

CoCrTaPt 薄膜磁気記録媒体の開発

内 海 健 太 郎
 稲 生 俊 雄
 近 藤 昭 夫

Development of CoCrTaPt Thin Film for
 Magnetic Recording Media

Kentaro UTSUMI
 Toshio INASE
 Akio KONDO

By the addition of small amount of Pt, CoCrTa alloy thin film was found to increase its coercivity up to 400[Oe] without any decrease of saturation magnetization. The coercivity depended on Pt content and sputtering conditions, and X-ray analysis revealed that high coercivity occurs when the crystallites of Cr underlayer and CoCrTaPt layer are aligned with Cr(200) and Co(110) planes parallel to the film plane. From magnetic torque measurements, the addition of Pt to CoCrTa alloy was shown to increase the magnetocrystalline anisotropy constant (K_u) of magnetic layer, and the increment of K_u was considered to cause high coercivity.

Co-7.5Cr-1.7Ta-4.5Pt alloy target had been selected to obtain high coercivity with small amount of Pt content and by using this target coercivity of 1800[Oe] and signal-to-noise ratio of 33 [dB] were achieved.

1. はじめに

近年の情報化社会の発達に伴い、情報を記憶する外部記憶装置の研究開発が盛んに行われている。中でも大容量、高速アクセスが可能なハードディスクドライブは、外部記憶装置の主流となっている¹⁾。

ハードディスクドライブに組み込まれる面内薄膜磁気記録媒体の磁性層としては、CoNiCr 合金²⁾ (保磁力：800~1400[Oe]) や CoCrTa 合金³⁾ (保磁力：1200~1400[Oe]) が開発され、現在生産されている。さらに、次世代用記録媒体として、保磁力 1600[Oe] 以上のものが報告されている⁴⁻⁶⁾。

また、記録密度が向上するのに伴い、媒体の特性として保磁力が高いだけでなく、高い信号対ノイズ比 (SN

比) が必要とされている。

当研究室において以前行なった研究開発の結果、CoCrTa 系磁性層は他の組成の磁性層に比べて高い SN 比を示すことが確認されている。

今回、CoCrTa 系磁性層の高 SN 比特性を利用し、高保磁力でかつ高 SN 比を有する磁性層を得ることを目的として、CoCrTa 系磁性層に Pt を添加した CoCrTaPt 系磁性層の開発に着手した。

本稿では CoCrTaPt 系磁性層の磁気特性と Pt 濃度および基板温度との相関を示すとともに、磁気特性と薄膜構造との関係について述べる。また最後に、得られたディスクの記録再生特性を示し、開発経過をまとめる。

2. 実験および評価

サンプルはバッチ式 DC マグネトロンスパッタ装置により作製した。サンプルの断面図を Fig. 1 に示す。NiP メッキを施したテクスチャー付きアルミ基板上に、下地 Cr 層 2000[A], CoCrTaPt 磁性層 500[A], C 保護層 200[A] を順次スパッタにより積層した後、潤滑剤を塗布した。

Co-8Cr-2Ta[at.%) 合金もしくは Co-12Cr-2Ta[at.%) 合金のターゲット上に Pt チップを載せてスパッタを行ない、CoCrTaPt 磁性層を得た。ここで、膜中の Pt 濃度はターゲット上の Pt チップの枚数により変化させた。

各層のスパッタの標準条件を Table 1 に示す。このスパッタ条件を一定として、Pt チップの枚数を変化させるとともに、基板温度を室温 ~250 [°C] の範囲で変化させて、磁気特性の基板温度依存性および Pt 濃度依存性を調べた。磁気特性は振動試料型磁力計 (VSM) および磁気トルクメーターを用いて測定し、薄膜の組成はプラズマ発光分光法 (ICP) を用いて分析した。

また、走査型電子顕微鏡 (SEM) および X 線回折 (XRD) により薄膜構造を解析した。

以上述べたような基礎実験の後、CoCrTaPt 合金ターゲットを作製し、記録再生特性を調べた。記録再生特性の測定は、磁気ディスクテスターを用いて行なった。

Lubricant layer
Protective layer (C)
Magnetic layer (CoCrTa+Pt)
Under layer (Cr)
Ni-P layer
Substrate (Al alloy)

Fig. 1 Structure of magnetic recording media for this study.

Table 1 Standard sputtering conditions.

