

氏名	つのだ まさきよ 角田 匡清		
授与学位	博士(工学)		
学位授与年月日	平成10年4月8日		
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第2項		
最終学歴	昭和61年3月 東北大学理学部物理学第二学科 卒業		
学位論文題目	Ni-Fe/25 at% Ni-Mn 交換結合膜の構造と磁気特性に関する研究		
論文審査委員	主査	東北大学教授 高橋 研	東北大学教授 荒井 賢一
		東北大学教授 中村 慶久	東北大学教授 宮崎 照宣

論文内容要旨

第1章 序論

近年における、ハードディスク装置の記録密度の上昇率は、年率 60%を示し、2000 年には 10 Gbit/inch² の面記録密度に至ると推定されている。このような超高密度ハードディスク装置においては、記録媒体からの漏れ磁束信号が極めて小さくなるため、高感度の読み出し用ヘッドが必要不可欠となる。スピバルブ GMR 膜は、従来型の異方性磁気抵抗効果を利用した磁気抵抗薄膜に比較して MR 変化率が大きく、次世代の超高密度ハードディスク装置の、高感度再生用ヘッド素子として最も有望視され、その開発が現在急ピッチで進められている。スピバルブ GMR 膜を機能させるために、最も重要な要素の一つは、強磁性層(ピン層)/反強磁性層積層膜における交換磁気異方性であり、非磁性層を挟んだ2枚の強磁性層の磁化の相対角度を変化させるために、ヘッドの動作温度下においても、ピン層の磁化を一方向に安定に固定しておくことが反強磁性層に要求される。このような応用上の技術課題を満足させるために、さまざまな反強磁性材料がこれまでに検討されているが、最も一般的な不規則合金系反強磁性材料を用いた、強磁性層/反強磁性層積層膜においても、その微細組織の制御は十分でなく、未だ、材料本来の特性を議論し得る段階にない。

本研究においては、室温から磁気ヘッド動作温度の範囲において、スピバルブ GMR 膜のピン層磁化の安定固定を、有効に機能させるために必要な反強磁性層の微細構造に関する設計指針を、実験的に明確化することを目的として、Ni-Fe/25 at% Ni-Mn(不規則合金)積層膜を作製し、強磁性層/反強磁性層積層膜の微細構造と、交換磁気異方性との相関について検討を行った。

第2章 実験方法

試料作製には、対向ターゲット式 D.C.スパッタリング法を用い、Si(100)単結晶基板上に Ni-Fe/Ni-Mn/Ni-Fe 三層膜を作製した。作製した薄膜試料の構造解析には、XRD, TEM, AFM を用いた。磁気特性の測定には、VSM, SQUID を用い、各 Ni-Fe 層のヒステリシスループのシフト量および幅から、交換結合磁界, H_{ex} および、保磁力, H_c を測定した。

第3章 交換磁気異方性のモデルと交換結合膜の磁化曲線

実験結果を整理・検討するために、これまでに報告されている、三種類の交換磁気異方性のモデルについて、その特長と欠点を整理したうえで、Single spin model に従って磁化曲線の計算を行い、

積層膜の交換結合磁界と、保磁力の発現メカニズムについての定性的理解を図った。その結果、強磁性層/反強磁性層積層膜の磁化容易軸方向の磁化曲線の形は、反強磁性層の一軸磁気異方性の大きさと界面の交換結合エネルギーの比 ($K_{AF}d_{AF}/J_k$) によって変化することを示した。すなわち、 $K_{AF}d_{AF}/J_k < 1.0$ の場合、反強磁性層の磁気異方性は小さく、界面の結合は強いため、外部磁界 H に対して、強磁性層のスピンの反強磁性層のスピンは、一体となって運動する。その結果、強磁性層の磁化は、反強磁性層の一軸磁気異方性を感じて、磁化曲線に保磁力を示す。一方、 $K_{AF}d_{AF}/J_k > 1.0$ の場合、反強磁性層の磁気異方性は大きく、反強磁性層のスピンは、異方性の方向に固着される。従って、外部磁界 H に対して、強磁性層のスピンは、反強磁性層との界面の結合にエネルギーを蓄えながら磁化反転をする結果、磁化曲線のシフトを生む。

