

日本応用磁気学会誌 21, 285-288 (1997)

## Co-Cr 垂直磁気異方性膜成膜における背圧改善効果

Effects of Improved Background Pressure on the Deposition of  
Co-Cr Perpendicular Anisotropy Films

中塩栄治・渡辺 功・村岡裕明・中村慶久

東北大電気通信研究所, 仙台市青葉区片平2-1-1 (980-77)

E. Nakashio, I. Watanabe, H. Muraoka, and Y. Nakamura

Research Institute of Electrical Communication, Tohoku Univ., 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-77

The effects of improved background pressure on the deposition of Co-Cr perpendicular anisotropy films were investigated. To obtain a high vacuum, an aluminum alloy chamber was used, whose inside wall was subjected to the EL process to reduce outgassing from the chamber. The background pressure reached  $4 \times 10^{-8}$  Torr after chamber baking. The pressure was changed by the addition of nitrogen to the atmosphere. In spite of the nitrogen addition, the percentage of  $H_2O$  in the atmosphere was greater than that of  $N_2$ . As a result, we were able to obtain a high perpendicular coercive force and a high crystallinity for the deposition of Co-Cr at a low background pressure. As regards the recording performance, a perpendicular double-layered medium with the Co-Cr recording layer deposited in a high vacuum showed larger output than one deposited in a low vacuum.

**Key words:** perpendicular double-layered media, aluminum chamber, EL process

### 1. はじめに

高密度ハードディスク装置では、インダクティブヘッドに代わって再生感度の高い MR ヘッドの使用は常識化してきている。この結果、相対的にメディアノイズの影響が大きくなっている。メディア側には、ノイズの低減が強く要求されている。特に垂直二層媒体では低ノイズ化、高 S/N 化の検討は始まったばかりであり、その指針を得ることが重要である。

低ノイズ化には媒体を構成する磁性粒子を微細化するとともに、その磁性粒子間の磁気的分離を促進する必要がある。我々は成膜時のスパッタ条件を吟味することで低ノイズ化を実現する検討を続けている。この成膜手法の改良として、磁気記録媒体作製用スパッタ装置にアルミニウムチャンバーを使用する検討を行った<sup>1)</sup>。筆者らは多元スパッタが可能な大型アルミチャンバーを作製し、従来装置よりも高い真空度を得た。さらに雰囲気中に窒素を添加することで成膜前の背圧を変化させ、背圧改善の効果を確認する実験を行った。

本報告では、背圧の変化が Co-Cr 垂直膜の磁気特性、結晶性、およびモフォロジーに与える変化を調べるとともに、垂直二層膜媒体としての記録再生特性を評価した結果も示す。

### 2. 高真空スパッタ装置の試作

本実験に用いたスパッタ装置のチャンバーは、厚さ 12 mm のアルミ板をロール成型した後、内壁を切削加工 (EL 加工<sup>2), 3)</sup>

して側面部を形成したものである。その後、同様に EL 加工を施した底板の溶接を行った。なお EL 加工とはエタノールを滴下しながらダイヤモンドバイトで切削加工するものである。通常、アルミニウム合金の表面は酸化膜で覆われている。その厚さは 120 Å ほどでランダムな形状をしており、それがガス放出の原因となっている。EL 加工により厚さ数 nm の均一かつ緻密なアルミの酸化膜が内壁に施され、これによってガス放出量が減少する<sup>2), 3)</sup>。

作製したチャンバーの容積は約 100 l 程度である。排気はターボ分子ポンプ (排気速度は窒素 710 l/s) とロータリーポンプの 2 段で行った。Fig. 1 に実験に用いたスパッタ装置の排気特性を示す。100°C, 10 時間のベーキングの後、到達真空度は  $4 \times 10^{-8}$  Torr であった。ビルドアップレートから求めたチャンバーのガス放出量は  $2.0 \times 10^{-7}$  Torr·l/s である。

