EP マグネトロンスパッタ法による Co-Cr 膜の作成と特性

Preparation and Characteristics of Co-Cr Films by EP Magnetron Co-sputtering Technique

高橋隆一・宮田 努・吉田順作

富山大学工学部, 富山県富山市五福 3190 (☎930)

T. Takahashi, T. Miyata, and J. Yoshida

Faculty of Tech., Toyama Univ., 3190, Gofuku Toyama, 930

This paper is concerned with the experimental results of the high rate and low temperature deposition of Co-Cr films using an exposed pole(EP) magnetron co-sputtering system developed by the authors for deposition of ferromagnetic binary alloy films. In this paper we prepare a composite target constructed of a Co washer, a Cr cylinder and a Co disk, and examine the performance of the sputtering system and evaluate the film quality.

Results:

- 1) Maximum deposition rate was as high as $0.18 \mu\text{m}/\text{min}$ for $7.6 \text{ W}/\text{cm}^2$ input power.
- 2) The deposition rate was higher for lower sputtered gas pressure.
- 3) The substrate temperature was as low as 100°C for $7.6 \text{ W}/\text{cm}^2$ input power.
- 4) The C-axis of the deposited Co-Cr films were in the perpendicular direction to the film plane and $\Delta\theta_{50}=8-13^\circ$.
- 5) Perpendicular magnetic anisotropy films were obtained for the films of $M_s=300-800 \text{ emu/cc}$ and $H_c=250-350 \text{ Oe}$.

Thus, it is concluded that EP magnetron co-sputtering is very effective for the deposition of Co-Cr films.

1. ま え が き

Co-Cr 垂直磁気記録媒体は通常の2極スパッタ法^{1),2)}で容易に作成可能であるが、膜堆積速度が遅い、基板温度が高い、膜作成ガス圧が高い、などの難点があった。一方、非磁性体膜の高速・低温作成で成果を上げているマグネトロンスパッタ法で、Coのような強磁性体ターゲットをスパッタしようとするときターゲット自身でマグネトロンの漏洩磁界を短絡してしまい、膜堆積速度が必ずしも速くない、ターゲットの有効利用率が悪い、などの大きな欠点があった。

そこで、強磁性体膜の高速・低温作成を実現するためにGTターゲット式マグネトロンスパッタ法³⁾や対向ターゲット式スパッタ法⁴⁾などが提案され、現在Co-Cr膜で $1 \mu\text{m}/\text{min}$ 程度の膜堆積速度が得られている。

我々も上述と同じ考えから、強磁性体ターゲットを用いても磁路を短絡しないで、膜堆積速度が速く、ターゲットの面積利用率が良く、熱に弱い基板にも膜作成が可能、などの特徴を持った磁極露出形 (Exposed Pole: EP) マグネトロンスパッタ法を考案し、Co-Cr 垂直磁

化膜の作成が可能であることを示した⁵⁾。そこで、本論文ではこの装置を用いて Co-Cr 垂直磁化膜の高速・低温作成を試みた実験結果について、より詳細に報告する。以下、装置の諸特性および薄膜の評価などについて述べる。

Fig. 1 EP magnetron co-sputtering system

Fig. 2 I_d - V_d characteristics

Fig. 3 Relation between B_s and I_d

2. 実験装置

Fig. 1 に本実験で用いた EP マグネトロンスパッタ装置を示す。この装置は先に我々の報告⁵⁾の中で使用したものと同じであり、詳細な説明は省略する。本装置の特徴は、以下に示されるような点である。

- (1) 円板の中心に穴のあいたワッシャ（座金）形強磁性体ターゲットを用いるために、通常のマグネトロンスパッタ法よりもターゲット表面上の漏洩磁界を強くすることができ、放電プラズマをターゲット表面上に有効に閉じ込めることができる。
- (2) 外部からソレノイドコイルによる磁界を重畳させるため、ターゲット表面磁界の平行成分が増加し、放電開始が容易になり、かつ放電が安定に持続する。
- (3) Co ワッシャ、Cr シリンダ、Co ディスクターゲットの同時スパッタ法により Co-Cr 合金薄膜を形成する。

3. 実験結果と検討

Fig. 4 Relation between P_i and R_d

3.1 放電特性

Fig. 2 は Ar ガス圧を変化させたときの装置の放電電圧 (V_d)-放電電流 (I_d) 特性である。Co ワッシャターゲットを用いたにもかかわらず、0.2 Pa という低 Ar ガス圧まで放電が安定に持続し、 V_d が $I_d = 2$ A で 520 V 以下と低い。ここで、 B_s はディスクターゲットの中心におけるソレノイドコイル磁界の垂直成分を示し、磁界の向きは基板からターゲットに向っている。Ar ガス圧 (P_r) が 0.5 Pa よりも高い場合、 I_d を 0.3 A から 2 A まで増加させても、 V_d の増加は 90 V 程度であって、良好な定電圧特性を示している。 P_r が低下するにつれて、同じ電流値で V_d は高く、さらに I_d の増加に対する V_d の上昇が大きくなる。

