

薄膜磁気記録媒体における諸特性の極薄 Cr 基シード層組成依存性 — Cr 基シード層の成長様式及び融点・酸素親和性と媒体の微細構造との関係 —

Dependence of Thin-Film Media Properties on the Composition of a Very Thin Cr-Based Seedlayer:
Relation between Growth Form, Melting Point, Affinity for Oxygen of a Cr-Based Seedlayer, and Media Microstructure

吉村 哲^{*A}・D. D. Djayaprawira^B・三上 正樹^B・高桑 雄二^C・高橋 研^A

^{*}日本学術振興会特別研究員

^A 東北大学未来科学技術共同研究センター, 仙台市青葉区荒巻字青葉 04 (〒980-8579)

^B 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)

^C 東北大学多元物質科学研究所, 仙台市青葉区片平 2-1-1 (〒980-8577)

S. Yoshimura^{*A}, D. D. Djayaprawira^B, M. Mikami^B, Y. Takakuwa^C, and M. Takahashi^A

^{*}Research Fellow of the Japan Society for the Promotion of Science

^A New Industry Creation Hatchery Center, Tohoku University, Aoba-yama 04, Sendai 980-8579

^B Department of Electronic Engineering, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Aoba-yama 05, Sendai 980-8579

^C Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University, 1-1 Katahira 2, Sendai 980-8577

To reduce the grain size and media noise in a typical CoCrPtB/CrMo longitudinal medium, Cr₈₅Ti₁₅ and W_xCr_{100-x} (X = 0, 25, 50, 75, 100) seedlayers were introduced and exposed to oxygen. The purpose of using a Cr-based seedlayer is to introduce a nucleation site for CrMo grains, and the purpose of exposing the seedlayer to oxygen is to enhance the nucleation site. The main results were as follows: (1) Results of AES and RHEED analysis suggest that a W₁₀₀ seedlayer, which has a very high melting point, forms a layer-like film with very small and dense island grains, due to its high free surface energy and low mobility. On the other hand, W₅₀Cr₅₀ and Cr₁₀₀ seedlayers, which have lower melting points than the W₁₀₀ seedlayer, form island film. (2) The media grain size and the media noise are reduced by the use of W_xCr_{100-x} (X = 0, 25, 50) seedlayers, which form island film and have higher melting points than the CrMo underlayer. (3) The media grain size and the media noise are further reduced by exposure of the seedlayer to oxygen when CrTi₁₅ or W_xCr_{100-x} (X = 50, 75) seedlayers, which form island film and have a strong affinity for oxygen, are used. (4) To effectively reduce the media grain size and improve the media signal-to-noise ratio by exposing the seedlayer to oxygen, it is essential to utilize a very thin Cr-based seedlayer with a high melting point and a strong affinity for oxygen and which forms an island-like film, such as a W₅₀Cr₅₀ seedlayer.

Key words: very thin Cr-based seedlayer, Auger electron spectroscopy (AES), reflection high-energy electron diffraction (RHEED), island-like and layer-like film, melting point, surface free energy, diffusion energy (mobility), standard Gibbs free energy for formation of oxides, nucleation site, grain size and media noise reduction

1. はじめに

CoCr 系薄膜磁気記録媒体の高密度記録化のためには、低ノ

イズ化が必要不可欠である。そしてそのためには、磁性結晶粒を微細化させることが極めて有効である^{1),2)}。

ここで、蒸着法により作製された島状 Ag 薄膜において、Cr を極薄島状シード層として導入することにより、Ag 島が微細化することが報告されている³⁾。この Ag 島の微細化は、融点の高い極薄島状 Cr が島状 Ag の初期成長核として働き、その成長を抑制することによるものと考えられている。

すでに著者らは、上述の微細化の手法を参考にして、0.5 nm ~ 1.5 nm 程度の極めて薄い WCr をシード層として導入することにより、CrMo 下地結晶粒及びその上にエピタキシャル成長する CoCrPtB 磁性結晶粒を微細化させ得る成膜プロセスを確立している^{4),5)}。そしてその成膜プロセスを用いて 0.5 nm の極薄 W₅₀Cr₅₀ シード層を耐熱性に優れた媒体に導入することにより、媒体の c 軸面内配向性及び磁気特性は変化することなく、下地及び磁性結晶粒径が 1 nm 程度微細化し、その結果、信号対雑音比が 2 dB 程度改善することを報告している⁶⁾。この下地及び磁性結晶粒の微細化は、島状薄膜を形成していると考えられる極薄 W₅₀Cr₅₀ シード層が下地結晶粒の初期成長核として働き、下地結晶粒及びそれにエピタキシャル成長する磁性結晶粒の成長を抑制させたことによるものと考えられる。

ここで、この極薄シード層における下地結晶粒への初期成長核としての働きにおいて、更には極薄シード層の極初期における成長様式においても、そのシード層の融点が大きく影響するものと考えられる。

そこで本研究では、これまで用いてきた融点が 2400 °C 程度の W₅₀Cr₅₀ シード層に加えて、融点が 1600 °C 程度から 3400 °C 程度の Cr₈₅Ti₁₅・Cr₁₀₀・W₂₅Cr₇₅・W₇₅Cr₂₅・W₁₀₀ シード層を新たに用い、まず、それらシード層の初期成長様式を調べた。

そして次に、それら Cr 基極薄シード層を用いて作製した媒体を作製し、微細構造及び記録再生特性を調べた。そしてそれらの結果をもとに、シード層の融点の観点から、磁性結晶粒の微細化及び媒体の低ノイズ化に有効とされる極薄シード層の材料を提案することを試みた。

