Co 基合金熱処理メディアの電磁変換特性

Recording Properties of Co-Based Alloy Heat-Treated Media

佐藤元治・中上明光

(株)神戸製鋼所技術開発本部電子技術研究所, 兵庫県神戸市西区高塚台 1-5-5 (〒651-22)

M. Sato and A. Nakauue

Electronics Res. Lab., Technical Development Group, Kobe Steel, Ltd.,
5-5, Takatsukadai 1-chome, Nishi-ku, Kobe, Hyogo 651-22

The recording properties of Co-based alloy heat-treated media using carbon substrates with high heat resistance were investigated. For media with the same H_c , the amplitude and the media noise of the CoCrTa media were lower than those of CoNiCr and CoCrPt media, because of the lower $B_c\delta$ (where δ is the thickness of the Co-based alloy layer). For CoNiCr media with the same $B_c\delta$, the media noise decreased with increasing H_c , namely, with increasing heat treatment temperature. Rotational hysteresis loss analysis using a highly sensitive torque magnetometer and high resolution scanning transmission electron microscopy (HRSTEM) analysis showed that the values of H_c/H_k^{grain} increased to 0.44 with increasing H_c , and that the Cr concentration in the grain boundaries of CoNiCr also increased. Therefore, it is considered that the reduction in noise was achieved as a result of the decrease in exchange coupling between grains.

Key words: magnetic recording, high coercivity, low noise, heat-treated media, Co-based alloy, CoNiCr, rotational hysteresis loss, exchange coupling, carbon substrate

1. はじめに

磁気ディスクメディアにおいては、記録密度向上のために、媒体の高 H_c 化および低ノイズ化が要求されている。

我々は、これまでに耐熱性に優れたカーボン基板^{1), 2)}を用いて、一般に使用されているC保護層³⁾の代わりに、Zr保護層/Co基合金磁性体層/Cr下地層構造を有する磁気ディスクメディアを作製し、真空中で熱処理する(以下、このようにして得られたメディアを熱処理メディアと記す)ことにより、Cr下地層からCo基合金結晶粒界へのCrの拡散を促進させ保磁力 H_c を大幅に増大できることを報告した⁴⁾。また、このような熱処理メディアは、Co基合金結晶粒の磁気的分離による低ノイ

ズ化⁵⁾が期待できる。

そこで、本論文では、熱処理メディアについて電磁変換特性を測定するとともに、磁気トルク計による回転ヒステリシス損失の測定により得られた結果をもとに、媒体のノイズ特性について考察した結果を報告する。

2. 実験方法

本実験では、これまでと同様にHIP処理後、所定の端面加工および表面研磨を施した2.5 in タイプ、板厚が0.635 mmのカーボン基板^{1), 2)}を用いた、成膜は、インラインタイプのDCマグネトロンスパッタ装置により、Ar圧力3 m Torr、基板加熱設定温度300°Cにて、Crターゲット、Co基合金ターゲットおよびZrターゲットを用いて、各々、1000~3000Å, 600Å一定および100~300Åの膜厚で順に形成した。なお、Co基合金として $\text{Co}_{62.5}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{7.5}$ 合金、 $\text{Co}_{86}\text{Cr}_{12}\text{Ta}_2$ 合金および $\text{Co}_{75}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_{12}$ 合金を用いた。成膜後、7 m Torrの真空中で熱処理を行い熱処理メディアとし、液体潤滑剤を約10Å形成⁶⁾したものを電磁変換特性測定用試料とした。また、成膜後、8×8 mm角に切断したものを同様に熱処理し、磁気特性測定用試料とした。熱処理前の磁気特性は、磁場印加方向に関係なく一定であり、各々合金間で H_c は異なるものの、おおむね、 $H_c \approx 900 \sim 1000$ Oeであった。なお、昇温速度90°C/min、降温速度13°C/min一定とした⁴⁾。熱処理は、350~800°Cの範囲で各1分間行なった。媒体の磁気特性は、振動試料型磁力計(VSM)および高感度磁気トルク計により膜面に平行に磁場を印加し、熱処理前後について測定した。VSMでは、10 kOeまで印加し、磁気トルク計による回転ヒステリシス損失の測定では、最大10 kOeまでの磁場範囲で、90°/minの一定速度で磁場を回転させながら行なった。Co基合金結晶粒内の組成分析は、EDX分析時のビーム径が約12Åφの超高分解能分析電顕(HRSTEM)を用いて行い、また、電磁変換特性の測定は、ギャップ長0.4 μm, ト

Fig. 1 Relation between heat treatment temperature and H_c .