成膜方法は rf スパッタ法、ターゲットは Co<sub>83</sub>-Cr<sub>17</sub>(wt%) を使用した。基板はスライドガラスを用い、特に下地は設けず直接 Co-Cr を成膜した。スパッタガス圧は 5 mTorr、基板温度は 250°C、投入電力は 200 W とした。雰囲気中のガス分析には分圧真空計 (ANELVA 社製、QIG066) を用いた。成膜した膜の評価は、磁気特性については VSM、結晶性は XRD、モフォロジーの観察は AFM で行った。

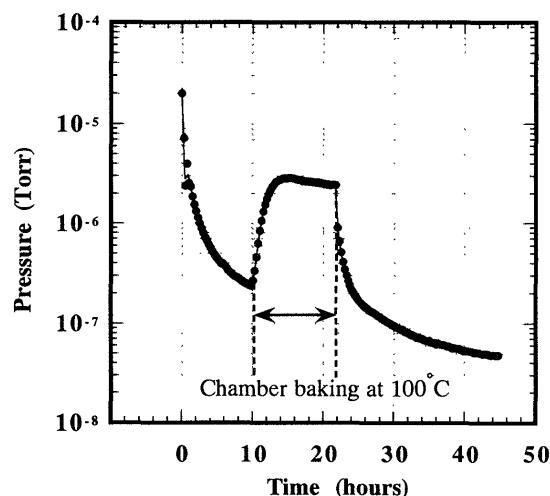


Fig. 1 Pumpdown curve of the new sputtering apparatus.

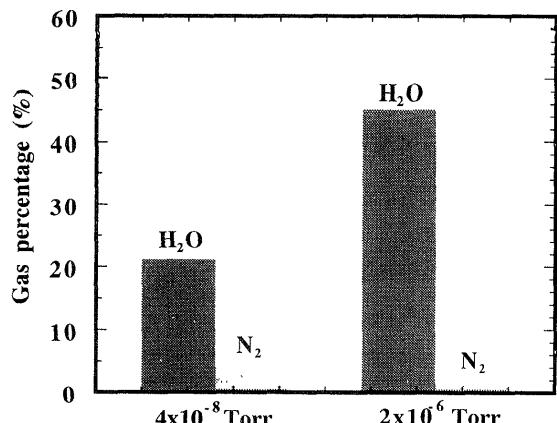


Fig. 2 Comparison of the gas percentage of H<sub>2</sub>O and N<sub>2</sub> at  $4 \times 10^{-8}$  Torr and  $2 \times 10^{-6}$  Torr.

### 3. 実験結果

#### 3.1 霧囲気中のガス分析

背圧の変化が Co-Cr 成膜時に与える影響を調べるために、 $10^{-8}$  Torr 台まで排気した後、霧囲気中に不純物ガス（ここでは窒素ガス）を導入し、電離真空計の指示値が所定の真圧度になるようにガスの流量を調節することにより行った。

霧囲気中のガス分析の結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2 の縦軸は、霧囲気の真圧度を 100%としたときの特定のガス分圧の割合であり、ここでは真圧度が  $4 \times 10^{-8}$  Torr と  $2 \times 10^{-6}$  Torr の場合の H<sub>2</sub>O と N<sub>2</sub> の割合を示した。これらの他には CH<sub>4</sub> や O<sub>2</sub> が検出された。 $4 \times 10^{-8}$  Torr の真圧度では 20% であった H<sub>2</sub>O が、不純物ガスを導入した  $2 \times 10^{-6}$  Torr では 45% になっており、霧囲気中に占めるガスの主成分は H<sub>2</sub>O であることがわかる。

また、ここには示していないが不純物ガスの分圧絶対値では H<sub>2</sub>O が  $10^{-8}$  Torr 台から  $10^{-6}$  Torr 台へと大きく増加していた一方で、N<sub>2</sub> は  $10^{-9}$  Torr 台から  $10^{-8}$  Torr 台へとほとんど変化は見られなかった。この原因は使用した窒素ガスの純度が悪かったことと、ターボ分子ポンプでは H<sub>2</sub>O と N<sub>2</sub> の排気速度に差があることが考えられる。