また著者らは、0.5 nm の極めて薄い W₅₀Cr₅₀ シード層に酸素

暴露を施す成膜プロセスについても検討しており、その成膜プロセスを用いることにより、CrMo 下地結晶粒及びその上にエピタキシャル成長する CoCrPtB 磁性結晶粒が更に微細化し、その結果、媒体の記録再生特性が更に改善することを報告している⁷⁾。この極薄 W₅₀Cr₅₀ シード層への酸素暴露による下地及び磁性結晶粒の更なる微細化は、極薄 W₅₀Cr₅₀ シード層表面に存在している金属との結合が極めて強い酸素⁸⁾が、CrMo スパッタ粒子と強く結合することでシード層の初期成長核としての働きが増大し、その結果、下地結晶粒の成長を更に抑制させたことによるものと考えられる。

ここで、極薄シード層に酸素暴露を施すことで酸素吸着シード層を形成させる本成膜プロセスにおいて、シード層の酸素親和性がその形成に極めて大きな影響を与えると考えられる。

そこで本研究では、本成膜プロセスを用いて媒体を作製するにあたり、これまで用いてきた W₅₀Cr₅₀ シード層に加えて、酸素親和性が W₅₀Cr₅₀ と異なると考えられる Cr₈₅Ti₁₅・Cr₁₀₀・W₂₅Cr₇₅・W₇₅Cr₂₅・W₁₀₀ シード層を新たに用いた。そして、本成膜プロセスを用いて作製した極薄 Cr 基シード層を有する媒体の微細構造及び記録再生特性について調べた。そしてそれらの結果をもとに、シード層の酸素親和性の観点から、磁性結晶粒の更なる微細化及び媒体の更なる低ノイズ化に有効とされる極薄シード層の材料を提案することを試みた。

そして、極薄シード層の成長様式や極薄シード層の融点及び酸素親和性が媒体に及ぼす影響に関するそれまでの検討結果から、極薄シード層の積層並びにシード層への酸素暴露を用いて効果的に磁性結晶粒を微細化及び媒体の記録再生特性を改善させるための、極薄シード層材料の設計指針を提案することを目的とした。

2. 実験方法

成膜は、チャンバー内壁面にクロムパッシベーション (CRP) 処理を施した DC マグネトロンスパッタ装置 (アネルパ製: C-3010-P7 UHV, 到達真空度: 3×10^{-9} Torr) を用い、超高純度 Ar ガス (H₂O 濃度: 1 ppb 以下) 雰囲気中で行った。基板は $R_a < 0.3$ nm 以下の超平滑 (SF) NiP/Al 基板、及び $R_a = 0.8$ nm のテクスチャ (Tex) 基板を用い、基板温度を 250 °C とした。

成膜手順について、まず、Cr 基シード層 (Cr₈₅Ti₁₅・Cr₁₀₀・W₂₅Cr₇₅・W₅₀Cr₅₀・W₇₅Cr₂₅・W₁₀₀: 0.5 nm) を成膜し、その後、基板表面へのドライエッチング処理 (RF 逆スパッタ)、そして場合によっては酸素暴露 (100 L, 1 L; 1×10^{-6} Torr・sec.) を施した。このドライエッチングにおける、Ar ガス圧、投入電力、時間は、それぞれ 14 mTorr, 100 W, 5 sec であり、そのときのエッチングレートは 0.013 nm/s である。ここで、ドライエッチングが施されていない NiP/Al 基板表面に直接 Cr 基シード層を積層する理由は、基板表面の自然吸着ガスによりシード層の成長を抑制させ、極微細な島構造を形成させるためである⁴⁾。

そして、CrMo₁₅ 下地層 (10 nm), CoCr₂₄Pt₁₂B₄ 磁性層 (20

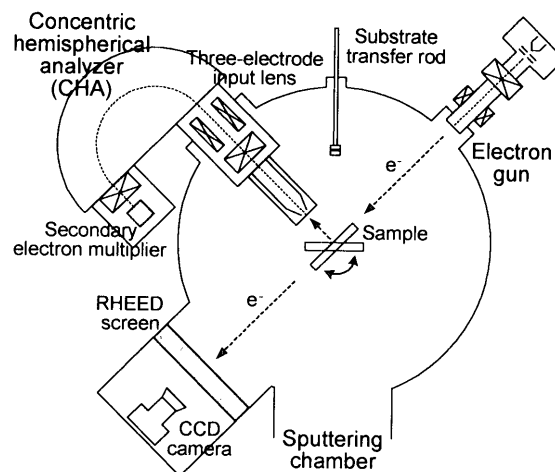


Fig. 1 Schematic top-view diagram of an in-situ Auger electron spectroscope (AES) and reflection high energy electron diffraction (RHEED) systems.

nm), カーボン保護層 (7 nm) を順次積層した。

ここで、Cr 基シード層の極初期における成長様式は、in-situ の AES (Auger Electron Spectroscopy) 及び RHEED (reflection high energy electron diffraction) を用いて分析した。本分析装置の模式図を、Fig.1 に示す。Cr 基シード層を成膜した基板を、超高真空中において成膜室から分析室へと搬送し、分析することが可能である。基板アライメントは 4 軸マニピュレーターにより調整可能であり、電子ビームの基板への入射角及びビームの加速電圧を、AES 分析においては 15° 及び 4 keV, RHEED 分析においては 1~2° 及び 25 keV とした。

媒体の微細構造は X 線回折法 (XRD) 及び透過電子顕微鏡法 (TEM) により評価した。磁気特性は VSM を用いて測定した。記録再生特性は S_0 を 42 kfc, N_m を 500 kfc の条件で測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 Cr 基シード層の成長様式

