高抵抗微結晶磁性薄膜の高周波電気抵抗の測定

High-Frequency Resistivity Measurement of Nanocrystalline Magnetic Thin Films

松村繁・佐藤敏郎・山沢清人・佐々木義人*・畑内隆史*・牧野彰宏*

信州大学工学部, 長野県長野市若里500(〒380-8553)

*アルプス電気(株) 中央研究所長岡分室, 新潟県長岡市東高見1-3-5(〒940-8572)

S. Matsumura, T. Sato, K. Yamasawa, Y. Sasaki*, T. Hatanai*, and A. Makino*

Dept. of Electrical and Electronic Engineering, Shinshu Univ., 500 Wakasato, Nagano 380-8553

*Central Research Laboratory, Alps Electric Co., Ltd., 1-3-5 Higashi-Takami, Nagaoka 940-8572

(1998年10月13日受理, 1998年12月4日採録)

The high-frequency electrical properties of high-resistivity nanocrystalline magnetic films were investigated. Fe(Co-Fe)-Hf-O films had a nanostructure consisting of fine-grain bcc Fe(Co-Fe) and amorphous phase Fe-Hf-O. To clarify the high-frequency electrical properties of the nanocrystalline films, we measured their high-frequency resistivities. The electrical resistivities of Fe(Co-Fe)-Hf-O films were nearly constant up to 100 MHz.

Key words: nanocrystalline magnetic films, high-frequency resistivity measurement, Fe-Hf-O films, Co-Fe-Hf-O films,

1. 目的

高周波用薄膜磁気デバイスに用いられる磁気コア材には、優れた軟磁気特性を持つことはもちろん、高周波渦電流損失抑制の必要性から高抵抗率を有することが求められる[1].

これらの高周波用磁性薄膜材料として、高抵抗微結晶磁性薄膜が現在有望視されている[2],[3],[4]. 例えば、酸素を含む微結晶磁性膜においては、酸素を高濃度を含む高抵抗なアモルファス相と、遷移金属磁性元素を高濃度を含む低抵抗なナノ結晶相から成る複合構造となっていることが明らかになっている[2]. 高抵抗相が誘電的な特性を有するならば高周波領域で磁性薄膜全体の抵抗率が低下する可能性がある. 磁性薄膜の渦電流損失の見積りにおいては、直流四端子法で測定された抵抗率の結果をそのまま高周波領域にも適用する場合が多い. 従って、高抵抗微結晶磁性膜の高周波電気抵抗率の直接測定が必要であり、本らによってFe-Al-O系について測定評価された例がある[5].

本報告では、Fe(Co-Fe)-Hf-Oの電気抵抗率の周波数依存性を探ることを目的に、磁性膜の高周波電気抵抗率を2端子法によって測定した結果を述べる. また、測定の妥当性を検討するために、スパッタ法で成膜されたTaおよびTi膜を用い、これらの抵抗率を測定した. その上で、反応性スパッタ法で作製されたFe(Co-Fe)-Hf-O膜を試料に、高周波電気抵抗率を実際に測定した. 次項以降に測定原理から測定結果までを順を追って述べていく.

2. 2端子法による磁性膜の高周波電気抵抗の測定

2.1 測定方法と試料

Fig. 1には測定試料を固定するために用いたインピーダンス・アナライザ(HP4291A)用治具の外観図を、Fig. 2には測定試料の形状と寸法を示す. Fig. 1に示すように、測定試料は治具の2つの測定端子に固定板により押えられて固定されている. インピーダンス・アナライザによりインピーダンス測定を行い、高周波電流は試料中を均一に流れると仮定して試料の形状と寸法より抵抗率を算出した. Table 1, Table 2には測定試料の諸元について示す. Fe-Hf-O膜については無磁界中で成膜した後、真空中で磁界中熱処理を行うことで一軸磁気異方性が付与されている. Co-Fe-Hf-O膜については、静磁界を加えながら成膜を行うことで一軸磁気異方性を付与し、熱処理は施していない. 測定試料には測定端子との一定した接触状態を確保するためにAu膜およびAuボールをFig. 2のように取り付けている.

Fig. 1 Schematic illustration of the measuring fixture for an HP4291A impedance analyzer.

Fig. 2 Sample for high-frequency resistivity measurement.

Table 1 Properties of the Fe-Hf-O films.

