インラインプロセスにより制御した 裏打ち FeTaN 薄膜の軟磁気特性ならびにノイズ特性

Induced Magnetic Anisotropy and Noise Property for the Soft Underlayer of an FeTaN Thin Film Controlled by an In-line Process

斉藤 伸^{A†}・平井健一^A・高橋 研^A

[†] 日本学術振興会特別研究員

^A 東北大学大学院工学研究科電子工学専攻, 仙台市青葉区荒巻字青葉 05 (〒980-8579)

S. Saito^{A†}, K. Hirai^A, and M. Takahashi^A

[†] Research Fellow of the Japan Society for the Promotion of Science

^A Department of Electronics Engineering, Graduate School of Engineering, Tohoku Univ., Aoba-yama 05, Sendai 980-8579

To find a soft underlayer with low noise characteristics for double-layer perpendicular media, we investigated the establishment of methods to control the soft-magnetic properties of FeTaN thin film fabricated by an in-line process, and studied the correlation between the soft-magnetic and noise characteristics of FeTaN thin films. As a result, it was clarified that (1) a uniaxial anisotropy field as high as 7.9 Oe with the easy axis in the radial direction of the disk can be induced by maintaining the nitrogen gas flow ratio (F_{N_2}/F_{total}) between 10% and 30%, while keeping the saturation magnetization as high as 1.4 T to 1.6 T and the film roughness R_a as low as 0.3 nm; (2) in FeTaN thin film fabricated with F_{N_2}/F_{total} larger than 15%, it is possible to control the easy axis of the induced uniaxial anisotropy in the radial or circumferential direction, by the combining magnetic field application with annealing and cooling processes; (3) it is important to control the stripe domain structure in order to reduce UL noise, even in FeTaN thin film; (4) in FeTaN thin films that have no stripe domain structure, as the coercivity in the easy direction decreases, the media noise tends to decrease a little; (5) FeTaN is a material that shows very low UL noise in comparison with other soft-magnetic materials such as FeBN, FeSiAl, and NiFeMo.

Key words: perpendicular media, soft underlayer, FeTaN, in-line process, noise, domain structure, induced magnetic anisotropy

1. はじめに

垂直二層膜媒体用裏打ち軟磁性薄膜には、高飽和磁化、高平

坦性を有し、かつ生産性の観点からインラインプロセスで軟磁気特性を制御できる材料が待望されている。Fe 微結晶型材料である FeTaC 薄膜は高飽和磁化、高平坦性を兼ね備えるのみならず、ノイズ特性にも優れることが報告されており¹⁾、非常に注目されている。このような Fe 微結晶析出型材料では、成膜直後の非磁性アモルファス状態から加熱処理によって Fe や非磁性相を微結晶析出させつつ、所望の軟磁気特性を誘導させる必要があるが、誘導される軟磁気特性とノイズ特性との相関については明らかでない。本論文では、FeTaC 薄膜よりも耐食性に優れ、 N_2 流量比および磁界中加熱・冷却処理により軟磁気特性の制御が可能である Fe 微結晶析出型材料 FeTaN 薄膜を選択し、インラインプロセスにおける軟磁気特性制御法の確立、ならびに軟磁気特性とノイズ特性との相関について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

FeTaN 薄膜は、直線状に連結されたプロセス室を 7 室有する超高真空対応インライン装置を使用し、2.5 インチ結晶化ガラスディスク基板（表面粗さ：0.3 nm 以下）上に作製した。ターゲットには Fe (87.5 at%) Ta (12.5 at%) を用い、回転磁石カソードによる DC マグネトロンスパッタリング法により成膜した。Ar および N_2 の混合ガス流量は 60 sccm 一定とし、 N_2 流量比は 0% から 30% の範囲で変化させた。FeTaN 薄膜の膜厚は 300 nm 一定とし、薄膜表面には 7 nm の C 保護層を設けた。

全ての加熱・冷却処理は成膜後インラインチャンバ内で直ちに行った。Fig. 1 に、プロセス室 P1 から P7 において行われる作製プロセスの模式図を示す。成膜後ディスクを組織制御室 P3

Fig. 1 Schematic view of process chambers P1-P7 for fabricating soft-magnetic thin films by an in-line process.

