

氏名	小 澤 和 典
授与学位	工 学 博 士
学位授与年月日	昭和 59 年 7 月 11 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 47 年 12 月 ペンシルバニア大学大学院金属工学専攻 修士課程修了
学位論文題目	鉄およびコバルトの斜め蒸着膜の構造と磁気特性に関する研究
論文審査委員	東北大学教授 高橋 実 東北大学教授 池田 拓郎 東北大学教授 岩崎 俊一 東北大学教授 藤森 啓安

論 文 内 容 要 旨

第 1 章 緒 論

近年蒸着法の進歩と、磁気記録に関する電子技術の進歩により、強磁性金属の斜め蒸着膜は、魅力ある磁気記録媒体として脚光を浴びるようになった。しかし、記録媒体として要求される磁気特性更にはこの磁気特性を支配する膜構造に関する基礎的かつ系統的な研究は殆ど成されていない。

本論文は、強磁性体の代表的金属である鉄およびコバルトの斜め蒸着膜を作製し、膜の微細構造について多角度から検討し、磁気特性と構造との関連性を詳細に調べると共に、鉄およびコバルトの薄膜記録媒体を作製し、特に高密度磁気記録の可能性を検討した。

第 2 章 鉄の斜め蒸着膜の構造解析

高分子フィルム（カプトン）上に入射角 ϕ を 0° から 80° として鉄を 250 \AA から 8000 \AA の厚さに蒸着し、透過型電子顕微鏡及び RHEED 法を用いて膜表面、入射面に平行な膜断面および垂直な膜断面について構造を観察した。膜断面の観察用試料は、超マイクローム法により、厚さ 700 \AA 前後に切り出した薄片を用いた。その結果入射角が 40° より大きくなると、入射ビーム方向に長く、かつビームに垂直な方向にひろがった壁状構造が次第に形成されることがわかった。入射角が 75° 以上になると図 1 にみるように入射ビーム方向に長い柱状構造が形成され柱状粒の表面に晶癖が現われる。斜め入射によるこのような膜構造は、膜厚の増加と共に変化する。膜の厚さが 1000 \AA 以下

では、微細な結晶からなる多結晶であるが、膜の厚さが増加すると、ある特定の結晶粒が三角錐状に成長し、単結晶的になる。更に成長すると三角錐状から三角柱状になる。これら柱状粒の表面は酸化され、マグネタイトが形成されていることがわかった。

第3章 鉄の斜め蒸着膜の磁気特性および電気抵抗の異方性

入射角を 0° から 80° まで変化させ作成した膜の磁化曲線、磁気異方性について

測定した。その結果は、図2にみるように入射角が 55° 以下では、入射ビームに垂直方向の保磁力 $H_{c\perp}$ が大きく角形性が良いが、入射角が 65° 以上になると入射ビームに平行な方向の保磁力 $H_{c\parallel}$ が大きく角形性も良くなる。なお飽和磁化 $M_s(\varphi)$ は φ と共に急激に減少し、 $\varphi=80^\circ$ では鉄のバルク値の20%以下となる。

図3には $\varphi=80^\circ$ として蒸着した膜の磁気特性の膜厚依存性を示した。図にみるように膜厚 1000 \AA 以下では、 $H_{c\parallel}$ が減少するが、 $H_{c\perp}$ は膜厚によって殆ど変化しない。一方 $M_s(\varphi)$ は膜厚の増加と共に漸増の傾向を示す。このような磁気特性の膜厚依存性は、第2章で述べた構造の変化の様子から理解される。

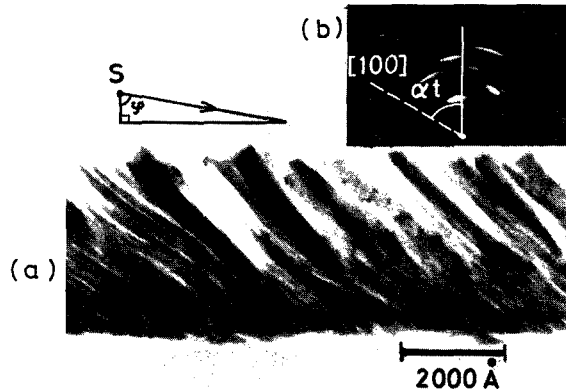


図1 入射角 80° の鉄の斜め蒸着膜の入射面に平行な断面の透過型電子顕微鏡による観察(a)とRHEED像(b)

