

CrW下地膜構造のCoCrTaPt膜成長へ与える影響

Effects of the Microstructures of CrW Films on Crystal Growth in CoCrTaPt Films

久保木孔之・折笠仁・石渡統・熊谷明恭・高橋伸幸*・柏倉良晴*・下里学*

(株)富士電機総合研究所, 横須賀市長坂 2-2-1 (〒240-0194)

*富士電機(株)松本工場, 松本市筑摩 4-18-1 (〒390-0821)

Y. Kuboki, H. Orikasa, O. Ishiwata, A. Kumagai, N. Takahashi*, Y. Kashiwakura*, and M. Shimosato*

Fuji Electric Corp. R&D Ltd., 2-2-1 Nagasaka, Yokosuka 240-0194

*Fuji Electric Corp. Ltd., 4-18-1 Tsukama, Matsumoto 390-0821

(1999年10月28日受理、2000年1月25日採録)

One of the most important characteristics required for high-density magnetic recording media is low noise. We approached the subject from the viewpoint of the magnetic layer grain size, using dark field imaging of results obtained with a transmission electron microscope (TEM). The relationship between the grain diameter distribution of the underlayer and magnetic layer in terms of underlayer thickness, substrate temperature, and the amount of W added to the Cr underlayer were investigated. The magnetic layer grain size decreased with a decrease in underlayer thickness, with an increase in substrate temperature, and a decrease in W amount in the CrW underlayer. The magnetic layer grain diameter indicated a comparatively good correlation with the media noise property.

Key words: magnetic recording media, grain diameter distribution, underlayer thickness, substrate temperature, element addition to the underlayer

1. はじめに

近年の磁気記録媒体は、GMRヘッドの本格採用により、年率60%から100%というスピードで記録密度が向上している。その中で媒体に求められる特性として一層の低ノイズ化が挙げられる。媒体ノイズを低減するには、磁性層結晶粒子の微細化や磁性層粒子間の交換相互作用の低減が有効である。磁性層結晶粒の微細化は、下地層の薄膜化¹⁾および下地層への第二元素添加²⁾などのアプローチが有効である。また、磁性層粒子間の交換相互作用の低減においては、磁性層結晶粒界に磁性層材料中のCrを偏析³⁻⁵⁾させ、粒界を非磁性体で形成する事が試みられている。本研究では、磁性層結晶粒微細化に着目し、CoCrTaPt磁性層を用い、下地層膜厚、基板温度、下地層への第二添加元素濃度を変化させ、磁性層粒径分布と下地層粒径分布の関係を調べた。また、磁性層粒径分布と媒体ノイズとの関連性についても合わせて検討した。さらに、この検討過程で同一な結晶性サイズを評価できるTEM暗視野像の有効性についても検討した。

2. 実験方法

評価媒体の成膜は、静止対向成膜方式のDCマグネトロンスパ

ッタ装置を用いてArガス圧20Pa(15mTorr)で行なった。NiPめっき/Al基板上にCrW合金下地層のみを3nm, 10nm, 20nm, 50nmの4段階に変化させて成膜した試料を下地膜評価用とした。また、これと同じCrW合金下地層膜上にCoCrTaPt磁性膜を20nm積層した試料を磁性膜評価用とした。

CrWの組成は、W濃度を12, 16atm%の2段階とした(以下Cr12W, Cr16Wと記す)。CrW下地層成膜前に基板を約200℃あるいは、約300℃に加熱した(以下これらの値を基板温度と称する)。

磁気特性の測定は振動試料型磁力計(VSM)、結晶配向はX線回折装置(XRD)、下地層および磁性層の結晶粒径評価は、透過電子顕微鏡(TEM)を用いて行なった。

ノイズ特性は線記録密度をビット長97.7nm(260kfc)とし、記録トラック幅1.0μm、再生トラック幅0.75μmのスピンドルヘッドにより、周速12.72m/sの条件で評価した。

