

明 細 書

発明の名称：磁気記録媒体の製造方法

技術分野

[0001] 本明細書に構成例のいくつかが開示される発明は、磁気記録媒体の製造方法に関する。具体的には、ハードディスク磁気記録装置（HDD）に用いられる磁気記録媒体の製造方法に関する。より具体的には、熱アシスト磁気記録方式に好適な磁気記録媒体の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 磁気記録の高密度化を実現する技術として、垂直磁気記録方式が採用されている。垂直磁気記録媒体は、非磁性基板と、硬質磁性材料から形成される磁気記録層を少なくとも含む。垂直磁気記録媒体は、任意選択的に、軟磁性材料から形成されて、磁気ヘッドが発生する磁束を磁気記録層に集中させる役割を担う軟磁性裏打ち層、磁気記録層の硬質磁性材料を目的の方向に配向させるための下地層、磁気記録層の表面を保護する保護層などをさらに含んでもよい。

[0003] 良好な磁気特性を得ることを目的として、グラニューラ磁性材料を用いて垂直磁気記録媒体の磁気記録層を形成することが提案されている。グラニューラ磁性材料は、磁性結晶粒と、磁性結晶粒の周囲を取り囲むように偏析した非磁性体とを含む。グラニューラ磁性材料中の個々の磁性結晶粒は、非磁性体によって磁氣的に分離されている。

[0004] 近年、垂直磁気記録媒体の記録密度のさらなる向上を目的として、グラニューラ磁性材料中の磁性結晶粒の粒径を縮小させる必要に迫られている。一方で、磁性結晶粒の粒径の縮小は、記録された磁化（信号）の熱安定性を低下させる。そのため、磁性結晶粒の粒径の縮小による熱安定性の低下を補償するために、グラニューラ磁性材料中の磁性結晶粒を、より高い結晶磁気異方性を有する材料を用いて形成することが求められている。求められる高い結晶磁気異方性を有する材料として、L1₀系規則合金が提案されている。代

表的なL₁₀系規則合金は、FePt、CoPt、FePd、CoPdなどを
含む。

[0005] L₁₀系規則合金を用いてより高い結晶磁気異方性を実現するためには、L₁₀系規則合金の良好な結晶配向が必要である。低い基板温度で良好な結晶配向を有するL₁₀系規則合金の薄膜を形成するための方法として、特表2010-503139号公報は、基板上に(002)配向を有するCrベース合金からなる下層を堆積させる工程と、下層上に(002)配向を有する緩衝層を堆積させる工程と、400℃未満の基板温度において緩衝層上にFePt磁気記録層を堆積させる工程とを含み、緩衝層がMgOまたはSrTiO₃を含み、緩衝層の膜厚が2～8nmであり、および下層および磁気記録層の間の格子ミスフィットが3%～10%である磁気記録媒体の製造方法を開示している（特許文献1参照）。ここで、MgOを含む緩衝層は、室温、または30～300℃の基板温度において堆積されている。しかしながら、緩衝層を堆積させる際の基板温度と、緩衝層上に形成される磁気記録層の結晶配向分散との関係については、何ら記載されていない。

[0006] また、国際公開第2011/021652号公報は、L₁₀系規則合金からなる磁気記録層を、非晶質合金からなる第1層と、体心立方(bcc)構造を有するCr合金からなる第2層と、MgOからなる第3層とからなる下地層の上に形成する方法を提案している（特許文献2参照）。この提案は、Cr合金からなる第2層の結晶粒径を減少させることによる、L₁₀系規則合金からなる磁気記録層の磁性結晶粒の粒径の減少を目的とする。MgOからなる第3層は、磁気記録層を形成する際の基板温度が350℃より高い場合に、第2層のCr合金を構成する元素がL₁₀系規則合金からなる磁気記録層へと拡散することを防止するための層である。MgOからなる第3層形成時の基板温度と、その上に形成される磁気記録層の結晶配向分散との関係については、何ら記載されていない。

[0007] 一方、基本的に磁気記録層の膜厚は媒体面内方向に一様であるため、磁性結晶粒を小さくしていくことは、一定の高さを有する磁性結晶粒の断面積を

小さくすることを意味する。その結果、磁性結晶粒自身に作用する反磁界が小さくなり、磁性結晶粒の磁化を反転させるために必要な磁界（反転磁界）は大きくなる。このように、磁性結晶粒の形状で考えた場合、記録密度の向上は、信号の記録の際により大きな磁界が必要となることを意味する。

