

熱アシスト磁気記録媒体用 Co-Y 合金薄膜の構造と磁気特性

°日向 慎太郎, 林下斐, 斉藤 伸 (東北大学)

Crystal structure and magnetic properties for Co-Y film for heat assisted magnetic recording

°Shintaro Hinata, Kai Hayashishita, and Shin Saito (Tohoku University)

はじめに 垂直磁気記録媒体は年々高密度化が要求されており、近年では 4 Tbit/inch² もの高記録密度が目標とされており¹⁾、この実現のためには熱アシスト磁気記録 (heat assisted magnetic recording, HAMR) 方式が提案されている。この記録方式では、磁性結晶粒として、微細化による熱擾乱に抗する 10^7 erg/cm³ 台の高い一軸結晶磁気異方性 (K_u) を有する材料が適用される。現在盛んに研究されている HAMR 媒体用材料は L1₀ FePt 合金結晶粒であるが、対称性の高い立方晶系に近いためバリエーションが発生しやすく、異方性を有効に発現しにくい問題点がある。本研究では、 K_u が L1₀ FePt とほぼ同等であり対称性の低い六方晶系の D2_d 構造を有する Co₅Y₁ (1:5 相) 合金²⁾ に注目し、その HAMR 媒体への適用について検討した。本発表では、Co への Y 添加量を変化させた試料について 1:5 相の形成条件について検討し、その構造と磁気特性について調査したので報告する。

実験結果 Co_{100-x}Y_x 薄膜の成膜は Co と Y ターゲットのコスパッタ法によって、成膜温度 $T_{\text{sub}} = 500^\circ\text{C}$ に実施した。層構成は Ni₆₀Ta₄₀ (40 nm)/ Cu (20 nm)/ Co_{100-x}Y_x (20 nm) とした。全ての組成に置いて、Co-Y 磁性結晶粒は c 面配向していることを out-of-plane XRD によって確認した。

Figure 1 には Co_{100-x}Y_x 薄膜の In-plane XRD プロファイルを種々の Y 濃度 x について示す。参考のため上部には CoY 1:5 相および 2:17 相の粉末パターンを示した。プロファイルの相対位置は x に対応している。 $x = 0-7.5$ at% においては Co および CoY 2:17 相起因の回折線、 $x = 10.5-20$ at% においては CoY 2:17 相および 1:5 相の回折線が観測された。この結果は、CoY 1:5 相の化学量論組成である $x = 16.7\%$ の試料において 1:5 相のみは形成されず、1:5 相と 2:17 相との混相が形成されることを示している。別途化学量論組成周りの試料について構造を評価したところ、 $x = 23$ at% においてはほぼ 1:5 相のみが観測されることが明らかとなっている。また、 $x = 40-60$ at% においては CoY 1:5 相の回折線のみが観察された。この結果は Co に対する約 20 at% 以上の Y が Co と結晶質の金属間化合物を形成しないことを示唆している。

Figure 2 には (a) $x = 16.7$ at.% および (b) 23at.% 試料の外部磁界 25 kOe におけるトルク曲線を示している。実線および破線はそれぞれ正転および逆転時のトルク曲線に対応し、記号// および ⊥ はその θ において印可磁界が基板に対して面内、垂直であることを意味している。(a) においては、試料面内/面直近辺で立ち上がる振幅の異なる曲線が存在している。これは試料内において垂直及び面内磁気異方性を示す結晶粒が混在していることを示唆している。(b) においては振幅約 5.5 dyne·cm の試料面内近辺で立ち上がるトルク曲線が得られた。また、試料面内角度付近で正/逆転トルク曲線間にヒステリシス損失が生じた。この結果は $x = 23$ at.% の試料では面内磁気違法性を示す結晶粒がほとんど存在せず、かつ実効的な垂直磁気異方性磁界が印可磁界 25 kOe より巨大であることを示唆している。また、この試料についてヒステリシス損失の消失磁界 (異方性磁界に対応) を $H = 25-17$ kOe のトルク曲線の直線外挿により導出したところ、過大見積もりとはなるが、約 658 kOe もの巨大な値を示した。以上の結果から、Co_{100-x}Y_x 合金を HAMR 媒体において活用するには、CoY 2:17 相が存在せず、かつ垂直磁気異方性のみを示す $x = 23$ at.% 以上の組成が有効であることが示唆される。講演では Co-Y 膜と下地 Cu との相互拡散の関係についても断面組成分布の評価結果を交えて述べる。

