Co-Cr/Ti 系垂直磁気記録媒体の熱安定性

Thermal Stability of Co-Cr/Ti Perpendicular Magnetic Recording Media

西尾博明・青山 勉*・佐藤勇武*・渡辺さおり**・有明 順**・本多直樹**・大内一弘**

TDK (株) 基礎材料研究所、成田市南羽鳥松ヶ下 570-2 (〒286-8588)

*TDK (株) 応用製品研究所、市川市東和田 2-15-7 (〒272-8558)

**秋田県高度技術研究所、秋田市新屋町字砂奴寄 4-21 (〒010-1623)

H. Nishio, T. Aoyama*, I. Sato*, S. Watanabe**, J. Ariake**, N. Honda**, and K. Ouchi**

Materials Research Center, TDK Corp. 570-2 Matsugashita, Minami-Hatori, Narita 286-8588

*Advanced Products Development Center, TDK Corp. 2-15-7 Higashi-Ohwada, Ichikawa 272-8558

**AIT (Akita Research Institute of Advanced Technology), 4-21 Sanuki, Araya, Akita 010-1623

(1999 年 10 月 27 日受理、1999 年 12 月 14 日採録)

The time decay of magnetization ($\Delta M/\ln t$) and the irreversible susceptibility (χ_{irr}) were measured for Co-Cr/Ti perpendicular and Co-Cr-Pt-Ta/Cr longitudinal recording media in various reverse magnetic fields in the temperature range from 200 to 423 K. This experiment showed that $\Delta M/\ln t$ of Co-Cr/Ti perpendicular recording media gradually increased with increasing temperature in a reverse magnetic field. In the case of Co-Cr/Ti perpendicular recording media, the value of the activation volume ($V_{act} \times M_s$), which is correlated with the medium noise, is independent of the reverse magnetic field, in contrast to the tendency in Co-Cr-Pt-Ta/Cr longitudinal recording media. The temperature variation of the coercivity ($\Delta H_c/\Delta T$) of these recording media increased as ($V_{act} \times M_s$) decreased, as in the case of rare-earth magnets.

Key words: perpendicular magnetic recording media, Co-Cr/Ti thin film, thermal stability, magnetic viscosity, activation volume, activation moment, medium noise

1. はじめに

20 Gbit/in² を越える面記録密度の達成には、GMR 再生ヘッドのさらなる高感度化と低ノイズで且つ磁化の熱安定性が優れた媒体の開発が重要である。Co-Cr-Pt-Ta/Cr 系面内記録媒体に関して、低ノイズ化および対数時間に対する磁化の減衰 $\Delta M/\ln t$ は、共に粒子の極微細化に伴う熱ゆらぎ磁気余効係数 S_v と直接関連し、高温になるほどノイズと相関関係にある活性化モーメント ($V_{act} \times M_s$) が増大し、 $\Delta M/\ln t$ が顕著に増加することを報告した¹⁾。本研究では、Co-Cr/Ti 系垂直磁気記録媒体²⁾の磁化の減衰の割合 $\Delta M/(M_s \times \ln t)$ と $V_{act} \times M_s$ の磁界および温度依存性を 200-423 K において Co-Cr-Pt-Ta/Cr 系面内記録媒体と比較評価した。さらに、 $V_{act} \times M_s$ と保磁力の温度変化 $\Delta H_c/\Delta T$ との関係を検討したので、これら熱安定性の結果を報告する。

2. 実験方法

Co-Cr/Ti 系垂直磁気記録媒体は DC マグネトロンスパッタ装置を用い、2.5 インチ径のガラスディスク上に作製した²⁾。配向促進層として Ti 下地膜を Ar ガス圧力 $P=1.5$ Pa、基板温度 T_s を室

温として 70 nm 堆積した。その後磁性層として Co₇₆Cr₂₄ を $P=5$ Pa、 $T_s=450$ °C で、また Co₇₄Cr₂₂Nb₄ では $P=0.2$ Pa、 $T_s=550$ °C として、いずれの組成においても保磁力 H_c が最大になる条件で成膜した。これらの磁性層の膜厚 δ はいずれも 50 nm である。実験に用いた垂直磁気記録媒体の 300 K における磁気特性を、比較用 Co-Cr-Pt-Ta/Cr 系面内記録媒体¹⁾と共に Table 1 に示す。ここで、 δ は断面 TEM 観察写真から、 B_r および H_c は SQUID 磁力計で、磁気異方性定数 K_u ^{3),4)} は高感度トルク磁力計を用いて測定した。垂直磁気記録媒体の媒体ノイズはマージン MR ヘッドを用い、ヘッド媒体間のスペーシング 38 nm、周速 5.1 m/s の条件でスペクトラムアナライザにより測定した。