ラック幅 $16\mu\text{m}$ の MIG ヘッドを用いて保護層表面からの浮上量 $0.075\mu\text{m}$ で行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 には、各種 Co 基合金を用いた場合の熱処理温度と H_c の関係を示す。ここで、CoCrPt 合金の場合の Cr 膜厚は $1000\text{\AA}$ 、それ以外の合金では $3000\text{\AA}$ 一定である。また、Zr 膜厚はすべて $300\text{\AA}$ 一定である。

以下では、このようにして得られた熱処理メディアについて、1. H_c を一定とした場合の電磁変換特性および 2. $B_r\delta$ (B_r は残留磁束密度、 δ は Co 基合金層の膜厚) を一定とした場合の電磁変換特性に関し考察した。

3.1 H_c 一定な場合の電磁変換特性

媒体ノイズを比較するために各種 Co 基合金について各々熱処理温度を変えることにより、 H_c 約 1600 Oe の熱処理メディアを作製した。Fig. 2 には、Fig. 1 と同一膜構成を有する各種 Co 基合金を用いた熱処理メディアの線記録密度と出力 (Track Average Amplitude) および媒体ノイズの関係を示す。この場合、出力および媒体ノイズは、線記録密度に関係なく CoNiCr 合金を用いた場合に最も高くなり、CoCrTa 合金を用いた場合に最も低くなった。Fig. 3 には、 H_c と $B_r\delta$ の関係を示す。 H_c が 1600 Oe で $B_r\delta$ を比較した場合、CoNiCr 合金を用いた場合に最も大きく、また、CoCrTa 合金を用いた場合に最も小さい。このことから、Fig. 2 で示した合金種による出力の違いは、 $B_r\delta$ の違いによるものであると考えられる。

3.2 $B_r\delta$ 一定な場合の電磁変換特性

H_c と媒体ノイズの関係を明らかにすることを目的に、CoNiCr 合金を用いて、出力を一定とする意味から $B_r\delta$ を一定とし、 H_c を変化させた熱処理メディアを作製し

Fig. 2 Relation between linear density and recording properties.

Fig. 3 Relation between $B_r\delta$ and H_c .

た。なお、Cr 膜厚は $3000\text{\AA}$ 、Zr 膜厚は $100\text{\AA}$ 一定とした。Fig. 4 に線記録密度と媒体ノイズの関係を示す。 H_c が 1020 Oe から 2050 Oe に増大するに従い、全線記録密度領域において、媒体ノイズは低減している。

Fig. 5 には、CoNiCr 合金を用いた H_c の異なる熱処理メディアについて測定した、印加磁界 H の逆数と回転ヒステリシス損失 W_r との関係を示す。高 H_c の媒体ほど、 W_r が極大を示す H は大きく、また、急峻なピークを有している。ここで、各々の W_r 曲線の高 H 側を最小二乗近似し W_r が 0 を示す H を H_k^{grain} とする⁷⁾。このようにして得られた H_k^{grain} と H_c の関係を Fig. 6 に示すが、 H_k^{grain} の値は H_c によらず約 7 kOe 程度である。また、 H_c の増大とともに H_c/H_k^{grain} の値は大きくなり、 H_c が 3180 Oe の熱処理メディアにおいては 0.44 の値が得られている。

H_c/H_k^{grain} の値は、結晶粒の磁気的分離度を表す指標と考えられており、面内ランダム配向で完全に結晶粒が分離した場合には最大 0.5 の値を示す⁸⁾。このことから、熱処理メディアにおいては、熱処理温度の増加とともに H_c は増大し、同時に Co 基合金結晶粒の磁気的な分離も

Fig. 4 Relation between linear density and media noise.

Fig. 5 Rotational hysteresis loss W_r versus inverse magnetic field $1/H$.

