Evaluation of Pattern Quality by Analyzing Signal of Patterned Media Fabricated by Nitrogen Ion Implantation

Tatsuya Hinoue, Kenichi Ito, Yoshiyuki Hirayama, and Yuzuru Hosoe

Central Research Laboratory, Hitachi Ltd., 2880 Kozu, Odawara, 256-8510, Japan

Patterned media were fabricated by nitrogen ion implantation and changes of the pattern quality with ion energy were evaluated by analyzing the readback signals. The ion energies were 8, 12, 14 and 16 keV, and the dosage was 2.5×10^{16} ions/cm². Auto correlation signal to noise ratio of DC-magnetized preamble pattern was maximized at 12 keV, though the saturation magnetization of the ion-implanted area was decreased as the ion energy increased throughout the range from 8 keV to 16 keV. 2D-maps of the signal amplitude showed larger fluctuation of the pattern shape for the ion energy of 16 keV than for the ion energy of 8 keV. The standard deviations of the pattern width were 4.3 nm and 8.4 nm for 8 keV and 16 keV, respectively, which were almost the same values as the standard deviations of calculated ion lateral distribution. The results indicate that some ions distributed under the mask by the ion lateral straggling and thus affected the pattern quality. For high quality patterning, ion lateral straggling needs to be suppressed by lowering ion energy.

Key words: patterned media, ion implantation, nitrogen, ion energy, readback signal

窒素イオン注入により作製したパタン媒体の再生信号解析によるパタン品質の評価

檜上 竜也^{*1}・伊藤 健一^{*1}・平山 義幸・細江 譲^{*1}

日立製作所中央研究所, 小田原市国府津 2880 (〒256-8510)

1. はじめに

将来の高密度記録を可能とするパタン媒体の作製技術として、イオン注入を用いた方法が注目されている。この方法では、非磁性イオンをビットやトラックの間に注入してこれらを磁気的に分離することで、媒体表面の平坦性を維持したままパタン媒体を作製できる^{1)~6)}。イオン注入を用いて作製したパタンの信号をヘッドを浮上させて再生した例が報告されており^{9)~15)}、イオン注入による方法が磁気的なパタンの作製と安定したヘッド浮上性が得られる平坦な表面の両立に適していることが示された。

本研究では、窒素イオンをパターンニングに用いた。窒素イオン注入はこれまでに CoCrPt 合金^{10),12),15)}、Co/Pd および Co/Pt 多層膜^{2),11),12)}、L1₀ FePt および L1₂ CrPt₃ 規則合金^{2),9)}など、多くの磁性膜のパターンニングに有効であることが報告されている。我々は窒素イオン注入によりパタン媒体を作製し、イオンを注入した部分の磁化を低減することがパタンの品質を向上する上で重要であることを以前報告した¹⁵⁾。一方、注入されたイオンの分布はイオンエネルギーにより変化するため、パタンの品質はパターンニング時のイオンエネルギーによっても異なってくると考えられる。本研究では、イオンエネルギーを変えてパタン媒体を作製し、その再生信号を詳細に解析することで、イオンエネルギーによるパタン品質の違いを評価した。それにより、高密度化に適したイオン注入条件を検討した。

エッチングにより作製されたパタン媒体では、走査型電子顕微鏡 (SEM) や透過型電子顕微鏡 (TEM) などにより比較的容易にパタン形状を評価することが可能である。一方、イオン注入によ

り作製されたパタン媒体では、媒体の物理的な形状を変化させることなく磁気的なパタンを作製するため、パタン形状の評価が難しい。磁気力顕微鏡 (MFM) により磁気的なパタン形状を評価することは可能であるが、数 nm の微小な違いを評価するには分解能が十分とは言えない。したがって、パタン品質を詳細に評価するには、スピンスタンド等によりパタン媒体の信号を再生し評価する方法が必須である。そのためには低浮上かつ安定したヘッド浮上性を確保する必要がある、まずベースとなる媒体の表面が十分に平坦であり、かつ媒体表面におけるパーティクル等の発生が十分に抑えられていなければならない。この条件を満たすベース媒体としては従来型の CoCrPt-SiO₂ 垂直磁気記録媒体が最適であり、本研究でもこれを用いた。また、パタン品質の評価にはサーボのプリアンブルパタンを用いた。プリアンブルパタンは単純なラインアンドスペースのパタンであり、形状等の違いを評価しやすくパタン品質を比較する上で都合がよいためである。

