

明 細 書

発明の名称：

熱アシスト記録方式用磁気記録媒体およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、熱アシスト記録方式用磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブの記録容量は増大の一途を辿っており、搭載される磁気記録媒体の記録密度も高くなるばかりである。それに伴って、磁気記録に用いるヘッドの浮上高さは年々小さくなり、ヘッドと磁気記録層間の距離（磁気スペーシング）を、益々小さくすることが求められている。磁気スペーシングを小さくする方法の1つは、磁気記録層の上に形成される保護層を薄膜化する方法である。

[0003] 保護層は、その言葉通り、磁気記録層を保護する役割を担っており、金属材料等からなる磁気記録層が大気中の水分や腐食性ガスと反応して腐食することのないよう、高い耐食性を有している必要がある。加えて、ヘッドは、磁気記録媒体上を相対的に高速に移動し、かつ僅かな磁気スペーシングで浮上している。このヘッドが、何かの不具合で磁気記録媒体に接触した場合でも、磁気記録層がダメージを受けることのないよう、ヘッドの浮上走行に対する耐久性が必要とされる。現在、保護層はDLC（Diamond like Carbon）からなっており、厚さ3.0nmを切るまで薄膜化されている。

[0004] また、更なる高記録密度化に応える新しい記録方式として、熱アシスト記録方式があり、その到来が1～2年後に迫っている。熱アシスト記録方式とは、磁気記録媒体の表面にレーザー光等を照射し、磁気記録媒体の光吸収による加熱、昇温を利用して磁気記録層の保磁力を低下させ、ヘッドによる信号書き込みをアシストすることで、より高い記録密度での磁気記録を可能と

する技術である。これによって保護層および潤滑層は、上記磁気記録層の昇温による熱伝導を受け、300℃程度以上まで加熱されると予想される。よって、熱アシスト記録方式に適用される保護層および潤滑層については、上記の通り、レーザー光照射によって加熱された場合（以下、レーザー光加熱と呼ぶ）でも耐食性、耐久性を有することが求められることになる。

[0005] 実際に、従来のDLC保護層を有する磁気記録媒体に熱アシスト記録方式を適用して信号を書き込むと、保護層および潤滑層はレーザー光加熱による品質劣化を起こす。これは更に、耐食性の悪化によるエラー箇所の増大、耐久性の悪化による磁気記録媒体の短寿命化、破損率の上昇といった問題を引き起こす。この対策としては、特許文献1に示されるように、磁気記録層上に断熱層を設けた上で保護層を形成する方法が挙げられる。特許文献1は、断熱層として、熱伝導率の低いSiO₂、TiO₂、ZrO₂などが好適であり、その成膜方法は、各材料のターゲットに対してO₂ガスを成膜ガスとする反応性スパッタで行なうことを記載している。しかし、本発明者が上記方法を実施したものの、成膜時のO₂ガスが磁気記録層を酸化させ、磁気記録層が劣化し、実用には適さないことが分かった。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2010-153012号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明の目的の1つは、耐食性と耐久性を有し、磁気記録層を劣化させることなく、熱アシスト記録方式に対応可能な耐熱性を有する保護層を適用した、熱アシスト記録方式用磁気記録媒体を提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明の課題を解決するための手段の例は、次のとおりである。

[0009] 一例は、非磁性基板上に磁気記録層と、前記磁気記録層の上部に保護層を

有する磁気記録媒体において、前記保護層は、前記磁気記録層の上部の第一下部保護層と、前記第一下部保護層上の第一上部保護層と、前記第一上部保護層上の第二保護層とを含み、前記第一下部保護層は、S i, A l, C uからなる群から選択される元素を主成分とし、前記第一上部保護層は前記第一下部保護層の材料の酸化物により構成される層であることを特徴とする熱アシスト磁気記録方式用磁気記録媒体である。

[0010] ここで、前記第一下部保護層の熱伝導率が $100\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{k})$ 以上の非磁性金属であり、前記第一上部保護層の伝導率が $50\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{k})$ 以下であることが好ましい。

[0011] また別の例は、非磁性基板上に、磁気記録層と前記磁気記録層の上部に保護層を有する磁気記録媒体の製造方法において、前記磁気記録層の上部に第一の保護層を設ける工程と、前記第一保護層の上部に第二保護層を設ける工程と、酸化処理工程とを、順次行い、前記第二保護層の膜厚は 0.3 nm 以上、 2 nm 以下であり、前記第一保護層はS i, A l, C uからなる群から選択される元素を主成分とすることを特徴とする熱アシスト記録方式用磁気記録媒体の製造方法である。

