

Fe-Al-Oグラニューラ膜の微細パターン化による磁気特性の制御

Control of the Magnetic Properties of Fe-Al-O Granular Films by Micro-patterning

末沢健吉, 高橋祐一*, 山口正洋, 荒井賢一, 島田 寛**, 李 衛東**, 田邊信二***, 伊東健治***

東北大学電気通信研究所, 仙台市青葉区片平2-1-1 (〒980-8577)

*東北学院大学工学部, 多賀城市中央1-13-1 (〒985-8537)

**東北大学科学計測研究所, 仙台市青葉区片平2-1-1 (〒980-8577)

***三菱電機先端技術総合研究所, 尼崎市塚口本町8-1-1 (〒661-0001)

K. Suezawa, Y. Takahashi*, M. Yamaguchi, K. I. Arai, Y. Shimada**, W. D. Li**, S. Tanabe*** and K. Ito***

Research Institute of Electrical Communication, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-8577

*Department of Electrical Engineering, Tohoku Gakuin University, 13-1 Chuo 1-chome, Tagajo 985-8537

**Research Institute of Scientific Measurements, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-8577

***Mitsubishi Electric Corp., 1-1, Tsukaguchi-Honmachi 8-chome, Amagasaki, Hyogo, 661-0001

(1998年10月15日受理, 1999年1月21日採録)

The film material for 1 GHz-drive inductors used in mobile communication handsets needs a resistivity as high as $500\mu\Omega\text{cm}$ and resonance frequency higher than 2 GHz in order to avoid loss generation at 1 GHz. Fe-Al-O film is a possible candidate for the inductors, but it has a trade-off correlation between the resistivity and resonance frequency. $\text{Fe}_{61}\text{Al}_{13}\text{O}_{26}$ is a suitable composition for this purpose. To induce stabilized uniaxial anisotropy, Fe-Al-O films were micro-patterned into small rectangles by using photolithography and ion milling. The anisotropy field was increased from 2800 A/m to 6400 A/m, which enhanced the resonance frequency from 1.8 GHz to 2.7 GHz.

Key words: uniaxial anisotropy, Fe-Al-O granular film, high resistivity, micro-patterning, 1 GHz-drive magnetic thin film inductor

1. はじめに

我々は携帯電話などの移動体端末機器に用いられている Si-MMIC (Silicon Monolithic Microwave Integrated Circuit) 中の薄膜インダクタの小形化の研究をはじめている^{1)~3)}. 我々は磁性膜を併用することで, インダクタの小形化を実現しようと考えている. 現在これらの MMIC は 800 MHz 帯以上の準マイクロ波帯で使用されており, 磁性膜のうず電流損失, 自然共鳴損失を抑えることが必要不可欠である. 電磁界シミュレーションによると, 膜厚 $0.1\mu\text{m}$, $\mu_r \geq 100$, $\rho \geq 500\mu\Omega\text{cm}$ の磁性膜を用いることでうず電流損失を抑えて 20% ~ 30% のインダクタンスの増大が可能であるとの結果が得られている¹⁾.

本研究では高電気抵抗 Fe-Al-O グラニューラ膜に微細パターンを施し, 反磁界による異方性の制御を行い, 高い異方性磁界を得ることによって自然共鳴周波数を増大させることを目的とした.

2. 実験方法

Fe-Al-O グラニューラ膜の作製は, RF マグネトロンスパッタ法を用い, 成膜条件は到達真空度 4×10^{-6} Torr 以下, Ar 圧 4×10^{-3} Torr, 投入電力 200 W で行った. 試料膜厚は $0.1\mu\text{m}$ である. 基板は, 松波ガラス製 (# 7059) を用いた. ターゲットは, 直径 100 mm の Fe ターゲット上に直径 10 mm 厚さ 10 mm の Al_2O_3 チップを均等に配置した. ターゲット-カソード間距離は 73 mm である. 成膜時に磁気異方性を揃える目的で水平より 30° 傾斜した基板ホルダを用いた. 磁性膜の下地 Cr 層の成膜は RF マグネトロンスパッタ法で Ar 圧 5×10^{-3} Torr, 投入電力 100 W で傾斜基板ホルダを用いずに行った. 膜の熱処理は, 雰囲気 2×10^{-6} Torr 以下のもとで, 直流磁界 500 Oe を磁性膜の磁化容易軸方向に加え, $200^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$ の温度範囲で行った. 保磁力 (H_c), 異方性磁界 (H_k), 飽和磁化 (M_s) は VSM で測定した. 膜厚測定は, 表面粗さ計を用いて評価し, 抵抗率は直流 4 端子法で行った. 組成分析は, EPMA を用いた. 微細加工は, イオンミリングを用いて行った.