ある時刻 t_1 から t_2 における熱ゆらぎ磁気余効による磁化の変化 $\Delta M/(\ln t_1 - \ln t_2)$ および不可逆磁化率 χ_{irr} の 200-373 K における磁界依存性は SQUID 磁力計で、423 K においては高感度振動試料形磁力計を用いて測定した⁵⁾。20 kOe で磁化した後、減磁曲線上で外部磁界をある磁界 H_{ex} に保持し、磁化の変化を 1000 秒間測定して、その磁化の減衰量を ΔM とする。その直後に H_{ex} を ΔH だけ増加させ、($H_{ex} + \Delta H$) において前と同じ時間だけ保持し、その磁化の減衰量を測定する。次に H_{ex} を ΔH だけ戻して可逆磁化率 χ_{rev} を求める。全微分磁化率 χ_{tot} は 1000 秒後の磁化の時間変化が小さくなった時の磁化値の差を ΔH で除して求めた。 χ_{irr} は ($\chi_{tot} - \chi_{rev}$) となる。 k をボルツマン定数、 T を絶対温度、 E を活性化エネルギー、 H を磁界、 V_{act} を活性化体積としたとき、磁気余効係数 S_v は次式で表される⁶⁾。

$$S_v = \Delta M / (\chi_{irr} \cdot (\ln t_1 - \ln t_2)). \quad (1)$$

$$= kT / (\partial E / \partial H) = kT / (V_{act} \times M_s). \quad (2)$$

Table 1 Magnetic properties of Co₇₄Cr₂₂Nb₄/Ti, Co₇₆Cr₂₄/Ti perpendicular and Co₇₈Cr₁₃Pt₆Ta₃/Cr longitudinal magnetic recording media at 300 K.

Sample	δ (nm)	B_r (kG)	H_c (kOe)	K_u (10 ⁶ erg/cm ³)
Co ₇₄ Cr ₂₂ Nb ₄ /Ti (⊥)	50	2.4	2.0	0.71
Co ₇₆ Cr ₂₄ /Ti (⊥)	50	2.2	2.2	0.96
Co ₇₈ Cr ₁₃ Pt ₆ Ta ₃ /Cr (=)	18	5.0	2.2	1.30

3. 実験結果

試料温度を 200, 250, 300, 333, 373 および 423 K に一定にして 20 kOe で飽和磁化した後, 0.25-1.0 kOe 毎に磁界 H_{ex} を 1.0 から -5 kOe の間で保持した場合の待ち時間 1000 秒間における磁化の減衰 ΔM を測定した. いずれの磁気記録媒体も 50-1000 秒間の ΔM は, 対数時間に比例するヨルダン形 (熱ゆらぎ) 磁気余効を示した⁷⁻⁹⁾. 本実験では, この範囲における $\Delta M/\ln t$ の値を用いた.

H_{ex} を 0, -0.5 および -1.0 kOe にした場合, 各温度における対数時間に対する磁化の減衰量を残留磁化 M_r で規格化した $\Delta M/(M_r \times \ln t)$ の温度依存性を Fig.1 に示す. $\text{Co}_{76}\text{Cr}_{24}/\text{Ti}$ 垂直磁気記録媒体の $\Delta M/(M_r \times \ln t)$ は小さく, $\text{Co}_{74}\text{Cr}_{22}\text{Nb}_4/\text{Ti}$ は大きい. しかしながら, スピンスタンドでマージ形 MR ヘッドを用い, 記録密度を 10 kFRPI として記録後から 1000 秒間の再生出力変化では, 時間減衰は観察されなかった. いずれの垂直磁気記録媒体においても磁化減衰量の磁界および温度依存性は小さい. 一方, $\text{Co}_{78}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_6\text{Ta}_3/\text{Cr}$ 面内磁気記録媒体は 0.5 kOe 以上の減磁界で約 340 K から温度上昇と共に $\Delta M/(M_r \times \ln t)$ が急増することが分かった.

広い範囲の減磁界における対数時間に対する磁化の減衰量 $\Delta M/\ln t$ および不可逆磁化率 χ_{irr} の磁界依存性を Fig.2, 3 および 4 に示す. $\Delta M/\ln t$ と χ_{irr} の磁界依存性は, 垂直磁気記録媒体と面内磁気記録媒体では全く異なっている. $\text{Co}_{78}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_6\text{Ta}_3/\text{Cr}$ 面内磁気記録媒体に比べ垂直磁気記録媒体の $\Delta M/\ln t$ は特に小さく, 減磁界を大きくしても二倍程度しか増加しない. しかしながら, $\text{Co}_{78}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_6\text{Ta}_3/\text{Cr}$ 面内磁気記録媒体では高温になるほど $\Delta M/\ln t$ が急に増加しているので, 約 0.5 kOe 以上の減磁界が作用する場合は, 記録信号の減衰は無視できないと思われる. $\text{Co}_{76}\text{Cr}_{24}/\text{Ti}$ の $\Delta M/\ln t$ は $\text{Co}_{74}\text{Cr}_{22}\text{Nb}_4/\text{Ti}$ の約 1/2 であった. Co-Cr/Ti 系垂直磁気記録媒体では, $H_{ex}=0$ においてすでに反磁界による減磁

