誘導結合高周波プラズマ支援マグネトロンスパッタを用いた極薄アルミナ膜の作製*

森田 正*¹・山本 直志*¹・倉内 利春*¹・松浦 正道*¹

(受理1997年11月28日, 掲載決定1998年2月7日)

Preparation of Very Thin Al_2O_3 Films by Magnetron Sputtering Enhanced with an Inductively Coupled rf Plasma

Tadashi MORITA, Tadashi YAMAMOTO,
Toshiharu KURAUCHI and Masamichi MATSUURA

(Tsukuba Institute for Super Materials, ULVAC JAPAN Ltd., 29 Wadai, Tsukuba, Ibaraki, 300-4247)

(Received November 28, 1997, Accepted February 7, 1998)

Very thin Al_2O_3 film is required for insulation gap layers in future magnetic recording storage devices. In this study, very thin Al_2O_3 films of various thicknesses were prepared by means of a newly developed magnetron sputtering system based on a process that we have termed "magnetron sputtering enhanced with an inductively coupled rf plasma." The cathode in this system has an rf coil attached to the planer magnetron sputtering target. The breakdown voltages of the Al_2O_3 films were about 5 MV/cm and leakage currents were $\leq 10^{-7}$ A/mm². The surface roughness of the film was controllable by varying the input power to the rf coil, which also affected its breakdown properties. The Rmax for several of the film surfaces was ≤ 1 nm.

1. はじめに

次世代ハードディスクの高記録密度化を進める技術として、磁性媒体の高保磁力化と磁気ヘッドとしてスピンプルブ (SV), 巨大磁気抵抗 (GMR) ヘッドの実用化が期待されている¹⁾。これらの磁気ヘッド作製には極薄の人工格子磁性膜に加えギャップ層を形成するため極めて薄く平滑な絶縁性薄膜が不可欠である。他方、我々は、Fig. 1に示す新しいタイプのスパッタリングカソード (誘導結合高周波プラズマ支援マグネトロンスパッタカソード) を開発している。このカソードは、平行平板型マグネトロンスパッタカソードの上に高周波コイルを取り付けた構造になっている。このコイルによる誘導結合高周波プラズマの働きにより従来スパッタ法に比べスパッタ粒子のイオン化率を高くすると共にそのイオンエネルギーを制御しながらの成膜が可能になる^{2,3)}。これまで我々は本

Fig. 1 Schematic diagram of the magnetron sputtering source enhanced with an inductively coupled rf plasma.

スパッタ法を用いることにより化合物膜の結晶配向性制御が可能である事や結晶性の良好な成膜ができる事、また、低圧放電、遠隔スパッタ構成により基板の昇温や膜へのプラズマダメージが少ないことを示してきた²⁻⁵⁾。これらの理由から本研究では、次世代 HDD ヘッドのギャップ形成用絶縁膜に要求される極薄膜 (30~50 nm) で

* 平成9年11月6日 第38回真空に関する連合講演会で講演 (6Ap-6)
*¹ 日本真空技術(株)筑波超材料研究所 (〒300-42 茨城県つくば市和台29)

Table 1 Experimental conditions for Al_2O_3 films prepared by magnetron sputtering enhanced with an inductively coupled rf plasma

	rf sputtering	DC reactive sputtering
Target	Al_2O_3	Al
Total pressure	0.1 Pa	0.1 Pa
O_2 partial pressure	—	5×10^{-3} Pa ~ 9×10^{-3} Pa
Cathode power	rf 150 W	DC 150 W (0.35 A $\times$ 430 V)
rf coil power	25 W ~ 100 W	20 W ~ 50 W
Substrate temperature	R.T.	R.T.
Target/substrate distance	200 mm	200 mm
Deposition rate	1.7×10^{-2} nm/s	0.17 nm/s

高絶縁耐圧・低リーク電流特性が必要な Al_2O_3 膜を作製し、その電気特性を評価した。 Al_2O_3 膜堆積法としては、ターゲットに Al_2O_3 を用いる高周波スパッタ法と Al を用いる反応性スパッタ法の 2 種類を試みた。