3. 実験結果

3.1 磁気特性

1GHz で低損失である必要から, 自然共鳴周波数は最低限 2 GHz は必要であると思われる. またシミュレーション結果¹⁾より抵抗率は $500\mu\Omega\text{cm}$ 以上必要である. Fig. 1 に Fe-Al-O 膜の自然共鳴周波数³⁾ を抵抗率の大きさに整理した結果を示す. ただし, 自然共鳴周波数は, M_s , H_k の実測値より $f_r = (\gamma/2\pi\mu_0)(M_s H_k)^{1/2}$ として計算した. 本研究では, 抵抗率と自然共鳴周波数の両条件を満たす $\text{Fe}_{61}\text{Al}_{13}\text{O}_{26}$ ³⁾ を選択した. 以後は, $\text{Fe}_{61}\text{Al}_{13}\text{O}_{26}$ 膜についてのみ取り上げる.

Fe-Al-O 膜の磁気異方性はグラニューラ構造に起因したマイクロスコピックな構造上の異方性に起因すると考えられており, 膜の異方性磁界, 磁化容易軸の方向が基板に対するターゲット粒子の平均入射角によって大きく変化し,

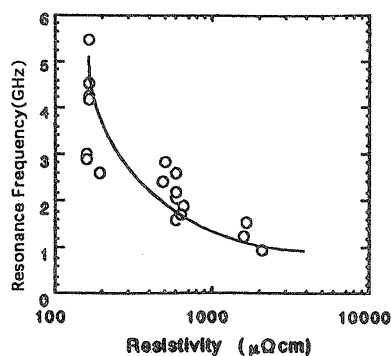
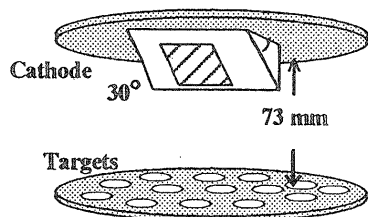
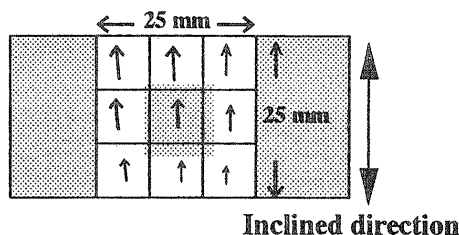


Fig. 1 Resistivity dependence of the resonance frequency³⁾.



(a) Substrate arrangement in a sputtering machine.



(b) Anisotropy distribution map for Fe-Al-O granular films.

Fig. 2 Control of the easy axis orientation.

ターゲットに対し平行に基板を配置した場合、膜の容易軸方向はターゲット中心より放射状に向くことが報告されている⁴⁾。これは薄膜インダクタへの応用上問題となることである。そこで、異方性磁界と磁化容易軸の方向を制御する目的で、基板を 30° 傾斜させて成膜を行った。Fig. 2(a)に成膜時における基板の配置と、同図(b)にこの時に得られた異方性磁界の強さと方向をベクトル的に示している。25mm×25mmの基板を 30° 傾斜させた結果、Fig. 2(b)に示すように基板の範囲内で傾斜方向より 10° 以内で容易軸の方向を揃えることができた。実際に微細パターン化膜の作製に使用したのはFig. 2(b)中央灰色の12mm×12mmの範囲である。

磁性膜の初期成長過程に影響を与える下地は磁気特性に影響する重要な要因であると思われる、今回下地層としてCrを用いた。Fig. 3は、下地Cr層の膜厚を変化させ、その時に得られた成膜直後の困難軸方向の H_c を示したものである。ただし、膜厚の薄い領域では、我々の使用した段差膜厚計では測定が困難であるため、(膜厚)=(膜厚0.1μm時の成膜速度1.67nm/sec)×(成膜時間)で算出した。Fig.

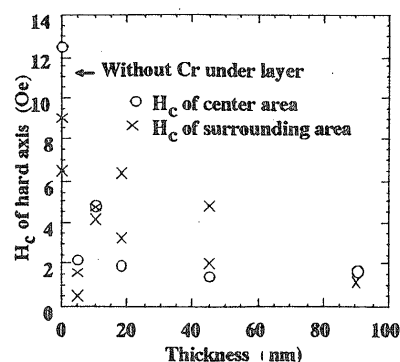


Fig. 3 Cr thickness dependence of the coercive force of the hard axis.