	Cr under layer	CoCrTa+Pt layer
Thickness	2000 [A]	500 [A]
Sputter rate	2.0 [A/s]	2.0 [A/s]
Substrate bias voltage		0[V]
Argon gas pressure		5[mtorr]

3. 実験結果および考察

(1) 飽和磁化の Pt 濃度依存性

Co-8Cr-2Ta+Pt 膜 (以下, 8Cr 系と略す) および Co-12Cr-2Ta+Pt 膜 (以下, 12Cr 系と略す) の Pt 濃度と飽和磁化の関係を Fig. 2 に示す。飽和磁化は 8Cr 系では Pt 濃度の増加に伴い減少するが, 12Cr 系ではほぼ一定である。また, 12Cr 系では 8Cr 系に比べて 0.24[T] ほど小さくなっている。この差は, Co-8Cr の飽和磁化 1.11[T] と Co-12Cr の飽和磁化 0.88[T]⁷⁾ の差によるものと考えられる。

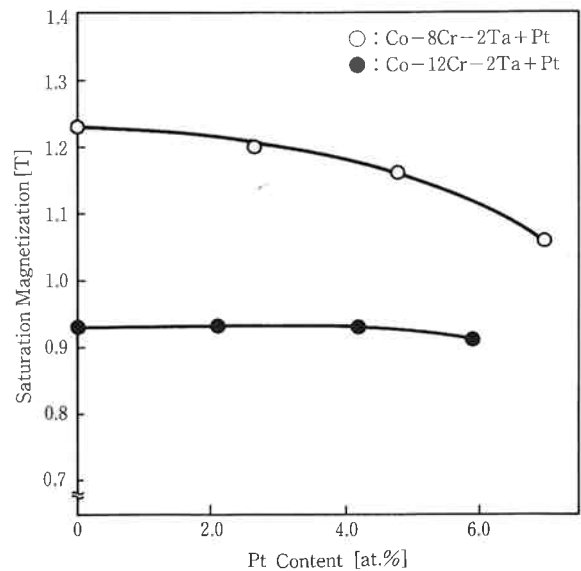


Fig. 2 Pt content dependences of saturation magnetization for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films.

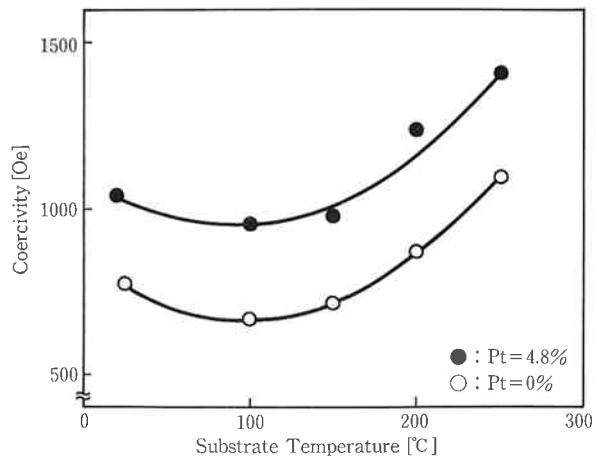


Fig. 3 Coercivity for Co-8Cr-2Ta+Pt films as a function of substrate temperature.

〔2〕 Co-8Cr-2Ta への Pt 添加効果

8Cr 系の保磁力の基板温度依存性を Fig. 3 に示す。保磁力は、基板温度の増加に伴い大きくなる。基板温度依存性は、Pt 濃度によらずほぼ同じである。

Fig. 4 に保磁力の Pt 濃度依存性を示す。全体的な傾向として、保磁力は Pt 濃度の増加に伴い大きくなるが、基板温度が 200 [°C] および 250 [°C] の時には Pt 濃度 3~5[at.%) で飽和する。

以上の実験結果から、基板温度を 200~250 [°C] とし、3~5[at.%) の Pt を添加することにより、高い保磁力が得られることがわかった。また、基板温度が高いほど、少ない Pt 添加量で保磁力が飽和することが判明した。

〔3〕 Co-12Cr-2Ta への Pt 添加効果

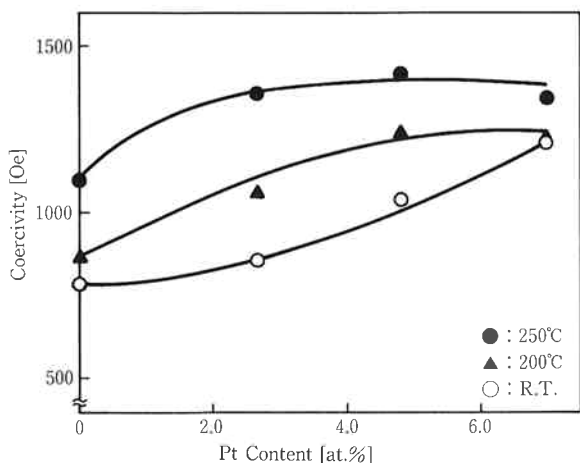


Fig. 4 Coercivity for Co-8Cr-2Ta+Pt films as a function of Pt content.

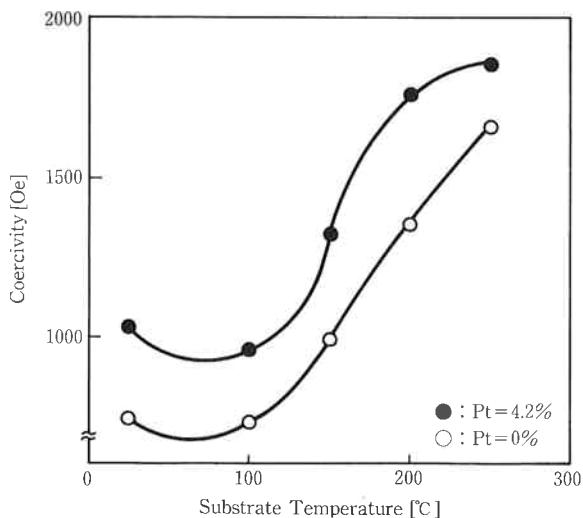


Fig. 5 Coercivity for Co-12Cr-2Ta+Pt films as a function of substrate temperature.

