

高輝度光ビームによる薄膜形成技術に関する研究

高出力パルスレーザーを用いた超鏡面精密洗浄技術の開発と機能性薄膜の創成

(1)高密度薄膜磁性媒体の開発のためのスパッタ条件などの探索

[研究者]

雇用研究員 太田泰雄（福井工業高等専門学校 兼業研究員）

雇用研究員 北浦 守（福井工業高等専門学校 兼業研究員）

共同研究員（地域分）大橋 健（信越化学工業（株））

共同研究員（機構分）中川茂樹（東京工業大学）

[研究の概要]

(1) レーザ洗浄機能つきスパッタリング装置を作製し、実際のレーザー洗浄、薄膜磁気媒体の作成を行った。この装置は今後、半導体製造プロセスに一大変革をもたらす可能性を秘めている。

(2) レーザ光を拡散させずに、シリコン表面に照射させたとき、シリコン表面にアブレーションによる再結晶模様などが現れることが確認された。この技術は今後、次世代ディスプレイ FED や、マイクマシーンなどに応用される可能性がある。

[成果展開可能なシーズ]

(1) レーザ洗浄機能付きスパッタ装置の基本的技術

(2) ナノ秒レーザーによる再結晶模様による微視的加工の基礎的技術

これらの技術はスパッタリング装置を使用するすべての工程において、ドライ洗浄による自動プロセスへの移行を促すこととなる。また、ナノ秒レーザー照射による再結晶模様は、マイクマシーン材料の摩擦低減、あるいは次世代ディスプレイといわれる、電界放射型ディスプレイ (FED) のエミッターへの応用が考えられ、現在、特許出願中である。

1. はじめに

スパッタリング(sputtering)法は真空蒸着法などに比べ、装置の複雑さからあまり普及していないが、近年、高融点、低蒸気圧の元素・化合物に適用できる利点から、各方面で用いられるようになった。近年、この技術を用い、電子デバイス、センサーなどの開発が活発に行われるようになってきた。

また、コンピューター技術の進展により、その記録部分であるハードディスクの容量も飛躍的に大きなものが要求され、既にギガビット時代を迎え、最近では 3Gb/in² を超える製品も出荷されるようになってきた。アプリケーションの容量が著しく増大している今日、さらに大きい容量のハードディスクが求められている。この分野での技術の進歩はまさに日進月歩であり、革新的な技術が早急に要求されている。

そこで、福井県は単結晶シリコンウエーハの世界的産地であり、この単結晶シリコンをハードディスク薄膜磁性体基板として用いる基礎研究を今回の共同研究の一つの研究テーマとすることを考えた。今から5年前に、単結晶シリコンを薄膜磁性媒体基板とする試みは幾つかの研究機関で始められていたが、我々は材料の表面処理として、これまで洗浄溶液技術をレーザ洗浄に取って代わる技術の開発と装置の作製を行うこととした。そして、このような単結晶シリコンのレーザ洗浄方法の開発、成膜方法の技術開発、さらには、レーザによるシリコンの再結晶などについて調べた。

単結晶シリコンは力学的硬度、剛性が高く、熱膨張率が低いことより、薄膜磁気記録媒体の基板として現在でも期待されている。今回の研究の計画を平成11年(1999年)に行ったが、当時、薄膜磁気記録媒体の基板として単結晶シリコンとして用いる実験を始めた研究者は少なく、我々のグループの他、幾つかのグループのみであった。しかし、単結晶シリコンを薄膜磁気媒体の次世代の基板として用いるには色々な問題があった。特に、ヘッドを安定的に飛ばすにはヘッド/メディア間のトライボロジーの工夫や基板の超鏡面化が必要不可欠な技術要素であった。そこでレーザ照射による超鏡面化という新規プロセスを提案し、地域結集型共同研究テーマとして取り上げた。

2. 研究目的と内容(フェーズ)

高出力パルスレーザを用いた超鏡面精密洗浄装置の試作を行なう。このため、単結晶シリコン表面のレーザ光洗浄の設計、制御方法の開発を行う。さらに、既存のスパッタリング装置によって、薄膜磁性媒体の高密度化の実験を始める。

3. 研究成果(フェーズ)

フェーズ1として、単結晶シリコン表面のレーザ光洗浄の設計、制御方法の開発を行った。その結果、平成13年4月に図.1のレーザ洗浄装置(FNCT-1)を試作し、基礎的な洗浄実験を行った。このとき、未だ、Yb:YAGレーザ装置が完成していないので、同じCグループで導入済みのArFエキシマレーザ(波長193nm)を使用した。この結果、塩素などの反応性ガス中でなくても、かなりの洗浄効果が得られることなどがわかった。



