

「スーパーセンダスト」系薄膜の軟磁気特性に及ぼす Cr 添加の影響

日大生産工（院）

○山口 淳矢

日大生産工

新妻 清純・移川 欣男

1.はじめに

近年、磁性材料を応用した HDD などのストレージデバイスは大容量化が進んでおり、垂直磁化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が望まれている。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、低保磁力、低磁歪、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。

6.0mass%Si-4.0mass%Al-3.2mass%Ni-bal.Fe の組成を有するスーパーセンダスト(Ⅰ)[SS(Ⅰ)]合金は優れた軟磁気特性を有しているため¹⁾、書き込みヘッドに適した磁性材料であると言える。一方、金属磁性粒子と非磁性体からなるナノグラニューラ構造を有する磁性薄膜は、結晶粒径がナノスケールの SS(Ⅰ)の金属磁性粒子と、それを取り囲む Cr 系の非磁性体の粒界からなる構造を有しているため、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期待されている²⁾。

そこで、本研究では、RF マグネトロンスputタリング法を用いて、純 Ar ガス雰囲気中で、Cr 元素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諸物性等の影響について検討を行った。

2.実験方法

Cr 元素を含有する SS(Ⅰ)系薄膜の作製には

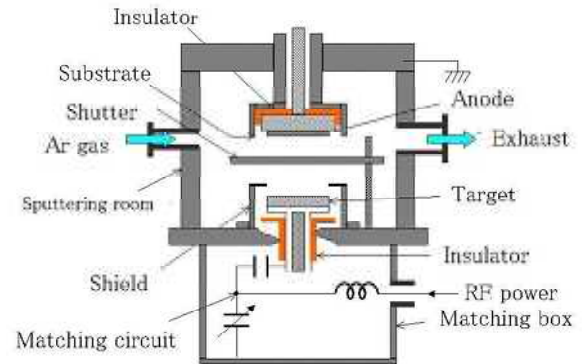


Fig.1 Schematic diagram of RF magnetron sputtering apparatus

RF マグネトロンスputタリング装置を用いた。装置の概略図を Fig.1 に示す。

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、ターゲット下部に設置された磁石により高密度の閉じ込められた高周波プラズマを発生させ、基板上に SS(Ⅰ)及び Cr の微粒子が堆積し、薄膜をする³⁾⁴⁾。

SS(Ⅰ)系薄膜を作製する際には 8.0mass%Si-6.0mass%Al-3.2mass%Ni-bal.Fe の組成を有する合金ターゲットを用いた。薄膜に Cr を添加するために、Cr チップをターゲット上に配置した。その後、チャンバー内を 4.0×10^{-4} Pa まで真空排気し、純 Ar ガスを用いてチャンバー内の圧力を 4.0Pa とし、投入電力を 400W として、放電させた。Cr チップとターゲットの面積比を 0%, 0.5%, 1.0%,

Influence of Cr element on Soft Magnetic Properties
of Super Sendust (Ⅰ) system thin films

Junya YAMAGUCHI, Kiyozumi NIIZUMA and Yoshio UTSUSHIKAWA

1.5%, 2.0%, 4.0%, 及び 6.0% と変化させ、膜厚を 1000nm とするように成膜した。

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、組成ならびに定量分析には無酸素銅基板をそれぞれ用い、基板加熱は行わなかった。作製した SS(I) 系薄膜の飽和磁化 M_s ならびに保磁力 H_c の測定には振動試料型磁力計 (VSM)、比実効透磁率 μ_r の測定にはインピーダンスアナライザによるフェライトヨーク法、組成分析ならびに定量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 α を線源とする X 線回折装置 (XRD)、表面形状観察には原子間力顕微鏡 (AFM)、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. 実験結果及び考察

3.1 EPMA による組成の定量分析

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ、作製した SS(I) 系薄膜の EPMA による組成の定量分析の結果を Table.1 に示す。

Table.1 Chemical composition of SS(I) system thin films on area ratio of Cr chip for target.

