γ -Fe₂O₃ 薄膜磁気ディスクの開発

服部 誠¹⁾ 石井 芳一²⁾ 寺田 章³⁾
石井 修⁴⁾ 太田 聡⁵⁾

1. 開発の背景

磁気ディスク記憶装置は、情報処理システムにおけるオンライン・大容量記憶装置として主要な位置を占めており、一層の大容量化と低価格化を目指して開発が進められている。これらを実現するために最も必要な技術は高密度記録技術である。これまで磁気ディスクの記録媒体は、針状 γ -Fe₂O₃ 微粒子を有機物バインダと混合して、これをスピニングコートした塗布媒体が用いられており、高記録密度化を図るために、微粒子の磁気特性の改善、より薄い媒体を作る塗布技術の改良、配向技術の導入など種々の工夫がされてきているが、限界に達している。

著者らは上でのべた限界を打破るために、反応スパッタリング法を用いて、磁気特性のすぐれた γ -Fe₂O₃ 連続薄膜媒体を開発した⁽¹⁾。現在本技術により実用化されている記録密度は、世界最高の 24000 ビット/mm² であり、この記憶装置はデータ通信システムに用いられる。従来からの塗布ディスクに替って、本磁気ディスクは今後の高記録密度磁気ディスクの主流になるものと期待される。

2. 開発の概要

γ -Fe₂O₃ 薄膜磁気ディスクは、スパッタリングと熱処理により、表面を陽極酸化した Al-4%Mg 合金基板

図1 媒体作製工程、検討事項と媒体特性の関連。

* 日本電信電話公社

1) 武蔵野電気通信研究所工務部材料試験研究室室長
2) 武蔵野電気通信研究所工務部調査役
3) 茨城電気通信研究所部品材料研究部調査役
4) 茨城電気通信研究所部品材料研究部調査員
5) 茨城電気通信研究所部品材料研究部金属材料研究室研究主任
Development of γ -Fe₂O₃ Thin Film Magnetic Disk Media;
S.Hattori, Y.Ishii, A.Terada, O.Ishii, S.Ohta (Nippon
Telegraph and Telephone Public Corporation)
1983年1月26日受理

上に所要の厚さの、磁気特性のすぐれた γ -Fe₂O₃ 薄膜を形成するものである。製造工程は、図1にまとめたように、媒体形成、基板作製、基板洗浄およびディスク表面の潤滑の4つであり、それぞれの工程での検討した事項およびこれらと媒体特性との関連を示した。ここで本技術の要である媒体形成と基板技術についてのべ

(1) 媒体形成技術

薄膜形成法として、大形化、連続化が容易であり、かつ両面同時に膜形成が可能で、量産化に最も適しているスパッタリング法をとりあげた。磁気ディスク開発のために作製した両面スパッタリング装置を図2に示す。スパッタ室とは別に予備室を設け、試料の交換中でもスパッタ放電を持続する形式としており、ディスク面内の諸特性の均一性や1枚ごとの変動などを検討した。量産機は本実験機を原形として設計されている。

γ - Fe_2O_3 薄膜の形成プロセスとして図3に示す4つの方法を検討した。ターゲットの安定性、スパッタリング反応制御の容易性、膜形成速度、熱処理反応の制御性、得られた薄膜の磁気特性などの評価を行ない、間接法がすぐれていることを明らかにし、この方法を主な開発対象とした。

γ - Fe_2O_3 薄膜の磁気特性は、スパッタリング条件や熱処理条件によって影響される。製造上のポイントは、

図2 両面同時連続スパッタ装置。

媒体形成法		α -Fe	α - Fe_2O_3	Fe_3O_4	γ - Fe_2O_3
間接法	酸化法	□ $\xrightarrow{\text{Ar}+\text{O}_2}$ △ $\xrightarrow{\text{H}_2}$ ○ $\xrightarrow{\text{Air}}$ ⊙			
	中性法	□ $\xrightarrow{\text{Ar}}$ △ $\xrightarrow{\text{Air}}$ ⊙			
直接法	還元法	□ $\xrightarrow{\text{Ar}+\text{H}_2}$ △ $\xrightarrow{\text{Air}}$ ⊙			
	酸化法	□ $\xrightarrow{\text{Ar}+\text{O}_2}$ △ $\xrightarrow{\text{Air}}$ ⊙			