2. 実験方法

Fig. 2 に本成膜装置の概要を示す。本装置は 8" クライオポンプにより排気されている。本カソードの誘導結合放電用高周波コイル ($\phi 5$ 水冷 Cu パイプ、コイル径 $\phi 76$, 3 ターン) はターゲット上に設置されている。コイル電極終端は、プラズマ電位を制御する LCR 回路を経由してアースに接続されている。コイルには、周波数 13.56 MHz の高周波電源を接続した。ターゲット形状は、 $\phi 2"$ で厚さが 5 mm である。ターゲット材料は Al_2O_3 (99.9%) と Al (99.999%) を用いた。スパッタ電源には Al_2O_3 ターゲットの場合は高周波電源 (13.56 MHz), Al ターゲットの場合は直流電源を用いた。さらに直流電源には、アーク放電防止回路を付加することで反応性スパッタにおいて問題となる放電の不安定化を抑制した。スパッタガスである Ar はカソード上のノズルより導入し、反応ガスである酸素は雰囲気導入とした。 Al_2O_3 ターゲットを用いた場合には酸素ガスは導入しなかった。成膜用基板には低抵抗 Si ウエハ (100) を用いた。基板はフローティングとした。成膜条件としてはカソード電力を 150 W 一定、高周波コイルへの電力を可変とした。また、成膜中の全圧 0.1 Pa 一定とした。基板ターゲット間距離は 200 mm、成膜中の基板温度は室温とした。以上の状態で高周波コイルへ投入する電力を変化させることにより作製した Al_2O_3 膜の V-I 特性変化を調べた。V-I 特性を測定するために用いた Cu 電極

Fig. 2 Schematic diagram of the magnetron sputtering system enhanced with an inductively coupled rf plasma.

Fig. 3 Relation between rf coil power and surface roughness of the Al_2O_3 films prepared by rf sputtering. (Al_2O_3 target)

($500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$) はスパッタ法により作製した。膜表面の粗さは AFM (Atomic Force Microscopy: DI 社製/nanoscoop-D3000) を用いて測定した。

3. 実験結果

3.1 Al_2O_3 ターゲットからの成膜

高周波コイルに投入する電力をパラメーターにして厚さ 50 nm の Al_2O_3 膜を作製した。作製した膜の表面粗さを AFM を用いて測定した結果を Fig. 3 に示す。 R_{max} が 1 nm の Si ウエハ上に成膜した場合において高周波コイル投入電力が 25, 50 W で成膜した試料では表面粗さは 0.8 ~ 0.9 nm であり基板より平坦な膜が得られている。成膜前後での基板表面粗さ変化を Fig. 4 の AFM 像で示す。明らかに基板表面の凸凹が小さくなっていることがわかる。一方、コイル投入電力が 100 W ののでは膜表面の荒れが大きくなった。この試料について耐圧試験を行ったところ、ほとんどの測定点で絶縁性が得られなかった。膜表面の平坦性が良好な条件で作製した膜の V-I 特性を Fig. 5 に示す。絶縁耐圧は約 5 MV/cm, リーク電流値は 10^{-7} A/mm² (10 V) を有していた。 Al_2O_3 ターゲットから高周波スパッタにて作製した Al_2O_3 膜の屈折率をエリブソメーターを用いて測定したところ 1.64

Fig. 4 AFM images (a) The Si substrate surface before deposition, (b) The sample surface after Al_2O_3 films deposition.

であった。また、成膜速度は 1.7×10^{-2} nm/sec 程度であった。

3.2 Al ターゲットからの成膜

Al ターゲットを使用した本実験においては高周波コイルに投入する電力と反応ガスである酸素分圧をパラメーターにして Al_2O_3 膜を作製した。(膜厚30 nm) 酸素分圧を決めるにあたり予備テストを行い、膜の屈折率がほぼ、バルクと同等な値 ($n=1.7$) の条件を見出した。また、このとき作製した膜のオージェ電子分光分析を行い、Al オージェスペクトルのピークエネルギー値及びスペクトル形状より膜中に未反応 Al が存在しないことを確認した。この時の酸素分圧値 5×10^{-3} Pa を酸素分圧の最少値とした。AFM による膜の表面粗さ測定結果を Fig. 6 に示す。また AFM 像による膜表面粗さの違いを Fig. 7 に示す。わずかながら高周波コイル電力が大きくなることで膜表面の粗れが大きくなっている。 R_{max} が 1 nm である Si ウエハー上に成膜した場合

Fig. 5 V-I characteristics of an Al_2O_3 films prepared by rf sputtering. (Al_2O_3 target)

Fig. 6 Relation between rf coil power and surface roughness of the Al_2O_3 films prepared by DC reactive sputtering. (Al target)