3. 結果および考察

3.1 磁気特性と結晶配向

Fig. 1に下地層膜厚と磁気特性の関係を示す。一般的である純Cr⁶⁾の場合と同様に下地層の膜厚と共に保磁力が増加していく傾向が認められ、基板温度が300℃の場合では、下地膜厚20nmではほぼ飽和している。X線回折での評価の結果、いずれのサンプルにおいてもCr(200)、Co(110)配向であった。

3.2 TEM観察結果

本研究においては、一般的である明視野像および格子像を用いた粒径評価ではなく暗視野像による粒径評価を行なった。この評価法には、以下のようなメリットがある。本研究の下地膜評価試料のように、NiPメッキなどの非晶質膜上に3nm程度の極薄膜を形成した場合には、明視野像や格子像では、非晶質によるコントラスト低下により、結晶領域が不鮮明になる。暗視野像を用いれば、表面に対して特定の垂直な結晶面を選択し結像するので、それに対応する結晶領域を白いコントラストとして明瞭に観察できるため、非晶質上の極薄膜を評価するには非常に有効である。結晶粒(認識)の定義は、同じ方向のモアレ縞を一つの結晶粒とし、粒径は平均粒面積の直径と定義した。このモアレ縞は、Co{0002}の二重反射によって得られる。なお、今回の暗視野像の撮影に用いた回折リングは、下地Cr層においてはCr{110}、磁性層にお

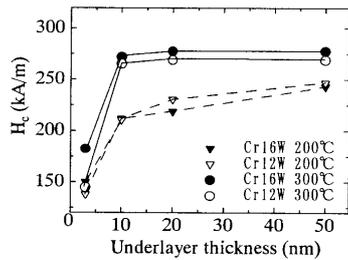


Fig. 1 Relationship between the underlayer thickness and H_c .

いては $\{10\bar{1}0\}$, $\{0002\}$, $\{10\bar{1}1\}$ の3本の回折リングを用いた。この時、3本の回折リングは接近しており、使用した対物絞りは分離できずに3本の回折リングが同時に選択されている。このため回折リングはある角度範囲で選択される。また、同じコントラストであってもモアレ縞を見れば異なる方向を向いた結晶粒を分離して観察できる。

Fig. 2に基板温度200℃において下地膜厚が3nmと50nmである下地層と磁性層のTEM暗視野像を示す。まず、Cr16Wの構造において、下地層膜厚3nmの下地層の写真{Fig. 2(a), (e)}より3nmという極薄膜であっても結晶粒が形成されている事がわかる。下地膜厚の差異においては、50nmの下地膜厚に対して3nmの下地膜厚の方が下地Cr層および磁性層共に結晶粒が微細化されている事がわかる。同じ下地膜厚での下地層と磁性層の平均結晶粒径の比較において3nmの膜厚では、やや磁性層の平均粒径が大きく(下地層8.3nm, 磁性層13.9nm)。50nmの膜厚では、大きいサイズのは下地層、磁性層ではほぼ同じサイズであるが、磁性層には、同じコントラストであっても結晶方位が異なる小さい粒が存在する。(下地層55.4nm, 磁性層27.6nm)。

Cr12Wの構造において下地膜厚の差異については、Cr16Wと同様、50nmの下地膜厚に対し3nmの方が下地層、磁性層共に結晶粒が微細である。下地層と磁性層平均結晶粒径について下地層膜厚3nmでは、下地層10.3nm、磁性層14.5nmであり、Cr16Wの場合と同じく下地層に対して磁性層結晶粒径の方がやや大きい。50nmの場合は、下地層と磁性層の平均結晶粒径がほぼ同一である(下地層22.1nm, 磁性層22.2nm)。

Fig. 3に基板温度300℃において下地膜厚が3nmと50nmである下地層と磁性層のTEM暗視野像を示す。Cr12W, Cr16W共にFig. 2の基板温度200℃の場合と比較して下地膜厚の違いによる粒径の差異が小さい事がわかる。また、下地層と磁性層の平均粒径もほぼ同一である。