□：ターゲット △：スパッタ形成膜 ⊙：媒体
 $\xRightarrow{\quad}$ スパッタリング $\xrightarrow{\quad}$ 熱処理

図3 γ - Fe_2O_3 薄膜媒体の作製法。

α - Fe_2O_3 膜の高速形成、 Fe_3O_4 単相膜の形成および γ - Fe_2O_3 膜の磁気特性の設計である。スパッタリング条件と熱処理条件の最適化を図ることにより、角形比 0.77、残留磁束密度 0.25 T の良好な磁気特性が得られた。

つぎに高保磁力化についてのべる。純 γ - Fe_2O_3 薄膜の保磁力は通常 $16 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ と塗布媒体よりも小さいが、これをヘッドの書き込み特性を考慮して、 $55.7 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ まで増加させる必要がある。このため結晶磁気異方性の大きい Co を添加する手法を用いた。図4に Co 添加量と γ - Fe_2O_3 薄膜の保磁力の関係を示す。金属元素比で 2% の Co を添加することにより $55.7 \text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ の保磁力が得られた。Co を添加すると微粒子 γ - Fe_2O_3 塗布媒体では加熱減磁や加圧減磁などの不安定性が増すことが知られているので、新媒体について室温 (20°C) からディスク装置の許容最高温度 (55°C) までの温度上昇に伴う保磁力の変化を調べた。その結果、保磁力の変化は媒体作製法に依存し、2~18% の範囲で減少するが、実際のディスクとしての記録再生特性面では問題とならないことがわかった。また保磁力その他の経時変化については、室温で 6 年間経過後も認められず、磁気特性は極めて安定である。

Co 以外の添加物効果については、Ti 添加によって薄膜の機械的特性が向上し、耐ヘッドクラッシュ性が増す⁽²⁾

図4 Co 添加量と保磁力の関係。

ことおよび Cu 添加によって、間接法における α - Fe_2O_3 から Fe_3O_4 への還元工程の熱処理温度を低くでき、熱処理による表面精度の劣化を防ぐのに有効であること⁽³⁾などを見いだしている。

表1に新媒体の磁気特性の一覧を従来の塗布媒体とともにまとめて示す。保磁力と残留磁束密度が大幅に向上している。また磁性層厚さは塗布媒体の数分の1であり、高記録密度化に有利である。

(2) 基 板

高密度記録用磁気ディスク基板として

表 1 γ - Fe_2O_3 薄膜媒体の磁気特性.

項 目	γ - Fe_2O_3 薄膜媒体	塗布媒体
保 磁 力 ($\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$)	55.7	26
残留磁束密度 (T)	0.25	0.085
角 形 比	0.77	0.73
媒 体 厚 (μm)	0.17	0.8~1.0

要求される条件は、(イ)経済性にすぐれていることと共に、(ロ)ヘッドを媒体に極く近接させて安定に浮上させるために表面精度がすぐれていること、(ハ)耐ヘッドクラッシュ性を確保するために表面かたさが大きいこと、(ニ)信号の欠落をもたらすような表面欠陥がないこと、などである。

経済性を重視して、現用の塗布媒体用基板と同じ Al 合金をベースに開発した。高密度記録を行なうためには、ヘッドの浮上量は $0.3 \mu\text{m}$ 以下であり、要求される表面精度は浮上量の $1/10$ 程度である。現用の塗布媒体用基板素材は軟らかいため、表面あらさ $R_{\text{max}} < 0.03 \mu\text{m}$ をえることは困難である。そこで、表面かたさを向上させることを目的に、新たに陽極酸化技術を用いたアルマイト被覆 Al 合金基板を考案した⁽⁴⁾。アルマイト皮膜は Al 合金よりも硬く、またその高精度の表面研磨も可能となった。