参考文献 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016). 2) M. Yamada, Y. Hotta, T. Yanagawa, M. Ohtake, F. Kirino, and M. Futamoto, *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2101604 (2013).

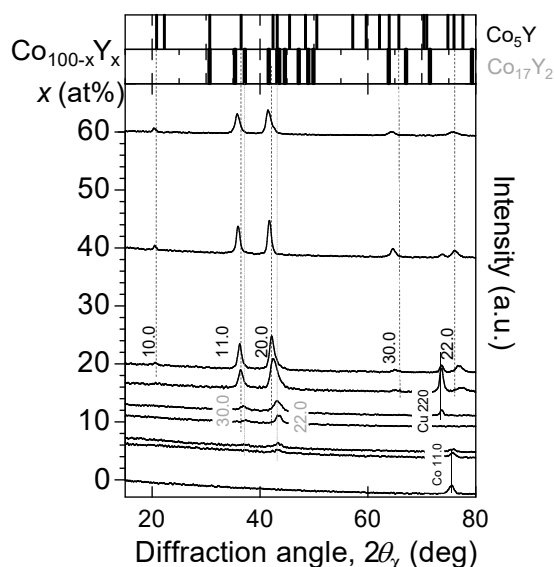


Fig. 1 In-plane XRD profiles for NiTa/Cu/Co_{100-x}Y_x films deposited at substrate temperature of 500°C.

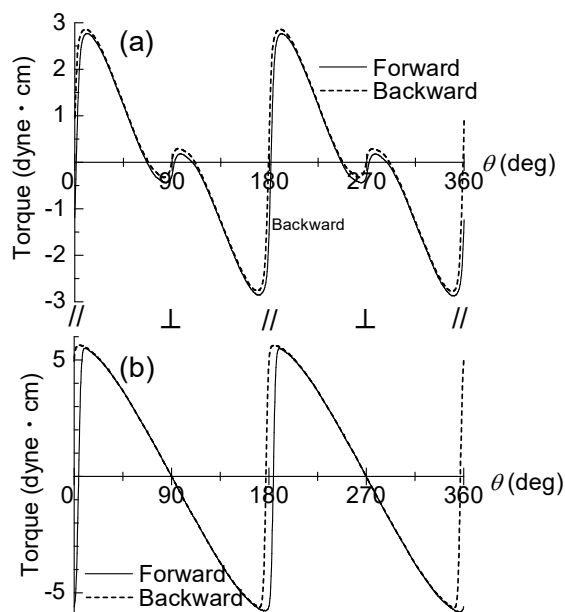


Fig. 2 Magnetic torque curves with external field of 25 kOe for (a) Co_{82.4}Y_{16.7} and (b) Co₇₇Y₂₃ films.

CoPt-B₂O₃ グラニューラ媒体の磁気特性と微細組織におよぼす異種酸化物の混合効果°タム キム コング^{a)}, 榎引 了輔^{a)}, 日向 慎太郎^{b)}, 斉藤 伸^{b)}(°^{a)}田中貴金属工業株式会社, °^{b)}東北大学)Effect of mixing different oxides on magnetic properties and microstructure of CoPt-B₂O₃ granular media°Kim Kong Tham^{a)}, Ryosuke Kushibiki^{a)}, Shintaro Hinata^{b)}, and Shin Saito^{b)}(°^{a)}TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K., °^{b)}Tohoku University)