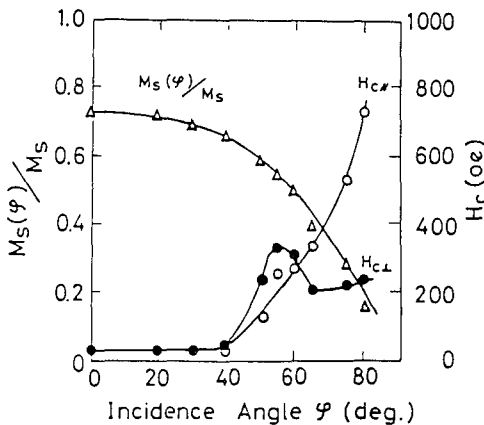


図2 鉄の斜め蒸着膜の入射角にたいする飽和磁化 $M_s(\varphi)$ 、入射ビームに平行な方向の保磁力 $H_{c\parallel}$ 、入射ビームに垂直な方向の保磁力 $H_{c\perp}$ の関係 (膜厚 $1000\text{ \AA} \sim 2000\text{ \AA}$)

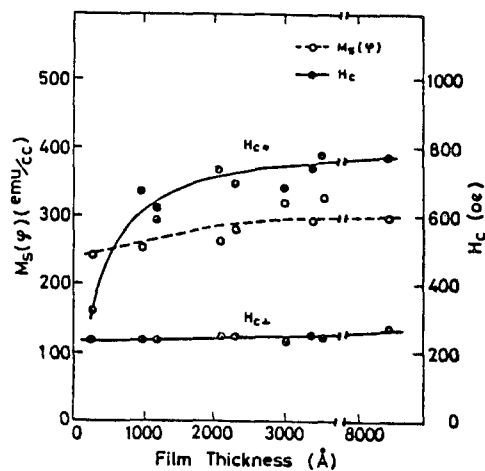


図3 入射角 80° の鉄の蒸着膜の $M_s(\varphi)$ 、 $H_{c\parallel}$ および $H_{c\perp}$ の膜厚依存性

一方図4にみるように面内磁気異方性と電気抵抗の異方性は、良く似た入射角依存性を示す。なお $\varphi=80^\circ$ で作成した蒸着膜の膜面内の磁気トルクは、7 kOe以上で外部磁界の増加とともに減少した。この異常な磁界依存性を解析した結果、柱状粒が膜内に対して約 40° の方向に立ち上がっているため、外部磁界が増加すると、磁化の方向が、柱状粒の方向から磁界の方向に螺旋状に回転していくことが原因であると推察した。これを確認するためには、柱状粒子が膜面に平行に並んだ状態の試料の磁気トルクを測定すればよい。そこで試料を希塩酸中に浸し、基板と膜との境界層部分を除去し、柱状粒子を膜面にほぼ平行にそろえた。その試料を使って磁気トルクを測定した結果磁気トルクの異常測定磁界依存性が消失した。

次に蒸着膜の膜面に垂直に磁界を印加しながら磁気トルクを測定し、そのトルク曲線をフーリエ解析し、入射面に平行な膜断面内の磁気異方性 K_0 を膜面内の磁気異方性 K_F と柱状構造による磁気異方性 K_s の和として表わした。その結果 $\varphi=80^\circ$ の膜では、 $K_s=2.07 \times 10^6$ erg/ccと求められ、容易磁化方向は、膜面より 16° 立ち上った方向にあることがわかった。

第4章 コバルトの斜め蒸着膜の構造と磁気特性

カプトン上に入射角を 0° から 80° としてコバルトを 250 \AA から 8000 \AA の厚さに蒸着し膜構造と磁気特性について調べた。 $\varphi=60^\circ$ 以上の膜で形成される柱状粒の方位を知るため、X線シュルツ法によって調べた。その結果膜法線より入射ビーム方向に約 60° の方向にコバルトのc軸が存在することがわかった。

磁気特性を図5に示したが、図にみるように φ の増加とともに $M_s(\varphi)$ は単調に小さくなり、 $H_{c//}$ は $\varphi=45^\circ$ 以上で増大する。この $M_s(\varphi)$ の入射角依存性の傾向は、鉄の蒸着膜のそれと一致するが、減少の程度は鉄膜のそれに比べて小さい。

このような $M_s(\varphi)$ の入射角依存性は、膜断写真から得られる膜構造の情報と一致した。

膜面内の磁気異方性定数 K_u は負で、 $|K_u|$ は φ の増加とともに図6に示したように単調に増加する。更にこの異方性の発生原因を明らかにするために K_u の温度変化を測定した結果、その温度変化はコバルトの結晶磁気異方性と一致した。従ってコバルトの斜め蒸着膜の磁気異方性の発生原因は、結晶磁気異方性が主たる原因であることがわかった。

