ポストアニールを用いて形成したCoPt基合金媒体に及ぼす Crの含有効果

Magnetic Coupling between Grains in Post-annealed CoPt-based Alloy Thin Film Improved by Cr Addition

向井良一、山中一典、押木満雅

(株)富士通研究所 ペリフェラルシステム研究所 磁気ディスク研究部

Ryoichi Mukai, Kazunori Yamanaka, and Mitsumasa Oshiki

Magnetic Disks Lab., Peripheral Systems Lab., Fujitsu Lab. Ltd.

Abstract- Segregation of Cr at the grain boundaries of post annealed CoPt and CoCrPt alloy/Cr thin film systems has been investigated for decreasing magnetic coupling between grains in magnetic thin film. It has been found that Cr is diffused from the Cr underlayer into the CoPt magnetic layer during this post annealing, resulting segregation at the grain boundaries. In addition to the Cr diffusion from underlayer, Cr is diffused from magnetic grains in CoCrPt/Cr structure case. Therefore, the addition of Cr to as-deposited Co-based magnetic film causes increase of the segregation. In the case of 20 nm-thick CoCrPt/ 50 nm-thick Cr system, the coercivity of maximum value 4.6 kOe and H_c/H_k^{grain} of maximum value 0.46 were obtained after post annealing at 460 °C.

1. はじめに

40年間におよびハードディスク・ドライブ装置の性能向上を目指して行なわれた歴史の中で、常にその記憶容量を増大させる要求がなされ、その要求に答えるための努力が行なわれてきた。磁気ディスク媒体に関しては、面記録密度の向上を可能とするための開発が進められている。開発レベルでは、2000年までに20 Gb/in²の高面記録密度を達成することが要望されている。

この様な20 Gb/in²以上の高記録密度を達成するには、1ビット当たりの占める記録面積の減少に伴う出力の低下に対応するために磁気ヘッドと媒体間のスペーシングを19nm以下に狭める必要が生ずる。このため、これまで一般的に用いてきたディスク基板面に凹凸を形成する、メカニカル・テクスチャーによって磁性結晶粒の配向を制御して記録磁化方向（ディスクの円周方向）の高保磁力化を図る技術が利用できなくなる。したがって、面内等方性媒体構造を有する磁性膜で3 kOe以上の高保磁力化と低ノイズ化を図ることが必要になる。

特定の結晶磁気異方性磁界 (H_k^{grain}) を有した多結晶Co基合金磁性膜では磁性結晶粒間の磁気的な粒間相互作用を低減することによって高保磁力化と低ノイズ化を図ることができる。この低減のレベルを表す量として規格化保持力 (H_c/H_k^{grain}) がある。面内等方性媒体で、磁気的粒間相互作用が消滅した場合には0.5の値が示される。¹⁾ 多結晶構造を有する磁性膜で、この粒間相互作用の低減を図るには結晶粒界での非磁性物質の偏析を起こして磁性結晶粒の磁気的孤立化を促進することが必要である。

媒体形成方法として現在広く用いられているスパッタ法による薄膜形成技術では、スパッタ・ターゲット内に含有させた非磁性物質であるCrを磁性膜の堆積中にその結晶粒界に偏析させる工夫がなされている。実際には、このCr偏析を促進させるために、スパッタ・ターゲット内へのTaまたはWのさらなる含有と、バイアス印加によるin-situクリーニングを併用する試みが一般的に行

なわれている。^{2, 3)} また、バイアス印加によるin-situクリーニングの代りにスパッタ装置のベース圧力の低減とppbオーダーまで不純物を排除した超高純度Arガスの使用の組合せを試みた報告もなされている。^{4, 5)} この様なCr偏析を目指した試みの他に、磁性膜の堆積時にSiO₂を同時にターゲットからスパッタ放出させてSiO₂を結晶粒界に偏析させる工夫もなされている。^{6, 7)} しかし、これらのスパッタ法による堆積中に非磁性物質を結晶粒界に偏析させることを試みた方法では0.35程度の H_c/H_k^{grain} 値を得ることが限界であった。

この低 H_c/H_k^{grain} 値の問題を解決するために、磁性膜の堆積後にポストアニールを行う方法が試みられた。⁸⁾ この方法では、アニールによって下地Cr層から磁性膜中へCrが拡散して粒界偏析を実現できた。しかし、この方法では0.35以上の高い H_c/H_k^{grain} 値を得るためには650°C以上の高温アニールが必要になるという新たな問題を生じさせている。