Fig. 1 Temperature dependence of the normalized magnetization decay $\Delta M/(M_r \times \ln t)$ of $\text{Co}_{74}\text{Cr}_{22}\text{Nb}_4/\text{Ti}$, $\text{Co}_{76}\text{Cr}_{24}/\text{Ti}$ perpendicular and $\text{Co}_{78}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_6\text{Ta}_3/\text{Cr}$ longitudinal recording media.

Fig. 2 (a) Magnetic field dependence of the change in magnetization for logarithmic time $\Delta M/\ln t$ of $\text{Co}_{74}\text{Cr}_{22}\text{Nb}_4/\text{Ti}$ perpendicular recording media. (b) Magnetic field dependence of the irreversible susceptibility χ_{irr} of $\text{Co}_{74}\text{Cr}_{22}\text{Nb}_4/\text{Ti}$ perpendicular recording media.

Fig. 3 (a) Magnetic field dependence of the change in magnetization for logarithmic time $\Delta M/\ln t$ of $\text{Co}_{76}\text{Cr}_{24}/\text{Ti}$ perpendicular recording media. (b) Magnetic field dependence of the irreversible susceptibility χ_{irr} of $\text{Co}_{76}\text{Cr}_{24}/\text{Ti}$ perpendicular recording media.

が始まっているため、見かけ上 $\Delta M/\ln t$ の印加磁界依存性が小さくなっているものと思われる。

Fig. 2, 3 および 4 に示す $\Delta M/\ln t$ と χ_{irr} の値を用いて、(1) および (2) 式から活性化モーメント ($V_{act} \times M_s$) の磁界依存性を計算した結果が Fig. 5, 6 および 7 である。Co-Cr-Pt-Ta/Cr 系面内磁気記録媒体などにおいては、活性化モーメントが媒体ノイズに比例することが分かっている^{1), 10), 11)}。線記録密度が 50, 100 および 150 kFCI における Co₇₄Cr₂₂Nb₄/Ti 垂直磁気記録媒体の媒体ノイズはそれぞれ 3.7, 4.1 および 4.7 μV_{rms} で、Co₇₆Cr₂₄/Ti 垂直磁気記録媒体ではそれぞれ 9.6, 8.2 および 7.6 μV_{rms} であり、前者の媒体ノイズは後者の約 1/2 であった。また、同じ条件で測定した Co₇₄Cr₂₂Nb₄/Ti 垂直磁気記録媒体の S/N はそれぞれ 36.3, 32.2 および 25 dB で、Co₇₆Cr₂₄/Ti 垂直磁気記録媒体ではそれぞれ 24.7, 20.9 および 15.7 dB であった。Fig. 5 および 6 から知られるように Co₇₄Cr₂₂Nb₄/Ti 垂直磁気記録媒体の活性化モーメントは、いずれの温度においても Co₇₆Cr₂₄/Ti 垂直磁気記録媒体に比べて約 1/2 と小さく、前述の媒体ノイズの結果と同じ傾向である。Acharya らの報告¹¹⁾にもあるように、Co₇₈Cr₁₃Pt₆Ta₃/Cr 面内磁気記録媒体の活性化モーメントの値は H_c 近傍ではほぼ一定であるが、減磁界が小さくなるに従い急激に増加している。本実験に用いた垂直磁気記録媒体の活性化モーメントは減磁界に依存しないことが分かった。

Fig. 5, 6 および 7 の値を用い、減磁界の大きさが 0.5 kOe および H_c 近傍における活性化モーメントの温度依存性を

Fig. 4 (a) Magnetic field dependence of the change in magnetization for logarithmic time $\Delta M/\ln t$ of Co₇₈Cr₁₃Pt₆Ta₃/Cr longitudinal recording media. (b) Magnetic field dependence of the irreversible susceptibility χ_{irr} of Co₇₈Cr₁₃Pt₆Ta₃/Cr longitudinal recording media.

Fig. 5 Magnetic field dependence of the activation moment $V_{act} \times M_s (= kT/S_v)$ for Co₇₄Cr₂₂Nb₄/Ti perpendicular recording media.

Fig. 6 Magnetic field dependence of the activation moment $V_{act} \times M_s (= kT/S_v)$ for Co₇₆Cr₂₄/Ti perpendicular recording media.