2. 実験方法

DC マグネトロンスパッタを用い、ガラス基板上にベースとなる垂直磁気記録媒体を成膜した。記録層は CoCrPt-SiO₂ グラニュラー磁性層と CoCrPtB キャップ磁性層の積層膜である。グラニュラー磁性層とキャップ磁性層の飽和磁化はそれぞれ 0.61 T および 0.55 T であり、膜厚はそれぞれ 13.2 nm および 4.4 nm である。ナノインプリントリソグラフィとエッチングによりベース媒体上にカーボンマスクを形成し、窒素イオン (N₂⁺) を注入することでパタン媒体を作製した。窒素イオン注入にはアルバック社製イオン注入システム IHD を用いた。本装置はパタン媒体製造専用のイ

^{*1} 現所属：HGST ジャパン日本研究所

オン注入装置であり、媒体両面 2 枚同時のイオン注入を可能としている。TRIM^{17,18)}を用いたイオン注入過程のモンテカルロシミュレーション結果を基に、マスクの厚さは本研究で用いた最大のイオンエネルギー16keVでもイオンを十分に遮蔽できる50 nmとした。マスク除去工程の前後でPolar Kerr 効果測定を実施し、マスク除去工程による磁気特性の変化がないことを確認した。膜面垂直方向に外部磁場を印加して作製したパターン媒体を着磁した後、スピンスターを用いてプリアンプル信号を再生し自己相関信号雑音比 (ACSNR) を評価した。さらに、パターン形状を評価するため、信号強度の二次元マップを作成した。二次元マップは、再生信号をクロストラック方向のヘッド位置を 3.8 nm ステップで変えて 300 nm 程度のトラック幅領域で評価し、その信号強度をダウントラック方向とクロストラック方向のそれぞれの位置に対して等高線を描くようにプロットしたものである。評価にはトンネル磁気抵抗効果 (TMR) ヘッドを用い、ヘッド浮上量は 2 nm、円板の回転数は 5400 rpm、評価半径位置は 21.8 mm とした。評価半径位置におけるプリアンプルパタンのビット長は 213 nm である。イオンを注入した部分の磁気特性は、マスクを形成していない媒体全面に窒素イオンを注入した試料を準備し、試料振動型磁力計 (VSM) を用いて評価した。

3. 結果と考察

マスクを施していない媒体に対し、イオンエネルギーを 8, 12, 14, 16 keV と変えて窒素イオンを注入し、磁気特性を評価した。ドーズ量は 2.5×10^{16} ions/cm² とした。なお、TRIM による計算から、イオンエネルギーが 12 keV のときに窒素イオンの平均注入深さが記録層の膜厚方向の中心位置とほぼ一致する。Fig. 1 に各イオン注入条件における媒体の磁化曲線を示す。イオンエネルギーが高くなるほど飽和磁化と保磁力が減少している。イオンエネルギーが高くなるとイオンはより深く注入され、かつ深さ分布の広がりもより大きくなる。今回用いたイオンエネルギーの範囲ではイオンエネルギーを高くした方が、窒素イオンが記録層の膜厚方向全体に広く分布して飽和磁化と保磁力がより小さくなったと考えられる。

次に、上記と同じイオン注入条件でパターン媒体を作製し、プリアンプルパタンの信号強度と ACSNR を評価した。信号強度と ACSNR のイオンエネルギー依存性を Fig. 2(a)に、比較のため Fig. 1 から求めた飽和磁化 (M_s) のイオンエネルギー依存性を Fig. 2(b)に示す。信号強度は 8 keV から 12 keV ままで増加し、それ以上のイオンエネルギーではほぼ一定となった。一方、ACSNR はイオンエネルギーが 12 keV のときに最大となり、それ以上のイオンエネルギーでは低下した。以前我々は、窒素イオンを注入した部分の飽和磁化が小さくなるほど信号強度が向上し、かつジッタが低下して ACSNR が向上することを報告した¹⁵⁾。今回 12 keV 以下で作製した媒体では、イオンを注入した部分の飽和磁化が小さくなると信号強度が増加し ACSNR も向上していることから、前報と同様の結果と言える。一方、12keV 以上で作製した媒体では、イオンを注入した部分の飽和磁化が小さくなっているにも関わら

Fig. 1 M - H curves before and after nitrogen ion implantation with ion energies of 8, 12, 14, and 16 keV on media without a mask.

Fig. 2 (a) Amplitude and ACSNR of preamble signal, and (b) M_s of ion-implanted region as a function of ion energy for patterned media fabricated by nitrogen ion implantation.