[0008] 記録のために必要な磁界強度の増加の課題を解決する手段として、熱アシスト記録方式、マイクロ波アシスト記録方式などのエネルギーアシスト磁気記録方式が提案されている（非特許文献1参照）。熱アシスト記録方式は、磁性材料における磁気異方性定数（ K_u ）の温度依存性、すなわち高温ほど K_u が小さいという特性を利用したものである。この方式では、磁気記録層の加熱機能を有するヘッドを用いる。すなわち、磁気記録層を昇温させて一時的に K_u を低下させることにより反転磁界を減少させ、その間に書き込みを行う。降温後は K_u が元の高い値に戻るため、安定して記録信号（磁化）を保持できる。熱アシスト記録方式を適用する場合には、従来の設計指針に加え、温度特性を考慮して磁気記録層を設計する必要がある。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特表2010-503139号公報

特許文献2：国際公開第2011/021652号公報

非特許文献

[0010] 非特許文献1：稲葉他、「新しい高密度記録技術－エネルギーアシスト磁気記録媒体－」、富士時報、富士電機ホールディングス株式会社 技術開発本部、2010年7月10日、第83巻第4号、257-260

非特許文献2：R. F. Penoyer、「Automatic Torque Balance for Magnetic Anisotropy Measurements」、The Review of Scientific Instruments、1959年8月、第30巻第8号、711-714

非特許文献3：近角聰信、強磁性体の物理（下） 裳華房、10-21

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0011] 本明細書に構成例のいくつかが開示される発明が解決しようとする課題は、より大きな磁気異方性定数 K_u を有する磁気記録層を含む磁気記録媒体の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

- [0012] 本発明の1つの構成例の磁気記録媒体の製造方法は、(a) 基板を準備する工程と、(b) 基板を350℃以上に加熱して、MgOを主成分とする非磁性材料を堆積させて、下地層を形成する工程と、(c) 下地層の上に磁気記録層を形成する工程とを含むことを特徴とする。ここで、工程(b)の前に、(b') Cr金属、またはbcc構造を有するCrを主成分とする合金を堆積させて、第2下地層を形成する工程をさらに含んでもよい。また、工程(c)において、規則合金を含む材料を堆積させることが好ましい。さらに、工程(c)において、磁性結晶粒を形成する磁性材料と、前記磁性結晶粒を取り囲む結晶粒界を形成する非磁性材料とを含む材料を堆積させることが好ましい。

発明の効果

- [0013] 上記の構成を採用することにより、その上に磁気記録層が形成される下地層の結晶配向分散、算術平均粗さ R_a 、および最大高さ R_z を減少させ、それによって、磁気記録層材料の結晶配向分散を減少させ、磁気異方性定数 K_u を増大させることが可能となる。上記の製造方法により製造される磁気記録媒体は、エネルギーアシスト記録方式での使用に好適である。

図面の簡単な説明

- [0014] [図1]本発明の1つの構成例の製造方法によって得られる磁気記録媒体の1つの構成例を示す断面図である。
- [図2]本発明の別の構成例の製造方法によって得られる磁気記録媒体の別の構成例を示す断面図である。
- [図3]実験例Aで得られた下地層および第2下地層の結晶配向分散と下地層形

成時の基板温度との関係を示すグラフである。

[図4A]実験例Aにおいて、250℃の基板温度で形成された下地層の表面のAFM (Atomic Force Microscope) 像である。

[図4B]実験例Aにおいて、300℃の基板温度で形成された下地層の表面のAFM像である。

[図4C]実験例Aにおいて、350℃の基板温度で形成された下地層の表面のAFM像である。

[図4D]実験例Aにおいて、400℃の基板温度で形成された下地層の表面のAFM像である。

[図5]実施例1および実施例2で得られた磁気記録層の結晶配向分散と下地層形成時の基板温度との関係を示すグラフである。

[図6]実施例1および実施例2で得られた磁気記録層の磁気異方性定数と下地層形成時の基板温度との関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0015] 本発明の1つの構成例の磁気記録媒体の製造方法は、(a)基板を準備する工程と、(b)基板を350℃以上に加熱して、MgOを主成分とする非磁性材料を堆積させて、下地層を形成する工程と、(c)下地層の上に磁気記録層を形成する工程とを含む。図1は、上記の方法によって得られ、非磁性基板10、下地層40、および磁気記録層50を含む磁気記録媒体の断面図である。

