鉄-コバルト部分酸化物垂直磁気異方性媒体

Partially Oxidized Fe-Co Medium with Perpendicular Anisotropy

那須昌吾・松本賢次・橋本和昌・斎木幸治

鐘淵化学中央研究所, 神戸市兵庫区吉田町 1-2-80 (〒652)

S. Nasu, K. Matsumoto, K. Hashimoto, K. Saiki

Central Res. Lab., Kanegafuchi Chemical Ind. Co., Ltd.,

2-80, Yoshidacho 1-chome, Hyogo-ku, Kobe, 652

Partially oxidized Fe-Co films were prepared by reactive RF magnetron sputtering. They have a large perpendicular magnetic anisotropy K_u (larger than 2×10^6 erg/cc) and saturation magnetization M_s (larger than 700 emu/cc), which are comparable to those of CoCr films.

X-Ray diffraction analysis showed that the film consisted of metal and oxide. It is thought that the shape effect is important as the origin of large perpendicular anisotropy.

Writing and reading at 90 kFRPI for the medium that has a soft magnetic under-layer was also possible.

1. はじめに

垂直磁気記録媒体としては、岩崎ら¹⁾によって Co-Cr 合金が発表されている。Co-Cr 合金は磁気異方性、飽和磁化ともに大きく、垂直磁気記録媒体として優れた特性を備えている。ところが、金属であるため摩耗に弱い点が懸念される。媒体として酸化物を用いれば優れた耐摩耗性が期待できる。現在、酸化物の垂直磁気異方性媒体としては、 Fe_3O_4 ²⁾、バリウムフェライト³⁾などが提案されているが、これらの現状の酸化物媒体では磁気特性が Co-Cr と比較して十分ではない。

一方、強磁性金属の部分酸化膜の検討も行われている。Co の部分酸化物では大きな垂直磁気異方性膜が得られているが^{4),5)} Fe の部分酸化物ではまだ Co-Cr と比較して十分な磁気特性を示していない⁶⁾。今回、鉄-酸素系に Co を入れた Fe-Co 部分酸化物において、大きな飽和磁化 M_s 、異方性磁界 H_k を持つ膜が得られたのでここに報告する。

2. 実験

膜は高周波マグネトロンスパッタリング装置を使用して製膜した。ターゲットは、直径 3 インチの Fe 板上に 1~2 cm 角の Co 板をのせた複合ターゲットを用い、基板-ターゲット間距離は 50 mm とし基板ホルダーは水冷した。基板はコーニング社の 7059 ガラス基板 (1.2 mm×26 mm×76 mm)を用いた。スパッタガス圧は Ar

と O_2 の混合ガス、トータルですべて 3 mTorr 一定、スパッタリングパワーは 400 W 一定 (堆積速度としては 25~35 Å/sec) とした。

膜の組成は、X 線マイクロアナライザー (XMA 法)、及び X 線光電子分光法 (XPS 法) により、膜厚は触針式膜厚計及び SEM 観察によりそれぞれ求めた。

また、膜の磁気特性は試料振動型磁力計 (VSM) より求め、異方性エネルギー K_u は面積法により求め、異方性磁界 H_k は $2 K_u / M_s$ (M_s は飽和磁化) なる関係より求めた。

3. 結果及び考察

3.1 磁気特性の酸素分圧 $P(\text{O}_2)$ 、Co 量依存性

Fig. 1 に Co 量 (ここで Co 量とは Co/Co+Fe のことで以下同様) が 33 at.% 一定で、スパッタ時の酸素分圧 $P(\text{O}_2)$ を変化させたときの飽和磁化 M_s と異方性磁界 H_k の変化を示す。これらの試料の膜厚は約 8000 Å であった。 $P(\text{O}_2)$ が増加すると M_s はしだいに小さくなり、0.55 mTorr 以上ではほとんど非磁性になる。一方、 H_k は $P(\text{O}_2)$ が増加するとともに大きくなるが、これも 0.55 mTorr で異方性を失う。したがって、垂直磁気異方性膜を得る上で最適な $P(\text{O}_2)$ が存在することが分かる。

Fig. 2 に Co 量を変化させたときの M_s 、 H_k 、 K_u 並びに垂直方向の保磁力 H_{c1} の変化を示す。 $P(\text{O}_2) = 0.45$ mTorr 一定とした。本実験条件下で得られた膜の磁気特性は、酸素含有量と Co 量に依存すると考えられるが、

Fig. 1 O_2 partial pressure dependences of M_s and H_k .