なお、媒体の保磁力を高めるには、その粒間相互作用を低減させるだけでなく、結晶磁気異方性磁界である H_k^{grain} 値を高めることが必要である。結晶磁気異方性を有するCo基合金の H_k^{grain} 値はPtの含有によって高めることができる。⁹⁾

本報告では、粒間相互作用の低減を図るために行うポストアニールにおいてCrを含有したCo基合金磁性膜を用いる効果と、そのポストアニールによって誘起されるCr拡散に及ぼされる磁性膜の堆積状態の影響を実験的に検討した結果を示す。

2. 実験方法

下地層と磁性層の堆積、ポストアニール、保護膜層の堆積は真空状態を保持して順次連続させてスパッタ装置内で行った。この装置のベース圧力は 3×10^{-7} Torrであり、堆積は全てArガス圧力を3mTorrにして行い、ポストアニールはベース圧力下で実行した。下地層はCrターゲットを用いて50nm厚、磁性層はCo₇₅Cr₁₃Pt₁₂またはCo₈₈Pt₁₂ターゲットを用いて20nm厚、各々ノンバイアス・スパッタ法によって堆積した。なお、基板には560°C程度の高温度下でも使用可能な熱酸化SiO₂膜を表面に形成した2.5in Non-textured Siディスクを用いた。

なお、B-Hループの測定にはVSMを、そして H_k^{grain} 値の測定にはトルクメータを用いた。

3. 結果と考察

3. 1 磁性膜の堆積時にCrを含有する効果

ここでは、磁性粒と下地層の2つのCr拡散源から磁性膜の結晶粒界へCrがポストアニールによって拡散して偏析することにより実現される粒間相互作用の低減現象に対して、磁性膜の堆積時にCrを含有させる効果を検討する。

図1には、基板温度を室温にして堆積した磁性膜をポストアニールした際に観察されたポストアニール温度に依存して変化する保磁力(H_c)の様子を示す。この図では、堆積時にCrを含有し

図1 室温堆積したCoCrPtとCoPt磁性膜が示す保磁力とポストアニール温度の関係。

たCoCrPtとその含有の無いCoPt磁性膜について比較されている。アニール温度を高める過程で特定のこの温度を超えた点から H_c の増加が始まっている。この H_c の増加が始まるアニール温度はCr含有の有無によって異なっている。堆積時にCr含有されたCoCrPtの方が、堆積時にCr含有されないCoPtより低いアニール温度からこの H_c の増加が始まっていることが確認できる。この増加は、図2に示す様に、ポストアニール温度に H_k^{grain} 値が依存しないことから粒間相互作用の低減が反映した結果と考えられる。この低減レベルを示す H_c/H_k^{grain} 値は最高0.46にも達し、面内等方性媒体で粒間相互作用が消滅した場合に示される0.5に迫る値が得られている。

一方、堆積時Cr含有の無いCoPt磁性膜では、図3に示す様に、 H_k^{grain} 値は400°Cまで一定の値を示すが、さらにアニール温度が高くなると増加することが観察される。ここで注目すべきことは、

400°Cのポストアニールを行った際に、 H_k^{grain} 値の増加が見られないにもかかわらず H_c が増加して H_c/H_k^{grain} 値の増加が認められることである。この増加は下地層からのCr拡散がまず磁性膜の結晶粒界で生じて、この結晶粒界で偏析現象が起こせたことを示す結果と考えられる。さらに、アニール温度を高めた際に観察される H_k^{grain} 値の増加は磁性結晶粒中へもこのCr拡散が浸透したことを示す結果と考えられる。

以上の結果から、堆積時にCrが含有された磁性膜ではポストアニールによって下地層からのCr拡散に加えて磁性粒からのCr拡散を誘起してこれを磁性膜の結晶粒界に偏析できることが実験的に確認できた。さらに、磁性粒からのCr拡散は下地層からのそれに比べてより低いポストアニール温度で生じるのでプロセス温度の低温化に有用であることも明らかにできた。

図2 室温堆積したCoCrPtでの結晶磁気異方性と規格化保磁力のアニール温度依存性。

図3 室温堆積したCoPtでの結晶磁気異方性と規格化保磁力のアニール温度依存性。

3. 2 磁性膜の堆積状態がCr拡散に及ぼす影響

前項では室温で堆積したCo基金磁性膜をポストアニールして得られた結果を示した。この結果では、堆積時にCr含有したCoCrPt磁性膜を用いることによって下地層からのCr拡散に加えて磁性粒からのCr拡散を誘起して、これを磁性膜の結晶粒界に偏析できることが実験的に確認できた。しかも、磁性粒からのCr拡散は下地層からのそれに比べてより低いポストアニール温度で生じさせることができることを明らかにできた。

