

戦略活用プログラム課題利用報告書

- ・実施課題番号：2005B0850
- ・実施課題名：超高密度磁気記録媒体用 Co-Pt 酸化物系薄膜の化学結合状態に関する研究
- ・実験責任者所属・氏名：秋田県産業技術総合研究センター高度技術研究所・有明 順
- ・共同実験者所属・氏名：秋田県産業技術総合研究センター高度技術研究所・近藤祐治、千葉隆
- ・使用ビームライン：BL39XU
- ・実験結果：

1. はじめに

垂直磁気記録はその提案[1]から約 30 年を経て、昨年実用化になった。その記録密度は約 130 Gbit/in²といわれている。磁気情報を蓄積する記録媒体の記録層は Fig. 1 のように Co 系強磁性薄膜(グラニューラ型)が用いられていると考えられ、強磁性粒子の周囲を酸化物で取り囲む構造となっている[2]。この媒体には高い垂直磁気異方性と、結晶配向性の優れた微細な磁性結晶粒子の均一な形成および添加酸化物等による相分離構造の形成を同時に実現することが求められている。

しかし記録層の磁気的な分離構造が膜厚方向全てにわたって達成されているかどうかについては、いまだ不明な点が多い。透過型電子顕微鏡(TEM)などによる微細構造観察法では、試料作製時のダメージの影響が残る場合も多く、非破壊での解析が期待される。

このような膜厚方向の構造を非破壊で解析する手法の一つとして、硬 X 線光電子分光法(XPS)がある。通常の実験室レベルの XPS では、X 線のエネルギーが低く、膜厚方向の情報としては高々 5 nm 程度であるので、媒体の一般的な膜厚である 10 nm 程度以上の薄膜については、このままでは、その成長初期付近の情報を得ることができない。そのため深さ方向分析として、Ar⁺等の不活性イオンによるエッチングを併用したデプスプロファイルを取得することが多いが、加速イオンによる試料へのダメージのため、またチャージアップなどによりエネルギーシフトが起きて、正確な情報が得られないこともある。

一方、SPring-8 のような高輝度硬 X 線を用いることで、この深さ方向の情報が、例えば 8 keV の場合、約 15 nm 程度になるため、記録層全体の情報を得ることができる。さらに検出器の角度を変えることで、膜厚方向の詳細な化学結合状態を非破壊で求めることができると考えられる。

2. 実験方法

試料として、高温作製において 2×10^7 erg/cm³ の大きな垂直磁気異方性を有し[3]、次世代型の媒体として考えられる Co₈₀Pt₂₀ (at%) に TiO₂, SiO₂, Ta₂O₅ の 3 種類の酸化物をそれぞれ 30 vol% 混ぜたコンポジットターゲットを用いて、ガラスディスク基板上に室温でスパッタ成膜を行なった。膜厚は 15 nm に固定した。下地層として Ru(10 nm)あるいは Pt(10 nm)とした。保護膜として記録層の上にカーボン 3 nm 堆積している。

また、試料ステージを検出器に対して、15 度、30 度、80 度と傾斜して光電子の検出深さを変化させた。検出元素としては、Co 3d, Pt 4d Ti 2p, Si 1s, Ta 4f, O 1s および C 1s である。本報告書では、Ta₂O₅ 添加を除いた 2 種類の試料について述べる。

3. 結果と考察

3-1 検出深さ

Fig. 2 に示すのは、CoPt-TiO₂ 薄膜の C 元素について検出器の

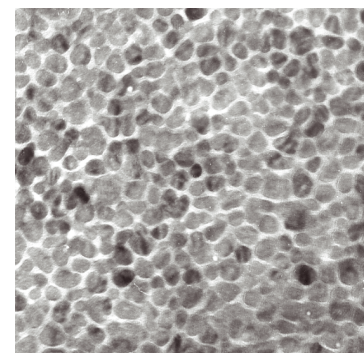


Fig.1 In-plane TEM image for CoPt-TiO₂/Ru/Pt film.

