

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6307879号  
(P6307879)

(45) 発行日 平成30年4月11日 (2018. 4. 11)

(24) 登録日 平成30年3月23日 (2018. 3. 23)

(51) Int. Cl.

F I

G 1 1 B 5/738 (2006. 01)

G 1 1 B 5/738

G 1 1 B 5/64 (2006. 01)

G 1 1 B 5/64

G 1 1 B 5/65 (2006. 01)

G 1 1 B 5/65

G 1 1 B 5/851 (2006. 01)

G 1 1 B 5/851

G 1 1 B 5/84 (2006. 01)

G 1 1 B 5/84

Z

請求項の数 26 (全 35 頁)

(21) 出願番号 特願2013-272778 (P2013-272778)  
 (22) 出願日 平成25年12月27日 (2013. 12. 27)  
 (65) 公開番号 特開2014-241182 (P2014-241182A)  
 (43) 公開日 平成26年12月25日 (2014. 12. 25)  
 審査請求日 平成28年1月21日 (2016. 1. 21)  
 (31) 優先権主張番号 特願2013-105389 (P2013-105389)  
 (32) 優先日 平成25年5月17日 (2013. 5. 17)  
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000002185  
 ソニー株式会社  
 東京都港区港南1丁目7番1号  
 (74) 代理人 100082762  
 弁理士 杉浦 正知  
 (74) 代理人 100123973  
 弁理士 杉浦 拓真  
 (72) 発明者 立花 淳一  
 東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株  
 式会社内  
 (72) 発明者 伊藤 条太  
 東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株  
 式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

長尺状の基体と、シード層と、下地層と、垂直記録層とを備え、  
 上記シード層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、  
 上記シード層は、アモルファス状態を有し、T i、C rおよびOを含む合金を含み、  
 上記シード層に含まれるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、30原子%以上  
 100原子%未満であり、  
 上記シード層に含まれるT i、C rおよびOの総量に対するOの割合は、15原子%以  
 下である磁気記録媒体。

【請求項 2】

上記シード層により上記基体の表面の凹凸が緩和されている請求項 1 に記載の磁気記録  
 媒体。

【請求項 3】

上記シード層は、上記基体に隣接して設けられている請求項 1 または 2 に記載の磁気記  
 録媒体。

【請求項 4】

上記シード層に含まれるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、40原子%以上  
 100原子%未満である請求項 1 から 3 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】

上記シード層に含まれるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、50原子%以上

10

20

100原子%未満である請求項1から3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項6】

上記垂直記録層がCo系合金を含み、

上記下地層は、六方細密充填構造を有する材料を含み、上記六方細密充填構造のc軸が垂直方向に配向している請求項1から5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項7】

上記下地層は、Ruを含んでいる請求項1から6のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項8】

上記下地層は、第1の下地層と第2の下地層とを備え、

上記第1の下地層が上記垂直記録層の側に設けられ、Ruを含んでいる請求項1から6のいずれかに記載の磁気記録媒体。 10

【請求項9】

上記垂直記録層は、Co、PtおよびCrを含む粒子が酸化物で分離されたグラニュラ構造を有する請求項1から8のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項10】

上記垂直記録層は、以下の式(1)に示す平均組成を有している請求項9に記載の磁気記録媒体。

$$(Co_xPt_yCr_{100-x-y})_{100-z}-(SiO_2)_z \cdots (1)$$
  
(但し、式(1)中において、x、y、zはそれぞれ、 $6.9 \leq x \leq 7.2$ 、 $1.2 \leq y \leq 1.6$ 、 $9 \leq z \leq 12$ の範囲内の値である。) 20

【請求項11】

上記シード層と上記下地層との間に設けられた別のシード層をさらに備える請求項1から10のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項12】

上記シード層と上記下地層との間に設けられた軟磁性層をさらに備える請求項1から10のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項13】

上記軟磁性層の膜厚は、40nm以上140nm以下である請求項12に記載の磁気記録媒体。

【請求項14】 30

上記軟磁性層は、第1の軟磁性層と、中間層と、第2の軟磁性層とを備え、

上記中間層は、上記第1の軟磁性層と上記第2の軟磁性層との間に設けられている請求項12または13に記載の磁気記録媒体。

【請求項15】

上記軟磁性層と上記下地層との間に別のシード層をさらに備える請求項12から14のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項16】

上記別のシード層が、アモルファス状態を有し、TiおよびCrを含む合金を含む請求項15に記載の磁気記録媒体。

【請求項17】 40

上記垂直記録層上に設けられた、Co、CrおよびPtを含む層をさらに備える請求項1から16のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項18】

上記シード層、上記下地層および上記垂直記録層は、Roll to Roll法により連続成膜されている請求項1から10のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項19】

リング型の記録ヘッドと巨大磁気抵抗効果型の再生ヘッドを用いる記録再生装置に用いられる請求項1から11のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項20】 50

単磁極型の記録ヘッドとトンネル磁気抵抗効果型の再生ヘッドを用いる記録再生装置に

用いられる請求項 1 2 から 1 6 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 2 1】

長尺状の基体と、シード層と、下地層と、垂直記録層とを備え、

上記シード層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

上記シード層は、アモルファス状態を有し、Ti および Cr を含む合金を含み、

上記シード層に含まれる Ti および Cr の総量に対する Ti の割合は、30 原子%以上 100 原子%未満である磁気記録媒体。

【請求項 2 2】

長尺状の基体と、アモルファス状態を有し、Ti および Cr を含む層と、下地層と、垂直記録層とを備え、

上記 Ti および Cr を含む層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

上記 Ti および Cr を含む層における Ti および Cr の総量に対する Ti の割合は、30 原子%以上 100 原子%未満である磁気記録媒体。

【請求項 2 3】

長尺状の基体の表面に、シード層、下地層および垂直記録層を Roll to Roll 法により連続成膜する工程を備え、

上記シード層は、アモルファス状態を有し、Ti、Cr および O を含む合金を含み、

上記シード層に含まれる Ti および Cr の総量に対する Ti の割合は、30 原子%以上 100 原子%未満であり、

上記シード層に含まれる Ti、Cr および O の総量に対する O の割合は、15 原子%以下である磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 2 4】

上記シード層、上記下地層および上記垂直記録層は、上記基体を回転体の周面に沿わせて搬送しながら連続成膜される請求項 2 3 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 2 5】

上記回転体の温度が、10℃以下であり、

上記回転体の周面のうち上記基体が接触する領域の角度範囲が、220°以上であり、

上記基体の幅 1 mm 長さ当たりの張力が、4 g/mm 以上であり、

上記シード層、上記下地層および上記垂直記録層のダイナミックレートのうち最大のものが、70 nm・m/min 以下である請求項 2 4 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 2 6】

上記連続成膜の工程では、上記基体の表面に、軟磁性層をさらに Roll to Roll 法により連続成膜する請求項 2 3 から 2 5 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本技術は、磁気記録媒体およびその製造方法に関する。詳しくは、シード層を備える磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、IT（情報技術）社会の発展、図書館および公文書館などの電子化、ならびにビジネス文書の長期保管により、データストレージ用テープメディアへの大容量化の要求が高まっている。また、最近では、グリーンストレージと呼ばれる、消費電力を下げ環境に配慮したストレージシステムが求められている。

【0003】

現在、データストレージ用テープメディアでは、磁性粉を非磁性支持体上に塗布した塗布型磁気テープメディアが主流となっている。カートリッジ 1 巻当たりの記録容量を増やすためには、磁性粉を微粒子化して面記録密度を向上させる必要があるが、現在用いられている塗布法では、10 nm（ナノメートル）以下の微粒子で薄膜を形成することは困難

10

20

30

40

50

である。

【 0 0 0 4 】

そこで、このような問題を解決するために、磁気異方性の高いC o C r P t系の金属材料をスパッタ法などの手法により非磁性支持体上に成膜し、かつ、その材料を非磁性支持体の表面に対して垂直方向に結晶配向させた垂直磁気記録媒体が提案されている。この垂直磁気記録媒体については、磁気記録層の配向性を改善し、磁気特性を向上することが望まれており、この要望に応えるための技術が、近年種々検討されている。例えば特許文献1では、その技術の一つとして、非磁性支持体上に、少なくとも、アモルファス層、シード層、下地層、磁性層、及び保護層が順次形成された磁気記録媒体が開示されている。また、シード層をT i、C r、M o、W、Z r、T i合金、C r合金、Z r合金のいずれかにより形成し、下地層をR uより形成し、磁性層をグラニユラ構造とすることが開示されている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 5 】

【特許文献1】特開2 0 0 5 - 1 9 6 8 8 5号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

したがって、本技術の目的は、磁気特性を向上できる磁気記録媒体およびその製造方法を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

上述の課題を解決するために、第1の技術は、  
長尺状の基体と、シード層と、下地層と、垂直記録層とを備え、  
シード層は、基体と下地層との間に設けられ、  
シード層は、アモルファス状態を有し、T i、C rおよびOを含む合金を含み、  
シード層に含まれるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、3 0原子%以上1 0 0原子%未満であり、  
シード層に含まれるT i、C rおよびOの総量に対するOの割合は、1 5原子%以下である磁気記録媒体である。