Cr area ratio%	Chemical composition [mass%]				
	Fe	Si	Al	Ni	Cr
0	82.03	8.41	6.15	3.45	0
0.5	81.15	8.21	6.13	3.67	0.83
1.0	79.48	8.71	6.15	4.20	1.46
1.5	79.14	8.47	6.59	3.46	2.33
2.0	79.90	7.61	5.84	3.63	3.02
4.0	77.72	6.44	5.63	3.38	6.84
6.0	73.64	7.89	6.05	3.29	9.13

Table.1 より、全体的に Fe, Si, Al, Ni 元素は、ほぼ Si は 7.96%, Al は 6.08%, Ni は 3.58% であり、Cr の面積比の増加に伴い、SS(I) 量が減少する傾向が認められた。

3.2 XRD による結晶構造解析

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ、

作製した SS(I) 系薄膜の X 線回折図形を Fig.2 に示す。

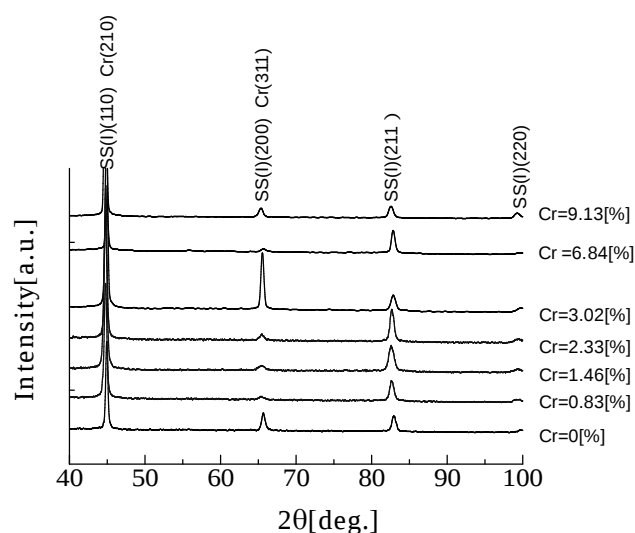


Fig.2 X-ray diffraction patterns of SS(I) system thin films.

Fig.2 より、 $2\theta = 44.86^\circ$ に SS(I) (110) 及び Cr (210), $2\theta = 65.55^\circ$ に SS(I) (200) 及び Cr (311), $2\theta = 82.26^\circ$ に SS(I) (211), $2\theta = 99.62^\circ$ 付近に SS(I) (220) からの回折線が認められ、SS(I) 系薄膜と同じ体心立方晶であることが明らかとなった。

また、Cr の回折線が出たことにより Cr 元素の添加が確認されたが、Cr 含有率の増加における顕著な変化は認められなかった。

3.3 VSM による磁気特性の Cr 含有率依存性

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ、作製した SS(I) 系薄膜の VSM による磁気特性を Fig.3 に示す。

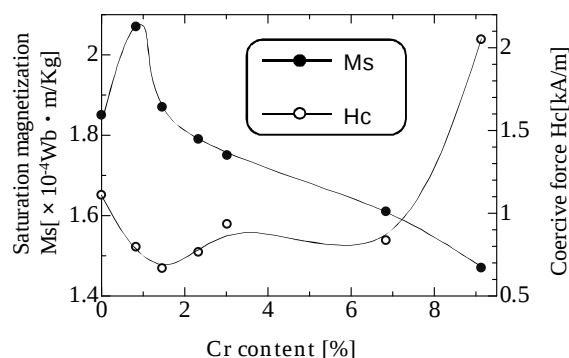


Fig.3 Dependence of M_s and H_c on Cr content element of SS(I) system thin films.

Fig.3 より,飽和磁化値 M_s はCr 含有率が 0.83%において,最大値 $M_s=2.07 \times 10^{-4} \text{Wb} \cdot \text{m/kg}$ を示し,Cr 含有率が 9.13%において,最小値 $M_s=1.47 \times 10^{-4} \text{Wb} \cdot \text{m/kg}$ を示した。Cr の含有率の増加に伴い,Cr 含有率が 0.83%を境に減少傾向があることが認められた。

また,保磁力 H_c はCr 含有率が 1.46%において,最小値 $H_c=0.68 \text{kA/m}$ を示し,Cr 含有率が 9.13%において,最大値 $H_c=2.05 \text{kA/m}$ を示した。Cr 含有率の増加に伴い,減少傾向が認められたが,Cr 含有率 6.84%から Cr 含有率 9.13%においては急激に増加することが明らかになった。飽和磁化値 M_s 及び保磁力 H_c はCr 含有率 0.83%及び 1.46%が,直流軟磁気特性において良好であることが認められた。