3中の○印は、Fig. 2(b)に示してある基板中心で得られた特性であり、×印は基板周辺部で得られた特性である下地Cr層を用いることで、ガラス基板上に直接成膜した場合より試料位置の違いによる特性変動が減少し平均的にみて保磁力が減少した。試料位置の違いによる磁気特性の変動は基板に対するターゲット粒子の入射角が異なること、そのために磁性膜の初期成長過程に違いがあるためと推察される。Cr下地を適用することで磁性膜の初期成長層になんらかの影響を与えたものと思われるが、詳しいことは現在検討中である。Crを5nm成膜した時に得られた代表的な磁気特性として飽和磁化1.2T、異方性磁界35Oe、保磁力0.52Oeが得られており、自然共鳴周波数は1.8GHzに達するものと思われる。

軟磁気特性に対する熱処理の効果を検討した。ただし応用を考えているインダクタ^{1), 2)}にはポリイミドを使用しておりそのキュア温度は 360°C としている。このFe-Al-O膜の熱処理温度は少なくとも 360°C 以下でなければならない。また抵抗率、 H_k が大きく減少しない温度範囲に限られる。Fig. 4(a)にFe-Al-O膜の H_k の熱処理温度特性、(b)に抵抗率、(c)に H_c の同様の特性を示す。各々のグラフ上にはCr下地を用いたものと用いないもの、その中でFig. 2(b)に示した試料の中央部の特性とその周りの位置で得られた特性を比較している。ただしCrの膜厚を正確に測定できていないため、Cr下地を用いた試料の抵抗率は割愛した。Fig. 4(a), (c)より、 H_k , H_c はCr下地なしのものでは試料の位置による特性の変動が大きく、Cr下地を用いたものでは小さい。これはFig. 3の結果を反映している。Cr下地を用いた場合成膜直後の状態で H_c が1~2Oe程度と比較的良好な軟磁気特性を有している。Cr下地無しの試料は 250°C の熱処理を施すことで各試料の磁気特性の相違は減少し H_k , H_c ともに大きく低下することが分かる。Cr下地を用いた試料は 200°C の熱処理で $H_k \geq 40\text{Oe}$ が得られ、また $H_c \leq 2\text{Oe}$ と良好な軟磁気特性を得ることができた。

3.2 微細パターン化

形状異方性を用いて異方性の向きを一方に揃えるこ

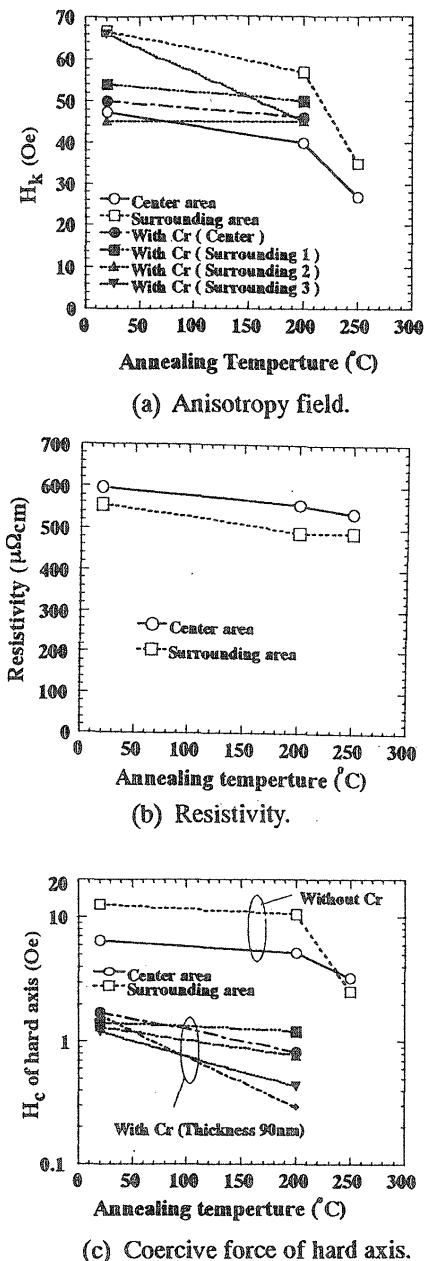


Fig. 4 Dependence of the magnetic properties on the annealing temperature.