[0012] 更に別の例は、非磁性基板上に、磁気記録層と前記磁気記録層の上部に保護層を有する磁気記録媒体の製造方法において、前記磁気記録層の上部に第一保護層を設ける工程と、酸化処理工程と、前記第一保護層の上部に第二保護層を設ける工程とを、順次行い、前記第二保護層の膜厚は 0.3 以上、 5 nm 以下であり、前記第一保護層はS i, A l, C uからなる群から選択される元素を主成分とすることを特徴とする熱アシスト記録方式用磁気記録媒体の製造方法である。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、従来同等の耐食性と耐久性を有し、磁気記録層を劣化させることなく、熱アシスト記録方式に対応可能な耐熱性を有する保護層を適用した、熱アシスト記録方式用磁気記録媒体を提供することが出来る。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]図1は、本発明の磁気記録媒体の製造途中段階の構成を示す断面模式図である。

[図2]図2は、本発明の磁気記録媒体の構成を示す断面模式図である。

[図3]図3は、本発明の磁気記録媒体の製造工程の一例である。

発明を実施するための形態

[0015] 以下に図を用いながら、本発明の実施形態の一例を説明する。

[0016] 図1は製造途中段階の断面模式図で、図2は製造された磁気記録媒体の断面模式図であり、図3は本発明で用いられる磁気記録媒体の製造工程の一例を示したものである。

[0017] まず、基板研磨・洗浄工程101において、ガラスまたはアルミニウムを母材としたドーナツ状の円盤基板が、ヘッドの浮上に好適な粗さになるまで平坦に研磨された後、研磨剤や研磨屑が精密に洗い流される。具体的には、例えば、ガラスを母材とする基板を、基板研磨・洗浄工程101にて表面粗さRaが0.1nm程度になるよう研磨した後、超音波洗浄とスクラブ洗浄によって、研磨剤や研磨屑を十分に除去する。このようにして非磁性基体1が得られる。

[0018] 続いて成膜工程102では、真空中に保たれた成膜装置の中で、スパッタ法等によって非磁性基体1上に磁気記録層4、保護層が順次形成される。本願発明では、他に任意の層として、前記非磁性基体1と前記磁気記録層4の間に、軟磁性裏打ち層2及び下地層3が形成されてもよい。前記軟磁性裏打ち層2は磁気記録層4への記録に用いられる単磁極ヘッドが発生する磁束を集中させる役割を担い、フェライトやCoFe系軟磁性材料が用いられる。また、前記軟磁性裏打ち層2は、非磁性基体側の軟磁性層、交換結合制御層、及び磁気記録層側の軟磁性層からなる積層構造を有することが好ましい。しかしながらこれに限定されるものではなく、単層構造でも良い。

[0019] 前記下地層3は磁気記録層4の結晶粒子径及び結晶配向を制御するための層である。したがって、下地層3の材料は、磁気記録層の材料に合わせて適宜選択される。たとえば、下地層3の直上に位置する磁気記録層4の材料が

、六方最密充填（hcp）構造を有するCoを主体とした材料である場合は、下地層3の材料は、同じ六方最密充填構造もしくは面心立方（fcc）構造を有する材料から選択されることが好ましい。具体的には、Ru、Re、Rh、Pt、Pd、Ir、Ni、Co、又はこれらを含む合金などを下地層3の材料として挙げることができる。

[0020] 前記磁気記録層4の一例としてはCoCr合金、CoPt合金等が挙げられ、その厚さは5～50nm程度である。磁気記録信号のノイズ低減を目的として、磁気記録層の磁性粒子を磁氣的に分離させる必要があり、前記合金の磁気記録層中にSiO₂などの酸化物が添加されるグラニュー構造を有することもある。なお、前記磁気記録層4はFePtなどの規則化合金であっても良いし、また、積層構造をとってもよい。

[0021] 前記磁気記録層4が成膜された後、連続して、同じく真空に保たれた成膜装置の中で保護層5が成膜される。まず、第一保護層5が成膜される。具体的には、例えば、Siターゲットを取り付けた成膜チャンバ内に、不活性ガスであるArガスを流量20sccmで流し、DCスパッタ方式によりDC出力150WにてSiを成膜する。膜厚は成膜時間を調整することで制御される。第一保護層5の材料は、鋭意検討した結果Si、Al、Cuからなる群から選択される元素を主成分とするものが好ましい。ここで、主成分とは他の元素が不純物レベルで含まれていてもよいことを意味する。

[0022] 次に第一上部保護層5bの形成について説明する。前記第一上部保護層5bの形成には二つの方法がある。一つは、第一保護層5を形成直後に酸化処理を行って、第一下部保護層5aとその材料の酸化物により構成される第一上部保護層5bとを形成し、次いで第二保護層6を形成する方法である。この酸化処理を酸化処理（I）とする。もう一方は、第一保護層5を形成後に第二保護層6を形成し、その後に酸化処理を行って、第一下部保護層5aとその材料の酸化物により構成される第一上部保護層5bを形成する方法である。この酸化処理を酸化処理（II）とする。