次に、ソレノイドコイルによる重畳磁界 B_s の効果について調べた。Fig. 3 は $V_d = 400$ V、 $P_r = 0.5$ Pa の場合を示したもので、ほんのわずかの B_s の印加にもかかわらず、 I_d が著しく増加している。本実験では、主に $B_s = 60$ G 一定にして薄膜を形成した。

3.2 膜堆積速度と基板温度

Fig. 4 にターゲットと基板間距離を 64 mm としたときの膜堆積速度 (R_d) の入力電力 (P_i) 依存性を示す。 R_d は基板の中心における膜厚から算出した。 R_d は P_i の増加に対して、ほぼ比例関係にあり、 P_r の低下とともに増加する。とくに、 $P_r = 0.2$ Pa、 $P_i = 600$ W (7.6 W/cm²) で $R_d = 0.18$ μm/min とかなり大きな値が得られた。 R_d を大きくするにはターゲット-基板間距離を狭くするか、あるいは P_i を増加すればよいが、装置の都合でできなかった。

Fig. 5 に基板温度 (T_s) と P_i の関係を示す。ここで、 T_s はスパッタ終了時の温度を示し、スパッタ時間を P_i が 600 W、300 W および 100 W の場合でそれぞれ 10 分、

Fig. 5 Relation between P_i and T_s

20分および60分とした。 T_s は水冷された円板状の基板ホルダーの周辺部表面に押し付けたクロメル-アルメル熱電対により測定した。なお、基板の中心における T_s はディスクターゲットの突出によるターゲットと基板間距離の減少のため、測定値よりもいくぶん高いと考えられる。 P_i の増加とともに T_s も上昇するが、 P_r に対する変化はあまり顕著でない。Co-Cr 垂直磁化膜は通常0.5 μm 以下の膜厚で十分であり³⁾、本装置ではスパッタ時間は $P_i=600\text{W}$ で、約3分以下と極めて短いために基板の温度上昇も小さく、低温スパッタが可能であると考えてよい。

3.3 作成膜の膜厚分布

Co-Cr 膜を垂直磁気記録媒体として用いる場合、利用形態としてディスク媒体が考えられる。ディスク媒体は面内に対し、なるべく均一な特性を持つことが望ましい。そこで、作成膜を半径方向について評価した。Fig. 6に P_r を変えて作成した膜の膜厚分布を示す。どのガス圧とも、中心から外側に向かうほど膜厚は単調に減少し、 P_r が低いほど減少の割合が大きく、膜厚分布の変化も大きくなる。これは P_r が低くなるほどスパッタ粒子の飛散分布が蒸着法に見られるようなCosine lawに従うためと考えられ、外周部の膜厚は $P_r=0.2\text{Pa}$ 、0.5 Pa および 0.8 Pa の場合でそれぞれ最も厚い中心部の73%、83% および 88% であった。膜厚分布を一定にするにはターゲットと基板間距離を調整すればよく、本実験のようにそれが大きいと中心部が厚くなる。そこで、現在よりもそれを狭くすれば、より均一な膜作成ができる。

3.4 作成膜の組成分布

Fig. 7 に半径方向の膜の組成分布を示す。膜の組成分布の測定にはEPMAを用いた。膜中のCo含有量は膜

Fig. 6 Radial profiles of film thickness

Fig. 7 Radial profiles of Co content of films

厚分布の場合と同様に中心から外側へ向かうほど減少した。 P_r が高いほど、Coの含有量は少なくなって組成分布の変化も大きくなる。外周部のCo含有量は $P_r=0.2\text{Pa}$ 、0.5 Pa および 0.8 Pa の場合でそれぞれ中心部の値の95%、93% および 90% であった。

このような組成の異なる原因としてはCrシリンダーとCoワッシャターゲットの幾何学的な配置によるものと考えられる。両ターゲットはお互いに直角関係にあって、それに伴うCrおよびCoスパッタ原子の飛散分布が著しく異なることが予想できる。Coスパッタ原子は基板面にはほぼ一様に飛来するが、Crシリンダーターゲットの場合、Cr原子が基板の外周付近に多く飛来するような分布でターゲット表面から放出されると考えられる。

