

ソフトフェライト膜作製用Nd:YAGレーザPLDシステムの開発

藤島 友之*・中野 正基**・竹澤 昌晃***・松尾 良夫****
山下 敬彦**・松尾 寿夫**・福永 博俊**

Development of Pulse Nd:YAG Laser Deposition system for Soft-ferrite Film

by

Tomoyuki FUJISHIMA*, Masaki NAKANO**, Masaaki TAKESAWA***, Yoshio MATSUO****,
Takahiko YAMASHITA**, Hisao MATSUO** and Hirotohi FUKUNAGA**

It was reported preparation of soft-ferrite film on the room-temperature substrate by pulse laser deposition (PLD) method with excimer laser. Thereafter, soft-ferrite film preparation by PLD method is widely noticed. But excimer laser is difficult to keep maintained by small laboratory, because of the running costs of excimer laser are very expensive. On the other hand, Nd:YAG laser has advantages of low running costs, high energy-stability and so on. So, PLD system with Nd:YAG laser was developed for soft-ferrite film preparation.

In this report, we introduce details of the developed pulse Nd:YAG laser deposition system.

1. はじめに

フェライトは、原材料に起因して安価であり耐酸化性が強く化学的に安定であるため、ソフト磁性材料・磁石材料・磁気記録媒体と磁性材料の応用分野のほぼ全分野に用いられており、磁性分野の中で最も重宝されている磁性材料である。フェライトの中でもソフトフェライトは、高い抵抗率、透磁率の優れた周波数特性、安価などの特長を持ち、薄膜化が実現された際にはGHz帯で使用されるマイクロインダクタ、マイクロトランスなどマイクロ素子用磁性材料として大いに期待されている。

現状では、ソフトフェライト膜の作製時に1000℃以上の高い基板温度を必要とするため、積層化して実デバイスとして加工する際に他のデバイス材料の特性を劣化させるなどの理由により、実用材料を得るにはいたっていない。

したがって、マイクロ磁気デバイスの高性能化、小型化、実用化を促進するとともに、新しい磁気デバイ

スを設計・開発するためには、低温プロセスによるフェライト膜の開発が不可欠である。そういう中、中野ら⁽¹⁾⁻⁽³⁾は、エキシマレーザを用い雰囲気制御したパルスレーザデポジション (Pulsed Laser Deposition; PLD) 法により、ナノ結晶ソフトフェライト膜の室温基板上への作製を世界に先駆け実現した。

しかし、エキシマレーザは、主にハロゲンガスと希ガスから構成されるレーザ媒質に高電圧パルスを加えてレーザ発振させる仕組みであるため、希ガスなどが高価、高電圧パルス発生電源部の経時劣化が大きく修理が高額などの理由により、ランニングコストが高く、研究室レベルでの維持が困難である。そのため、ランニングコストが低く、PLD法に十分な出力エネルギー、繰返しを有するレーザを使用したPLDシステムの開発が必要となった。

そこで、PLD法のレーザ光源としてNd:YAGレーザを利用するソフトフェライト膜作製用Nd:YAGレーザPLDシステムを開発したので、そのシステムの詳細を

平成14年4月12日受理

*大学院生産科学研究科 (Graduate School of Science and Technology)

**電気電子工学科 (Department of Electrical and Electronics Engineering)

***九州工業大学工学部電気工学科 (Kyushu Institute of Technology)

****FDK株式会社 (FDK Corporation)

ここに紹介する。

2. Nd:YAGレーザーPLDシステム

今回開発したソフトフェライト膜作製用Nd:YAGレーザーPLDシステムは、(1)光源であるNd:YAGレーザーと(2)膜堆積を行う真空チェンバから構成される。それぞれについて詳細を述べる。

2.1 Nd:YAGレーザー

PLD法で使用されるレーザーには、堆積薄膜の特性に及ぼす影響から、短パルス、高出力、短波長、高繰返しなどの特性が求められる。現在、この要求を満たすレーザーとしては、気体レーザーであるエキシマレーザーと固体レーザーであるNd:YAGレーザーが挙げられる。

近年、Nd:YAGレーザーの性能が向上し、高出力・高繰返しの製品が入手可能となった。加えて、ランニングコスト、メンテナンス性、および、出力エネルギー

安定性においてNd:YAGレーザーのほうが優れている。また、Nd:YAGレーザーは、レーザー加工やフォトリソグラフィの光源として産業界で重宝されているレーザーでもあるため、学生がそのようなレーザーに触れることのメリットもある。このような理由により、本研究ではNd:YAGレーザーをPLD法のためのレーザー光源として採用した。

図1に、今回導入したNd:YAGレーザー (Spectra-Physics製, Quanta-Ray Pro-250-30) の写真を示す。電源部とレーザー発振部とに分かれており非常にコンパクトになっている。レーザーのカタログ上の性能は、表1のようになっている。第4高調波までPLD法に使用できるものと期待された。実際、納品検査時の第2高調波、第3高調波、第4高調波の出力エネルギーは、表1にも示したが、それぞれ、800mJ、400mJ、100mJであった。第4高調波も十分にPLD法に使用可能であることが確認できた。