に移し、ランプヒータ加熱により所望の Fe 微粒子分散構造を実現する。続いてディスクを異方性制御室 P4, P5 に移し、磁界印加ユニットによる漏洩磁界（ディスク径方向 600 Oe ~ 1000 Oe）下で加熱および冷却処理を行い測定試料とした。加熱処理は、P3 ではディスクの前面および背面に設置されたランプヒータに 750 W の電力を投入し、基板温度 500℃に相当する 40 秒を上限として電力投入時間を制御することにより行った。P4 ではディスク前面には磁界印加ユニットを、背面にはランプヒータを配置し、基板温度 500℃に相当する 1000 W, 90 秒を上限として行った。冷却処理は、ディスクを P5（磁界中）あるいは P6（無磁界中）に 800 秒停留させ、基板温度を 50℃以下とすることにより行った。

FeTaN 薄膜の評価については、磁化曲線は VSM, 異方性磁界ならびにディスク内の磁化容易軸方向の分布は動的微分磁化率測定装置にて評価し、表面形態は AFM により観察を行った。ノイズ特性は回転数 4200 rpm 一定の条件下、Guzik 社製スピンドルスタンド 1701 で測定した。測定に用いた試料は、記録媒体を積層していない裏打ち層のみの試料である。評価されたノイズスペクトルとシステムノイズスペクトルとの差分を 1~100 MHz の範囲で積分し、裏打ち層から発生するノイズを UL ノイズとして定量評価した。測定はディスクの外周部、中周部、内周部（測定半径：28.5 mm, 22.6 mm, 14.5 mm）について行った。ノイズ特性測定時、再生ヘッドは測定周によってはスピンドルモータからの漏洩磁界を受ける。各測定周における再生ヘッド位置での漏洩磁界は、外周部、中周部ではほぼ 0 Oe, 内周部ではディスク径方向に約 8 Oe であった。磁区構造はネオアーク社製オプトロスコープ BH-618, MFM により観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 FeTaN 薄膜の軟磁気特性

Fig. 2 に磁界中加熱—磁界中冷却を施した FeTaN 薄膜の磁化曲線の N_2 流量比依存性を示す。いずれの薄膜についても飽和磁化は 1.4 T から 1.6 T 程度の比較的高い値を維持している。 N_2 流量比 5%, 7.5% では面内磁化の減磁が見られる異常磁化曲線を示しており、保磁力はそれぞれ 17 Oe, 6 Oe 程度と大きい。 N_2 流量比を 15% まで増加させると保磁力は 0.9 Oe まで減少し、軟磁気化していることがわかる。また N_2 流量比 15% 以上の薄膜では N_2 流量比の増加にともない磁気特性は異方的となり、径方向容易軸磁気異方性を示すようになる。動的微分磁化率の測定結果から決定した異方性磁界の値は、 N_2 流量比 10% から 30% までの増加により 1.0 Oe から 7.9 Oe 誘導できることがわかった。表面平坦性についても評価した結果、いずれの薄膜でも表面粗さ R_a は 0.3 nm 以下であり、膜厚 300 nm の FeTaN 薄膜の堆積後においても、薄膜表面は結晶化ガラス基板と同程度の平坦性を維持していることがわかった。

磁気特性が異方的となった N_2 流量比 15% 以上の薄膜では、磁化容易軸方向の制御が可能であることが確認された。Fig. 3 に FeTaN 薄膜に誘導された磁化容易軸方向の分布の典型的な例を示す。Fig. 3a は無磁界中加熱（NFA）—無磁界中冷却（NFC）

Fig. 2 M - H loops for FeTaN thin films at $F_{N_2}/F_{total} = 5\%$, 7.5%, 10%, 12.5%, 15%, 20%, and 30%, respectively.

a) NFA-NFC

b) FA-FC

Fig. 3 Mappings of the easy axis direction and M - H loops for FeTaN thin films fabricated by (a) the NFA—NFC process and (b) the FA—FC process.