はじめに 現行の垂直磁気記録媒体の磁性層として CoPt 合金-酸化物薄膜 (グラニューラ媒体) が広く用いられている。グラニューラ媒体の記録密度をさらに伸ばすためには、コラム状結晶粒の一軸結晶磁気異方性エネルギー (K_u) を 1.0×10^7 erg/cm³ 以上に増大すると共に、結晶粒径と結晶粒ピッチとを低減させることが必須である。高 K_u を有するコラム状結晶粒を実現するためには CoPt 合金結晶相と酸化物アモルファス相との相分離を促進することが肝要であり、そのためには低融点 (低 T_m) 酸化物を用いることが有効である¹⁾。一方で、CoPt 磁性結晶粒の微細化のためには高 T_m 酸化物が有効であることも知られている²⁾。このように、単一酸化物ではグラニューラ媒体の高 K_u 化と粒径微細化との両立が困難である。今回我々は、低融点の B₂O₃ (T_m : 450°C) を基本酸化物として用いた CoPt-B₂O₃ グラニューラ媒体に異種酸化物を混合し、媒体の磁気特性と組織について調べることで、上記課題の両立について指針を得たので報告する。

実験結果 CoPt 基グラニューラ媒体としては、Co₈₀Pt₂₀-15 vol% B₂O₃-15 vol% oxide (oxide: B₂O₃, SiO₂, TiO₂, Cr₂O₃, ZrO₂) (16 nm) 選定し、室温で作製した。各酸化物の T_m はそれぞれ 450, 1600, 1843, 2435, 2700°C である。下地層は Ru (20 nm) / Ni₉₀W₁₀ (6 nm) / Ta (5 nm) / glass sub. とした。Fig. 1 には、種々の T_m を有する第 2 酸化物を添加した CoPt-B₂O₃-oxide グラニューラ媒体の平面 TEM 像を示す。像中には X 線回折で評価した各グラニューラ媒体の結晶粒径 (GD) も示している。 GD は、第 2 酸化物として T_m : 1600°C の SiO₂ を添加した場合、30 vol% B₂O₃ とほぼ同等の 5.8 nm となり、1840°C 以上の T_m を有する酸化物を添加すると、4.8 nm 以下に微細化されることがわかった。組織に注目すると、30 vol% B₂O₃ では、CoPt 結晶粒を示す灰色や黒色の部位が酸化物の析出を示す白色を呈する粒相に囲まれている様子が見受けられる。添加酸化物の T_m の高温化につれ、磁性結晶粒内に明瞭に筋状の薄い酸化物析出相が形成されている (破線の丸部)。これは単一酸化物媒体の組成には見られなかった特徴である。Fig. 2 には、高 T_m 第 2 酸化物を添加した一例として (a) CoPt-B₂O₃-TiO₂ と、参照のための (b) CoPt-B₂O₃ グラニューラ媒体の断面 TEM 像を示す。両 TEM 像では、磁性層中の厚い酸化物粒相が下地 Ru 結晶粒の凹部と一致しており、CoPt 磁性結晶粒が Ru 結晶粒の凸部上にヘテロエピタキシャル成長していることが示唆される。特に (a) では、一つの Ru 結晶粒の上に初期部から薄い粒相を介して複数の磁性結晶粒が成長している。尚、(a) の媒体中の磁性結晶粒の K_u は 1.1×10^7 erg/cm³ であり、Co₈₀Pt₂₀ 不規則合金膜とほぼ同程度であった。この結果は、複数の酸化物を混合添加した場合、酸化物がそれぞれの T_m で析出する可能性を示唆している。上述の粒相厚の均一化を図ることができれば、混合酸化物媒体は今後の高記録密度化に適合する材料として有望であり、その粒相に合致した下地層の開発が待たれる。

講演では混合酸化物媒体の磁気特性を併せて紹介し、粒径微細化と高 K_u 化との両立について系統的に議論する。

参考文献 1) K. K. Tham et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **55**, 07MC06 (2016). 2) R. Kushibiki et al., *IEEE Trans. Magn.*, (2017) (in press).