[0023] 酸化処理（I）を用いる方法においては、第一保護層5を形成後、酸素プ

ラズマ処理ないし、酸素を有する雰囲気下での紫外線照射処理、酸素を有する雰囲気下での加熱処理等により前記第一保護層 5 に酸化処理 (I) をし、第一上部保護層 5 b を形成することができる。具体的には、酸素を有する環境下で、低圧水銀ランプないし、エキシマランプを用いて紫外線照射を行うことが好ましい。第二保護層 6 の厚さが 2 nm 以上の場合は、前記第一保護層 5 を形成後に酸化処理することが好ましい。

[0024] また、異物付着防止等の点から、前記第一保護層 5 を形成した装置と同じ装置内で、前記酸化処理 (I) をすることが好ましい。しかしながら、前記装置外に出して酸化処理しても良い。

[0025] 次に第二保護層 6 をプラズマ CVD (Chemical Vapor Deposition) 法等によって成膜する。具体的には、例えば、熱フィラメント方式のプラズマ CVD 法で、DLC からなる第二保護層 6 を成膜する。プラズマ CVD の原料ガスは C_2H_4 、ガス流量は 30 sccm、フィラメントー基板間のバイアス電圧は 100 V などとすることができる。しかし、この条件に限定されるものではない。第二保護層 6 の厚さは磁気スペース低減および耐食性等の保護機能の点から 0.3 nm 以上、5 nm 以下が好ましく、さらに好ましくは 0.3 nm 以上、2.0 nm 以下である。膜厚は成膜時間を調整することで制御される。

前記第二保護層 6 は、DLC に限定されるものではなく、グラッシーカーボンでも良く、水素、窒素などが添加されていても良い。また、成膜方法も CVD 法に限定されるものではなくスパッタリング法でも良い。

[0026] 前記第二保護層 6 の膜厚が 0.3 nm 以上、2.0 nm 以下と薄い場合は、前記酸化処理 (I) をしないで前記第二保護層 6 を形成後に酸化処理 (II) を行い、第一保護層 5 の酸化物層である第一上部保護層 5 b を形成することもできる。酸化処理 (II) として、温度は 10 °C から 85 °C、湿度は 10 % RH から 85 % RH の、大気環境下に 10 時間以上置くことが好ましい。これにより酸素分子が第二保護層 6 を透過して、第一保護層 5 の第二保護層 6 側が酸化し、第一上部保護層 5 b が形成される。さらに好ましくは、温度

は40℃から60℃、湿度は10%RHから40%RHの大気環境下に10時間から20時間、置くことである。上記の温度湿度範囲内であるとより均一で良好な酸化膜が形成され、表面粗さの増大、あるいは面内での飽和磁化量のばらつき増大などの不具合の発生も抑制できる。また、媒体へのパーナイクサル汚染を防ぐために、クリーン度はクラス1000以下の環境で行うことが好ましい。クラス1000とは1立方メートル中に0.5μm以上の粒子が1000個あることを示す。なお、本実施形態では上述の通り、磁気記録媒体7を大気環境下に置くことにより第一保護層5のうちの第二保護層6側が酸化するが、同様の効果をもたらされるものであれば、その実施形態は大気環境下に置くことに限定されない。酸素を有する環境下であれば、適宜酸素濃度および処理時間を調整することで大気環境化での処理と同等の効果が得られる。第二保護層6の膜厚が2nm以下の場合には酸化処理(II)による前記第一上部保護層5bの形成がコスト等の点から好ましい。また、潤滑層を形成する前に酸化処理(II)をすることにより、潤滑層を形成した後に酸化処理(II)をする場合に比べて、酸化処理(II)の時間を短縮することができ、また、均一に酸化物層を形成することができるため好ましい。

[0027] 続いて、潤滑層工程104にて、第二保護層6上に液体潤滑剤が塗布されて潤滑層(図示せず)が形成されてもよい。液体潤滑剤としては、例えばパーフルオロポリエーテル(PFPE)などが用いられ、スピンコート法ないしディップング法などによって塗布される。潤滑層の厚さを測定するために、まず、フーリエ変換赤外分光法(FTIIR)で予め潤滑層のないう状態での測定を行なっておく。次いで前記潤滑層を形成後に再度測定する。こうして、両者の強度の差分から潤滑層の厚さを得ることが出来る。具体的には、例えば、ディップング法により、潤滑剤Z-Treatraol(Solavay Solis社製)を用いて、潤滑層を形成する。潤滑層は保護層の膜質等を考慮して潤滑層の機能を果たす膜厚とすることが好ましく、具体的に、0.3nm~1.5nmが好ましい。