3.4 比実効透磁率のCr 含有率依存性

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ,作製した SS(I)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 μ_r のCr 含有率依存性を Fig.4 に示す。

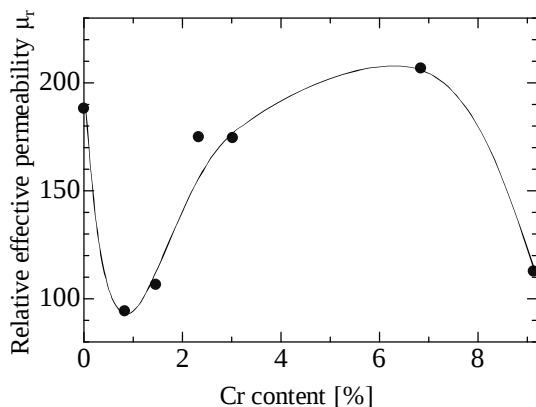


Fig.4 Dependence of μ_r on Cr content element of SS(I) system thin films.

Fig.4 より,Cr 含有率 6.84%において,最大値 $\mu_r=206$ を示し,Cr 含有率 0.83%において,最小値 $\mu_r=94$ を示した。Cr 含有率の増加に伴い,比実効透磁率はCr 含有率 0.83%まで減少し,その後,増加傾向が認められるが,Cr 含有率 6.8%付近で最大となる傾向があることが明らかになった。また, $\mu_r \cdot 1/H_c$ が満たされていないので,今後の検討課題である。

3.5 AFM による表面形状観察

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ,作製した SS(I)系薄膜の AFM による表面形状観察を Fig.5 に示す。

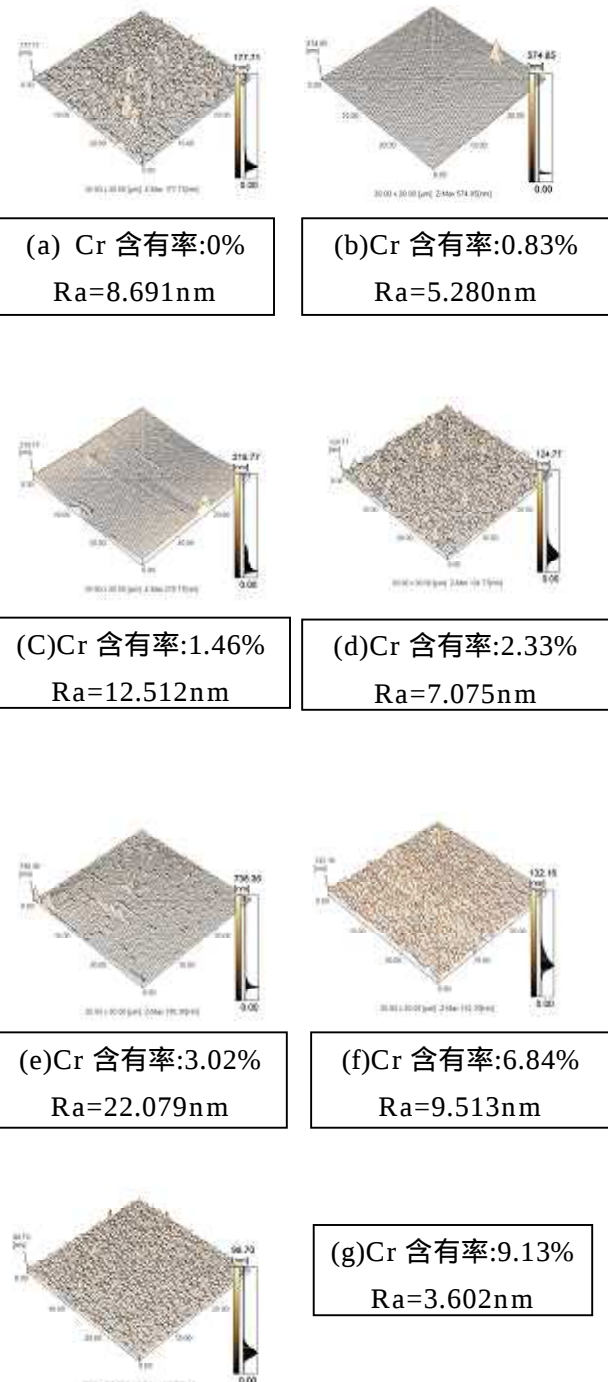


Fig.5 AFM image for SS(I) system thin films.