30

【 0 0 0 8 】

第2の技術は、  
長尺状の基体と、シード層と、下地層と、垂直記録層とを備え、  
シード層は、基体と下地層との間に設けられ、  
シード層は、アモルファス状態を有し、T iおよびC rを含む合金を含み、  
シード層に含まれるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、3 0原子%以上1 0 0原子%未満である磁気記録媒体である。

【 0 0 0 9 】

第3の技術は、  
長尺状の基体と、アモルファス状態を有し、T iおよびC rを含む層と、下地層と、垂直記録層とを備え、  
T iおよびC rを含む層は、基体と下地層との間に設けられ、  
T iおよびC rを含む層におけるT iおよびC rの総量に対するT iの割合は、3 0原子%以上1 0 0原子%未満である磁気記録媒体である。

40

【 0 0 1 0 】

第4の技術は、  
長尺状の基体の表面に、シード層、下地層および垂直記録層をR o l l t o R o l l 1法により連続成膜する工程を備え、  
シード層は、アモルファス状態を有し、T i、C rおよびOを含む合金を含み、

50

シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合は、30原子%以上100原子%未満であり、

シード層に含まれるTi、CrおよびOの総量に対するOの割合は、15原子%以下である磁気記録媒体の製造方法である。

【0011】

第5の技術は、

長尺状の基体を回転体の周面に沿わせて搬送しながら、該基体の表面に複数の薄膜を積層する工程を備え、

複数の薄膜のうちの少なくとも2層は、連続成膜される磁気記録媒体の製造方法である。

10

【0012】

本技術において、シード層、下地層および記録層の各層は、単層構造および多層構造のいずれであってもよい。磁気記録媒体の磁気特性および/または記録再生特性をさらに向上する観点からすると、多層構造を採用することが好ましい。製造効率を考慮すると、多層構造のうちでも2層構造を採用することが好ましい。

【0013】

本技術では、磁気記録媒体がシード層と下地層との間に設けられた軟磁性層をさらに備えることが好ましい。軟磁性層の構造としては、単層構造および多層構造のいずれを用いてもよいが、記録再生特性の向上の観点からすると、多層構造を用いることが好ましい。多層構造を有する軟磁性層としては、第1の軟磁性層と中間層と第2の軟磁性層とを備え、中間層が第1の軟磁性層と第2の軟磁性層との間に設けられているものが好ましい。磁気記録媒体が軟磁性層をさらに備える場合、軟磁性層と下地層との間に別のシード層をさらに備えることが好ましい。

20

【0014】

本技術では、シード層、下地層および記録層のうちの少なくとも2層が、Roll to Roll法により連続成膜されていることが好ましく、それら3層すべてが、同法により連続成膜されていることがより好ましい。磁気記録媒体が軟磁性層をさらに備える場合、シード層、軟磁性層、下地層および記録層のうちの少なくとも2層が、Roll to Roll法により連続成膜されていることが好ましく、それら4層すべてが、同法により連続成膜されていることがより好ましい。

30

【0015】

本技術では、基体と下地層との間に、アモルファス状態を有し、TiおよびCrを含む合金を含んでいるシード層が設けられている。これにより、基体に吸着したO<sub>2</sub>ガスやH<sub>2</sub>Oなどが下地層に対して及ぼす影響を抑制できるとともに、基体に金属性の平滑面を形成できる。

【発明の効果】

【0016】

以上説明したように、本技術によれば、下地層および記録層の配向性を改善し、磁気記録媒体の磁気特性を向上できる。

【図面の簡単な説明】

40

【0017】

【図1】図1は、本技術の第1の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。

【図2】図2は、本技術の第1の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の製造に用いられるスパッタ装置の構成の一例を示す概略図である。

【図3】図3は、本技術の第2の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。

【図4】図4は、実施例1、比較例1、2に係る磁気テープの下地層のX線回折の結果を示す図である。

【図5】図5は、実施例1、2、比較例3に係る磁気テープのシート層中に含まれる酸素

50

含有量に対する磁気特性の依存性を示す図である。

【図 6】図 6 は、実施例 2 ～ 4、比較例 4 に係る磁気テープのシート層中に含まれる T i 含有量に対する磁気特性の依存性を示す図である。

【図 7】図 7 は、実施例 4、5 に係る磁気テープの記録再生特性を示す図である。

【図 8】図 8 は、本技術の第 3 の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。

【図 9】図 9 は、本技術の第 4 の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。

【図 10】図 10 は、本技術の第 5 の実施形態に係る垂直磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。

10

【発明を実施するための形態】

【0018】

本技術の実施形態について以下の順序で説明する。

1 第 1 の実施形態（単層構造のシード層を備える垂直磁気記録媒体の例）

1.1 概要

1.2 垂直磁気記録媒体の構成

1.3 スパッタ装置の構成

1.4 垂直磁気記録媒体の製造方法

1.5 効果

2 第 2 の実施形態（2 層構造のシード層を備える垂直磁気記録媒体の例）

20

2.1 垂直磁気記録媒体の構成

2.2 効果

3 第 3 の実施形態（2 層構造の下地層を備える垂直磁気記録媒体の例）

3.1 垂直磁気記録媒体の構成

3.2 効果

3.3 変形例

4 第 4 の実施形態（単層構造の軟磁性裏打ち層をさらに備える垂直磁気記録媒体の例）

4.1 垂直磁気記録媒体の構成

4.2 効果

4.3 変形例

30

5 第 5 の実施形態（多層構造の軟磁性裏打ち層をさらに備える垂直磁気記録媒体の例）

5.1 垂直磁気記録媒体の構成

5.2 効果

5.3 変形例

【0019】

< 1 第 1 の実施形態 >

[ 1.1 概要 ]

磁気記録層の配向分散を低減するためには、下地層の役割が重要となる。その理由は、（１）配向性が良好な下地層を選ぶことで、磁気記録層の配向が改善され、（２）下地層と磁気記録層との格子定数のマッチングを良くすることで、下地層と磁気記録層との界面の接合が良好になり、磁気記録層における初期成長層が低減されるからである。したがって、下地層の役割としては、磁気記録層の配向性の向上と、磁気記録層における初期成長層の低減とを同時に実現することが望まれる。

40

【0020】

また、近年の垂直磁気記録媒体の記録層材料において主流となっているグラニューラ構造の実現においても下地層が形態学的に重要な役割を果たす。グラニューラ構造とは、強磁性体のカラムの周りを非磁性体が囲む構造のことをいう。記録層材料としてグラニューラ構造を有するものを用いる場合には、下地層の役割としては、上記 2 つの役割に加えて、グラニューラ構造の促進をも同時に実現することが望まれる。

【0021】

50

例えば、グラニュラ構造を有する磁気記録媒体の下地層としては、一般にRuまたはRu合金が用いられている。Ruは六方細密充填(hexagonal close-packed structure: hcp)構造を有し、磁気記録層としてしばしば用いられるCo系合金と同じ結晶構造となるため、格子定数のマッチングが比較的良好い。

#### 【0022】

しかし、磁気記録媒体の基体上に下地層を直接成膜した場合、基体表面に吸着したO<sub>2</sub>やH<sub>2</sub>Oの影響、および基体表面の微小な凹凸の影響により、下地層の配向性が著しく低下する。そこで、発明者らは、下地層の配向性を改善すべく、鋭意検討を繰り返した。その結果、本発明者らは、TiおよびCrを含む合金を含み、アモルファス状態を有するシード層を、基体と下地層との間にさらに設けることで、下地層の配向性を改善できる、すなわち磁気特性を改善できることを見出した。

10

#### 【0023】

しかし、本発明者らが、上述のシード層を設けた磁気記録媒体について更に鋭意検討を重ねたところ、この磁気記録媒体では、シード層の組成によっては下地層の配向性が低下することを見出した。そこで、本発明者らは、シード層の組成について実験により鋭意検討を重ねた結果、シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合を、30原子%以上100原子%未満とすることにより、下地層の配向性の低下を抑制できることを見出した。

#### 【0024】

また、本発明者らは、シード層が不純物酸素を含んでいる場合について鋭意検討を重ねたところ、この磁気記録媒体では、シード層に含まれるTi、CrおよびOの総量に対するOの割合を、15原子%以下とすることにより、下地層の配向性の低下を抑制できることを見出した。

20

以上により、発明者らは、本実施形態に係る磁気記録媒体を完成するに至った。

#### 【0025】

#### [1.2 磁気記録媒体の構成]

図1は、本技術の第1の実施形態に係る磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。磁気記録媒体は、いわゆる単層垂直磁気記録媒体であり、図1に示すように、基体11と、基体11の表面に設けられたシード層12と、シード層12の表面に設けられた下地層13と、下地層13の表面に設けられた磁気記録層14と、磁気記録層14の表面に設けられた保護層15と、保護層15の表面に設けられたトップコート層16とを備える。なお、本明細書では、軟磁性裏打ち層を持たない記録媒体を「単層垂直磁気記録媒体」と称し、軟磁性裏打ち層を有する記録媒体を「二層垂直磁気記録媒体」と称する。

30

#### 【0026】

この磁気記録媒体は、今後ますます需要が高まることが期待されるデータアーカイブ用ストレージメディアとして用いて好適なものである。この磁気記録媒体は、例えば、現在のストレージ用塗布型磁気テープの10倍以上の面記録密度、すなわち50Gb/in<sup>2</sup>の面記録密度を実現することが可能である。このような面記録密度を有する磁気記録媒体を用いて、一般のリニア記録方式のデータカートリッジを構成した場合には、データカートリッジ1巻当たり50TB以上の大容量記録が可能になる。この磁気記録媒体は、リング型の記録ヘッドと巨大磁気抵抗効果(Giant Magnetoresistive: GMR)型の再生ヘッドを用いる記録再生装置に用いて好適なものである。