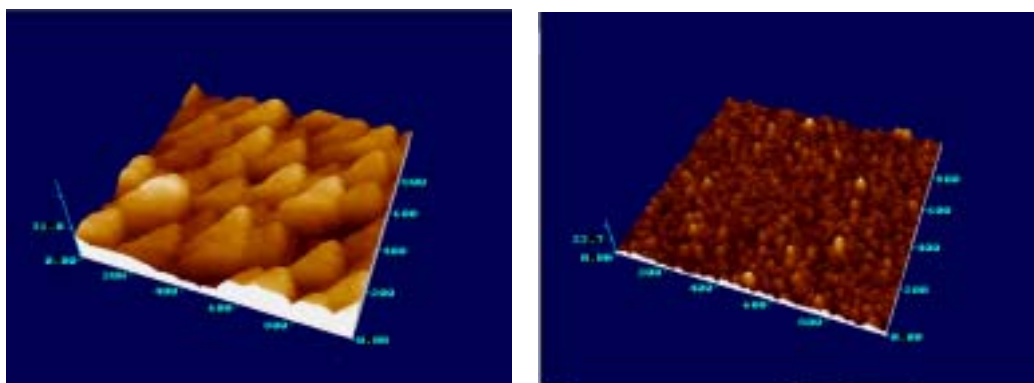
図.1 レーザ洗浄試験機(FNCT-1)(平成13年4月完成)

4. 研究目的と内容 (フェーズ 2)

高出力パルスレーザー Nd:YAG レーザ光洗浄装置による超鏡面シリコン基板記録媒体の創生と磁性結晶微細化技術の開発を目的とした¹⁻³⁾。さらに、Nd:YAG レーザ光洗浄機能をスパッタリング装置内に持つ装置の開発を行った。

5. 研究目的と内容 (フェーズ 1)

まず、既存のスパッタリング装置によって、薄膜磁性媒体の高密度化の実験を始めた。直径 3.5 インチ Si 基板にまず、下地層 Cr を表.2 のスパッタ条件で同じチャンバー内で同時に成膜した。その結果を AFM, TEM, SEM などで観察した。図 2(a)、(b)にそれぞれ、ガラス基板、シリコン基板上に Cr 下地層に成膜したものの AFM 写真を示す。図 2(a)によれば、ガラス基板上 Cr 粒子は大きさが様々であり、(b)図のシリコン基板を用いた場合より、粒径は比較的大きい。シリコン基板を用いた場合は成膜した Cr 粒子が相当緻密であり、2次成長も始まっている。また、この試料断面を FE-SEM を用いて調べた結果が図.3 である。同図の基板上部の白い部分が Cr 層であるが、いずれの場合も堆積層の厚さは約 30nm と同じである。



(a) ガラス基板使用

(b)シリコン基板使用

図.2 Si,ガラス基板を用いた Cr 層の AFM 像

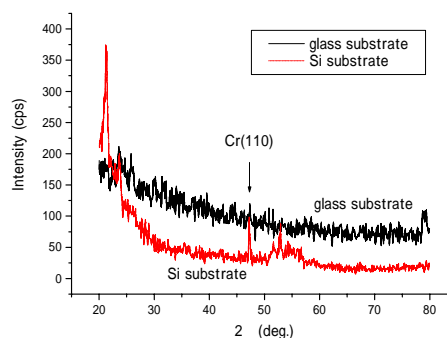
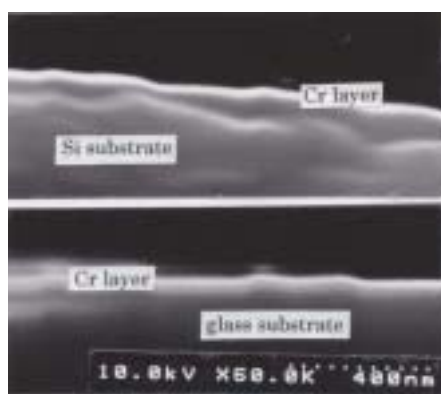


図.3Si、ガラス基板上のCr層の断面のSEM像 図.4Si、ガラス基板上のCr層のXRD結果

また、図.3 (a)、(b)の二つの基板上的Cr層について薄膜X線回折装置(XRD)で測定した結果が図.4である。ガラス薄膜上のCr膜にはほとんどCrのピークは観察されないが、シリコン基板上のCr膜の場合、Cr(110)のピーク値が観察される。