12Cr 系の保磁力の基板温度依存性を Fig. 5 に示す。保磁力は 8Cr 系の場合と同様に、基板温度の増加に伴い大きくなる。基板温度依存性も、Pt 濃度によらずほぼ同じである。

Fig. 6 に保磁力の Pt 濃度依存性を示す。これも 8Cr 系と同様に、全体的な傾向として、保磁力は Pt 濃度の増加に伴い大きくなり、基板温度が 200 [°C] および 250 [°C] の時には、Pt 濃度 3~5[at.%) で飽和する。

これらのことから、12Cr 系の場合においても、基板温度を 200~250 [°C] とし、3~5[at.%) の Pt を添加することにより、高い保磁力が得られることがわかった。また、基板温度が高いほど、少ない Pt 添加量で保磁力が飽和することが確認された。

〔4〕 Co-8Cr-2Ta 系と Co-12Cr-2Ta 系との比較

8Cr 系と 12Cr 系の保磁力の Pt 濃度依存性を Fig. 7(a)~(c) に示す。全体的な傾向として、Pt 濃度の増加に伴い、保磁力は大きくなる。また、基板温度が室温の場合には 8Cr 系と 12Cr 系の間に顕著な差はないが、基板温度の増加に伴い 12Cr 系の保磁力が 8Cr 系に比べて大きくなることがわかる。

Fig. 8 に基板温度 150 [°C] における飽和磁化×膜厚の Pt 濃度依存性を示す。12Cr 系の方が 8Cr 系に比べて約 12[nm·T] 小さくなるが、変化の傾向に顕著な差はない。この飽和磁化×膜厚の差は、Co-8Cr と Co-12Cr の飽和磁化の差によるものと考えられる。

Fig. 9 に基板温度 150 [°C] における角形比の Pt 濃度依存性を示す。角形比は、Pt 濃度の増加に伴い若干減少する。また、12Cr 系の方が 8Cr 系に比べ数%低

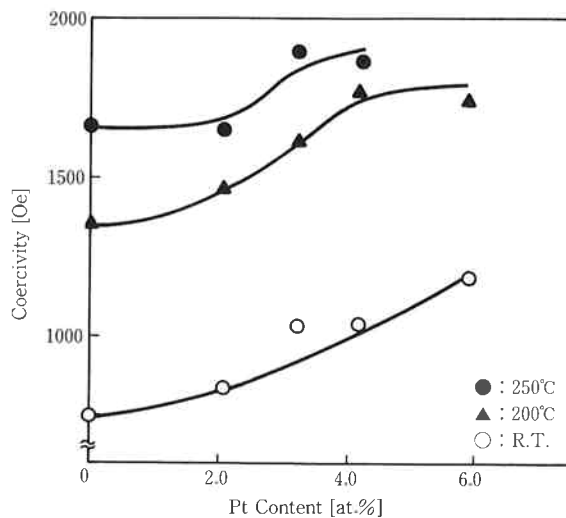


Fig. 6 Coercivity for Co-12Cr-2Ta+Pt films as a function of Pt content.

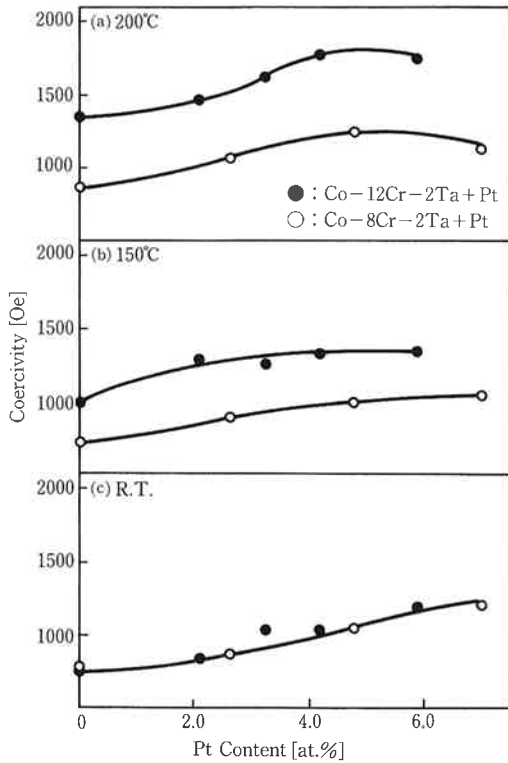


Fig. 7 Pt content dependences of coercivity for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films deposited at various temperature.

