

氏 名	桐野文良
授与学位	博士（工学）
学位授与年月日	平成5年2月10日
学位授与の根拠法規	学位規則第5条第2項
最終学歴	昭和56年3月 東京工業大学大学院総合理工学研究科 電子化学専攻修士課程修了
学位論文題目	大容量光磁気ディスク用記録膜の耐食性及び 熱安定性向上に関する研究
論文審査委員	東北大学教授 杉本 克久 東北大学教授 本間 基文 東北大学教授 橋本 功二

論 文 内 容 要 旨

近年の高度情報化社会の進展にともない、高密度・大容量のファイルメモリーへのニーズが高まっている。これに応えるものとして光磁気記録が注目されており、中でも、書換え可能な光磁気ディスクの開発が、多くの研究機関で進められている。これまでの研究によれば、TbFeCo非晶質合金が光磁気記録材料として最も優れていると考えられている。

ところで、この材料を記録膜に用いた光磁気ディスクの実用化において、ディスクの信頼性という観点から次の2つの大きな課題があった。まず1番目は記録膜の耐食性が低い点で、これは記録膜を構成する主元素のTbやFeは、大気中の水や酸素と容易に反応して、酸化物や水酸化物を形成するため磁気特性が変動したり、局部腐食による記録膜の溶出等により、情報の記録や再生が安定してできなかつたり、データが消滅したりする場合があることである。そして、2番目は、記録や消去の繰返しによる記録膜の熱安定性の問題である。記録や消去を行う場合、レーザー光を記録膜に照射してCurie温度付近まで上昇させるため、非晶質である記録膜の磁気特性が構造緩和等により変動することが考えられる。本論文では、以上2点の課題を中心に詳細に研究した成果をまとめたもので、全部で8章よりなる。以下、各章の概要ならびに得られた結論を要約して述べる。

第1章 序 論

光磁気ディスクの特徴及び光磁気記録の記録-再生の原理について解説すると共に、TbFeCo光磁気記録材料の耐食性及び熱安定性に関するこれまでの研究状況について概括し、本研究の意義を

述べた。

第2章 実験方法

本研究に用いた光磁気記録膜及びディスクの作製方法，磁気特性の測定方法，腐食の加速試験方法，ディスク特性の評価方法，熱安定性の評価方法，腐食メカニズムの検討方法，等について述べた。

第3章 希土類－鉄族元素系光磁気記録膜の耐食性に及ぼす添加元素の影響

これまでの基礎的検討から，TbFeCo膜に生じる腐食を水と酸素が作用する湿気腐食，酸素が作用する乾食（以上，全面腐食），それにハロゲンイオン等の腐食性イオンの作用する塩化物孔食（局部腐食）の3種類に分類した。まず初めに，TbFeCo光磁気記録膜のFeの一部を添加元素で置換した時の磁気特性と耐食性の変化について調べた。その結果，磁気特性の変化が小さく，かつ先の3つのタイプの腐食を同時に抑制できる元素はTi, Ta, Nb, Crであることを見出した。腐食抑制メカニズムをオージェ電子分光法，電気化学的手法，等を駆使して調べた。湿気腐食及び乾食は膜表面に酸化物不動態層が形成されているため腐食の進行速度が低下することを明らかにした。また，塩化物孔食については，孔の周囲及び膜表面に添加元素が濃縮しており，それにより孔の発生及び成長が抑制されていることを明らかにした。乾食の活性化エネルギーの測定から，Nb添加膜が最も大きな値が得られた。総合的に見てNb添加が耐食性に最も有効であると判断された。

第4章 Nb添加 TbFeCo 光磁気記録膜の磁気特性と耐食性

磁気特性及び耐食性の両面から最も優れた記録膜と考えられるNb添加 TbFeCo膜について，Nb濃度或いは作製プロセスと磁気特性及び耐食性との関係について詳細に検討した。TbFeCoのFeの一部をNbで置換すると，Kerr回転角，保磁力，そして飽和磁化ともにSlator-Pauling曲線に従って変化し，これは部分磁化モデルで説明できる。磁気特性及び耐食性の面から，Nbの最適濃度は2～3at%であった。記録膜の作製プロセスと磁気特性及び耐食性の関係について検討した。記録膜中に存在する酸素濃度の違いにより磁気特性は変化するが，耐食性に違いは見られなかった。また，基板通過型スパッタ装置と基板回転型スパッタ装置のスパッタ方式の異なる2種類の装置を用いて作製した膜の磁気特性と耐食性を比較した。その結果，基板通過型スパッタ装置より基板回転型スパッタ装置の方が残留酸素の影響を受け，Tbが酸化するため磁気特性が変化した。しかし，耐食性に及ぼす影響は見られなかった。ディスクを作製した場合のKerrエンハンス・保護膜のSiNx膜の作製プロセスと記録膜の耐食性について検討した。この膜をSiターゲットを用いた反応性スパッタ法により作製した場合が，最も優れた耐食性を示した。Nb添加により耐食性が向上するのは，Nbの不動態化によることをESCA分析により明らかにした。