40

#### 【0027】

#### (基体)

支持体となる基体11は、例えば、長尺状のフィルムである。基体11としては、可撓性を有する非磁性基体を用いることが好ましい。非磁性基体の材料としては、例えば、通常の磁気記録媒体に用いられる可撓性の高分子樹脂材料を用いることができる。このような高分子材料の具体例としては、ポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロース誘導体、ビニル系樹脂、ポリイミド類、ポリアミド類またはポリカーボネートなどが挙げられる。

50

## 【 0 0 2 8 】

## ( シード層 )

シード層 1 2 は、基体 1 1 と下地層 1 3 との間に設けられている。シード層 1 2 は、T i および C r を含む合金を含み、この合金はアモルファス状態を有している。具体的には、シード層 1 2 は、T i および C r を含む合金を含み、アモルファス状態を有している。また、この合金には、O (酸素) がさらに含まれていてもよい。この酸素は、例えば、スパッタリング法などの成膜法でシード層 1 2 を成膜する際に、シード層 1 2 内に微量に含まれる不純物酸素である。ここで、「シード層」とは、下地層 1 3 に類似した結晶構造を有し、結晶成長を目的として設けられる中間層ではなく、当該シード層 1 2 の平坦性およびアモルファス状態によって下地層 1 3 の垂直配向性を向上する中間層のことを意味する。「合金」とは、T i および C r を含む固溶体、共晶体、および金属間化合物などの少なくとも一種を意味する。「アモルファス状態」とは、電子線回折法により、ハローが観測され、結晶構造を特定できないことを意味する。

10

## 【 0 0 2 9 】

T i および C r を含む合金を含み、アモルファス状態を有するシード層 1 2 には、基体 1 1 に吸着した O<sub>2</sub> ガスや H<sub>2</sub>O の影響を抑制するとともに、基体 1 1 の表面の凹凸を緩和して基体 1 1 の表面に金属性の平滑面を形成する作用がある。この作用により、下地層 1 3 の垂直配向性が向上する。なお、シード層 1 2 の状態を結晶状態にすると、結晶成長に伴うカラム形状が明瞭となり、基体 1 1 の表面の凹凸が強調され、下地層 1 3 の結晶配向が悪化する。

20

## 【 0 0 3 0 】

シード層 1 2 に含まれる T i 、C r および O (酸素) の総量に対する O の割合は、好ましくは 1 5 原子% (atomic% : at%) 以下、より好ましくは 1 0 原子% 以下である。酸素の割合が 1 5 原子% を超えると、T i O<sub>2</sub> 結晶が生成することにより、シード層 1 2 の表面に形成される下地層 1 3 の結晶核形成に影響を与えるようになり、下地層 1 3 の配向性が大きく低下する。

## 【 0 0 3 1 】

シード層 1 2 に含まれる T i および C r の総量に対する T i の割合は、好ましくは 3 0 原子% 以上 1 0 0 原子% 未満、より好ましくは 5 0 原子% 以上 1 0 0 原子% 未満の範囲内である。T i の比率が 3 0 % 未満であると、C r の体心立方格子 (Body-Centered Cubic lattice : b c c) 構造の ( 1 0 0 ) 面が配向するようになり、シード層 1 2 の表面に形成される下地層 1 3 の配向性が低下する。

30

## 【 0 0 3 2 】

なお、上記元素の割合は次のようにして求めることができる。磁気記録媒体のトップコート層 1 6 側からイオンビームによるエッチングを行い、エッチングされたシード層 1 2 の最表面についてオージェ電子分光法による解析を実施し、膜厚に対する平均の原子数比率をその元素の比率とする。具体的には、T i 、C r および O の 3 元素について解析を行い、その百分率比率による元素量を同定する。

## 【 0 0 3 3 】

シード層 1 2 に含まれる合金が、T i および C r 以外の元素を添加元素としてさらに含んでいてもよい。この添加元素としては、例えば、N b 、N i 、M o 、A l および W などからなる群より選ばれる 1 種以上の元素が挙げられる。

40

## 【 0 0 3 4 】

## ( 下地層 )

下地層 1 3 は、磁気記録層 1 4 と同様の結晶構造を有していることが好ましい。磁気記録層 1 4 が C o 系合金を含んでいる場合には、下地層 1 3 は、C o 系合金と同様の六方細密充填 (h c p) 構造を有する材料を含み、その構造の c 軸が膜面に対して垂直方向 (すなわち膜厚方向) に配向していることが好ましい。磁気記録層 1 4 の配向性を高め、かつ、下地層 1 3 と磁気記録層 1 4 との格子定数のマッチングを比較的良好にできるからである。六方細密充填 (h c p) 構造を有する材料としては、R u を含む材料を用いることが

50



好ましく、具体的にはRu単体またはRu合金が好ましい。Ru合金としては、例えば、Ru-SiO<sub>2</sub>、Ru-TiO<sub>2</sub>またはRu-ZrO<sub>2</sub>などのRu合金酸化物が挙げられる。

#### 【0035】

(磁気記録層)

磁気記録層14は、記録密度を向上する観点から、Co系合金を含むグラニユラ磁性層であることが好ましい。このグラニユラ磁性層は、Co系合金を含む強磁性結晶粒子と、この強磁性結晶粒子を取り巻く非磁性粒界（非磁性体）とから構成されている。より具体的には、このグラニユラ磁性層は、Co系合金を含むカラム（柱状結晶）と、このカラムを取り囲み、それぞれのカラムを磁氣的に分離する非磁性粒界（例えばSiO<sub>2</sub>などの酸

10

#### 【0036】

Co系合金は、六方細密充填（hcp）構造を有し、そのc軸が膜面に対して垂直方向（膜厚方向）に配向している。Co系合金としては、少なくともCo、CrおよびPtを含有するCoCrPt系合金を用いることが好ましい。CoCrPt系合金は、特に限定されるものではなく、CoCrPt合金がさらに添加元素を含んでいてもよい。添加元素としては、例えば、NiおよびTaなどからなる群より選ばれる1種以上の元素が挙げられる。

#### 【0037】

強磁性結晶粒子を取り巻く非磁性粒界は、非磁性金属材料を含んでいる。ここで、金属には半金属を含むものとする。非磁性金属材料としては、例えば、金属酸化物および金属窒化物のうちの少なくとも一方を用いることができ、グラニユラ構造をより安定に維持する観点からすると、金属酸化物を用いることが好ましい。金属酸化物としては、Si、Cr、Co、Al、Ti、Ta、Zr、Ce、YおよびHfなどからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素を含む金属酸化物が挙げられ、少なくともSi酸化物（すなわちSiO<sub>2</sub>）を含んでいる金属酸化物が好ましい。その具体例としては、SiO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CoO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、ZrO<sub>2</sub>またはHfO<sub>2</sub>などが挙げられる。金属窒化物としては、Si、Cr、Co、Al、Ti、Ta、Zr、Ce、YおよびHfなどからなる群より選ばれる少なくとも1種以上の元素を含む金属窒化物が挙げられる。その具体例としては、SiN、TiNまたはAlNなどが挙げられる。グラニユラ構造をより安定に維持するためには、非磁性粒界が金属窒化物および金属酸化物のうち金属酸化物を含んでいることが好ましい。

20

30

#### 【0038】

SNR（Signal-Noise Ratio）の更なる向上を実現する観点からすると、強磁性結晶粒子に含まれるCoCrPt系合金と、非磁性粒界に含まれるSi酸化物とが、以下の式（1）に示す平均組成を有していることが好ましい。反磁界の影響を抑え、かつ、十分な再生出力を確保できる飽和磁化量Msを実現でき、これにより、高いSNRを確保できるからである。

$$(Co_xPt_yCr_{100-x-y})_{100-z} - (SiO_2)_z \cdots (1)$$

(但し、式(1)中において、x、y、zはそれぞれ、6.9 ≤ x ≤ 7.2、1.2 ≤ y ≤ 1.6、9 ≤ z ≤ 12の範囲内の値である。)

40

#### 【0039】

なお、上記組成は次のようにして求めることができる。磁気記録媒体のトップコート層16側からイオンビームによるエッチングを行い、エッチングされた磁気記録層12の最表面についてオージェ電子分光法による解析を実施し、膜厚に対する平均の原子数比率をその元素の比率とする。具体的には、Co、Pt、Cr、SiおよびOの5元素について解析を行い、その百分率比率による元素量を同定する。

#### 【0040】

本実施形態に係る磁気記録媒体は、軟磁性材料を含む裏打ち層（軟磁性裏打ち層）を有

50

さない単層磁気記録媒体であるが、この種の磁気記録媒体では、磁気記録層 14 に起因する垂直方向への反磁界の影響が大きいと、垂直方向への十分な記録が困難となる傾向がある。反磁界は、磁気記録層 14 の飽和磁化量  $M_s$  に比例して大きくなるので、反磁界を抑えるためには飽和磁化量  $M_s$  を小さくすることが望ましい。しかしながら、飽和磁化量  $M_s$  が小さくなると、残留磁化量  $M_r$  が小さくなり、再生出力が低下する。したがって、磁気記録層 14 に含まれる材料は、反磁界の影響の抑制（すなわち飽和磁化量  $M_s$  の低減）と、十分な再生出力を確保できる残留磁化量  $M_r$  とを両立する観点から選択することが好ましい。上記式（1）の平均組成においては、これらの特性を両立し、高い S N R を確保できる。