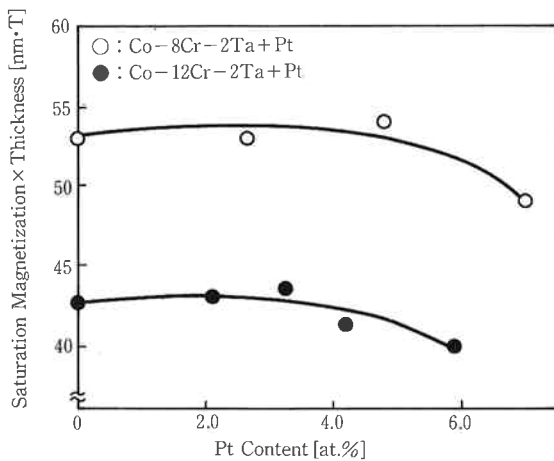


Fig. 8 Pt content dependences of saturation magnetization for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films deposited at 150°C.

い値を示している。これは、磁性層中の Cr 含有量が 12Cr 系の方が多いために粒界に析出する Cr 量が増加し、その結果相対的に各グレイン間の磁気的な相互作用が弱くなるためと考察される。さらに、高い基板温度で 12Cr 系の保磁力が 8Cr 系に比べて大きいことも、この

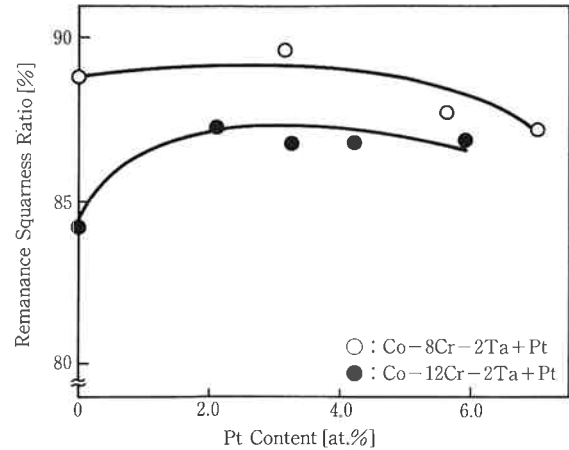


Fig. 9 Pt content dependences of remanance squareness ratio for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films deposited at 150°C.

グレイン間の相互作用の低下による磁性層の単磁区的な挙動によって説明することができる。

(5) SEM および XRD による構造解析

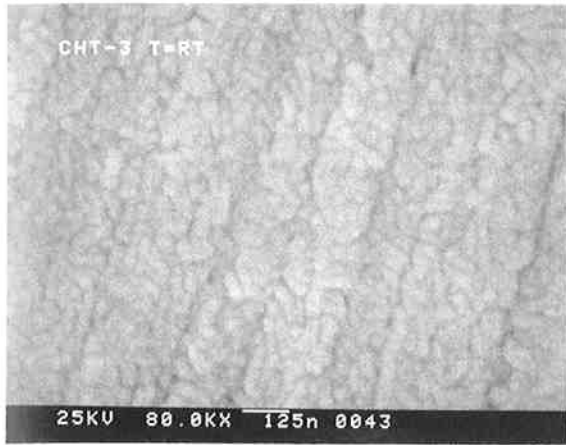
保磁力の基板温度、Pt 濃度に対する依存性、および 8Cr 系と 12Cr 系での挙動の違いの原因を調べるために、SEM、XRD を用いて膜の構造解析を行った。

(1) SEM による構造解析

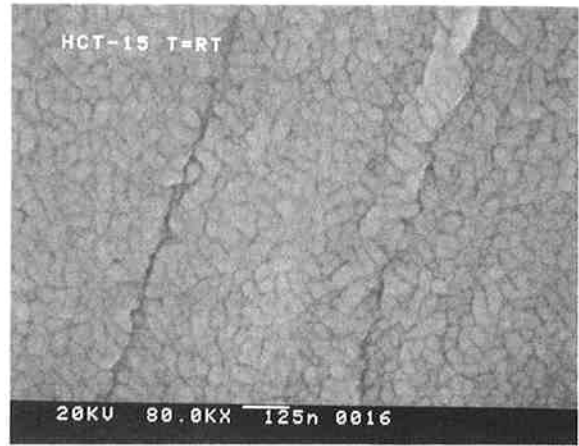
Fig. 10(a)~(d) に 8Cr 系サンプルの SEM による表面写真を示す。これらは、基板温度を室温および 150[°C] とし、それぞれにおいて Pt 無添加、もしくは Pt7.0[at.%] を添加して成膜したものである。SEM 写真によると、Pt 濃度が増加しても、基板温度が同じであれば表面状態に大きな差は生じないことがわかる。

グレインの大きさについて詳しく考察するために、各グレインの形状を Fig. 11 に示すような正六角形と仮定し、Fig. 10 のような表面写真から平均粒径 (D) を求めた。Fig. 12 に各サンプルの平均粒径と基板温度の関係を示す。基板温度の増加に伴い平均粒径が大きくなる。しかし、8Cr 系と 12Cr 系による差および膜中の Pt 濃度による差はない。これは、磁性層が下地 Cr 層のグレイン上に成長し、磁性層の組成と粒径の間には相関関係が無いためと考えられる。