[0016] 工程(a)において準備される「基板」は、非磁性基板10を含む。非磁性基板10の上に密着層、軟磁性裏打ち層、ヒートシンク層、シード層などの当該技術において知られている層を形成した積層体を、工程(a)における「基板」として用いることができる。図2は、非磁性基板10、密着層20、シード層30、第2下地層40b、下地層40、磁気記録層50、および保護層60を含む磁気記録媒体の断面図である。図2の構成において、非磁性基板10、密着層20、およびシード層30の部分構造が、工程(a)における「基板」とみなされる。第2下地層40bについては後述する。

- [0017] 非磁性基板 10 は、表面が平滑である様々な基板であってもよい。たとえば、磁気記録媒体に一般的に用いられる材料を用いて、非磁性基板 10 を形成することができる。用いることができる材料は、NiP メッキを施した Al 合金、MgO 単結晶、MgAl₂O₄、SrTiO₃、強化ガラス、結晶化ガラス等を含む。
- [0018] 任意選択的に設けてもよい密着層 20 は、密着層 20 の上に形成される層と密着層 20 の下に形成される層との密着性を高めるために用いられる。密着層 20 の下に形成される層としては非磁性基板 10 を含む。密着層 20 を形成するための材料は Ni、W、Ta、Cr、Ru などの金属、前述の金属を含む合金を含む。密着層 20 は、単一の層であってもよいし、複数の層の積層構造を有してもよい。
- [0019] 任意選択的に設けてもよい軟磁性裏打ち層（不図示）は、磁気ヘッドからの磁束を制御して、磁気記録媒体の記録・再生特性を向上させる。軟磁性裏打ち層を形成するための材料は、NiFe 合金、センダスト（FeSiAl）合金、CoFe 合金などの結晶質材料、FeTaC、CoFeNi、CoNiP などの微結晶質材料、CoZrNb、CoTaZr などの Co 合金を含む非晶質材料を含む。軟磁性裏打ち層の膜厚の最適値は、磁気記録に用いる磁気ヘッドの構造および特性に依存する。他の層と連続成膜で軟磁性裏打ち層を形成する場合、生産性との兼ね合いから、軟磁性裏打ち層が 10 nm ～ 500 nm の範囲内（両端を含む）の膜厚を有することが好ましい。
- [0020] 熱アシスト磁気記録用磁気記録媒体を製造する場合、ヒートシンク層（不図示）を設けてもよい。ヒートシンク層は、熱アシスト磁気記録時に発生する磁気記録層 50 の余分な熱を効果的に吸収するための層である。ヒートシンク層は、熱伝導率および比熱容量が高い材料を用いて形成することができる。そのような材料は、Cu 単体、Ag 単体、Au 単体、またはそれらを主体とする合金材料を含む。ここで、「主体とする」とは、当該材料の含有量が 50 質量%以上であることを示す。また、強度などの観点から、Al-Si 合金、Cu-B 合金などを用いて、ヒートシンク層を形成することができ

る。さらに、センダスト（FeSiAl）合金、軟磁性のCoFe合金などを用いてヒートシンク層を形成し、ヒートシンク層に軟磁性裏打ち層の機能であるヘッドの発生する垂直方向磁界を磁気記録層50に集中させる機能を付与することもできる。ヒートシンク層の膜厚の最適値は、熱アシスト磁気記録時の熱量および熱分布、ならびに磁気記録媒体の層構成および各構成層の厚さによって変化する。他の構成層との連続成膜で形成する場合などは、生産性との兼ね合いから、ヒートシンク層の膜厚は10nm以上100nm以下であることが好ましい。ヒートシンク層は、スパッタ法、真空蒸着法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。本明細書において、「スパッタ法」という記載は、DCマグネトロンスパッタ法、RFマグネトロンスパッタ法など当該技術において知られている任意の技術を含む。通常の場合、ヒートシンク層は、スパッタ法を用いて形成される。ヒートシンク層は、磁気記録媒体に求められる特性を考慮して、密着層20の直下、軟磁性裏打ち層の直下、シード層30の直下などに設けることができる。