3.5 ターゲットの体積利用率

本実験では形状の異なる3種類のターゲットを用い、同時スパッタ法によって膜作成を行うために、それぞれのターゲットの体積利用率を調べる必要がある。

通常のマグネトロンスパッタ法では磁性体ターゲットは磁路を短絡してしまうので、体積利用率は非常に悪く、20%程度とも言われる。本方式では磁極をターゲット表面上に露出しているため、ターゲットの利用率の向上が期待できる。そこで、体積利用率について調べた。

ワッシャ、シリンダーおよびディスクターゲットの体

Fig. 8 Typical M-H curve of deposited films

積利用率はそれぞれ 25%, 65% および 90% であり, シリンダーやディスクターゲットが有効に利用されている。しかし, ワッシャターゲットの利用率は通常のマグネトロンスパッタ法による場合よりも若干良い程度である。これはワッシャターゲット表面上の磁界の面内成分が著しく小さいこと⁵⁾に起因していると考えられ, 磁界分布を改善すればその体積利用率は良くなると思われる。

3.6 作成膜の磁気特性

本実験で得られた膜はX線回折の測定から, 大部分膜面に対し, hCPC 軸垂直配向性を示し, (002) 面のロッギング曲線の半値幅 $\Delta\theta_{50}=8^\circ\sim 13^\circ$ 程度であった。この値は他の報告^{3), 4)}の値よりも大きく, 我々は満足すべきものではないと考えている。

膜の磁気特性はVSMで外部磁界を膜面に垂直および水平な方向に 15 kOe まで印加して測定した。Fig. 8 は M-H 曲線の測定例である。実線が膜面に垂直に, 破線が膜面に水平に磁界を印加した場合を示す。この結果から Co-Cr 膜は膜面に垂直な磁化容易軸を持ち, 膜面内が困難軸となるような垂直磁気異方性を示すことがわかる。

ここで, 磁気的な特性は M-H 曲線から得られる飽和磁化 M_s と保磁力 $H_{c\perp}$ から評価できる。記号 $\perp$ は垂直方向の場合を示す。本実験で得られた膜の M_s は 300 emu/cc $\sim$ 800 emu/cc, $H_{c\perp}$ は 250 Oe $\sim$ 350 Oe 程度であった。 $H_{c\perp}$ は他の報告^{3), 4)}よりもやや小さめであるが, これは膜作成時の基板温度が低いためであり, 十分に改善可能である。

一方, M_s は膜の組成に依存し, 膜中の Cr 含有量が多くなると M_s は小さくなり, 既に報告されている結果¹⁾

と同じ傾向を示した。しかしながら, スパッタ条件と得られた膜の結晶性・磁気特性との間に明確な関係が見い出されなかった。

4. ま と め

本研究では, 我々の開発した EP マグネトロンスパッタ法で Co-Cr 膜を直流・同時スパッタで作成し, 装置の特性および膜質などを明らかにした。以下に, その結果について述べる。

- (1) 膜堆積速度はガス圧が低くなるほど速くなり, 0.2 Pa, 7.6 W/cm² の時に約 0.8 μ m/min の値が得られた。
- (2) 膜形成中の基板温度は $\sim 100^\circ\text{C}$ 以下であり, 熱に弱い高分子基板にも容易に膜が作成できる。
- (3) 本装置のターゲットの体積利用率はワッシャ, シリンダーおよびディスクターゲットの場合でそれぞれ 25%, 65% および 90% であった。
- (4) 作成膜の M_s は 300 emu/cc $\sim$ 800 emu/cc, $H_{c\perp}$ は 250 Oe $\sim$ 350 Oe であった。

以上のことから, EP マグネトロンスパッタ法は Co-Cr 膜作成に対して効果的な方法であるといえる。今後は膜形成条件と膜の結晶性・磁気特性の関係を明確にしたいと思っている。

謝辞 この研究を進めるに当たり, 日ごろ有益なご助言を賜わる東北大・岩崎教授, 中村助教授, 大内助手, 東工大・直江助教授, 金沢大・畑教授に深く感謝します。また, 本学教養部・石川助教授には VSM を快く使用させていただき感謝いたします。この研究の一部は放送文化基金の助成で行ったもので, ここに記して感謝します。

文 献

- 1) 岩崎, 大内: 電子通信学会論文誌, **J63-C**, 238 (1980).
- 2) 高橋, 吉田: 真空, **26**, 571 (1983).
- 3) 大内, 赤尾, 岩崎: 電子通信学会技術研究報告, **MR84-6**, 9 (1984).
- 4) 松岡, 星, 直江, 山中: 電子通信学会論文誌, **J67-C**, 254 (1984).
- 5) T. Takahashi, T. Miyata, J. Yoshida and T. Hata: *Jpn. J. Appl. Phys.*, L752 (1985).

1985 年 12 月 27 日受理, 1986 年 2 月 27 日採録