SPT ターゲットによる垂直磁気記録媒体における高速作製の効果

Effects of High Deposition Rate on Perpendicular Magnetic
Recording Media Prepared by SPT Target

大内一弘・石黒秀之・中村慶久

東北大学電気通信研究所, 仙台市青葉区片平 2-1-1(〒980)

K. Ouchi, H. Ishiguro and Y. Nakamura

Res. Inst. of Electrical Communication, Tohoku Univ., 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980

A new sputtering source (named SPT target) has been proposed, aiming at improvement in a continuous sputtering system for a Co-Cr double layer perpendicular recording medium. Very low discharge voltage was realized compared with sputtering source targets for magnetic medium so far proposed. Both Permalloy and Co-Cr films deposited by the source showed high crystal orientation even at a high-rate deposition. High through-input of Permalloy and Co-Cr layers deposition corresponded to higher 2nd peak ratio and D_{50}^* on recording density response for the resulting media. It was shown that the new SPT target is preferable for getting a high through-put in a magnetic recording medium production.

Key words: perpendicular magnetic recording, magnetic recording media, sputtering target, X-ray, recording density

1. はじめに

垂直磁気記録の実用化には記録媒体の量産技術の開発が課題である。特に蒸着法¹⁾に比べ低堆積速度のスパッタ法による連続作製には高速化が課題であり、多くの試みがなされてきた^{2)~7)}。しかし、高速化のため投入電力を大きくすると、マグネトロンモードでも高温スパッタとなったり、エロージョンが不均一になる^{4), 7)}、あるいはスパッタ粒子の回収効率の点で不十分^{3), 6), 8)}などの問題点があった。このため筆者らは、新しいスパッタソース、SPT (Single-sided Perpendicular Type) ターゲットを提案した⁹⁾。これを用いた静止スパッタでは、二層膜媒体のパーマロイ裏打ち層 (0.5 μm) の高速堆積ができ、その膜は軟磁性、基板との付着力、膜厚分布の均一性などに優れ、スパッタ粒子の基板への回収効率も高いなど利点があった。しかし、基板を連続供給しての作製実験が不十分で、かつ媒体としての記録特性の検討がなされていなかった。一方、最近の実験¹⁰⁾やシミュレーション¹¹⁾の

Fig. 1 Schematic view of SPT Co-Cr target, mask and substrate.

結果では、Co-Cr 層の H_c 、結晶配向のみならず結晶性の改善による角型比の向上が高密度記録特性に有利なことが判ってきた。そこで、ここでは垂直二層膜媒体の連続作製を行い、作製速度が媒体特性や記録特性に及ぼす効果について調べた結果を述べる。

2. 実験方法

媒体の作製には DC スパッタ方式を用い、新しい SPT ターゲットをロールコーター装置に装着して連続作製を行った。基板は厚さ 40 μm 、幅 180 mm の長尺のポリイミドフィルムである。これを Fig. 1 に示すセンターロールに装着し、移動させながら加熱ガス出し処理 (基板温度 200°C 以上) を行った。基板温度はセンターロールの表面に熱電対を接触させて測定した。同図に示すように、マスク・基板間距離を d 、ターゲット・基板間距離を D_{S-T} とした。以下、断らない限り、 $d=3$ mm である。スパッタガスはアルゴンガスである。パーマロイ層の作製にはセンターロールを水冷し、Co-Cr 層の時は 150°C に加熱した。磁気特性の測定には VSM を用い、結晶性および結晶配向の評価には X 線ディフラクションパターンのピーク値およびロッギングカーブの半値幅 ($\Delta\theta_{50}$) を用いた。膜厚は触針式表面粗さ計により測定した。記録再生特性の評価に使用したヘッドは主磁極励磁型単磁

Fig. 2 Discharge characteristics for Co-Cr SPT sputtering source.

極ヘッドである。記録密度特性の評価は低密度と 2nd ピークの出力比 (2nd peak ratio) と $D_{50}^{*12)}$ を用いた。

3. 実験および考察

磁界分布と放電特性 実験に用いた Co-Cr (Cr₂₀ wt%) ターゲットの磁界分布を Fig. 1 に示す。Co-Cr ターゲット内部の磁界分布は H_{TOTAL} で約 700 Oe 以上の磁界である。垂直成分は Co-Cr 合金の透磁率が小さいために、パーマロイターゲットの場合よりも大きくなった。そのため、ターゲットの底板のエロージョンがやや多く、底板を 5 mm と厚くしてターゲットの高寿命化を図った。この Co-Cr ターゲットの放電特性を Fig. 2 に示す。放電はパーマロイターゲットの場合⁹⁾ (約 350 V) よりもやや低い電圧 (約 300 V) で起こり、低いガス圧 (2 mTorr) でも大電流 (8A) が投入できることがわかった。この放電特性はマグネトロン放電特性と同様で、プラズマが十分に閉じ込められているものと判断できる⁵⁾。

