

90 kOe 垂直トルク法を活用した次世代熱アシスト 磁気記録媒体用 FePt グラニューラ薄膜の材料開発

大学院工学研究科 電子工学専攻 齊藤 節、小川 智之、齊藤 伸

{s.takashi, tomoyuki, ssaito}@ecei.tohoku.ac.jp

田中貴金属工業 タム キム コング、櫛引 了輔

{tham, r-kushibiki}@ml.tanaka.co.jp

1. はじめに

ハードディスクドライブ (HDD) では、デジタル信号情報「1」「0」を記録層中の磁性結晶粒の磁化方向「上向き」「下向き」に対応させて記録する。このような記録を担う磁性結晶粒には、高信号品質、高熱擾乱耐性の観点から、室温で高い一軸結晶磁気異方性エネルギー (K_u) を有する磁性結晶粒の c 軸配向化、柱状組織化、ならびに磁氣的孤立化が求められている。これらの要求を満たすため HD 媒体では、磁性層中の粒界材 (Grain boundary material: GBM) が重要な役割を担っている。現状実用されている CoPt-酸化物グラニューラ薄膜においては、表面凹凸を有する c 軸配向 Ru 下地層上にヘテロエピタキシャル成長する CoPt 基磁性結晶粒の粒界に非磁性酸化物を析出させている。この材料では、磁性結晶粒の柱状成長の限界膜厚 (d_{crit})、磁性結晶粒内に導入される積層欠陥 (P_{fcc})、さらにはグラニューラ薄膜の平均飽和磁化や垂直磁気異方性エネルギー ($K_{u\perp}^{exp}$) がスパッタ成膜時の二相析出過程で重要な GBM の融点 (T_m) に強く依存することが明らかとなっている^{1, 2)}。一方、近年 HDD の次世代技術として、熱アシスト磁気記録 (Heat assisted magnetic recording: HAMR) が急ピッチで開発されている (Fig. 1)。HAMR は、室温で高熱擾乱耐性を有し反転磁界 (H_{sw}) が大きい磁性結晶粒に対して、レーザ加熱により一時的に H_{sw} を低減させ、磁化反転させて記録する技術である (Fig. 2)。Fig. 1 に HAMR 媒体の断面構造の模式図を示す。媒体は、軟磁性裏

打ち層 / ヒートシンク層 / 熱絶縁層 / 記録層のように磁界記録・熱磁気記録に関わる機能の異なる 4 種類の層から構成される。このうち熱絶縁層としては、熱伝導を抑制し目的部分を効率的に加熱するための断熱性および磁性結晶粒のヘテロエピタキシャル成長の観点から c 軸配向 fcc-MgO が、記録層としては、高い K_u を有しキュリー温度が適度に低い L1₀ 型 FePt 磁性結晶粒を用いたグラニューラ材料が有望であり開発が進められている³⁾。この磁性層グラニューラ材料に関する先行研究では、C, GeO₂, SiO₂, TiO₂, C-Ag を粒界材とした試料の $K_{u\perp}^{exp}$ が面内磁化曲線や異常ホール効果から評価され議論されている^{4, 5)}。面内磁化曲線を用いる測定法では、外部磁界 (H_{ext}) が磁化の飽和に

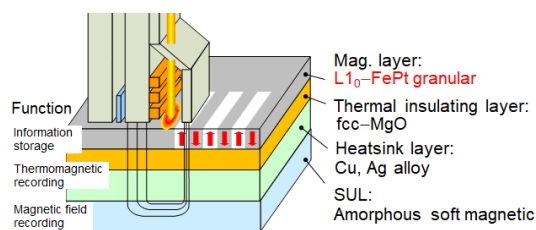


Fig. 1 Schematic diagram of structure of HAMR media.

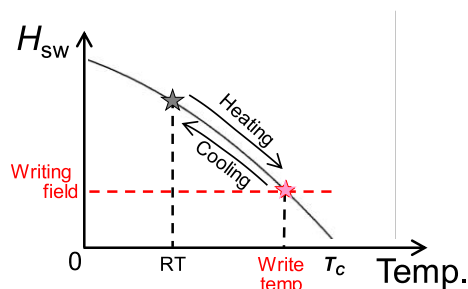


Fig. 2 Schematic diagram of switching field of HAMR media.