Fig. 7 Magnetic field dependence of the activation moment $V_{act} \times M_s (= kT/S_v)$ for Co₇₈Cr₁₃Pt₆Ta₃/Cr longitudinal recording media.

整理し、Fig.8に示す。本実験に用いたいずれの磁気記録媒体も340 K付近から活性化モーメントが増加する傾向である。媒体ノイズと活性化モーメントとの関連を検討するためには、減磁界の大きさが H_c 付近よりも実際の記録状態に近い減磁界、例えば面内磁気記録媒体では $H_{ex}=0.5$ kOe付近で、垂直磁気記録媒体では $H_{ex}=0$ kOe付近における活性化モーメントの測定が必要と考えられる。

活性化モーメントは媒体ノイズおよび磁化の減衰との関係だけではなく、保磁力の温度変化 $\Delta H_c/\Delta T$ にも影響を及ぼしていることが知られている^{11,5)}。例えば、活性化モーメ

Fig. 8 Temperature dependence of the activation moment $V_{act} \times M_s (=kT/S_0)$ (a) at $H = -0.5$ kOe, (b) at fields near H_c , for $Co_{74}Cr_{22}Nb_4/Ti$, $Co_{76}Cr_{24}/Ti$ perpendicular and $Co_{78}Cr_{13}Pt_6Ta_3/Cr$ longitudinal recording media.

Fig. 9 Temperature dependence of the temperature variation of the coercivity $-\Delta H_c/\Delta T$ for $Co_{74}Cr_{22}Nb_4/Ti$ and $Co_{76}Cr_{24}/Ti$ perpendicular recording media.

ントが小さい、即ち媒体ノイズが小さいCo-Cr-Pt-Ta/Cr系面内磁気記録媒体は、 $-\Delta H_c/\Delta T$ が大きくなる傾向であったり。Fig.9に本実験に用いた垂直磁気記録媒体の $-\Delta H_c/\Delta T$ の温度依存性を示す。活性化モーメントが小さい $Co_{74}Cr_{22}Nb_4/Ti$ の $-\Delta H_c/\Delta T$ は $Co_{76}Cr_{24}/Ti$ に比べて約二倍大きく、Co-Cr-Pt-Ta/Cr系面内磁気記録媒体と同様に、温度上昇に従い増加することが分かった。

4. まとめ

Co-Cr/Ti系垂直磁気記録媒体の磁化の減衰の割合および活性化モーメントの磁界並びに温度依存性をCo-Cr-Pt-Ta/Cr系面内磁気記録媒体と比較評価した。さらに、活性化モーメントと保磁力の温度変化との関係を検討し、以下の結果を得た。

(1) いずれの磁気記録媒体においても、活性化モーメントが小さい媒体は媒体ノイズが小さい。また、保磁力近傍の活性化モーメントが小さい媒体は保磁力の温度変化が大きい。

(2) Co-Cr/Ti系垂直磁気記録媒体の磁化の減衰の割合は、磁界および温度依存性が小さい。Co-Cr-Pt-Ta/Cr系面内磁気記録媒体では、0.5 kOe以上の減磁界において、約340 Kから温度上昇と共に増加する。

(3) Co-Cr/Ti系垂直磁気記録媒体の活性化モーメントの磁界依存性は小さい。Co-Cr-Pt-Ta/Cr系面内磁気記録媒体の活性化モーメントは、保磁力近傍ではほぼ一定であるが、減磁界が小さくなるに従い急激に増加する。

文 献

- 1) H. Nishio: *J. Magn. Soc. Jpn.*, 21(Suppl.No.2), 301 (1997).
- 2) 渡辺さおり, 有明 順, 本多直樹, 大内一弘: 日本応用磁気学会誌, 22, 233 (1998).
- 3) 山田芳靖, 鈴木孝雄: 日本応用磁気学会誌, 23, 1855 (1999).
- 4) 末包通信, 宮村賢郎, 島津武仁, 高橋 研: 日本応用磁気学会誌, 16, 655 (1992).
- 5) 例えば, 西尾博明: 日本応用磁気学会誌, 22, 3 (1998).
- 6) 例えば, E. P. Wohlfath: *J. Phys.*, F12, L155 (1984).
- 7) L. Neel: *J. Phys., Rad.*, 11, 49 (1950).
- 8) L. Neel: *J. Phys., Rad.*, 12, 339 (1951).
- 9) R. Street, J. C. Woolley, and P. B. Smith: *Proc. Phys. Soc.*, B55, 679 (1952).
- 10) K. Yamanaka, T. Yamamoto, K. Tanahashi, N. Inaba, Y. Hosoe, Y. Uesaka, and M. Futamoto: *J. Magn. Magn. Mat.*, 152, 414 (1996).
- 11) B. R. Acharya, T. Suzuki and K. Takano: BB-09, Digests of INTERMAG '99, Kyongju, Korea (1999).