# 磁気記録媒体の分析・解析技術



熊谷　明恭（くまがい　あきやす）　　渡辺　　武（わたなべ　たけし）

## 1　まえがき

ハードディスク装置（HDD）において，記録密度増大により，磁気ディスクに許容されるエラーおよびその原因となる欠陥の大きさも小さくなってきている。それに伴って，エラーの原因となる欠陥などをより微小部で分析するための評価技術の高度化が必要である。信号の読み書きエラー（リードライトエラー。以下，リードライトはR/Wと略す）評価では高さ数nm以下，面内も数十nm以下の欠陥の分析が必要となる場合が出てきている。

一方，記録密度増大の要求により，ヘッドとディスクのすきま（**図1**に示すスライダ浮上量）を低減する必要があり，ヘッドをより低く安定して浮上させる技術もますます重要となっている。

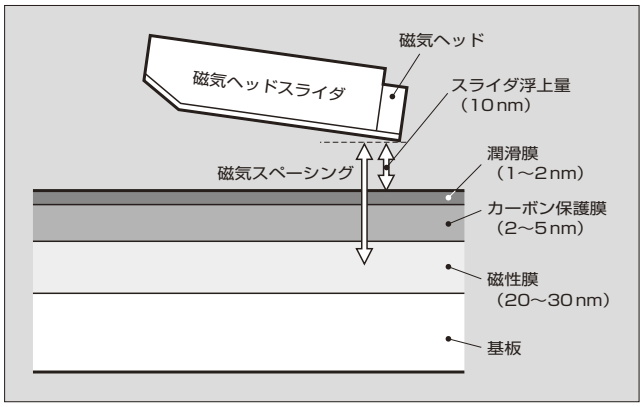
ここでは，R/Wエラーの原因となる微小欠陥に対応した分析技術と，ヘッドの浮上安定性を図るためのディスク表面分析技術について紹介する。

## 2　微小R/Wエラー分析技術

### 2.1　微小R/Wエラー分析の特徴

R/Wエラーの多くは，何らかの欠陥によりその部分の信号が低下することによって起こる。微小で高さが小さい異物などの欠陥によるR/Wエラーは，スパッタ膜下あるいは膜中に原因があることが少なくない。

図1　ヘッド浮上の模式図




高さが小さく，かつ，表面にない欠陥の分析は一般的に難しいことが多い。表面にない異物などを分析する常套（じょうとう）手段として，表面分析とスパッタエッチングを組み合わせた，いわゆるデプスプロファイリングがある。ところが，一定量のエッチングと表面分析を順に繰り返すデプスプロファイリングの場合，高さのきわめて小さな異物に対して，その表面を正確にエッチングにより露出させなければその分析は困難となる。エッチングすべき厚さとの兼ね合いからエッチングレートの下限が現実的には制限されてしまうことと，エッチングによって表面が荒れることから，高さが小さい異物の表面を正確に露出させて分析するのは困難なことが多い。

高さが小さいスパッタ膜中・膜下異物を分析するためのもう一つの常套手段は断面観察である。特に，断面試料を薄膜化し，透過型電子顕微鏡（TEM）や類似の方法で観察する手法では，高空間分解能と分析機能により，得られる情報が多い。一方で，微小な欠陥をいかに追い込んで加工するかにこの手法の難しさがある。富士電機では，R/Wエラーの原因となる微小な欠陥の断面加工と評価技術を開発しており，以下に報告する。

### 2.2　R/Wエラー部の磁気的な構造と形態観察

磁気力顕微鏡（MFM）は，磁性体をコートした探針と，試料間の磁気力（正確には磁気力のこう配）分布を高い空間分解能で観察することが可能であり，磁気ディスクの記録ビット観察も可能である。MFMを用いれば，R/W試験で信号の低下としか認識されなかったエラー部の磁気的構造などについての情報が得られる。さらに，同時，同位置での観察が可能な原子間力顕微鏡（AFM）により，面内形状や高さの評価が可能である。