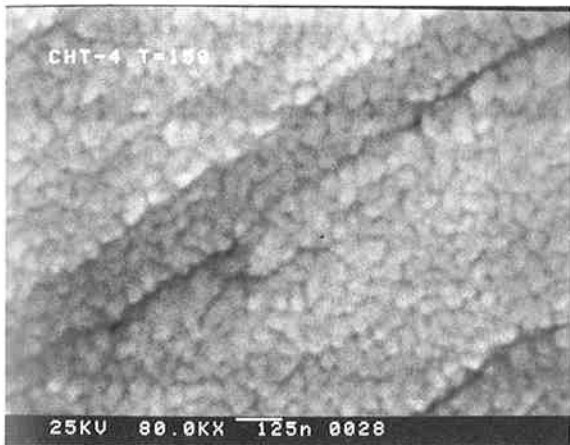
以上の結果から、Pt 濃度の違いによる保磁力の差、あるいは 8Cr 系と 12Cr 系の違いによる保磁力の差は、グレインの形状異方性の差によるものではないことが明らかとなった。また、粒径の大きさが磁性層の膜厚 500[Å] にほぼ等しいことから、基板温度の上昇に伴う形状異方性の増加が、高保磁力の主たる原因ではないものと考えられる。



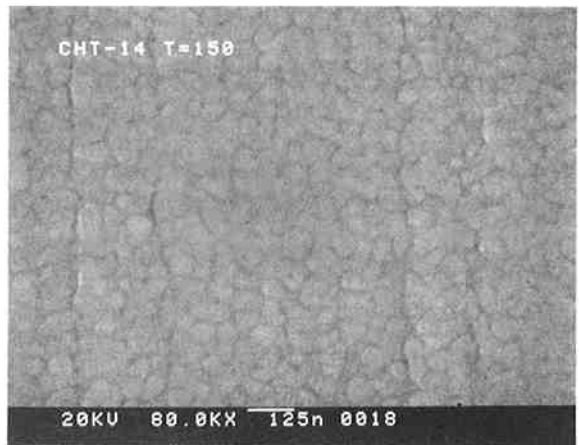
(a)



(c)



(b)



(d)

Fig. 10 SEM micrographs of Co-8Cr-2Ta+Pt films: (a) Pt=0%, R. T.; (b) Pt=0%, 150°C; (c) Pt=7.0%, R. T.; and (d) Pt=7.0%, 150°C.

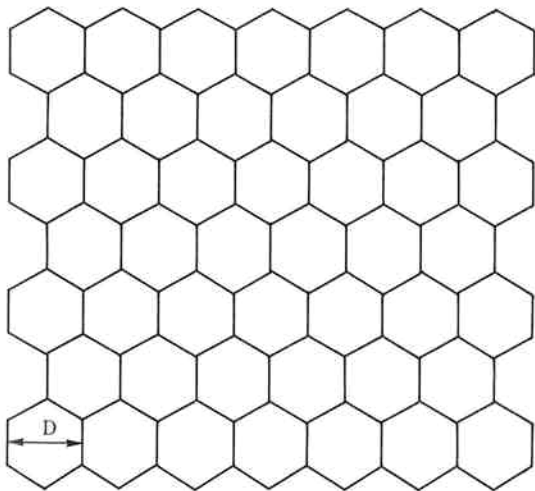


Fig. 11 Top view of geometric arrangement of the hexagonally shaped grains model.

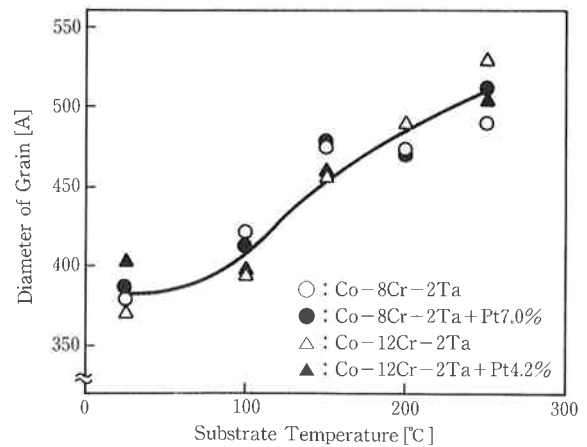


Fig. 12 Substrate temperature dependences of diameter of grain for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films.

(2) XRD による構造解析

結晶配向性を XRD を用いて調べた。Fig. 13 は、8Cr 系において、Pt 濃度を変化させて作製したサンプル

ルの X 線の回折パターンである。基板温度は 250 [°C] である。下地層の Cr(110), Cr(200), Cr(211) および磁性層の Co(100), Co(110), Co(101) の各回折ピーク

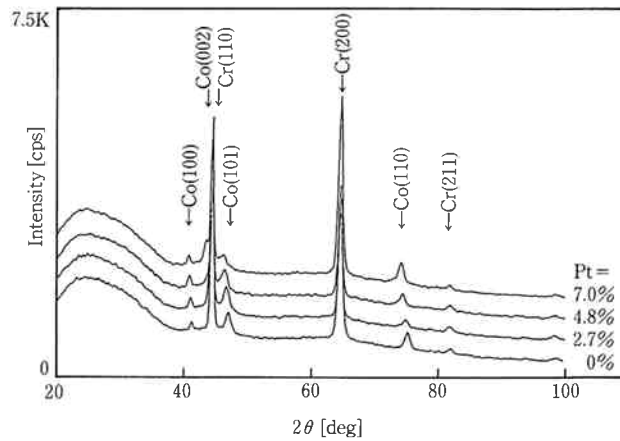


Fig. 13 X-ray diffraction patterns for Co-8Cr-2Ta+Pt films deposited at 250°C.