Fig. 2 及び Fig. 3 に、膜厚 0 nm ~ 10 nm の W₅₀Cr₅₀ 及び Cr₁₀₀ シード層単層膜のオージェ電子プロファイルを示す。

O 原子及び Cr 原子からのオージェ電子は、515 eV 及び 530 eV 付近に見られる。いずれの Cr 基シード層においても、シード層厚の増大に伴い、Cr 原子からのオージェ電子強度が増大していくことがわかる。

また、Cr 原子からのオージェ電子強度に加えて、図には示していないが、基板表面 NiP めっき層の Ni 原子からのオージェ電子強度についても測定しており、その強度はシード層厚の増大に伴い減少する傾向を示す。

このようなシード層厚の増大に伴う Cr 原子からのオージェ電子強度の増大、及び Ni 原子からのオージェ電子強度の減少は、Cr 基シード層による NiP メッキ基板表面の被覆率の増大によるものであり、その Cr 原子からのオージェ電子強度の飽和は、基板表面が完全に薄膜により被覆されることを示す。そして、その膜厚が島状薄膜から層状薄膜へと変化する連続化臨

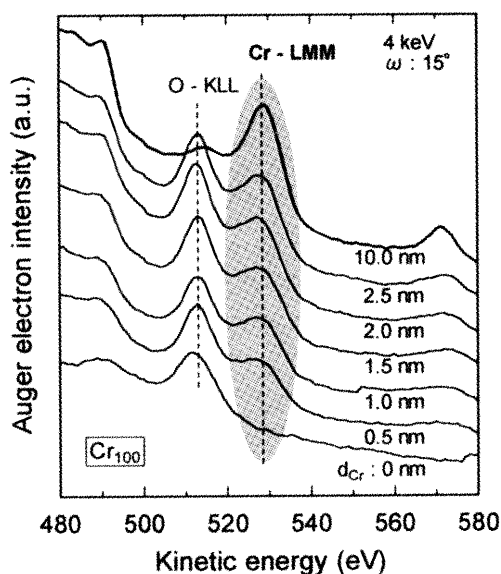


Fig. 2 Typical AES profiles of $W_{50}Cr_{50}$ seedlayers with various thicknesses.

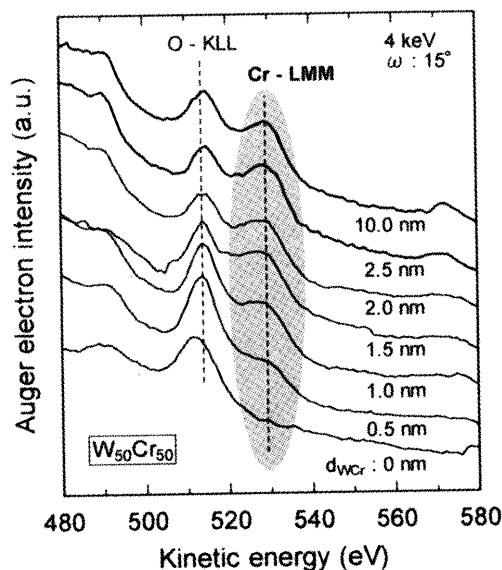


Fig. 3 Typical AES profiles of Cr_{100} seedlayers with various thicknesses.

界膜厚であることを示すものと考えられる。

ここで、シード層厚 2.5 nm において、 $W_{50}Cr_{50}$ シード層の場合 Cr 原子からオージェ電子強度が飽和しているのに対し、 Cr_{100} シード層の場合は飽和しておらず、これらのシード層においては成長過程が異なっているものと考えられる。

Fig. 4 に、 Cr_{100} 及び $W_{50}Cr_{50}$ 、更に W_{100} シード層単層膜における、膜厚を 0 nm から 10 nm まで増大させた時のオージェ電子強度の変化を示す。これらのオージェ電子強度は、連続化していると考えられる十分に厚い膜厚 10 nm の各シード層単層膜のオージェ電子強度で規格化されている。

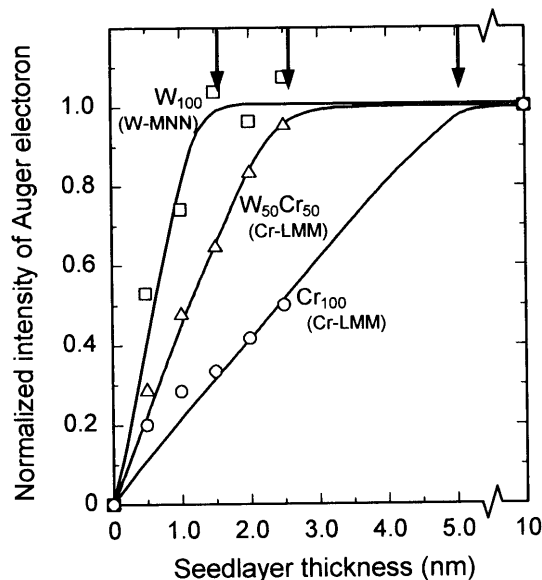


Fig. 4 Dependence of the normalized Auger electron (AE) peak intensity of W_{100} , $W_{50}Cr_{50}$, and Cr_{100} seedlayers on the film thickness.