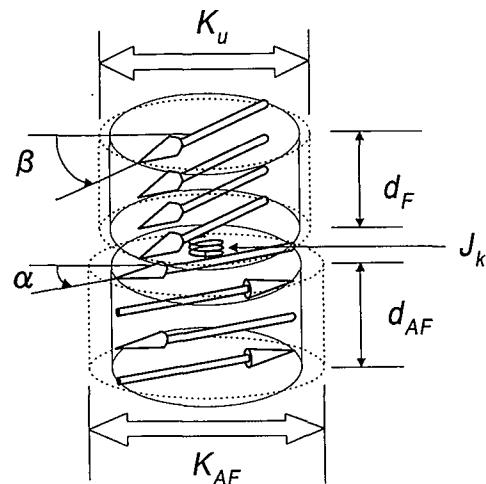


Fig. 1 Single spin model

第4章 種々の膜厚構成で作製した Ni-Fe/Ni-Mn/Ni-Fe 三層膜の構造と交換磁気異方性ならびに保磁力

第4章においては、種々の膜厚構成で、Ni-Fe/ Ni-Mn/ Ni-Fe 三層積層膜を作製し、強磁性層/反強磁性層積層膜の構造と交換磁気異方性との相関を調べた。その結果、交換結合磁界、 H_{ex} および保磁力、 H_c は、強磁性層厚、 d_{Ni-Fe} の増加に対して、 d_{Ni-Fe} に反比例するように単調に減少し、交換磁気異方性の起源が、強磁性/反強磁性界面にあることが確認された。また、Single spin model から導かれる、強磁性層厚に依存しない量、 J_k (一方向異方性定数) および J_c (反強磁性層起源の抗磁エネルギー) を用いて、 H_{ex} および H_c の強磁性層厚、 d_{Ni-Fe} および反強磁性層厚、 d_{AF} に対する依存性を解析した結果、極薄 (< 200 Å) 強磁性層厚領域で、 d_{Ni-Fe} の増加に伴って、 J_k は急激に増大して一定値 (0.06 erg/cm²) に近づく一方で、 J_c は急激に減少することが明らかとなった。このことは、本膜厚範囲において、反強磁性層もしくは、強磁性層/反強磁性層の積層界面の微細構造が変化していることを示している。また、反強磁性層厚の変化に対しては、 $d_{AF} = 50$ Å で 0 であった上層 Ni-Fe 層における J_k は、 d_{AF} の増加にしたがって、 $d_{AF} = 100 \sim 200$ Å 付近で極大値 0.03 erg/cm² を示したが、それ以上の d_{AF} の増加に対しては、反強磁性層の相変化 (γ -Ni-Mn \rightarrow α -Mn + θ -NiMn) に対応して、 J_k は逆に減少し、 $d_{AF} = 1000$ Å で消失した。以上の実験結果を用いて、反強磁性層の磁気異方性エネルギーと、積層界面における交換結合エネルギーとの大きさとの比 ($K_{AF}d_{AF}/J_k$) の観点から、強磁性層/反強磁性層積層膜の成長過程における微細構造の変化と、交換磁気異方