3.3 下地Cr層結晶粒径

Fig. 4下地層膜厚と下地Cr層結晶粒径との関係をプロットした結果を示す。基板温度により傾きが異なるが、下地層の膜厚が増加する事により下地Cr結晶粒径が増大している事がわかる。W添加量においては、16atm%と比較し12atm%の方が結晶粒が微細である(下地膜厚が3nmでは逆の場合もある)。基板温度の差異については、W添加量が12, 16atm%のどちらの場合において基板温度300℃の方が下地Cr結晶粒径が小さい。一般的には基板温度の増加により、基板表面でスパッタリング粒子のエネルギー

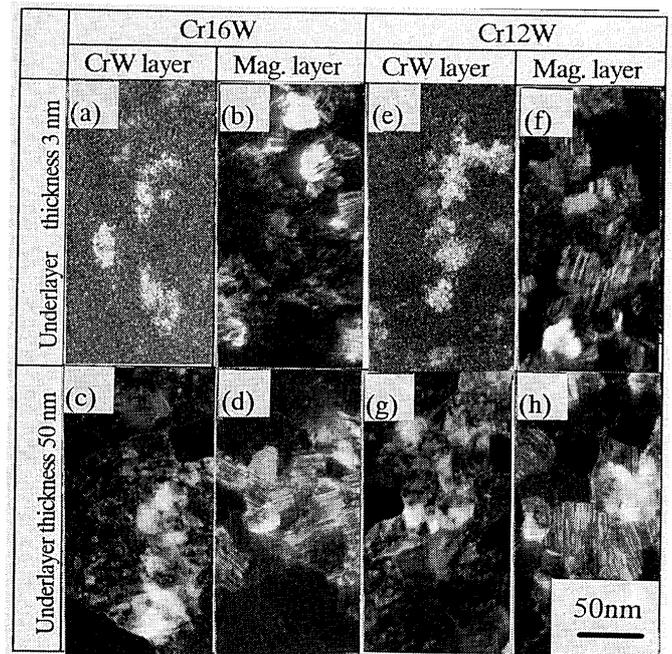


Fig. 2 Plane-view TEM dark field images of the CrW underlayers and magnetic layers at a substrate temperature of 200°C. (a)-(d): results for a Cr16W underlayer. (e)-(h): results for a Cr12W under layer.

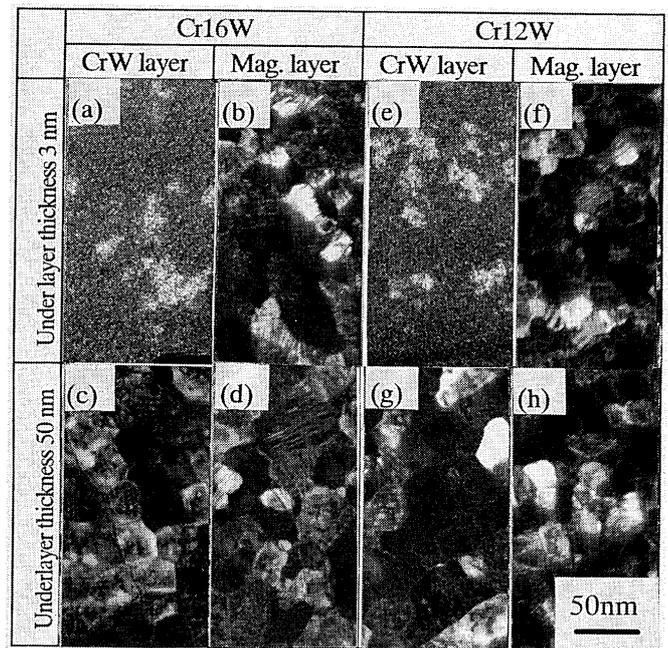


Fig. 3 Plane-view TEM dark field images of the CrW underlayers and magnetic layers at a substrate temperature of 300°C. (a)-(d): results for a Cr16W underlayer, (e)-(h): results for a Cr12W under layer.