[0028] 以上の工程を経て得られた磁気記録媒体に対し、ヘッド浮上の妨げになり

得る表面の突起物・付着汚れを除去するための、表面クリーニング工程 10
 が実施される。具体的には、例えば、粒度 # 6000 のアルミナ等の砥粒
 を有するバーニッシュで磁気記録媒体上全面を走査することにより、
 磁気記録媒体上の突起物・付着汚れを除去する。

[0029] こうして得られた磁気記録媒体の製造工程を図 3 に示す。ここでは、潤滑
 層を形成する前のものを磁気記録媒体 A1 と呼ぶことにする。なお、酸化処
 理 (I) を行う場合、酸化処理 (II) は行わない場合もあり、その場合は、第
 二保護膜を成膜後のものである。また、酸化処理 (II) を行う場合は酸化処
 理 (II) の後の状態である。また、潤滑層を形成し、表面クリーニングした
 ものを磁気記録媒体 A2、レーザー光を照射し、レーザー光加熱を付与した
 ものを磁気記録媒体 A3 と呼ぶことにする。

これらを用い、第一上部保護層 5b の酸素量、および、磁気記録媒体 7 の
 飽和磁化量、耐食性、耐久性に関する評価方法を次に示す。

[0030] まず、第一上部保護層 5b の酸素量については、X 線光電子分光分析 (X
 PS) で前記磁気記録媒体 A1 の深さ方向の元素強度分布 (デプスプロフ
 イル) を測定することと求められる。例えば、第一下部保護層 5a を S1、
 第一上部保護層 5b を S1O₂、第二保護層 6 を DLC とした場合、C1s ス
 ペクトルと S1s スペクトルのデプスプロファイルが交わった点を第二保
 護層 6 と第一上部保護層 5b の境界と考え、その時の O1s スペクトルの強
 度を求めた。そして、O1s スペクトル強度により、酸素量を比較した。

[0031] 第一保護層 5 及び第二保護層 6 の形成による磁気記録層の劣化を評価する
 ため飽和磁化量を測定する。磁気記録媒体の飽和磁化量については、極 K_e
 r 効果測定装置を用いて、磁気記録媒体 A1 のヒステリシスループを求め
 ることにより、飽和磁化量 M_s を求める。この値が、リフレーションに対し ±
 1% の範囲であれば合格とする。なお、前記リフレーションは第一保護層 5 及
 び第二保護層 6 を形成しないこと以外、前記磁気記録媒体 A1 と同じ製造工
 程を経た磁気記録媒体とした。

[0032] 次に、実際にレーザー光加熱された場合の保護層および潤滑層の劣化を耐

食性および耐久性で評価する。まずレーザー光を磁気記録媒体に照射し、加熱する。具体的には、磁気記録媒体 A 2 を一定速度で回転させておき、その表面にレーザー光を照射して磁気記録層を加熱する。さらに具体的には、例えば、外形 65 mm、内径 20 mm の磁気記録媒体 A 2 を 4200 rpm で回転させておき、波長 650 nm、スポット径 0.9 μ m のレーザー光を、磁気記録媒体 A 2 表面に、パワー 30 mW で照射する。ハードディスクドライブの寿命を勘案し、1箇所当たり 1,000,000 回の書き込みを想定した照射時間である 5 msec になるまで積算して照射する。これを半径 15 mm ~ 30 mm の範囲において 25 μ m 間隔で行なう。なお、この評価はレーザー光加熱にかぎらず、マイクロ波加熱等によってもなされても良い。

[0033] 次に耐食性の評価については、半径 15 mm ~ 30 mm の範囲の任意の位置に酸を滴下し、第一下部保護層 5 a、第一上部保護層 5 b、第二保護層 6 および潤滑層を通して酸に溶け出た磁気記録層材料の量を測定することによって評価する。前記磁気記録層 4 が CoCr 合金からなる場合は、酸に溶け出した Co 量を評価すれば保護層および潤滑層の耐食性の優劣が判断出来る。その他の磁気記録層材料についても、前記磁気記録層材料に含まれる主要な元素の溶け出した量を評価すれば保護層および潤滑層の耐食性の優劣が判断出来る。手順としては、水平に置かれた磁気記録媒体 A 3 上に、一定量の酸を滴下して一定時間放置した後、この液を全量回収する。前記酸は体積濃度 3% の硝酸で、滴下量は 0.8 ml、滴下後の放置時間を 1 時間とすることが出来る。そして ICP-MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry) により液中に含まれる Co 量を測定する。その値を、滴下した液が磁気記録媒体表面に触れた面積で割ることによって、単位面積あたりの Co 溶出量が得られる。