窒素ガスの導入を行って背圧の制御を行った結果、ガス導入を行った霧囲気中には不純物ガスとして使用した窒素よりも同時に混入する H<sub>2</sub>O が排気されずに霧囲気中に多く残留していることが確認された。

#### 3.2 磁気特性、結晶性、およびモフォロジーの変化

Fig. 3 に hcp(002) 面の反射強度で表した結晶性の膜厚依存性を示す。ここでの全膜厚範囲で、背圧が一桁違うと強度の値が一桁違っており、背圧の変化が結晶性に強く影響していることがわかる。この実験では背圧制御は不純物ガス導入により行ったが、排気系の性質から N<sub>2</sub> よりも H<sub>2</sub>O が多く残留することを確認している。また、成膜前の背圧が  $10^{-12}$  Torr 台で H<sub>2</sub>O の極めて少ない UltraClean-Ar ガスを使用した極清浄霧囲気中の Ni-Fe 薄膜の成膜を行った際、大幅に結晶性が向上することが知られている<sup>4</sup>。これらの結果から考えると、Co-Cr 膜の結晶成長に H<sub>2</sub>O が悪影響を及ぼしたと推測される。

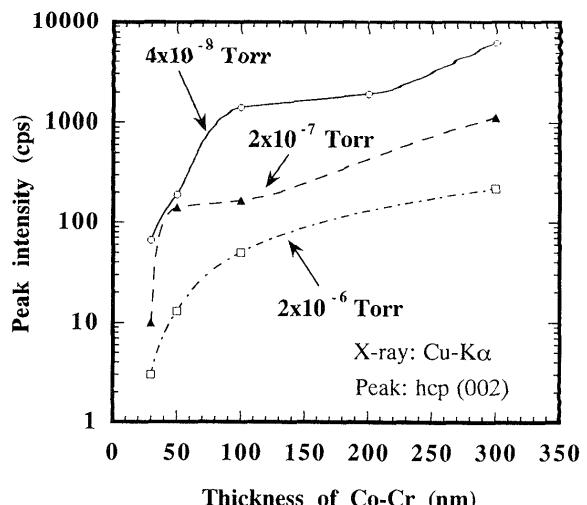


Fig. 3 Dependence of the hcp(002) peak intensity on the Co-Cr thickness.

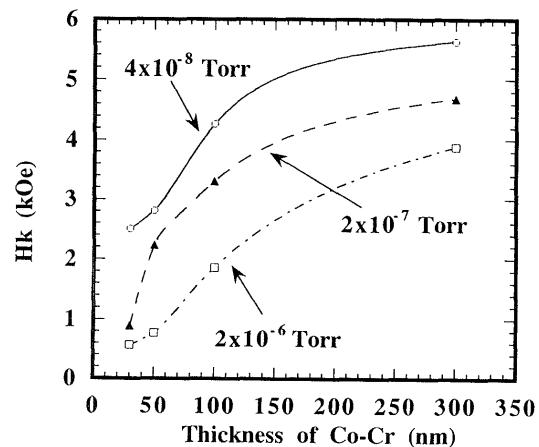


Fig. 4 Dependence of the anisotropy field on the Co-Cr thickness.

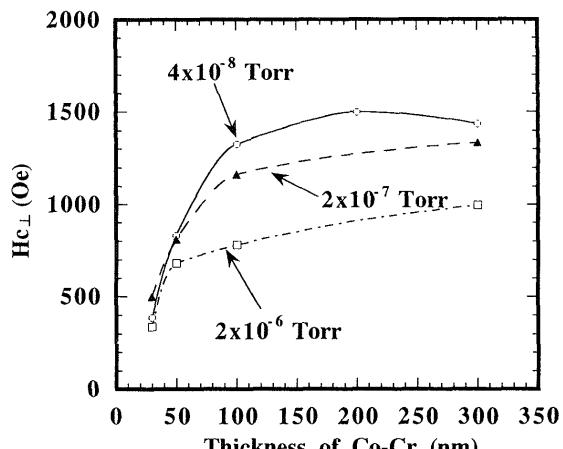


Fig. 5 Dependence of the perpendicular coercive force on the Co-Cr thickness.