先程も述べたように、シード層厚の増大に伴いシード層からのオージェ電子強度が増大して最終的に飽和するとき、その時のシード層厚は連続化臨界膜厚であると考えられる。これよりその膜厚は Cr_{100} 及び $W_{50}Cr_{50}$ 及び W_{100} シード層において、それぞれおよそ 5.0 nm 及び 2.5 nm 及び 1.5 nm であることがわかる。

また、シード層からのオージェ電子強度に加えて、図には示していないが、NiP めっき基板表面の Ni 原子からのオージェ電子強度についても測定しており、そのオージェ電子が観測されなくなるときのシード層の膜厚は、シード層の W 含有量が増大するに伴い、薄くすることもわかっている。

これらのことから、シード層の材料によりその初期成長様式が変化し、シード層の組成が Cr リッチから W リッチに、つまりシード層の融点が高くなるに従い、シード層による基板表面の被覆が促進して連続化臨界膜厚が減少することがわかる。そして、 W_{100} シード層のような融点の極めて高い材料は、その膜厚が薄くても、島状薄膜ではなく層状薄膜を形成しやすいことがわかる。

Fig. 5 に、先の Fig. 4 より層状化していると考えられる 2.0 nm の W_{100} シード層単層膜における RHEED 像を示す。

RHEED 像において一般に、薄膜表面の凹凸が大きい場合は大きなスポット状の透過パターンが、薄膜表面が平坦で結晶粒が大きい場合にはストリーク状の回折パターンが、それぞれ見られる。しかしこの 2.0 nm の W_{100} シード層においては、リング状の回折パターンが観測されることから、連続膜化していると考えられる膜厚 2.0 nm の W_{100} 薄膜は、2 次元ランダムに配向した微結晶の集合であることがわかる。

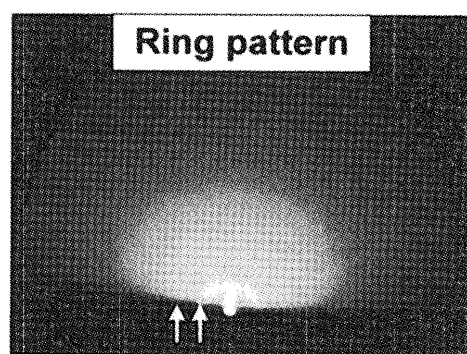


Fig. 5 RHEED image of a 2.0-nm-thick W_{100} seedlayer.

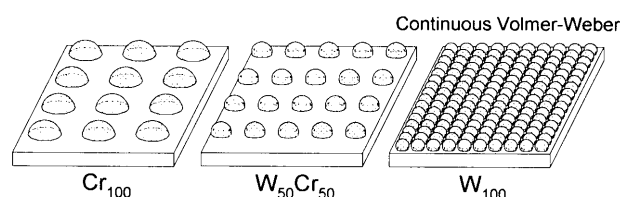


Fig. 6 Schematic models of the initial growth forms of W_{100} , $W_{50}Cr_{50}$, and Cr_{100} seedlayers.

これら, AES 並びに RHEED の分析結果から, Fig. 6 に, Cr_{100} 及び $W_{50}Cr_{50}$ 及び W_{100} シード層の成長様式の模式図を示す. Cr_{100} シード層は連続化臨界膜厚が厚いことから, 島状構造を有して島状薄膜を形成しているものと考えられる. そして, W_{100} シード層においては微結晶でありかつ連続化臨界膜厚が薄いことから, 島状構造を有するものの, その島が微細化かつ過密化する結果, 層状薄膜を形成しているものと考えられる.

ここで, 金属の融点が増大するに従い, 基板表面上での拡散エネルギーが増大⁹⁾ (モビリティが減少) して核発生密度が増大すること, 及び表面エネルギーが増大¹⁰⁾ して基板表面上でのぬれ性が劣化すること, が知られている. ゆえに Fig. 6 で示した, シード層の W 含有量の増大に伴う構造の変化 (島の微細化・過密化・球状化) の要因は, シード層の融点の増大に伴う核発生密度の増大, 及びぬれ性の劣化によるものと考えられる.

3.2 媒体の諸特性におけるシード層融点依存性

Fig. 7 に, 0.5 nm の各種極薄 Cr 基シード層を有する媒体の in-plane 法による X 線回折プロファイルを示す.

W_{100} シード層を有する媒体のみ回折ピーク強度が極めて小さく 3次元ランダム配向しているものと考えられるが, その他の極薄シード層を有する媒体においては各面からの回折ピークが明瞭に見られることから c 軸面内配向を維持していることがわかる.

ここで, W_{100} シード層を有する媒体のみ c 軸面内配向性が劣化する要因を, シード層の膜厚依存性より検討する.

Fig. 8 に, $W_{50}Cr_{50}$ シード層を有し, その膜厚を 0 nm から 10 nm まで変化させた媒体の in-plane 法による X 線回折プロファイルを示す.

1.5 nm 以下の $W_{50}Cr_{50}$ シード層を有する媒体においては, 各面から明瞭な回折ピークが見られることから, c 軸面内配向を

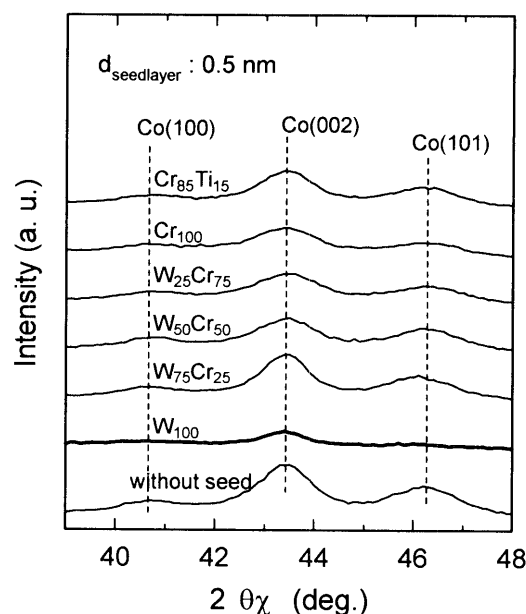


Fig. 7 Grazing incident angle XRD profiles of the magnetic layer of CoCrPtB media using various seedlayers with a thickness of 0.5 nm.