[0034] これまでの実績から耐食性の判定基準としては、単位面積あたりの Co 溶出量が 1 ng / cm^2 以下を合格とする。

[0035] 耐久性の評価については、磁気記録媒体 A 3 を用いる。磁気記録媒体 A 3 を一定速度で回転させておき、その表面に球を一定荷重で押し付け、その時

の動摩擦係数を測定する。動摩擦係数の変化から摩耗による表面破壊を検出し、表面破壊に至る摺動回数を評価する。具体的には、磁気記録媒体 A 3 を周速 30 cm/sec で回転させておき、直径 3 mm の $Al_2O_3 \cdot TiC$ 材料からなる球を、荷重 25 g で押し付ける。これまでの実績から摺動回数は 200 回以上であれば合格とする。

[0036] 鋭意検討した結果、前記第一保護層 5 として Si、Al、および Cu が好ましいことがわかった。前記第一保護層 5 として Ti、Zr、または Mg を形成し、酸化処理 (I) および酸化処理 (II) によりそれぞれの酸化膜を形成したものは、レーザー光加熱による保護層及び潤滑層の膜質劣化が進み、耐食性、耐久性に支障が出る結果となった。一方、Si、Al、または Cu を形成し、酸化処理によりそれぞれの酸化膜を形成したものは、レーザー光加熱を行っても、耐食性、耐久性を確保できた。

[0037] 表 1 に示すように、Si、Al、Cu、および Mg は、Ti および Zr に比べて熱伝導度が大きい。Si、Al、または Cu を形成し、酸化処理によりそれぞれの酸化膜を形成したものは、磁気記録層上に熱伝導率の高い第一下部保護層 5a がレーザー光により加熱された磁気記録層が発生する熱を効率的に面内に拡散させる熱拡散層の役目を持つ。さらに、熱伝導率の低い第一上部保護層 5b (金属酸化物層) は、熱を直接第二保護層 6 に伝えないための断熱層の役目を持つ。磁気記録層と第二保護層 6 との間に熱拡散層と断熱層があることにより、第二保護層 6 および潤滑層の膜質劣化を引き起こすことがない。一方、第一下部保護層 5a に Ti または Zr などの単体でも熱伝導率が低い材料を用いた場合は、面内に熱を拡散させる熱拡散層の役目を持たず、熱が直上の第二保護層 6 および潤滑層に伝わって膜質劣化を生じるに至ったと考えられる。また、第一下部保護層 5a に Mg などの単体で熱伝導率が高い材料を用いた場合は、面内に熱を拡散させる熱拡散層の役目は果たすものの、第一上部保護層 5b (金属酸化物層) の熱伝導率も高いために、熱が直上の第二保護層 6 および潤滑層に伝わって膜質劣化を生じるに至ったと考えられる。

[0038] つまり、(1) 磁気記録層の上に高い熱伝導率を持つ熱拡散層（第一下部保護層）を設けること、(2) 前記第一下部保護層 5 a の上に低い熱伝導率を持つ断熱層（第一上部保護層 5 b）を持つことが特に好ましい。表 1 に前記材料の熱伝導率を示す。

[0039] [表1]

材料	単体の熱伝導率 (W/(m・k))	酸化物の熱伝導率 (W/(m・k))
Cu	400	3.4
Al	235	21
Si	150	1.4
Ti	22	8.4
Zr	23	4.0
Mg	156	60

実施例

[0040] 本発明の実施例を以下に示す。なお、これらの実施例は、本発明の垂直磁気記録媒体を好適に説明するための代表例に過ぎず、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0041] また、飽和磁化量 M_s のリファレンス値を得るために、リファレンスとしての磁気記録媒体を作製し、予め飽和磁化量 M_s を測定した。このリファレンスとしての磁気記録媒体は、第一保護層 5、第二保護層 6 及び潤滑層が成膜されていないこと以外、実施例 1 と全く同じ製造工程・製造条件で形成されたものである。リファレンス値は $783 \text{ emu} / \text{cm}^3$ であった。

[0042] (実施例 1)

実施例 1 においては、図 2 に示すように、非磁性基体 1、その上に順次 Co 系の軟磁性裏打ち層 2、Ru からなる下地層 3、CoCrPt-SiO₂ グラニューラー磁気記録層 4、Si からなる第一下部保護層 5 a、SiO₂ からな

る第一上部保護層 5 b、DLC からなる第二保護層 6、及び潤滑層（図示なし）を有する磁気記録媒体を作製した。

[0043] 以下に、図 1 及び図 2 に基づいて実施例について説明する。前記非磁性基体 1 として、表面が平滑な円盤状の化学強化ガラス基体（HOYA 社製 N-10）を用いた。まず、洗浄後の非磁性基体 1 を、成膜装置内に導入した。前記軟磁性裏打ち層 2 から前記第二保護層 6 までの成膜は、大気解放することなく、全てインライン式の成膜装置で成膜した。