しかし，MFMとAFMは，数百μm以下での範囲しか評価できず，また，エラー自体のサイズも小さいため，ディスク1枚からエラー部を探し出して観察するのはそのままでは不可能である。そこで，数種の評価装置で場所の

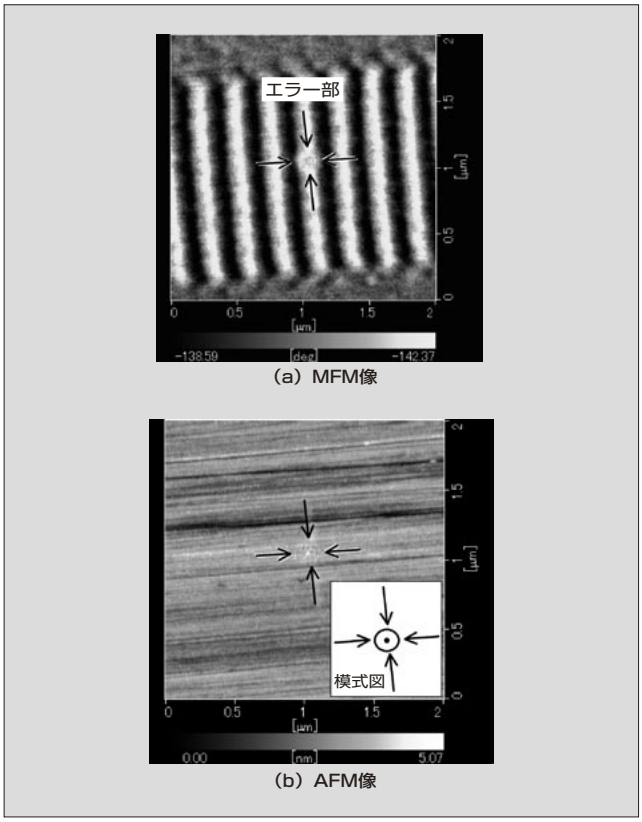
**熊谷　明恭**

磁気記録媒体の研究開発に従事。現在，富士電機アドバンストテクノロジー株式会社ストレージメディア研究所主任研究員。応用物理学会会員。

**渡辺　　武**

磁気記録媒体HDI技術の研究開発に従事。現在，富士電機アドバンストテクノロジー株式会社ストレージメディア研究所。日本トライボロジー学会会員。

図2　R/W エラー部の MFM/AFM 観察例




(a) MFM像

(b) AFM像

特定をしながら最終的に MFM と AFM で評価した。評価例を**図 2** に示す。

**図 2** (a)の MFM 像では，ほぼ円形の磁気的な異常が観察された（矢印で囲んだ部分）。(b)の AFM 像では，(a)と同じ位置に矢印を記した。高さが小さいためあまり明確ではないが，エラーに対応した構造が観察できる。(b)の挿入図は観察される構造を模式的に表したものであるが，中心に面内径 20 ～ 30 nm 程度の突起と，同心円状に 200 nm 程度の構造が観察される。(a)の MFM 像と比較すると，大きい方の 200 nm 程度の構造と対応して磁気的な異常が発生していることが分かる。異常部の高さは最も高い中心部でも 1 nm 以下であった。