No.	#FHOE				#FHOH			
Films	O ₂ reactive sputtered Fe-Hf-O films							
Typical composition	Fe ₈ , Hf ₁ , O _{2.8} (at%)							
Intoroduction of magnetic anisotropy	Dc magnetic field annealing							
Current direction	Easy magnetization axis				Hard magnetization axis			
4 π M _s (typical) [kG]	13.0							
H _k (typical) [Oe]	8.0							
$\frac{4 \pi M_s}{H_k}$	1600							
Thickness [μ m]	0.11	0.49	0.93	3.33	0.11	0.49	0.93	3.33
ρ_{DC} [$\mu \Omega \cdot$ cm]	455	407	392	439	455	407	392	439

Table 2 Properties of the Co-Fe-Hf-O films.

No.	#CFHOE				#CFHOH			
Films	O ₂ reactive sputtered Co-Fe-Hf-O films							
Typical composition	Co ₈₄ Fe ₁₆ Hf ₁₉ O ₂₀ (at%)							
Intoroduction of magnetic anisotropy	Sputtering under applied dc magnetic field							
Current direction	Easy magnetization axis				Hard magnetization axis			
4 π M _s (typical) [kG]	10.9							
H _k (typical) [Oe]	60.0							
$\frac{4 \pi M_s}{H_k}$	180							
Thickness [μ m]	0.10	0.50	1.09	3.13	0.10	0.50	1.09	3.13
ρ_{DC} [μ Ω $\cdot$ cm]	1370	1710	1420	1969	1370	1710	1420	1969

2.2 開放-短絡法による校正

高周波測定においては、治具が持つ残留インピーダンスが大きな誤差の原因となる。この残留インピーダンスによる影響を少なくするために、開放校正および短絡校正を行った。治具が持つ残留インピーダンスは測定試料と直列に入ってくるインピーダンス成分 Z_r と並列に入ってくるアドミタンス成分 Y_r によって表現できる。その等価回路をFig. 3に示す。ただし、(a)図には開放校正を、(b)図には短絡校正について示す。Fig. 3(a)に示すように、測定端子を開放することで、電流 I_m は Y_r のみを流れることになる。従って Y_r が測定され、開放アドミタンスが零になるように校正される。次にFig. 3(b)に示すように、測定端子を短絡することで Z_r を電流 I_m が流れることになる。短絡校正のためには、適当な非磁性金属試料を接続すれば

良い。ここでは、磁性薄膜試料と同形状で十分に抵抗の低い2 μ m厚のAu膜を用いて短絡校正を行った。このようなAu膜を短絡校正に用いたとしても、短絡校正時の測定端子間にはAu膜が持つインピーダンス Z_{Au} が入ることになる。この Z_{Au} を抵抗成分とリアクタンス成分とで表現すると、

$$Z_{Au} = R_{Au} + j\omega L_{Au} \quad (1)$$

となる。 L_{Au} はAu膜の内部インダクタンスと外部インダクタンスの和である。Au膜はほぼ非磁性と考えることができ、磁性薄膜試料と同一形状、同一寸法（除く厚さ）であるので、

$$\omega L_{Au} \gg \text{Im}[Z_r] \quad (2)$$

ならば、Au膜による短絡校正後に磁性薄膜試料で測定される等価リアクタンスは試料の透磁率ではなく、磁化率に依存することになる。 R_{Au} はAu膜の抵抗率で決まり、測定試料の等価直列抵抗が R_{Au} と近い値の場合には誤差が大きくなる。従って、測定試料の等価直列抵抗が R_{Au} と比較して十分に大きいことが高精度測定の条件となる。

Fig. 3 Calibration of the parasitic impedance in the measuring fixture.

3. 測定結果

3.1 測定方法の妥当性の検討

Fig. 4には、測定結果の妥当性を検討することを目的に、スパッタ成膜された厚さ0.275 μ mのTa膜および厚さ0.517 μ mのTi膜の抵抗率の周波数特性を測定した結果を示す。比較のために直流四探針法で測定した抵抗率を破線で示す。同図より、2種類の測定方法による抵抗率の測定結果は、ほぼ等しいことがわかる。従って、本測定方法は十分に妥当であると考えられる。非磁性金属膜の場合は、表皮効果が無視できるならば、電気抵抗率は周波数に依存しないはずであるが、周波数が100MHz以上の領域で抵抗率が高くなる傾向が見られる。これは、100MHzを越えた周波数領域での開放短絡校正がまだ十分であるためと思われる。

Fig. 4 Frequency dependence of ρ for standard sample (Ta, Ti).