これらの結果によれば、シリコン基板、ガラス基板の上へのCr層のスputタによる堆積レートは変わらないが、シリコン基板を用いたとき、Cr結晶粒はガラス基板を用いたときよりもより緻密な結晶粒の成膜が可能である。また、X線回折の結果よりシリコン基板を用いたときは、ガラス基板の場合より下地層Cr粒子の結晶性が良好となることが確認できた。

次に、平成14年8月にレーザー洗浄機能付きスputタリング装置(FNCT-II)を作製した。この装置を用い、洗浄実験と薄膜磁気媒体の作製条件を求める実験などを行った。

この装置で最も特徴があるのは、通常の洗浄後、成膜のため空気中に取り出すと再び自然酸化により、基板表面に酸化膜が形成される。このような再汚染を防ぐため、レーザー洗浄とスputタリングを同じチャンバーで行う装置の開発を行った。図.5のように、スputタリング装置のチャンバー内にレーザー照射ポートを設置し、レーザー照射後、基板を回転し、スputタリングポートに移動して成膜する構造と成っている。

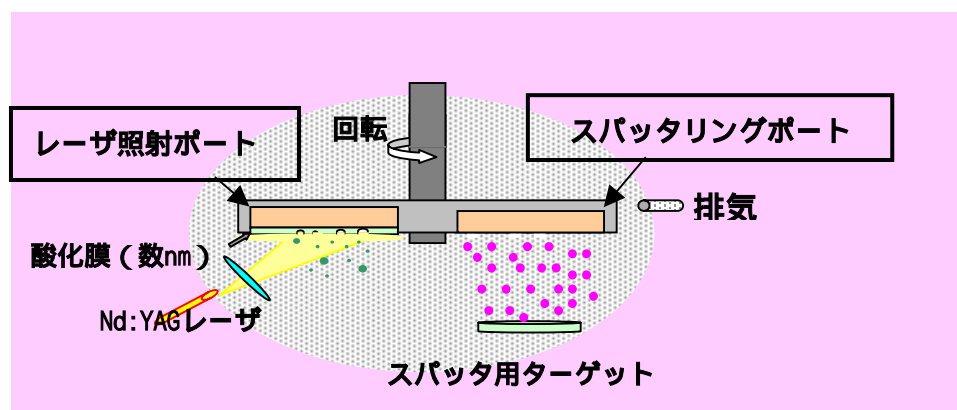


図.5 レーザー洗浄機能付きスputタリング装置概略図

また、スputタリング機能の性能は表.1のようである。

表.1 スputタリング装置の性能 (平成15年8月完成)

形式	RF マグネトロン方式
到達圧力	6.7×10^{-4} Pa 以下
基板加熱温度	200
基板サイズ	2.5 inch
電源	AC 200W
膜厚分布	$\pm 10\%$
基板処理枚数	最大 2.5 インチ 3枚

この装置を用いて、レーザ洗浄に関する基礎実験を行った。レーザ光源はNd:YAGレーザ結晶に入射することにより得られる高出力・高品質なレーザ光(1064nm)をナノ秒単位で高繰り返しで発振させ、固体結晶を用いて紫外光(355nm、266nm)に変換する高性能パルスレーザ光源であり、266nm(2mJ)、355nm(4mJ)、532nm(12mJ)の出力を持つ。最大出力3.0MW、平均出力150mW、パルス幅4~6nsec、ビームサイズ3mmである。この光源によれば、塩素などの雰囲気ガスを用いなくても、十分清浄化が可能であることがわかった。

これらのスパッタリング性能はこれまでの本研究事業によるスパッタリング条件の探索により求めた最適条件により決定したものである。この装置を用いて、単結晶シリコンの表面洗浄、およびスパッタリングによる成膜実験を行った。図.6は洗浄機能付きスパッタリング装置でレーザ洗浄の様子。図.7は洗浄前のシリコン単結晶表面の原子間力顕微鏡(AFM)写真、図.8は洗浄後のシリコン基板表面の原子間力顕微鏡(AFM)写真である。



