バイアス・スパッタ法によるCo-Cr垂直磁気記録媒体の作製

Fabrication of Co-Cr perpendicular magnetic recording media by bias sputtering

山本 節夫、 松本 隆之、 栗巢 普揮、 松浦 満
山口大学 工学部

Setsuo YAMAMOTO, Takayuki MATSUMOTO, Hiroki KURISU and Mitsuru MATSUURA
Faculty of Engineering, Yamaguchi University

Abstract - Co-Cr perpendicular magnetic recording media were fabricated by using an RF diode sputtering apparatus with applying DC bias voltage to a substrate holder. As the DC bias voltage increases, perpendicular orientation of cobalt c-axis deteriorates, and perpendicular magnetic anisotropy decreases. At the proper bias voltage, high perpendicular coercivity is achieved by moderating the influence of impurity gas, and consequently the high reproduced voltage is obtained at high-densities.

Keyword: perpendicular magnetic recording,
Co-Cr, sputtering, bias

1. はじめに

垂直磁気記録方式の提案以来、その記録媒体材料としてこれまでにCo系、Fe系のさまざまな磁性材料が開発されている中で、スパッタリング法で成膜されたCo-Cr薄膜は最も高密度記録の実績のある媒体材料である¹⁻³⁾。

スパッタリング法による磁性薄膜の作製において、Arスパッタガス圧、基板温度といったパラメーター以外で、磁気特性・結晶性・微細構造などを変えることのできる手段としては、基板に負のバイアス電圧を印加することによってArイオンで膜表面を衝撃しながら薄膜を堆積させる、いわゆるバイアス・スパッタ法がある。Arイオンによる基板衝撃の効果としては、peening効果の他に、膜表面に弱く付着した分子・原子などを除去する効果、基板表面の実効的な温度を上昇させる効果などがあり、これらの効果をうまく利用すれば高密度記録に適した垂直磁気記録媒体を作製できる可能性がある。

バイアス・スパッタ法によるCo-Cr薄膜の作製に関しては既にいくつかの研究結果が報告されている。たとえば、通常の高周波スパッタリング装置によるバイアス・スパッタにおいて、負の基板バイアス電圧を増加させると、飽和磁化 M_s および垂直磁気異方性磁界 H_k は単調に減少すること、適当なバイアス電圧においてCo(002)面からのX線回折強度は極大値を、ロッキング曲線の半値幅 $\Delta\theta_{50}$ は極小値をとることが報告されている⁴⁾。また、対向ターゲット式スパッタ装置によるバイアス・スパッタにおいては、適度な基板バイアス電圧を印加することによって柱状ではない緻密な構造のCo-Cr膜が得られること、負の基板バイアス電圧を増加させると、垂直磁気異方性、垂直方向抗磁力は単調に減少し、Coの配向は垂直から面内へと変化することなどが報告されている^{5,6)}。さらには、イオンビームスパッタ法によるCo-Cr膜の作製において、成膜時に基板にイオンの同時照射を行うと垂直配向が劣化するという研究結果もある⁷⁾。

これらの結果をみると、バイアス・スパッタ法などによる基板へのイオン衝撃は垂直磁気異方性を減少させるという点では一致しているものの、その他の磁気特性、結晶性、結晶配向性への影響については必ずしも同じ結果は得られていないように思われる。しかも高密度記録に適した媒体の作製という観点からみて、バイアス・スパッタという手法がはたして本当に有効な手法かどうかという点については明らかになっていないように思われる。

そこで本研究では、高周波2極スパッタリング装置を用いてバイアス・スパッタ法によりCo-Cr単層膜媒体を作製し、基板バイアス電圧が結晶性・磁気特性に与える影響について調べ、さらには試作した媒体についてリングヘッドによる記録特性の評価を行ない、バイアス・スパッタ法の有用性について検討した。

2. 実験方法

Co-Cr薄膜の作製には高周波2極マグネトロン・スパッタリング装置を使用した。成膜中、基板ホルダーにはバイアスとして0V～-250Vの範囲の負の直流電圧を印加した。このとき、基板ホルダーに流れる電流は、バイアス電圧が0Vのときには0.1A、-10Vのバイアス電圧ではその倍の0.2Aまで増加し、以後さらに負のバイアス電圧を増加させても電流はわずかに増加するだけで、-250Vのバイアス電圧を印可したときでも電流値は0.24Aであった。基板としては厚み30 μ mのポリイミドフィルム(Upilex)を使用し、ターゲットには直径が6インチで組成がCo₈₀Cr₂₀wt%の合金ターゲットを用いた。