#### 【0041】

シード層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 のうち少なくとも隣接する 2 層は、Roll to Roll 法により連続成膜されていることが好ましく、それらの 3 層すべてが Roll to Roll 法により連続成膜されていることがより好ましい。磁気特性および記録再生特性を更に向上できるからである。

#### 【0042】

（保護層）

保護層 15 は、例えば、炭素材料または二酸化ケイ素（ $SiO_2$ ）を含み、保護層 15 の膜強度の観点からすると、炭素材料を含んでいることが好ましい。炭素材料としては、例えば、グラファイト、ダイヤモンド状炭素（Diamond-Like Carbon：DLC）またはダイヤモンドなどが挙げられる。

#### 【0043】

（トップコート層）

トップコート層 16 は、例えば潤滑剤を含んでいる。潤滑剤としては、例えば、シリコン系潤滑剤、炭化水素系潤滑剤またはフッ素化炭化水素系潤滑剤などを用いることができる。

#### 【0044】

〔1.3 スパッタ装置の構成〕

図 2 は、本技術の第 1 の実施形態に係る磁気記録媒体の製造に用いられるスパッタ装置の構成の一例を示す概略図である。このスパッタ装置は、シード層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 の成膜に用いられる連続巻取式スパッタ装置であり、図 2 に示すように、成膜室 21 と、金属キャン（回転体）であるドラム 22 と、カソード 23a ~ 23c と、供給リール 24 と、巻き取りリール 25 と、複数のガイドロール 27、28 とを備える。スパッタ装置は、例えば DC（直流）マグネトロンスパッタリング方式の装置であるが、スパッタリング方式はこの方式に限定されるものではない。

#### 【0045】

成膜室 21 は、排気口 26 を介して図示しない真空ポンプに接続され、この真空ポンプにより成膜室 21 内の雰囲気圧が所定の真空度に設定される。成膜室 21 の内部には、回転可能な構成を有するドラム 22、供給リール 24 および巻き取りリール 25 が配置されている。成膜室 21 の内部には、供給リール 24 とドラム 22 との間における基体 11 の搬送をガイドするための複数のガイドロール 27 が設けられていると共に、ドラム 22 と巻き取りロール 25 との間における基体 11 の搬送をガイドするための複数のガイドロール 28 が設けられている。スパッタ時には、供給リール 24 から巻き出された基体 11 が、ガイドロール 27、ドラム 22 およびガイドロール 28 を介して巻き取りリール 25 に巻き取られる。ドラム 22 は円柱状の形状を有し、細長い矩形状の基体 11 はドラム 22 の円柱面状の周面に沿わせて搬送される。ドラム 22 には、図示しない冷却機構が設けられており、スパッタ時には、例えば -20 程度に冷却される。成膜室 21 の内部には、ドラム 22 の周面に対向して複数のカソード 23a ~ 23c が配置されている。これらのカソード 23a ~ 23c にはそれぞれターゲットがセットされている。具体的には、カソード 23a、23b、23c にはそれぞれ、シート層 12、下地層 13、磁気記録層 14 を成膜するためのターゲットがセットされている。これらのカソード 23a ~ 23c により

10

20

30

40

50

複数の種類の膜、すなわちシート層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 が同時に成膜される。

#### 【0046】

スパッタ時の成膜室 21 の雰囲気は、例えば、 $1 \times 10^{-5} \text{ Pa} \sim 5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  程度に設定される。シート層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 の膜厚および特性（例えば磁気特性）は、基体 11 を巻き取るテープライン速度、スパッタ時に導入する Ar ガスの圧力（スパッタガス圧）、および投入電力などを調整することにより制御可能である。テープライン速度は、 $1 \text{ m/min} \sim 10 \text{ m/min}$  程度の範囲内であることが好ましい。スパッタガス圧は、 $0.1 \text{ Pa} \sim 5 \text{ Pa}$  程度の範囲内であることが好ましい。投入電力量は、 $30 \text{ mW/mm}^2 \sim 150 \text{ mW/mm}^2$  程度の範囲内であることが好ましい。

10

#### 【0047】

高分子材料を含む、厚みの薄い基体 11 の表面に、シート層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 を連続成膜する場合には、以下の (1) ~ (4) の成膜条件のすべてを満たしていることが好ましい。

(1) ドラム 22 の温度が、好ましくは  $10$  以下、より好ましくは  $-20$  以下である。ここで、ドラム 22 の温度は、測温抵抗体、リニア抵抗、サーミスタなどを利用した回転体用の温度センサーをドラム 22 上にセットして測定したものである。

(2) ドラム 22 の周面のうち基体 11 が接触する領域の角度範囲は、好ましくは  $220^\circ$  以上  $360^\circ$  未満、より好ましくは  $270^\circ$  以上  $360^\circ$  未満である。ここで、角度範囲は、図 2 に示すように、円柱状のドラム 22 の中心軸に対するドラム 22 の周面の円周方向の角度範囲を意味する。

20

(3) 基体 11 の幅  $1 \text{ mm}$  長さ当たりの張力が、好ましくは  $4 \text{ g/mm}$  以上、より好ましくは  $4 \text{ g/mm}$  以上  $20 \text{ g/mm}$  以下である。ここで、張力は、基準とするガイドロール 27、28 の両側にかかる荷重をストレインゲージトランスデューサー（張力センサー）により計測したものである。

(4) シート層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 のダイナミックレートのうち最大のものが、好ましくは  $70 \text{ nm} \cdot \text{m/min}$  以下である。ここで、ダイナミックレートとは、成膜膜厚と送り速度の積である。

#### 【0048】

上記 (1) ~ (4) の成膜条件を満たすことで、スパッタ時のプラズマからの輻射熱による基体 11 のダメージを抑制することができる。より具体的には、基体 11 の一部が変形したり、より深刻なケースでは成膜中に基体 11 に切断が発生したりすることなどを抑制することができる。また、上記 (3) の成膜条件において張力の上限値を  $20 \text{ g/mm}$  以下とした場合には、磁気テープを巻き取った後のテンションで基体 11 上に積層した膜にクラックが発生することを抑制できる。

30

#### 【0049】

上述の構成を有するスパッタ装置では、シード層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 を Roll to Roll 法により連続成膜または不連続成膜することができ、磁気特性および記録再生特性の更なる向上の観点からすると、連続成膜することが好ましい。連続成膜を採用する場合、シード層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 のうち少なくとも隣接する 2 層を、Roll to Roll 法により連続成膜することが好ましく、それらの 3 層すべてを Roll to Roll 法により連続成膜することがより好ましい。

40

#### 【0050】

ここで、連続成膜とは、接続する下層（シード層 12 または下地層 13）と上層（下地層 13 または磁気記録層 14）とが成膜される間に、下層の表面状態に変化を招くことがない、より具体的には下層の表面に何らかの力が加えられることがない成膜のことを意味する。連続成膜プロセスの具体例としては、供給リール 24 から基体 11 を巻き出し、ドラム 22 を介して巻き取りリール 25 に巻き取る 1 回の工程で、走行する基体 11 の表面にシード層 12、下地層 13 および磁気記録層 14 を順次成膜するプロセスが挙げられる

50

。

## 【 0 0 5 1 】

一方、不連続成膜とは、接続する下層（シード層 1 2 または下地層 1 3 ）と上層（下地層 1 3 または磁気記録層 1 4 ）とが成膜される間に、下層の表面状態に変化を招いてしまう、より具体的には下層の表面に何らかの力が加えられてしまう成膜のことを意味する。不連続成膜プロセスの具体例としては、以下のプロセスが挙げられる。すなわち、供給リール 2 4 から基体 1 1 を巻き出し、ドラム 2 2 上で下層を基体 1 1 の表面に成膜し、巻き取りリール 2 5 に巻き取る。その後、再度巻き取りリール 2 5 から基体 1 1 を巻き出し、ドラム 2 2 上で上層を基体 1 1 の表面に成膜し、供給リール 2 4 に巻き取る。このプロセスでは、巻き取りリール 2 5 に基体 1 1 を巻き取るとき、および巻き取りリール 2 5 から基体 1 1 を巻き出すとき、下層の表面が複数のガイドロール 2 8 に接触するとともに、巻き取りリール 2 5 に基体 1 1 を巻き取ったときに下層の表面がその上に巻き取られる基体 1 1 の裏面に接触する。このため、下層の表面状態に変化を招くことになる。

10

## 【 0 0 5 2 】

## [ 1 . 4 磁気記録媒体の製造方法 ]

本技術の第 1 の実施形態に係る磁気記録媒体は、例えば、以下のようにして製造することができる。

## 【 0 0 5 3 】

まず、図 2 に示したスパッタ装置を用いて、シード層 1 2、下地層 1 3 および磁気記録層 1 4 を基体 1 1 の上に形成する。具体的には以下のようにして成膜する。まず、成膜室 2 1 を所定の圧力になるまで真空引きする。その後、成膜室 2 1 内に Ar ガスなどのプロセスガスを導入しながら、カソード 2 3 a ~ 2 3 c にセットされたターゲットをスパッタして、走行する基体 1 1 の表面にシード層 1 2、下地層 1 3 および磁気記録層 1 4 を順次成膜する。