Table 1 Melting point of grain boundary materials.

GBM	B ₂ O ₃	MoO ₃	SnO	GeO ₂	WO ₃	Nb ₂ O ₅	SiO ₂
<i>T_m</i> (°C)	450	795	1080	1115	1473	1512	1723
	TiO ₂	MnO	Y ₂ O ₃	ZrO ₂	MgO	BN	C
	1857	1945	2425	2715	2852	2973	3500

は不十分であり、異方性磁界の評価は熱擾乱の影響を受ける⁶⁾。また異常ホール効果による測定に関しては、磁性結晶粒の結晶配向や GBM を含むグラニューラ構造が導電率やホール効果に及ぼす影響の取り扱いが難しい。これらの懸念を払拭するためには、異方性磁界に対して十分大きい H_{ext} 下でトルク信号を直接計測することが有効である。そこで我々は様々な GBM を有する FePt グラニューラ薄膜について、90 kOe の印加磁界下で垂直トルク曲線を測定し、垂直磁気異方性エネルギーを導出して材料評価を行ったので報告する。

2. 実験方法

試料は HD 量産機とほぼ同型であるキャノンアネルバ社製 C3010 P7-UHV (7 チャンネル構成、片面成膜) インラインスパッタ装置で作製した。試料の層構成は磁性層 (Ar ガス圧 8.0 Pa、膜厚 5 nm) / MgO (4.0 Pa、5 nm) / アモルファス Co-40at%W (0.6 Pa、80 nm) / 基板とした。基板には厚さ 0.8 mm の 2.5 インチ耐熱ガラスディスクを用いた。MgO 層は RF マグネトロンスパッタリング法、磁性層およびアモルファス層は DC マグネトロンスパッタリング法を用いて成膜した。磁性層の成膜には FePt-30vol.%GBM の焼結ターゲットを用い、成膜時の基板温度を 550 °C とした。非磁性 GBM には B₂O₃, MoO₃, SnO, GeO₂, WO₃, Nb₂O₅, SiO₂, TiO₂, MnO, Y₂O₃, ZrO₂, MgO, BN, C を選定した。これらの粒界材の融点を Table 1 に示した。垂直トルク曲線はトルク磁力計 (Quantum Design 社製 PPMS-TORQUE オプション) を使用して測定した。Fig. 3 にトルク磁力計の概略図を示す。回転子を用いて、一定印加磁界下で磁気トルク ($\mathbf{l} = \mathbf{m} \times \mathbf{H}_{\text{ext}}$, \mathbf{m} : 磁気モーメント) の角度依存性を測定した。トルク信号は Torque lever chip によりピエゾ抵抗の変化として検出される。飽和

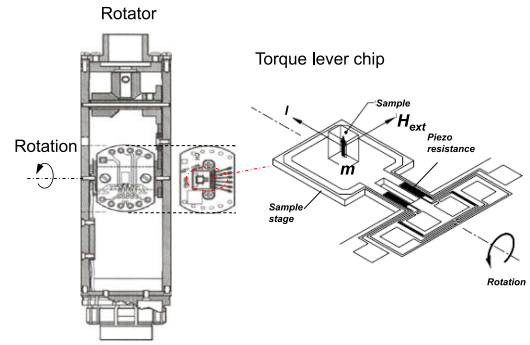


Fig. 3 Schematic diagram of torque magnetometer system. (Copyright 2020 Quantum Design, Inc).