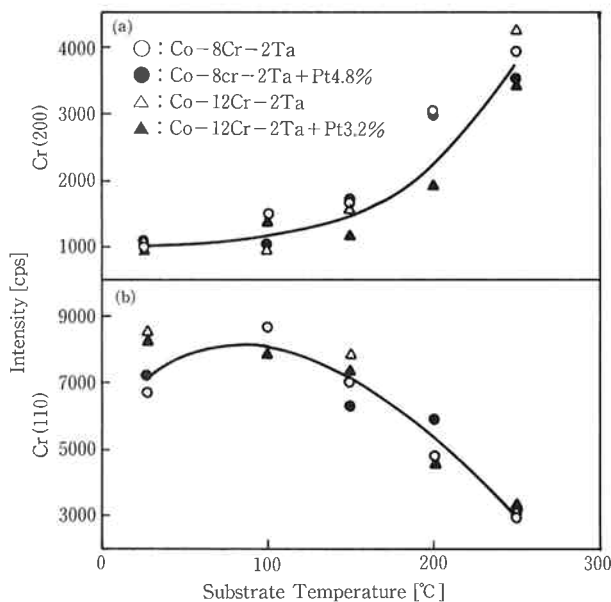


Fig. 14 Substrate temperature dependences of X-ray peak intensity for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films: (a) Cr(200); and (b) Cr(110).

が観察される。また、12Cr系においても同様の回折パターンが観察された。

1) 下地 Cr 層の結晶性

Fig. 14 に 8Cr 系および 12Cr 系サンプルの Cr(110) および Cr(200) の反射強度の基板温度依存性を示す。基板温度の増加に伴い Cr(110) の反射強度が小さくなり、Cr(200) の反射強度が大きくなる傾向が観察される。

以上の結果から、下地 Cr 層は、基板温度の低い領域においては基板に平行に Cr(110) が優先的に配向し、高い領域においては Cr(200) が優先的に配向することが示された。

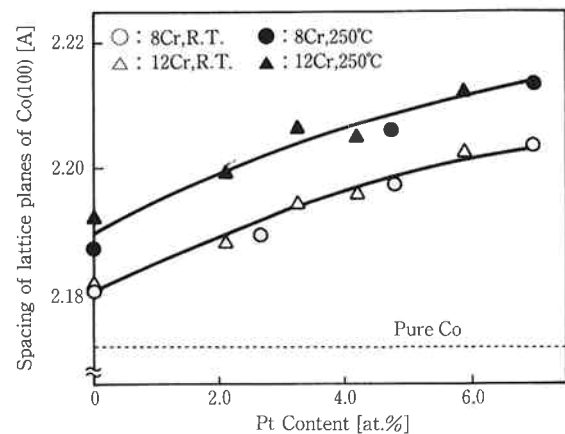


Fig. 15 Pt content dependences of spacing of lattice planes of Co(100) for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films.

2) CoCrTaPt 磁性層の結晶性

Fig. 13 の回折パターンより、Pt 濃度の増加に伴い、磁性層の回折角が低角側へシフトするのが観察される。これは、磁性層の結晶の面間隔が広がったためである。Bragg の式、

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (1)$$

より求めた Co(100) の面間隔の Pt 濃度依存性を Fig. 15 に示す。全てのサンプルの面間隔が純 Co の 2.17[Å] より広く、Pt 濃度の増加に伴いさらに広がる傾向にある。これは、原子半径が大きい Ta および Pt が添加され Co の中に拡散し、Co の格子を広げたためと考えられる。また、基板温度の増加によっても面間隔が広がることから、温度上昇によっても Pt および Ta の拡散が促進されるものと考えられる。

次に、Co の各結晶面の反射強度の基板温度依存性を

Fig. 16 に示す。8Cr 系, 12Cr 系ともに, 基板温度の増加に伴い Co(101) および Co(100) の反射強度が小さくなり, Co(110) の反射強度が大きくなる傾向が観察される。また, Co の各結晶面の反射強度およびその変化の傾向に 8Cr 系と 12Cr 系の間および Pt 濃度の違いによって大きな差はないことがわかる。

3) 結晶性と磁気特性の相関

1) ~ 2) 章の結果から, Cr(110) 上に Co(100) および Co(101) がエピタキシャル成長し, Cr(200) 上に Co(110) がエピタキシャル成長することがわかる。また, [2] ~ [3] 章で述べたように, 保磁力は基板温度の増加に伴い高くなっている。これらのことから, 低い