20

## 【 0 0 5 4 】

供給リール 2 4 から基体 1 1 を巻き出し、ドラム 2 2 を介して巻き取りリール 2 5 に巻き取る 1 回の工程で、走行する基体 1 1 の表面にシード層 1 2、下地層 1 3 および磁気記録層 1 4 のうちの少なくとも隣接する 2 層を成膜することが好ましく、3 層すべてを連続成膜することがより好ましい。なお、供給リール 2 4 から基体 1 1 を巻き出し、ドラム 2 2 を介して巻き取りリール 2 5 に巻き取る 1 回の工程で、隣接する 2 層（シード層 1 2、下地層 1 3）を成膜した場合には、再度巻き取りリール 2 5 から基体 1 1 を巻き出し、供給リール 2 4 に巻き取る更なる工程で、ドラム 2 2 上で残りの 1 層（磁気記録層 1 4）が成膜される。

30

## 【 0 0 5 5 】

次に、磁気記録層 1 4 の表面に保護層 1 5 を形成する。保護層 1 5 の形成方法としては、例えば化学気相成長（Chemical Vapor Deposition : C V D）法または物理蒸着（physical vapor deposition : P V D）法を用いることができる。

## 【 0 0 5 6 】

次に、例えば潤滑剤を保護層 1 5 の表面に塗布し、トップコート層 1 6 を形成する。潤滑剤の塗布方法はとしては、例えば、グラビアコーティング、ディップコーティングなどの各種塗布方法を用いることができる。

40

以上により、図 1 に示した磁気記録媒体が得られる。

## 【 0 0 5 7 】

## [ 1 . 5 効果 ]

第 1 の実施形態に係る磁気記録媒体では、以下の（ 1 ）および（ 2 ）の構成および作用を有している。

（ 1 ）基体 1 1 と下地層 1 3 との間に、アモルファス状態を有し、Ti および Cr を含む合金を含んでいるシード層 1 2 が設けられている。これにより、基体 1 1 に吸着した O<sub>2</sub> ガスや H<sub>2</sub>O などが下地層 1 3 に対して及ぼす影響を抑制するとともに、基体 1 1 の表面に金属性の平滑面を形成できる。

50

(2) シード層 12 に含まれる Ti および Cr の総量に対する Ti の割合を、30 原子 % 以上 100 原子 % 未満としている。これにより、Cr の体心立方格子 (bcc) 構造の (100) 面の配向を抑制できる。

上記 (1) および (2) の構成および作用を有することで、下地層 13 および磁気記録層 14 の配向性を改善し、優れた磁気特性を達成することができる。したがって、高出力化および低ノイズ化といった媒体性能の向上を実現できる。

【0058】

また、第 1 の実施形態に係る磁気記録媒体では、シード層 12 が不純物酸素を含んでいる場合には、以下の (3) の構成および作用をさらに有していることが好ましい。

(3) シード層 12 に含まれる Ti、Cr および O の総量に対する O の割合を、15 原子 % 以下としていることが好ましい。これにより、TiO<sub>2</sub> 結晶が生成することを抑制し、シード層 12 の表面に形成される下地層 13 の結晶核形成に対する影響を抑制できる。

上記 (3) の構成および作用をさらに有することで、シード層 12 が不純物酸素を含んでいる場合であっても、下地層 13 および磁気記録層 14 の配向性を改善し、優れた磁気特性を達成することができる。

【0059】

< 2 第 2 の実施形態 >

[ 2.1 磁気記録媒体の構成 ]

図 3 は、本技術の第 2 の実施形態に係る磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。この第 2 の実施形態に係る磁気記録媒体は、図 3 に示すように、2 層構造のシード層 17 を備える点において、第 1 の実施形態に係る磁気記録媒体とは異なっている。なお、第 2 の実施形態において第 1 の実施形態と同様の箇所には同一の符号を付して説明を省略する。

【0060】

シード層 17 は、第 1 のシード層 (上側シード層) 17a および第 2 のシード層 (下側シード層) 17b を備える。第 1 のシード層 17a が下地層 13 の側に設けられ、第 2 のシード層 17b が基体 11 の側に設けられる。第 2 のシード層 17b は、第 1 の実施形態におけるシード層 12 と同様のものを用いることができる。第 1 のシード層 17a は、例えば第 2 のシード層 17b とは異なる組成の材料を含んでいる。この材料の具体例としては、NiW または Ta などが挙げられる。なお、第 1 のシード層 17a は、シード層ではなく、第 2 のシード層 17b と下地層 13 との間に設けられた中間層と見なすことも可能である。

【0061】

[ 2.2 効果 ]

磁気記録媒体が 2 層構造のシード層 17 を備えることで、下地層 13 および磁気記録層 14 の配向性をさらに改善し、磁気特性をさらに向上させることが可能となる。

【0062】

< 3 第 3 の実施形態 >

[ 3.1 磁気記録媒体の構成 ]

図 8 は、本技術の第 3 の実施形態に係る磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。この第 3 の実施形態に係る磁気記録媒体は、図 8 に示すように、2 層構造の下地層 18 を備える点において、第 2 の実施形態に係る磁気記録媒体とは異なっている。なお、第 3 の実施形態において第 2 の実施形態と同様の箇所には同一の符号を付して説明を省略する。

【0063】

下地層 18 は、第 1 の下地層 (上側下地層) 18a および第 2 の下地層 (下側下地層) 18b を備える。第 1 の下地層 18a が磁気記録層 14 の側に設けられ、第 2 の下地層 18b がシード層 17 の側に設けられる。

【0064】

第 1 の下地層 18a、第 2 の下地層 18b の材料としては、ともに、例えば、上述の第

10

20

30

40

50

1の実施形態における下地層13と同様のものを用いることができる。しかしながら、第1の下地層18a、第2の下地層18bそれぞれにおいて目的とする効果が異なっており、それ故にそれぞれのスパッタ条件は異なるものとなる。すなわち、第1の下地層18aについてはその上層となる磁気記録層のグラニユラ構造を促進する膜構造とすることが重要であり、第2の下地層18bについては結晶配向性の高い膜構造とすることが重要となる。

【0065】

[3.2 効果]

磁気記録媒体が2層構造の下地層18を備えることで、磁気記録層14の配向性およびグラニユラ構造性をさらに改善し、磁気特性をさらに向上させることが可能となる。

10

【0066】

[3.3 変形例]

第3の実施形態に係る磁気記録媒体において、2層構造のシード層17に代えて単層構造のシード層を備えるようにしてもよい。単層構造のシード層としては、第1の実施形態におけるシード層12を用いることができる。

【0067】

<4 第4の実施形態>

[4.1 磁気記録媒体の構成]

図9は、本技術の第4の実施形態に係る磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。この第4の実施形態に係る磁気記録媒体は、いわゆる二層垂直磁気記録媒体であり、図9に示すように、基体11とシード層17との間に、シード層19および軟磁性裏打ち層(Soft magnetic underlayer、以下「SUL」という。)31を備える点において、第3の実施形態に係る磁気記録媒体とは異なっている。シード層19は基体11の側に設けられ、SUL31はシード層17の側に設けられる。この第4の実施形態に係る磁気記録媒体は、単磁極型(Single Pole Type: SPT)の記録ヘッドとトンネル磁気抵抗効果(Tunnel Magnetoresistive: TMR)型の再生ヘッドを用いる記録再生装置に用いて好適なものである。なお、第4の実施形態において第3の実施形態と同様の箇所には同一の符号を付して説明を省略する。

20

【0068】

シード層19としては、第1の実施形態におけるシード層12と同様のものを用いることができる。

30

【0069】

SUL31の膜厚は、好ましくは40nm以上、より好ましくは40nm以上140nm以下である。40nm未満であると、記録再生特性が低下する傾向がある。一方、140nmを超えると、SUL膜の結晶粒の粗大化による下地層18の結晶配向性の低下が顕著となるとともに、SUL31の成膜時間が長くなり、生産性の低下を招く虞がある。SUL31は、アモルファス状態の軟磁性材料を含んでいる。軟磁性材料としては、例えば、Co系材料またはFe系材料などを用いることができる。Co系材料としては、例えば、CoZrNb、CoZrTa、CoZrTaNbなどが挙げられる。Fe系材料としては、例えば、FeCoB、FeCoZr、FeCoTaなどが挙げられる。

40

【0070】

SUL31はアモルファス状態を有するため、SUL31上に形成される層のエピタキシャル成長を促す役割を担わないが、SUL31の上に形成される下地層18の結晶配向を乱さないことが求められる。そのためには、軟磁性材料がカラムを形成しない微細な構造を有していることが必要となるが、基体11からの水分などのデガスの影響が大きい場合、軟磁性材料が粗大化し、SUL31上に形成される下地層18の結晶配向を乱してしまう。それらの影響を抑えるために、シード層19を基体11の表面に設けることが重要となる。特に、水分や酸素などの気体の吸着の多い、高分子材料のフィルムを基体11として用いる場合、それらの影響を抑えるためにシード層19を設けることが重要となる。