第5章 二元素同時添加 TbFeCo 光磁気記録膜の磁気特性と耐食性

さらに耐食性向上を図るため，磁気特性及び耐食性的に互いに相補の関係にあるPtとNbを同

時に添加した TbFeCo 膜について検討した。Nb と Pt とをバランスを取りながら両元素を同時に添加すると、磁気特性を変化させずに 1 元素添加の場合より多量の元素添加が可能であった。その結果、多量の Nb を含むので、湿気腐食に対する耐性を向上させることができた。Pt を含むことから、塩化物孔食に対する耐性を向上させることができ、腐食抑制効果をさらに高めることができた。添加元素の組成を最適化した Pt 8 at%, Nb 3 at% を含む TbFeCo 膜を用いたディスクの記録-再生特性は、Nb 添加膜を用いた場合と同じであった。また、この膜の湿気腐食に対する耐性が向上するのは、膜内部への酸素の拡散が著しく抑制されたためであることをオージェ分析により明らかにした。膜寿命を測定すると、TbFeCoNb 膜の 7 倍以上の延命効果があった。

第 6 章 希土類-鉄族元素系光磁気記録膜の熱安定性と書換え特性

光磁気記録膜の熱安定性について計算機シミュレーションと実験の両面から検討した。記録膜の熱安定性は消去時の膜の最高到達温度により支配され、これは、ディスクの積層構造に依存していた。計算機シミュレーションにより積層構造と記録膜の温度分布について調べた。その結果、3 層構造ディスク（基板/SiNx/TbFeCoNb/SiNx）では最高到達温度が 370°C と高かった。これに対して、記録膜を薄くして金属層を設けた 4 層構造ディスク（基板/SiNx/TbFeCoNb/SiNx/Al）では、最高到達温度が 300°C 以下と低かった。しかし、4 層目の金属膜にステンレス鋼を用いると、最高到達温度は 370°C と高くなった。このシミュレーション結果をもとに、ディスクを作製し、記録/消去の繰返し特性を調べた。3 層構造ディスクに記録した情報を、トラックオフセットを考慮して消去すると、約 1000 回の記録/消去の繰返しで 7 dB の再生出力の低下が観測された。偏光顕微鏡で記録/消去を繰返したトラックに形成された磁区を観測すると、トラック中心部分に磁化が反転しない領域が存在していた。これは、消去時に記録膜の温度が約 370°C に上昇し、膜の構造緩和が生じたためであると考えられる。これに対して、金属層に Al を用いた 4 層構造ディスクでは、10⁷ 回以上記録/消去を繰返しても再生信号出力の変化は見られなかった。しかし、金属層にステンレス鋼を用いると、再生信号出力が低下した。記録膜をアニールしたときの磁気特性の変化から、Nb 添加膜は保磁力や Kerr 回転角の変化が小さく、Nb 添加は熱安定性向上に有効である。しかし、Pt, Nb 同時添加膜では逆に元素添加により垂直磁気異方性エネルギーが減少しているため、熱安定性は低下し、実用記録膜としては不相当であった。

第 7 章 本研究の工学的意義

これまでの研究の成果をもとに製品のプロトモデルを試作し、ディスクの特性を総合的に調べた。それによると、60°C-90%RH 中にディスクを 2000 時間以上放置しても、欠陥レート (DER) 及びキャリア対ノイズ比 (CNR) は変化しなかった (Fig. 7-1)。また、世界で初めて記録/消去の繰返し回数 10⁷ 回以上を実現した (Fig. 7-2)。

