

室温原子層堆積法を用いた酸化鉄薄膜の試作と評価

Fe₂O₃ fabrication by using room-temperature atomic layer deposition山形大院理工¹, 学振特別研究員², 山形大 ROEL³○永田 一成¹, 吉田 一樹^{1,2}, 齋藤 健太郎^{1,2}, 三浦 正範³, 鹿又 健作³, 廣瀬 文彦¹Yamagata Univ.¹, JSPS Research Fellow², ROEL Yamagata Univ.³, ○Issei Nagata¹,Kazuki Yoshida^{1,2}, Masanori Miura³, Kensaku Kanomata³, Fumihiko Hirose¹

E-mail: fhirose@yz.yamagata-u.ac.jp

【あらまし】 酸化鉄(III)(Fe₂O₃)は磁気特性をもつため、磁気デバイスへ応用されてきた。しかし Fe₂O₃ を成膜するには高温プロセスが必要であり用途は限られている。低温成膜が実現できれば薬剤に直接酸化鉄を成膜して、磁気誘導型のドラッグデリバリーシステムに応用することが期待できる。我々は酸化ガスをプラズマ励起加湿アルゴン、原料ガスを bis(N, N'-diisopropyl-propionamidinate)iron ((DIPPA)₂Fe)として原子層堆積法(Atomic layer deposition: ALD)による Fe₂O₃ の室温堆積に取り組んだ。これまでに報告されている(DIPPA)₂Fe の ALD では 130 °C が最低温であった[1]が、本研究では室温(22 °C)での成膜を達成した。Fe₂O₃ 薄膜の膜組成分析には X 線光電子分光法(XPS)を用い、堆積した膜が Fe(III)状態の酸化鉄であることを確認した。

【実験方法】 図 1 に ALD 装置概略を示す。成膜プロセスは原料照射量 200000 L(1L=1×10⁻⁶ Torr's)、排気 300 秒、酸化 600 秒、排気 60 秒とした。Ar と水の混合気体に銅板電極を介して 15 kV、15 kHz の電界を印加しプラズマ励起させることで OH ラジカルを発生させ、表面酸化を行った。原料ガス容器及びガス導入ラインを 80 °C に加熱することで原料照射時の圧力を制御した。成膜基板は Si(100)を使用し、成膜は室温無加熱で行った。XPS では Ar エッチングによって表面コンタミを取り除き、内部の組成分析を行った。Fe 2p ピークの詳細分析を行うために、成膜した Si サンプルに約 6 Å の Au を蒸着してピーク位置補正を行った。原子間力顕微鏡(AFM)を用いて膜の表面観察を行った。

【実験結果】 図 2 に ALD で成膜した酸化鉄薄膜の XPS 分析結果を示す。酸素と鉄のピークから酸化鉄の存在を確認した。また、原料ガス由来と予想される C, N のピークは小さいことから表面吸着した原料ガスは十分に酸化されており室温成膜でも不純物の少ない膜が形成されたと考えられる。金蒸着したサンプルでは Fe 2p_{3/2}、Fe 2p_{1/2} はそれぞれ 711.0 eV、724.5 eV に観測され、これらのピークは Fe₂O₃ に由来するピークであった[2]。AFM 観察の結果、室温堆積した Fe₂O₃ の平均表面粗さは 0.42 nm であり、ピンホールやクラックは確認されなかった。当日は Fe₂O₃ 室温 ALD プロセスの詳細と室温形成した Fe₂O₃ 膜の特性、磁性材料としての応用可能性について議論する。

【謝辞】 本研究は JSPS KAKENHI Grant No. 19HP01884, JP20J10869 の支援の下で行われました。

[1] Jason R. Avila, ACS Appl. Mater. Interfaces, 16138–16142, 2015

[2] Danniël Peeters, Advanced Materials Interfaces, 1700064, 2017

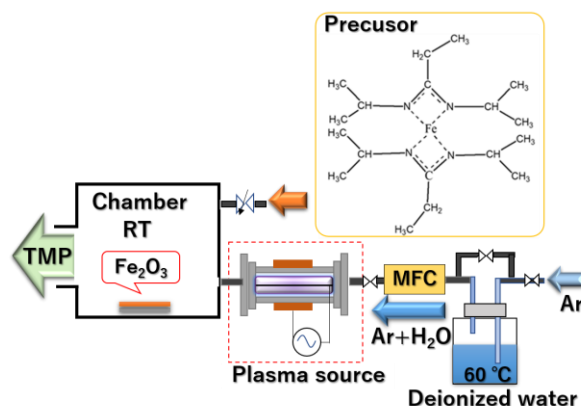
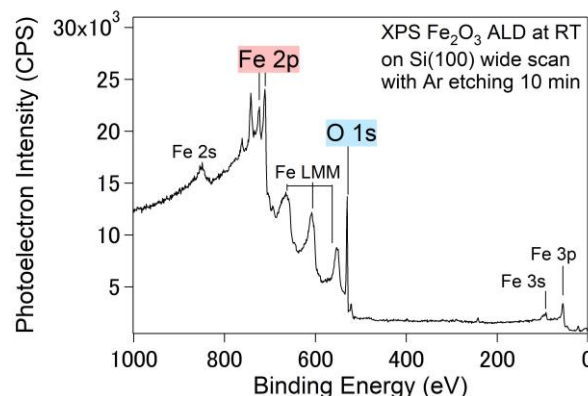


Fig.1 Schematics of RT - ALD system.

Fig.2 XPS wide scan spectrum measured from an Fe₂O₃ thin film etched with Ar for 10 minutes. The film thickness is 10 nm.