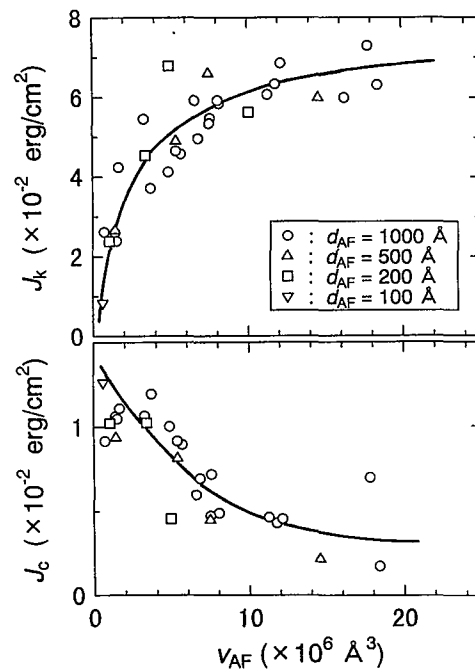


Fig.2 Si/Ni-Fe/Ni-Mn d_{AF} /Ni-Fe 三層膜の下層界面における J_k および J_c の反強磁性粒子体積 V_{AF} 依存性

性および保磁力の変化との相関について詳細に検討した結果、平均的な反強磁性結晶粒子の体積、 v_{AF} の増大に対して、一方向磁気異方性定数、 J_k および反強磁性層起源の抗磁エネルギー、 J_c は、Fig.2に示すように単調に増加および減少して飽和する傾向にあることが明らかとなった。これは、反強磁性結晶粒の体積の増加により、その磁気異方性エネルギー ($K_{AF} v_{AF}$) が、強磁性層との界面における交換結合エネルギー (JA) よりも大きくなるためである。すなわち、強磁性層/反強磁性層積層膜において、交換磁気異方性を有効に導出するためには、大きな体積の反強磁性結晶粒子を成長させることが重要であることが明らかとなった。

第5章 Ni-Fe/Ni-Mn/Ni-Fe 三層膜の交換磁気異方性ならびに保磁力の磁界中冷却による変化

第5章においては、スピンバルブ GMR 膜のピン層磁化の向きの制御、および安定固定を実現するための、反強磁性層の構造に関する設計指針を明確化すべく、強磁性層/反強磁性層積層膜の、交換磁気異方性および保磁力の、磁界中冷却による変化について検討を行った。三層膜の下層 Ni-Fe 層における、一方向異方性定数、 J_k が、磁界印加の方向に依存して、室温からの磁界中冷却により変化したことから、強磁性層/反強磁性層積層界面における、局所的な交換結合のブロッキング温度は、広く室温以下まで分布しており、反強磁性結晶粒子が、それぞれ異なるブロッキング温度を有していることが明らかとなった。三層膜の微細構造の観点から、局所交換結合におけるブロッキング温度の分布の原因について議論を行った結果、反強磁性結晶粒子の体積が減少すると、磁気異方性エネルギー ($K_{AF} v_{AF}$) が減少し、熱擾乱によって、結晶粒子内のスピンの反強磁性的配列を保ったまま、磁気異方性の方向に固着されなくなるために、結晶粒子のブロッキング温度が低下することが明らかとなった。すなわち、交換磁気異方性の温度依存性を、ヘッド動作温度以下での依存性が少ない、上に凸型の曲線とするためには、熱擾乱による反強磁性結晶粒子のスピンの反転を防止することが重要であり、強磁性層/反強磁性層積層膜において、体積の大きな反強磁性結晶粒子を成長させることが必要であることが明らかとなった。

第6章 Ni-Fe/Ni-Mn/Ni-Fe 三層膜の構造および磁気特性に及ぼす基板表面の清浄性の効果

第6章においては、Ni-Fe/ Ni-Mn/ Ni-Fe 三層積層膜において、スピンバルブ GMR ヘッドを安定に機能させるために必要な、上に凸型の交換磁気異方性の温度依存性を得るために、反強磁性結晶粒子の体積増大を意図し、基板表面の清浄化による、薄膜初期成長過程の制御を試み、積層膜の微細構造と、交換磁気異方性との相関について検討を行った。その結果、基板表面のドライエッチング時間、 t_{DE} を変えて作製した、三層膜において、交換結合磁界、 H_{ex} は、Fig. 3に示すように、下層 Ni-Fe 層厚、 d_f が薄いほど顕著に、ドライエッチング時間、 t_{DE} の増加に対して増加した。一方、保磁力、 H_c は、ドライエッチング時間の増加に対して減少した。ドライエッチングにより清浄化した基板上に作製された三層膜の、下層 Ni-Fe 層の交換磁気異方性の温度依存性は、ドライエッチングを行わずに成膜した場合の三層膜の温度依存性が、下に凸型の曲線であるのに対して、上に凸型の曲線となった。以上の結果から、 t_{DE} の増加に対する