図.6 レーザ洗浄機能付きスパッタリング装置

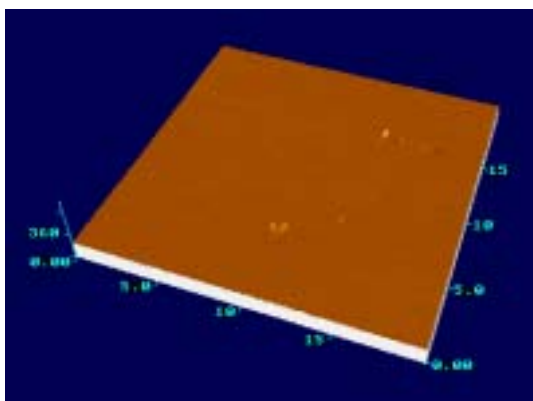


図.7 シリコン単結晶の洗浄前の表面

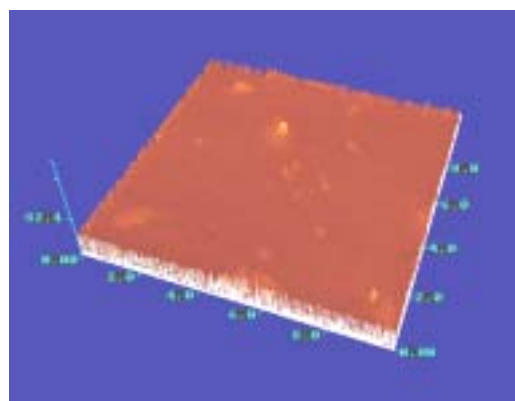


図.8 レーザ洗浄後の表面

レーザ照射前のシリコン単結晶基板の表面の平均二乗粗さ(RMS)は平均8.5nm程度である

が、レーザ照射により平均 2.5 程度となる。成膜は図 . 6 のように非常に緻密な成膜となることがわかった。

6 . 研究成果 (フェーズ I) とフェーズ III の研究計画

(1) レーザ洗浄機能付きスパッタリング装置の実用化

レーザ洗浄機能付きスパッタリング装置を用いて、シリコン基板による、垂直記録方式用薄膜磁性媒体の作製などを行った。図 . 9 は CoCrTa 薄膜を成膜したときの原子間力顕微鏡 (AFM) 写真である。

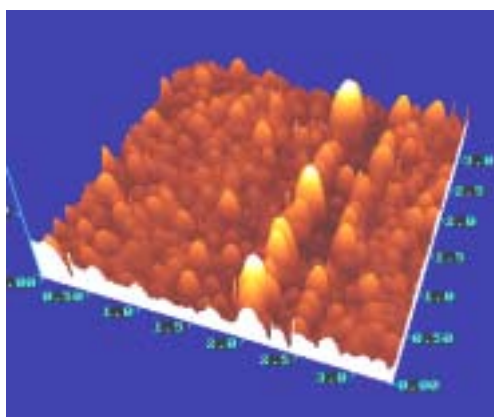


図 . 9 レーザ洗浄後 CoCrTa 薄膜の成膜 AFM 写真

レーザ光源の条件などの基礎データの収集を終え、この装置のカタログを作成した。今後、この装置は薄膜磁気媒体のシリコン基板の成膜前の洗浄のほか、シリコンウエーハなどのスパッタリングによる成膜とその表面洗浄装置として幅広く使用される可能性があり、実用化したい。

(2) レーザ洗浄方法による応用展開

レーザ光源は Nd:YAG レーザ結晶に入射することにより得られる高出力・高品質なレーザ光 (1064nm) をナノ秒単位で高繰り返しで発振させ、固体結晶を用いて紫外光 (355nm、266nm) に変換する高性能パルスレーザ光源であり、266nm (2 mJ)、355nm(4mJ)、532nm(12mJ) の出力を持つ。最大出力 3.0MW、平均出力 150mW、パルス幅 4~6 nsec、ビームサイズ 3mm である。

これまでも、シリコン表面へフェムト秒レーザを照射すると、レーザ照射によるスポット内にアブレーションされた領域、アニーリングされた領域、非結晶化された領域が現れることがこれまでに報告されている⁴⁾。また、レーザ光のフルエンスの違いにより、bubbles, columns, ripples などの模様が現れることも報告されている⁵⁾。

我々は、レーザ光をシリコン表面で拡散させずに、スポット照射させると、表面に再結晶がおこり、これまで観察された、泡状や波状とはことなる、樹枝状、針状結晶の表面模様が形成されることを観察した。

