

# 「スーパーセンダスト」系薄膜の軟磁気特性に及ぼす

## SiO<sub>2</sub>の添加効果

日大生産工(院) 王 鋒  
日大生産工 新妻 清純・移川 欣男

### 1.はじめに

2007年10月,日立製作所と日立グローバルストレージテクノロジーズはHDDの記録密度を現行製品の5倍に当たる1Tビット/平方インチ級に高める磁気ヘッドの基本技術を開発したと発表した<sup>1)</sup>。このことから3.5インチディスク1枚でも1Tバイトを超える大容量HDDの実現が可能と考えられている。それ以来,磁性材料を応用したデジタル家電向けHDDなどのストレージデバイスは安価で大容量化、小型化などのニーズに応えるため,垂直記録方式における高密度記録,高速応答性を有する材料の開発競争は盛んになっている。特に,書き込み用薄膜ヘッド用材料においては,高飽和磁束密度,低磁歪,低保磁力,高電気抵抗率であり,高周波帯域での損失などが少なく,高い実効透磁率を有することが求められている。

6.0wt%Si-4.0wt%Al-3.2wt%Ni-bal.Feの組成を有する「スーパーセンダスト(I)[SS(I)]系合金は飽和磁束密度  $B_s=1.6T$ ,保磁力  $H_c=1.6A/m$ ,最大透磁率  $\mu_m=42000$ ,初透磁率  $\mu_i=4100$ ,飽和磁歪  $s=0$  と優れた軟磁気特性<sup>2)</sup>を有しているため,書き込みヘッドに適した磁性材料であると言える。金属磁性粒子と非磁性絶縁体からなるナノグラニューラ構造の磁性薄膜は,粒径がナノスケールの金属磁性粒子と,それを取り囲む非磁性絶縁体

の粒界からなる構造を有するため,高周波における軟磁気特性,トンネル型磁気抵抗効果(TMR)などを有することが報告されている<sup>3)</sup>。

そこで,本研究では,RFマグネトロンスパッタリング法を用いて,アルゴンガス雰囲気中で, SiO<sub>2</sub>を添加することによりナノグラニューラ構造を有するSS(I)系薄膜の作製を試み,SS(I)系薄膜の軟磁気特性に及ぼす結晶構造等の影響について検討した。

### 2.実験方法

SiO<sub>2</sub>を含有するSS(I)系薄膜の作製にはRFマグネトロンスパッタ装置を用いた。装置の概略をFig.1に示す。

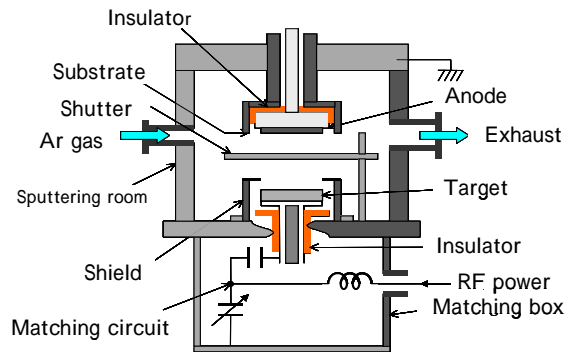


Fig.1 Schematic diagram of RF magnetron sputtering apparatus .

真空チャンバー内にターゲットである陰極とそれに対向するように基板ホルダの陽極が設置され,高周波プラズマ放電とターゲット下部に設置された磁石の磁場によって,高いプラズマ状態が形成され,基板上に効率良く薄膜が堆積するようになっている<sup>4)5)</sup>。

SS(1)系合金薄膜試料を作製する際には 6.7wt%Si-4.5wt%Al-3.2wt%Ni-bal.Fe の組成を有する合金ターゲットを用いた。薄膜に SiO<sub>2</sub> を添加するため、SiO<sub>2</sub> チップをターゲット上で中心より 25mm の円周上に等間隔に配置させた<sup>6)</sup>。その後、チャンバー内を 4.0×10<sup>-4</sup>Pa 以下まで高真空排気し、純 Ar ガスを用いてチャンバー内の圧力を 4.0Pa とし、投入電力が 400W の下で放電させた。SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比を 0~8% と変化させ、膜厚を 1 μm となるように成膜した。

なお、基板には磁気特性ならびに結晶構造解析にはソーダライムガラス基板を、組成、状態分析には無酸素銅基板をそれぞれ使い、基板加熱は行わなかった。作製した SS(1)系薄膜試料の飽和磁化 Ms ならびに保磁力 Hc の測定には振動試料型磁力計 (VSM)、結晶磁気異方性の測定にはバランシングコイル型トルク計、比実効透磁率 μ<sub>r</sub> の測定にはフェライトヨーク法、組成分析ならびに状態分析には電子線マイクロアナライザ (EPMA)、結晶構造解析には Cu-K を線源とする X 線回折装置 (XRD)、表面観察には原子間力顕微鏡 (AFM)、電気抵抗率の測定には Van der Pauw 法、膜厚の測定には繰り返し反射干渉計、重量測定にはマイクロ天秤をそれぞれ用いた。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 EPMA による SS(1)系薄膜の状態分析