3.2 Fe(Co-Fe)-Hf-O膜の高周波抵抗率

Fig. 5, Fig. 6には、Fe-Hf-O膜およびCo-Fe-Hf-O膜の測定結果を示す。同図より、膜厚 $3\mu\text{m}$ のFe-Hf-O膜の抵抗率は、 100MHz 近傍で急激に高くなっていることがわかる。この原因は、Table 1, Table 2に示すようにCo-Fe-Hf-O膜と比較してFe-Hf-O膜が透磁率が高く、抵抗率も低いことを考慮すると、表皮効果の影響であると考えられる。

周波数が 100MHz 以上の領域で見られる増加傾向の原因が表皮効果の影響であることを実験的に実証するため、外部より一定磁界を加えることで磁性薄膜を飽和させて表皮効果の影響を小さくした測定を行った。Fig. 7には、外部磁界の印加方法について示す。コの字形の電磁石を用い、測定試料の膜面に平行に、測定電流に直交する方向で 100Oe 一定の外部磁界を加えた。Fig. 8, Fig. 9には、測定結果を示す。膜厚の薄いFe-Hf-O膜では、外部磁界印加の場合でも抵抗率の変化はほとんどない。それに対して、 $3\mu\text{m}$ 厚の試料は、磁界印加によって、特に 100MHz 以上の周波数での抵抗率が低下する。このことから、Fe-Hf-O膜で見られる高周波領域での抵抗率の上昇は表皮効果の影響が原因の1つであることが確認された。

Fe-Hf-O膜およびCo-Fe-Hf-O膜の全測定試料において、少なくとも 100MHz までの周波数領域では、抵抗率は周波数に依存しないと言える。これらの結果は、Fe-Al-O系高抵抗膜に対して調べられた李ら[5]の結果とも一致する。しかし、外部磁界を加えても高周波領域での抵抗率の上昇傾向は残っており、これはFig. 4の結果にも見られることから、開放短絡校正法が未だ不十分であることが原因と思われる。外部磁界を加えてもCo-Fe-Hf-O膜の測定結果にはほとんど変化が見られないが、これはCo-Fe-Hf-O膜はFe-Hf-O膜と比較して透磁率が低く、抵抗率も高いことから、表皮効果の影響が 500MHz 以下の周波数では現われなかったためと考えられる。

全体を通して、Fe(Co-Fe)-Hf-O膜の厚さの違いによる抵抗率の差異がはなはだ大きいことが明らかになった。この原因は明らかでないが、膜厚によって微細構造が大きく変化している可能性があり、今後詳細に検討する予定である。

(a) #FHOE

(b) #FHOH

Fig. 5 Frequency dependence of ρ for Fe-Hf-O thin film.

(a) #CFHOE

(b) #CFHOH

Fig. 6 Frequency dependence of ρ for Co-Fe-Hf-O thin film.

Fig. 7 Method of magnetic saturation for magnetic film.

4. まとめ

高抵抗微結晶Fe(Co-Fe)-Hf-O磁性薄膜の高周波電気抵抗を2端子法によって測定した結果について報告した。以下に得られた知見を要約して示す。

- (1) Ta膜とTi膜の抵抗率の測定結果より、本方法の妥当性を示した。
- (2) 高抵抗微結晶磁性薄膜であるFe-Hf-O膜およびCo-Fe-Hf-O膜の抵抗率の周波数特性を測定した結果、少なくとも100MHz程度の周波数までは抵抗率はほぼ一定である。

高抵抗微結晶磁性薄膜は微細な複相構造を持つために、抵抗率の変化が出てくるとすれば、更に高い周波数まで測定範囲を広げる必要があるものと思われる。今後は、高精度な校正方法を検討し、測定周波数を数GHzまで上げた測定を行いたいと考えている。

文 献

- [1] 白江公輔, 荒井賢一, 島田寛編者; マイクロ磁気デバイスのすべて, 工業調査会, 初版 (1992).
- [2] Y. Hayakawa and A. Makino, Nanostruct. Mater., **6**, 989 (1995).
- [3] 宗像誠, 八木正昭, 島田寛; 日本応用磁気学会学術講演概要集, 21pE-3 (1998).
- [4] 大沼繁弘, 村上進, 白川究, 増本健; 日本応用磁気学会学術講演概要集, 22aB-2 (1998).
- [5] 李衛東, 北上修, 島田寛, 末沢健吉, 山口正洋, 荒井賢一, 田邊信二; 電学マグネティックス研資, **MAG-98-14** (1998).

(a) #FHOE

(b) #FHOH

Fig. 8 Frequency dependence of ρ for Fe-Hf-O thin film in a static magnetic field.

(a) #CFHOE

(b) #CFHOH

Fig. 9 Frequency dependence of ρ for Co-Fe-Hf-O thin film in a static magnetic field.