基板温度では, 下地層が Cr(110) に配向し, その上に Co(100) および Co(101) がエピタキシャル成長することによって, C軸が面内から立ち上がり低い保磁力となり, 高い基板温度では, 下地層が Cr(200) に配向し, その上に Co(110) がエピタキシャル成長することによって, C軸が面内に向き高い保磁力が得られるものと推測される (Fig. 17)。

以上の XRD の結果からは, Pt 濃度の増加に伴う面間隔の拡大は観察されたが, 8Cr 系と 12Cr 系の違いおよび Pt 濃度の違いによる配向性の大きな差は認められなかった。このことから, 磁性層の組成比による保磁力の相違は, 配向性の相違によるものではなく, 他の要因が関与しているものと考えられる。

[6] Pt 添加の結晶磁気異方性定数に与える効果

結晶磁気異方性定数 (以下, K_u と略す) を求めるためサンプルの磁気トルク (T) を磁気トルクメーターにより測定した。外部磁界を膜面に対して鉛直な面内で回

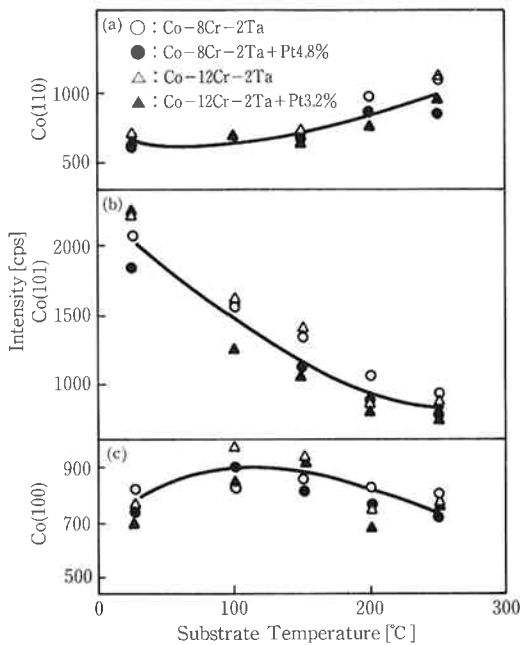


Fig. 16 Substrate temperature dependences of X-ray peak intensity for Co-8Cr-2Ta+Pt and Co-12Cr-2Ta+Pt films: (a) Co(110); (b) Co(101); and (c) Co(100).

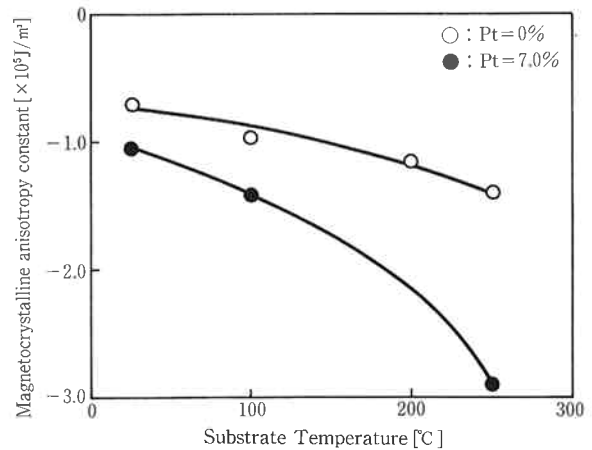


Fig. 18 Substrate temperature dependences of magnetocrystalline anisotropy constant for Co-8Cr-2Ta+Pt films.

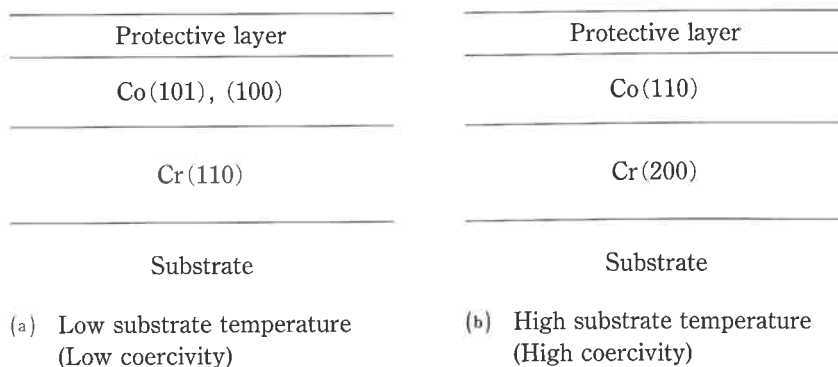


Fig. 17 Schematic illustrations of Cr and Co crystalline orientation.
 (a) Deposited at low temperature.
 (b) Deposited at high temperature.