成膜手順としては、200°Cまたは240°Cの温度で2時間ほど基板のガス出しをした後、 7×10^{-7} Torrまで排気し、プリスパッタの後、引き続きCo-Crの成膜を行なった。成膜時のスパッタ条件は、Arガス圧3.75mTorr、投入電力300W、基板温度180°Cまたは240°Cとした。作製したCo-Cr単層膜媒体の厚みはすべて0.1 μ m一定とした。Co-Cr薄膜の結晶構造はCuのK α 線を線源とするX線回折装置で、磁気特性は振動試料型磁力計(VSM)で評価した。記録特性の測定はフェライト・リングヘッドを使用し、フレキシブルディスク記録再生特性評価装置を用いて行なった。

3. 実験結果および考察

3.1 基板バイアス電圧が結晶性・磁気特性・記録特性におよぼす影響

本実験では、まずは基板ガス出しの条件を温度(T_{degas}) 200°Cで2時間とし、スパッタ時の基板温度(T_{sub})を180°Cとして、十分にガス出しを行なった場合について、基板バイアス電圧が結晶性・磁気特性・記録特性におよぼす影響を調べた。

図1に、垂直磁気異方性磁界(H_k)の基板バイアス電圧(V_b)依存性を示す。無バイアス時に4.5kOeあった H_k は、バイアスが深くなると急激に減少し、-50～-100V以上の負バイアス電圧では無バイアス時の1/2以下となった。また、無バイアス時には0.245であった面内方向の角形比($Mr_{\parallel}/Ms$)はバイアス電圧が深くなると単調に増大した。このように、基板バイアスの印加によるArイオンの衝撃は垂直磁気異方性を減少させる効果があるという、これまで報告されているのと同様な結果が得られた⁴⁻⁷⁾。

図1 垂直磁気異方性磁界および面内方向角形比の基板バイアス電圧依存性

図2 基板バイアス電圧を変えて作製したCo-Cr膜のX線回折パターン

図2は、基板バイアス電圧を0、-150V、-250Vと変えて作製したCo-Cr膜のX線回折パターンである。基板バイアス電圧をこの範囲内で変化させても、回折線の主なものはCoのhcp(002)面からのものであった。基板バイアス電圧が大きくなると、hcp(101)面からと思われる弱い回折線が現れたが、hcpの(100)面および(110)面および他の相からの回折線は観測されなかった。

図3はhcp(002)面からのX線回折ピーク強度と、その面のロッギングカーブから求めた $\Delta\theta_{50}$ の基板バイアス電圧依存性を示している。基板バイアス電圧が大きくなると、hcp(002)面からの回折線強度は減少し、 $\Delta\theta_{50}$ は増大する傾向がみられた。以上のことより、基板バイアスの増加に

図3 hcp(002)面からの回折線ピーク強度と $\Delta\theta_{50}$ の基板バイアス電圧依存性

図5 3kFRPIでの規格化再生電圧と D_{50} の基板バイアス電圧依存性

図4 抗磁力の基板バイアス電圧依存性

ともなう垂直磁気異方性の低下は、CoのC軸配向の悪化と結晶性の劣化に起因したものといえる。

図4に、基板温度180°Cで成膜した場合の垂直方向抗磁力($H_{c\perp}$)と面内方向抗磁力($H_{c\parallel}$)の基板バイアス電圧(V_b)依存性を示す。 $H_{c\perp}$ については、無バイアス時には480 Oeであったが、-50V~-100Vのバイアス電圧の時にはほぼ倍の800 Oeまで増加し、その後はバイアス電圧の増加とともに減少した。一方、 $H_{c\parallel}$ については、バイアス電圧が深くなるとゆるやかに減少した。このように基板バイアスに対する垂直磁気異方性と垂直方向抗磁力の変化の様子

は連動していない。適当なバイアス電圧においてCoのC軸の垂直配向度が劣化して垂直磁気異方性が低下しているにもかかわらず垂直方向抗磁力が増加したのは、Arイオンの衝撃によって基板の実効的な温度が上昇したことによるものと思われる。また、過剰なバイアス電圧での垂直方向抗磁力の減少は、垂直磁気異方性の大幅な低下によるものと思われる。

基板バイアス電圧を変化させて作製したCo-Cr単層膜を直径3.5インチのフレキシブルディスクに切り出し、記録再生特性を測定した。測定に使用した磁気ヘッドは光学ギャップ長が0.35 μ mでトラック幅が59 μ mのMn-Znフェライト・リングヘッドである。ヘッド・媒体間の相対速度は3m/secとした。

図5には、記録密度3kFRPIにおける規格化再生電圧(E_p)と、低密度での値の半分の電圧を与える記録密度(D_{50})の基板バイアス電圧依存性を示す。基板バイアスが-50Vのときには、無バイアス時よりも低密度再生電圧、 D_{50} ともに増加した。さらにバイアス電圧が増加すると低密度再生電圧および D_{50} は減少した。

