CoNiCr 合金熱処理メディアの熱処理条件に関する検討

A Study of Heat Treatment Conditions for CoNiCr Alloy Heat-Treated Media

佐藤元治

(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

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

The effect of heat treatment conditions on the magnetic properties of Zr/CoNiCr alloy/Cr heat-treated media was investigated. When the heating rate, holding time, and cooling rate were 220°C/min, 1 s, and 1000°C/min, respectively, the same magnetic properties were obtained as in the standard conditions, that is, a heating rate of 90°C/min, a holding time of 60 s, and a cooling rate of 13°C/min. From the results of XPS analysis, it was found that Cr diffused from the Cr underlayer into the CoNiCr alloy layer with increasing heat treatment temperature, as in the standard conditions. Therefore, it is considered that an increase in H_c with increasing heat treatment temperature caused the Cr to be segregated from the Cr underlayer into the grain boundaries of the CoNiCr alloy, as in the standard conditions.

Key words: heat-treated media, heat treatment condition, high coercivity, low noise, CoNiCr alloy, heating rate, holding time, cooling rate, carbon substrate, other substrate

1. ま え が き

磁気ディスク（メディア）の面記録密度の向上により、磁気ディスク装置の小型・大容量化が進行している¹⁾。面記録密度の増加は、高保磁力・低ノイズな媒体の採用による線記録密度の向上およびMRヘッドの採用によるトラック密度の向上により図られている。

我々は、これまでに耐熱性に優れたカーボン基板²⁾を用いて、保護膜として一般に用いられるC³⁾に代わり、Zr保護膜/Co基合金磁性膜/Cr下地膜構造を有する磁気ディスクを作製し、その後熱処理を施すことにより、Co基合金結晶粒界へのCrの偏析を促進させ、保磁力(H_c)を大幅に増大できること⁴⁾および、低ノイズ化が可能なこと⁵⁾を報告した。この際、熱処理条件として、昇温速度=90°C/min, 保持時間=60 s, および降温速度=13°C/minを採用した（以下、標準作製条件と記す）。このため、熱処理条件が熱処理メディアの磁気特性に及ぼす影響については、これまで詳細に調査されていなかった。

そこで、本論文では、熱処理条件が磁気特性に及ぼす影響を調査することを目的に、熱処理時の昇温速度、保持時間、および降温速度と熱処理メディアの磁気特性の関係について調査したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

本実験では、これまでと同様にHIP処理した後に表面研磨を施した2.5インチタイプのカーボン基板²⁾を用いた。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 mTorr, 基板加熱時の設定温度300°Cにて、Cr, Co_{62.5}Ni₃₀Cr_{7.5}合金, およびZrターゲットを用いて、各層, 3000Å, 400Å, および300Åの膜厚(δ)で順に成膜した。また、8×8 mm角に切断したものを熱処理用試料とした。熱処理前の磁気特性は膜面内での磁場印加方向に関係なく、 H_c は1150 Oe一定であった。熱処理は、真空熱処理炉^{3), 4)}を用いて350~800°Cの範囲で行った。この際、Fig. 1に示す熱処理パターンにより、昇温速度=14~220°C/min, 保持時間=1~1800 s, 降温速度=13~1000°C/minとし、真空度は30 mTorr一定とした。磁気特性は、振動試料型磁力計(VSM)により、膜面に平行に最大10 kOeまで磁場を印加し、熱処理前後について測定した。さらに、Mg-K α 線をX線源とするX線光電子分光装置(XPS)により、各条件で作製した熱処理メディアについて深さ方向の組成分布を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 昇温速度の影響

熱処理温度=550°C, 保持時間=60 s, 降温速度=13°C/min一定とし、昇温速度を変化して熱処理メディアを作製した。昇温速度と熱処理前後での H_c の変化をFig. 2に示す。14°C/minから220°C/minの間においては、熱処理後の H_c に変化

Fig. 1 Heat treatment pattern.

Fig. 2 Relation between the heating rate and H_c .

Fig. 4 Relation between the heat treatment temperature and H_c .

Fig. 3 Relation between the etching time and the atomic content.

Fig. 5 Relation between the etching time and the atomic content.

は見られない。また、他の磁気特性 (B_s , S , S^*) も同様であった。標準作製条件である昇温速度が $90^\circ\text{C}/\text{min}$ および $220^\circ\text{C}/\text{min}$ の場合の深さ方向での組成分布を成膜後の場合とともに Fig. 3 に示す。標準作製条件の場合には、すでに報告したように⁴⁾、Cr 下地膜から Cr が拡散し、CoNiCr 合金結晶粒界へ偏析することにより H_c が向上している。また、昇温速度が $220^\circ\text{C}/\text{min}$ の場合にも、Cr 下地膜から CoNiCr 合金膜中への Cr の拡散が見られることから、標準作製条件と同様なメカニズムにより H_c が向上しているものと考えられる。