を施した薄膜, Fig. 3 b は磁界中加熱 (FA)–磁界中冷却 (FC) を施した薄膜に関するディスク内での磁化容易軸方向の分布ならびに磁化曲線である。NFA–NFC 処理を施した薄膜 (Fig. 3 a 参照) の中央部では磁化容易軸はディスク周方向に誘導されている。これに対し FA–FC 処理を施した薄膜 (Fig. 3 b 参照) では, 磁化容易軸はディスク径方向に誘導されていることがわかる。このように FeTaN 薄膜では, 磁界印加と加熱および冷却プロセスの組み合わせにより, 周方向容易軸磁気異方性あるいは径方向容易軸磁気異方性を誘導することが可能であることがわかった。

3.2 FeTaN 薄膜の軟磁気特性とノイズ特性との相関

磁化容易軸がディスク径方向に誘導された薄膜では, ディスク端において複雑な磁区構造が形成され, その磁壁から発生する漏洩磁束がスパイクノイズの原因となることが指摘されている²⁾。そこで磁区構造とスパイクノイズとの相関について検討するため, ディスク上の各点の磁区構造をオプトロスコープにより観察するとともにエンベロープを測定した。Fig. 4 にオプ

Fig. 4 Domain structure observed with an optroscope in (a) the outer, (b) the center and (c) the inner parts of the disc for FeTaN thin films.

トロスコープにより観察した径方向容易軸磁気異方性を有する FeTaN 薄膜の a) 外周部, b) 中周部, c) 内周部の磁区構造を示す。ディスクのほぼ径方向に沿って 180° 磁壁が観察されており, 特にディスク端においては静磁エネルギーを減少させるよう細分化された mm オーダの磁区構造が明瞭に観察されている。しかしながら, ディスクの各周部についてエンベロープを測定したところ, いずれの測定半径においてもスパイクノイズはほとんど観測されなかった。内周部ではスピンドルモータからの漏洩磁界により磁化が径方向に飽和し, 磁壁が消失している可能性があるが, 中周部から外周部ではオプトロスコープにて観察される磁壁数に対応した数のスパイクノイズは確認できなかった。スパイクノイズの起源の解明には, 磁壁構造ならびにノイズ評価時の磁壁移動の動的過程を把握する必要があると考えられる。

ノイズの発生起源には様々な要因が考えられているが, ノイズパワースペクトルの周波数解析を行うことでその発生起源を特定できる可能性がある。例えば, 先に述べた磁壁による漏洩磁束は周期性を伴わなければスパイクノイズになるが, 周期性を伴う場合には実空間周期にして $100\ \mu\text{m}$ から $10\ \text{mm}$ オーダの UL ノイズの起源となる。また μm オーダでは, 磁化リップル構造における磁化の方向の不連続部に発生する磁極からの漏洩磁束が, μm オーダ以下では表面の凹凸構造による磁極からの漏洩磁束がそれぞれ UL ノイズの起源となることが考えられる。そこで FeTaN 薄膜のノイズパワースペクトルを周波数解析し, UL ノイズの起源となる磁区構造の特定を試みた。Fig. 5 に種々の N_2 流量比により作製した FeTaN 薄膜のノイズパワースペクトルをシステムノイズと共に示す。スペクトル副軸には今回の測定条件下 (回転数 $4200\ \text{rpm}$, 測定半径 $22.6\ \text{mm}$) での周波数に対応する実空間周期を示してある。 N_2 流量比 5% , 7.5% の薄膜では, ノイズは DC 成分側から急激に低減するが, $15\ \text{MHz}$

Fig. 5 Noise power spectra for FeTaN thin films at various values of $F_{\text{N}_2}/F_{\text{total}}$.