[0021] シード層30は、その下に形成される層の結晶構造が、磁気記録層50の結晶配向性および磁性結晶粒のサイズなどに及ぼす影響を遮断するために設けられる層である。また、軟磁性裏打ち層を設ける場合、軟磁性裏打ち層に対する磁気的影響を抑制するために、シード層30は非磁性であることが要求される。シード層30を形成するための材料は、MgO、SrTiO₃などの酸化物、あるいはTiNなどの窒化物、CrおよびTaなどの金属、NiW合金、およびCrTi、CrZr、CrTa、およびCrWなどのCrをベースとする合金を含む。シード層30は、スパッタ法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。

[0022] 次に、工程（b）において、MgOを主成分とする非磁性材料を堆積させて、下地層40を形成する。下地層40は、シード層30と磁気記録層50との間の密着性を確保すると同時に、下地層40と接触する磁気記録層の結晶配向を制御するための層である。本明細書において、「MgOを主成分と

する非磁性材料」は、50質量%以上のMgOを含む非磁性材料を意味する。非磁性材料の堆積は、スパッタ法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。

[0023] 下地層40を形成する際に、基板は350℃以上に加熱される。基板および形成済みの層の熱安定性、形成済みの層の材料の結晶構造変化および熱拡散の抑制などの要因を考慮すると、基板の加熱温度を350℃～450℃の範囲内とすることが好ましい。前述の範囲内の基板温度において下地層40を形成することにより、下地層40の結晶配向分散を減少させること、ならびに、下地層40の表面の算術平均粗さRaおよび最大高さRzを減少させることが可能となる。なお、本明細書において、算術平均粗さRaおよび最大高さRzは、1μm×1μmの測定領域におけるAFMの観察により測定される。

[0024] 下地層40の結晶配向分散の減少は、堆積された非磁性材料が高い結晶配向性を有することを意味する。下地層40の結晶配向分散の減少および下地層40の表面の算術平均粗さRaの減少は、その上に形成される磁気記録層50の結晶配向性を向上させるのに有効である。特に磁気記録層50が規則合金を含む場合、下地層40の結晶配向分散の減少および下地層40の表面の算術平均粗さRaの減少は、規則合金の規則度の向上に寄与する。さらに、下地層40の表面の最大高さRzの減少は、最終的に得られる磁気記録媒体を使用する際に、磁気ヘッドの浮上高さを減少して磁気記録密度を向上させることを可能にする。

[0025] 次に、工程(c)において、下地層40の上に磁気記録層50を形成する。

[0026] 磁気記録層50は、規則合金を含んでもよい。規則合金は、FeおよびCoから選択される少なくとも一種の元素と、Pt、Pd、AuおよびIrからなる群から選択される少なくとも一種の元素とを含む合金であってもよい。好ましい規則合金は、FePt、CoPt、FePd、およびCoPdからなる群から選択されるL1₀型規則合金である。特性変調のために、規則合

金は、Ni、Mn、Cr、Cu、Ag、Au、およびCrからなる群から選択される少なくとも1種の元素をさらに含んでもよい。望ましい特性変調は、規則合金の規則化に必要な温度の低下を含む。

[0027] あるいはまた、磁気記録層50は、磁性結晶粒と、磁性結晶粒を取り囲む非磁性結晶粒界とからなるグラニューラー構造を有しても良い。磁性結晶粒は、前述の規則合金を含んでもよい。非磁性結晶粒界は、SiO₂、TiO₂、ZnOなどの酸化物、SiN、TiNなどの窒化物、カーボン(C)、ホウ素(B)などの材料を含んでもよい。

[0028] また、磁気記録層50は複数の磁性層からなってもよい。複数の磁性層のそれぞれは、非グラニューラー構造であってもよいし、グラニューラー構造を有してもよい。さらに、Ruなどの結合層を磁性層で挟んで積層したECC (Exchange-coupled Composite) 構造を有してもよい。また、グラニューラー構造を含まない連続層(CAP層)として第2の磁性層を、グラニューラー構造を有する磁性層の上部に設けてもよい。

