垂直磁気記録媒体用下地軟磁性層の $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層構造化による特性改善

Improvement of the Soft Magnetic Properties of the Backlayer in Perpendicular Magnetic Recording Media through the use of $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ Multilayers

孔 碩賢・中川 茂樹

東京工業大学工学部電子物理工学科, 東京都目黒区大岡山 2-12-1 (〒152-8552)

S. H. Kong and S. Nakagawa

Department of Physical Electronics, Tokyo Institute of Technology

2-12-1 O-okayama, Meguro, Tokyo 152-8552

Multilayers composed of Ni-Fe and amorphous Si interlayers were prepared in order to improve the soft magnetic properties and surface smoothness of the soft magnetic backlayer and reduce media noise originating in the domain walls. The magnetic structure, such as stripe domains, of the soft magnetic backlayer was restrained. Excellent c-axis orientation as well as high perpendicular coercivity of the Co-Cr-Ta recording layer was attained. It was revealed that $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ multilayers were suitable for improving the soft magnetic properties of the backlayer.

Key words: Ni-Fe soft magnetic backlayer, amorphous Si, $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ multilayers, stripe domain, Co-Cr-Ta recording layer

1. はじめに

垂直磁気記録用二層膜媒体において裏打ち軟磁性層はヘッドの磁気回路の一部として動作する重要な役割を果たしている。しかし、記録層の下地層ともなるこの裏打ち軟磁性層はその表面粗さ、結晶構造が記録層の不安定な結晶成長を誘導するという研究結果が報告されている^[1]。また、裏打ち軟磁性層に発現する磁区構造によって媒体ノイズが増加することも報告されている^[2]。特に、裏打ち軟磁性層として精力的に研究が行われているNi-Fe薄膜はある臨界膜厚以上で軟磁気特性が急激に悪化する特性が知られている^[3]。垂直磁気記録においては裏打ち軟磁性層は比較的厚い膜厚が必要とされるため、このような厚膜状態での軟磁気特性の劣化や媒体表面の粒子サイズの増大、表面平坦性の悪化などが問題になっており、その上に堆積するCo-Cr-Ta記録層の結晶粒が著しく肥大化したり、結晶配向性に影響をあたえるなどの問題点がある^[4]。このようなNi-Fe裏打ち軟磁性層の問題点を解決するため、現在、軟磁気特性が良いamorphous系のCo-Nb-Zrなど、さまざまな材料が検討中であり^[5]、また裏打ち軟磁性層の多層膜化が行われている。本研究ではNi-Fe膜の軟磁気特性改善や表面粒子サイズの微細化及びCo-Cr-Ta記録層のエピタ

キシヤル成長のため、Ni-Fe層のf.c.c.結晶の(111)面の配向性向上の方法としてSi層を利用する $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜軟磁性層を提案する。これにより軟磁性層のstripe domainのような磁区構造形成の抑制及びCo₇₇Cr₂₀Ta₃記録層の高い結晶配向性や垂直保磁力(H_{c1})、粒子サイズの微細化が達成されたので報告する。一方、Ni-Fe上に堆積させたCo-Cr-Ta記録層において、その記録層の結晶性および磁気特性を改善するための方法として $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜の表面に酸化膜を形成させた後、記録層を堆積した。このようにして作製したCo-Cr-Ta/Ni-Fe-O/ $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 膜とCo-Cr-Ta/ $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 連続膜とを比較した。

2. 実験方法

Ni-Fe/Si多層膜はNi₈₂Fe₁₈と多結晶Siターゲットを用いて表面熱酸化Siウェハー上に基板温度 T_s を室温(R.T.)として作製した。Ni₈₂Fe₁₈薄膜の全膜厚は400 nmとし、これをSi層で分割する構造とした。Ni₈₂Fe₁₈膜の下地層及び中間層として使用したSi薄膜の層厚は5 nmである。裏打ち層の最上層はNi-Fe層とした。記録層にはCo₇₇Cr₂₀Ta₃ターゲットを用いて基板温度 T_s を250℃、膜厚 δ_{Co} を50 nmとして作製した。また、界面酸化膜の効果を調べるためのNi-Fe膜表面の酸化膜の作製は、記録層を堆積する前、Ni-Fe膜の表面を大気中で24時間暴露させて形成した。すべての試料は対向ターゲット式スパッタ法により、Arガス圧力1 mTorrで作製した。膜の構造解析にはX線回折と透過電子顕微鏡(TEM)を用い、膜の表面状態は原子間力顕微鏡(AFM)で観察した。また、磁気特性は振動試料式磁力計(VSM)およびKerrループトレーサで、表面磁区構造は磁気力顕微鏡(MFM)を用いてそれぞれ評価した。

3. 実験結果

3.1. $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜軟磁性層の作製

垂直磁気記録用二層膜媒体に用いるNi-Fe裏打ち軟磁性

Fig. 1 Cross-sectional TEM micrograph of $[\text{Ni-Fe/Si}]_3$ multilayers.