[0044] 前記軟磁性裏打ち層 2 として真空度 1.5 Pa の Ar ガス雰囲気中で、DC マグネトロンスパッタ法で、膜厚 20 nm の CoZrNb からなる層を形成した。続いて、前記下地層 3 として、真空度 1.5 Pa の Ar ガス雰囲気中で、DC マグネトロンスパッタ法で、膜厚 20 nm の Ru からなる層を形成した。

[0045] 続いて、前記磁気記録層 4 として、真空度 1.0 Pa の Ar ガス雰囲気中で、DC マグネトロンスパッタ法で、膜厚 15 nm の 91 体積% (Co75Cr15Pt10) - 9 体積% (SiO₂) の組成を有する層を形成した。

[0046] 続いて、第一保護層 5 として Si を厚さ 1.0 nm 成膜した。Si ターゲットを取り付けた成膜チャンバ内に、Ar ガスを流量 20 sccm で流し、DC スパッタ方式により DC 出力 150 W にて Si を成膜した。

[0047] その上に第二保護層 6 として DLC を厚さ 2.0 nm（実施例 1-1）、あるいは 1.5 nm（実施例 1-2）、あるいは 1.0 nm（実施例 1-3）、あるいは 0.5 nm（実施例 1-4）、あるいは 0.3 nm（実施例 1-5）を成膜した。前記第二保護層 6 は、熱フィラメント方式のプラズマ CVD 法で作製した。プラズマ CVD の原料ガスは C₂H₄、ガス流量は 30 sccm、フィラメントー基板間のバイアス電圧は 100 V とする。

[0048] その後、温度 40℃、湿度 30%RH の大気環境下で 15 時間の酸化処理 (II) を行ない前記第一上部保護層 5 b を形成し、その後、潤滑層を 0.9 nm 形成し、表面クリーニング工程 105 を経て磁気記録媒体 7 を作製した。そして、レーザー光加熱を付与した。酸素量、飽和磁化量、耐食性、耐久

性の評価結果を表2に示す。

[0049] (実施例2)

第一保護層5の材料としてAlを採用し、第二保護層6の膜厚を2.0 nm、1.5 nm、1.0 nm、0.5 nmとした以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表2に示す。

[0050] (実施例3)

第一保護層5の材料としてCuを採用し、第二保護層6の膜厚を2.0 nm、1.5 nm、1.0 nm、0.5 nmとした以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表2に示す。

[0051] (実施例4)

第一保護層5を形成後に、紫外線照射処理による酸化処理を行い、第二保護層6を2 nm、3 nm、4 nm、5 nm形成し、前記第二保護層6形成後の酸化処理をしないこと以外は実施例1と同様に作製し、評価した。前記紫外線照射処理は第一保護層5を形成した成膜装置内で行い、窒素と酸素を体積比で1:1の混合ガスを導入して常圧に調整して、主波長が185 nmの低圧水銀ランプを用いて40 Wで15秒照射した。結果を表2に示す。

[0052] (比較例1)

前記第二保護層6としてDLCを0 nmとした以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表3に示す

[0053] (比較例2)

前記第一保護層5の材料としてZrを採用し、第二保護層6の膜厚を2.0 nm、1.5 nm、1.0 nm、0.5 nmとした以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表3に示す。

[0054] (比較例3)

前記第一保護層5としてSiを厚さ1.0 nm成膜し、その上に前記第二保護層6を厚さ5.0 nm (比較例3-1)、あるいは4.0 nm (比較例3-2)、あるいは3.0 nm (比較例3-3)、あるいは2.5 nm (比較例3-4)で成膜した。それ以外は実施例1と同様に作製し、評価した。

結果を表3に示す。

[0055] (比較例4)

前記第一保護層5を成膜する際、成膜ガスとして O_2 ガスを用い、Siを厚さ1.0nm成膜した。その上に前記第二保護層6を厚さ2.0nm成膜した。それ以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表3に示す。

[0056] (比較例5)

前記第一保護層5の材料としてMgを採用し、第二保護層6の膜厚を2.0nm、1.5nm、1.0nm、0.5nmとした以外は実施例1と同様に作製し、評価した。結果を表3に示す。

[0057] 次に参考例として、レーザー光加熱を行わない場合を示す。

前記第一保護層5としてSiを厚さ1.0nm成膜し、その上に前記第二保護層6を厚さ1.0nm(参考例1)、あるいは3.0nm(参考例2)、あるいは5.0nm(参考例3)で成膜した。また、前記第一保護層5の材料としてZrを厚さ1.0nm成膜し、その上に厚さ1.0nmの前記第二保護層6を成膜した(参考例4)。また、前記第一保護層5の材料としてMgを厚さ1.0nm成膜し、その上に厚さ1.0nmの前記第二保護層6を成膜した(参考例5)。