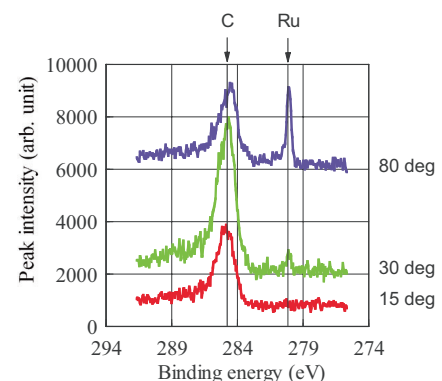


Fig. 2 XPS spectra of C 1s for CoPt-SiO₂ film.

角度を変えて測定した結果である。15度の浅い角度では、C 1sのピーク(約285 eV)のみが検出されているが、30度傾斜した段階でRu 3dに対応するピーク(約280 eV)が見え始めている。さらに80度傾斜においては、Cのピークとほぼ同程度のRuピークが見えている。このことは他の試料についても同様であった。これらのことから、30度傾斜において検出深さがほぼ20 nm(+コンタミネーションの厚さ分)であることが分かる。したがって本手法ははじめに述べたように膜厚方向の化学結合状態を非破壊で解析する有効な方法であることが分かる。

3-2 CoPt-TiO₂

本薄膜でのTiの結合状態の把握が今回の実験の最大の目的であったが、残念ながら良い結果を得ることはできなかった。それはFig. 3にあるようにTi 2pのスペクトル強度が非常に小さいこと、および下地であるRu 3pピークがTi 2pの近くにあるためである。Ru下地はこの系の記録媒体には必須なものとなっており、Tiの他のスペクトルを積算回数を多くして取得するなどの工夫が必要と考える。15度でのスペクトルでは表面のコンタミネーションもあってか、スペクトルそのもののバックグラウンドが大きくなっており、Tiのピークを判定することはできなかった。80度ではRuピークの肩に若干見える程度で、30度の測定ではTiピークが見えるものの、非常にノイズの大きいスペクトルとなっている。Tiのピークそのものの位置は大きくシフトしているようには見えない。これと対応して、本薄膜でのO 1sのピークもTiO₂に対応するピークが得られており、角度によりシフトは見られていない(Fig. 4)。

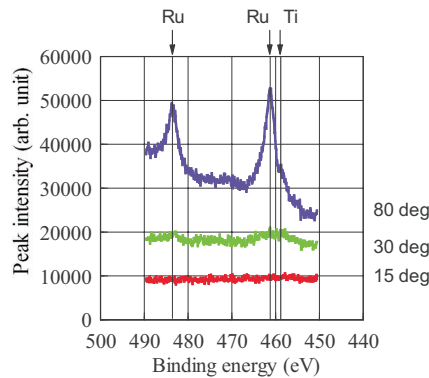


Fig. 3 XPS spectra of Ti 2p and Ru 3p for CoPt-TiO₂ film.

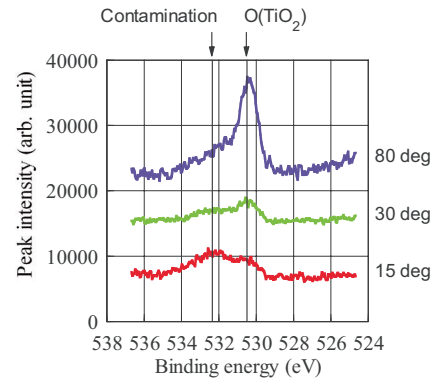


Fig. 4 XPS spectra of O 1s for CoPt-TiO₂ film.