酸素含有量は測定していない。飽和磁化が大きく変化しているのは酸素含有量の違いによるものと考えられる。 K_u については、Co量が20~50 at.%で最大となり $K_u = 2.0 \times 10^6$ erg/cc以上の大きな値を持つ。この値はCo-O系の H_k , K_u と同レベルのものである^{4), 5)}。また、 $H_{c\perp}$ はCoが20~50 at.%でピークをもち H_k と同様な傾向を示すが、75 at.%以上では再び大きくなるという結果が考えられた。Coが入っていないFe部分酸化物では、我々の実験では $P(O_2)$ 等を変えても最高 $K_u = 0.6 \times 10^6$ erg/cc程度 (Fig. 2中の白丸で示した) であり、垂直磁気異方性は小さい。

Fig. 3に本方法で得られた垂直磁気異方性膜の磁化曲線例を示す。ガラス基板上に作製したもので、膜厚は1100 Å, Co量は約40 at.%である。 $M_s = 760$ emu/cc, $H_k = 6$ kOe, $H_{c\perp} = 650$ Oeであり、膜厚が薄いにもかかわらずCo-Cr膜に匹敵する大きさの飽和磁化並びに垂直磁気異方性を持っている。

3.2 X線回折による構造解析

次にX線回折により膜の結晶構造を調べた。測定にはCuの K_α 線を使用した。Fig. 1に示された試料のX線回折を行うとFig. 4の通りであった。これらの系には $2\theta = 44.0^\circ$ 付近と、 $2\theta = 42.0^\circ$ 付近に2本の回折ピークが観測される。これらの回折強度は $P(O_2)$ に依存する。 $P(O_2)$ が大きくなると前者のピーク強度は減少し後者のピークは逆に増大すること、磁気特性においては M_s は小さくなることから、これらのピークはそれぞれ金属と酸化物に対応していると思われる。更に、格子定数から $2\theta = 44.0^\circ$ 付近のピークは、ASTMカードよりbccFe合

Fig. 2 Co content dependences of M_s (a), H_k (b), K_u (c) and $H_{c\perp}$ (d). $\circ$ point was obtained at $P(O_2) = 0.55$ mTorr.

金の(110), $2\theta = 42.0^\circ$ のピークは、酸化物のFeO(200)またはCoO(200)とよく一致し、膜はこれらの混在物と

Fig. 3 Examples of hysteresis curve for partially oxidized Fe-Co film on glass substrate.

Fig. 4 The X-ray diffraction patterns of partially oxidized Fe-Co films.

考えられる。また、 $2\theta=35.5^\circ$ 付近のピークは $\text{FeO}(111)$ または $\text{CoO}(111)$ によるものと考えられる。Fig. 5 に酸化物のピーク強度を I_0 、金属のピーク強度を I としその比 I/I_0 と H_k, M_s との関係を示す。図より I/I_0 が小さくなるほど、すなわち膜中の酸化物の量が多くなるほど M_s は小さく逆に H_k は大きくなり、両者の存在比率と磁気特性の間には関係がある。以上の X 線回折の結果よりこの膜の磁気異方性の起源について次のように考えている。酸化物のピークが金属のピークより強くなるに従い M_s は減少し H_k は増大することから、bccFeCo の結晶粒が膜面に垂直に成長し、その粒界に常磁性の酸化物 FeO, CoO などが偏析し、Fe-Co 結晶粒間の磁氣的結合を断つことによって生ずる形状異方性が、この膜の磁気

Fig. 5 Relations between peak intensity and H_k, M_s .