##### 3.1.1 Si-K 線における状態分析

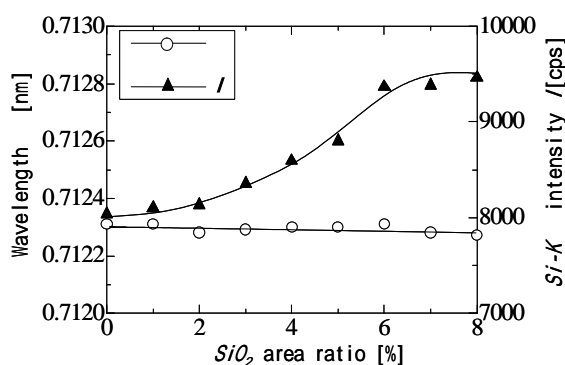


Fig.2 Si-K band spectra wavelength and peak intensities for SS(1) system thin films on area ratio of SiO<sub>2</sub> chip for target.

種々の SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比で作製された SS(1)系薄膜の Si-K 線における状態分析を施し、そこから得られた Si-K バンドスペクトル強度およびピーク波長を Fig.3 に示す。

図より、Si-K バンドスペクトル強度 I は SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 0% の時、最小値 8040cps を示し、SiO<sub>2</sub> チップの面積比の増加に伴い、増加する傾向が認められ、SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 8% の時、最大値 9460cps を示した。

または、ピーク波長は 0.7123nm とほぼ一定の値を示し、Si の標準ピーク波長 0.7126nm<sup>7)</sup> よりわずかに小さいことが認められた。

##### 3.1.2 O-K 線における状態分析

種々の SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比で作製された SS(1)系薄膜の O-K 線における状態分析を施し、そこから得られた O-K バンドスペクトル強度およびピーク波長を Fig.3 に示す。

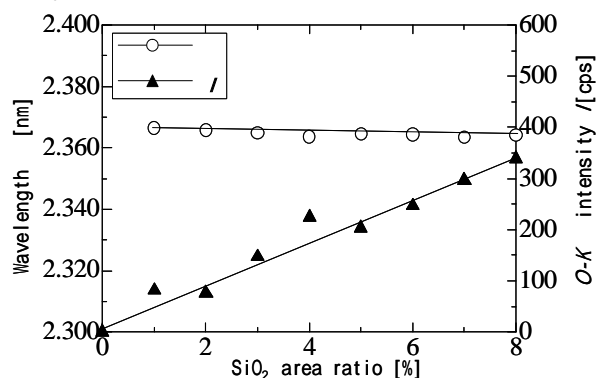


Fig.3 O-K band spectra wavelength and peak intensities for SS(1) system thin films on area ratio of SiO<sub>2</sub> chip for target.

図より、O-K バンドスペクトル強度 I は SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 0% のとき、最小値 0 を示し、SiO<sub>2</sub> チップの面積比の増加と共に、増加する傾向が認められた。SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 8% のとき、最大値 340cps を示した。

または、ピーク波長は SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 0% のとき以外、2.365nm とほぼ一定の値を示し、O の標準ピーク波長 2.362nm よりわずかに大きいことが認められた。

#### 3.2 VSM による磁気特性

種々々の SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比

で作製された SS(1)系薄膜の VSM による磁気特性を Fig.4 に示す。

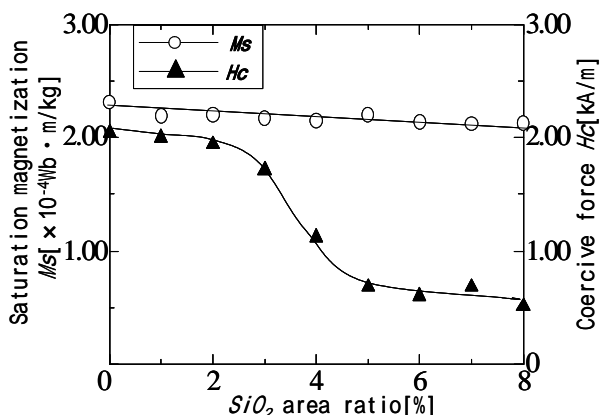


Fig.4 Dependence of saturation magnetization  $M_s$  and coercive force  $H_c$  on area ratio of  $SiO_2$  chip for target.