堆積速度 ロールコーターでの作製速度 (ベースフィルム送り速度) を T_p (cm/min) とし、 $T_p \times$ 膜厚 (μ m) を連続システムの堆積速度として評価した。この堆積速度と投入電力の関係を Fig. 3 に示す。Co-Cr, パーマロイいずれのターゲットにおいても投入電力を増すと比例して堆積速度が増すことがわかる。投入電力 2.5 kw では、厚み 0.5 μ m のパーマロイ層、厚み 0.1 μ m の Co-Cr 層それぞれに対し、作製速度 T_p は 5 cm/min, 20 cm/min を得ている。また Co-Cr ターゲットはパーマロイのそれよりも単位電力当たりの堆積速度がわずかながら小さい。この差は図中に示したターゲットと基板の距離 D_{S-T} の違いによるものと考えられる。すなわち、材料の相違やターゲット内部の磁界分布に違いがあるものの、二つのターゲットの電力効率と同程度であると考えられ

Fig. 3 Feeding speed of base film, $T_p \times$ film thickness vs. input power for both Co-Cr and Permalloy sputtering sources.

る。

パーマロイ層の作製速度依存性 SPT ターゲットで連続作製したパーマロイ層の抗磁力は作製速度には依存しないてほぼ 1 Oe 以下の軟磁気特性を示すことがわかって⁹⁾。しかし、Co-Cr 層の下地としてのパーマロイ層は結晶配向性^{13), 14)}のみならず結晶性においても優れていることが望ましい¹⁰⁾。そこで、作製速度と結晶配向・結晶性について調べ、その結果を Fig. 4 に示した。製膜速度を 1 cm/min から 4 cm/min に速くすると fcc(111) 回折線の $\Delta\theta_{50}$ は小さくなりピーク強度は大きくなる¹⁵⁾ことがわかる (他の回折線は検出されなかった)。これは前に報告したように製膜中の不純物ガスの影響が受けにくくなる¹⁵⁾ためと考えられる。このように SPT ターゲットでも、作製速度を速くするほどパーマロイ層の結晶性はより優れたものになる。

次に、堆積速度の異なる、すなわち結晶性の異なるいくつかのパーマロイ層を用い、その上に Co-Cr 層 (0.1 μ m) を同一条件 (同一作製速度) で作製した。その Co-Cr 層の hcp(002) 面における $\Delta\theta_{50}$ と X 線ピーク強度について調べた結果を Fig. 5 に示す (ここでも他の回折線は検出されなかった)。パーマロイ層の $\Delta\theta_{50}$ が小さく、fcc(111) X 線ピーク強度が大きくなるに従って、Co-Cr 層の $\Delta\theta_{50}$ は小さく、ピーク強度は大きくなっている。すなわち、高速作製したパーマロイ下地層ほどその上の Co-Cr 層の結晶配向 $\Delta\theta_{50}$ のみならず結晶性までも向上している¹⁾。これは蒸着法と同じ結果で、スパッタ法による連続作製においても Co-Cr 層がパーマロイ層の上にエピタキシャル成長するためと言える。

再生電圧は基本的に Co-Cr 層の偏析による抗磁力の違いに依存するが、高密度では結晶配向¹⁶⁾ならび結晶性^{10), 11)}に大きく依存する。そこで、パーマロイ層の作製速度の高速化に伴う結晶性の改善と記録密度特性の関連を調べた。Fig. 6 はその結果で横軸にはパーマロイ層の

Fig. 4 Through-put (T_p) of Permalloy layer vs. both $\Delta\theta_{50}$ and peak intensity of fcc(111) vs. through-put, T_p , for continuous fabrication of Permalloy layer.

Fig. 5 (A) Crystal orientation for Co-Cr layer as a function of $\Delta\theta_{50}$ of fcc(111) for Permalloy. (B) Peak intensity of hcp(002) of Co-Cr layer as a function of that of fcc(111) for Permalloy under layer.

作製速度をそのまま表示している。2nd peak ratio, D_{50}^* 共にパーマロイ層の作製速度を速くするほど大きな値になった。したがって、高密度記録のためには二層膜媒体のパーマロイ層をSPTターゲットで高速作製することが有効である。

Co-Cr 層の作製速度依存製 上で述べた作製速度の効果はCo-Cr層自身の作製にも期待できる。Fig. 7 は同一条件で作製したパーマロイ層上にCo-Cr層の作製速度を変えて製膜し、その速度とCo-Cr層の結晶配向性・結晶性の関係を調べた結果を示している。Co-Cr層の作製速度を4倍にすると $\Delta\theta_{50}$ は 20° より 12° と小さくなり、(002) X線ピーク強度は約3倍になることがわかる。この結晶性の向上の記録密度特性に及ぼす効果を調べた結果がFig. 8である。Co-Cr層もその作製速度を速くした方が2nd peak ratioで10から40%と約4倍に D_{50}^* で90 kFRPIから120 kFRPIへとかなり大きくなることわかる。このように、裏打ち層だけでなく、Co-Cr層においてもその作製速度を速めることが高性能媒体を作製する上で有利になることがわかった。

マスクの効果 ベースフィルム供給側のマスク・基板

Fig. 6 Change of 2nd peak ratio and D_{50}^* with through-put, T_p , of Permalloy layer deposition.