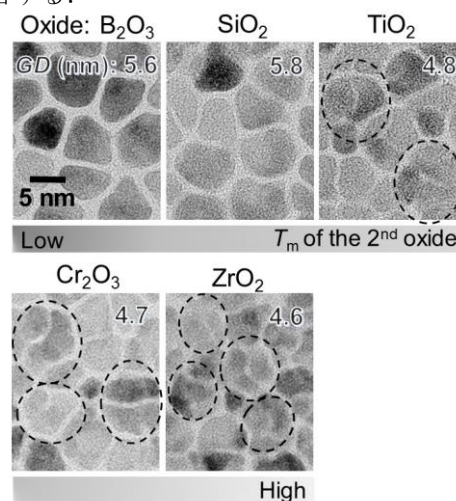


Fig. 1 In-plane-view TEM of CoPt-B₂O₃-oxide granular media. Grain size (GD) evaluated by XRD is shown in each image.

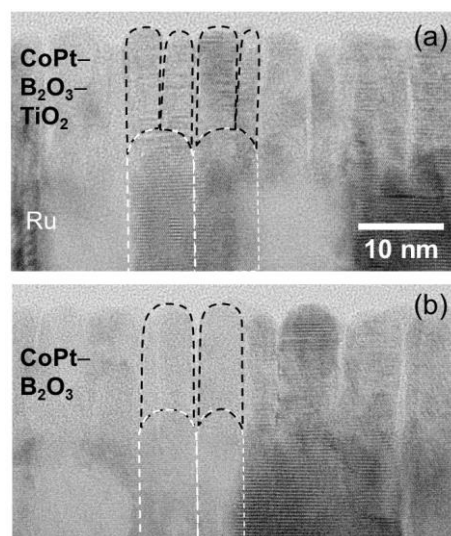


Fig. 2 Cross-section-view TEM of (a) CoPt-B₂O₃-TiO₂ and (b) CoPt-B₂O₃ granular media.

イオン照射により作製した MnGa ビットパターン膜の FORC 解析

大島 大輝, 加藤 剛志, 岩田 聡
(名古屋大学)

FORC analysis of MnGa bit patterned film fabricated by ion irradiation

D. Oshima, T. Kato, S. Iwata
(Nagoya University)

はじめに

我々はこれまでに MnGa 膜を用いたイオン照射型のビットパターン媒体の作製に取り組んできた^{1,2)}. ビットパターン媒体においては, 反転磁界分布 (SFD) を抑えることが重要となる. そこで, 本研究では, SFD の評価手法として FORC (First Order Reversal Curve) 法に着目し, FORC 解析により MnGa ビットパターン膜の SFD のビットサイズ依存性を調べた.

実験方法

RF マグネトロンスパッタ法により単結晶 MgO (001) 基板の上に Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO (001) の膜構成で成膜した. Cr 層は基板温度 400 °C で成膜し, 600 °C で 60 min のポストアニールを行った. MnGa 層は基板温度 300 °C で成膜し, 400 °C で 60 min のポストアニールを行った. パターニングは電子線リソグラフィによりレジストマスクを形成した後, イオン注入装置を用い 30 keV の Kr イオンを 1×10^{14} ions/cm² 照射することで行った. 作製したサンプルの FORC 測定は交番磁界勾配型磁力計により行った.

実験結果

Fig. 1 にビットサイズが(a) 520 nm と(b) 90 nm の MnGa ビットパターン膜の FORC ダイアグラムを示す. H_c および H_b は局所的な保磁力とバイアス磁界を示している. Fig. 1 からビットサイズが 520 nm の場合には, H_c と H_b の分布は Gaussian では表すことはできないが, ビットサイズが 90 nm の場合には分布は Gaussian に近づいている. この分布形状と磁区構造には対応関係があり, Fig. 1 (a) のような分布の場合にはビット内は多磁区構造, Fig. 1 (b) のような分布の場合には単磁区構造となっていることを磁気力顕微鏡により確認している. $H_b = 0$ における H_c の分布から, 平均反転磁界 H_{sw} および標準偏差 ΔH_{sw} を見積もった. Fig. 2 に H_{sw} および SFD ($\Delta H_{sw}/H_{sw}$) のビットサイズ依存性を示す. ビットサイズが小さくなるにつれて, H_{sw} が増加しており, イオン照射によるパターン作製において, ビット周囲のダメージの影響は少ないものと考えられる. しかしながら, ビットサイズの減少に伴い SFD も増大している. この SFD の増大の原因は, ビットサイズが小さくなるとレジストパターン形状のばらつきの影響が大きくなり, 加工後のビットサイズのばらつきが大きくなるためと考えられる.