図より，飽和磁化  $M_s$  は  $SiO_2$  チップの面積比が 0% の時，最大値  $2.31 \times 10^{-4} \text{Wb} \cdot \text{m}/\text{kg}$  を示し， $SiO_2$  チップの面積比の増加につれ，わずかに減少する傾向が認められ， $SiO_2$  チップの面積比が 7% の時，最小値  $2.12 \times 10^{-4} \text{Wb} \cdot \text{m}/\text{kg}$  を示した。

保磁力  $H_c$  は  $SiO_2$  チップの面積比が 0% の時，最大値  $2.04 \text{kA}/\text{m}$  を示し，2% 以上から  $SiO_2$  チップ面積比の増加に伴い，顕著に減少する傾向が認められた。 $SiO_2$  の面積比が 8% の時の保磁力  $H_c$  は  $0.51 \text{kA}/\text{m}$  であり，最小値となった。

### 3.3 X線回折図形による結晶構造解析

種々の  $SiO_2$  チップとターゲットの面積比で作製された SS(1)系薄膜の X 線回折図形を Fig.5 に示す。

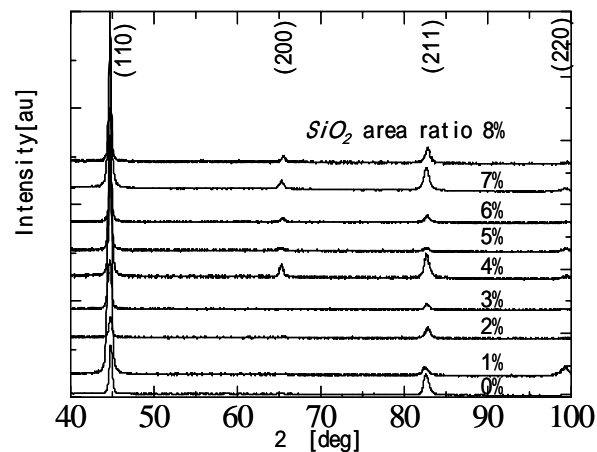


Fig.5 X-ray diffraction patterns of SS(1) system thin films.

図より， $SiO_2$  の面積比が 0 ~ 8% においては， $2\theta = 44.86^\circ$  付近に (110)， $2\theta = 65.55^\circ$  付近に (200)， $2\theta = 82.86^\circ$  付近に (211)， $2\theta = 99.62^\circ$  付近に (220) からの回折線が認められ，ターゲットと同じ体心立方晶であることが明らかとなった。また，格子定数  $a$  は約  $0.2859 \text{nm}$  であった。

### 3.4 比実効透磁率 $\mu_r$ ならびに垂直磁気異方性値 $K$ の $SiO_2$ チップの面積比依存性

種々の  $SiO_2$  チップとターゲットの面積比で作製された SS(1)系薄膜について，容易軸で周波数  $f=10 \text{MHz}$  における比実効透磁率  $\mu_r$  ならびに垂直磁気異方性値  $K$  の  $SiO_2$  の面積比依存性を Fig.6 に示す。

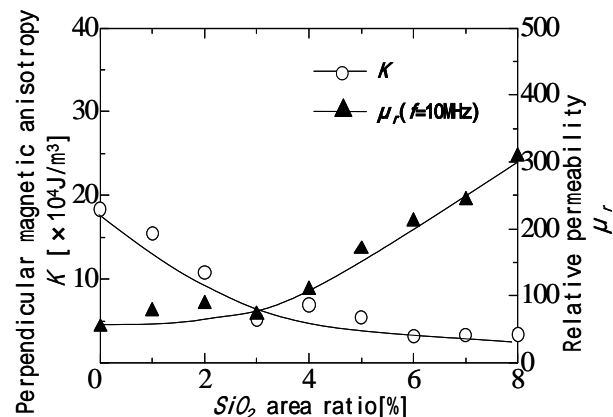


Fig.6 Dependence of relative permeability  $\mu_r$  and perpendicular magnetic anisotropy  $K$  on area ratio of  $SiO_2$  chip for target.

図より，比実効透磁率  $\mu_r$  は  $SiO_2$  チップの面積比が 0% の時，最小値 54 を示し，8% の時，最大値 308 を示した。また，比実効透磁率  $\mu_r$  は 3% 以上から顕著に増加していることが明らかとなった。

垂直磁気異方性値  $K$  は， $SiO_2$  チップの面積比が 0% の時，最大値  $18.38 \times 10^4 \text{J}/\text{m}^3$  を示し， $SiO_2$  の面積比が 6% の時，最小値  $3.18 \times 10^4 \text{J}/\text{m}^3$  を示した。また， $SiO_2$  チップ面積比の増加と共に，垂直磁気異方性値  $K$  は減少する傾向を示したが，6 ~ 8% においてはほぼ一定と示し，保磁力との相関が認められた。