基板表面の無欠陥化については、アルマイト処理法と基板素材の高純度化の 2 つの面から検討した。アルマイトと Al 合金との熱膨張係数は約 5 倍異なり、後の薄膜形成工程の熱処理温度が高いとアルマイトにクラックが発生して、多数の信号の欠落を起こす。このクラックの発生防止のために、アルマイト厚さとアルマイト形成条件の影響を調べ、熱処理温度 330°C 程度まではクラックの発生を皆無にすることができた。

また表面欠陥の低減に対しては、母材金属の高純度化と不純物の分散をよくすることが有効であることを見いだした⁽⁵⁾。ディスク用の Al-4%Mg 合金は、不純物として Fe, Si, Mn などを含んでおり、これらは合金中に金属間化合物として析出している。この化合物はアルマイト形成時に溶液中に溶出したり、あるいはアルマイト化されずに残るために、直径 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ 、深さ $1 \sim 10 \mu\text{m}$ の凹みを生じる。記録再生の最小単位である 1 ビットの大きさが、約 $20 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 程度の高密度記録時には、径 $10 \mu\text{m}$ 以上の凹みは信号の欠落をもたらす。このように従来から用いられている基板は、そのままでは高密度記録用の基板としては用いられない。上でのべたような不純物の挙動とその形態の観察をもとに、母材金属の高純度化と不純物の分散性の向上を図った新基板を開発した。図 5 は新基板と従来基板の表面の金属顕微鏡写真である。径 $10 \mu\text{m}$ 以上の欠陥は大幅に減少している。

図 5 ディスク基板の顕微鏡写真。
(a) 従来基板 (b) 新基板

3. ディスク特性

以上のべたような基板技術と媒体形成技術に加え、シミのない基板洗浄技術も開発した。実際の磁気ディスクを製作し、ディスクとしての諸特性を評価し、良好な結果をえている⁽⁶⁾。現在本技術により実用化されている記録密度は 24000 ビット/ mm^2 であり、IBM 最新鋭機 3380 の 18000 ビット/ mm^2 を凌いでいる。また新ディスクの記録密度は技術的には、従来の塗布媒体の 10 倍以上が見込まれる⁽⁷⁾。

4. 実用例および特許

本開発の磁気ディスク技術は、微小浮上量浮上ヘッド技術⁽⁸⁾とともに、世界最高の記録密度を有する 3.2 ギガバイト集合形磁気ディスク記憶装置⁽⁹⁾の実用化の基本技術であり、この記憶装置はデータ通信システムに用いられる。

関連する特許は媒体の組成、薄膜形成法、基板など広範囲にわたり、約 50 件出願している。また重要な 7 件については、外国特許を申請しており、現在 6 カ国において延べ 21 件が成立している。

文 献

- (1) 服部誠示, 田子章男, 石井芳一, 寺田 章, 石井修, 太田 聡: 研究実用化報告, **31**(1982), 277.
- (2) 日本特許: 特願昭 51-78611 (登録番号 1086866)
外国特許: 米, 英, 仏, 西独, カナダ成立.
- (3) 日本特許: 特願昭 51-103735, 51-103736 (登録番号 1024364)
外国特許: 米, 西独成立.
- (4) 日本特許: 特願昭 49-121948 (登録番号 956527)
外国特許: 英, 仏成立.
- (5) 日本特許: 特願昭 49-121948
- (6) 中西卓二, 越本泰弘, 佐藤勇武, 大原秀一, 西村力: 研究実用化報告, **31**(1982), 259.
- (7) 寺田 章, 石井 修, 吉村文一, 服部誠示: 研究実用化報告, **31**(1982), 1731.
- (8) 木暮賢司, 北 寿郎, 福井茂寿, 三矢保永: 研究実用化報告, **31**(1982), 291.
- (9) 金子礼三, 吉井 静: 研究実用化報告, **31**(1982), 241.