ここでは、この様なCr拡散に及ぼされるCoCrPt磁性膜の堆積状態の影響を検討する。

図4は、CoCrPt磁性膜が示すポストアニール温度に依存した保磁力の変化に対してその磁性膜の堆積温度が影響を及ぼすことを示す結果である。堆積状態はこの基板温度によって影響を受けて異なると考えられる。この図中では図1でも示した室温堆積した磁性膜の結果と250°Cで堆積した磁性膜の結果を比較した。ここで示した両者の結果の比較から250°Cで堆積した場合の方が保磁力の増加が始まるポストアニール温度と最高の保磁力が得られるそれが室温堆積した場合よりも高温を必要とすることが確認できる。しかも、これらの結果が得られるポストアニール温度が図1に示したCoPt磁性膜から得られた結果と一致する。つまり、保磁力の増加が始まるアニール温度が350°Cより高温であり、最高の保磁力が得られるそれが550°C程度になることである。

以上の結果から、250°Cで堆積したCoCrPt磁性膜ではポストアニールによって誘起されなければならない磁性粒からのCr拡散が阻害されていると考えられる。

図4 室温と250°Cで堆積したCoCrPt磁性膜が示す保磁力とポストアニール温度の関係を比較した結果。

この様な磁性粒からのCr拡散の阻害によって最高の保磁力を得るのに必要とするポストアニール温度が高温化してしまうという問題を招いてしまう。

図5には、室温で堆積したCoCrPt磁性膜のポストアニール前後の多結晶構造状態をTEM観察によって比較した結果である。この場合には、最高の保磁力が得られる460℃のポストアニールによって大半を占める大きさの結晶粒が拡大化されていないことが確認できる。むしろ、as-depo状態で観察された微小結晶粒がこのアニールによって消滅されて20~30nmの結晶粒サイズに均一化が図れている。

一方、図6に示す様に、250℃で堆積したCoCrPt磁性膜では最高の保磁力が得られる580℃のポストアニールによって磁性結晶粒の拡大化が起こってしまっている。その結晶粒サイズは最大60nm程度にまで拡大化されている。この様な大きさの磁性結晶粒で構成された磁性膜では高記録密度化には適合できない。

4. 結論

ポストアニールを用いた媒体形成技術では、このアニールによる磁性結晶粒の拡大化を防止するために、高保磁力化と高規格化保磁力化に必要とするアニール温度を低減しなければならない。このために、堆積時のCr含有と堆積温度の低減によって下地層からのCr拡散に加えて磁性粒からのCr拡散を生じさせることが必要であることを確認できた。

参考文献

- 1) M.Takahashi, T.Shimatsu, M.Suekane, M.Miyamura, K.Yamaguchi, and H.Yamasaki, IEEE Trans. Magn. MAG-28, 3285 (1992).
- 2) N.Tani, T.Takahashi, M.Hashimoto, M.Ishikawa, Y.Ota, and K.nakamura, IEEE Trans. Magn. MAG-27, 4736 (1991).
- 3) 松村、宮本、林、吉川、第20回日本応用磁気学会学術講演会概要集、p.199 (1996).
- 4) T.Shimatsu, M.Imakawa, S.Ishibashi, and M.Takahashi, The Proceedings of 14th ICMFS and E-MRS Joint Colloquium,

Germany, 1994, p.213.

- 5) M.Imakawa, S.Ishibashi, A.Hatashita, T.Shimatsu, and M.Takahashi, The Proceedings of 14th ICMFS and E-MRS Joint Colloquium, Germany, 1994, p.247.
- 6) T.shimizu, Y.Ikeda, and S.Takayama, IEEE Trans. Magn. MAG-28, 3102 (1992).
- 7) A.Murayama, S.Kondoh, and M.Miyamura, J. Appl. Phys. vol.75, 6147 (1994).
- 8) M.Sato, Y.Onishi, and A.Nakaue, IEEE Trans. Magn. MAG-29, 3685 (1993).
- 9) T.Yogi and T.A.Nguyen, IEEE Trans. Magn. MAG-29, 307 (1993).

図5 TEM観察によって室温堆積したCoCrPt磁性膜の
ポストアニール前後の多結晶状態を比較した結果。

図6 TEM観察によって250°C堆積したCoCrPt磁性膜
のポストアニール前後の多結晶状態を比較した結果。