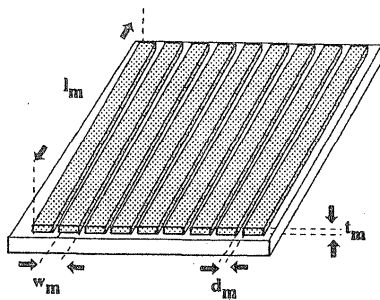


Fig. 5 Schematic view of the Fe-Al-O film microprocessed by using photolithography and ion milling techniques.

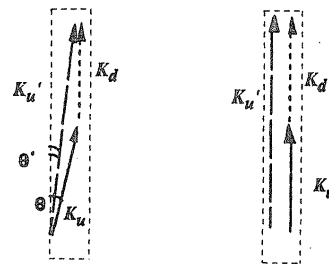


Fig. 6 Calculation model of the anisotropy field.

と、ならびに異方性磁界の増大、すなわち膜の自然共鳴周波数の増加を目的として、磁性膜の微細パターン化を行った。微細パターンは、Fig. 5 のような形状をしており細長い短冊が幅方向に等間隔で並ぶ構造を有している。

本研究では、半導体分野で用いられるパターンジェネレータを用いてフォトマスク（コニカ HRP 使用）を作製した。短冊の長手方向をほぼ膜自身の容易軸と思われる向きに合わせており、長手さ $l_m = 5000 \mu\text{m}$ 、幅 $w_m = 6.3 \mu\text{m}$ 、膜厚 $t_m = 0.1 \mu\text{m}$ 、短冊間隔 d_m は $5 \mu\text{m}$ 以上のものを用意した。

3.3 微細パターンの反磁界評価

短冊を楕円体に近似して反磁界係数を計算し⁵⁾、短冊を単磁区モデルとして見かけ上の $H_k (= 2K_u' / M_s)$ を計算した。計算モデルを Fig. 6 に示し、計算に用いた式を以下に示す。短冊には膜自身の異方性エネルギー密度 K_u と形状異方性エネルギー密度 K_d が存在し短冊の全異方性エネルギー密度はこの2つの異方性エネルギー密度の合成で表される。(1)式⁶⁾ は単磁区モデル上でこの合成を定式化したものであり、 θ は K_u と K_d のなす角、 ϕ は磁化と K_d のなす角である。 K_u' は微細加工後の短冊全体の異方性エネルギー密度である。(1)式中の $const$ は磁化の向き ϕ には関係しない異方性エネルギー密度以外の項なのでここでは関係ない。

$$E = K_u \sin^2(\phi - \theta) + K_d \sin^2 \phi$$

$$= K_u' \sin^2(\phi - \theta') + const \quad (1)$$

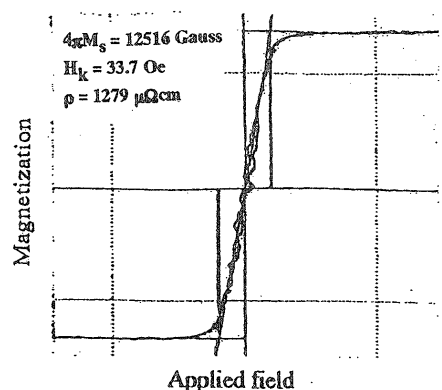
ここに、

$$K_u' = \left\{ (K_u \cos 2\theta + K_d)^2 + (K_u \sin 2\theta)^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

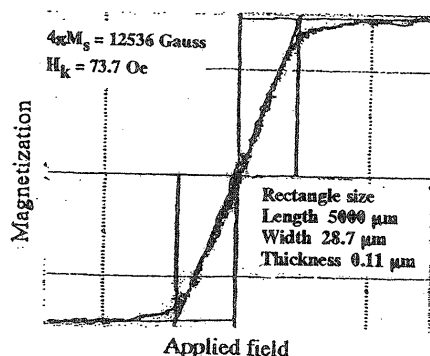
$$\theta' = \frac{1}{2} \tan^{-1} \frac{K_u \sin 2\theta}{K_u \cos 2\theta + K_d} \quad (3)$$

の関係がある。

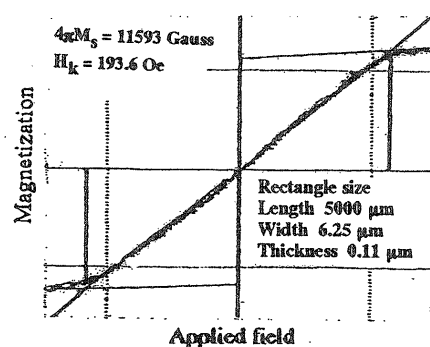
実際の試料では1つの短冊内に複数の磁区が存在することもありうるとされる。今回 K_u と K_d はほぼ同方向であるので1つの短冊内における磁区の大部分が長手方向を向いていると思われる。また幅方向に1GHzで励磁するので、磁壁移動は無視でき、磁化回転が支配的と思われる。そこで1つの短冊内の磁化過程はあたかも単磁区の磁化回転のように振る舞うと思われ、ここでは単磁区モデルで考えて



(a) Normal sample.



