Co-Cr スパッタ膜の組成比と膜特性

Composition and Characteristics of Sputtered Co-Cr Films

高橋隆一・金井伸弘・高本直紀・吉田順作

富山大学工学部, 富山市五福 3190 (〒930)

T. Takahashi, N. Kanai, N. Takamoto and J. Yoshida

Faculty of Engng., Toyama Univ., 3190, Gofuku, Toyama, 930

This paper reports the relation between composition and characteristics of Co-Cr films prepared by DC magnetron sputtering. The composition of Co-Cr films can be controlled by changing the magnetic flux from magnet and solenoid coils. In films of high Cr content, a good orientation of *c*-axis and small in-plane squareness are obtained, while perpendicular coercivity and saturation magnetization are small. In-plane M-H loop of a Co-30 at.%Cr film shows that the film has large perpendicular anisotropy from the initial layer.

1. はじめに

我々は従来より薄膜作成のためのマグネトロンスパッタ装置の開発及び実験を行ってきた¹⁾。ワッシャ形ターゲットの使用やソレノイドコイルの設置などにより、(1) 強磁性体ターゲットの適用、(2) 膜の高速作成、(3) 低基板温度、を可能にした。今回はさらにターゲット裏面にもマグネットコイルを配し、ターゲット表面上の磁界分布を変えることにした。

マグネトロンスパッタ装置において、ソレノイド磁界とマグネット磁界の強さを変えることにより組成比を制御できることは既に知られている²⁾。我々も磁界の強さを変えて Co-Cr 膜の作成を行い、Cr 含有率が変化することを確認した。本報告では、ソレノイドコイル及び

マグネットコイルに流す電流と作成膜の組成比の関係、それに伴う膜特性の変化について述べている。

2. 実験方法

Fig. 1 に本実験で用いたスパッタ装置のターゲット形状とコイルの位置を示す。図のようにターゲットにはワッシャ形 Co, ディスク形 Cr の 2 種類を用い、同時にスパッタさせている。ターゲットの大きさは Table 1 に示す。ターゲット-基板間の距離は 64 mm である。ターゲット表面の磁界はターゲット裏面のマグネットコイルとターゲット上方のソレノイドコイルにより発生させている。マグネットコイルに流す電流 (以下 I_m) とソレノイドコイルに流す電流 (以下 I_s) を変えてスパッタを行った。スパッタ条件を Table 2 に示す。基板についてはガス出しは行っておらず、スパッタ中は水冷し温度の上昇を抑えた。作成した膜の組成比、 $\Delta\theta_{50}$ 、磁気特性については AES, X 線回折, VSM を用いて測定した。膜厚の制御はスパッタ時間を変えて行い、干渉顕微鏡を用いて膜厚を測定した。

3. 実験結果

3.1 I_m, I_s による組成比の変化

Fig. 2 に I_s を一定としたときの Cr 含有率 I_m 依存性を

Table 1. Size of targets.

Co washer type	diam 97×diam 28×t2 mm
Cr disk type	diam 28×t2 mm

Table 2. Sputtering conditions.

Background press.	$< 2.0 \times 10^{-6}$ Torr
Input power	300W
Ar gas pressure	1.5 mTorr
Substrate temperature	~70°C
Magnet current	2.0~4.0A
Solenoid current	4.0~6.0A

Fig. 1 Schematic diagram of magnetron sputtering.

Fig. 2 Dependence of Cr content on magnet current.

Fig. 3 Dependence of Cr content on solenoid current.

示す。 I_m の値を大きくすると、Cr 含有率が増加している。この装置ではターゲットに磁性体 (Co) と非磁性体 (Cr) の2種類を用いているため、マグネットコイルによる磁界の水平成分はCrターゲット上で強く、Coターゲット上では小さい。そのため I_m の増加とともに磁界の強さはCrターゲットで大きく増加し、Cr量に影響していると考えられる。

ソレノイドコイルによる磁界を大きくすると、ブラズマがよりターゲット中心付近に収束するため Fig. 3 のようにCr含有率が増加する。このように I_m, I_s の値を変えることによりCr含有率は10~30 at.% まで変化する

Fig. 4 Radial profiles of film thickness normalized at $R=0$ cm and Cr content of film on substrate.

ことがわかった。

Fig. 4 は $I_m=4.0A, I_s=6.0A$ の条件で作成した膜の半径方向のCr含有率と規格化膜厚を示している。ターゲットの配置が中央にCr、外側にCoとなっているにもかかわらず図のように半径3.0 cm 以内での組成比はほぼ均一となっている。膜堆積速度は、 $0.1\sim 0.2\mu\text{m}/\text{min}$ で I_m, I_s の値により異なるが、その関係を明確にすることはできなかった。

3.2 組成比と膜特性

I_m, I_s をいろいろな値に設定し、10~30 at.% の範囲でCr含有率を変化させたときの $\Delta\theta_{50}$ 及び面内角形比を調べ Fig. 5 に示した。Cr含有率の増加に伴い、 $\Delta\theta_{50}$ 及び面内角形比が小さくなる傾向がみられた。また、 $\Delta\theta_{50}$ の変化と面内角形比の変化はほぼ一致しており、 $\Delta\theta_{50}$ の小さい膜がより大きな垂直磁気異方性を有していると思われる。Cr含有率と $\Delta\theta_{50}$ の関係は既に報告されている結果³⁾ とほぼ同様なものである。