[0029] 磁気記録層50は、スパッタ法により所定の材料を堆積させることによって形成することができる。規則合金を含む磁気記録層50を形成する場合、規則合金を形成する材料を含むターゲットを用いることができる。より詳細には、前述の規則合金を構成する元素を所定の比率で含むターゲットを用いることができる。あるいはまた、単一の元素を含む複数のターゲットを用い、それぞれのターゲットに印加する電力を調整して元素の比率を制御することによって、磁気記録層50を形成してもよい。グラニューラー構造を有する磁気記録層50を形成する場合、磁性結晶粒を形成する材料と非磁性結晶粒界を形成する材料とを所定の比率で含むターゲットを用いることができる。あるいはまた、磁性結晶粒を形成する材料を含むターゲットと非磁性結晶粒界を形成する材料を含むターゲットとを用い、それぞれのターゲットに印加する電力を調整して磁性結晶粒および非磁性結晶粒界の構成比率を制御することによって、磁気記録層50を形成してもよい。ここで、磁性結晶粒を規則合金で形成する場合、規則合金を構成する元素を別個に含む複数のターゲ

ットを用いてもよい。

[0030] 磁気記録層50が規則合金を含む場合、磁気記録層50を形成する際に基板の加熱を伴う。この際の基板温度は、300℃～450℃の範囲内である。この範囲内の基板温度を採用することによって、磁気記録層50中の規則合金の規則度を向上させることができる。

[0031] 任意選択的に、磁気記録層50の上に保護層60を形成してもよい。保護層60は、磁気記録媒体の分野で慣用的に使用されている材料を用いて形成することができる。具体的には、Pt、Taなどの非磁性金属、ダイヤモンドカーボンなどのカーボン系材料、あるいは窒化シリコンなどのシリコン系材料を用いて、保護層60を形成することができる。また、保護層60は、単層であってもよく、積層構造を有してもよい。積層構造の保護層60は、たとえば、特性の異なる2種のカーボン系材料の積層構造、金属とカーボン系材料との積層構造、特性の異なる2種の金属の積層構造、または金属酸化物膜とカーボン系材料との積層構造であってもよい。保護層60は、スパッタ法、真空蒸着法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。

[0032] さらに、任意選択的に、保護層60の上に液体潤滑剤層（不図示）を形成してもよい。液体潤滑剤層は、磁気記録媒体の分野で慣用的に使用されている材料（たとえば、パーフルオロポリエーテル系の潤滑剤など）を用いて形成することができる。液体潤滑剤層は、たとえば、ディップコート法、スピコート法などの塗布法を用いて形成することができる。

[0033] 本発明の別の構成例の磁気記録媒体の製造方法は、工程（b）の前に、（b'）Cr金属、またはbcc構造を有し、Crを主成分とする合金を堆積させて、第2下地層40bを形成する工程をさらに含んでもよい。bcc構造を有し、Crを主成分とする合金は、CrTi、CrZr、CrTa、CrWなどを含む。第2下地層40bは、スパッタ法、真空蒸着法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。第2下地層40bは、下地層40の結晶配向分散を減少させ、それによって磁気

記録層 50 の結晶配向分散を減少させるために有効である。Cr 金属または Cr を主成分とする合金の堆積は、スパッタ法などの当該技術において知られている任意の方法を用いて形成することができる。

- [0034] 工程 (b') で形成された第 2 下地層 40b において、引き続く工程 (b) における基板の加熱によって、その結晶配向分散が減少することを見いだした。ここで、工程 (b) における基板の加熱温度が高いほど、第 2 下地層 40b の結晶配向分散が減少する。第 2 下地層 40b の結晶配向分散の減少は、磁気記録層 50 の結晶配向分散の減少および磁気異方性定数 K_u の増大に寄与する。

実施例

- [0035] (実験例 A)

平滑な表面を有する化学強化ガラス基板 (HOYA 社製 N-10 ガラス基板) を洗浄し、非磁性基板 10 を準備した。洗浄後の非磁性基板 10 を、インライン式のスパッタ装置内に導入した。圧力 0.20 Pa の Ar ガス中で純 Ta ターゲットを用いた RF マグネトロンスパッタ法により、膜厚 5 nm の Ta 密着層 20 を形成した。Ta 密着層 20 形成時の基板温度は室温 (25℃) であった。Ta 密着層 20 形成時のスパッタ電力は 200 W であった。

- [0036] 次に、圧力 0.20 Pa の Ar ガス中で MgO ターゲットを用いた RF マグネトロンスパッタ法により、膜厚 1 nm の MgO シード層 30 を形成した。MgO シード層 30 形成時の基板温度は室温 (25℃) であった。MgO シード層 30 形成時のスパッタ電力は 600 W であった。