進行しているものと考えられる。したがって、Fig. 4 に示した高 H_c 化による媒体ノイズの低減は、CoNiCr 合金結晶粒の磁気的分離の進行により引き起こされたものと考えられる。我々は、各種分析結果を元に、熱処理温度の増加とともに Cr が Cr 下地層から CoNiCr 結晶粒界へ拡散していることをすでに報告した⁴⁾。Fig. 7 には、超高分解能分析電顕により求めた、CoNiCr 合金を用いた H_c が 3270 Oe を示す熱処理メディアの、CoNiCr 合金結晶粒を Cr 元素について線分析した結果を示す。これによると、結晶粒界付近では Cr の特性 X 線強度が増加しており、Cr が多量に偏析していることが分かる。以上から、熱処理温度の増加とともに、Cr 下地層から CoNiCr 合金結晶粒界への Cr の拡散が増加したことにより、磁気的分離が進行し、媒体ノイズが低減したものと考えられる。なお、CoNiCr 合金以外の合金に関しても、Cr 下地層から Co 基合金磁性体層への Cr の拡散が見られることから⁴⁾、上記と同様に、 H_c の増大とともに

Fig. 6 Relation between H_k^{grain} and H_c .

Fig. 7 HRSTEM photograph and line analysis of a CoNiCr crystal grain in heat-treated media.

媒体ノイズは低減するものと推定される。また、Fig. 8 には、 H_c/H_k^{grain} と角形比 S および保磁力角形比 S^* の関係を示す。 S は、磁気的分離度の増加にほぼ一定値を示しているが、 S^* は、他の報告例^{8),9)}と同様に磁気的分離の進行とともに減少している。

4. まとめ

種々の Co 基合金を用いて熱処理メディアを作製した後に電磁変換特性を測定し、磁気トルク計による回転ヒステリシス損失の測定結果を元に考察した結果、以下のことが明らかとなった。

1. CoNiCr 合金を用いた場合には、熱処理温度の増加による H_c の増大とともに媒体ノイズは低減した。
2. 結晶粒の磁気的分離度を表す指標である、 H_c/H_k^{grain} は、熱処理温度の増加による H_c の増大とともに増加し、CoNiCr 合金を用いた H_c が 3180 Oe の熱処理メディアにおいて、0.44 と大きな値を示した。した

Fig. 8 Relation between H_c/H_k^{grain} and S, S^* .

がって、熱処理温度の増加とともに CoNiCr 合金結晶粒の磁気的分離が進行したために、媒体ノイズは低減したものと考えられる。

3. CoNiCr 合金結晶粒の磁気的分離は、Cr 下地層から CoNiCr 合金結晶粒界への Cr の拡散により引き起こされた。

4. これまでの結果⁹⁾も含めて考えると、他の Co 基合金においても 3. 項と同様なメカニズムが考えられることから、熱処理温度の増加とともに媒体ノイズは低減するものと考えられる。

謝 辞 本研究を進めるに当たり、成膜および評価に協力頂いた、当社開発実験センター要素技術実験室の林菊三郎氏に感謝します。また、各種資料作成に協力頂いた当室の谷本氏に感謝します。

文 献

- 1) 佐藤元治, 大西良彦, 中上明光: 日本応用磁気学会誌, **17**, 101 (1993).
- 2) M. Kuwabara, M. Sato, Y. Onishi, M. R. Visokay, H. Hayashi, H. Inoue and K. Muramatsu: *J. Appl. Phys.*, **73**, 6686 (1993).
- 3) 佐藤元治, 大西良彦, 林 秀高: 信学論 (C-II), **J76-C-II(9)**, 601 (1993).
- 4) M. Sato, Y. Onishi and A. Nakae: *IEEE Trans. Magn.*, **29**, 3685 (1993).
- 5) Tu Chen and T. Yamashita: *IEEE Trans. Magn.*, **24**, 2700 (1988).
- 6) 谷本浩之, 佐藤元治, 大西良彦, 中上明光: トライボロジー会議予稿集, B-3, p. 53 (1993).
- 7) M. Takahashi, T. Shimatsu, M. Suekane, M. Miyamura, K. Yamaguchi and H. Yamasaki: *IEEE Trans. Magn.*, **28**, 3285 (1992).
- 8) 島津武仁, 御手洗和彦, 小林正人, 高橋 研, 脇山徳雄: 日本応用磁気学会誌, **17**, 83 (1993).
- 9) T. Yogi, T. A. Nguyen, S. E. Lambert, G. L. Gorman and G. Castillo: *IEEE Trans. Magn.*, **26**, 1578 (1990).

1993 年 10 月 12 日受理, 1994 年 1 月 28 日採録