鉄-コバルト部分酸化物垂直磁気記録媒体の磁気特性と記録再生特性

Magnetic Properties and Recording Characteristics of Partially Oxidized Fe-Co Medium

那須昌吾・中島昭彦・松本賢次・橋本和昌・斎木幸治

鐘淵化学(株)中央研究所, 神戸市兵庫区吉田町 1-2-80 (〒652)

S. Nasu, A. Nakajima, K. Matsumoto, K. Hashimoto and K. Saiki

Central Res. Lab., Kanegafuchi Chemical Ind. Co., Ltd., 2-80, Yoshidacho 1-chome, Hyogo-ku, Kobe, 652

Magnetic properties of partially oxidized Fe-Co sputtered films are comparable to those of CoCr films. We studied the relationships between magnetic properties and recording characteristics using a combination of ring-type head and single layer medium. Recording density D_{50} increased in proportion to anisotropy field H_k , and reproduced voltage depended on saturation magnetization $4\pi M_s$ and Co content. Maximum reproduced voltage was obtained in the $4\pi M_s$ region of 8500 to 11000 gauss at 60 at.% Co content. From X-ray diffraction analysis of these films, it is thought that reproduced voltage relates to microscopic structure of the films.

1. はじめに

垂直磁気記録方式は、高密度磁気記録方式として期待されている。垂直磁気記録媒体としては Co-Cr 合金薄膜を中心として研究されているが、我々は昨年、鉄-コバルト部分酸化物垂直磁気異方性媒体が Co-Cr 合金薄膜に匹敵する大きな異方性磁界 H_k 、飽和磁化 M_s を有し、下地に軟磁性層を設けた 2 層膜媒体と垂直ヘッドとの組合せで高密度記録が可能であり、垂直磁気記録媒体として有望であることを報告した¹⁾。更に、鉄-コバルト部分酸化物膜の微細構造は、FeCo 金属相と FeO 酸化物相とからなり、垂直磁気異方性の起源は形状磁気異方性の可能性が高いことを報告した²⁾。また、鉄-コバルト部分酸化物膜は酸化物なので硬いため耐摩耗性が優れていると期待できる。

今回は、鉄-コバルト部分酸化物単層膜とリングヘッドとの組合せでの記録再生特性を検討した。また、記録再生特性に対する Co 量の影響も調べたので報告する。

2. 実験

鉄-コバルト部分酸化物膜は、反応性高周波マグネトロンスパッタ法で作製した。ターゲットは、直径 6 インチの FeCo 合金ターゲットを用い、Co 量を変化させる

ときは合金の Co 組成を変えるか、または合金ターゲット上に Co チップをのせて変化させた。基板-ターゲット間距離は 72 mm、基板は、厚さ 50 μm のポリイミドフィルムを使用し、基板ホルダーは水冷した。

作製条件として、スパッタガスは Ar と O_2 の混合ガスを用い、スパッタガス圧はトータルで 3 mTorr 一定とした。

膜の酸化度は、酸素ガス圧、スパッタレートを変化させることで制御したが、同じ酸化度の膜において、スパッタレートの違いによる磁気特性の顕著な差はなかった。

膜の組成は、X 線マイクロアナライザ法 (XMA 法) により求め、膜厚は触針式膜厚計により求めた。膜厚は、今回の実験の試料では 2800~3500 Å の範囲内にあった。

膜の磁気特性は、試料振動型磁力計 (VSM) で測定し、異方性磁界 H_k は面積法により求めた。

記録再生特性測定は、MnZn フェライト製ビデオヘッ

Fig. 1 Relation between H_k and $4\pi M_s$.

Fig. 2 Relation between H_c and $4\pi M_s$.

Fig. 3 H_k dependence of recording density D_{50} .

