CoCrTa/Ti/CoZrNb 垂直二層膜媒体における Ti 層厚の低減と磁気特性

Effect of a Ti Seed-Layer on the Magnetic Properties of CoCrTa/Ti/CoZrNb Perpendicular Recording Media

島津武仁, パウフィ・スリスティオ, 駒込博泰, 渡辺 功, 杉田 恒, 中村慶久

東北大学電気通信研究所, 〒980-8577 仙台市青葉区片平 2 丁目 1 番 1 号

T. Shimatsu, P. Sulistio, H. Komagome, I. Watanabe, Y. Sugita, and Y. Nakamura

Research Institute of Electrical Communication, Tohoku University, 〒980-8577, Katahira 2-1-1, Aoba-ku, Sendai

(1998 年 10 月 13 日受理, 1998 年 12 月 4 日採録)

The effect of a Ti seed-layer on the magnetic properties and microstructures of CoCrTa was studied in CoCrTa/Ti/CoZrNb double-layered perpendicular recording media. It was revealed that a thin Ti film of 5 nm, deposited at a substrate temperature of 230°C, gave the most enhanced c-axis alignment perpendicular to the film plane, showing the greatest perpendicular anisotropy. This large anisotropy yielded the best magnetic and recording properties under the present experimental conditions. The read-back amplitude at this Ti thickness was 3 times larger than that without the Ti layer, resulting in a higher ratio of signal to media noise. There was no significant loss in recording resolution due to the non-magnetic Ti space between the CoCrTa recording layer and the CoZrNb underlayer.

Key words: double-layered perpendicular recording media, Ti seed-layer, coercive force, squareness, magnetic anisotropy, preferred grain orientation, grain size, signal-to-noise ratio, recording resolution

1. はじめに

垂直二層膜媒体と単磁極ヘッドを組み合わせた垂直磁気記録方式は、高い信号分解能が期待されること^{1,2)}、および、高密度ほど記録磁化内部の反磁界が低減するため磁化の熱揺らぎが低く抑えられることなどから、面内媒体に代わる超高密度記録媒体として検討が続けられている。

薄膜媒体の記録層の構造をシード層を用いて制御する手法は、面内または垂直の記録方式の違いによらず広く検討されている。垂直記録媒体の場合、Ti のシード層が記録層の特性に与える影響について、いくつか報告されており³⁻⁶⁾、Ti 膜の挿入が、記録層の結晶粒の配向性向上、保磁力・残留磁化値の増大などに大きく影響することが明らかになっている。

しかし、一般に用いられる Ti 層の厚みは 50nm またはそれ以上と厚いため、二層膜媒体では、Ti 層の挿入による裏打ち層と記録層の間のスペース形成が、記録分解能を低下させてしまう点が指摘されている⁷⁾。従って、二層膜媒体に本手法を用いるためには、より薄い Ti 層厚で構造の制御

を行うことが必要不可欠となる。また、更なる高密度化、熱安定性の向上のために、垂直異方性の大きさを定量的に評価することが重要である。しかし、Ti 中間層の厚みと垂直磁気異方性に関する定量的な報告はなされていない。

そこで、今回は、Ti 膜をシード層に用いた CoZrNb/Ti/CoCrTa 二層膜媒体を作製し、Ti 層の挿入による微細構造の変化が、磁気異方性をはじめとする磁気特性、および記録再生特性に与える影響について検討を行った。

2. 実験方法

試料は、2.5 インチφガラスディスク基板上に、RF マグネトロンスパッタ法により作製した。裏打ち層には、室温（基板温度）で製膜した膜厚 1 μm の $\text{Co}_{91}\text{Zr}_3\text{Nb}_6$ 膜を用いた。Ti シード層は、室温あるいは 230°C で製膜した。 $\text{Co}_{82}\text{Cr}_{17}\text{Ta}_1$ 記録層の製膜温度は 230°C 一定とした。Ti の膜厚は 0～60nm、CoCrTa の膜厚は 15～70nm の範囲で変化させた。磁気異方性の評価には、Al 基板上に、CoZrNb 下地膜を作製せずに Ti および CoCrTa 膜を製膜した試料を用いて行った。

磁化曲線は極カー効果を用いた磁化曲線測定装置により測定した。飽和磁化は VSM により求めた。垂直異方性の大きさは、トルク磁力計を用いて、磁気トルクの印加磁界依存性を測定して評価した。