リングヘッドとCo-Cr単層膜媒体との組み合わせにおいて高密度領域で高い再生電圧を得るには、大きな垂直磁気異方性と高い垂直方向抗磁力が不可欠であることが知られている⁹⁾。リングヘッドは垂直成分および長手成分が混在した円弧状の磁界分布を持っており、媒体内に垂直磁化を実現するためには記録媒体としては大きな垂直磁気異方性を持つことが必須の条件である。垂直磁気異方性が大きい

ほど孤立再生波形はダイパルス状となり、 D_{50} は向上する。一方、垂直方向抗磁力は残留磁化の大きさを決定する因子であり、これが高いほど大きな残留磁化が実現され、高い再生電圧が得られる。これは、垂直磁気記録においては、磁化転移点では減磁界が作用しないために鋭い磁化転移幅が実現されるものの、転移点から離れた場所では垂直方向の減磁界が作用するためこれに対抗して大きな残留磁化を得るには高い抗磁力が必要であることに基づいている。

一般には、Co-Cr薄膜は垂直磁気異方性が大きい場合に高い垂直方向抗磁力が得られる。ところが図1および図4からわかるように基板バイアス電圧に対しては垂直磁気異方性の変化と垂直方向抗磁力の変化が連動していない。このような観点から、図5の記録特性の測定結果をみると、バイアス電圧による低密度再生電圧の変化は垂直方向抗磁力の変化を反映したものであり、 D_{50} の大きな変化は基本的には垂直磁気異方性の影響を強く反映したものであるといえる。ただし、バイアス電圧0V～-50Vの範囲において D_{50} が向上しているのは図4に示された垂直方向抗磁力の著しい増加によるものと思われる。

3.2 不純物ガスによる基板バイアス効果の違い

基板にバイアス電圧を印加することは、成膜中にArイオンが基板を衝撃することになり、その際、基板に吸着していた不純物ガス分子などが取り除かれる効果も期待される。したがって、基板表面の不純物ガスの状態によって、基板バイアスがCo-Cr膜の結晶性・磁気特性、さらには記録特性に与える影響も変わることが予想される。

そこで、基板表面の不純物ガスの量が異なった状態を実現するため、基板ガス出し温度(T_{degas})とスパッタ時の基板温度(T_s)の高低関係を、

(a) $T_{\text{sub}}=180^\circ\text{C}$, $T_{\text{degas}}=200^\circ\text{C}$

(b) $T_{\text{sub}}=240^\circ\text{C}$, $T_{\text{degas}}=240^\circ\text{C}$

(c) $T_{\text{sub}}=240^\circ\text{C}$, $T_{\text{degas}}=200^\circ\text{C}$

の3通りに設定して、基板バイアスの効果について調べた。

まず、(a)の場合についてはすでに前節で述べたとおりである。

スパッタ温度とガス出し温度がともに 240°C の場合(b)の、垂直磁気異方性と面内方向角形比、垂直および面内抗磁力、低密度での再生電圧および D_{50} の基板バイアス電圧依存性をそれぞれ図6、図7、図8に示す。負のバイアス電圧が0Vから-250Vまで増加すると、垂直磁気異方性磁界

図6 垂直磁気異方性磁界と面内方向角形比の基板バイアス電圧依存性

(スパッタ時の基板温度がガス出し時の温度と等しい場合)

図7 抗磁力の基板バイアス電圧依存性

H_k は4kOe程度から2.3kOeに減少し、面内方向角形比 $Mr_{//}/Ms$ は0.3から0.6に増加した。垂直方向抗磁力は無バイアス時には1000Oeであったが-20Vのバイアス電圧で1440Oeに増加し、それ以上のバイアス電圧では減少した。面内方向抗磁力はバイアス電圧の増加とともに単調に減少した。低密度(3kFRPI)での再生電圧は-50V付近のバイアス電圧印加ときに極大値を示し、 D_{50} は-10V程度のバイアス電圧時に極大値を示した。このように(b)の場合においても、バイアス値および変化の割合の点で多少違いはあるものの、前述した基板ガス出し温度 200°C 、スパッタ時の基

図8 3kFRPIでの規格化再生電圧と D_{50} の基板バイアス電圧依存性

(スパッタ時の基板温度がガス出し時の温度と等しい場合)

図9 垂直磁気異方性磁界と面内方向角形比の基板バイアス電圧依存性

(スパッタ時の基板温度がガス出し時の温度よりも高い場合)