ず ACSNR が低下した。ただし、以前の報告はイオンエネルギーが 10 keV 以下での結果であり、今回 ACSNR が劣化したのはイオンエネルギーがより高い場合の結果となる。12 keV 以上では信号強度はほぼ一定であったことから、ACSNR の低下はノイズが増加したことによるものである。イオンエネルギーが高くなるとイオンの分布も変化するが、その分布の変化がパターン品質に悪影響を及ぼし、ノイズが増加したものと考えられる。以降、このノイズ増加の原因について解析していく。

イオンエネルギーがパタンの品質に与える影響を評価するため、8 keV および 16 keV で作製したパターン媒体について、プリアンプル信号強度の二次元マップを作成した。作成した二次元マップを Fig. 3(a)および(b)に示す。イオンエネルギーが低い 8 keV に比べ、イオンエネルギーが高い 16 keV はパターン形状の揺らぎが大きくなっている。得られた二次元マップからマスクを施した部分のパターン形状を測長した結果を Table 1 に示す。なお、ここでのパターン幅は信号強度が 0 mV となる点での幅をとっており Fig. 3 の見かけの幅に対応した数値となるが、半値幅ではないため幅の絶対値に関しては必ずしも正確とは言えない。しかしながら、パターン幅の標準偏差やパターン中心位置の標準偏差に関

Fig. 3 2D-maps of signal amplitude for preamble pattern fabricated with ion energies of (a) 8 keV and (b) 16 keV.

Table 1 Pattern sizes obtained from 2D-maps of preamble signal amplitude.

Ion energy (keV)	Pattern width (nm)		Standard deviation of pattern center position (nm)
	Average	Standard deviation	
8	78	4.3	1.3
16	77	8.4	2.7

Fig. 4 SEM top-view images of mask for preamble pattern after nitrogen implantation with ion energies of (a) 8 keV and (b) 16 keV.

Table 2 Mask sizes obtained from SEM top-view images for preamble pattern after nitrogen ion implantation.

Ion energy (keV)	Mask width (nm)	
	Average	Standard deviation
8	79.3	0.2
16	79.0	0.3

しては、パタンの相対的な位置ずれを反映した数値であり議論できる。パタン幅の標準偏差が 8 keV に比べ 16 keV ではおよそ 2 倍の大きさになっており、パタンの中心位置のばらつきも同様に約 2 倍になった。パタンの中心位置のばらつきが大きくなるとジッタが増加するため、イオンエネルギーが高い場合に ACSNR が劣化したのは、このパタン形状の揺らぎによるものであることがわかる。それでは、イオンエネルギーが高くなるとなぜパタン形状の揺らぎが大きくなったのか。以降、その原因を考察する。

パタンの形状はマスクの形状を反映したものであるため、イオンエネルギーが高い場合にマスクが何らかのダメージを受けたとしたら、パタンの形状に影響すると考えられる。そこで、イオン注入後のマスクの形状を SEM により評価した。Fig. 4(a)および(b)に 8 keV および 16 keV で窒素イ

Fig. 5 Standard deviations of lateral ion distribution calculated by TRIM and pattern width obtained from 2D-maps of preamble pattern.

オンを注入した後のマスクの平面 SEM 像を、Table 2 に SEM 像から測長したマスクの形状を示す。マスク形状はイオンエネルギーにはよらず、マスク幅の標準偏差の値は信号強度の二次元マップから得られたパタン幅の標準偏差の値の 1/10 以下の小さな値となった。すなわち、パタン形状の揺らぎはマスクの形状によるものではない。

イオン注入において、注入されたイオンは深さ方向に移動するだけでなく、面内方向にも散乱されて移動する。したがって、一部のイオンは面内方向に散乱されてマスクされた部分にも分布することになる。この面内方向のイオンの散乱の影響により、ビットパタン媒体のドットサイズのばらつきが大きくなる¹¹⁾、あるいはドットサイズが小さくなる¹²⁾といった報告例があり、本報の媒体でもこのイオンの面内方向の散乱が影響してパタン品質が劣化した可能性が考えられる。そこで、TRIM によりパターンニングに用いた媒体と同じ記録層の構造と組成を仮定して注入された窒