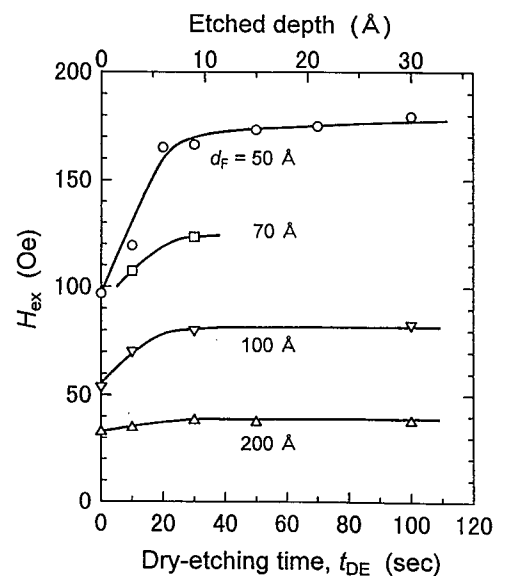


Fig. 3 Si/Ni-Fe d_f /Ni-Mn 1000 Å/Ni-Fe $1.5 \times d_f$ 三層膜の下層界面における H_{ex} の基板表面のドライエッチング時間に対する依存性

H_{ex} の増加と、 H_c の減少は、反強磁性 (γ -Ni-Mn) 結晶粒子の体積の増大に因り、反強磁性結晶粒子の体積を増大させることが、室温で大きな交換結合磁界を誘導するための必要条件であることが実証された。また、ドライエッチングによる基板表面の清浄化が、極薄の強磁性層/反強磁性層積層膜において、交換磁気異方性を、室温で有効に導出する一つの手法であることが明らかとなった。

第7章 結論

以上、本研究により明らかとなった、強磁性層/反強磁性層積層膜における微細構造と、交換磁気異方性との相関に関する知見は、最も広く用いられている、 γ -Mn をベースとした不規則合金系反強磁性材料全般に適用され得る。結論として、反強磁性層の微細構造制御により、温度依存性を含め、所望の交換磁気異方性の導出が可能となり、実用に耐え得るスピバルブ GMR 膜が形成できることを述べた。

審査結果の要旨

高記録密度磁気ディスク装置の再生ヘッドに用いるスピバルブ膜では、強磁性層と反強磁性層の界面に働く交換磁気異方性の安定化が不可欠である。著者は強磁性層と反強磁性層との積層膜において、その微細構造と交換磁気異方性との関係に注目し、交換結合磁界の増大および保磁力低下を実現するために必要な、反強磁性層の微細組織を明らかにした。また交換結合磁界の温度依存性の発現機構を積層膜の微細組織との相関から解明し、交換磁気異方性を安定に導出するためには反強磁性結晶粒子の体積を増大させることが重要であることを実証した。本論文は、この研究成果についてまとめたもので、全文7章よりなる。

第1章は序論であり、本研究の背景及び目的を述べている。

第2章では、本研究で用いた積層膜の成膜方法、構造解析、磁気測定法に関して記述している。

第3章では、交換磁気異方性を取り入れた理論に基づき積層膜の磁化曲線の計算を行い、交換結合磁界と保磁力の発現メカニズムについて検討した結果について述べている。磁化容易軸方向の磁化曲線の形は、反強磁性層の磁気異方性エネルギーの大きさと界面の交換結合エネルギーの比によって変化することを見出している。

第4章では、種々の膜厚構成で作製した Ni-Fe/ Ni-Mn/ Ni-Fe 三層積層膜の構造と交換結合磁界および保磁力との相関について調べ、第3章での理論解析に基づき、交換磁気異方性を有効に導出するためには、大きな体積の反強磁性結晶粒子を成長させることが重要であることを見出している。これは積層膜の微細構造の設計指針を与える有用な成果である。

第5章では、積層膜界面の局所ブロッキング温度の分布の原因を調べ、交換結合磁界の温度依存性を小さくするためには、熱擾乱による反強磁性結晶粒子のスピ反転の防止が必要であり、その実現には積層膜における反強磁性結晶粒子の体積の増大が有用であることを明らかにしている。これは、実際に磁気ヘッドを動作させる上で非常に重要な成果である。

第6章では、反強磁性結晶粒子の極薄膜厚下での体積増大を意図し、基板表面の清浄化による薄膜初期成長過程の制御を試みている。その結果、基板表面のドライエッチングにより、極薄の強磁性層と反強磁性層との積層膜においても交換磁気異方性の安定化が可能となった。

第7章は結論である。

以上要するに本論文は、スピバルブ膜に不可欠な強磁性層と反強磁性層の界面に働く交換磁気異方性と、積層膜の微細構造との相関を明確化し、微細構造の制御による交換磁気異方性の安定導出に成功したものであり、磁気記録工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。