【0071】

50

記録層 14 と保護層 15 との間に CAP 層 ( スタック層 ) 32 をさらに備えることが好ましい。グラニュラ構造を有する磁気記録層 14 と、CAP 層 32 とからなる積層構造は、一般に Coupled Granular Continuous ( CGC ) と呼ばれている。CAP 層 32 の膜厚は、4 nm 以上 12 nm 以下であることが好ましい。CAP 層 32 の膜厚を 4 nm 以上 12 nm 以下の範囲内に選択することで、より良好な記録再生特性を得ることができる。CoCrPt 系材料を含んでいる。CoCrPt 系材料としては、例えば、CoCrPt、CoCrPtB、これら材料に金属酸化物をさらに添加した材料 ( CoCrPt - 金属酸化物、CoCrPtB - 金属酸化物 ) などが挙げられる。添加する金属酸化物としては、例えば、Si、Ti、Mg、Ta および Cr などからなる群より選ばれる少なくとも 1 種を用いることができる。その具体例としては、SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、MgO、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、それらの 2 種以上の混合体などが挙げられる。

10

#### 【 0072 】

第 4 の実施形態に係る磁気記録媒体では、シード層 19、SUL31、第 1、第 2 のシード層 17a、17b、第 1、第 2 の下地層 18a、18b および磁気記録層 14 のすべてが Roll to Roll 法により連続成膜されていることが好ましい。磁気特性および記録再生特性を更に向上できるからである。

#### 【 0073 】

##### [ 4.2 効果 ]

第 4 の実施形態に係る磁気記録媒体では、垂直磁性層である磁気記録層 14 の下に SUL31 を設けることで、磁気記録層 14 の表層に発生する磁極の発生を減磁界を抑えとともに、ヘッド磁束を SUL31 中に誘導することにより、鋭いヘッド磁界の発生を助ける役割を果たす。また、基体 11 と SUL31 との間にシード層 19 を設けているので、SUL31 に含まれる軟磁性材料の粗大化を抑制することができる。すなわち、下地層 18 における結晶配向の乱れを抑制することができる。したがって、第 1 の実施形態よりも高い面記録密度を有する磁気記録媒体において、良好な記録再生特性を実現することができる。

20

#### 【 0074 】

グラニュラ構造を有する磁気記録層 14 上に CAP 層 32 を設けた構造を採用した場合には、これらの磁気記録層 14 と CAP 層 32 との間で交換相互作用による磁氣的結合を発生させ、その効果により、Hc 近傍での M - H ループの傾きを急峻とすることで、記録を容易とすることができる。通常、磁気記録層 14 のみで M - H ループの傾きを急峻とした場合、ノイズの増大が観察されるが、この構造の場合には、ノイズを発生する記録の構造は低ノイズ構造を維持できるため、低ノイズでかつ記録が容易となる構造を実現できる。

30

#### 【 0075 】

##### [ 4.3 変形例 ]

第 4 の実施形態に係る磁気記録媒体において、2 層構造のシード層 17 に代えて単層構造のシード層を備えるようにしてもよい。単層構造のシード層としては、第 1 の実施形態におけるシード層 12 を用いることができる。また、2 層構造の下地層 18 に代えて単層構造の下地層を備えるようにしてもよい。単層構造の下地層としては、第 1 の実施形態における下地層 13 を用いることができる。

40

#### 【 0076 】

##### < 5 第 5 の実施形態 >

##### [ 5.1 磁気記録媒体の構成 ]

図 10 は、本技術の第 5 の実施形態に係る磁気記録媒体の構成の一例を模式的に示す断面図である。この第 5 の実施形態に係る磁気記録媒体は、図 10 に示すように、Antiparallel Coupled SUL ( 以下「APC - SUL」という。 ) 33 を備える点において、第 4 の実施形態に係る磁気記録媒体とは異なっている。なお、第 5 の実施形態において第 4 の実施形態と同様の箇所には同一の符号を付して説明を省略する。

#### 【 0077 】

50

A P C - S U L 3 3 は、薄い中間層 3 3 b を介して 2 つの軟磁性層 3 3 a、3 3 c を積層し、中間層 3 3 b を介した交換結合を利用して積極的に磁化を反平行に結合させた構造を有している。軟磁性層 3 3 a、3 3 c の膜厚は略同一であることが好ましい。軟磁性層 3 3 a、3 3 c のトータルの膜厚は、好ましくは 4 0 n m 以上、より好ましくは 4 0 n m 以上 7 0 n m 以下である。4 0 n m 未満であると、記録再生特性が低下する傾向がある。一方、7 0 n m を超えると、A P C - S U L 3 3 の成膜時間が長くなり、生産性の低下を招く虞がある。軟磁性層 3 3 a、3 3 c の材料は同一の材料であることが好ましく、その材料としては第 4 の実施形態における S U L 3 1 と同様の材料を用いることができる。中間層 3 3 b の膜厚は、例えば 0 . 8 n m 以上 1 . 4 n m 以下、好ましくは 0 . 9 n m 以上 1 . 3 n m 以下、より好ましくは 1 . 1 n m 程度である。中間層 3 3 b の膜厚を 0 . 9 n m 以上 1 . 3 n m 以下の範囲内に選択することで、より良好な記録再生特性を得ることができる。中間層 3 3 b の材料としては、V、Cr、Mo、Cu、Ru、Rh、及び Re が考えられ、特に、Ru を含んでいることが好ましい。

10

【 0 0 7 8 】

[ 5 . 2 効果 ]

第 5 の実施形態に係る磁気記録媒体では、A P C - S U L 3 3 を用いているので、上層部である軟磁性層 3 3 a と下層部である軟磁性層 3 3 c とが反平行に交換結合し、残留磁化状態で上下層トータルの磁化量はゼロなる。これにより、A P C - S U L 3 3 中の磁区が動いた場合に発生する、スパイク状のノイズの発生を抑えることができる。したがって、記録再生特性を更に向上することができる。

20

【 0 0 7 9 】

[ 5 . 3 変形例 ]

第 5 の実施形態に係る磁気記録媒体において、第 4 の実施形態の変形例に係る磁気記録媒体と同様に、単層構造のシード層および / または下地層を備えるようにしてもよい。

【実施例】

【 0 0 8 0 】

以下、実施例により本技術を具体的に説明するが、本技術はこれらの実施例のみに限定されるものではない。

【 0 0 8 1 】

本技術の実施例について以下の順序で説明する。

30

- i . 軟磁性裏打ち層 ( S U L ) を持たない磁気テープについての検討
- ii . 軟磁性裏打ち層 ( S U L ) を持った磁気テープについての検討

【 0 0 8 2 】

< i . 軟磁性裏打ち層 ( S U L ) を持たない磁気テープについての検討 >

( 実施例 1 )

( シード層の成膜工程 )

まず、以下の成膜条件にて、非磁性基体としての高分子フィルム上に T i C r シード層を 5 n m 成膜した。

スパッタリング方式 : D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット : T i <sub>30</sub> C r <sub>70</sub> ターゲット

40

到達真空度 :  $5 \times 10^{-5}$  P a

ガス種 : A r

ガス圧 : 0 . 5 P a

【 0 0 8 3 】

( 下地層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、T i C r シード層上に R u 下地層を 2 0 n m 成膜した。

スパッタリング方式 : D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット : R u ターゲット

ガス種 : A r

ガス圧 : 1 . 5 P a

50



## 【 0 0 8 4 】

( 磁気記録層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、Ru下地層上に(CoCrPt) - (SiO<sub>2</sub>) 磁気記録層を20nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：(Co<sub>75</sub>Cr<sub>10</sub>Pt<sub>15</sub>)<sub>90</sub> - (SiO<sub>2</sub>)<sub>10</sub>ターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1.5Pa

## 【 0 0 8 5 】

( 保護層の成膜工程 )

10

次に、以下の成膜条件にて、(CoCrPt) - (SiO<sub>2</sub>) 磁気記録層上にカーボンからなる保護層を5nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：カーボンターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1.0Pa

## 【 0 0 8 6 】

( トップコート層の成膜工程 )

次に、潤滑剤を保護層上に塗布し、保護層上にトップコート層を成膜した。

以上により、垂直磁気記録媒体である磁気テープを得た。

20

## 【 0 0 8 7 】

( 実施例 2 )

シード層の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ti<sub>30</sub>Cr<sub>70</sub>ターゲット

到達真空度：1×10<sup>-5</sup>Pa

ガス種：Ar

ガス圧：0.5Pa

## 【 0 0 8 8 】

30

( 実施例 3 )

シード層の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ti<sub>40</sub>Cr<sub>60</sub>ターゲット

到達真空度：1×10<sup>-5</sup>Pa

ガス種：Ar

ガス圧：0.5Pa

## 【 0 0 8 9 】

( 実施例 4 )

40

シード層の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実施例1と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ti<sub>50</sub>Cr<sub>50</sub>ターゲット

到達真空度：1×10<sup>-5</sup>Pa

ガス種：Ar

ガス圧：0.5Pa

## 【 0 0 9 0 】

( 実施例 5 )

磁気記録層の成膜工程の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実

50

施例 4 と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット： $(\text{Co}_{70}\text{Cr}_{15}\text{Pt}_{15})_{90} - (\text{SiO}_2)_{10}$  ターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1 . 5 Pa

【0091】

(比較例 1)

シード層の成膜工程を省略して、非磁性基体としての高分子フィルム上に下地層を直接形成する以外は、実施例 1 と同様にして磁気テープを得た。

【0092】

(比較例 2)