ドを用いた。ヘッドのギャップ長は $0.35\mu\text{m}$ 、幅 $35\mu\text{m}$ 、コイル巻数 20 ターン、相対速度 2m/s であった。

3. 結果及び考察

3.1 鉄-コバルト部分酸化物膜の磁気特性

Fig. 1 に Co 組成 $\text{Co}/(\text{Co}+\text{Fe})$ が 40 at.% と 60 at.% で、膜の酸化度を変えたときの異方性磁界 H_k と飽和磁化 $4\pi M_s$ との関係を示す。膜の酸化度を大きくすると $4\pi M_s$ は小さくなり、 H_k はほぼ直線的に大きくなる。これは、酸化度を大きくすると膜中の FeO 量が増加する

ため $4\pi M_s$ は減少するが、FeCo 金属相の結晶粒間に FeO が十分に偏析し、粒子間の磁氣的相互作用を断つので形状効果がより顕著になり、 H_k は大きくなるものと思われる²⁾。この結果は、Neel の近似³⁾における磁性粒子の充てん率を鉄-コバルト部分酸化物膜中の FeCo 金属相の占める体積と考えると傾向がよく一致し、垂直磁気異方性の起源が形状磁気異方性であると考えられる。同様に保磁力 H_c と $4\pi M_s$ との関係を Fig. 2 に示すが、酸化度を大きくし $4\pi M_s$ が小さくなると H_c はほぼ直線的に大きくなり、 H_k と同じ傾向を示す。また、図より Co 量による磁気特性の顕著な差はない。

3.2 磁気特性と記録再生特性との関係

上述の鉄-コバルト部分酸化物単層膜をリングヘッドを用いて測定したときの、記録再生特性と Co 量、磁気特性との関係について述べる。Fig. 3 に Co 40 at.% と Co 60 at.% の場合の鉄-コバルト部分酸化物単層膜の記録密度 D_{50} と異方性磁界 H_k との関係を示す。ここで、 D_{50} は再生出力が 1/2 になったときの記録密度である。図より D_{50} は H_k に比例して大きくなり、Co 量の違いによる大きな差はない。Co-Cr 合金媒体の場合にも D_{50} は H_k に比例するという報告⁴⁾があるが、鉄-コバルト部分酸化物の場合も D_{50} は H_k に比例する。したがって、ヘッドのギャップ長が一定で、 D_{50} を大きくするためには H_k を大きくする必要がある。Fig. 4 に H_k が 3.5 kOe 以上、 $4\pi M_s$ が 8000~12000 ガウスの範囲にある膜の再生出力と Co 量との関係を示す。ここで再生出力は、記録密度が 25.4 kfrpi のデータであり、記録電流は再生出力が最大になるように選んだ。Fig. 4 より再生出力は Co 量に依存し、同じ記録密度において Co 60 at.% 付近で再生出力は最大となる。Fig. 5 に Co 40 at.% と Co 60 at.% の場合の再生出力と $4\pi M_s$ との関係を示す。再生出力は $4\pi M_s$ に依存し、同じ $4\pi M_s$ でも Co 60 at.% の方が Co 40 at.% の場合よりも再生出力が大きいという結果が得られた。Co-Cr 合金媒体の場合、再生出力は H_c に依存するという報告⁵⁾もある。鉄-コバルト部分酸化物の場合、Fig. 2 のように H_c は $4\pi M_s$ が小さいほど、すなわち酸化度が高いほど H_c は大きくなっている。しかし、Fig. 5 より $4\pi M_s$ が大きくなるに従い再生出力は大きくなっていることから、再生出力には $4\pi M_s$ が約 5500~13000 ガウス (H_c は 150~1000 Oe の範囲) では H_c よりも $4\pi M_s$ の方が強く影響しているものと思われる。また、再生出力が最大値をとった後 $4\pi M_s$ の増加とともに極端に低下するのは、膜の酸化度が小さくなり、 H_c が 200 Oe より低下するためであると思われる。

Fig. 6 にリングヘッドを用いた記録再生特性の一例を

Fig. 4 Co content dependence of reproduced voltage.

Fig. 5 $4\pi M_s$ dependence of reproduced voltage.