3.2 保持時間の影響

保持時間の影響を調査するため、昇温速度 $= 90^\circ\text{C}/\text{min}$ 、降温速度 $= 13^\circ\text{C}/\text{min}$ 一定として熱処理温度および保持時間を変化し熱処理メディアを作製した。Fig. 4 に、保持時間が 1~1800 秒間での熱処理後の H_c の測定結果を示す。1800 秒間と保持時間が非常に長時間の場合には、60 秒間以内の短時間の場合の H_c の変化とは異なった傾向を示している。Fig. 5 には、保持時間が 1 秒間および標準作製条件である 60 秒間の場合について測定した、深さ方向の組成分布を成膜後の場合とともに

示す。CoNiCr 合金膜中への Cr の拡散度合いは、ある温度以上では温度と時間の積で決定されるものと考えられるが、昇温速度を変化した場合と同様に、60 秒間以内での熱処理では保持時間によらず同様な組成分布を示している。これは、 H_c の変化、つまりは、Cr の拡散による粒界偏析の割合が 60 秒間以内では保持時間によらず熱処理温度のみで決定されていることを示しているものと考えられる。なお、1800 秒間での熱処理では、Cr 下地膜からの Cr の拡散量、つまりは、CoNiCr 合金結晶粒界への Cr の偏析割合が多くなり、同一 H_c を得るための熱処理温度が低温側へシフトしたものと考えられる。

3.3 降温時間の影響

これまでの結果を元に、昇温速度=220°C/min、保持時間=1 s、降温速度を 1000°C/min とし、熱処理温度を変化し熱処理メディアを作製した。熱処理後の H_c の測定結果を Fig. 6 に示す。図中には、標準作製条件で作製した熱処理メディアの H_c の変化も併せて示す。昇温速度=220°C/min、保持時間=1 s、降温速度が 1000°C/min と非常に短時間の場合にも標準作製条件と同様な H_c の変化が得られており、今回の条件の範囲内では、 H_c の変化が降温速度にも関係していないことを示している。また、Fig. 7 には、上記試料での $B_r\delta$ と H_c の関係を、さらに、Fig. 8 には、熱処理温度と S^* との関係を示す。降温速度によらず、 $B_r\delta$ と H_c の関係は同様な変化を示しており、また、 S^* も H_c の増加とともに減少していることから、熱処理温度の増加による CoNiCr 合金結晶粒の磁気的分離度の増加が考えられる⁵⁾。このことから、非常に短時間での処理でも、Cr 下地膜から CoNiCr 合金膜中への Cr の拡散により、CoNiCr 合金結晶粒界への Cr の偏析が同様な割合で生じているものと推定される。

以上から、Cr の拡散に伴う磁気特性の変化は、今回検討した条件の範囲内（ただし、保持時間 1800 秒間は除く）では昇温速度、保持時間、および降温速度には関係なく、熱処理温度のみが関与していることが明らかとなった。このことは、媒体のみを瞬間的に加熱することにより磁気特性の改善が可能になることを意味しており、カーボン基板以外の耐熱性を有しない基板が使用できる可能性が得られたものと考えられる。

4. む す び

Zr/CoNiCr 合金/Cr 構造の熱処理メディアについて熱処理時の昇温速度、保持時間、および降温速度が磁気特性に及ぼす影響を調査した結果、以下のことが明らかとなった。

(1) 昇温速度=220°C/min、保持時間=1 s、降温速度=1000°C/min の超短時間処理でも従来（昇温速度=90°C/min、保持時間=60 s、降温速度=13°C/min）と同様な磁気特性が得られた。

(2) XPS 分析の結果、このような条件下での磁気特性の改善も、従来と同様に Cr が CoNiCr 合金膜中へ拡散することにより、つまりは、CoNiCr 合金結晶粒界への Cr の偏析によるものであることが明らかとなった。

(3) なお、今回の条件内では、 H_c の増大には熱処理温度のみ

Fig. 6 Relation between the heat treatment temperature and H_c .

Fig. 7 Relation between $B_r\delta$ and H_c .

Fig. 8 Relation between the heat treatment temperature and S^* .

が関与していることが明らかとなった。したがって、媒体のみを瞬間的に加熱することにより磁気特性の改善が可能になるものと考えられ、カーボン基板以外の耐熱性を有しない基板が使用できる可能性が得られた。

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，開発業務部試作実験室の林 菊三郎氏に感謝致します。

文 献

- 1) E. S. Murdock, R. F. Simmons, and R. Davidson: *IEEE Trans. Magn.*, **28**, 3078 (1992).

- 2) 佐藤元治, 大西良彦, 中上明光: 日本応用磁気学会誌, **17**, 101 (1993).
- 3) 佐藤元治, 大西良彦, 林 秀高: 信学論 (C-II), **J76-C-II**, 601 (1993).
- 4) M. Sato, Y. Onishi, and A. Nakaue: *IEEE Trans. Magn.*, **29**, 3685 (1993).
- 5) 佐藤元治, 中上明光: 日本応用磁気学会誌, **18**, 85 (1994).

1994 年 10 月 12 日受理, 1995 年 1 月 20 日採録