トルク曲線の $n\theta$ 成分 (L_{n0}^{sat}) はトルク曲線をフーリエ変換することで得た。なお、 \mathbf{m} と \mathbf{H}_{ext} の試料法線からの角度をそれぞれ θ と φ と定義した。また $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ は、次の式で算出した。

$$K_{u\perp}^{\text{exp}} = -L_{20}^{\text{sat}} + 2\pi M_s^2 \quad (1)$$

ここで、 M_s はグラニューラ薄膜の体積平均をとった飽和磁化である。磁化曲線は最大印加磁界 70 kOeのもと、超伝導量子干渉検出素子を有する振動試料型磁力計で測定した (Quantum Design 社製 MPMS3)。結晶構造は Cu K α 線 (波長: 1.542 Å) による Out-of-plane および In-plane X 線回折 (XRD) を用いて解析した。FePt 結晶粒の規則度は他の層からの回折線との重畳を避けるため、In-plane XRD プロファイルから導出した。この手法で導出される規則度を S_{in} とすると S_{in} は

$$S_{\text{in}} = \sqrt{\frac{(I_{110}/I_{220})_{\text{measured}}}{(I_{110}/I_{220})_{\text{sin} = 1}}} \quad (2)$$

である⁷⁾。ここで、 I_{hkl} は c 軸配向 FePt 結晶粒の (hkl) 面からの回折線の積分強度である。なお、 I_{220} は基礎線、 I_{110} は規則線である。

3. 実験結果

3-1. 高磁界下での垂直トルク計測法

Fig. 4 は、一例として FePt-C グラニューラ薄膜に対して種々の H_{ext} 下で検出されたトルク信号を示す。黒塗りと赤抜きの記号は、それぞれ H_{ext} を正方向と逆方向に回転させた場合の信号を表す。いずれの波形においても一軸磁気異方性の2回対称性は観察されなかった。一方 $H_{\text{ext}} = 0$ kOe では、磁界印加していないにもかかわらず信号は θ 成分の正弦波を示している。これは試料や Torque

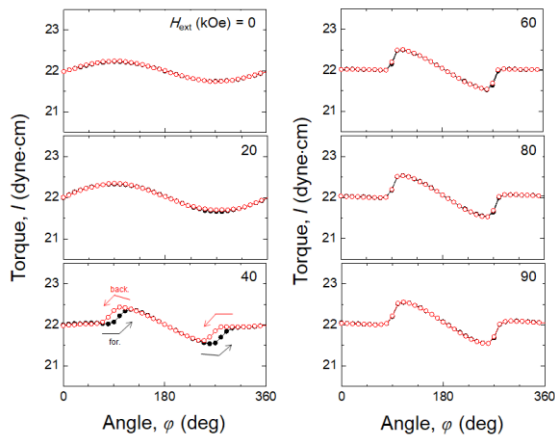


Fig. 4 Raw torque signals from a torque lever chip under various H_{ext} for a FePt-C granular film. The solid black and open red symbols represent the forward and backward rotation of H_{ext} , respectively.

lever chip の重量に起因したトルク成分であり、この成分が重畳したことで2回対称性が失われたと考えられる。Fig. 5 には、Fig. 4 の信号に対してバックグラウンド補正をしたトルク曲線を示す。ここでバックグラウンド補正とは0 kOe のトルク信号を差し引く操作を意味する。 $H_{\text{ext}} = 20$ kOe では、回転ヒステリシス損失のない正弦曲線を得た。一方で $H_{\text{ext}} = 40$ kOe では、正回転と逆回転とで波形が重ならず、回転ヒステリシス損失が観測された。 $H_{\text{ext}} \geq 60$ kOe では、回転ヒステリシス損失が完全になくなり、トルク曲線の振幅が飽和した。これらの結果は、 $H_{\text{ext}} \geq 60$ kOe ではトルク曲線が不連続となる磁化方向のスイッチングが計測中には生じないことを示している。以降では、回転ヒステリシス損失のない印加磁界下で異方性を解析するため、 $H_{\text{ext}} = 90$ kOe でトルク測定を行った。