参考文献

- 1) D. Oshima et al., *IEEE Trans. Magn.*, **49**, 3608 (2013).
- 2) D. Oshima et al., *IEEE Trans. Magn.*, **52**, 3201804 (2016).

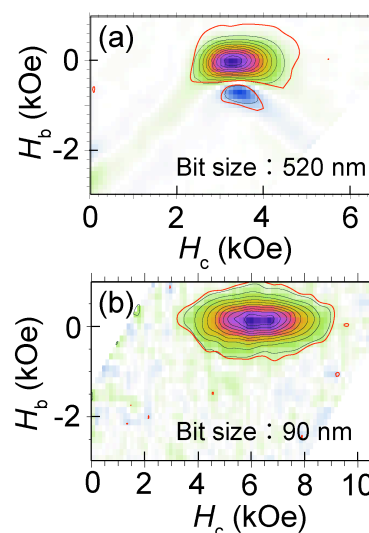


Fig. 1 FORC diagrams of ion beam patterned MnGa films with bit sizes of (a) 520 nm and (b) 90 nm.

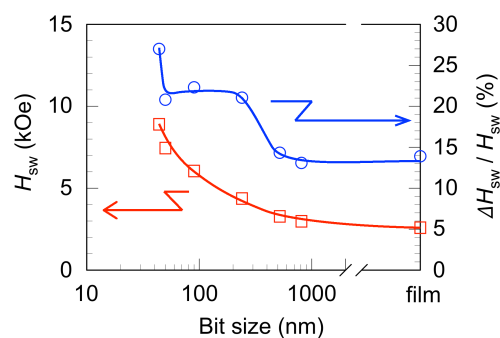


Fig. 2 Bit size dependences of average switching field H_{sw} and switching field distribution $\Delta H_{sw}/H_{sw}$ of MnGa bit patterned film.

走査型 XMCD 顕微鏡によるイオン照射型 L1₀-MnGa ビットパターン膜の局所的磁気状態の評価

石川 徹, 福田 憲吾, 大島 大輝, 加藤 剛志, 中村 哲也*, 小谷 佳範*,
豊木 研太郎*, 岩田 聡 (名古屋大学, *JASRI/Spring-8)

Local magnetic state of ion-irradiation L1₀-MnGa bit patterned films probed by
scanning X-ray magnetic circular dichroism microscope

T. Ishikawa, K. Fukuta, D. Oshima, T. Kato, T. Nakamura*, Y. Kotani*, K. Toyoki*, S. Iwata
(Nagoya Univ., *JASRI/Spring-8)

概要

我々はこれまで、大きな垂直磁気異方性を持つ L1₀-MnGa 規則合金薄膜を用いて、イオン照射型ビットパターンの作製を行い、イオン照射による磁気パターン作製法が、平坦、高密度、ビット端ダメージの少ないパターン構造の作製に有効と考えられることを示してきた^{1),2)}。今回、我々は SPring-8 BL-25SU において、スポット径 100 nm のナノビーム X 線を用いた走査型 X 線磁気円二色性 (XMCD) 顕微鏡を用いて、MgO (001) 単結晶基板上に作製した MnGa 磁気パターンのビットごとの反転磁界と 1 つのビットパターン内の XMCD スペクトルを測定することにより、MnGa パターン膜の局所的な磁気状態の評価を試みたので報告する。