### 3.5 電気抵抗率 の SiO<sub>2</sub> チップの面積比依存性

種々の SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比で作製された SS(1)系薄膜の電気抵抗率 の SiO<sub>2</sub> チップの面積比依存性を Fig.7 に示す。

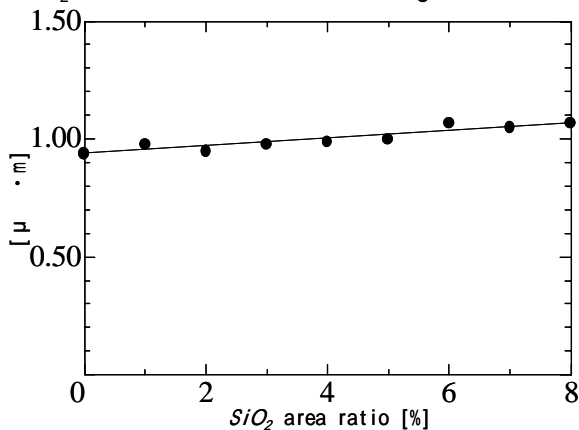


Fig.7 Dependence of electrical resistivity for SS(1) system thin films on area ratio of SiO<sub>2</sub> chip for target.

図より、電気抵抗率 は SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 0% の時、最小値 = 0.94 μ · m を示し、SiO<sub>2</sub> チップの面積比が 6% の時、最大値 = 1.07 μ · m を示し、SiO<sub>2</sub> チップの面積比の増加につれ、増加する傾向が認められた。

以上の実験結果を総括すると、面積比 8% まで SiO<sub>2</sub> チップを添加することによって、飽和磁化 Ms は約 8% 若干低下したが、保磁力 Hc は約 75% 低減できた。それに対して垂直磁気異方性値 K は Hc とほぼ比例して約 80% 低減し、さらに比実効透磁率  $\mu_r$  は約 80% 向上し、K ならびに Hc とほぼ反比例することが認められた。また、電気抵抗率 は約 10% 増大した。

#### 4. まとめ

RF マグネトロンスパッタリング法により、Ar ガス雰囲気中で SiO<sub>2</sub> チップとターゲットの面積比を 0 ~ 8% と変化させ、作製した SS(1)系薄膜の軟磁気特性に及ぼす結晶構造等の影響について検討した。本実験の結果をまとめると次の通りである。

- 1) 状態分析においては、SiO<sub>2</sub> チップの面積比の増加に伴って、Si-K および O-K バンドスペクトル強度 I は共に増加する傾向を示

した。また、それぞれのピーク波長は標準ピーク波長よりわずかに変位したことから SiO<sub>2</sub> としての添加が確認できた。

- 2) X 線回折結果から SS(1)系薄膜の結晶構造は体心立方晶であることが確認できた。

格子定数 a は約 0.2859nm であった。

- 3) SiO<sub>2</sub> の面積比の増加に伴い、電気抵抗率は増加し、面積比 8% の時、最大値 1.07 μ · m を示した。

- 4) SiO<sub>2</sub> の面積比が 8% の時、飽和磁化 Ms は  $2.13 \times 10^{-4} \text{ Wb} \cdot \text{m}/\text{kg}$ 、保磁力 Hc は最小値 0.51kA/m、垂直磁気異方性値 K は  $3.42 \times 10^4 \text{ J}/\text{m}^3$ 、比実効透磁率  $\mu_r$  は、最大値  $\mu_r=308$  を示し、最良の軟磁気特性となった。以上のことから、「スーパーセンダスト」系薄膜の軟磁気特性に及ぼす約 8% の SiO<sub>2</sub> の添加効果が確認された。

#### 参考文献

- 1) 井原敏宏：「日立、超高密度を実現する HDD 磁気ヘッドの新方式を開発・従来比 2.5 ~ 5 倍の 500G ~ 1T ビット/平方インチを実現可能に」(日経パソコンニュース 2007 年 10 月 15 日)
- 2) 山本達治，移川欣男；日本金属学会誌，VOL.40，NO.10，975(1975)
- 3) 田中陽一郎，彦坂和志，市原勝太郎；日本応用磁気学会会誌，VOL.22，NO.10，(1998)
- 4) 金原稔：「スパッタリング現象」東京大学出版(1984)
- 5) 近藤 剛，新妻清純，移川欣男：「ナノ結晶を有する Fe-Si-Al-Ni 系薄膜の軟磁気特性」電気学会誌，120(2000)，174-179
- 6) 有村唯史，新妻清純，移川欣男：「RF 方式による Fe-Si-Al-Ni 系薄膜の微細化と軟磁気特性に関する研究」(平成 13 年度修士論文)
- 7) 副島啓義：「電子線マイクロアナリシス」日刊工業新聞社(1987)