が増加して、マイグレーションが顕著となり結晶粒が増大すると考えられるが、今回の結果は逆であった。原因は明らかではないが、基板温度の変化によりNiPの表面状態が変化している可能性がある。すなわち、今回の実験では300℃の基板温度において

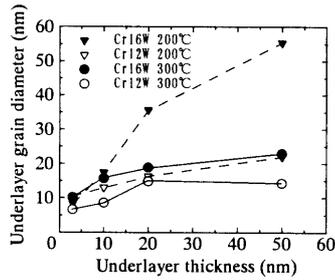


Fig. 4 Relationship between the underlayer thickness and the underlayer grain diameter.

は 200 °C の場合と比較し NiP 表面などに Cr と親和性の高い酸素などのスパッタ粒子吸着サイト密度が増加し、成長起点数が増えて結晶粒が微細化したと推察する。

基板温度の差異における膜厚増加による平均結晶粒径増加の傾きの差異が、吸着サイトの密度差を示唆している可能性がある。

3.4 磁性層結晶粒径

Fig. 5 に下地層膜厚と磁性層結晶粒径の関係をプロットした図を示す。磁性層結晶粒径は Fig. 4 に示す下地層結晶粒径と同様に、下地膜厚の増加に伴ない結晶粒径が増大している。基板温度および下地 Cr への W 添加量に対しても下地層結晶粒径と同様の傾向を示す。よって磁性層結晶粒径は下地層の結晶粒径変化と共に変化していると考えられる。この関係を確認するために下地層と磁性層の結晶粒径の比較を行なった。

3.5 下地層結晶粒径と磁性層結晶粒径の比較

Fig. 6 に下地層結晶粒径と磁性層結晶粒径の比較結果を示す。Fig. 6 に示す点線は、下地層結晶粒径と磁性層結晶粒径が 1 対 1 となる場合の直線である。下地層結晶粒径が 30 nm 以下の領域では、下地層結晶粒径と磁性層結晶粒径がほぼ同じサイズであるが、下地層結晶粒径が 30 nm を越えている領域では、下地層結晶粒径に対し磁性層結晶粒径は小さい値を示している。この現象をさらに詳細に調べるために下地層と磁性層の粒径分布を調べた。下地層と磁性層の粒径がほぼ同じである試料と大幅に異なる 2 試料についてそれぞれの層の粒径分布について比較した結果を Fig. 7 に示す。(a) が基板温度 200 °C Cr16W の下地膜厚 50 nm (Fig. 6 の A)、(b) が基板温度 300 °C Cr16W の下地膜厚 20 nm (Fig. 6 の B) の粒径分布である。磁性層の分布においては、20 nm 付近に最頻値を持つ分布はどちらの試料においてもほぼ同じであるが、下地膜が厚く下地層結晶粒径が大きい(a)の試料では、50 nm 以上の大きい結晶粒が存在している。磁性層と下地層の粒径がほぼ同じ(b)の試料では、下地層と磁性層の分布はほぼ同様であるが、下地層と磁性層の粒径が異なる(a)の試料は、下地層の分布が大きい方向にシフトしている。下地層の結晶粒径より磁性層の結晶粒径が小さくなる現象は、バイクリスタル構造⁹⁾を形成する場合に見られ、一つの下地層結晶粒上に c 軸が直交した複数の磁性層結晶粒が成長する例が報告されている⁹⁾。このバイクリスタル構造の存在を確認するために、Fig. 7 で示した 2 試料の格子像観察

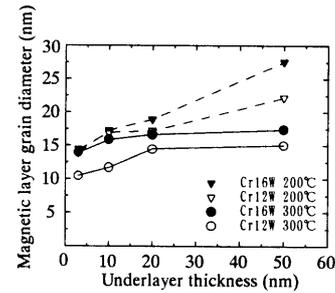


Fig. 5 Relationship between the underlayer thickness and the magnetic layer grain diameter.