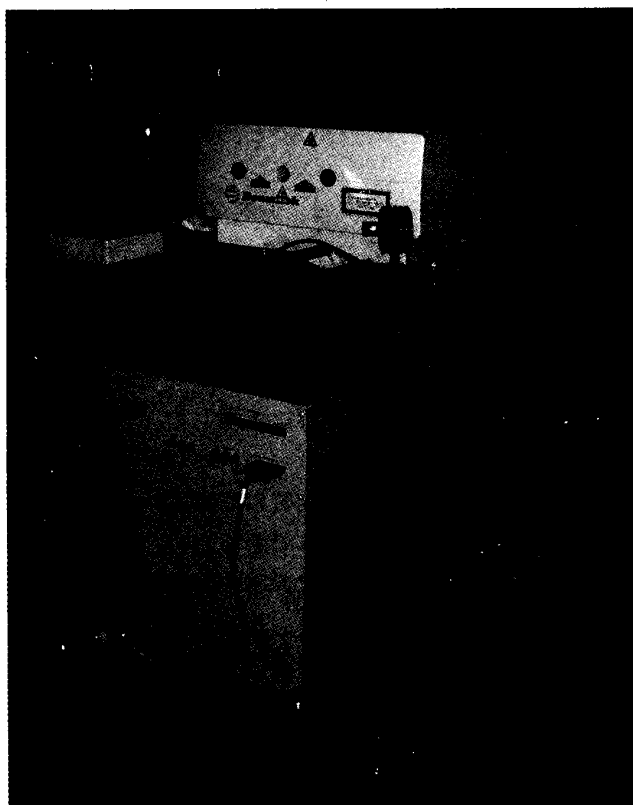


Fig. 1 Nd:YAG laser.



Fig. 2 PLD chamber system.

Table. 1 Specification of pulse Nd:YAG laser.

	Wavelength (nm)	Energy (mJ/p)	Pulse Width	Energy Stability	納品検査時の出力エネルギー
Fundamental Harmonics	1064	1300	8-12ns	±2%	—
2nd Harmonics	532	550	1-2ns<1064nm	±3%	800
3rd Harmonics	355	350	2-3ns<1064nm	±4%	400
4nd Harmonics	266	80	3-4ns<1064nm	±8%	100

Nd:YAG結晶の初期劣化による出力エネルギーの低下が予想されるが、カタログスペックを越えた出力が得られており、堆積膜特性のレーザー波長依存性など、様々な研究テーマが新しく創出され研究教育がさらに発展するものと期待している。

2. 2 PLDチェンバ

図2に、今回開発したPLDチェンバ（ヴィテック製、VTC-NFN520）の写真を示す。膜の堆積を行うPLDチェンバは、メインの真空室、真空排気のための排気系、膜を堆積させる基板を設置する基板保持機構、ターゲットを保持・回転させるターゲット回転機構の4つの部分から構成される。以下、それぞれについて詳細に述べる。

2. 2. 1 真空室

真空室は、前述したNd:YAGレーザーのレーザー光を真空室内に入射するためのレーザー入射ポートや各種サービスポートを有し、内径φ400mm、高さ300mmで、SUS304のステンレス製である。真空排気時の真空室内壁からの脱ガスを促進するために、真空室内面をバフ研磨後、電界研磨処理を施してある。真空室外壁にはシースヒータを設置しており、脱ガス促進のため、外壁温度をC-A熱電対で温度をモニタリングしながらベーキングすることが可能となっている。

上蓋（アルミ、17kg）は、基板セッティングなどの真空室内での作業を容易にするため、バランスーを取り付け、手動で容易に開閉できるようにしている。

レーザー入射ポートは、真空製膜時にレーザー入射窓の石英ガラス（合成石英、10mm厚）に薄膜が堆積することを防ぐために、真空室の中心より500mm離れた位置に設置している。レーザー入射窓の石英ガラスには、ガラス面からの反射光のback-focusingによるレーザー光学系の損傷を防ぐために、反射防止コーティングを施したものを採用している。

2. 2. 2 排気系および雰囲気ガス供給系

真空室を真空排気するための排気装置として、ロータリーポンプ（ALCATEL製、2015）、ターボ分子ポンプ（三菱重工業製、PT-300）、チタンサブリーメーションポンプ（ANELVA製、956-7015）を備えている。

ロータリーポンプにより大気圧から中真空領域まで排気した後、ターボ分子ポンプによって高真空領域まで排気する。その後、ターボ分子ポンプと併用してチタンサブリーメーションポンプを稼働させ、昇華したチタンと脱ガス成分を反応させて、よりクリーンな真空

を得るシステムとなっている。

各排気装置作動時の真空室内の圧力は、サーモカップルゲージ（ANELVA製、TG-550B）、電離真空計（ANELVA製、MIG-061）、キャパシタンスマノメータ（PFEIFFER製、CMR262）を使用してモニターする。