- [0037] 次に、圧力 0.20 Pa の Ar ガス中で純 Cr ターゲットを用いた RF マグネトロンスパッタ法により、膜厚 20 nm の Cr 第 2 下地層 40b を形成した。Cr 第 2 下地層 40b 形成時の基板温度は室温 (25℃) であった。Cr 第 2 下地層 40b 形成時のスパッタ電力は 600 W であった。

- [0038] 次に、圧力 0.18 Pa の Ar ガス中で MgO ターゲットを用いた RF スパッタ法により膜厚 10 nm の MgO 下地層 40 を形成した。MgO 下地層

400℃形成時の基板温度を、25℃、250℃、300℃、350℃、および400℃に設定した。MgO下地層400℃形成時のスパッタ電力は500Wであった。

[0039] 得られた積層体をX線回折法により分析した。その結果、Cr第2下地層40bに起因する(002)Crピーク、およびMgO下地層40に起因する(002)MgOピークが観察された。次いで、(002)Crピークおよび(002)MgOピークについて、ロックングカーブ法による分析を行い、Cr第2下地層40bおよびMgO下地層40の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ を求めた。ロックングカーブ法は、X線回折の測定法の1つであり、ある特定の結晶面の分散角を測定するものである。測定は、検出角(2 θ)を固定して入射角 θ を変化させることにより行う。得られたピークの半値全幅を $\Delta\theta_{50}$ とした。測定結果を図3および第1表に示した。

[0040] 得られた積層体の最上層であるMgO下地層40の算術平均粗さRaおよび最大高さRzを、AFMにより測定した。測定時の測定領域を1 μ m×1 μ mとした。また、各サンプルにおいて2箇所の測定を実施し、測定値の平均値を各サンプルの算術平均粗さRaおよび最大高さRzとした。測定結果を第1表に示した。また、図4A～図4Dに、250℃、300℃、350℃、および400℃の基板温度において形成したMgO下地層40の表面のAFM像を示した。

[0041] [表1]

第1表：実験例Aの積層体の特性

サンプル	下地層形成時 基板温度 (°C)	結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ (°)		算術平均粗さ Ra (nm)	最大高さ Rz (nm)
		下地層	第2下地層		
A1	25	6.27	4.51	2.47	20.12
A2	250	4.85	3.51	1.345	16.573
A3	300	4.56	3.34	0.428	9.360
A4	350	3.64	3.17	0.499	8.301
A5	400	3.50	2.98	0.463	7.234

[0042] 第1表および図3の結果から、MgO下地層400℃形成時の基板温度が上昇するほど、MgO下地層40およびCr第2下地層40bの結晶配向分散 Δ

θ_{50} が減少することが分かる。このことは、MgO下地層40およびCr第2下地層40bの結晶配向性が向上することを意味する。また、第1表の結果から、MgO下地層40形成時の基板温度が300℃以上の場合に、MgO下地層40の表面の算術平均粗さRaが小さくなっていることが分かる。さらに、図4A～図4Dの結果から、MgO下地層40形成時の基板温度が350℃以上の場合において、MgO下地層40の表面の異常突起を抑制できることが分かる。図4A～図4Dにおいて、白く見える部分が他の部分に比べて著しい高さを有する突起部分である。図4Aに示す250℃の基板温度で形成されたMgO下地層40の表面には多数の異常突起が認められる。図4Bに示す300℃の基板温度で形成されたMgO下地層40の表面には、密度は減少したものの、いくつかの異常突起が認められる。これに対して、図4Cおよび図4Dに示す350℃および450℃の基板温度で形成されたMgO下地層40の表面には、異常突起が認められなかった。この結果は、第1表に示す最大高さRzの測定結果からも裏付けられる。

[0043] (実験例B)

平滑な表面を有する化学強化ガラス基板（HOYA社製N-10ガラス基板）を洗浄し、非磁性基板10を準備した。洗浄後の非磁性基板10を、インライン式のスパッタ装置内に導入した。圧力0.20PaのArガス中で純Taターゲットを用いたRFマグネトロンスパッタ法により、膜厚5nmのTa密着層20を形成した。Ta密着層20形成時の基板温度は室温（25℃）であった。Ta密着層20形成時のスパッタ電力は200Wであった。