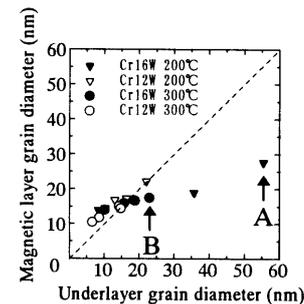
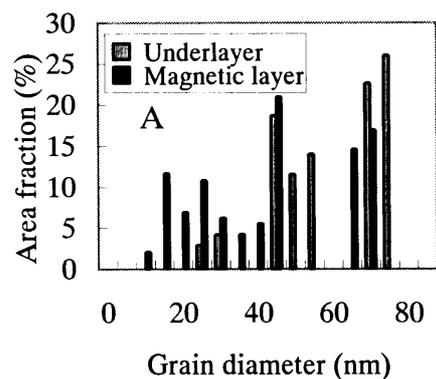


Fig. 6 Relationship between the underlayer grain diameter and the magnetic layer grain diameter. Grain size histograms of A and B are shown in Fig. 7.

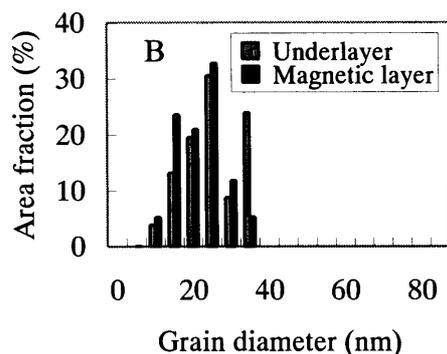
を行なった。Fig. 8 に観察結果を示す。(a) が Fig. 7-(a) の格子像、(b) が Fig. 7-(b) の格子像である。下地層と磁性層の粒径分布が異なる(a)のサンプルは、Fig. 8-(a) より、c 面の格子縞が直交している複数の結晶粒が確認できる。(図中の矢印は c 軸をあらわしている。)また、下地層と磁性層の結晶粒分布がほぼ同じ(b)のサンプルにおいては、c 面の格子縞が直交している結晶粒は確認できない。この結果から、Fig. 7-(a) の特徴的な分布は、一つの下地層結晶粒上に複数の磁性粒が成長しているためと考えられる。また、下地層の結晶粒が小さくなると、複数の下地層結晶粒にまたがって磁性層結晶粒が成長するため、磁性層の結晶粒径が下地層の結晶粒径より大きくなるという例が報告¹⁰⁾されており、本報においても 3.2 項で示すように下地層が薄く下地層結晶粒径が小さい場合 (Fig. 6 で下地層結晶粒径 10 nm 以下の領域) には、磁性層結晶粒径の方が大きくなるという結果が得られている。下地層の粒径により、複数の磁性層成長形態が存在する事が示唆される。

3.6 媒体ノイズと磁性層結晶粒径

Fig. 9 に媒体ノイズと磁性層結晶粒径の関係を示す。本報でのノイズは、LF-TAA (Low-Frequency Track Average Amplitude) の値で規格化したものを用いた。磁性層結晶粒径の増大と共に規格化ノイズは概ね、増大する傾向にある。また、基板温度により傾向が異なり基板温度が 300 °C のサンプルにおいては、相関性が良好である。この要因として基板温度の上昇による磁性層結晶粒界への Cr 偏析の増大に伴う磁性層粒子間の交換相互作用の低減¹¹⁾



(a)



(b)

Fig. 7 Histogram of the grain diameter in the magnetic layer and the underlayer. (a) Substrate temperature: 200 °C , Cr16W underlayer thickness:50 nm. (b) Substrate temperature: 300 °C , Cr16W underlayer thickness: 20 nm.

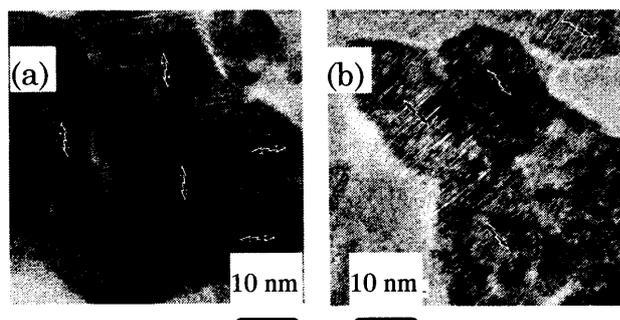


Fig. 8 Plane-view TEM lattice images. (a) Substrate temperature: 200°C, Cr16W underlayer thickness:50 nm. (b) Substrate temperature: 300 °C , Cr16W underlayer thickness: 20 nm.