3-3 CoPt-SiO₂

Fig. 5に示すように、Si 1sに関しては角度を変化させても、得られたスペクトルに大きな変化(シフト)は見られなかった。

しかしながらこのピーク位置はSi単元素に由来するものとSiO₂に由来するものとの間に位置している。このことは従来我々が測定した結果と定性的に一致する[2]。結局SiO₂はその電子状態が良く分からず、今後の課題といえる。O 1sのピーク付近にはSiO₂に由来するピークは明瞭には現われていない。表面側にはコンタミネーションに由来すると考えられるピークがあり、角度を大きくするとピーク位置は変わらず、強度が大きくなることから、この試料のO 1sピークはこの位置にあることも考えられる。

4. まとめ

SPring-8の高輝度硬X線を用いた光電子分光法により、高密度磁気記録媒体用CoPt-酸化物系薄膜の解析を行なった。

4-1 試料をステージに対し30度以上傾斜することで、記録層の下に堆積した下地層のピークが見えることから、本実験のX線のエ

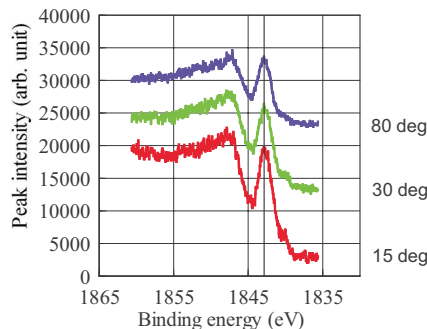


Fig. 5 XPS Spectra of around Si 1s for CoPt-SiO₂ film.

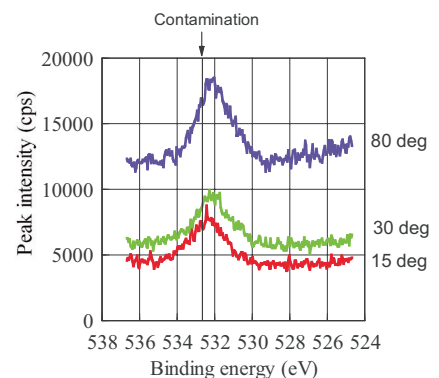


Fig. 6 XPS spectra of O 1s for CoPt-SiO₂ film.

エネルギーにより、記録層(膜厚 15 nm)全域からの光電子を得ることができた。

4-2 CoPt-TiO₂ 試料においては、Ti 2p ピークが下地層である Ru 3p ピークとほぼ同位置にあるため、Ti の分析はできなかったが、O 1s 付近での酸化物ピークの位置から判断すると膜厚方向には変化していないと考えられる。

4-3 CoPt-SiO₂ 試料において、検出された Si 1s のピーク位置は Si からのピークと SiO₂ からのピークとの中間に位置している。ピーク位置は膜厚方向に変化していない。このピークがどのような状態を反映しているのかは不明である。

5. 今後の課題

CoPt-TiO₂ 薄膜の Ti 2p ピークは Ru 3p とほぼ重なってしまったため、Ti の他のピーク(1s など)のスペクトルを取って膜厚方向の化学結合状態の変化を測定する必要がある。その際、スペクトルのピークが弱くなるのが考えられるので、積算回数を増やす(時間をかける)か、より高輝度のビームライン(例えば 47 番)を使用することが必要となる。

また、今回の試料とステージの設定角度は大まかであったため、15 度では表面のコンタミネーションの影響が大きく、また、80 度では下地層からのピークがかなり大きく出てしまった。記録層の膜厚分を詳しく解析するための角度設定の必要がある。

謝辞

いつもご指導いただき東北工業大学・岩崎学長、AIT・大内名誉所長、本多副所長に感謝します。本研究の一部は JST、秋田県地域結集型共同研究事業の一環ならびに、平成 17 年度文部科学省科学研究費補助金基盤研究(C)No. 17510104 として行なわれた。

参考文献

- [1] S. Iwasaki and H. Yamazaki: *Abstract of 7th Annual Conf. Magn., Jpn.*, 41 (1975).
- [2] J. Ariake, T. Chiba, S. Watanabe, N. Honda, and K. Ouchi: *IEEE Trans. Magn.*, vol. **41**, No. 10, pp. 3142-3144 (2005).
- [3] Y. Yamada, T. Suzuki, H. Kanazawa, and J. C. Osterman, *J. Appl. Phys.*, vol. **85**, pp. 5094-5096 (1999).