(b) 28.7 μm wide.



(c) 6.25 μm wide.

Fig. 7 M-H curve of micro-patterned Fe-Al-O films after annealing.

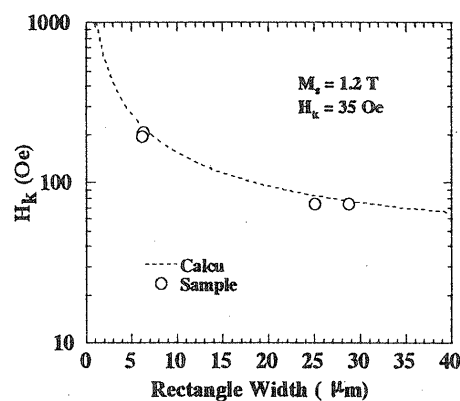


Fig. 8 Width dependence of anisotropy field.

いる．幅方向に励磁するので，幅方向の短冊間距離 d_m がある程度小さくなると短冊同士間に幅方向の静磁結合が生じて見かけの反磁界が減少する．ここでは簡単のため，この静磁結合を考慮していない．

3.4 微細パターン膜の評価

代表的な微細パターン膜の熱処理後の困難軸方向の磁気特性を Fig. 7 に示す．Fig. 7(a)は比較のため微細加工を施していないもの，(b)は短冊寸法 $5000\text{ }\mu\text{m} \times 28.7\text{ }\mu\text{m}$ ，(c)は短冊寸法 $5000\text{ }\mu\text{m} \times 6.25\text{ }\mu\text{m}$ の特性である． H_k は，(a)で33.7 Oe，(b)で73.7 Oe，(c)で193.6 Oeであった．これは、微細パターン化により異方性磁界の制御可能であることを示している．また Fig. 7 より $H_c \leq 2\text{ Oe}$ であった．

Fig. 8 に $l_m=5000\text{ }\mu\text{m}$ ， $t_m=0.1\text{ }\mu\text{m}$ として幅 w_m を変化させた場合の見かけ上の $H_k(=2K_u'/M_s)$ を計算した結果と，今回作製した試料の特性との比較を示す．計算上 $\theta=0$ すなわち K_u' と K_d の向きが等しいとしており K_u' ， K_d の算出に当たり微細パターン化前の特性 $M_s=1.2\text{ T}$ ， $H_k=35\text{ Oe}$ を用いた．計算結果は実験結果と良い一致を示した．以上の結果よりイオンミリングを用いた微細加工プロセスによる H_c ， H_k の特性劣化は特に見られないことが分った．

4. まとめ

GHz インダクタに適用するための膜として，高電気抵抗グラニューラーFe-Al-O膜を選択し，微細パターン化を施すことで膜の磁気特性の制御を行い，以下の結果を得た．

- (1) 30° 傾斜した基板ホルダを用いて成膜を行うことで，ほぼ磁化容易軸が一定の方向に揃った．
- (2) Cr 下地を用いることで磁性膜の保磁力が2 Oe 以内に低下した．
- (3) イオンミリングを用いた微細加工プロセスにおいて磁性膜の保磁力，異方性磁界の特性劣化は特に見られなかった．
- (4) 微細パターン化により異方性磁界を制御できた．この結果は磁性膜の自然共鳴周波数の制御可能性を示すものであり，GHz 帯での使用に対し非常に有望である．

マスク作製に，東北大学ベンチャ・ビジネス・ラボラトリの設備を使用した．

文 献

- 1) 田邊信二，他：電気学会研究会資料，MAG-98-15，13 (1998)．
- 2) 山口正洋，他：日本応用磁気学会誌，22，861 (1998)．
- 3) 李 衛東，他：日本応用磁気学会誌，22，445 (1998)．
- 4) 李 衛東，他：日本応用磁気学会誌，22，449 (1998)．
- 5) J. A. Osborn: *Physical Review*, 67, 351 (1945)．
- 6) 飯田修一，他：磁性薄膜工学，丸善，136 (1977)．