Fig. 7 Change of between $\Delta\theta_{50}$ and X-ray peak intensity for hcp(002) of Co-Cr layer as a function of through-put, T_p , of Co-Cr layer deposition.

Fig. 8 Change of 2nd peak ratio and D_{50}^* with through-put, T_p , of Co-Cr layer deposition.

間の隙間が大きいと、斜め入射スパッタ粒子などによる成長初期層の結晶配向が乱れそのまま最終膜厚の配向も乱れると言われている^{3), 8), 17)}。上の実験では $d=3$ mmであるが、この効果を抑えるために $d=0.3$ mmで連続作製を行った。ここでは、実験の都合で下地パーマロイ層は $\Delta\theta_{50}=16\sim 19^\circ$ と配向の劣るものを用いている。Fig. 9には、 $d=3$ mmの場合と比較して結果を示す。 $d=3$ mmの場合、Co-Cr層の $\Delta\theta_{50}$ が狭くなくてもピー

Fig. 9 Relation between $\Delta\theta_{50}$ and peak intensity of Co-Cr layers by SPT sputtering source for different d and substrates.

ク強度は高々 1000 cps/μm 前後である。これに対し $d = 0.3$ mm にした場合、Co-Cr 層のピーク強度は 3.5 倍も大きくなることがわかる。ただし、 $\Delta\theta_{50}$ に大きな改善がみられなかった。このことから、エピタキシャル成長により Co-Cr 層の結晶配向が向上しない場合でも、成長初期に斜め入射するスパッタ粒子の影響を抑えることによって、結晶欠陥だけはより少ない状態で Co-Cr 層を形成できることがわかる。一方、非結晶性の高分子ポリイミドフィルム上に $d = 0.3$ mm で直接製膜した Co-Cr 層の $\Delta\theta_{50}$ はバッチ式でも知られているようにかなり小さい。したがって、パーマロイ層の $\Delta\theta_{50}$ をさらに 10° 以下に小さくすれば Co-Cr 層の $\Delta\theta_{50}$ を小さくできると考えられる。

Fig. 10 は、ポリイミドフィルム基板上に連続作製した Co-Cr 単層膜の磁気特性の投入電力依存性である。パラメータとして、 $d = 0.3$ mm, 3 mm の両条件の結果を示している。図より、 $d = 0.3$ mm で製膜した方が Co-Cr 層の垂直方向の抗磁力 $H_{c\perp}$ の電力依存性すなわち堆積速度依存性が少なく、 $H_{c\perp}$ の値が最も大きく得られている。これは Cr 粒界偏析の効果と言うより、膜厚方向に欠陥の少ない粒子成長が促進され、結晶磁気異方性による垂直磁気異方性が大きくなったためと考えられる。このように、優れた媒体を得るには、本実験の SPT ターゲットにおいても斜め初期入射スパッタ粒子の影響を抑えるために、 d を小さくすることが重要である。

4. ま と め

高速作製の新しいスパッタターゲットを用いて媒体を連続作製した。高品質媒体を得るには磁気特性、結晶性、結晶配向性いずれの観点からも高い電力を投入し、高速作製することが望ましい条件であった。その結果として、高速作製するほど記録密度特性の優れた媒体を得

Fig. 10 Change of $H_{c\perp}$ of Co-Cr layers with input power for deposition as a parameter of d .

ることができた。したがって、この SPT ターゲットは二層膜垂直磁気記録媒体の高速連続作製に適すると言える。

いつもご指導を頂いている東北工業大学学長岩崎先生に感謝致します。また、ポリイミドフィルム、ターゲット材をご提供頂いた宇部興産(株)、鐘淵化学工業(株)、(株)トーキン、SPT ターゲットの作製、実験に協力頂いた本学玉川、渡辺両技官、大学院生藤村、大木島両君に感謝する。

文 献

- 1) 杉田：応磁セミナー，37 (1985).
- 2) 岩崎，他：昭 55 電気関係東北支部大，1A4.
- 3) 松岡，他：信学論 (C)，J67-C，3，254 (1984).
- 4) M. Mayr *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2049 (1987).
- 5) K. Nakamura *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-18**, 1080 (1982).
- 6) M. Kume *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-22**, 1161 (1986).
- 7) Y. Tanaka *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2046 (1987).
- 8) 伊藤，他：第 9 回日本応用磁気学会学術講演集，26aA-10 (1985).
- 9) 大内，他：日本応用磁気学会誌，**14**, 65 (1990).
- 10) 田所，他：信学会技報，**MR89-1**, 1 (1989).
- 11) 田河，他：第 14 回日本応用磁気学会学術講演集，10aA-5 (1990).
- 12) S. Yamamoto *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2070 (1987).
- 13) 岩崎，他：昭 54 電気関係東北支部大，1F6.
- 14) 上坂，他：昭 56 信学会半導体・材料部門全国大会，S7-1 (1981).
- 15) 岩崎，他：日本応用磁気学会誌，**10**, 62 (1986).
- 16) Futamoto *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-21**, 1426 (1985).
- 17) Y. Nimurta *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2043 (1987).

1990 年 12 月 3 日受理，1991 年 2 月 28 日採録