Fig. 6 に H_c とCr含有率の関係を示す。図より $H_{c(1)}$ は18~20 at.% の組成において大きな値を持つが、30 at.% では極端に小さくなっていることがわかる。この $H_{c(1)}$ とCr含有率の関係もこれまでの報告⁴⁾ に近い結果が得られている。

3.3 組成比と膜成長

垂直磁気記録媒体としてCo-Cr/Fe-Ni二層膜を用いる場合、裏地層の効果を引き出すために記録層のCo-Cr層を薄くすることが望ましい。そこでスパッタ条件の違いによる膜厚と $\Delta\theta_{50}$ の関係を調べた。

Fig. 5 Dependence of $\Delta\theta_{50}$ and in-plane squareness ratio on Cr content.

Fig. 6 Relation between H_c and Cr content.

$I_m=4.0A \cdot I_s=4.0A$, $I_m=2.5A \cdot I_s=6.0A$, $I_m=4.0A \cdot I_s=6.0A$ の条件について $0.05\mu m \sim 1.2\mu m$ の膜を作成し、それらの $\Delta\theta_{50}$ を Fig. 7 に示した。 $I_m=4.0A \cdot I_s=4.0A$ ($M_s=1080 \text{ emu/cc}$) 及び $I_m=2.5A \cdot I_s=6.0A$ ($M_s=420 \text{ emu/cc}$) の膜は、膜厚が薄くなるにつれて結晶配向が乱れ、 $0.2\mu m$ 以下では回折強度が弱く $\Delta\theta_{50}$ の測定が困難であった。それに対し、 $I_m=4.0A \cdot I_s=6.0A$ の条件で作成した Cr 含有率の高い膜 ($M_s=220 \text{ emu/cc}$) は、 $0.05\mu m$ の薄い膜厚においても $\Delta\theta_{50}$ は小さく、成長初期から良好な結晶配向を示している。

Fig. 8 に Cr 含有率 25 at.% と 30 at.% のスパッタ膜

Fig. 7 Relation between film thickness and $\Delta\theta_{50}$.

の代表的な M-H ループを示す。膜厚は $1.2\mu m$ である。どちらも面内方向に磁化困難軸を持つ垂直磁気異方性膜としての形をとっている。膜の組成変化により M_s 及び $H_{c(\perp)}$ の変化が見られている。又 (a) の面内 M-H ループには初期層の影響と思われる抗磁力付近の急峻な立ち上がり、いわゆるジャンプ現象⁶⁾が現れるのに対し、(b) ではそれが現れない。このことは Cr 含有率 30 at.% の膜が成長初期層から高い垂直磁気異方性を示しているものと思われる。

これらの結果から本装置で作成された Co-Cr 膜はスパッタ条件 (I_m , I_s) により膜成長が異なることがわかった。

4. まとめ

今回我々が試作したスパッタ装置では Co-Cr 膜の組成比がターゲットのエロージョン領域を変えることで変化することがわかった。又その方法が比較的容易なため膜作成中に組成を変えることも可能である。作成された膜の特性は組成比により変化するが、その傾向はこれまでに報告されている結果に近いものであった。しかし、通常記録媒体として用いられる Cr 含有率 18~23% となる条件 ($I_m=2.0 \sim 3.0A \cdot I_s=6.0A$) では、膜厚を薄くすると結晶配向が乱れ良質な膜が得られなかった。薄膜化に対応するには、基板前処理や基板温度など装置の改良が必要と思われる。作成法としては、Cr 含有率の高い膜が成長初期から良好な結晶配向と高い垂直磁気異方性を持つことを利用して、組成比傾斜形 Co-Cr 膜⁶⁾、Cr-rich Co-Cr 膜を下地とする Co-Cr 二層膜⁷⁾などへの応用が考えられる。

Fig. 8 M-H loops.

謝 辞 日頃有益なご教示を賜わる東工大・直江教授、東北大学通研・岩崎教授、中村教授、大内助手、金沢大工・畑教授に深く感謝致します。X線回折では本学塩沢教授に、VSMでは石川助教授にお世話になりました。また、組成の分析をしていただいた龍山教授、丹保技官、院生の中山君、松原君に厚くお礼を申し上げます。

文 献

1) 高橋, 宮田, 吉田: 日本応用磁気学会誌, **10**(2), 51 (1986).

- 2) 畑, 上出, 神谷: 第34回応用物理学関係連合講演会講演予稿集, 318 (1987).
- 3) 大内, 岩崎: 通研シンポジウム論文集, **18**, 131 (1982).
- 4) 杉田, 小林: 日本応用磁気学会, 第23回研究会資料, 59 (1982).
- 5) W. R. Wuori and J. H. Judy: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-20**, No. 5 (1984).
- 6) 安村, 大内, 岩崎: 日本応用磁気学会誌, **11**(2), 81 (1987).
- 7) 河内山, 住田, 中山, 浅沼: 日本応用磁気学会誌, **11**(2), 87 (1987).

1987年12月7日受理, 1988年2月12日採録