維持している. しかし, 2.0 nm 以上の $W_{50}Cr_{50}$ シード層を有する媒体においては, 各面からの回折ピーク強度が大きく減少していることから, c 軸面内配向が大きく劣化して 3次元ランダム配向を示しているものと考えられる.

ここで, $W_{50}Cr_{50}$ シード層は, 先の AES 分析から, 膜厚 2.5 nm で連続化することは既に示した. このことから, $W_{50}Cr_{50}$ シード層厚が 1.5 nm 以下の場合, シード層の基板被覆率が小さいことから, CrMo 下地層の bcc(100) 面配向, 及びそれにエピタキシャル成長する磁性層の hcp(110)面配向 (c 軸面内配向) が維持されるが, $W_{50}Cr_{50}$ シード層厚が 2.0 nm 以上の場合, シード層の基板被覆率が大きいことから, CrMo 下地結晶粒が基板上ではなく $W_{50}Cr_{50}$ 薄膜上に成長する結果, CrMo 下地層の bcc(100) 面配向, 及びそれにエピタキシャル成長する磁性層の hcp(110)面配向 (c 軸面内配向) が阻害され, 3次元ランダム配向を示すものと考えられる.

W_{100} シード層は, 先の AES や RHEED 分析からわかるように層状薄膜を形成しやすいことがわかっている. ゆえに Fig. 7 で示した, W_{100} シード層を有する媒体のみ c 軸面内配向性が悪い要因として, W_{100} シード層の基板被覆率が大きいことから, CrMo 下地結晶粒が基板上ではなく W_{100} 薄膜上に成長する結果, CrMo 下地層の bcc(100) 面配向, 及びそれにエピタキシャル成長する磁性層の hcp(110)面配向 (c 軸面内配向) が阻害されることによるものと考えられる.

Fig. 9 に, 0.5 nm の各種極薄 Cr 基シード層を有する媒体の活性化粒径 GD_{act} 及び信号対雑音比 S/N_m のシード層融点依存性を示す. グラフ中には各種シード層の組成についても示している. グラフ中の点線は, 極薄 Cr 基シード層を持たない通常の積層構造を有する媒体の GD_{act} 及び S/N_m 値である. ここで, 活性化粒径 $GD_{act}^{11)}$ は, 円柱形と仮定した活性化体積 (残留保

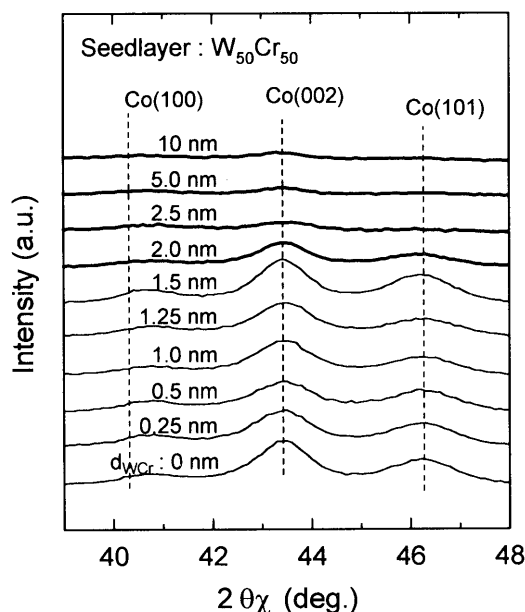


Fig. 8 Grazing incident angle XRD profiles of the magnetic layers of CoCrPtB media using $W_{50}Cr_{50}$ seedlayers with various thicknesses.

磁力の時間変化¹²⁾より導出)から算出した粒径分であり、本研究における GD_{act} の変化は、磁性結晶粒間相互作用の変化の影響よりも、後の Fig. 12 の透過電子顕微鏡像に示す様に、磁性結晶粒径の変化の影響をより強く受けているものと考えられる。

$Cr_{85}Ti_{15}$ シード層を用いた場合、シード層を持たない媒体に比較して、 GD_{act} は微細化する傾向を示さず、その結果 S/N_m は改善する傾向を示さない。 $Cr_{100} \cdot W_{25}Cr_{75} \cdot W_{50}Cr_{50}$ シード層を用いた場合、シード層を持たない媒体と比較して、 GD_{act} は 1 nm 程度微細化し、その結果 S/N_m は 3 dB 程度改善する。しかし、融点が極めて高い W_{100} シード層を用いた場合、シード層を持たない媒体と比較して、 GD_{act} は微細化する傾向を示さず、その結果 S/N_m は改善する傾向を示さない。

ここで、先程も述べたように、金属において融点と表面エネルギーにはおよそ比例関係があることが知られている¹⁰⁾。そして、表面エネルギーの低い材料は表面エネルギーの高い材料に対してぬれることも知られている。このことから、島の表面エネルギーがその上に積層する薄膜の表面エネルギーより高い場合、薄膜は島に対して高いぬれ性を示し、その結果、島が薄膜の初期成長核として働くものと考えられる。

ゆえに、 $CrMo_{15}$ 下地層の融点が 1800 °C であるのに対して、それより低い融点を有する $Cr_{85}Ti_{15}$ シード層を用いた場合、 $Cr_{85}Ti_{15}$ シード層は $CrMo_{15}$ 下地層の初期成長核として働かず、その結果、 GD_{act} は微細化しなかったものと考えられる。また、 $CrMo_{15}$ 下地層の融点より高い 1800 °C 以上 2800 °C 未満の融点を有する $Cr_{100} \cdot W_{25}Cr_{75} \cdot W_{50}Cr_{50}$ シード層を用いた場合、これらのシード層は初期成長核として働き、その結果、 GD_{act} は微細化したものと考えられる。