合において高周波コイル投入電力を大きくすること、酸素分圧が増加することで膜表面の粗れが大きくなっている。コイル電力を100 W まで大きくした場合は基板ホルダー周囲における異常放電により成膜状態が不安定になったため試料を作製することができなかった。50 W 以下のコイル電力で成膜した試料では表面粗さは0.8~0.9 nm 以下であり基板より平坦な膜が得られている。これらの試料について耐圧試験を行い成膜条件による絶縁破壊電圧の変化を調べた結果を Fig. 8 に示す。絶縁耐圧は約5~6 MV/cm, リーク電流値は $10^{-6} \sim 10^{-10}$ A/mm² であった。高周波コイル電力20, 50 W それぞれの場合において酸素分圧により絶縁破壊電圧やリーク電流値が変化している。高周波コイル電力が20 W の場合、酸素分圧を 5×10^{-3} Pa から 7×10^{-3} Pa へ大きくする事で一旦絶縁耐圧が上昇し、 9×10^{-3} Pa まで大きくすると絶縁耐圧がわずかに低下するもののリーク電流値が小さくなる傾向を示した。次に50 W の場合、酸素分圧が 5×10^{-3} Pa から 7×10^{-3} Pa においては絶縁耐圧とリーク電流値にはほとんど差はないが、 9×10^{-3} Pa まで大きくすると絶縁耐圧が小さくなる傾向があった。Al ターゲットから DC 反応性スパッタにて作製した Al_2O_3 膜の屈折率は1.70~1.72であった。また、成膜速度は0.17 nm/sec 程度であり Al_2O_3 ターゲットからの成膜した場合よりも1桁速くなった。

Fig. 7 AFM images of the sample surface after Al_2O_3 film deposition. The coil rf power were, (a) 20 W, (b) 50 W.

4. 考 察

高周波コイルへの適度な高周波電力投入により膜表面の平坦性が向上している事がわかった。また、この絶縁膜リーク電流特性は小さくなっていった。これより本成膜中に膜の平坦化と緻密化が同時に起きていると考えられる。これは、誘導結合放電により励起されたスパッタ粒子による、ある種のバイアスパッタ作用による平坦化とイオン衝撃による緻密化の効果と考えられる⁶⁾。投入する高周波電力が大き過ぎる場合、絶縁性の低下が起きていた。これは、プラズマの電位が高くなり過ぎたことによるスパッタ粒子や Ar イオンの基板表面へのダメージと考えられる。このダメージにより膜表面が粗れることで絶縁膜としての特性を低下させたと考えられる。今回は高周波スパッタ法と反応性スパッタ法を試みたが、それぞれの特長を比較すると、リーク電流値は反応性スパッタ法で作製した膜の方が小さくなった。また、絶縁耐圧は Al_2O_3 ターゲットを使用した高周波スパッタにおいてばらつきが大きいものの最大 8 MV/cm の耐電圧を有する場合もあった。また、いずれの方法においても膜

Fig. 8 Relation between breakdown field and breakdown current of the Al_2O_3 films prepared by DC reactive sputtering under various deposition parameters. (Al target)

表面の平坦性は基板表面のそれよりも良好であり、高周波コイルに投入する電力によって制御できることがわかった。

5. 結 論

誘導結合高周波プラズマ支援マグネトロンスパッタ法により Al_2O_3 膜の作製を行った結果、次の結論を得た。

- 1) AFM により膜の表面粗さを測定した結果、元の基板表面よりも平坦化されていることがわかった。
- 2) Al_2O_3 ターゲットから膜厚 50 nm 成膜した場合の絶縁耐圧は約 5 MV/cm、リーク電流値は 10^{-7} A/mm² (10 V) であった。
- 3) Al ターゲットから反応性により作製した Al_2O_3 膜は、導入した酸素分圧と高周波コイル電力量により電気特性が変化し、これらの条件を最適化する事で膜厚が 30 nm において、絶縁破壊電圧が 5 MV/cm 以上ありリーク電流値が 10^{-8} A/mm² 以下の特性の膜を得ることができた。

以上の結果より本スパッタ法で作製される Al_2O_3 膜は、高記録密度磁気記録ヘッドへの応用が期待できることがわかった。

〔文 献〕

- 1) 三浦義正：日本応用磁気学会誌，20 (1996) 879.
- 2) 松浦正道，山本直志，森田 正，倉内利春：表面技術協会第94回講演大会要旨集 (1996) p 226.
- 3) 山本直志，森田 正，倉内利春，松浦正道：応用磁気学会誌，21 (1997) 569.
- 4) T. Yamamoto, T. Morita, T. Kurauchi, M. Hakomori, S. Misawa, T. Uchiyama and M. Matsuura: 13th IVC/9th ICSS, Yokohama, (1995) 250.
- 5) 森田 正，山本直志，倉内利春，三沢俊司，松浦正道：真空，38 (1995) 255.
- 6) 原田曠嗣：Semiconductor world, 10 (1984) 121.