ECRスパッタ法で作製した Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスク ECR-sputter-deposited Co-Cr-Ta perpendicular recording disk

山本節夫, 池田朋広, 平田 京, 栗巢普揮, 松浦 満
(山口大学工学部)

S. YAMAMOTO, T. IKEDA, K. HIRATA, H. KURISU, M. MATSUURA
(Faculty of Engineering, Yamaguchi University)

Abstract · Sputtering method utilizing electron-cyclotron-resonance microwave plasma was used to fabricate Co-Cr-Ta perpendicular magnetic recording disks. Ta addition was proved to be effective to increase coercivity and squareness in perpendicular direction of magnetic layer. A perpendicular recording disk with 60 nm thick Co-Cr-Ta layer showed superior signal-to-media noise ratio to a 4 Gb/in² longitudinal disk at densities higher than 90 kFRPI. Ti underlayer was effective to improve perpendicular orientation, and increase coercivity, squareness, high-density recording characteristics.

Key words:

ECR, sputtering, Co-Cr-Ta, perpendicular magnetic recording

1. はじめに

これまでに NTT の廣野氏および筆者らは、Co-Cr 垂直磁気記録ディスクの作製において、電子サイクロトロン共鳴マイクロ波プラズマを利用したスパッタ成膜法（以下では「ECRスパッタ法」と呼ぶ）を初めて導入して、磁気的微細構造や磁性・非磁性の相分離の強さを広範囲に制御できることを報告してきた¹⁻⁶⁾。また、プロセスパラメータとして、成膜時に基板に照射する Ar イオンの量とエネルギーが重要であることを明らかにし、それを制御する手法として、磁場による方法³⁾と電場による方法⁷⁾の二種類を提案した。

筆者らのこれまでの研究においては、組成が Co₈₀Cr₂₀ at.% のスパッタターゲットを用いて、二元系の Co-Cr 垂直磁気ディスクを作製してきた。ところが最近では、Co-Cr 二元系では実現できる磁気特性などに限界があるため、第3元素、第4元素を添加した多元系の Co-Cr 系磁気ディスクが一般に主流となっており、高い抗磁力や大きな角形比を実現している⁸⁾。た

えば、Ta は Cr を選択的に結晶粒界に吐き出す効果がある元素で、メディアを低ノイズ化するのに効果的であることが多数報告されている。

そこでこれを参考に、本研究では ECR スパッタによる成膜において今回初めて Ta を第3元素として添加した Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクを作製することを試み、さらには結晶配向の向上を狙って、Ti を結晶配向制御用下地層として用いた Co-Cr-Ta/Ti 垂直磁気ディスクの作製も行い、その効果を磁気特性および記録特性の観点から評価検討した。

2. 実験方法

Co-Cr-Ta 層の作製には、マイクロ波垂直導入型 ECR スパッタ装置（アフティ株式会社製、AFTEX-3400U）を用いた。

その主要部の構造を Fig.1 に示す。周波数 2.45 GHz のマイクロ波とメインコイルによる 875 Gauss の磁場のもとで実現される電子サイクロトロン共鳴現象を利用して、低ガス圧下において高密度なプラズマが生成される。プラズマ生成室のプラズマ引出し口には円筒形（内径 100 mm、長さ 40 mm、厚み 4 mm）のターゲットが配置されている。薄膜の堆積は、プラズマ生成室とはターゲットをはさんで反対側の成膜室で、メインコイルによる発散磁界によって生じるプラズマの照射を受けながら行われる。

装置の到達圧力は 4×10^{-5} Pa で、プロセスガスには純度 6 N 以上の Ar ガスを使用した。成膜時のスパッタガス圧は 8×10^{-2} Pa、ターゲットと基板間の距離は 230 mm、プラズマ生成用 2.54 GHz マイクロ波の投入電力は 300 W、ターゲットへの直流印可電圧は 220 V に設定した。このときターゲット電流は 0.7 A ほどであった。

作製した Co-Cr-Ta ディスクの磁気特性の評価には振動試料型磁力計を、組成分析には蛍光 X 線を用いた。記録特性の測定は、ハードディスク用スピンスタンドを用い、TF/MR または TF/GMR ヘッドを使用して行なった。

Fig.1 Schematic illustration of ECR sputtering apparatus.