Fig. 6 Dependence of the media noise on F_{N_2}/F_{total} for FeTaN thin films.

付近, すなわち実空間周期にして約 $0.7 \mu m$ に対応する周波数において極大を示す. さらに周波数を増加させた場合には, ノイズは 30 MHz 以上においてシステムノイズと同程度まで低減している. この 15 MHz 付近に現れるノイズの極大は N_2 流量比の増加にしたがい減少し, N_2 流量比 10% 以上の薄膜ではほとんど観測されていない. Fig. 6 には FeTaN 薄膜の UL ノイズの N_2 流量比依存性を示す. N_2 流量比の増加にともない UL ノイズは急激に減少し, N_2 流量比 10% において最小を示した後, さらに N_2 流量比を増加させると UL ノイズは微増する傾向が確認された. このように UL ノイズが最小値を示す現象は, FeTaN 薄膜中に形成される磁区構造が変化していることを示唆している. まず UL ノイズが急激に減少した N_2 流量比 5% から 10% の薄膜中に形成される磁区構造について検討を行った.

Fig. 7 に N_2 流量比 5% において作製した FeTaN 薄膜の MFM 像を示す. MFM 像の上下方向にはストライプ状のコントラストが観測されており, その周期は約 $0.7 \mu m$ であった. この周期は Fig. 5 に示したノイズパワースペクトルにおける極大の実空間周期にほぼ一致している. また Fig. 2 に示したように, N_2 流量比 10% 未満の薄膜は異常磁化曲線を示すことも併せ考える

Fig. 7 MFM image for FeTaN thin films at $F_{N_2}/F_{total} = 5\%$.

Fig. 8 Relationship between ΔE and media noise for FeTaN thin films.

と, これらの薄膜中には縞状磁区構造が形成されており, その垂直成分漏洩磁界により周期的ノイズが発生していることがわかる. Fig. 8 に様々な条件で作製した FeTaN 薄膜の縞状磁区の安定化エネルギー ΔE に対する UL ノイズの値を示す. 縞状磁区の安定化エネルギー ΔE は, 挿入図中に示すように異常磁化曲線の面内磁化減磁部から算出しており, このエネルギーは縞状磁区状態と単磁区状態とのエネルギー差に対応する. ΔE が 10^5 erg/cm^3 から 0 erg/cm^3 へと減少すると, UL ノイズは約 $90 \mu V \text{ rms}$ から $10 \mu V \text{ rms}$ へ急激に低下している. このことから, FeTaN 薄膜においても他材料と同様に ³⁾ UL ノイズの低減には縞状磁区構造の形成を抑制することが非常に重要であることがわかる.

次に Fig. 6 において, UL ノイズがわずかに増加する N_2 流量比 10% 以上の薄膜中に形成される磁区構造について検討を行った. これらの薄膜中には縞状磁区構造は全く確認されなかった. Fig. 9 に, 様々な条件で作製した FeTaN 薄膜の磁化容

Fig. 9 Relationship between $H_c^{E.A.}$ and media noise for FeTaN thin films.

Fig. 10 Noise power spectra for various soft magnetic thin films.

易軸方向の保磁力と UL ノイズとの関係を示す。磁化容易軸が径方向に誘導された薄膜は●印、磁化容易軸が周方向に誘導された薄膜は○印で示してある。径方向容易軸磁気異方性を示す薄膜 (●印) に注目すると、磁化容易軸方向の保磁力の低下にともない、UL ノイズは低下する傾向が認められる。周方向容易軸磁気異方性を示す薄膜 (○印) についても、●印の分布傾向から外れておらず、磁化容易軸の方向による UL ノイズの顕著な差は見受けられなかった。これらの薄膜における UL ノイズの値の変化は、Fig. 5 に示したノイズパワースペクトルにおける 20 MHz 以下のノイズ成分の変化によるものであり、実空間周期では 0.5 μm 以上の磁区構造の変化に対応すると考えられる。オーダから予想すると、該当する磁区構造としては磁化リップル構造が挙げられるが、現状のところ UL ノイズと磁化リップル構造との相関を明確に示す実験データは得られていない。したがって Fig. 9 に示した UL ノイズの低下をもたらし磁化容易軸方向保磁力の低減に対応する磁区構造の変化は明らかではないが、スピンドルモータからの漏洩磁界雰囲気中での磁化リップル構造等が問題ではないかと考え、現在検討中である。