また、Fig. 6 に示したように、融点の極めて高い材料は、高い核発生密度並びに小さいぬれ性を有することで、島が過密化

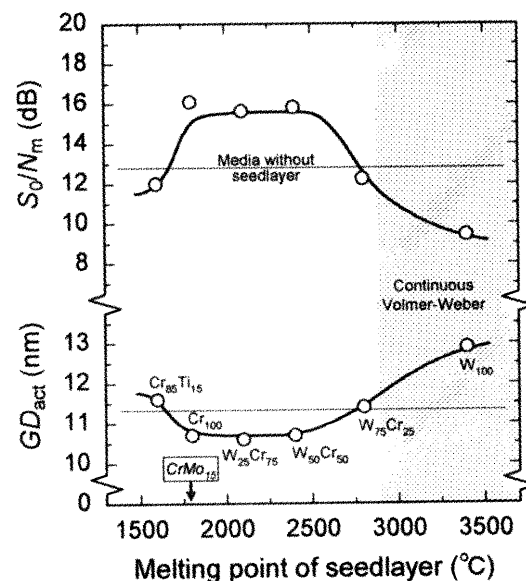


Fig. 9 Media S/N_m and GD_{act} plotted against the melting point of the seedlayer.

かつ微細化する結果、層状薄膜を形成しやすいものと考えられる。

ゆえに、融点が極めて高い 3000 °C 以上の W_{100} シード層を用いた場合、このシード層は高い表面エネルギーを有するものの、その基板被覆率が大きいことから、 $CrMo_{15}$ 下地層の初期成長核としては働かず、その結果、 GD_{act} は微細化しなかったものと考えられる。

これらのことから、磁性層の活性化粒径の微細化及び媒体の記録再生特性の向上には、基板に NiP/Al 及び下地層に融点が 1800 °C の $CrMo_{15}$ を用いる場合、島状薄膜を形成しかつ表面エネルギーが下地 $CrMo_{15}$ の表面エネルギーより高い (1800 °C 以上 2800 °C 未満の融点を有する) $Cr_{100} \cdot W_{25}Cr_{75} \cdot W_{50}Cr_{50}$ などの極薄シード層を用いることが有効であると言える。

3.3 媒体の諸特性におけるシード層酸素親和性依存性

序論でも述べたように、シード層に酸素を吸着させることは、下地及び磁性結晶粒を更に微細化させることに有効であり⁷⁾、その酸素吸着シード層の形成には、シード層の酸素親和性が極めて大きな影響を与えると考えられる。

Fig. 10 に、0.5 nm の各種極薄 Cr 基シード層への酸素暴露量を 0 L から 100 L へと変化させたときの媒体の活性化粒径 GD_{act} 及び信号対雑音比 S/N_m の変化量の、シード層の Gibbs の標準自由生成エネルギー¹³⁾ (酸素親和性の大きさ) 依存性を示す。グラフ中にはシード層の組成についても示している。

酸素親和性が低い Cr_{100} シード層を有する媒体においては、シード層に酸素暴露を施す本成膜プロセスを用いても、 GD_{act} の微細化並びに S/N_m の改善が促進する傾向は見られない。しかし、シード層の酸素親和性が増大するに従い、本成膜プロセスを用いることによる GD_{act} の微細化並びに S/N_m の改善が促進する傾向にある。そして、Gibbs の標準自由生成エネルギーが -400 kJ/mol O_2 ~ -500 kJ/mol O_2 のシード層を有する媒体

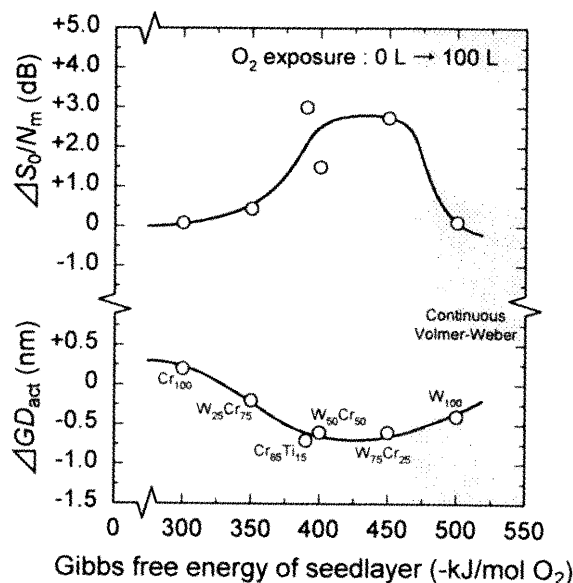


Fig. 10 Dependence of the change in S_0/N_m and GD_{act} , when the oxygen exposure quantity was varied from 0 L to 100 L, on the standard Gibbs free energy for the formation of oxides.

