beta$ が 7.7 keV 付近に見られた。また、Fe- $\text{K}\beta$  と Co- $\text{K}\alpha$ に帰属するピークはとも 7 keV の位置に見られた。 $\text{Co(thd)}_3$  と Ferrocene を複合膜作製と同条件でそれぞれ酸化させた薄膜の RBS 分析と PIXE 分析の結果から、Fe- $\text{K}\alpha$  と Co- $\text{K}\beta$  のピーク 1 count 当たりの原子数を算出し、その結果より、複合膜の Co と Fe の原子比を計算した結果、Co/Fe は約 4 であり、目的とした  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  の組成と大きく異なった。これは、本条件では ferrocene に比べ  $\text{Co(thd)}_3$  の方が反応速度が大きいためと考えられる。今後はそれぞれの錯体の反応速度に関する詳細なデータとともに、錯体構造と反応速度の関係を明らかにすることが重要になると考えられる。

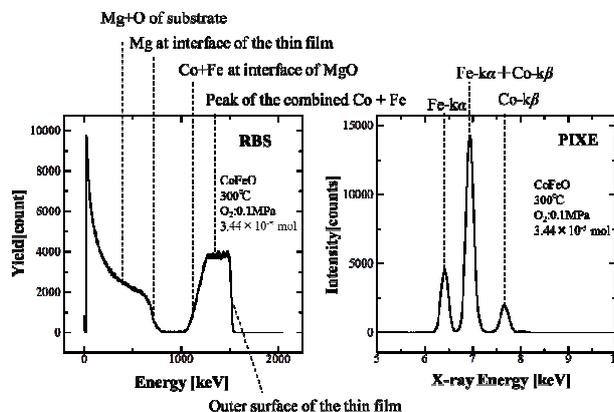


Fig. 2 Results of RBS and PIXE analyses of the thin film

4. その他・特記事項(Others) なし。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation) なし。

6. 関連特許(Patent) なし。