層の特性改善のために、 $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜を作製して結晶性及び軟磁気特性を評価した。作製した $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜の断面を TEM により観察すると、Fig. 1 に示すように columnar 構造の Ni-Fe 層と amorphous の Si 層の $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜が形成されているが分かる。また、Ni-Fe 膜の columnar 構造成長が amorphous Si 中間層によって抑制されていることが観測される。これは Ni-Fe 表面粒子サイズの微細化が期待できることを意味する。

そこで、 $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ の表面状態を AFM で観測した結果及び粒径分布を比較して Fig. 2 に示す。Ni-Fe の下地層及び中間層として使用した Si の積層数(n)が増加するとともに粒子サイズ(D_a)が 34 nm(Ni-Fe 単層膜)から 21 nm ($[\text{Ni-Fe/Si}]_4$)まで減少しておりその分布の標準偏差も小さくなっている。その平均粒子サイズの変化を Fig. 3 に示した。一方、表面平均粗さ(R_a)においても 0.43 nm から 0.28

Fig. 3 Dependence of the grain diameter on the number of Si interlayers.

Fig. 4 Dependence of the diffraction peak intensity and $\Delta\theta_{50}$ on the number of Si interlayers.

nm と大きく改善されて Si 層による多層膜化が Ni-Fe 膜の表面構造制御に非常に有効であることがわかった。

Fig. 4 に $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ 多層膜の XRD により評価した結晶構造の変化を示す。Ni-Fe の f.c.c.(111)面の変化を見ると

Fig. 2 (a) AFM surface image of $[\text{Ni-Fe/Si}]_n$ multilayers (scan size: 500 nm). (b) Distribution of the surface grain diameter.

amorphous Si を Ni-Fe の下地層として用いた場合($n=1$)、f.c.c.(111)面の配向度 $\angle\theta_{50}$ が 13.5° から 9.5° になって結晶配向性が若干改善されていることが分かる。さらに、Si を中間層として使用したところ、Si 積層数(n)が2以上から $\angle\theta_{50}$ が約 4° を示し、非常に優れた配向性を示すことがわかった。このことにより、その上に堆積される Co-Cr-Ta 記録層のエピタキシャル成長が期待できる。また、Fig. 5 は面内方向保磁力($H_{c\parallel}$)の Si 層数依存性を示す。Ni-Fe 膜の中間層として Si を2層以上挿入することによって $H_{c\parallel}$ が 1.0 Oe 以下と大幅に減少していることが分かる。

Fig. 5 Dependence of $H_{c\parallel}$ on the number of Si interlayers.

3.2. Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ 二層膜媒体(連続堆積膜)の作製

結晶性及び軟磁気特性が大きく改善できた [Ni-Fe/Si] $_n$ 多層膜の裏打ち軟磁性層上に Co-Cr-Ta 記録層を堆積し、結晶性及び磁気特性変化を調べた。Fig. 6 に Co-Cr-Ta 記録層の結晶子の c 軸配向分散角($\angle\theta_{50}$)の Si 中間層層数による変化を示した。ここでは Si 積層数(n)を3以上挿入した [Ni-Fe/Si] $_{3,4,5,6}$ 多層膜上に記録層を堆積させることによって $\angle\theta_{50}$ が 7° 以下と結晶配向性が改善していることがわかる。Si 積層数が2の [Ni-Fe/Si] $_2$ 多層膜中では Ni-Fe

Fig. 6 Dependence of the diffraction peak intensity and $\angle\theta_{50}$ of Co-Cr-Ta(002) on the number of Si interlayers.

Fig. 7 Dependence of $H_{c\perp}$ of the Co-Cr-Ta recording layer on the number of Si interlayers.

Fig. 8 Dependence of $\angle\theta_{50}$ of Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ and Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ media on the number of Si interlayers.

層一層分の膜厚 (200nm) が厚く、Si 層によって改善された Ni-Fe の結晶配向がふたたび乱れた上に Co-Cr-Ta 膜が形成されたために結晶配向性が悪化したものと考えられる。このため分割数(n)を3以上とすることにより良好な Ni-Fe の結晶配向面を得ることができたものとおもわれる。Fig. 7 は Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ 膜の Kerr ループトレサで測定した垂直方向保磁力($H_{c\perp}$)の Si 中間層層数依存性を示す。結晶配向性の改善とともに磁気特性においても Ni-Fe 単層膜上に形成した Co-Cr-Ta の膜である Co-Cr-Ta/Ni-Fe 膜では垂直保磁力($H_{c\perp}$)が 0.4 kOe だが Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ 膜においては Ni-Fe 膜の中間層として用いた Si 積層数(n)を増加するにしたがって垂直保磁力($H_{c\perp}$)が約 2.8 kOe まで大きく増加した。

3.3. Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ 二層膜の作製

記録層と裏打ち層との磁気的相互作用を制御し、記録層の結晶性および磁気特性を改善するために、最上層の Ni-Fe 層を自然酸化させた Ni-Fe-O 膜上に記録層を堆積す

Fig. 9 Dependence of $H_{c\perp}$ of Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ and Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ media on the number of Si layers.