シード層の成膜工程における成膜条件を調整して、TiCrシード層を40nm成膜する以外は、実施例 1 と同様にして磁気テープを得た。

【0093】

(比較例 3)

シード層の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実施例 1 と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ti<sub>30</sub>Cr<sub>70</sub>ターゲット

到達真空度： $1 \times 10^{-4}$  Pa

ガス種：Ar

ガス圧：0 . 5 Pa

【0094】

(比較例 4)

シード層の成膜工程における成膜条件を以下のように変更する以外は、実施例 1 と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ti<sub>20</sub>Cr<sub>80</sub>ターゲット

到達真空度： $1 \times 10^{-5}$  Pa

ガス種：Ar

ガス圧：0 . 5 Pa

【0095】

(特性評価)

上述のようにして得られた実施例 1 ~ 5 および比較例 1 ~ 4 の磁気テープについて、以下の (a) ~ (f) の評価を行った。

【0096】

(a) 下地層の垂直配向性

X線回折装置により、 $\theta / 2$  特性を調査し、下地層に含まれるRuの垂直配向性を以下の基準で評価した。

垂直配向性が良好：(0002)のみのピークが観察された場合

垂直配向性が悪い：(0002)のピークの以外に、(10-10)、(10-11)のピークも観察された場合

ここで、上記結晶方位における“-1”は、オーバーラインが付された“1”を意味する。

【0097】

(b) シード層の状態

電子線回折法により、TiCrシード層の状態を解析した。電子線回折法では、TiCrシード層が結晶状態であれば電子線回折像としてドットが得られ、TiCrシード層が多結晶状態であれば電子線回折像としてリングが得られ、そして、TiCrシード層がアモルファス状態であれば電子線回折像としてハローが得られる。

## 【 0 0 9 8 】

## ( c ) シード層の組成

以下のようにしてシード層の組成を分析した。サンプルの表層からイオンビームによるエッチングを行い、エッチングされた最表面についてオージェ電子分光法による解析を実施し、膜厚に対する平均の原子数比率をその元素の比率とした。具体的には、T i、C r およびOの3元素について解析を行い、その百分率比率による元素量を同定した。

## 【 0 0 9 9 】

以下に、オージェ電子分光法について説明する。オージェ電子分光法は、細く絞った電子線を固体表面に照射し、発生するオージェ電子のエネルギーと数を測定することで、固体表面に存在する元素の種類と量を同定する分析方法である。この放出されるオージェ電子のエネルギーは、表面に照射された電子線により作られた空準位へ外殻準位から電子が落ちる際に放出されるエネルギーに依存し、元素によって決まった値をとるため、サンプル表面の元素を特定することができる。

## 【 0 1 0 0 】

## ( d ) 磁気記録層の組成

以下のようにして磁気記録層の組成を分析した。上記「( c ) シード層の組成」におけるのと同様にして、オージェ電子分光法による解析を実施し、膜厚に対する平均の原子数比率をその元素の比率とした。具体的には、C o、P t、C r、S i およびOの5元素について解析を行い、その百分率比率による元素量を同定した。

## 【 0 1 0 1 】

## ( e ) 磁気記録層の磁気特性

磁気記録層の垂直方向の磁気特性を振動試料磁力計 (Vibrating Sample Magnetometer : V S M) にて調べた。

## 【 0 1 0 2 】

## ( f ) 記録再生特性

以下のようにして記録再生特性を評価した。まず、リング型の記録ヘッドと巨大磁気抵抗効果 (Giant Magnetoresistive : G M R) 型の再生ヘッドを用い、ピエゾステージによりこのヘッドを往復振動させることにより記録再生を行う、所謂、ドラッグテストにて測定を行った。ここで、再生ヘッドのリードトラック幅は120nmとした。次に、記録波長を250k F C I (kilo Flux Changes per Inch) とし、S N Rを、再生波形のピーク・トゥ・ピーク電圧と、ノイズスペクトラムを0k F C I ~ 500k F C I の帯域で積分した値から求めた電圧との比により計算して求めた。次に、下記の基準に基づき、求めたS N Rを3段階で評価し、その結果を表1に示した。なお、表1中の「x」印、「」印、「」印は、下記の基準に対応している。

- x : S N R が20dB未満である
- : S N R が20dB以上23dB未満である
- : S N B が23dB以上である

## 【 0 1 0 3 】

一般に、記録再生システムを成立させるのに最低必要となるS N Rは、波形等化やエラー補正を処理した後のS N R (所謂デジタルS N R) において、16dB程度といわれている。デジタルS N Rは本測定方法 (上記記録再生特性の評価に用いた測定方法) によるS N Rに対して4dBほど低くなるので、16dBのデジタルS N Rを確保するためには、本測定方法によるS N Rは20dBほど必要となる。したがって、本測定方法によるS N Rは最低20dB必要と判断している。更に、磁気テープと磁気ヘッドの摺動にて発生する出力低下や、磁気テープの変形などの実用上の特性低下を考慮した場合、更にS N Rマージンを設定することが望ましい。このマージンを考慮すると、S N Rは23dB以上であることが好ましいと考えられる。

## 【 0 1 0 4 】

なお、本実施例の磁気テープでは、線記録密度が500k B P I (Bit Per Inch) であり、トラックピットを再生ヘッドのトラック幅の2倍として、トラック密度が106k T

10

20

30

40

50

P I (Tracks Per Inch) であると考え、 $500 \text{ k B P I} \times 106 \text{ k T P I} = 53 \text{ G b / i n}^2$ の面記録密度を実現できることになる。

【0105】

(評価結果)

図4は、実施例1、比較例1、2に係る磁気テープの下地層のX線回折の結果を示す図である。図5は、実施例1、2、比較例3に係る磁気テープのシート層中に含まれる酸素含有量に対する磁気特性の依存性を示す図である。図6は、実施例2～4、比較例4に係る磁気テープのシート層中に含まれるTi含有量に対する磁気特性の依存性を示す図である。図7は、実施例4、5に係る磁気テープの記録再生特性を示す図である。

【0106】

10

表1は、実施例1～5および比較例1～4の磁気テープの構成および評価(a)～(f)の結果を示す。

【表 1】

	シード層 (Ti <sub>x</sub> Cr <sub>100-x</sub> )				下地層	記録層の平均組成 (Co <sub>x</sub> Pt <sub>y</sub> Cr <sub>100-x-y</sub> ) <sub>100-z</sub> -(SiO <sub>2</sub> ) <sub>z</sub>			特性				
	シード層 の有無	結晶 状態	酸素 含有量 (原子%)	x (原子%)		配向 状態	x (原子%)	y (原子%)	z (原子%)	磁気特性		記録再生特性	
										Hc⊥ (Oe)	Rs⊥ (%)	SNR (dB)	評価
実施例1	有り	アモル ファス	15	30	良好	75	15	10	3500	70	20	○	
実施例2	有り	アモル ファス	10	30	良好	75	15	10	4000	80	21	○	
実施例3	有り	アモル ファス	10	40	良好	75	15	10	4300	82	22	○	
実施例4	有り	アモル ファス	10	50	良好	75	15	10	4500	85	23	◎	
実施例5	有り	アモル ファス	10	50	良好	70	15	10	4500	85	25	◎	
比較例1	無し	-	-	-	悪い	75	15	10	2500	30	20未満	×	
比較例2	有り	hcp (002)	15	30	悪い	75	15	10	2800	40	20未満	×	
比較例3	有り	アモル ファス	20	30	悪い	75	15	10	3000	50	20未満	×	
比較例4	有り	アモル ファス	10	20	悪い	75	15	10	3500	60	20未満	×	

【0107】

・シード層について

実施例 1 ~ 5、比較例 3、4 では、電子線回折法により TiCr シード層を解析した結

10

20

30

40

50

果、いずれの回折スポットも観察されず、ハローの状態が確認された。すなわち、実施例 1 ~ 5、比較例 3、4 では、TiCr シード層は、結晶化しておらず、アモルファス状態であることが確認された。

#### 【0108】

比較例 2 では、電子線回折法により TiCr シード層を解析した結果、Cr の体心立方格子 (bcc) 構造の (100) の回折スポットとともに、Ti の六方細密充填 (hcp) 構造の (002) の回折スポットが確認された。すなわち、比較例 2 では、TiCr シード層は、結晶配向状態であることが確認された。

#### 【0109】

実施例 1 では、TiCr シード層中の酸素含有量は 15 原子%であったのに対して、実施例 2 ~ 5、比較例 4 では、TiCr シード層中の酸素含有量は 10 原子%に低下した。この酸素含有量の低下は、実施例 2 ~ 5、比較例 4 では成膜室の雰囲気圧を  $5 \times 10^{-5}$  Pa から  $1 \times 10^{-5}$  Pa に変更したことにより、暴露による TiCr シード層の酸化が抑えられ、TiCr シード層中の酸素含有量が低下したためと考えられる。

#### 【0110】

実施例 1 では、TiCr シード層の酸素含有量が 15 原子%であったのに対して、比較例 3 では、TiCr シード層の酸素含有量が 20 原子%に増加した。この酸素含有量の増加は、比較例 3 では成膜室の雰囲気圧を  $5 \times 10^{-5}$  Pa から  $1 \times 10^{-4}$  Pa に変更したことにより、暴露による TiCr シード層の酸化が進み、膜中の酸素含有量が増大したためと考えられる。