具体的には、サーモカップルゲージによりロータリーポンプ使用時の圧力をモニターし、ターボ分子ポンプが稼働可能かどうかを判断する。そして、電離真空計により、ターボ分子ポンプおよびチタンサブリーメーションポンプ稼働時の到達真空度を測定する。キャパシタンスマノメータは、気体の種類に依存しない絶対圧を表示するので、雰囲気ガスを真空室内に導入して製膜を行う際に使用する。

雰囲気ガスは、3系統（O₂、N₂、Ar）のマスフローコントローラ（SAM製、SFC280E）により流量を制御して、真空室内に導入できる。マスフローコントローラは3系統が完全に独立し、それぞれ出口側に二方ボールバルブを有しているため、製膜時の雰囲気ガスとしては、真空、O₂・N₂・Arの単独ガスおよび混合ガスが設定可能である。

2. 2. 3 ターゲット回転機構

PLD法では、作製したい薄膜と同じ化学量論比の組成を有するセラミクスなどを真空室内に設置してレーザー光を照射するターゲットとして用いる。本システムでは、ターゲットのサイズとして、厚さ~10mm、直径10~50mmのターゲットを装着できるようになっている。ターゲットを変更することにより、様々なソフトフェライト膜やソフトフェライト以外の膜作製も可能である。

また、1箇所にレーザー光を照射しつづけると穿孔や熔融といった問題が生じ堆積膜の特性を劣化させることがあるため、ターゲットを回転させる必要がある。特に、このPLDシステムで使用するNd:YAGレーザーは、30Hzで発振するため、通常のターゲット回転数（1~5 rpm）よりも高速で回転させる必要がある。そこで、十分なパワーを持つ交流サーボモータ（VEXTA製、BXM5120-GFH2）をパルス制御することにより、10~500rpmの範囲で、ターゲット回転数を可変できるようにしている。

さらに、ターゲットを偏心することなく回転させるためのベアリングによる偏心防止機構と、ターゲット位置を回転軸方向に微調整するための位置決め機構を備えている。

2. 2. 4 基板保持機構

前述のターゲットに対向して、薄膜を堆積させる基板を固定できるように基板保持機構を設置している。大学での研究では試料の作製が中心であるため、標準では最大10mm角の基板を固定できるように基板ホルダーの設計を行った。

基板ホルダーはヒータブロックに着脱可能となっており、ヒータを加熱することによって基板を900℃程度まで加熱できる。基板温度は、C-A熱電対によりモニターしながら、温度調節器（CHINO製、KP1000）でPID制御を行える。

この基板保持機構（基板ホルダーおよびヒータブロック）は、直線導入機を介して真空室に取り付けられており、Nd:YAGレーザのレーザ光を遮ることなくターゲット正面から30mmの距離まで近づけることが可能であり、ターゲット-基板間距離を変更できるようになっている。

さらに、基板加熱を要しない場合、アダプターを使用することによりレーザ光を遮ることなくターゲット正面から5mmの距離まで5mm角の基板を近づけることが可能な機構となっている。

3. まとめ

今回新たに開発したソフトフェライト膜作製用Nd:YAGレーザPLDシステムの詳細を紹介した。Nd:YAGレーザもPLDチェンバも納入後やっと設置が完了したばかりであるが、今後、ソフトフェライト膜を中心とした電気電子デバイス分野で注目されている材料の薄膜化の実現、学生・院生のスキルアップに貢献することが期待される。

Nd:YAGレーザPLDシステムの開発にあたり、設計上のアドバイスを頂き、PLDチェンバシステムの製作を行っていただいた(有)グイテックの稲田秀記氏、石川知利氏、野田浩一氏に深謝いたします。また、Nd:YAGレーザとPLDチェンバを結ぶ光学系の設計と作製を行った長崎大学大学院生産科学研究科の国信智彦君、松浦康寿君、結城貴文君に感謝します。

なお、このソフトフェライト膜作製用Nd:YAGレーザPLDシステム開発の大部分は、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の平成13年度産業技術研究助成事業費助成金により行われたことを明記し、謝辞といたします。

参考文献

- (1) M. Nakano, K. Tomohara, J. M. Song, H. Fukunaga, Y. Matsuo, "Room temperature growth of crystalline Mn-Zn ferrite thin films by laser ablation technique"; IEEE Trans. Magn., Vol. 36, No. 5, (2000.9), pp.2927-2929.
- (2) M. Nakano, K. Tomohara, J. M. Song, H. Fukunaga and Y. Matsuo, "Mn-Zn ferrite thin films fabricated on crystalline substrates using laser ablation technique"; J. Appl. Phys., Vol. 87, No.9 (2000.5), pp.6217-6219.
- (3) M. Nakano, K. Tomohara, J. M. Song, H. Fukunaga and Y. Matsuo, "Superior Magnetic Properties of Mn-Zn Ferrite Thin Films Prepared by Low-Temperature Process Using Laser Ablation Technique"; IEEE Trans. Magn., Vol.35, No. 5 (1999.9), pp. 3007-3009.