3. Co-Cr-Ta 垂直磁気記録ディスク

3.1 Ta の添加効果の検討

組成が Co80Cr20 at.% の Co-Cr 合金ターゲットの上に Ta のペレットを置いた複合ターゲットを使用して、Co-Cr-Ta 膜および Co-Cr 膜（両者ともに膜厚は 80 nm）を作製し、磁気特性を比較することによって Ta の添加効果について調べた。

基板温度は 170～270 °C の範囲に設定した。蛍光 X 線による分析を行ったところ、作製した Co-Cr-Ta 薄膜の組成は Co68Cr22Ta10 at.% であった。

Ta を添加しない Co80Cr20 at.% の場合の飽和磁化は 300～500 emu/cc であったが、Ta を添加すると飽和磁化は 250 emu/cc まで減少した。Ta の添加によって垂直方向抗磁力は 1200 Oe から 1600 kOe に増大した。垂直方向の角形比については、Co20Cr80 at.% 膜では 0.3 程度であったが、Ta を添加すると、角形比は 0.5 程度まで増加した。高い抗磁力を得るには、基板温度は 210～270 °C の範囲が適当であった。X 線回折の結果から、Ta を 10 at.% ほど添加した場合には、結晶配向性はむしろ低下する傾向がみられた。

Ta の添加により角形比が向上した主な理由は飽和磁化が低下したためであり、垂直方向抗磁力が増加したのは、粒界への Cr の偏析が促進されたためと思われる。

以上の実験結果より、これまでに報告されているのとはほぼ同様な傾向^{9,10)}が、ECR スパッタ法による作製においても確認された。

3.2 記録特性評価（磁性層厚みの影響）

組成が Co78Cr18Ta4 at.% の円筒状合金ターゲット

ットを用いて、直径 2.5 インチのガラスディスク基板上に、Co-Cr-Ta 単層膜を作製し、磁気特性や記録特性（特にメディアノイズ特性）に大きな影響を与えると思われる Co-Cr-Ta 層の膜厚の最適化を行った。スパッタターゲットの Ta 含有量を 4 at.% にした理由は、3.1 の予備実験の結果で示唆されたように、Ta の添加量を多くしすぎると結晶配向が大きくなる傾向があること、および本実験で使用した ECR スパッタ装置では特殊な円筒形（厚み 4 mm）のターゲットを使用する必要があり、Ta 添加量が多いと Co-Cr-Ta ターゲットの加工成型が困難になるためである。本実験では成膜中の基板温度は 210 °C とし、Co-Cr-Ta 磁性層の膜厚は 14～100 nm の範囲で変化させた。

Co-Cr-Ta 層が 14 nm と薄い場合には、面内方向の抗磁力の方が垂直方向よりも大きく、面内が磁化容易方向であった。膜厚を厚くすると、垂直方向抗磁力が急激に増加し、50 nm 以上の膜厚では 1500 Oe 程度の値を示した。この膜厚領域では、5 kOe 程度の大きな垂直磁気異方性磁界が得られた。膜厚が 50 nm 以上の領域では 0.4 以上の垂直方向角形比が得られた。

これら磁性層の厚みの異なる Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクについて、TF/MR ヘッドを用いて記録特性の測定を行なった。膜厚が 14 nm と薄い場合には、孤立再生波形は単峰性の波形となり、長手磁化として記録されていた。膜厚が 34 nm よりも厚いすべての Co-Cr-Ta 垂直ディスクでは、孤立波形はダイパルス状となり、垂直磁化モードで記録されていることが確認された。膜厚が 14 nm と薄く、長手磁化で記録されたディスクの D_{50} は 80 k kFRPI であったが、それ以外の Co-Cr-Ta 垂直ディスクにおいては、140～150 kFRPI 程度の D_{50} が得られた。

Co-Cr-Ta 層の膜厚が厚くなるほど、再生電圧も増加したが、DC 消去時のメディアノイズも増加した。また、厚いほど、信号を記録した際に、記録密度の増加にともなうメディアノイズの増大傾向も顕著になった。100 kFRPI 以上の高密度領域において高い S/N を得るには 30～70 nm 程度の Co-Cr-Ta 層の厚みが適当であることがわかった。

3.3 記録特性評価（長手ディスクとの比較）

成膜時の基板温度を 255 °C とし、直径 2.5 インチのガラス基板（株）オハラ製、TS-CZ）上に厚みが 60 nm の Co-Cr-Ta 膜を ECR スパッタ法で堆積して垂直磁気ディスクを作製し、長手磁気ディスクと記録特性の比較を行った。用いたヘッドは、浮上型の TF/MR ヘッドである。記録部のギャップ長は 0.3 μm で、再生用の MR 部については、シールド間ギャップ長 0.21 μm 、トラック幅 1.5 μm である。MR 素子のセンス電流は 10 mA とした。