この結晶性の変化が結晶磁気異方性の低下を招くことが予想されたので面内方向の初磁化曲線より異方性磁界  $H_k$  を求めた。Fig. 4 に示すように異方性磁界の変化が結晶性と同様、高真空中ほど  $H_k$  の値が高く、膜厚 100 nm 以下で急激に減少する

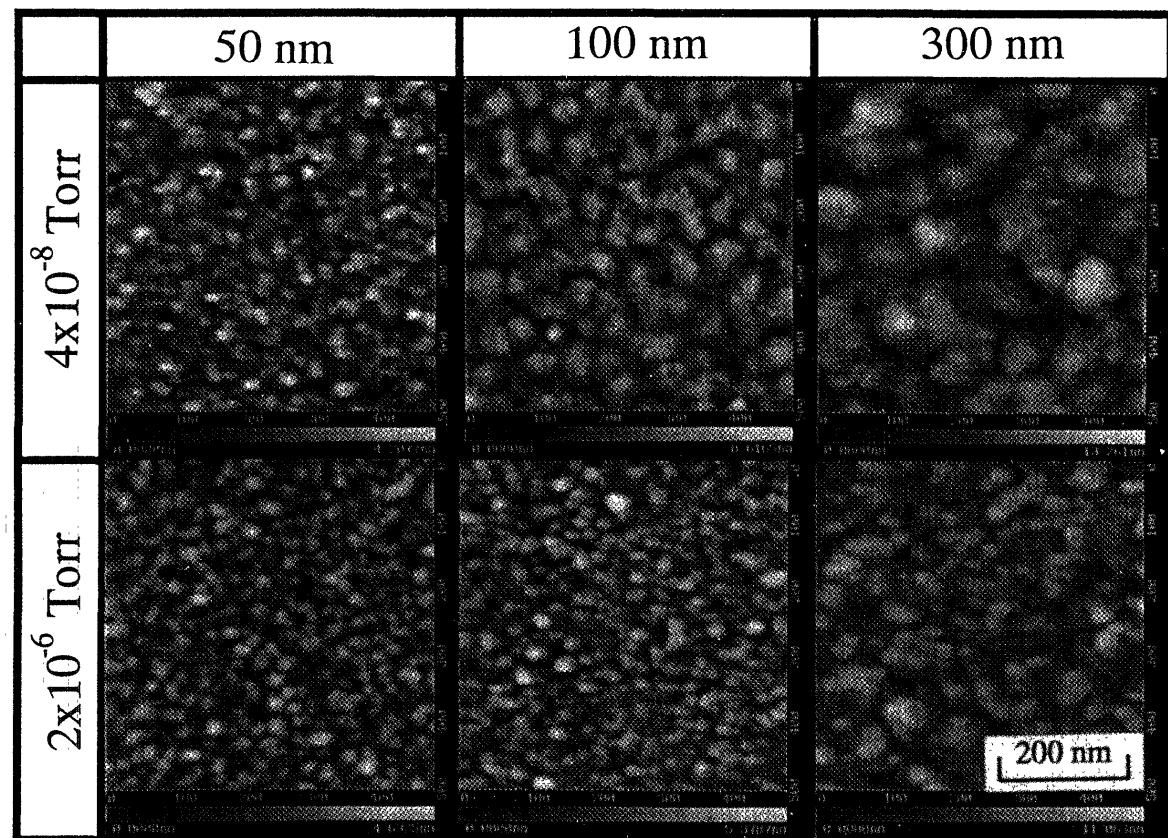


Fig. 6 AFM image of Co-Cr films sputtered at background pressures of  $4 \times 10^{-8}$  Torr and  $2 \times 10^{-6}$  Torr.