最後に FeTaN 薄膜と他の軟磁性材料とのノイズ特性について比較した結果を示す。Fig. 10 に N_2 流量比 15 % で作製した FeTaN 薄膜のノイズパワースペクトルを、種々の軟磁性材料 FeBN, FeSiAl, NiFeMo のノイズパワースペクトルと共に示す。各材料の膜厚 δ は、飽和磁化 M_s との積 $M_s \cdot \delta$ が FeTaN 薄膜の場合 ($M_s \cdot \delta = 450 \text{ T} \cdot \text{nm}$) とほぼ等しくなるように定めている。FeTaN 薄膜以外の結晶質型材料では 80 MHz から 100 MHz の高周波数側から低周波数側に向かってノイズが増大しているのに対し、微結晶析出型材料の FeTaN 薄膜では低周波数側においてもノイズの増大がほとんど見られなかった。縞状磁区構造を抑制した FeTaN 薄膜は、FeTaC 薄膜と同様に結晶質型材料と比較して UL ノイズ特性に優れる材料であることがわかった。

4. まとめ

垂直二層膜媒体用裏打ち軟磁性材料として FeTaN 薄膜を選択し、インラインプロセスにおける軟磁気特性制御法の確立、ならびに軟磁気特性とノイズ特性との相関について検討を行い、以下のことが明らかになった。

- ① N_2 流量比を 10 % から 30 % とすることにより、飽和磁化を 1.4 T から 1.6 T, R_s を 0.3 nm 以下に維持しつつ、径方向容易軸磁気異方性を誘導できる。誘導される異方性磁界は最大 7.9 Oe であった。
- ② N_2 流量比 15 % 以上の FeTaN 薄膜では、磁界印加と加熱および冷却プロセスの組み合わせにより、径方向容易軸磁気異方性あるいは周方向容易軸磁気異方性を誘導することが可能である。
- ③ FeTaN 薄膜においても、UL ノイズの低減には縞状磁区構造の形成を抑制することが重要である。
- ④ 縞状磁区構造が形成されていない試料では、磁化容易軸方向の保磁力の低下にともない UL ノイズは若干低下する傾向が見られる。
- ⑤ FeTaN は、他の結晶質型材料と比較して UL ノイズが非常に低い材料である。

謝 辞 ノイズ特性評価に際し御協力頂きました三菱化学株式会社の片山慎也氏、宮田俊継氏、磁区構造観察に際し御協力頂きましたネオアーク株式会社の赤羽浩一氏、柳沢栄二氏、ガラスディスク基板を御提供頂きました株式会社オハラ R&D センターの後藤直雪氏、ならびに磁界印加ユニット作製に際し御協力頂きました東北大学工学部電気・情報系工作室 小林昌博工場長、同電子工学科 國井誠技官に感謝いたします。

文 献

- 1) Y. Honda, A. Kikukawa, Y. Hirayama, and M. Futamoto: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-36**, 2399 (2000).
- 2) Y. Tanaka and T. Hikosaka: *J. Magn. Magn. Mater.*, **235**, 73 (2001).
- 3) Y. Honda, K. Takahashi, Y. Hirayama, A. Kikukawa, and M. Futamoto: *Digests of PMRC2000*, 23pA-27, pp.61 (2000).

2001 年 10 月 9 日受理, 2002 年 1 月 17 日採録