る方法を試みた。Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ 二層膜媒体(連続堆積膜)と Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ 二層膜媒体(界面酸化膜)において Co-Cr-Ta 記録層の c -軸分散角($\angle\theta_{50}$)を比較したところ、Fig. 8 のような結果が得られた。酸化させた Ni-Fe 層表面上に堆積した記録層の場合、 c -軸配向度 $\angle\theta_{50}$ が 4° 以下となり、連続膜の Co-Cr-Ta/[Ni-Fe/Si] $_n$ 膜と比べても Co-Cr-Ta の h.c.p.(002)面の配向性がさらに大きく改善できたことが分かる。これは Ni-Fe-O 膜を Co-Cr-Ta 記録層の seed layer として用いることによって Co-Cr-Ta 膜の初期層として形成する配向悪化層が大きく抑制できたためと考えられる。さらに、Ni-Fe-O 膜は大気中での自然酸化により形成したため、膜厚が非常に薄い。このため[Ni-Fe/Si] $_n$ 多層膜上に Co-Cr-Ta 膜を形成する時に、薄い Ni-Fe-O 膜の影響をあまり受けずに、Co-Cr-Ta 膜がヘテロエピタキシャル成長したことが Fig.8 によって分かる。一方、Fig. 9 に垂直保磁力($H_{c\perp}$)の Si 積層数依存性を示す。Ni-Fe 単層膜上に界面酸化層があった時は界面酸化層がない場合と比べて Co-Cr-Ta 記録層の垂直保磁力($H_{c\perp}$)が約 1 kOe 以上増加した。さらに界面酸化層が存在

Fig. 10 AFM image of Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ media (scan size: 500 nm).

Fig. 11 MFM images of Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ media in dc-erased state (scan size: 3 μ m).

する膜は $H_{c\perp}$ が Si 積層数の増加と共に大幅に上昇し、Si 積層数(n)が 4 のところで最大值(約 3.3 kOe)を示した。また、垂直角形比 $S_{\perp}$ も連続膜の場合は最高 0.57 であったのに対して、酸化層上に記録層を堆積した場合は最高 0.66 を示した。これは Ni-Fe 酸化層が Co-Cr-Ta 記録層の磁気特性改善に有効であることを示している。

一方、Fig. 10 では AFM により観察した Ni-Fe-O/Ni-Fe 膜や Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ 膜上に堆積された Co-Cr-Ta 記録層の表面観察像を比較した。図を見ると優れた平坦性を示した[Ni-Fe/Si] $_4$ 多層膜に記録層を堆積することによって平均表面粗さ R_a が 1.26 nm となり Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/Ni-Fe の R_a 6.9 nm と比べ表面平滑性が大きく改善されていることがわかる。これらの結果は裏打ち軟磁性層の表面状態及び結晶構造が記録層の結晶成長に大きく影響を及ぼすことを示しており、Ni-Fe 膜の表面状態が Si 中間層の挿入によって大きく改善されたことを示す。Fig. 11 に DC 消磁状態の Co-Cr-Ta(50 nm)/Ni-Fe-O/[Ni-Fe/Si] $_n$ 膜の表面 MFM 像を示す。Co-Cr-Ta/Ni-Fe-O/Ni-Fe の場合、Ni-Fe 膜に形成した stripe 磁区が記録層に大きく影響を及ぼしている反面、[Ni-Fe/Si] $_n$ 多層膜を裏打ち軟磁性層とした膜においては積層数(n)を増加することによって裏打ち軟磁性層の磁区形成が大きく抑制されていることが分かる。これは軟磁性層に起因するノイズの抑制に効果があると考えられる。

4. まとめ

[Ni·Fe/Si]_n 多層膜構造による裏打ち軟磁性層の特性改善及び下地層の表面構造による Co·Cr·Ta 記録層の結晶性や磁気特性変化を検討した。その結果、[Ni·Fe/Si]_n 多層膜作製においては Ni·Fe を Si で多層膜化することにより軟磁気特性改善及び結晶性が大きく向上し、また表面平滑性と粒径の微細化と均一化が観測された。また stripe 磁区のような Ni·Fe 層の磁区構造が抑制できた。一方、表面酸化させた Ni·Fe 膜上に Co·Cr·Ta 記録層を堆積することによって記録層の Co·Cr·Ta 層の c 軸配向度 $\angle \theta_{50}$ の減少及び垂直保磁力($H_{c\perp}$)が大幅に上昇した。

参考文献

- [1] A. Kikukawa, Y. Honda, Y. Hirayama and M. Futamoto : *IEEE Trans. on Magn.*, 36, 2402 (2000).
- [2] J. Ariake, N. Honda, K. Ouchi and S. Iwasaki : *IEEE Trans. on Magn.*, 36, 2411 (2000).
- [3] N. Saito, H. Fujiwara and Y. Sugita : *J. Phys. Soc. Jpn.*, 19, 421 (1964).
- [4] S. Nakagawa and M. Naoe : *J. Phys. Soc. Jpn.*, 21, 983 (1997).
- [5] H. Komagome, T. Shimatsu, R. Yoshida, I. Watanabe, H. Muraoka, Y. Sugita and Y. Nakamura : *J. Phys. Soc. Jpn.*, 24, 243 (2000).