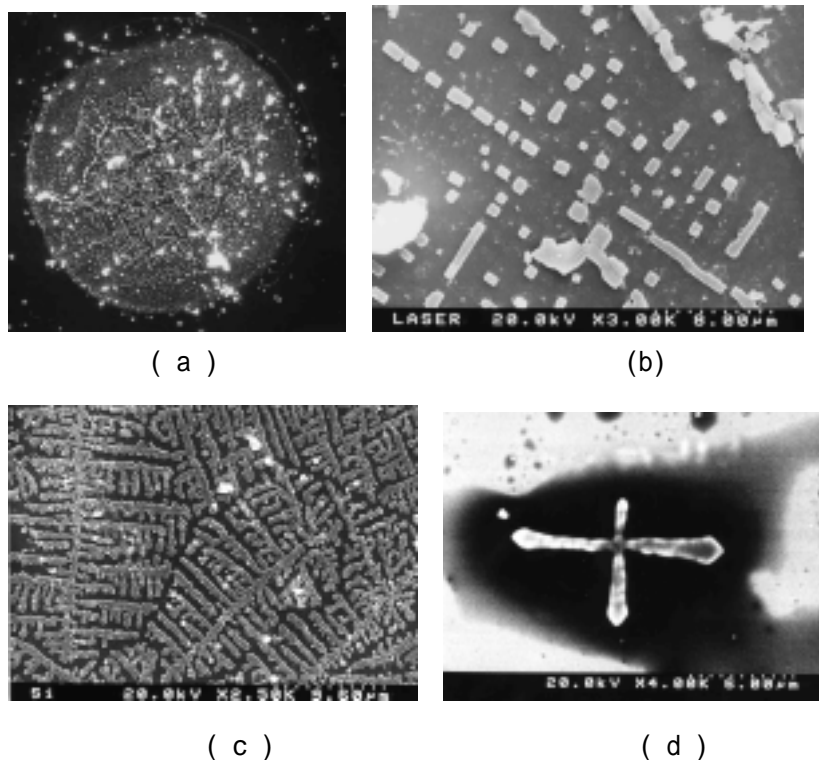


図 . 10 レーザ照射によって単結晶表面に観察される再結晶模様

図 . 10(a)はビーム全体の再結晶模様、(b)は針状結晶(needle like crystal)、(c)は樹脂状結晶(dendrite crystal)、(d)は結晶成長初期の模様(others)である。シリコンに照射するときのフルーエンスと表面に現れる照射痕の大きさを図 . 8 のように調べると、フルーエンスが、 $3.0 \sim 4.0 \text{ J/cm}^2$ あたりで、針状結晶と樹枝状結晶に別れるようである。結晶成長速度がある値を超えると針状結晶となるようであるが、今後、詳しく調べたい。

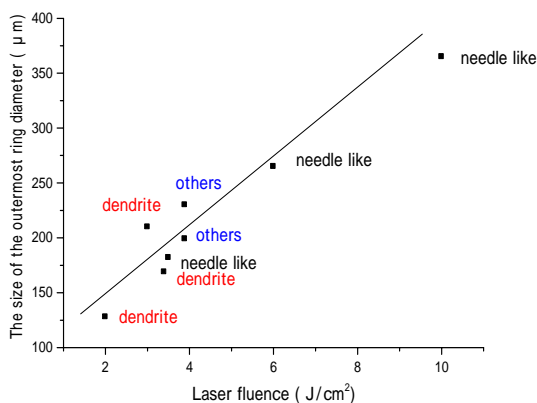


図 . 8 レーザフルーエンスと表面に現れる照射痕の大きさ

このような再結晶による表面模様は、シリコン単結晶を部品として用いるマイクロマシンの摩擦抵抗軽減や、液晶テレビやプラズマディスプレイの次世代テレビと言われている、フィールドエミッションディスプレイのエミッター材料として使用される可能性がある

と思われる。フェーズ III の研究では、フェーズ II で得られた研究結果をさらに実験によって詳しく調べる。また、シリコン表面のレーザ洗浄方法については、シリコンウエーハーの表面処理技術として実用化したい。

7. 特記事項

今回の研究で単結晶シリコン表面のレーザ洗浄装置の開発を行ったが、この技術を企業と福井県工業技術センターが共同で実際のウエーハー表面処理として実用化する準備に入った。

8. 参考文献

1. Mamoru Kitaura :Optical Spectra and Electronic Structures of Forsterite (α - Mg_2SiO_4) Single Crystals.
Journal of the Physical Society of Japan, Vol. 71, No. 11, (2002)
2. Yasuo Ohta:Fabrication of CoCrTa Magnetic Film by RF-sputtering IUVSTA 15th International Vacuum Congress Proccdings(2001)242
3. K.Noma,N.Matsushita,S.Nakagawa:J.Appl.Phys.,81(1997)4377
4. E.van de Riet,C.J.C.M.Nillesen and J.Dieleman:J.Appl.Phys.74 2008-2013(1993)
5. J.Bonse,S.Baudach,J.Kruger, W.Kautek and M.Lenzner: Appl.Phys.A74,19-25(2002)