3-2. FePt グラニューラ薄膜の磁気特性

Fig. 6 に GBM を (a) B_2O_3 、(b) SnO 、(c) TiO_2 、C とした FePt グラニューラ薄膜の磁化曲線を示す。いずれのグラニューラ薄膜でも FePt 相の体積割合を 70 vol.% としたにもかかわらず、 M_s は試料間で大きく異なった。Fig. 7 には M_s の粒界材融点依存性を示す。粒界材融点を 450 から 3500 °C に上昇させると、 M_s は 795 から 497 emu/cm^3 へと単調に減少した。これは GBM の融点が低いほど、スパッタ成膜中における FePt 結晶粒と GBM との 2 相析出の際の分離度が高いためと考えられ、現行

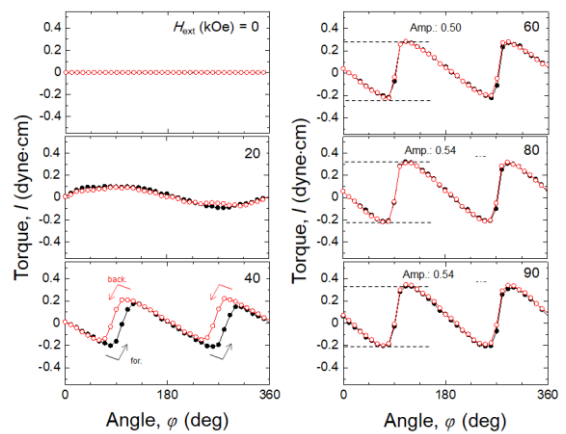


Fig. 5 Torque curves with background correction under various H_{ext} for the same sample as in Figure 3. For the correction, the raw torque signal at 0 kOe was subtracted from each the raw torque signals.

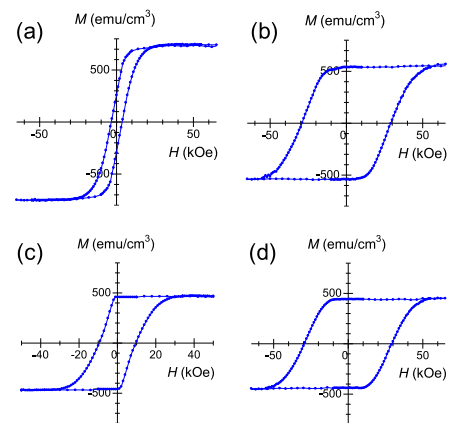


Fig. 6 Typical M-H loops for L10 type FePt granular films with GBMs of (a) B_2O_3 , (b) SnO , (c) TiO_2 , and (d) C.

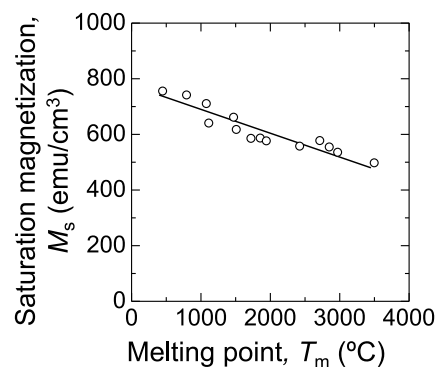


Fig. 7 M_s for FePt granular films as a function of the T_m of the GBMs.

HD材料であるCoPt基グラニューラ薄膜材料の傾向と同様である。Fig. 8 には、一例としてGBMを (a) B_2O_3 、(b) SnO および (c) C とした FePt グラニューラ薄膜のトルク曲線を磁化の角度 θ に対して⁸⁾ 示す。いずれのグラニューラ薄膜でも FePt 相の体積割

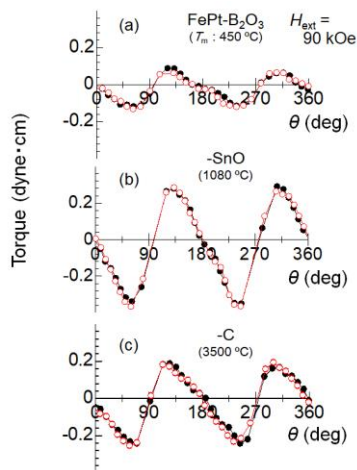


Fig. 8 Typical torque curves for 5 nm thick FePt granular films with (a) B₂O₃, (b) SnO, and (c) C GBMs.