記録再生特性の測定では、記録は浮上型単磁極ヘッド（トラック幅 2.0 μm, 主磁極膜厚 0.4 μm）、再生は MR ヘッド（トラック幅 1.4 μm, シールドギャップ 0.21 μm）を用いた。各記録密度の信号をスペクトラムアナライザを用いて取り込み、積分法（0～50MHz）により媒体ノイズを算出した。

3. 実験結果及び考察

3.1 磁化曲線の Ti 膜厚依存性

Fig. 1 は、CoCrTa 記録層の保磁力 H_c の Ti 膜厚依存性を示す。ここには、記録層が 50nm の結果を示した。図中には、Ti 膜を室温および 230°C で作製したそれぞれの結果と共に、Al 基板上に下地層を製膜せずに 230°C で作製した場合の結果についても示した。Ti 膜の製膜温度が 230°C の場

Fig. 1 Ti thickness dependence of the coercive force H_c of the CoCrTa recording layer.

合には、5nm の Ti 膜を製膜することで H_c は急激に増加し、その後、若干低下する傾向を示す。Ti 膜の製膜温度が室温である場合も、230°C の場合と同様な傾向を示しているが、Ti 膜厚が薄い領域では H_c 値の再現性が乏しい。これは、Ti 膜を室温で製膜した場合、その後の CoCrTa 層の製膜温度(230°C)まで基板を加熱する間に時間を要するため、Ti 膜表面の清浄性が保たれないためであると推察される。一方、Al 基板上に作製した試料では、 H_c の絶対値が全体的に低くなっているが、Ti 膜厚に対する依存性は全く同様である。

Fig. 2 には上述の中で Ti 膜を 230°C で作製した試料を例に、磁化曲線の角型比 M_r/M_s 、および保磁力近傍における磁化曲線の傾き $(\Delta M/M_s)/\Delta H$ を示した。5nm の Ti 膜の挿入により、角型比は 2.5 倍程度増加し、その後ほぼ一定の値を示している。また、磁化曲線の傾きも、5nm の Ti 膜厚においてほぼ飽和し、その後一定値を示すことがわかる。このような Ti 膜厚に対する依存性は、Ti シード層を室温で製膜した場合、および Al 基板上に作製した場合でも全く同様であった。

このような Ti シード層が CoCrTa 記録層の磁気特性に与える効果は、記録層の膜厚が薄いほど顕著に現れていた。Fig. 3 には、Ti 膜を 230°C で作製した場合を例に、媒体の H_c と記録層の厚みとの関係を示した。図中には、Ti 膜厚が 0, 5, 20, 40nm のそれぞれの結果が示してある。記録層厚が 70nm の場合には、Ti シード層を用いなくても H_c は 2kOe 以上の値を示しており、Ti シード層の効果が明確ではない。Ti 層を用いない場合には、記録層の低下にともない H_c 値は急激に低下し、30nm 記録層厚では 0.5kOe 程度にまで減少している。これに対し、Ti シード層を用いた場合には、記録層が 30nm においても 2kOe 近い H_c 値を維持しており、記録層が薄いほど、Ti シード層の保磁力に与える影響が大きい。しかし、Ti シード層の厚みの違いによる H_c の系統的な差は観察されていない。

Fig. 2 Ti thickness dependence of the squareness M_r/M_s and slope of the magnetization curve, $(\Delta M/M_s)/\Delta H$, at around H_c in the CoCrTa layer.

Fig. 3 Thickness dependence of H_c of the CoCrTa layer.

このように、保磁力、角型比などの媒体の磁気特性は、5nm 程度の Ti シード層を用いることで、Ti シード層が厚い場合と同程度あるいはそれ以上に優れていることがわかる。このことは、一般に用いられている Ti シード層の厚みよりも 1 桁程度薄い Ti 層の厚みで、記録層の構造制御が可能であることを示している。

3.2 垂直磁気異方性ならびに構造の変化

このような磁気特性の変化は、媒体の磁気異方性、および構造の変化と強く結びついていた。Fig. 4 には、Ti の製膜温度が 230°C である場合（ただし Al 基板上に作製した試料）を例に、垂直磁気異方性 $K_u^\perp$ ならびに反磁界エネルギー $-2\pi M_s^2$ の Ti 膜厚依存性を示す。ここに示した $K_u^\perp$ の値

Fig. 4 Ti thickness dependence of the perpendicular anisotropy $K_u^\perp$ of the CoCrTa layer. Here, $K_u^\perp$ is obtained by subtracting the shape anisotropy value of the demagnetizing energy $2\pi M_s^2$ from the measured value.