実験方法

L1₀-MnGa(001)膜は、マグネトロンスパッタリング装置を用いて作製し、膜構成は Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO(001) sub. とした。MgO 基板の表面をフラッシュするために 600°C で 10 分間熱処理後、基板温度 400°C で Cr バッファ層を成膜した。Cr 層成膜後、600°C で 60 分間熱処理した。その後、基板温度 300°C で MnGa 膜を成膜し、MnGa 層の規則化のため、成膜後 400°C で 60 分間熱処理した。電子ビーム露光装置によるレジストパターン作製とイオン注入装置による 30 keV の Kr イオン照射により、MnGa 磁気パターン構造を作製した。Spring-8 BL-25SU の走査型 XMCD 顕微鏡により、パターン内のビット反転磁界と XMCD スペクトルを測定した。

実験結果

Fig. 1 は、作製した MnGa 磁気パターン膜 (500 nm ピッチ) の走査型 XMCD 顕微鏡像を示している。入射 X 線のエネルギーは Mn の L₃ 吸収端である 639 eV とし、スキャン範囲は 12 μm × 12 μm である。まず +2 T の磁界を加えて XMCD 像を取得し、全てのビットが飽和していることを確認した。Fig. 1 は磁気飽和した後に、(a) -0.2 T, (b) -0.3 T の磁界を加えた状態での XMCD 顕微鏡像である。-0.2 T の時点ではほとんどのビットが反転していないが、-0.3 T の磁界を加えた時点ではおよそ半分のビットが反転しており、反転しやすいビットとそうでないビットがあることが分かる。さらに負方向に磁気飽和後、正方向の磁界で磁化反転をしても、この反転しやすいビットから反転することが確認された。また、ビットピッチ 10 μm の MnGa パターン膜の 1 つのビットに X 線を集光した条件で XMCD スペクトルの測定を行ったところ、639 eV と 650 eV 付近でそれぞれ負と正の XMCD ピークを示した。磁気光学総和則により軌道モーメントとスピンモーメントの比 $\langle L_z \rangle / 2 \langle S_z \rangle$ を求めると 0.02 という小さな値が得られた。これらの結果は未加工の MnGa 膜の XMCD スペクトル²⁾とよく一致した。

参考文献

- 1) D. Oshima et. al., IEEE Trans. Magn., **49**, 3608 (2013).
- 2) D. Oshima et. al., IEEE Trans. Magn., **52**, 3201804 (2016).

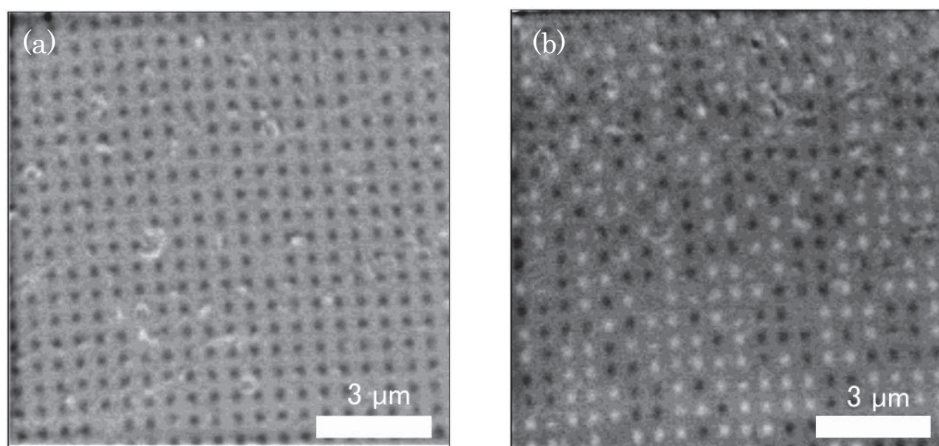


Fig. 1 Scanning XMCD images of bit patterned MnGa with a pitch size of 500 nm. Before taking the images, the sample was saturated by applying a field of +2 T, then negative fields (a) -0.2 T and (b) -0.3 T were applied for taking the images.