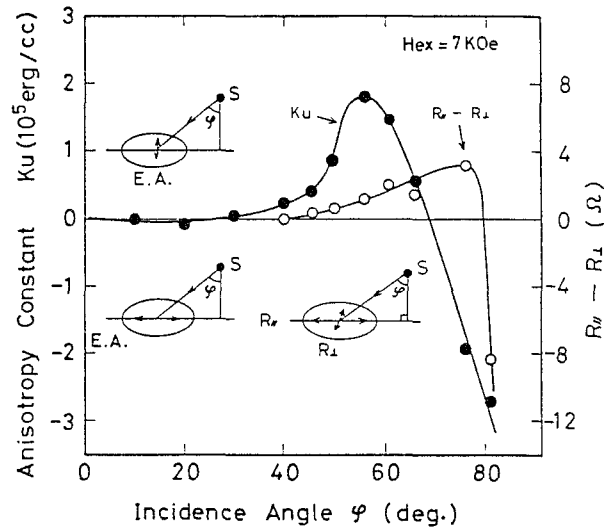


図4 鉄の斜め蒸着膜の膜面内の磁気異方性と電気抵抗の異方性の入射角依存性 (膜厚 $1000 \text{ \AA} \sim 2000 \text{ \AA}$)

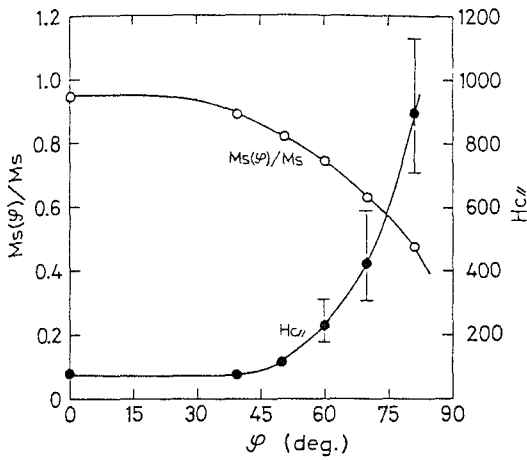


図5 コバルトの斜め蒸着膜の $M_s(\varphi)$ および H_{cH} の入射角による変化 (膜厚 1000 Å ~ 2000 Å)

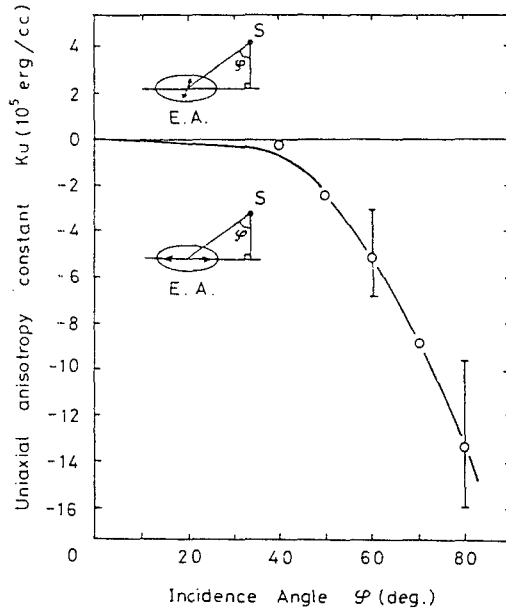


図6 コバルトの斜め蒸着膜の膜面内の磁気異方性の入射角依存性 (膜厚 1000 Å ~ 2000 Å)

第5章 磁気記録媒体としての検討

カプトン上に鉄、およびコバルトを $\varphi = 78^\circ \sim 80^\circ$ で蒸着して磁気テープを作製し、高密度磁気記録媒体としての可能性を検討した。電磁変換特性については図7に示したように蒸着テープは塗布型 $\text{Co}-\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ テープと比べて短波長領域での出力が大きく高密度磁気記録に適していることがわかった。次に4.5 MHzのキャリア信号を記録し再生出力の周波数分析を行った結果、蒸着テープは変調ノイズが小さくキャリアのS/N比は鉄蒸着テープで50.2 dB、コバルト蒸着テープで49.6 dBと、塗布型テープの42.5 dBよりも大きいことがわかった。塗布型テープではS/N比42 dBを得るための記録密度は65 Mbits/in²が上限と考えられているが、鉄蒸着テープでは130 Mbits/in²まで高められる。