は、トルク磁力計を用いた磁気異方性の測定結果から試料の反磁界エネルギーを差し引いて求めた値である。比較のために今回の記録層の組成に最も近い $\text{Co}_{82}\text{Cr}_{18}$ 合金の結晶磁気異方性 K_u^C も合わせて示した。ここで、 K_u^C の値は、本組成におけるバルク合金に関して報告されている結晶磁気異方性磁界ならびに飽和磁化の値⁸⁾ から求めたものである。

$K_u^\perp$ の値は、5nm の Ti 膜を製膜することで急激に増大して最大値を示した後で、徐々に低下していることが分かる。この 5nm における $K_u^\perp$ の大きさは、 K_u^C と比較的近い値を示しており、このことは、結晶粒の c 軸（磁化容易軸）の垂直配向性が非常に優れた膜が、Ti 膜厚が 5nm で得られていることを示している。一方、反磁界エネルギーの大きさと比較すると、Ti=5nm においても $K_u^\perp$ 値は反磁界エネルギーを超える値にはなっていない。これは、図中に示した K_u^C の大きさと $2\pi M_s^2$ の大小関係から明らかなように、本実験に用いた CoCrTa の組成における K_u^C の大きさが $2\pi M_s^2$ に比べて本質的に小さいことに起因している。Fig. 2 に示した M_r/M_s の値が、Ti=5nm においても 0.5 程度である原因は、主にこのためであると考えられる。

X 線回折の結果、Ti 膜厚によらず、CoCrTa 層からは hcp(002) 面からの回折線のみが観測された。Fig. 5 は、CoCrTa-hcp(002) 面からの回折強度の変化を Ti 膜厚に対して示したものである。図中には、ロッキングカーブから求めた $\Delta\theta_{50}$ の値も示した。

X 線の回折強度は、Ti 膜厚の増加に対して急激に増加し、Ti 厚が 20nm 程度で極大を示した後、低下している。一方、 $\Delta\theta_{50}$ 値は、回折強度と逆比例する形で変化していることが分かる。ここで、Ti 膜厚の増加による回折強度の急激な増大は、c 軸の垂直配向性の向上に対応しているもの

Fig. 5 Ti thickness dependence of X-ray diffraction intensity coming from CoCrTa-hcp(002) planes. The values of $\Delta\theta_{50}$ for this crystal plane are also shown.

と考えられ、先述の垂直異方性の増加とよく対応している。しかし、回折強度が極大を示す Ti 膜厚は 10~20nm と、垂直異方性が最大となる膜厚よりも厚い。このことは、次に述べる粒径の変化と関係しているものと考えられる。一方、Ti 膜厚が厚い領域における $\Delta\theta_{50}$ の単調増加は、先述した垂直異方性の低下と対応しているものと考えられる。即ち、Ti 膜厚が厚くなると、その上に形成される c 軸の配向性が徐々に劣化することを示している。

Fig. 6 AFM and MFM (remanence state) images of media with Ti = 0 and 10 nm, respectively.

Fig. 6 は, Ti 膜厚が 0 ならびに 10nm のそれぞれの試料について, 媒体表面の AFM 像および残留磁化状態の MFM 像を示している. 図の(a), (c)より Ti シード層を用いることで粒径は増加しており, この結果は, すで報告されている結果⁷⁾と定性的に一致している. X 線の回折強度が, 結晶配向性の最も良いと考えられる 5nm よりも厚い Ti 膜厚において極大を示した (Fig. 5) 原因は, Ti 層の挿入による粒径の増加によるものであると考えられる. 一方, このような粒径の増加に対応して, MFM 像の磁気的クラスターの大きさも増加しており, この点から見れば, より薄い Ti 膜をシード層として用いることが媒体の高密度化に適していることがわかる.