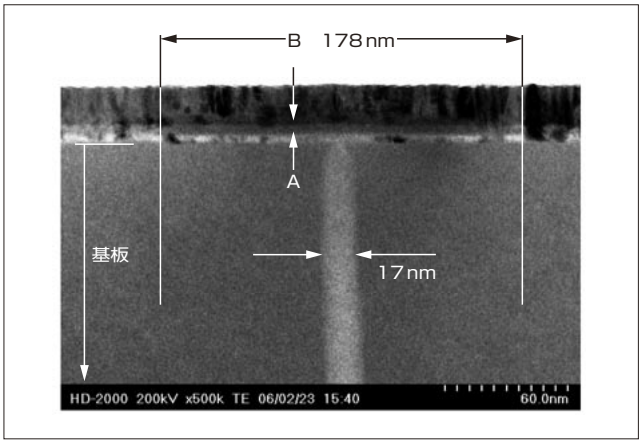
### 2.3　R/W エラー部の断面加工と観察

**図 2** に示したエラーに関し，さらに詳細な分析を試みた。エラー部を断面薄膜加工し，TEM や走査透過型電子顕微鏡（STEM）で観察するための加工・評価技術を開発した。

TEM および STEM は，試料を電子線が透過する程度まで薄膜加工し，結晶状態観察や元素分析をする分析評価装置である。軽元素ほど電子は透過しやすいため，比較的重い金属元素から成る磁気ディスクの場合には，100 nm 以下，理想的には 50 nm 以下程度まで薄膜加工する必要がある。また，エラーの原因は，中心の 20 nm 程度で観察される部分に存在する可能性が考えられたため，この大きさが狙えることを想定して手法を考えた。

特定微小部の加工法として，集束イオンビーム（FIB）法があり，今回もこの手法を用いた。これは，細く絞った

図3　エラー部付近の STEM 像




イオンビームにより試料をスパッタエッチングしながら加工していくものである。このとき，イオンビームや，観察用の電子ビームで励起された二次電子像により表面，あるいは断面観察しながら，特定部を加工していく。

この手法を適用するにあたり最も問題となった点は，エラー部の高さがほとんどなく，FIB の観察機能ではもちろん，MFM や AFM 以外のほとんどの手法で観察が不可能であったことにある。観察が不可能であれば，当然，加工や分析も不可能である。検討の結果，欠陥を観察できる手法を見いだし，さらに FIB 加工まで実行できる前処理技術，すなわちマーキング技術を開発し，**図 2** に示す欠陥の断面加工と STEM による観察に成功した。結果を**図 3** に示す。

**図 3** の断面像から，直径 17 nm 程度の欠陥が基板深部から表面まで明るいコントラストで観察されている。これは，**図 2** (a)で示した形態のうち，中心の面内 20 nm 程度の構造に対応していると考えられる。また，写真左右方向で B，膜厚方向で A と示した部分は，あまり明暗構造のない状態で観察されており，膜がアモルファス化していると考えられる。他の部分では基板上から柱状に成長した結晶構造が観察されている。膜の一部がアモルファス化している領域の大きさ（178 nm）と，**図 2** のエラー部の直径とが対応している。**図 2** (a)の MFM 像の見え方と合わせて考えると，下層のアモルファス化により磁性層が垂直膜（膜面と垂直な方向が磁化容易方向，正常部では磁化容易方向は膜面と平行である）となっていると考えられる。

このように，**図 3** では結晶の様子が明確に観察できており，薄膜化加工も良好にできていることが分かる。

この手法により，数十 nm 程度の微小欠陥観察，分析が実現できた。

## 3　ディスク表面における水分吸着量評価

これまでパソコン用に限定されていた HDD が，近年，携帯音楽プレーヤや携帯電話など，小型情報端末製品への適用が検討されるようになり，従来の屋内環境から，使用される温度や湿度範囲がより広範囲にわたる過酷な使用状況を考慮した設計が磁気ディスクにも求められるように

なってきている。特に，高温高湿環境下においてスライダ浮上特性が悪化し，最悪の場合，スライダがディスク表面と接触・吸着して浮上できない状況に陥ることが問題となる。

高温高湿環境下においてスライダがディスクと吸着するのは，スライダ，ディスクの両表面に水分が吸着し，表面の水吸着膜同士がメニスカス（液体架橋）を形成して，両面間に吸着力を発生させるためと考えられている[(1)(2)]。水のような吸着成分の定量評価には，昇温脱離ガス分析法（TDS）を用いて加熱時の脱離ガスを分析することが一般的である。しかし，スライダ－ディスク間に架橋するような微量な水膜は，真空環境では蒸気圧により，加熱分析以前に容易に表面から脱離してしまうため，磁気ディスク表面での定量評価には適さない。