[0058] その後、実施例1に記載の酸化処理を行い、潤滑層を0.9nm形成し、表面クリーニング工程105を経て、磁気記録媒体を作製した。その後、レーザー光加熱を行わずに、耐食性、耐久性の評価を行なった。結果を表3に示す。

[0059] 実施例1～3の結果から、前記第二保護層6のDLCの膜厚が0.3nm以上、2.0nm以下、かつ、前記第一保護層5がSi、あるいはAl、あるいはCuからなる場合には、飽和磁化量、レーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれにおいても合格した。

[0060] また、比較例1で示すように、前記第二保護層6を形成しないとレーザー光加熱後の耐食性、耐久性を満足することはできなかった。

[0061] また、比較例2で示すように、前記第一保護層5にZrを用いた場合は、

レーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれも満足出来ず不合格となった。一方、参考例 4 は耐食性及び耐久性のいずれも良好であった。実施例 1 の結果も加味すると、Zr は単体の熱伝導率が低いため、磁気記録層から伝わった熱が効率的に面内に拡散せず、直上の第二保護層及び潤滑層に伝わって膜質劣化に至ったと考えられる。

[0062] また、比較例 3 で示すように、前記第二保護層 6 の厚さが 2.0 nm より厚い場合で、酸化処理を前記第二保護層 6 の形成後におこなう場合は、レーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれも満足出来ず不合格となった。一方、参考例 1 - 3 では耐食性及び耐久性はいずれも良好であった。実施例 1 の結果を加味すると、前記第二保護層 6 が厚い場合、酸素分子が前記第二保護層 6 を透過するのが難しくなるため、第一上部保護層 5 b として熱伝導率の低い SiO₂ を形成し難くなる。したがって、第二保護層 6 は加熱された磁気記録層の熱を受け、膜質劣化を起こしたと考えられる。

[0063] 一方、比較例 3 のように前記第二保護層 6 の膜厚が 2.0 nm より厚い場合であっても、実施例 4 に示すように、前記第一保護層 5 の形成後に酸化処理をしたものはレーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれも合格であった。これは第一上部保護層 5 b が形成されたためであると考えられる。なお、前記第一保護層 6 の膜厚が 0.3 nm であっても良好であった。

[0064] また、比較例 4 に示すように、スパッタリング時のガスを O₂ にした場合は、飽和磁化量が低く、磁性膜が O₂ ガスによって劣化していると考えられる結果になった。また、レーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれも不合格であり、磁気記録層から伝わった熱が効率的に面内に拡散せず、直上の第二保護層及び潤滑層に直接伝わって膜質劣化に至ったと考えられる。

[0065] また、比較例 5 で示すように、前記第一保護層 5 に Mg を用いた場合は、レーザー光加熱後の耐食性及び耐久性のいずれも満足出来ず不合格となった。一方、参考例 5 は耐食性及び耐久性のいずれも良好であった。実施例 1 の結果も加味すると、Mg は酸化物 (MgO) の熱伝導率が高いため、磁気記録層から伝わった熱が直上の第二保護層及び潤滑層に伝わって膜質劣化に至

ったと考えられる。

[0066] [表2]

サンプル ナンバー	下層			上層 (DLC)	酸素量	飽和磁化量		レーザー 光加熱	耐食性		耐久性		総合 判定
	材料	成膜時 使用ガス	厚さ [nm]	厚さ [nm]	O1s スペクトル強度	判定	Ms [emu/cm ²]	あり/ なし	判定	Co 溶出量 [ng/cm ²]	判定	摩耗に至る 擦動回数 [回]	
実施例 1-1	Si	Ar	1.0	2.0	81,278	○	780	あり	○	0.02	○	318	○
実施例 1-2				1.5	83,990	○	787		○	0.03	○	288	○
実施例 1-3				1.0	84,587	○	783		○	0.05	○	272	○
実施例 1-4				0.5	89,012	○	777		○	0.08	○	259	○
実施例 1-5				0.3	95,104	○	776		○	0.08	○	259	○
実施例 2-1	Al	Ar		2.0	82,109	○	776		○	0.03	○	332	○
実施例 2-2				1.5	82,378	○	782		○	0.04	○	298	○
実施例 2-3				1.0	84,891	○	779		○	0.06	○	280	○
実施例 2-4				0.5	89,819	○	784		○	0.10	○	263	○
実施例 3-1	Cu	Ar		2.0	79,028	○	787		○	0.03	○	305	○
実施例 3-2				1.5	82,228	○	778		○	0.05	○	290	○
実施例 3-3				1.0	86,441	○	783		○	0.06	○	277	○
実施例 3-4				0.5	91,028	○	782		○	0.09	○	248	○
実施例 4-1	Si	Ar		2.0	80,023	○	783		○	0.03	○	310	○
実施例 4-2				3.0	80,023	○	785		○	0.03	○	312	○
実施例 4-3				4.0	85,201	○	780		○	0.02	○	328	○
実施例 4-4				5.0	86,333	○	781		○	0.02	○	326	○