示す。図には Co 60 at.% の鉄-コバル部分酸化物媒体と Co-Cr 合金媒体の例を示している。図より Co-Cr 膜なみの高い再生出力が得られていることがわかる。

3.3 膜の構造と記録再生特性

ところで、Co 60 at.% と Co 40 at.% の再生出力の差は前述したように両者の磁気特性には顕著な差がなく、 H_k , H_c , $4\pi M_s$ などの磁気特性から説明することはできない。

そこで、X 線回折法により膜の構造を調べ比較してみた。なお、X 線回折測定には Cu ターゲットの K_α 線を使用した。Fig. 7 にその結果を示す。図より、Co 40 at.% の場合 $2\theta = 44^\circ$ 付近に bcc FeCo 相の回折ピークが観測されるのに対して、Co 60 at.% の場合ほとんど観測されず、FeCo 金属相が X 線回折的にアモルファスであることがわかる。また、同じ $4\pi M_s$ でも Co 40 at.% の場合ブロードではあるが回折ピークが観測されるのに対して、Co 60 at.% の場合 FeO の回折ピークも消えて膜全体がアモルファスになっている。更に、Fig. 5 の再生出力を参照してみると、同じ Co 40 at.% でも $4\pi M_s$ が

Fig. 6 An example of recording characteristics.

大きくなって回折ピークがブロードになりアモルファス的になってくると再生出力は大きくなっている。したがって、このような膜の構造的な因子が再生出力の違いに関係があるのではないかと考えられる。

ところで、Co-Cr の場合のリングヘッドを用いた記録再生特性について、再生出力、記録密度と記録層の反磁界係数との関係⁶⁾、Co-Cr 膜の結晶配向性との関係⁷⁾、軟磁気特性を有する初期形成層の効果⁸⁾などが論じられている。鉄-コバル部分酸化物の場合を考えてみると、上述のように X 線回折的アモルファスの方が再生出力が大きいということから、結晶配向性の影響は考えにくい。鉄-コバル部分酸化物膜中の FeCo 金属相の微細

Fig. 7 X-ray diffraction patterns of partially oxidized Fe-Co films with 40 at.% and 60 at.% Co content for each $4\pi M_s$.

構造や構造からくる反磁界係数，磁化機構などの検討，また，軟磁気特性を有する初期形成層の存在の確認を今後行っていく必要がある。

4. ま と め

鉄-コバルト部分酸化物単層膜とリングヘッドとの組合せでの記録再生特性を検討した結果，次のことがわかった。

- (1) 記録密度 D_{50} は，異方性磁界 H_k に比例する。
- (2) 再生出力は，飽和磁化 $4\pi M_s$ ，膜の構造に依存する。
- (3) Co 60 at.% の鉄-コバルト部分酸化物膜において高い再生出力，記録密度が得られた。

以上より，鉄-コバルト部分酸化物膜はリングヘッドを用いても記録再生が可能であり，Co 量を変化させることで良好な記録再生特性を達成できたことから，垂直磁気記録媒体として十分期待できる。

今後は，更に高出力化，高密度化をはかるとともに Co 量による再生出力の違いの原因を検討していく予定である。

文 献

- 1) 那須，松本，橋本，斎木：日本応用磁気学会誌，**11**(2)，61 (1987)。
- 2) S. Nasu, K. Matsumoto, K. Hashimoto and K. Saiki: *IEEE Trans. Magn.* **MAG-23**, 2257 (1987)。
- 3) 飯田，桜井，岩崎，長島，岩間，渡辺，小林編：硬質磁性材料，p. 33, 丸善 (1976)。
- 4) 鈴木，岩崎：電子通信学会技術研究報告，MR81-8 (1981)。
- 5) R. Sugita, T. Nambu and Y. Sakamoto: *IEEE Trans. Magn.* **MAG-23**, 2449 (1987)。
- 6) 杉田，南部，越後，坂本：電子通信学会技術研究報告，MR 86-11 (1986)。
- 7) M. Futamoto, H. Kakibayashi and K. Yoshida: *IEEE Trans. Magn.* **MAG-21**, 1426 (1985)。
- 8) N. Watanabe, Y. Ishizaka, K. Kimura and E. Imaoka: *IEEE Trans. Magn.* **MAG-21**, 1368 (1985)。

1987 年 12 月 7 日受理，1988 年 2 月 12 日採録