において、シード層に酸素暴露を施す本成膜プロセスを用いることで、1 nm 程度の更なる GD_{act} の微細化並びに 2 dB 程度の更なる S_0/N_m の改善が見られる。ところが、酸素親和性が極めて高い W_{100} シード層を用いることにおいては、 GD_{act} の微細化並びに S_0/N_m の改善が促進する傾向は見られない。

$Cr_{100} \cdot W_{25}Cr_{75} \cdot Cr_{85}Ti_{15} \cdot W_{50}Cr_{50} \cdot W_{75}Cr_{25}$ シード層を有する媒体において、シード層の酸素親和性が增大するに従い GD_{act} の更なる微細化並びに S_0/N_m の更なる改善が見られる要因は、極薄 Cr 基シード層への酸素吸着が促進する結果、極薄 Cr 基シード層の初期成長核としての働きが促進することによるものと考えられる。しかし、極めて酸素親和性が高い W_{100} シード層を有する媒体において、 GD_{act} 及び S_0/N_m がほとんど変化を示さない要因は、 W_{100} シード層には酸素が極めて吸着しやすい一方で、Fig. 6 で述べたように層状薄膜を形成しやすい W_{100} シード層が大きな基板被覆率を有する結果、シード層への吸着酸素の有無に関わらず、初期成長核としての働きが無いことによるものと考えられる。

これらのことから、シード層に酸素暴露を施す成膜プロセスを用いて、磁性層の活性化粒径の更なる微細化及び媒体の記録再生特性の更なる向上を図るためには、島状薄膜を形成しかつ酸素親和性が高い $Cr_{85}Ti_{15} \cdot W_{50}Cr_{50} \cdot W_{75}Cr_{25}$ などの極薄シード層を用いることが有効であると言える。

Fig. 11 に、シード層の融点（横軸）及びシード層の Gibbs の標準自由生成エネルギー（縦軸）に対する、極薄 Cr 基シード層を有する媒体の信号対雑音比 S_0/N_m の値を示す。ここで、シード層を持たない通常の積層構造を有する媒体の S_0/N_m 値は、12 ~ 13 dB 程度である。また、Gibbs の標準自由生成エネルギーが 0 kJ/mol O_2 の点（横軸上の点）における S_0/N_m 値は、Cr 基シード層に酸素暴露が施されていない媒体の S_0/N_m 値で

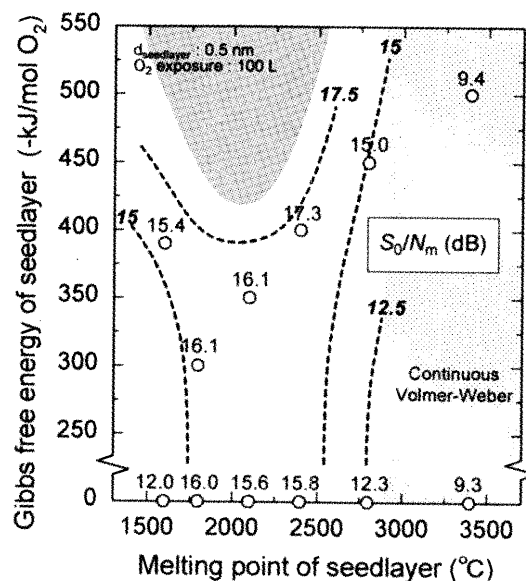


Fig. 11 Dependence of media S_0/N_m on the melting point and standard Gibbs free energy for formation of oxides of the seedlayer.

あり、それ以外の Gibbs の標準自由生成エネルギー値を有する点における S_0/N_m 値は、極薄 Cr 基シード層に酸素暴露を施す成膜プロセスを用いて作製された媒体の S_0/N_m 値である。

横軸のシード層の融点に関して、Fig. 9 で述べたように、 $CrMo_{15}$ 下地より融点が高くかつ島状薄膜を有する、1800 °C 以上かつ 2800 °C 未満の融点を有する極薄 Cr 基シード層は、 $CrMo$ 下地の初期成長核として働き、その結果、媒体の信号対雑音比を 3 dB 程度改善させることがわかる。また、縦軸のシード層の酸素親和性に関して、Fig. 10 で述べたように、島状薄膜を形成し（シード層の融点；~2800°C 程度）かつ酸素親和性が高い極薄 Cr 基シード層は、酸素暴露により $CrMo$ 下地の初期成長核としての働きが促進し、その結果、媒体の信号対雑音比を更に 1~2 dB 程度改善させることがわかる。

以上より、媒体の記録再生特性の向上に極めて有効なシード層の融点及び酸素親和性の条件は、図中の塗りつぶした領域（融点：1800 °C ~ 2800 °C，酸素親和性：大）であると考えられる。そして、本研究で用いた極薄 Cr 基シード層の中でこの領域に近い材料特性を有するシード層は $W_{50}Cr_{50}$ であり、この $W_{50}Cr_{50}$ シード層を用い、かつシード層に酸素暴露を施す成膜プロセスを用いて作製した媒体の S_0/N_m 値は、シード層を持たない通常の積層構造を有する媒体に対して 5 dB 程度高い値を有する。

Fig. 12 に、シード層を持たない通常の積層構造を有する媒体と、0.5 nm の $W_{50}Cr_{50}$ シード層に 100 L の酸素暴露を施して作製した媒体の透過電子顕微鏡像を示す。

シード層を持たない媒体の磁性結晶粒は 9.0 nm である一方、 $W_{50}Cr_{50}$ シード層に酸素暴露を施して作製した媒体の磁性結晶粒は 7.0 nm であり、2 nm 程度微細化していることがわかる。この磁性結晶粒の微細化は、極薄 $W_{50}Cr_{50}$ シード層の初期成長

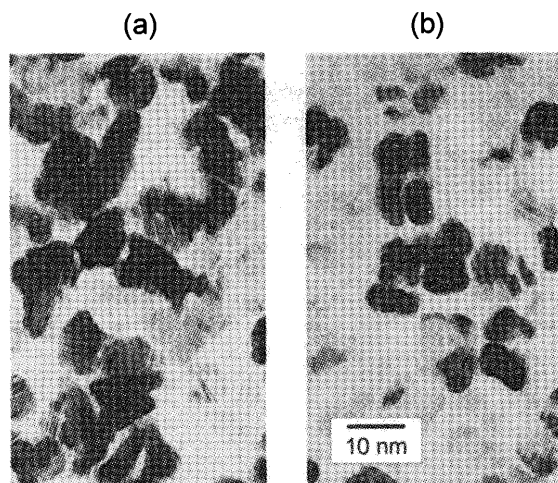


Fig. 12 Plan-view TEM images of CoCr₂₄Pt₁₂B₄/CrMo₁₅ media prepared without (a) and with (b) a 0.5-nm-thick W₅₀Cr₅₀ seedlayer and a 100-L-quantity O₂ exposure.