[0044] 次に、圧力0.20PaのArガス中でMgOターゲットを用いたRFマグネトロンスパッタ法により、膜厚1nmのMgOシード層30を形成した。MgOシード層30形成時の基板温度は室温（25℃）であった。MgOシード層30形成時のスパッタ電力は600Wであった。

[0045] 次に、圧力0.20PaのArガス中で純Crターゲットを用いたRFマグネトロンスパッタ法により、膜厚20nmのCr第2下地層40bを形成

した。C r 第2下地層40b形成時の基板温度は室温（25℃）であった。

C r 第2下地層40b形成時のスパッタ電力は600Wであった。

[0046] 最後に、得られた積層体を50分間にわたって300℃または450℃に後加熱した。未加熱の積層体（B1）、300℃に後加熱した積層体（B2）、および450℃に後加熱した積層体（B3）について、実験例Aと同様の方法を用いてC r 第2下地層40bの結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ およびC r 第2下地層40bの表面の平均表面粗さR_aを測定した。測定結果を第2表に示した。

[0047] [表2]

第2表：実験例Bの積層体の特性

サンプル	第2下地層		
	後加熱温度(℃)	結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ (°)	算術平均粗さR _a (nm)
B1	—	5.19	0.207
B2	300	4.18	0.222
B3	450	2.88	0.167

[0048] サンプルB1～B3の比較から、室温で形成されたC r 第2下地層40bを後加熱することによって、C r 第2下地層40bの結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ を減少できることが分かった。サンプルC1～C3の結果から、後加熱の効果は、C r 第2下地層40bの上にMgO下地層40を形成する際の基板の加熱によっても得られていることが分かる。これらの結果から、MgO下地層40を形成する際の基板の加熱が、MgO下地層40の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ の減少のみならず、既に形成されているC r 第2下地層40bの結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ の減少にも有効であることが分かった。

[0049] （実施例1）

MgO下地層40形成時の基板温度を、25℃、300℃、350℃、400℃、および450℃に設定したことを除いて、実験例Aの手順を繰り返して、非磁性基板10、Ta密着層20、MgOシード層30、C r 第2下地層40b、およびMgO下地層40からなる積層体を形成した。

[0050] 次に、圧力1.00PaのArガス中でFePtターゲットを用いたRF

スパッタ法により、MgO下地層40の上に、膜厚10nmのFePt磁気記録層50を形成した。FePt磁気記録層50形成時の基板温度を、350℃に設定した。FePt磁気記録層50形成時のスパッタ電力は300Wであった。

[0051] 最後に、圧力0.18PaのArガス中でPtターゲットおよびTaターゲットを用いたRFスパッタ法により膜厚5nmのPt膜および膜厚5nmのTa膜の積層体である保護層60を形成して、磁気記録媒体を得た。保護層60形成時の基板温度は、室温（25℃）であった。Pt膜およびTa膜の形成時のスパッタ電力は300Wであった。

[0052] 得られた磁気記録媒体をX線回折法により分析した。その結果、FePt磁気記録層50に起因する(001)FePtピーク、および(002)FePtピークが観察された。次いで、(002)FePtピークについて、ロックンブ法による分析を行い、FePt磁気記録層50の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ を求めた。測定結果を図5および第3表に示した。

[0053] また、PPMS装置（Quantum Design社製；Physical Property Measurement System）を用いて自発磁化の磁場印加角度依存性を評価し、得られた磁気記録媒体の磁気異方性定数 K_u を決定した。磁気異方性定数 K_u の決定には、R. F. Penoyer、「Automatic Torque Balance for Magnetic Anisotropy Measurements」、The Review of Scientific Instruments、1959年8月、第30巻第8号、711－714、ならびに近角聰信、強磁性体の物理（下）裳華房、10－21に記載の手法を用いた（非特許文献2および3参照）。測定結果を図6および第3表に示した。

[0054] [表3]

第3表：実施例1の磁気記録媒体の特性

サンプル	下地層形成時 基板温度（℃）	結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ （°）	磁気異方性定数 K_u （ $\times 10^7 \text{erg/cc}$ 、 J/cm^3 ）
1	25	8.65	1.93
2	300	6.58	2.25
3	350	6.10	2.74
4	400	6.00	2.63
5	450	5.22	2.88