富士電機では，真空状態での測定を必要とせず，大気圧下で脱離ガスの微量分析が可能な常圧昇温脱離ガス分析装置（APIMS-TDS）が，磁気ディスク表面の水吸着膜の定量評価に有効であることを見いだした。この評価手法を用いて高温高湿環境下においても安定的にスライダを浮上させることが可能なディスク表面条件を決定した。

### 3.1　測定原理

(1)　質量分析法

APIMS-TDS は，TDS と大気圧イオン化法（API 法[(3)]）による質量分析装置を組み合わせ，大気圧下での極微量の吸着物質の質量分析を可能とした装置である[(4)]。

従来の質量分析装置に用いられる電子衝撃イオン化法（EI 法）では，真空環境の下，吸着物質をコロナ放電によりイオン化し，生成した吸着物質イオンを質量分析する。したがって，前述の真空下における水分蒸発は避けられない。加えて，このイオン化法では吸着物質の一部しかイオン化できず，十分な感度が得られないことがある。

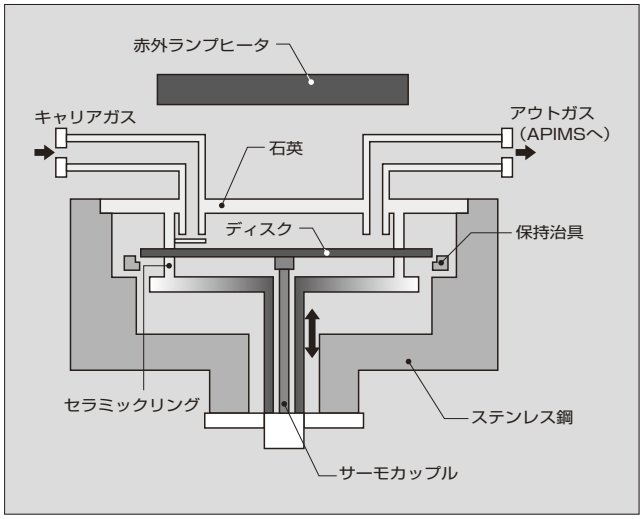
一方，API 法では，まずキャリアガス（アルゴンなど）雰囲気において，吸着物分子の一部がコロナ放電によりイオン化する（一次イオン化）。このとき，吸着物質だけでなく，同時にキャリアガス分子も一部イオン化される。キャリアガスとして適切な物質を選ぶと，イオン化されたキャリアガス分子は，イオン化されずに残った吸着物質を電荷交換反応によりイオン化する（二次イオン化）。その結果，吸着物分子のほとんどがイオン化されることになり，質量分析装置による吸着物質の高感度な検出が可能となる。

したがって，API 法では，真空下での水分蒸発の抑制と，二次イオン化によるイオン化効率の増大の 2 点で従来手法に比べ高感度化が図られる。

(2)　測定装置・測定方法

APIMS-TDS のチャンバ部を**図 4** に示す。キャリアガスとしてアルゴンガスを用い，チャンバ内に設置した磁気ディスクを，サンプル上部に設置したヒータにより室温から 250 ℃まで加熱する。加熱中にディスク表面から脱離する水蒸気を含むキャリアガスを APIMS で質量分析することにより，ディスク表面に吸着していた水分量の定量化を行う。

図 4　APIMS-TDS チャンバ部構成[(4)]




### 3.2　ディスク表面改質による水分吸着量抑制

APIMS-TDS による測定結果を**図 5** に示す。ディスク A は従来製品，ディスク B は表面に塗布する潤滑剤を変更した製品であり，温度 70 ℃　湿度 80 % の環境下において 60 時間放置した両サンプルディスクを測定した結果である。潤滑剤の変更により，脱離水分量が 1,800 ng 程度から 1,400 ng 程度へと低減し，水分吸着量が 20 % 程度抑制されたことが分かる。