第 8 章 総括

本論文の結論として、これまでの研究の成果を総括した。

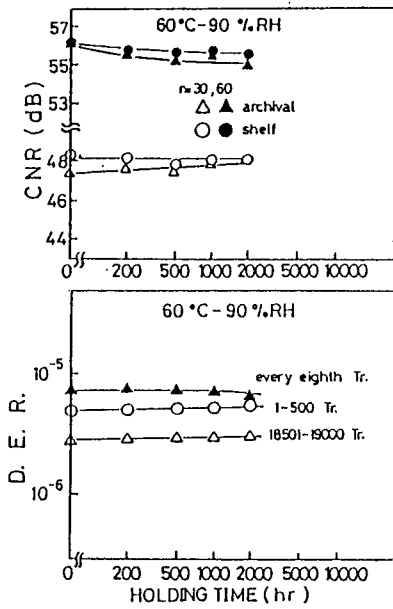


Fig.7-1 60°C-90%RH 中にディスクを放置したときの欠陥レート及びキャリア対ノイズ比の経時変化

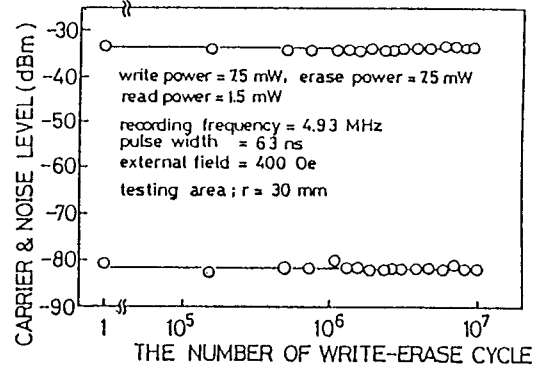


Fig.7-2 試作ディスクの記録/消去の繰返し特性

審査結果の要旨

情報化社会の進展と共に高密度、大容量ファイルメモリーに対するニーズは著しく高くなっている。これに応えるものとして、書換え可能な大容量メモリーである光磁気ディスクについての研究が積極的に進められつつある。しかしこれまでの光磁気記録に関する研究は、記録膜に TbFeCo 非晶質合金を用いたときの磁気特性、ディスク構造、及び記録メカニズムに関する検討が中心で、光磁気ディスクを実用化する上で問題になる記録膜の耐食性及び熱安定性については系統的な検討はほとんどなされていなかった。本論文は、記録膜の耐食性及び熱安定性の向上という2点を中心にして実用光磁気ディスクの開発に関する研究成果をまとめたもので、8章よりなる。

第1章は序論で、本研究の背景、従来の研究状況、本研究の目的について述べている。

第2章は実験方法で、光磁気記録膜の作製方法、腐食試験方法、腐食メカニズムの検討方法、ディスク特性の評価方法、熱安定性の試験方法、について述べている。

第3章では、TbFeCo 光磁気記録膜に生じる腐食を湿気腐食、塩化物孔食、乾食の3種類に分類し、TbFeCo 合金に各種元素を添加したときの磁気特性及び耐食性の変化について調べた結果について述べている。磁気特性を低下させず耐食性を向上させるには Ti, Ta, Nb, Cr の添加が有効であることを明らかにした。

第4章では、磁気特性及び耐食性に及ぼす作製プロセスの影響、積層構造の影響について、TbFeCoNb 膜を例に検討した結果について述べている。

第5章では、更なる耐食性向上を目指し、Nb と Pt の2元素を同時に添加した TbFeCo 膜の磁気特性及び耐食性について述べている。2元素同時添加により塩化物孔食に対する耐食性が大きく向上し、また湿気腐食に対する耐食性も向上することを明らかにした。

第6章では、光磁気記録膜の熱安定性向上について実験と計算機シミュレーションの両面から検討した結果を述べている。Al合金を反射膜に用いた4層構造の光磁気記録媒体を用いることにより記録膜の最高到達温度を300℃以下にすることができ、記録/消去の書換えを 10^7 回以上繰返しても再生信号出力が変化しないことを示した。

第7章では、これまでの研究成果をもとに光磁気ディスクを試作し、総合性能評価を行うと共に、本研究の工学的意義について述べている。

第8章では、本研究で得られた結果を総括し、結論を述べている。

以上要するに本論文は、光磁気記録膜の耐食性と熱安定性の向上に関して系統的な研究を行い、記録膜の材質およびディスクの構造の両面からの改良により信頼性の高い光磁気ディスクを実現できることを述べたものであり、金属工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。