ヘッド-メディア間の相対速度は 7.62 m/s で、ヘッドの浮上量は約 35 nm で記録再生を行なった。ECR スパッタ法で作製した Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクの磁気特性は、垂直方向の抗磁力が 1950 Oe、飽和磁化は 360 emu/cc、垂直方向の角型比は 0.5 である。比較のために用いた長手磁気ディスクは面記録密度 4 Gb/in² 仕様のもので、面内方向抗磁力が 2500 Oe、Mrt は 0.64 memu/cm² (80 G μ m)、面内方向の角型比は 0.7 のものである。再生信号の周波数スペクトラムから、システムノイズを差し引き、20 MHz の周波数まで積分して実効値表示したものをメディアノイズ (N_m) と定義した。

Fig.2 の再生電圧の記録密度特性からわかるように、低密度における再生電圧は、ECR スパッタ法で作製した Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクと 4 Gb/in² 級長手磁気ディスクではほぼ同じであった。D₅₀ 値については、Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクでは 170 k FRPI であったのに対して、長手磁気ディスクでは 130 k FRPI と、垂直磁気ディスクの方が良好な高密度特性が得られた。

Fig.2 Roll-off curves of Co-Cr-Ta perpendicular HD and 4Gb/in² longitudinal HD.

Fig.3 は、メディアノイズ N_m の記録密度依存性と、各記録密度での再生信号電圧 S [p-p 値] とその記録密度でのメディアノイズの比で定義される SN 比 (S/N_m) の記録密度依存性を示したものである。Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクでは磁性層の膜厚が 60 nm と多少厚めであるために、メディアノイズは長手磁気ディスクよりも大きい。Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクの直流消去ノイズは長手磁気ディスクの 3 倍程度あるが、記録密度を高めたときのメディアノイズの増加の割合が小さいために、両ディスクでのメディアノイズの比は 100 kFRPI 付近の記録密度では 1.4 倍程度にまで近づく。このような再生電圧およびメディアノイズの記録密度依存性を反映して、90 k FRPI 以上の高密度領域ではむしろ Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクの方が高い S/N_m が得

られた。

Fig.3 Recording density dependence of media noise and signal-to-noise ratio for Co-Cr-Ta perpendicular HD and 4 Gb/in² longitudinal HD.

4. Co-Cr-Ta/Ti 垂直磁気記録ディスク

4.1 ディスクの作製と磁気特性

一般に、Co-Cr-Ta 単層垂直磁気ディスクにおいては、磁性層が数十 nm 以下の膜厚領域になると結晶配向が良好でない初期層の影響が強くなり、高い垂直方向抗磁力や垂直方向での大きい角型比を実現することが難しい。ECR スパッタ法による成膜においても同様な傾向がある。そこで Co-Cr-Ta 層の結晶配向を改善するために Ti 下地層の導入を試みた。

Ti 下地層の作製には、通常の DC マグネトロンスパッタ装置を用いた。装置の到達圧力は 1×10^{-5} Pa である。スパッタ Ar ガス圧を 1.3 Pa とし、基板に -40 V のバイアス電圧を加えながら、室温でガラスディスク基板上に厚みが 30 nm の Ti 下地層を成膜した。その後、前述した ECR スパッタ装置を用いて、基板温度 255 °C で、Co-Cr-Ta 垂直磁気異方性膜を堆積させた。なお、Co-Cr-Ta 層を作成する前には、ECR プラズマを Ti 下地層を付けたディスクに照射して、表面のプラズマクリーニングを行っている。

Table 1 に、作製した Co-Cr-Ta/Ti ディスクと Co-Cr-Ta ディスクの物性を示す。これらのサンプルは、Co-Cr-Ta 層については全く同じ条件で作成している。なお、垂直方向抗磁力の値が、先に 3.3 で述べたディスクよりも若干低いのは、Co-Cr-Ta 層の膜厚が 50 nm と多少薄いためと思われる。Co-Cr-Ta ディスクと比較して Co-Cr-Ta/Ti ディスクの方が、垂直方向抗磁力が高く、垂直方向の角型比が向上しているのが確認された。これは、X 線回折の結果でわかるように、(002)面からの回折線強度 $I_{(002)}$ が増加し、 $\Delta \theta_{50}$ の値が減少したことからわかるように、Ti 下地層によって Co-Cr-Ta 層の垂

Table 1 Magnetic and crystallographic properties of Co-Cr-Ta and Co-Cr-Ta/Ti layers

	H _{c1} (Oe)	H _{c2} (Oe)	SQ ₁	H _k (kOe)	I ₍₀₀₂₎ (cps)	Δθ ₅₀ (deg)
Co-Cr-Ta	1400	600	0.45	5.6	1	9.8
Co-Cr-Ta/Ti	1500	600	0.50	5.4	6	5

直配向が改善されたことによる。

Fig.4 Roll-off curves for Co-Cr-Ta perpendicular HD and Co-Cr-Ta/Ti perpendicular HD.