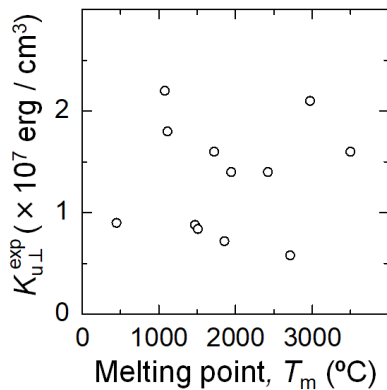


Fig. 9 $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ for FePt granular films as a function of T_m for the various GBMs.

合は 70 vol.% であるにもかかわらず、トルク曲線の振幅は試料間で著しく異なる。Fig. 9 は、FePt グラニューラ薄膜の $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ と粒界材融点との関係を示した。粒界材によって $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ は 5.8×10^6 から 2.2×10^7 erg/cm³ と様々な値を取ったが、 $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ と粒界材融点との間には明瞭な相関は認められなかった。

3-3. 構造と磁気特性との相関

Fig. 10 には様々な GBM 種のグラニューラ薄膜の $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ を (a) GD および (b) S_m に対して示した。 $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ は GD や S_m と概ね正の相関を示すことがみてとれる。これらの結果から FePt グラニューラ薄膜の $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ の向上は、FePt 相と粒界相との二相析出の際の分離よりも、FePt 結晶粒の L₁₀ 構造への規則化の進行が主要因となっているといえる。

4. まとめ

本研究では、様々な粒界材を有する L₁₀ 型 FePt

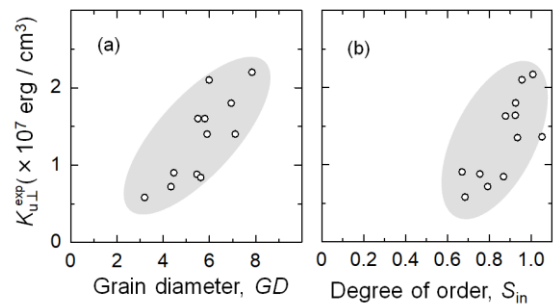


Fig. 10 $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ as a function of (a) GD and (b) S_m for 5-nm thick L₁₀ typed FePt granular films.

グラニューラ薄膜について、磁気特性の評価を行った。その結果、 M_s は GBM の融点を 450 から 3500 °C に高温化すると、795 から 497 emu/cm³ へと減少し T_m と線形の相関がみられた。一方 $K_{u\perp}^{\text{exp}}$ は、GBM 種により 5.6×10^6 から 2.2×10^7 erg/cm³ までの様々な値を示したが、 T_m とは明瞭な相関は認められず、むしろ FePt 結晶粒の GD ならびに S_m と正の相関が認められた。以上の結果から、FePt グラニューラ薄膜の垂直磁気異方性は FePt 相と粒界相との二相析出の際の分離度合いよりも、FePt 結晶粒の L₁₀ 構造への規則化の度合いの方が支配的因子であることがわかった。

謝辞 本研究は東北大学スピントロニクス国際共同大学院プログラム (GP-Spin) の支援、ならびに Advance storage research consortium (ASRC) の助成を受けて行われた。磁気特性は、文部科学省先端研究基盤共用促進事業の支援を受けて設立された、東北大学大学院工学研究科—日本カンタム・デザイン電子物性計測室にて評価された。

参考文献

- [1] R. Kushibiki et al., *IEEE Trans. Magn.*, **53**, 3200404 (2017). [2] K. K. Tham et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **55**, 07MC06 (2016). [3] D. Weller et al., *Phys. Status Solidi A*, **210**, 1245 (2013). [4] L. Zhang et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **322**, 2658 (2010). [5] T. Ono et al., *Appl. Phys. Lett.*, **110**, 022402, (2017). [6] S. Saito et al., *J. Magn. Soc. Jpn.*, **26**, 215 (2002). [7] T. Saito et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **59**, 045501 (2020). [8] F. Ono, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 2428 (1987).