Fig. 6 Angular dependences of H_c .

異方性の主たる原因ではないかと考えている。しかし、結晶粒はまだ直接確認していないし応力誘起異方性などの他の異方性の可能性もあり、詳細は今後の検討課題である。

3.3 H_c の角度依存性

上記の膜の主な磁化機構を調べることは、垂直磁気記録媒体として適しているかどうかを知るうえで重要である。ここでは、 H_c の磁界角度依存性を用いて膜の磁化機構を調べた。試料は膜厚が 2000Å 、Co 量が $26.0\text{ at.}\%$ 、 $M_s=660\text{ emu/cc}$ 、 $H_k=4.0\text{ kOe}$ のものを用いた。その結果を Fig. 6 に示す。膜面に対して磁場が垂直な方向で H_c は最大、角度の増加に伴い H_c は減少し面内方向で最小となっており、この傾向は Stoner-Wohlfarth Model と同じ傾向であり、磁化機構は磁化回転型が主であるといえる⁷⁾。よって、この膜は垂直磁気記録材料に適している⁸⁾と思われる。

Fig. 7 Recording density dependence of output voltage.

3.4 記録再生特性

この Fe-Co 部分酸化物垂直異方性媒体の記録再生特性を調べるために、Fig. 7 中の表のような 2 層膜媒体を作製した。ベースフィルムとしては 50 μm のポリイミドフィルムを、軟磁性層として CoZrNb を用いた。また、測定に用いたヘッドは主磁極励磁型垂直ヘッドであり、幅が 100 μm、膜厚が 0.3 μm、コイル巻き数が 50 turns を使用し、走行速度は 2 m/sec であった。記録再生特性を Fig. 7 に示す。破線は、記録密度が 5.1 kfrpi での書き込み感度曲線、実線は、記録電流が 50 mA での記録密度特性である。再生出力規格値は 0.012 μV/μm/(m/sec)/Turn であった。

4. ま と め

(1) 酸素分圧、コバルト量のある領域において、コバルトクロム並の磁気特性をもつ鉄-コバルト部分酸化物垂直磁気異方性膜が得られる。

(2) 鉄-コバルト部分酸化物垂直磁気異方性膜は基板温度が室温で得られる。

(3) 磁化機構は H_c の角度依存性より磁化回転型が主である。

(4) 2 層膜での記録再生特性より、比較的高密度まで記録できることを確認した。

以上より、鉄-コバルト部分酸化物は垂直磁気記録媒体として有望である。今後の課題としては、更に高密度化、高出力化などの高性能化をはかること、また、酸化物の特徴である耐摩耗性の確認を行うことなどが必要である。

本研究を進めるに当たり、ご指導いただいた東北大岩崎教授、中村助教授、大内助手に、ヘッドを提供していただいた東北中谷宮川氏に感謝する。

文 献

- 1) S. Iwasaki and K. Ouchi: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-14**, 849 (1978).
- 2) 星, 直江: 電子通信学会技術研究報告, MR85-16 (1985).
- 3) M. Naoe, S. Hasunuma, Y. Hoshi and S. Yamana: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-17**, 3184 (1981).
- 4) K. Nakamura, N. Tani, M. Ishikawa, T. Yamada, Y. Ota and A. Itoh: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **23**, No. 6, 397 (1984).
- 5) M. Ohkoshi, K. Tamari, S. Honda and T. Kusuda: *IEEE Trans. Mag.*, **MAG-20**, 788 (1984).
- 6) 阿久津, 秋光, 溝口: 第 33 回応用物理学学会講演予稿集, p. 387 (1986).
- 7) T. O. Paine and F. E. Luborsky: *J. Appl. Phys. Suppl.* **31**, No. 5, 78s (1960).
- 8) 大内, 岩崎: 電子通信学会技術研究報告, MR76-3 (1976).

1986 年 12 月 19 日受理, 1987 年 2 月 23 日採録