Fig.5 より,Cr 含有率の増加に伴う顕著な変化は認められなかった。

3.6 平均面粗さ Ra ならびに X 線の結晶粒径 t 値の Cr 含有率依存性

Cr チップとターゲットの面積比を変化させ、作製した SS(I) 系薄膜の平均面粗さ Ra ならびに X 線の結晶粒径 t 値の Cr 含有率依存性を Fig. 6 に示す。

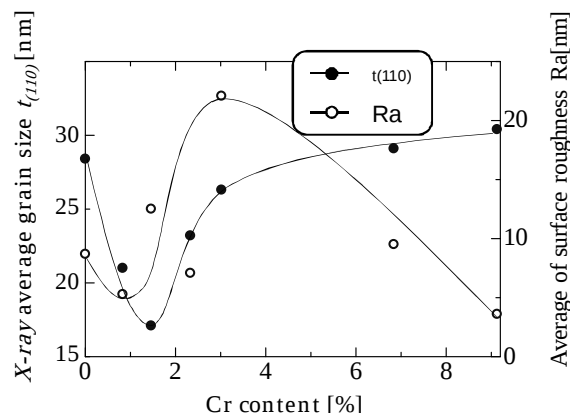


Fig. 6 Dependence of Ra and $t_{(110)}$ on Cr content element of SS(I) system thin films.

Fig. 6 より、膜厚の表面粗さは Cr 含有率 3.02% において、最大値 $Ra=22.079\text{nm}$ を示し、Cr 含有率 9.13% において最小値 $Ra=3.602\text{nm}$ を示した。また、結晶粒径 t 値は Cr 含有率 9.13% において、最大値 $t=30.4\text{nm}$ を示し、Cr 含有率 1.46% において、最小値 $t=17.1\text{nm}$ を示した。Cr 含有率 0% と Cr 含有率 1.46% を比較すると微細化されたことが明らかになった。

4. まとめ

RF マグネトロンスパッタリング法により、純 Ar ガス雰囲気中で Cr チップとターゲットの面積比を 0%, 0.5%, 1.0%, 1.5%, 2.0%, 4.0% 及び 6.0% と変化させ、作製した SS(I) 系薄膜の軟磁気特性に及ぼす諸物性の影響について検討を行った。本実験の結果をまとめると次の通りである。

- (1) 作製した SS(I) 系薄膜は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、Cr の回折線が現れたことにより Cr 元素の添加が確認された。SS(I) 量と Cr 元素とは相関があり、Cr 元素が増加すると SS(I) 量が減少する傾向が認められた。

- (2) 飽和磁化値 M_s は Cr 含有率が 0.83% において、最大値 $M_s=2.07 \times 10^{-4}\text{Wb} \cdot \text{m/kg}$ を示し、保磁力 H_c は Cr 含有率が 1.46% において、最小値 $H_c=0.68\text{kA/m}$ を示した。飽和磁化値 M_s 及び保磁力 H_c は Cr 含有率 0.83% 及び 1.46% が、直流軟磁気特性において良好であると言える。

- (3) 比実効透磁率 μ_r は Cr 含有率 6.84% の時に最大値 $\mu_r=206$ を示した。また、 μ_r / H_c が満たされていないので、今後の検討課題である。

- (4) 結晶粒径 t 値は Cr 含有率 1.46% において、最小値 $t=17.1\text{nm}$ を示した。Cr 含有率 0% と Cr 含有率 1.46% を比較すると微細化されたことが明らかになった。

- (5) 直流軟磁気特性 M_s 及び H_c と交流軟磁気特性の相関性について、交流損失の観点から検討が必要である。

参考文献

- (1) 山本達治, 移川欣男: 日本金属学会誌, VOL. 40, NO. 10, 975 (1975)
- (2) 田中陽一郎, 彦坂和志, 市原勝太郎: 日本応用磁気学会誌, VOL. 22, NO. 10 (1998)
- (3) 金原稔: 「スッパタリング現象」 東京大学出版 (1984)
- (4) 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
- (5) 王鋒, 新妻清純, 移川欣男: 「 SiO_2 を含有するスーパーセングスト (I) 系薄膜の結晶構造と軟磁気特性」 (平成 19 年度修士論文)