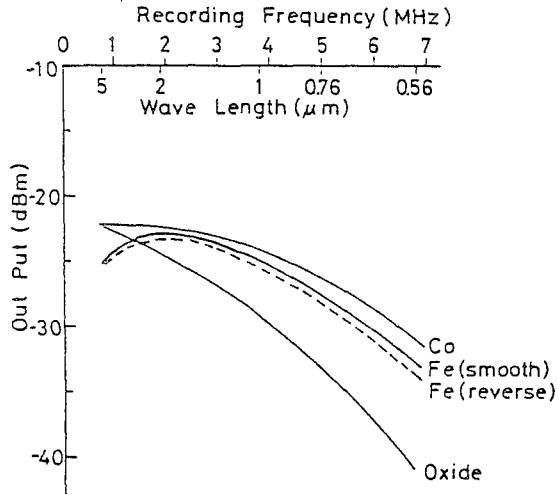


図7 鉄蒸着テープ、コバルト蒸着テープおよび塗布型テープの電磁変換特性 鉄蒸着テープでは磁気ヘッドを柱状粒に対して順方向に走行させた場合と逆方向に走行させた場合について示す。

しかし、ヘリカルスキャンVTRにて走行させたところ、蒸着膜にビデオヘッドの走行方向に沿って円弧状のクラックが生じ、凝着機構によって容易に膜剥離が生じた。この対策として蒸着膜表面にSiO₂のスバッタ保護膜を施したところ膜剥離の問題は大幅に改善された。

更にSO₂ガス試験と高温高湿試験によって耐錆性について検討し、良好な結果を得た。しかし、蒸着テープのガイド類上の走行およびヘッドとの接触を含めた走行系については、今後更に検討すべき問題点であることがわかった。

第6章 総 括

鉄とコバルトの斜め蒸着膜の構造と磁気特性との関連について基礎的かつ系統的な研究を行ったのち、蒸着テープを作製し、その記録特性を検討した。その結果これら蒸着テープは有望な高密度磁気記録媒体であることを明らかにした。

審 査 結 果 の 要 旨

近年薄膜作製技術の進歩と磁気記録工学の進歩により、強磁性金属・合金の斜め蒸着膜が新しい磁気記録媒体として注目されるようになった。しかし、斜め蒸着薄膜記録媒体に要求される電磁気的特性と、薄膜媒体の構造と磁気特性に関する基礎的かつ系統的な研究は殆んどなされていない。

本論文は、以上の点に着目し、鉄およびコバルトの斜め蒸着膜について、膜構造と磁気特性の入射角依存性を詳細にしらべ、高密度磁気記録媒体としての可能性を検討した研究の成果をまとめたもので、全編6章よりなる。

第1章は緒論であり、本研究の意義と目的について述べている。

第2章では、鉄斜め蒸着膜の入射角および膜厚による膜表面、蒸気ビームの入射面に平行および垂直な膜断面の構造の変化を詳細に観察し、解析している。ここで入射角の増加により、結晶粒が〔111〕から〔100〕を繊維軸とする構造に凝集して変化し、膜厚が増加すると、それら結晶粒の形状が三角錐状から三角柱状に成長し、柱状粒の表面がマグネタイトにおおわれた粗い組織となることを明らかにしている。これらの結果は、薄膜成長機構に関する興味ある知見である。

第3章では、磁化曲線、磁気および電気抵抗の異方性が入射角による特異な変化を、前章で述べた構造と関連づけて説明している。特に、ここで斜め蒸着膜に観測される高磁界下における磁気トルクの減少は、柱状粒子が斜めに配列した状態の磁化のらせん回転機構に起因することを実験的、理論的に明らかにしたことは磁気物性学上興味ある知見である。

第4章では、コバルト膜について、構造と磁気特性の入射角依存性をしらべ、柱状結晶粒の繊維軸方向が、*c*軸とほぼ一致し入射角に依存しないこと、磁化特性は、結晶磁気異方性によって支配され、形状磁気異方性の寄与は殆んどないことを実験的に明らかにしている。

第5章では、芳香族ポリイミド樹脂（商品名カプトン）上に鉄およびコバルトを、入射角70°～80°で蒸着した磁気テープを作り、記録媒体としての電磁変換特性、再生出力の変調ノイズ、記録密度、テープの走行性、耐錆性等を、従来の塗布型Co- γ Fe₂O₃テープの特性と比較し、鉄斜め蒸着膜が短波長領域において出力が大きく、高密度記録媒体に適していること、媒体表面にSiO₂の保護膜を付与することによってテープ走行性が大幅に改善されること等を明らかにしている。これらの結果は磁気工学上注目すべき知見である。

第6章は総括である。

以上要するに本論文は、鉄およびコバルト斜め蒸着膜の入射角に依存する特異な磁化特性を、膜構造の解析によって解明するとともに、高密度記録媒体斜め蒸着膜の開発について有用な知見を加えたもので、磁気物性並びに磁気工学に寄与するところ少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。