核としての働きによるものと考えられ、そしてその磁性結晶粒径の微細化が、これまで述べてきた GD_{act} の微細化並びに Fig. 11 で述べた S/N_m 値の 5 dB の改善をもたらしているものと考えられる。

以上より、NiP/Al 基板、及び CrMo₁₅ 下地層を用いた今回の研究に関して、島状薄膜を形成し、かつ 1800 °C (CrMo₁₅ 下地層の融点) 以上の高い融点を有し、かつ酸素親和性の高いシード層を用いることが、磁性結晶粒の微細化並びに媒体の信号対雑音比の改善に極めて効果が高いことがわかる。

4. まとめ

本研究では、薄膜磁気記録媒体において、下地及び磁性結晶粒を微細化して記録再生特性を改善するために、極薄 Cr 基シード層の積層、そして極薄 Cr 基シード層への酸素暴露を行った。前者は下地層に対する初期成長核の導入、後者はその初期成長核の働きの促進をねらいとした。そして、極薄 Cr 基シード層の成長様式、シード層の融点、シード層の酸素親和性の観点から、結晶粒の微細化並びに記録再生特性の改善に有効な極薄 Cr 基シード層材料の設計指針を提案することを目的とした。そして、以下のことを明らかにした。

- ① 極薄 Cr 基シード層単層膜において、融点の低いシード層は島状薄膜を形成するが、融点が高くなるに従い表面エネルギーや拡散エネルギーが増大する結果、W₁₀₀ のような融点が極めて高いシード層は島が微細化かつ過密化することで層状薄膜を形成しやすい。
- ② 極薄 Cr 基シード層が島状薄膜を形成している場合、CrMo 下地層の bcc(100) 面配向、及び磁性層の hcp(110) 面配向は維持されるが、シード層の高融点化や厚膜化により Cr 基シード層が大きな基板被覆率を有する場合、下地層及び磁性層の結晶配向は制御されず、3 次元ランダム配向する。
- ③ 極薄 Cr 基シード層を用いて磁性結晶粒の微細化及び媒体の

低ノイズ化を図るためには、島状薄膜を形成しかつ下地層の融点より高い融点を有する材料をシード層として用いることが有効である。

- ④ 極薄 Cr 基シード層への酸素暴露プロセスを用いて磁性結晶粒の更なる微細化及び媒体の更なる低ノイズ化を図るためには、島状薄膜を形成しかつ酸素親和性が高い材料をシード層として用いることが有効である。
- ⑤ 以上のことから、NiP/Al 基板、及び CrMo₁₅ 下地層を用いた今回の研究に関して、島状薄膜を形成し、かつ 1800 °C (CrMo₁₅ 下地層の融点) 以上の高い融点を有し、かつ酸素親和性の高い極薄 Cr 基シード層を用いることが、磁性結晶粒の微細化並びに媒体の信号対雑音比の改善に極めて効果が高いと言える。そして、この条件を満たす W₅₀Cr₅₀ シード層を用いることにより、磁性結晶粒が 2 nm 程度微細化し、その結果、媒体の信号対雑音比が 5 dB 程度改善した。

文 献

- 1) M. Takahashi, A. Kikuchi and S. Kawakita, *IEEE Trans. on Magn.*, vol. 33, pp. 2938-2943, 1997.
- 2) M. Takahashi, and H. Shoji, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 193, pp. 44-51, 1999.
- 3) M. Tsunoda, T. Ito, M. Takahashi and T. Shiba, *J. Magn. Soc. Japan*, vol. 22, pp. 457-460, 1998.
- 4) S. Yoshimura, D. D. Djayaprawira, Tham Kim Kong, Y. Masuda, H. Shoji and M. Takahashi, *J. Appl. Phys.*, vol. 87, pp. 6860-6862, 2000.
- 5) M. Takahashi, H. Shoji, D. D. Djayaprawira, S. Yoshimura, *IEEE Trans. on Magn.*, vol.36, pp. 2315-2320, 2000.
- 6) 吉村 哲, D. D. Djayaprawira, 堀井 明, 三上 正樹, 荏司 弘樹, 高橋 研, *日本応用磁気学会誌*, Vol.25, No.4-2, pp. 627-630 2001.
- 7) S. Yoshimura, D. D. Djayaprawira, M. Takahashi, M. Mikami, K. Komiyama, A. Horii, A. Ohno, S. Katayama, *J. Appl. Phys.*, Vol.91, No.10, pp. 8629-8631, 2002.
- 8) C. A. Neugebauer, *Structure and Properties of Thin Films*, p. 423, 1959.
- 9) D. W. Bassett and M. J. Parsley, *J. Phys. D.* vol. 3, pp. 707-716, 1970.
- 10) L. Z. Mezey and J. Giber, *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 21, pp. 1569-1571, 1982.
- 11) M. Mikami, D. D. Djayaprawira, T. K. Kong, S. Yoshimura, A. Horii, and M. Takahashi, *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, pp. 1484-1486, 2001.
- 12) K. Yamanaka, T. Takayama, Y. Ogawa, A. Yano and T. Okuwaki, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol.145, pp. 255-260, 1995.
- 13) 金属データブック, 日本金属学会編

2002 年 10 月 15 日受理, 2003 年 1 月 17 日採録