[0067] [表3]

サンプル ナンバー	下層			上層 (DLC)	酸素量	飽和磁化量		レーザー 光加熱	耐食性		耐久性		総合 判定
	材料	成膜時 使用ガス	厚さ [nm]	厚さ [nm]	O1s スペクトル強度	判定	Ms [emu/cm ²]	あり/ なし	判定	Co 溶出量 [ng/cm ²]	判定	摩耗に至る 擦動回数 [回]	
比較例 1	Si	Ar	1.0	0.0	150,331	×	580	あり	×	20.3	×	12	×
比較例 2-1	Zr	Ar		2.0	78,100	○	785		×	5.9	×	92	×
比較例 2-2				1.5	82,641	○	787		×	6.3	×	83	×
比較例 2-3				1.0	87,389	○	779		×	8.2	×	71	×
比較例 2-4				0.5	90,124	○	782		×	6.4	×	78	×
比較例 3-1	Si	Ar		5.0	12,093	○	784		×	2.8	×	130	×
比較例 3-2				4.0	15,392	○	780		×	2.6	×	158	×
比較例 3-3				3.0	24,660	○	779		×	2.3	×	182	×
比較例 3-4				2.5	46,157	○	788		×	2.4	×	191	×
比較例 4	Si	O ₂		2.0	132,974	×	420		×	3.7	×	18	×
比較例 5-1	Mg	Ar		2.0	78,721	○	790		×	2.8	×	122	×
比較例 5-2				1.5	80,528	○	785		×	4.2	×	120	×
比較例 5-3				1.0	82,205	○	776		×	3.0	×	105	×
比較例 5-4				0.5	85,239	○	786		×	3.5	×	101	×
参考例 1	Si	Ar		1.0	-	-	-	なし	○	0.05	○	280	○
参考例 2				3.0	-	-	-		○	0.02	○	271	○
参考例 3				5.0	-	-	-		○	0.01	○	266	○
参考例 4				1.0	-	-	-		○	0.06	○	282	○
参考例 5	Mg	Ar		1.0	-	-	-		○	0.04	○	301	○

符号の説明

[0068] 1 非磁性基体

- 2 軟磁性裏打ち層
- 3 下地層
- 4 磁気記録層
- 5 第一保護層
 - 5 a 第一下部保護層
 - 5 b 第一上部保護層
- 6 第二保護層
- 7 磁気記録媒体
- 1 0 1 基板研磨・洗浄工程
- 1 0 2 成膜工程
- 1 0 3 酸化処理 (II)
- 1 0 4 潤滑層工程
- 1 0 5 表面クリーニング工程
- 1 0 6 レーザー光加熱

請求の範囲

[請求項1] 非磁性基板上に磁気記録層と、前記磁気記録層の上部に保護層を有

する磁気記録媒体において、

前記保護層は、前記磁気記録層の上部の第一下部保護層と、前記第

一下部保護層上の第一上部保護層と、前記第一上部保護層上の第二保

護層とを含み、

前記第一下部保護層は Si, Al, Cu からなる群から選択される

元素を主成分とし、

前記第一上部保護層は前記第一下部保護層の材料の酸化物により構

成される層である

ことを特徴とする熱アシュト記録方式用磁気記録媒体。

[請求項2]

前記第一下部保護層の熱伝導率が $100\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$ 以上の非磁

性金属であり、

前記第一上部保護層の伝導率が $50\text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$ 以下であること

を特徴とする請求項 1 に記載の熱アシュト記録方式用磁気記録媒体

。

[請求項3]

非磁性基板上に、磁気記録層と前記磁気記録層の上部に保護層を有

する磁気記録媒体の製造方法において、

前記磁気記録層の上部に第一保護層を設ける工程と、

前記第一保護層の上部に第二保護層を設ける工程と、

酸化処理工程とを、順次行い、

前記第二保護層の膜厚は 0.3 nm 以上、 2 nm 以下であり、前記

第一保護層は Si, Al, Cu からなる群から選択される元素を主成

分とすることを特徴とする熱アシュト記録方式用磁気記録媒体の製造

方法。

[請求項4]

非磁性基板上に、磁気記録層と前記磁気記録層の上部に保護層を有

する磁気記録媒体の製造方法において、

前記磁気記録層の上部に第一保護層を設ける工程と、

酸化処理工程と、
前記第一保護層の上部に第二保護層を設ける工程とを、順次行い、
前記第二保護層の膜厚は0.3 nm以上、5 nm以下であり、
前記第一保護層はS i, A l, C uからなる群から選択される元素
を主成分とすることを特徴とする熱アシスト記録方式用磁気記録媒体
の製造方法。