素イオンの分布を計算し、面内方向分布の標準偏差を求めた。結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5 には信号強度の二次元マップから求めたパタン幅の標準偏差も併せて示した。窒素イオンの面内方向分布の標準偏差はイオンエネルギーが高くなるほど大きくなり、その値は信号強度の二次元マップから求めたパタン幅の標準偏差とほぼ同じ値となった。面内方向に散乱した一部の窒素イオンがマスクを施した部分に侵入してパタン形状を乱したことを示しており、以下のような現象と考えることができる。面内方向の散乱によりマスク端部からマスクの下にイオンが侵入した領域では、注入された元素の密度がマスク端部からマスク中心部に向かって徐々に減少する。そのため、この領域は磁気特性が徐々に変化する遷移領域となる。パタン形状の乱れは磁区構造の乱れであるため、実験結果はこの遷移領域の磁区構造が乱れていることを示している。今回作製した媒体では、イオンを注入した部分は完全には非磁性化されておらず磁化が残っているが、この磁化はマスクによってイオン注入が遮られた領域の磁化と磁氣的に相互作用するため、その相互作用の影響によりパタン端部の遷移領域の磁区構造が乱れていると考えられる。イオンの面内方向の散乱の大きさは Fig. 5 に示した通りイオンエネルギーが高くなるほど大きくなるため、イオンエネルギーが高くなるほど磁気特性の遷移領域の幅が大きくなり、パタン形状の揺らぎが大きくなったものと考えられる。さらに Fig. 3 の二次元マップを詳細に見ると、イオンを注入した部分の中において信号強度に多少のばらつきが見られた。本研究の媒体はイオンを注入した部分に磁化が残っており、その磁化が多磁区となったことで信号強度がばらついた可能性が考えられる。以前、イオンを注入した部分に残った磁化が大きいほどジッタが増加することを報告したが¹⁰⁾、今回見られた信号強度のばらつきが関係して可能性も考えられる。ただし、Fig. 3 の 8 keV と 16 keV の結果を比較すると、信号強度のばらつきに明確に差が出ているわけではなく、今後さらなる解析が必要と言える。

信号品質の劣化を防ぐためには、パターンニングに用いるイオンのエネルギーを低くしてパタン形状の揺らぎを抑える必要がある。ただし、Fig. 1 および Fig. 2 で示したように、イオンエネルギーを単純に低くしただけでは、磁化低減が不十分となり信号品質が劣化してしまう。したがって、信号品質向上のためには、低イオンエネルギー化と磁化低減の両立が必要である。低イオンエネルギー化によって磁化低減が不十分となる原因は、イオンの注入深さが浅くなり、記録層全体にイオンが分布しなくなるためである。そのため、イオンの注入深さが浅くなくても記録層全体にイオンを分布させるには、記録層を薄くすることが効果的である。ただし、高記録密度化のため記録層を薄膜化して信号品質の向上を進めていくと、本研究で用いたような従来型の CoCrPt-SiO₂ 垂直磁気記録媒体をベースとしたパタン媒体では、将来的に熱安定性が不十分となってくる可能性がある。本研

究で用いた窒素イオン注入は、Co/Pd および Co/Pt 多層膜、L1₀ FePt 規則合金など、結晶磁気異方性の大きな磁性膜に対するパターンニングにも有効であることが報告されていることから^{2),11),12)}、これらの磁性膜を用いることで記録層の薄膜化による高い信号品質と熱安定性の両立が可能と考えられる。例えば、ビットパタン媒体でドット密度 2.5 Tb/in² を想定した場合、六方晶型のドット配列でドットピッチは 17.3 nm であり、マスクの開口率を 35 % と仮定するとマスクの直径は 11.4 nm となる。この場合、イオンの散乱による影響を 2 nm 程度に抑えることができれば、8 nm 程度のドットの直径を実現できる。Fig. 5 の結果から、イオンの散乱による影響はイオンの面内分布の標準偏差から見積もることが可能であり、Co/Pd 多層膜を仮定した場合、イオンエネルギーを 3 keV 以下にすればイオンの散乱による影響は 2 nm 以下になると計算される。3 keV の場合、イオンの平均注入深さは約 4 nm と計算され、膜厚 8 nm 程度のものをパターンニング可能となる。また、マスクにカーボン仮定すると、3 keV の窒素イオンを遮蔽するのに必要な膜厚は 16 nm と計算され、マスクのアスペクト比は 1.5 程度で十分加工が可能と言える。

4. まとめ

窒素イオン注入を用いたパタン媒体作製技術において、高密度化に適したイオン注入条件を検討するため、イオンエネルギーによるパタン品質の変化を評価した。イオンエネルギーが 8 keV から 16 keV の範囲では、イオンを注入した部分の飽和磁化はイオンエネルギーが高いほど小さくなったが、プリアンブル信号の ACSNR は 12 keV で最大となり、イオンエネルギーがさらに高くなると劣化した。8 keV および 16 keV で作製したパタン媒体のプリアンブル信号強度の二次元マップを作成したところ、イオンエネルギーの低い 8 keV に比べ、イオンエネルギーの高い 16 keV ではパタン形状の揺らぎが大きくなり、そのために信号品質が劣化したことがわかった。窒素イオンの面内方向分布の標準偏差を計算したところ、その値は信号強度の二次元マップから求めたパタン幅の標準偏差とほぼ同じ値となった。このことから、イオンの面内方向の散乱によりマスクを施した部分にイオンが侵入することで、パタン端部に磁気特性が徐々に変化する遷移領域が形成され、イオンを注入した部分に残った磁化の影響により、その遷移領域の磁区構造が乱れたものと考えられる。信号品質向上のためにはイオンエネルギーを低くしてイオンの面内方向の散乱を抑える必要がある。そして、低いイオンエネルギーでも磁化を十分に低減するため、記録層厚を薄くする必要がある。