4.2 記録特性

これら Co-Cr-Ta/Ti 垂直磁気ディスクと Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクの記録特性を、TF/GMR ヘッドを用いて比較検討した。

記録用 TF ヘッド部は、ギャップ長が $0.3 \mu\text{m}$ 、トラック幅が $1.3 \mu\text{m}$ である。再生用の GMR 部は、シールド間ギャップ長が $0.18 \mu\text{m}$ 、トラック幅が $0.71 \mu\text{m}$ である。ヘッド-ディスク間の相対速度は 7.87 m/s 、ヘッドの浮上量は約 25 nm で記録再生実験を行った。

Fig.4 に再生電圧の記録密度特性を示す。低密度での規格化再生電圧は両ディスクともほぼ等しく、 $3200 \mu\text{V}_{pp}/\mu\text{m}$ であった。D₅₀ については、Co-Cr-Ta ディスクは 145 kFRPI (本ディスクの D₅₀ が先の Fig.2 のディスクで得られた値よりも低いのは、抗磁力の違いによるものと思われる) であったのに対して、Co-Cr-Ta/Ti ディスクでは 180 FRPI と向上が認められた。

メディアノイズについては、Co-Cr-Ta/Ti ディスクの方が、Co-Cr-Ta ディスクよりも記録密度によらず 16 %ほど大きかった。Co-Cr-Ta/Ti ディスクのメディアノイズが若干大きかったのは、Ti 下地層の Co-Cr-Ta 膜の粒径が肥大化しているためであり、ノイズ低減のためには今後改善が必要である。

S/N_m については、高密度域での再生電圧の記録

密度特性が改善したことを反映して、 80 kFRPI 以上の記録密度領域においては Co-Cr-Ta ディスクよりも Co-Cr-Ta/Ti ディスクの方が高い値が得られた。

4. 結論

本研究では、ECR スパッタ法により Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクを作製し、記録特性について検討した。

その結果、一般のスパッタ成膜の場合と同様に、Ta の添加は垂直方向の抗磁力の増加や角型比の増加など、磁気特性の向上をもたらし、試作した膜厚が 60 nm の Co-Cr-Ta 垂直磁気ディスクでは、 90 kFRPI 以上の高密度領域において、 4 Gb/in^2 級の長手磁気ディスクよりも良好な S/N_m が得られた。

Ti 下地層の導入について検討した結果、結晶配向性の向上、垂直方向の抗磁力や角型比などの磁気特性の向上、および記録密度特性の向上が確認された。

本研究に対して、情報ストレージ研究推進機構 (SRC) よりご援助いただいた。

参考文献

- 1) S.Hirono, M. Igarashi, Y. Koshimoto, Y. Maeda, IEEE Trans. Magn., Vol.31, No.6, p.2812 (1995).
- 2) S. Hirono, Y. Koshimoto, S. Uemura, M. Igarashi, Y. Maeda, IEEE Trans. Magn., Vol.32, No.5, p.4013 (1996).
- 3) S. Yamamoto, K. Sato, H. Kurisu, M. Matsuura, J. Appl. Phys., Vol.79, No.8, p.4896 (1996).
- 4) S. Yamamoto, K. Sato, H. Kurisu, M. Matsuura, S. Hirono, Y. Maeda, IEEE Trans. Magn., Vol.32, No.5, p.3825 (1996).
- 5) S. Yamamoto, K. Sato, T. Nakamura, H. Kurisu, M. Matsuura, S. Hirono, Y. Maeda, J. of The Magnetism Society of Jpn, Vol.21, No.S2, p.229 (1997).
- 6) 中村哲也, 山本節夫, 佐藤王高, 栗巣普揮, 松浦 満, 前田 安, 廣野 滋, 日本応用磁気学会誌, Vol.22, No.2, p.69 (1998).
- 7) 金丸, 山本, 中村, 栗巣, 松浦, 第 21 回日本応用磁気学会学術講演概要集, 3ab-8, (1997).
- 8) たとえば M. Futamoto, Y. Hirayama, Y. Honda, K. Ito, K. Yoshida, J. of The Magnetism Society of Jpn, Vol.21, No.S2, p.141 (1997).
- 9) 吉本, 久我, 宮下, 林, 中山, 米田, 沼澤, 日本応用磁気学会誌, Vol.17, No.S2, p.125 (1993).
- 10) 野田, 川鍋, 直江, 日本応用磁気学会誌, Vol.21, No.S1, p.15 (1997).