3.3 記録再生特性

Fig. 7 に, 20kFRPI および 160kFRPI における媒体の再生出力と D_{50} の Ti 膜厚依存性を示した. Ti を 5nm 挿入することにより出力が 3 倍程度増加し, その後徐々に低下しており, 薄い Ti シード層の挿入が媒体の高出力化に効果的に作用していることがわかる. 一方, Ti 膜厚が厚くなると D_{50} 値が徐々に減少しており, これは, ヘッドと裏打ち層間のスペースの増大にともなう記録分解能の低下に起因するものと考えられる. しかし, Ti を 5nm 程度挿入したことによる D_{50} 値の低下は観察されていない. このことから, 5nm の薄い Ti シード層を用いた場合には, D_{50} の明確な低下を招くことなく, 出力を増加させることが可能であることが分かる.

一方, Ti シード層を用いた場合には, ノイズも増大しており, 特に 20nm 以上の Ti 膜厚ではノイズの増加が顕著であった. これは, 先述した粒径の増大に主に依るものであると考えられる. しかし, Ti 膜厚が薄い領域では, Ti シード層を用いることで S/N 比が改善されており, Ti 膜厚が 5nm における媒体の S/N 比は 27dB 程度(20kFRPI)と, Ti シード層を用いない場合よりも, 4dB 程度改善されていた. Ti 中間層による CoCrTa 層の粒径の増加は, Ti 層の粒径(厚み)と相関が有るものと予想される. したがって, 製膜プロセス等を改善することにより 5nm よりもさらに薄い Ti 膜厚で構造の制御を行うことで, 記録再生特性をさらに向上させることが可能であるものと考えられる. この点を考慮すると, Ti シード膜を用いた記録層の構造制御は, 高密度な二層膜媒体を実現する上で有用な手法になりうる.

4. まとめ

Ti 膜をシード層とした CoZrNb/Ti/CoCrTa 二層膜媒体の実験を通し, 次のことが明らかになった.

①Ti の製膜時の基板温度を 230°C とした場合, 約 5nm の Ti 膜厚で垂直異方性が最大値(バルク値とほぼ同じ値)を示した. これは, Ti 層の挿入により結晶粒の c 軸の垂直配向性が著しく向上したことに起因している. また, Ti 厚みを 5nm 以上にすると, c 軸の分散より垂直異方性が徐々に低下

Fig.7 Ti thickness dependence of D_{50} and the readout voltage at 20 and 160 kFRPI, respectively.

する事が明らかになった.

②このような垂直異方性の実現により, 従来に用いられている Ti 層の厚みよりも 1 桁程度小さな値である 5nm の Ti 厚において, H_c , 角型比, 保磁力近傍の磁化曲線の傾きが最も大きな値を示した. その結果, 記録層と下地層の間の Ti 非磁性スペースに起因する記録分解能の低下を招くことなく, 信号出力の増大及び SN 比の改善が可能となった.

謝 辞 本研究の一部は, ASET (NEDO, 通産省) ならびに SRC の支援により行われたものです. ここに深謝します.

文 献

- 1) Y. Nakamura and Shun-ichi Iwasaki; *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-20**, 105 (1984).
- 2) S. Yamamoto, Y. Nakamura and Shun-ichi Iwasaki; *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2070 (1987).
- 3) R. Sugita, S. Sasaki, K. Takahashi, K. Honda, K. Kanai and F. Kobayashi; *Digest of the 6th Annual Conference on Magnetism in Japan*, 42 (1982).
- 4) O. Kitakami, K. Ojima, Y. Ogawa, T. Maro and H. Fujiwara, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2797 (1987).
- 5) 本多直樹, 有明 順, 千葉 隆, 大内一弘, 岩崎俊一: 日本応用磁気学会誌, **17**, Supplement, No. S2, 243 (1993).
- 6) Y. Matsuda, M. Suzuki, Y. Hirayama, Y. Honda and M. Futamono; *Journal of The Magnetism Society of Japan*, **18**, Supplement, No. S1, 99 (1994).
- 7) M. Shinohara, H. Wakamatsu, I. Kaitsu, I. Tagawa and Y. Nakamura; *Journal of The Magnetism Society of Japan*, **15**, Supplement, No. S2, 383 (1991).
- 8) F. Bolzoni, F. Leccabue, R. Panizzieri and L. Pareti; *J. Magn. Mater.*, **31-34**, 845 (1983).