[0055] サンプル1～5の比較から、MgO下地層40形成時の基板温度を300℃以上に上昇させることによって、その上に形成されるFePt磁気記録層50の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ が減少することが分かる。これは、MgO下地層40形成時の加熱によって、Cr第2下地層40bおよびMgO下地層40の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ が減少したこと、ならびにMgO下地層40の表面の算術平均粗さRaおよび最大高さRzが減少したことに起因するものと考えられる。

[0056] 特に、MgO下地層40形成時の基板温度を350℃以上に上昇させることによって、FePt磁気記録層50の磁気異方性定数Kuが $2.5 \times 10^7 \text{ erg/cc}$ (2.5 J/cc)より大きくなることが分かった。この現象は、図4Cおよび図4Dに示したMgO下地層40の表面に異常突起が存在しないことに対応している。これは、FePt磁気記録層50中の磁性結晶粒の粒径の縮小を可能とし、得られる磁気記録媒体の記録密度の向上に寄与する。また、MgO下地層40の表面に異常突起が存在しないことは、得られる磁気記録媒体が優れた磁気ヘッドの浮上特性を有するというさらなる効果に寄与する。

[0057] (実施例2)

実験例Aの手順を繰り返して、非磁性基板10、Ta密着層20、MgOシード層30、Cr第2下地層40b、およびMgO下地層40からなる積層体を形成した。MgO下地層40形成時の基板温度を、25℃、300℃、350℃、および400℃に設定した。

[0058] 次に、圧力1.00PaのArガス中でFePtターゲットとCターゲットのコスパッタにより、MgO下地層40の上に、膜厚4nmのFePt-C磁気記録層50を形成した。Cの体積率を30vol.%とした。FePt-C磁気記録層50形成時の基板温度を、450℃に設定した。FePt-C磁気記録層50形成時のFePtのスパッタ電力は150W、Cのスパッタ電力は200Wであった。

[0059] 最後に、圧力0.18PaのArガス中でPtターゲットおよびTaター

ゲットを用いたRFスパッタ法により膜厚5 nmのPt膜および膜厚5 nmのTa膜の積層体である保護層60を形成して、磁気記録媒体を得た。保護層60形成時の基板温度は室温（25℃）であった。Pt膜およびTa膜の形成時のスパッタ電力は300 Wであった。

[0060] 実施例1と同様の方法を用いてFePt磁気記録層50の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ および磁気記録媒体の磁気異方性定数 K_u を評価した。測定結果を、図5、図6および第4表に示した。

[0061] [表4]

第4表：実施例2の磁気記録媒体の特性

サンプル	下地層形成時 基板温度 (°C)	結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ (°)	磁気異方性定数 K_u ($\times 10^7 \text{erg/cc}$ 、 J/cm^3)
6	25	9.38	1.84
7	300	8.35	1.90
8	350	8.11	2.08
9	400	7.46	2.10

[0062] サンプル6～9の比較から、磁気記録層がグラニューラ構造の場合でもMgO下地層40形成時の基板温度を350℃以上に上昇させることによって、その上に形成されるFePt-C磁気記録層50の結晶配向分散 $\Delta\theta_{50}$ が減少し、 K_u が大きくなることが分かる。

符号の説明

[0063] 10 非磁性基板
20 密着層
30 シード層
40 下地層
40b 第2下地層
50 磁気記録層
60 保護層

請求の範囲

- [請求項1] (a) 基板を準備する工程と、
 (b) 前記基板を350℃以上に加熱して、MgOを主成分とする非磁性材料を堆積させて、下地層を形成する工程と、
 (c) 前記下地層の上に磁気記録層を形成する工程とを含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。
- [請求項2] 工程(b)の前に、
 (b') Cr金属、またはbcc構造を有し、Crを主成分とする合金を堆積させて、第2下地層を形成する工程をさらに含むことを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- [請求項3] 工程(c)において、規則合金を形成する材料を堆積させることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- [請求項4] 工程(c)において、磁性結晶粒を形成する磁性材料と、前記磁性結晶粒を取り囲む非磁性結晶粒界を形成する非磁性材料とを含む材料を堆積させることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体の製造方法。
- [請求項5] 前記磁性材料が規則合金を形成する材料を含むことを特徴とする請求項4に記載の磁気記録媒体の製造方法。