図 5　APIMS-TDS による水分吸着量比較

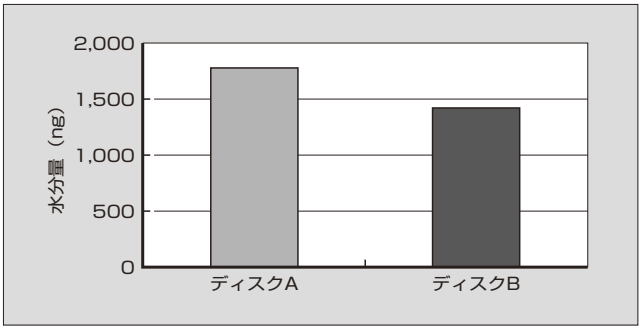
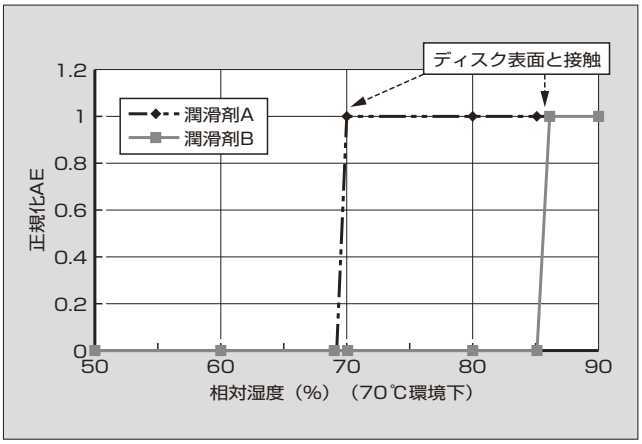



図 6　浮上特性の湿度依存（温度 70 ℃環境下）



次に，潤滑剤条件を変更したディスクサンプルに対し，スライダ浮上特性試験を実施した。温度 70 ℃ 湿度 50 % の環境下，磁気ディスク上にヘッドスライダを浮上させ，次いで湿度を徐々に上昇させ，スライダがディスクに接触を開始する湿度を観察した。スライダとディスクが接触すると，固体であるスライダ内に弾性波が伝搬することが知られており，伝搬する弾性波を検出可能な AE（Acoustic Emission）センサをヘッドスライダ近傍に設置し，その接触を検知した。

試験結果を**図 6** に示す。潤滑剤 A を塗布したディスクでは，湿度を 70 % に上昇させるとスライダとディスクの接触が生じてしまうが，一方，潤滑剤 B を塗布したディスクでは，湿度を 85 % まで上昇させても接触が生じないことが分かる。この結果は，APIMS-TDS による水分吸着量の測定結果の傾向と一致しており，水分吸着量が抑制されたディスク上は，高温高湿環境下においても，スライダとディスクの接触が生じにくい表面であることが判明した。

今後も，より低浮上量化へと向かうスライダ浮上に対し，高温高湿環境下における水分吸着量の抑制は大きな問題となり続けるため，この評価手法を活用して最適なディスク表面を探索していく。

## 4　あとがき

ディスク媒体分析・解析技術の一例として，微小 R/W エラー部の分析技術と，ヘッド浮上特性にかかわるディスク表面の水分吸着力の解析について紹介した。今後もあらゆる分析・解析技術を適用し，ディスクの高記録密度化を図っていく所存である。

なお，本研究を実施するにあたり，FIB 加工にご協力いただいたエスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社殿，APIMS-TDS によるディスク表面解析にご協力いただいた株式会社日本 API 社殿に深く感謝する次第である。

### 参考文献

(1)　松岡広成ほか．ヘッド/ディスク間に働く表面力に関する研究．日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集．仙台 2002-10. 2002. p.447-448.

(2)　國米広道ほか．液体薄膜の不安定性を考慮したインターフェースモデルの構築．日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集．東京 2005-11. 2005. p.425-426.

(3)　株式会社日本 API．http://www.apinet.co.jp/whatapims.htm

(4)　株式会社ルネサス東日本セミコンダクタ．http://www.tosemi.renesas.com/souchi/pdf/ug522.pdf

e-Front runners

＊本誌に記載されている会社名および製品名は，それぞれの会社が所有する
商標または登録商標である場合があります。