傾向となっている。すなわち、この  $H_k$  の変化は結晶性の劣化による結晶磁気異方性の低下が原因であると言える。

さらに Fig. 5 には、垂直方向の保磁力の膜厚依存性を示す。背圧の低い方が全体的に高い値が得られている。また、この傾向も結晶性、異方性磁界と同様に膜厚が 100 nm 以下では減少し、低真空になるとともに保磁力も減少する。これらの結果から、背圧の悪化により結晶性の劣化が誘発され、Co-Cr 膜の垂直異方性が劣化し、それによって垂直方向の保磁力が低下したと考えている。

Fig. 6 に AFM で観察した膜のモフォロジーを示す。高真空 ( $4 \times 10^{-8}$  Torr) と低真空 ( $2 \times 10^{-6}$  Torr) で成膜したもの比較している。左から膜厚 30 nm, 100 nm, 300 nm のものである。両者に共通する傾向として、膜厚の増加と同時に粒子の肥大化が見られる。また高真空で成膜した膜厚 100 nm のものは、20 nm 程度の小さな粒子が凝集して一つの 60 nm 程度の粒子を形成している二重の構造をとっている様子が見られる。これに対し、低真空で成膜を行った膜厚 100 nm のものではこの粒子の凝集は認められず、単独の 40 nm 程度の粒子が確認された。しかし、低真空で成膜したものでも膜厚を 300 nm まで増加させると粒子の凝集が始まり、二重構造の存在が認められる。

このように背圧の変化による膜構造を比べてみると、小さな粒子が凝集して一つの粒子を形成するという現象が、高真空では膜成長の早い段階に起こっていることが確認された。ただし、この凝集構造は AFM だけによる観察で見いだしたものがあるので、電子顕微鏡などによる他の方法による確認とその成

膜メカニズムの解明が今後の課題である。

### 3.3 記録再生特性

背圧を変化させて Co-Cr 膜を成膜した垂直二層膜媒体を作製し、単磁極ヘッドでコンタクト記録再生を行い記録再生特性を測定した。測定に用いた単磁極ヘッドの主磁極材料は Co-Zr-Nb、主磁極膜厚は  $0.4 \mu\text{m}$ 、トラック幅が  $50 \mu\text{m}$  である。二層膜媒体はアルミ基板上に Ni-Fe を  $7 \mu\text{m}$  めっきしたものに Co-Cr を  $0.1 \mu\text{m}$  成膜し、保護層として  $\text{SiO}_2$  を  $3 \text{ nm}$  成膜した。

Fig. 7 に記録密度特性を示す。高真空 ( $4 \times 10^{-8}$  Torr) で Co-

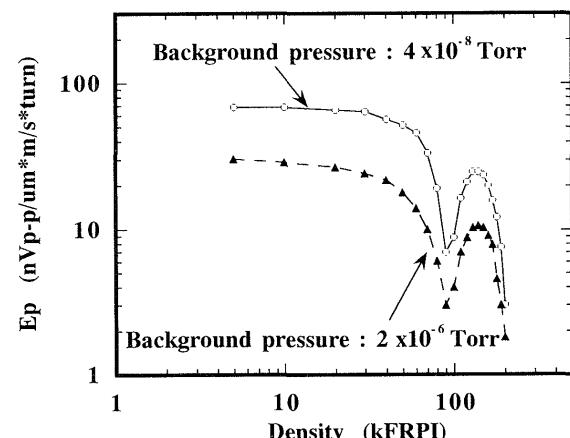


Fig. 7 Recording density responses of perpendicular media with the Co-Cr recording layer deposited at  $4 \times 10^{-8}$  Torr and  $2 \times 10^{-6}$  Torr.