板温度180°Cの場合(a)とほぼ同様な傾向であった。

一方これに対して、スパッタ時の基板温度を240°Cと、あえてガス出し温度200°Cよりも高く設定し、最も不純物ガスの影響が大きいと思われる場合(c)においては、図9、図10、図11のように、(a)や(b)とは異なる結果が得られた。垂直磁気異方性については、不純物ガスが少ない場合には基板バイアス電圧の印加とともに減少したのに対して、不純物ガスが多い場合には図9に示すように、-100V程度のバイアス電圧において垂直磁気異方性はいったん増加し、これにともなって面内方向角形比は減少した。これは基板バイアスを印加しないときには、不純物ガスの影響によって垂直磁気異方性が極端に低くなっていたものが、基板バイアスを印加した場合にはArイオン衝撃によって不純物ガスが除去され、本来の垂直磁気異方性が実現されたものと思われる。また、-50Vから-100V程度のバイアス電圧が基板に加わったときには無バイアス時に比べて、垂直方向抗磁力は3.4倍に、 D_{50} は2.0倍に増加しており、不純物ガスが少ない(a)および(b)の場合よりも増加の割合が著しい。

記録特性については図11に示されるように、 D_{50} は無バイアス時には35kFRPIであったがバイアス電圧が-50V~-100Vのあたりでは70kFRPIと飛躍的に向上している。これは垂直磁気異方性の増大と垂直方向抗磁力の増加との相乗効果によるものである。一方、低密度再生電圧に

図10 抗磁力の基板バイアス電圧依存性

については大きな変化はなくほぼ一定で、垂直方向抗磁力との対応関係はみられなかった。この原因については、無バイアス時に垂直方向抗磁力が230Oeと極端に低く、かつ垂直磁気異方性磁界も1.8kOeと極めて低い媒体を、無理に垂直磁気記録媒体とみなして垂直方向抗磁力だけに着目して記録特性との関係を解釈しようとするところに無理があるようにも思われ、これについてはさらに検討を要する。

図11 3kFRPIでの規格化再生電圧と D_{50} の基板バイアス電圧依存性
(スパッタ時の基板温度がガス出し時の温度よりも高い場合)

4. まとめ

バイアス・スパッタ法によるCo-Cr単層膜の作製について次のことが明らかになった。

基板に負のバイアス電圧を加えると、Coの垂直配向性は低下し、垂直磁気異方性は減少する。しかし、-100V以下の適当な大きさのバイアス電圧は垂直方向抗磁力の増加をもたらす、不純物ガスが多い状況においては不純物ガスの影響を緩和する。

リングヘッドとCo-Cr単層膜媒体の組み合わせにおいて、高い再生電圧と高い D_{50} を実現するには、大きな垂直磁気異方性と高い垂直方向抗磁力が必要であるが、バイアス・スパッタ法では垂直磁気異方性と垂直方向抗磁力を連動せずに変化できるので、適切な基板バイアス電圧を選択することによって無バイアスのスパッタ法よりも高密度領域でより高い再生電圧が得られる記録媒体を作製できる。

本研究は文部省科学研究費補助金奨励研究(A) (課題番号: 05750314) および中国電力技術研究財団試験研究助成の援助を受けて行われた。

また、本研究ではCo-Cr薄膜の作製において、宇部興産株式会社無機材料研究所所長 寺井健二氏、鬼頭良造氏、安村守人氏に便宜をはかっていただいた。心より感謝いたします。

参考文献

- 1) S. Iwasaki, Y. Nakamura: "An Analysis for the Magnetization Mode for High Density Magnetic Recording", IEEE Transactions on Magnetics, Vol.MAG-13, No.5, pp.1272-1277 (1977).
- 2) S. Iwasaki, K. Ouchi: "Co-Cr Recording Films with Perpendicular Magnetic Anisotropy", IEEE Transactions on Magnetics, Vol.MAG-14, No.5, pp.849-851 (1978).
- 3) S. Yamamoto, Y. Nakamura, S. Iwasaki: "Extremely High Bit Density Recording with Single-Pole Perpendicular Head", IEEE Transactions on Magnetics, Vol.MAG-23, No.5, pp.2070-2072 (1987).
- 4) 山下、大越、本多、楠田: "CoCrスパッタ膜の基板バイアス効果", 第8回日本応用磁気学会学術講演概要集, 13aA-1, p.1 (1984).
- 5) S.Kadokura, M. Naoe: "Plasma Effects on the Co-Cr Deposition in Opposing Targets Sputtering Method", IEEE Transactions on Magnetics, Vol.MAG-18, No.6, pp.1113-1115 (1982).
- 6) 山城、中川、直江: "対向ターゲット式スパッタ法で作製したCo-Cr膜の結晶配向に及ぼすバイアス電圧の効果", 日本応用磁気学会誌, Vol.17, No.2, pp.97-100 (1993).
- 7) 田子、柳沢、戸島: 電子通信学会技術報告, CPM84-128 (1986).
- 8) 鈴木、岩崎: 電子通信学会技術研究報告, MR81-8 (1981).