謝辞 本研究の一部は（独）新エネルギー・産業技術総合開発機構の委託研究「超高密度ナノビット磁気記録技術の開発（グリーン IT プロジェクト）」の一環として実施された。

References

- 1) C. Chappert, H. Bernas, J. Ferré, V. Kotter, J. P. Jamet, Y. Chen, E. Cambril, T. Devolder, F. Rousseaux, V. Mathet, and H. Launois, *Science*, **280**, 1919 (1998).
- 2) B. D. Terris, D. Weller, L. Folks, J. E. E. Baglin, and A. J. Kellock, *J. Appl. Phys.*, **87**, 7004 (2000).
- 3) O. Hellwig, D. Weller, A. J. Kellock, J. E. E. Baglin, and E. E. Fullerton, *Appl. Phys. Lett.*, **79**, 1151 (2001).
- 4) P. Warin, R. Hyndman, J. Glerak, J. N. Chapman, J. Ferré, J. P. Jamet, V. Mathet, and C. Chappert, *J. Appl. Phys.*, **90**, 3850 (2001).
- 5) M. Abes, J. Venuat, D. Muller, A. Carvalho, G. Schmerber, E. Beaurepaire, A. Dinia, and V. Pierron-Bohnes, *J. Appl. Phys.*, **96**, 7420 (2004).
- 6) E. Suharyadi, T. Kato, S. Tsunashima, and S. Iwata, *IEEE Trans. Magn.*, **42**, 2972 (2006).
- 7) F. Albertini, L. Nasi, F. Casoli, S. Fabbrici, P. Luches, G. C. Gazzadi, A. di Bona, P. Vavassori, S. Valeri, and S. F. Contri, *J. Appl. Phys.*, **104**, 053907 (2008).
- 8) T. Kato, S. Iwata, Y. Yamauchi, S. Tsunashima, K. Matsumoto, T. Morikawa, and K. Ozaki, *J. Appl. Phys.*, **105**, 07C117 (2009).
- 9) J. Yasumori, Y. Sonobe, S. J. Greaves, and H. Muraoka, *IEEE Trans. Magn.*, **45**, 3703 (2009).
- 10) M. Aniya, A. Shimada, Y. Sonobe, K. Sato, T. Shima, K. Takanashi, S. J. Greaves, T. Ouchi, and T. Homma, *IEEE Trans. Magn.*, **46**, 2132 (2010).
- 11) A. Ajan, K. Sato, N. Aoyama, T. Tanaka, Y. Miyaguchi, K. Tsumagari, T. Morita, T. Nishihashi, A. Tanaka, and T. Uzumaki, *IEEE Trans. Magn.*, **46**, 2020 (2010).
- 12) K. Sato, A. Ajan, N. Aoyama, T. Tanaka, Y. Miyaguchi, K. Tsumagari, T. Morita, T. Nishihashi, A. Tanaka, and T. Uzumaki, *J. Appl. Phys.*, **107**, 123910 (2010).
- 13) T. Hinoue, T. Ono, H. Inaba, T. Iwane, H. Yakushiji, and A. Chayahara, *IEEE Trans. Magn.*, **46**, 1584 (2010).
- 14) E. Suharyadi, D. Oshima, T. Kato, and S. Iwata, *J. Appl. Phys.*, **109**, 07B771 (2011).
- 15) T. Hinoue, K. Ito, Y. Hirayama, T. Ono, and H. Inaba, *J. Appl. Phys.*, **109**, 07B907 (2011).
- 16) D. G. Merkel, L. Bottyán, F. Tanczikó, N. Nagy, G. Vértesy, J. Waizinger, and L. Bommer, *J. Appl. Phys.*, **109**, 124302 (2011).
- 17) J. P. Biersack and L. Haggmark, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.*, **174**, 257 (1980).
- 18) J. F. Ziegler, <http://www.srim.org/>.

2012年1月16日受理, 2012年5月17日採録