が推察される。一般的には、この粒間相互作用のために磁化反転単位は、磁性層結晶粒より大きな単位であると考えられ、粒間相互作用が大きい場合には、磁性層結晶粒のサイズのみではノイズは議論できないと考える。本報での基板温度によるノイズとの傾向の差異、および基板温度が高い試料の方が、ノイズと相関性が良好であるという結果は、基板温度により粒間相互作用の差異

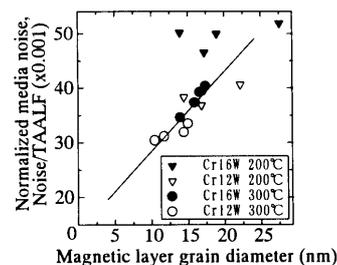


Fig. 9 Relationship between the magnetic layer grain diameter and the normalized media noise.

が生じている可能性を示唆していると思われる。

4. まとめ

- (1) 暗視野像を用いることで非晶質上のCr単層極薄膜(3 nm)成長形態を明瞭に把握する事ができた。
- (2) 下地層膜厚増加に伴ない下地層結晶粒径は増加し、磁性層結晶粒径も増加する。
- (3) 下地層膜厚が薄い領域では、下地層結晶粒と磁性層結晶粒がほぼ同じ分布で成長するが、下地膜が厚く粒径が大きい領域では、下地層結晶粒の分布と磁性層結晶粒の分布が異なる。
- (4) 基板温度の増加により、下地層結晶粒径と磁性層結晶粒径が減少した。W添加量の増加においては、下地層結晶粒径が増加し、それに伴い磁性層結晶粒径も増加する。
- (5) ノイズと磁性層結晶粒径に関しては、磁性層結晶粒径が増加するにつれノイズが増加する傾向が認められ、特に基板温度が高い(300 °C)場合には、相関性が良好である。

文献

- 1) 高橋研：表面技術, 46, 10(1995).
- 2) Y. Matsuda, Y. Yahisa, J. Inagaki, E. Fujita, and A. Ishikawa, Y. Hosoe: J. Appl. Phys., 79, (8), p. 5351 (1996).
- 3) J. Nakai, E. Kusumoto, M. Kuwabara, T. Miyamoto, M. R. Visokay, K. Yoshikawa, and K. Itayama: IEEE Trans. Magn. 30, p. 3969 (1994).
- 4) T. P. Nolan, R. Sinclair, R. Ranjan, T. Yamashita, G. Tarnopolsky, and W. Bennett: Materials Research Society Symp. Proc., P. 297 (1994).
- 5) K. Kimoto, Y. Yahisa, T. Hirono, K. Usami, and S. Narishige: Jpn. J. Appl. Phys., 34, L352 (1995).
- 6) 村田英夫、小暮浩、市川耕司、篠原肇：日本応用磁気学会誌, 16, (3) 541 (1992)
- 7) J. Nakai, A. Kikuchi, M. Kuwabara, T. Sakurai, T. Shimatsu, and M. Takahashi: IEEE Trans. Magn. 31, 6, p. 2833 (1995).
- 8) Y. Hosoe, Y. Yahisa, R. Tsuchiyama, A. Ishikawa, K. Yoshida, M. Igarashi, and Y. Shiroishi: IEEE Trans Magn. 31, 6, p. 2824(1995).
- 9) T. P. Nolan and R. Sinclair, J. Appl. Phys., vol. 73, p. 5566, (1993).
- 10) T. Kanbe, Y. Takahashi, K. Tanahashi, A. Ishikawa, and Y. Hosoe, IEEE Trans. Magn., vol. 35, p. 2667, (1999).
- 11) 屋久四男、成重眞治、木本浩司、宇佐美勝久：日本応用磁気学会誌, 20, (1) 16 (1996).