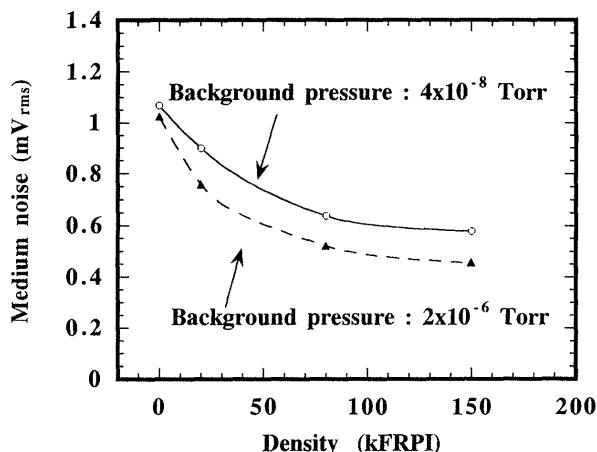


Fig. 8 Medium noise of perpendicular media with the Co-Cr recording layer deposited at  $4 \times 10^{-8}$  Torr and  $2 \times 10^{-6}$  Torr.

Cr を成膜して作製した媒体の出力が大きく、低真空中成膜 ( $2 \times 10^{-6}$  Torr) 媒体に比べ約 2 倍の出力が得られた。これは背圧の劣化によって Co-Cr 膜の結晶性が劣化し、保磁力が減少したことが直接の原因と考えている。

一方、高密度特性に関して高真空中で Co-Cr を成膜した媒体の  $D_{50}$  は 68 kFRPI、低真空中成膜したものは 57 kFRPI とそれほど大きな変化はなく、150 kFRPI 付近に生じているセカンドピーク比も同等である。従来、単磁極ヘッド記録による二層膜媒体ではある程度の垂直異方性があれば、高密度特性はさほど劣化しないことが知られている。ここで示した程度の範囲では、異方性の差がセカンドピーク比として観測できなかったものと考えられる。

Fig. 8 にメディアノイズの記録密度依存性を示す。メディアノイズの帯域は 0~16 MHz である。低真空中成膜した媒体の方がノイズが若干低くなっていることがわかる。しかし、低真

空成膜媒体では高真空中成膜のものと比べ約 1/2 の出力しか得られていない。その結果、ノイズ電圧も低減したと考えられる。また、ここには示していないが、S/N で見ると低密度での出力が約 2 倍の高真空中成膜の媒体の方が約 5 dB 高かった。

以上の結果から、背圧の改善は高密度特性よりも異方性改善に伴う出力の向上に効果があった。その結果、高真空中成膜を行った媒体の方が高い S/N が得られた。

#### 4. まとめ

高真空中での成膜を行うために、チャンバーからのガス放出を抑制する EL 加工を施したアルミニウムチャンバーを用いて、スパッタ装置を作製した。その結果、 $4 \times 10^{-8}$  Torr の真空度が得られた。さらに、不純物ガス添加によって背圧を変化させることで Co-Cr 垂直磁気異方性膜成膜における背圧改善の効果を調べた。その結果、高真空の  $4 \times 10^{-8}$  Torr の雰囲気中には膜成長に悪影響を及ぼす H<sub>2</sub>O が低真空中に比べて少なかった。そのことが良好な結晶成長を促進したことにより、結晶性が向上し、垂直方向の保磁力も増加することが確認された。さらに垂直二層膜媒体としての記録再生特性において、背圧改善の効果は低ノイズ化よりも約 2 倍の出力向上として現れた。その結果、高真空中成膜を行った媒体の方が高い S/N が得られた。

#### 文 献

- 1) 中塙、渡辺、村岡、中村: 日本応用磁気学会誌, **19**(Suppl. S2), 83 (1995).
- 2) M. Suemitsu, H. Shimoyamada, N. Matsuzaki, and N. Miyamoto: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A10**, 188 (1992).
- 3) M. Suemitsu, H. Shimoyamada, H. Ikeda, and N. Miyamoto: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A10**, 570 (1992).
- 4) K. Okuyama, T. Shimatsu, S. Kuji, and M. Takahashi: *IEEE Trans. Magn.*, **31**, 3883 (1995).

1996 年 10 月 14 日受理, 1997 年 1 月 16 日採録