転させ、得られたトルクから次式により K_u を求めた。

$$K_u = \frac{M_s^2}{2\mu_0} - T \quad (2)$$

ここで、 $K_u > 0$ ならば膜面に垂直な方向に、 $K_u < 0$ ならば膜面内に結晶磁気異方性を持つことを意味している。

Fig. 18 に 8Cr 系の K_u の基板温度依存性を示す。全てのサンプルで $K_u < 0$ となっており、面内異方性であることがわかる。この面内の異方性は、Pt 無添加のサンプルに比べ Pt を添加したサンプルの方が大きくなっている。また、Pt 添加のサンプルでは無添加のサンプルに比べ、基板温度の増加に伴い面内の異方性が著しく増大している。これは、4-[5] 章で述べたように、基板温度の増加に伴い Co 格子中への Pt の拡散が進行したためと考えられる。

以上のことから、磁性層に Pt を添加し、この Pt が Co 格子中に拡散することにより、面内の結晶磁気異方性が増加し、保磁力を増大させるものと推測される。

4. 記録再生特性

以上述べた基礎実験の結果より、Co-Cr-Ta-Pt 系合金の組成比を

Co:86.3[at. %]

Cr: 7.5[at. %]

Ta: 1.7[at. %]

Pt: 4.5[at. %]

とし、新たに合金ターゲットを作製した。この合金ターゲットを用い、より詳しい各磁気特性のスパッタ条件依存性を調べると共に、記録再生特性の評価を行なった。

Table 2 Read write test conditions.

• Test radius	30.5[mm]
• Number of rotation	3600[RPM]
• Recording frequency (Lo/Hi)	1.88/7.50[MHz]
• Test head	
• Type	Double-MIG
• Gap length	0.36[μ m]
• Track width	10.0[μ m]
• Flying hight	0.10[μ m]

記録再生特性の測定項目は出力 (HF)、分解能 (Res.), SN 比である。測定条件を Table 2 に示す。

現段階で、Table 3 に示すような磁気特性および記録再生特性を有するディスクを得た。比較のために、以前当研究室において作製した CoCrTa 系磁性層および CoCrPt 系磁性層の結果もあわせて示す。Table 3 に示されているように、CoCrPt 系磁性層の持つ高保磁力と CoCrTa 系磁性層の持つ高 SN 比の両方の特徴を兼ね備えた磁性層を得ることができた。

今後、さらに合金ターゲットを用いてスパッタ条件の最適化を行うことにより、より高い磁気特性および記録再生特性を持つディスクの開発を進めていく予定である。

5. ま と め

今回の研究開発の結果、以下に示すことが明らかとなった。

- 1) CoCrTa 磁性層に第 4 元素として Pt を添加することにより、飽和磁化を減少させることなく、保磁力を 400[Oe] 増加させることが出来る。
- 2) 保磁力は、基板温度または Pt 濃度の増加に伴い、増大する。
- 3) 保磁力増加の効果は Co-8Cr-2Ta に Pt を添加した場合よりも Co-12Cr-2Ta に Pt を添加した場合の方が大きく、基板温度が高い領域においてその傾向は顕著となる。
- 4) Pt が Co 格子中に拡散することにより、面内の結晶磁気異方性が増大し、保磁力を増加させる。
- 5) 下地 Cr 層の (200) 面が基板に平行に配向し、その上に Co(110) がエピタキシャル成長することにより、保磁力が増加する。
- 6) SEM および X 線回折の結果からは、8Cr 系と 12Cr 系の間に薄膜構造上の大きな差は認められない。

なお、現段階で、保磁力 1800[Oe]、SN 比 33[dB] を達成し、媒体の次世代バージョンへの応用が期待される。

Table 3 Magnetic and recording characteristics.

Magnetic layer	Hc [Oe]	Mr×t [nm·T]	Ms×t [nm·T]	S [%]	S [%]	Amp. [μ V]	Res. [%]	S/N [dB]
CoCrTaPt	1800	42	45	95	93	252	76	33
CoCrTa	1470	40	45	89	88	235	73	34
CoCrPt	1740	39	44	89	89	232	78	31

文 献

- 1) “日経エレクトロニクス”, No. 481, 157-165 (1989).
- 2) 稲生 他: 東ソー研究報告, Vol. 34, 53-64, (1990).
- 3) J. C. Allan, et. al.; IEEE Trans. Magn., MAG-23, 122-124 (1987).
- 4) Tsann Lin; J. Magn. Magn. Mat., 86, 159-168 (1990).
- 5) 谷 他; 第14回日本応用磁気学会学術講演概要集, 8pB-18, 29 (1990).
- 6) 玉井 他; 第15回日本応用磁気学会学術講演概要集, 1pA-5, 417 (1991).
- 7) Eberhard Köster; Thomas C. Arnoldussen in *Magnetic Recording* edited by C. Denis Mee, Eric D. Daniel (McGraw-Hill Book Co., 1987) Vol. I, p. 226.



著 者

氏名 内 海 健太郎
Kentaro UTSUMI
入社 昭和61年4月1日
所属 新材料研究所
第2研究室



著 者

氏名 稲 生 俊 雄
Toshio INASE
入社 昭和61年4月1日
所属 新材料研究所
第2研究室
副主任研究員



著 者

氏名 近 藤 昭 夫
Akio KONDO
入社 昭和51年4月16日
所属 新材料研究所
第2研究室
第2研究室長