#### 【0111】

##### ・下地層について

実施例 1 では、図 4 に示すように、Ru 下地層の垂直配向性を調べた結果、(10-10)、(10-11) のピークが観察されず、六方細密充填 (hcp) 構造の c 軸が垂直配向していることを示す (0002) のみのピークが観察された。これより、アモルファス状態の TiCr シード層を非磁性基体と Ru 下地層との間に設けた場合には、Ru 下地層の垂直配向が大きく改善されることがわかった。

#### 【0112】

比較例 1 では、図 4 に示すように、Ru 下地層の垂直配向性を調べた結果、垂直配向を示す六方細密充填 (hcp) 構造の (0002) のピークは低く、それ以外に (10-10)、(10-11) のピークも観察された。これより、アモルファス状態の TiCr シード層を非磁性基体と Ru 下地層との間に設けていない場合には、Ru 下地層では結晶配向がランダムとなり、十分な垂直配向が得られないことがわかった。

#### 【0113】

比較例 2 では、図 4 に示すように、Ru 下地層の垂直配向性を調べた結果、垂直配向を示す六方細密充填 (hcp) 構造の (0002) のピークの以外に、(10-10)、(10-11) のピークが比較例 1 と同様に観察された。これにより、結晶状態の TiCr シード層を非磁性基体と Ru 下地層との間に設けた場合には、十分な垂直配向が得られないことがわかった。

#### 【0114】

##### ・媒体特性について

実施例 1 では、抗磁力 Hc が 3500 Oe、角型比 Rs が 70% であり、比較例 2 に比べて磁気特性が大きく向上し、垂直配向度合いが高まっていることがわかった。また、実施例 3 では、SNR は 20 dB であり、比較例 2 に比して記録再生特性を向上できることがわかった。

#### 【0115】

実施例 2 では、抗磁力 Hc が 4000 Oe、角型比 Rs が 80% となり、実施例 1 に比べて磁気特性が更に向上し、垂直配向度合いが高まっていることがわかった。また、実施例 2 では、SNR は 21 dB であり、実施例 1 に比べて 1 dB 高い値となり、記録再生特性を向上できることがわかった。これらの特性向上は、実施例 2 では、TiCr シード層

10

20

30

40

50

中の酸素含容量が10原子%まで低減されているためと考えられる。

【0116】

実施例3では、抗磁力Hcが4300Oe、角型比Rsが82%となり、実施例2に比べて磁気特性が更に向上し、垂直配向度合いが高まっていることがわかった。また、実施例3では、SNRは22dBであり、実施例2に比べて1dB高い値となり、記録再生特性を向上できることがわかった。これらの特性向上は、TiCシード層中のTiの含有量を40原子%に増加させているためと考えられる。

【0117】

実施例4では、抗磁力Hcが4500Oe、角型比Rsが85%となり、実施例3に比べて磁気特性が更に向上していることがわかった。また、実施例4では、SNRは23dBであり、50Gb/in<sup>2</sup>の記録密度を実現するのに十分なSNRが得られていることがわかった。これらの特性向上は、Tiの含有量を50原子%に増加させているためと考えられる。

【0118】

実施例5では、抗磁力Hcは4500Oe、角型比Rsは85%であり、実施例3と同等の磁気特性が得られることがわかった。これに対して、実施例5では、SNRは25dBであり、実施例4を更に上回るSNRが実現されていることがわかった。これは、磁気記録層の組成比の変更により飽和磁化量Msが好ましい範囲内で更に小さくなり、カラム粒子間の交換相互作用が低下し、低ノイズ化に至ったためと考えられる。

【0119】

比較例1では、抗磁力Hcは2500Oe、角型比Rsは30%であり、十分な垂直配向が得られていないことがわかった。また、比較例1では、SNRは20未満であることがわかった。これらの特性低下は、比較例1では非磁性基体とRu下地層との間にTiCrシード層を設けていないためであると考えられる。

【0120】

比較例2では、抗磁力Hcは2800Oe、角型比Rsは40%であり、比較例1に比べて改善は見られたが、十分な垂直配向が得られていないことがわかった。また、比較例2では、SNRは20未満であることがわかった。これらの特性低下は、比較例2ではTiCrシード層が結晶状態であるためと考えられる。

【0121】

比較例3では、抗磁力Hcは3000Oe、角型比Rsは50%であり、実施例1に比べて磁気特性が低下し、特に垂直配向度合いが低下していることがわかった。また、比較例3では、SNRは20未満であることがわかった。これらの特性低下は、比較例3では酸素含有量が15原子%を超えて増加しているためと考えられる。

【0122】

比較例4では、抗磁力Hcは3500Oe、角型比Rsは60%であり、実施例2に比べて磁気特性が低下し、特に垂直配向度合いが低下していることがわかった。これらの特性低下は、TiCrシード層中のTi含有量を30原子%未満に減少させているためであると考えられる。

【0123】

以上により、磁気特性および記録再生特性を向上するためには、アモルファス状態を有するシード層を非磁性基体と下地層との間に設け、シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合を30原子%以上100原子%未満の範囲内とし、シード層に含まれるTi、CrおよびOの総量に対するOの割合を15原子%以下とすることが好ましい。

また、磁気特性および記録再生特性を向上するためには、アモルファス状態を有するシード層を非磁性基体と下地層との間に設け、シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合を30原子%以上100原子%未満の範囲内とし、シード層に含まれる不純物酸素の割合をほぼ0原子%もしくは機器分析（オージェ電子分光法）による検出限界以下にすることが好ましい。

## 【 0 1 2 4 】

< ii . 軟磁性裏打ち層 ( S U L ) を持った磁気テープについての検討 >

( 実施例 6 ~ 9 )

( 第 1 の T i C r シード層の成膜工程 )

まず、以下の成膜条件にて、非磁性基体としての高分子フィルム上に第 1 の T i C r シード層を 5 n m 成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：T i <sub>50</sub> C r <sub>50</sub> ターゲット

到達真空度：5 × 1 0 <sup>-5</sup> P a

ガス種：A r

ガス圧：0 . 5 P a

10

## 【 0 1 2 5 】

( S U L の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、第 1 の T i C r シード層上に単層構造の S U L として C o Z r N b 層を、表 2 に示すように 4 0 n m ~ 1 2 0 n m の範囲で成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：C o Z r N b ターゲット

ガス種：A r

ガス圧：0 . 1 P a

20

## 【 0 1 2 6 】

( 第 2 の T i C r シード層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、C o Z r N b 層上に第 2 の T i C r シード層を 2 . 5 n m 成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：T i <sub>50</sub> C r <sub>50</sub> ターゲット

到達真空度：5 × 1 0 <sup>-5</sup> P a

ガス種：A r

ガス圧：0 . 5 P a

## 【 0 1 2 7 】

( N i W シード層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、第 2 の T i C r シード層上に N i W シード層を 1 0 n m 成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：N i W ターゲット

到達真空度：5 × 1 0 <sup>-5</sup> P a

ガス種：A r

ガス圧：0 . 5 P a

30

## 【 0 1 2 8 】

( 第 1 の R u 下地層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、N i W シード層上に第 1 の R u 下地層を 1 0 n m 成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：R u ターゲット

ガス種：A r

ガス圧：0 . 5 P a

40

## 【 0 1 2 9 】

( 第 2 の R u 下地層の成膜工程 )

次に、以下の成膜条件にて、第 1 の R u 下地層上に第 2 の R u 下地層を 2 0 n m 成膜した。

スパッタリング方式：D C マグネトロンスパッタリング方式

50



ターゲット：Ruターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1.5 Pa

#### 【0130】

(磁気記録層の成膜工程)

次に、以下の成膜条件にて、第2のRu下地層上に(CoCrPt)-(SiO<sub>2</sub>)磁気記録層を20 nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：(Co<sub>70</sub>Cr<sub>15</sub>Pt<sub>10</sub>)<sub>90</sub>-(SiO<sub>2</sub>)<sub>10</sub>ターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1.5 Pa

10

#### 【0131】

(保護層の成膜工程)

次に、以下の成膜条件にて、(CoCrPt)-(SiO<sub>2</sub>)磁気記録層上にカーボンからなる保護層を5 nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：カーボンターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：1.0 Pa

20

#### 【0132】

(トップコート層の成膜工程)

次に、潤滑剤を保護層上に塗布し、保護層上にトップコート層を成膜した。

以上により、垂直磁気記録媒体である磁気テープを得た。

#### 【0133】

(実施例10～14)

単層構造のSULに代えて、APC-SULを成膜する以外は、実施例6と同様にして磁気テープを得た。以下に、APC-SULを構成する各層の成膜工程について説明する。

#### 【0134】

(第1の軟磁性層)

まず、以下の成膜条件にて、TiCrシード層上に第1の軟磁性層としてCoZrNb層を20 nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：CoZrNbターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：0.1 Pa

30

#### 【0135】

(Ru中間層)

次に、以下の成膜条件にて、CoZrNb層上にRu中間層を、表2に示すように0.8 nm～1.1 nmの範囲で成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：Ruターゲット

ガス種：Ar

ガス圧：0.3 Pa

40

#### 【0136】

(第2の軟磁性層)

次に、以下の成膜条件にて、Ru中間層上に第2の軟磁性層としてCoZrNb層を20 nm成膜した。

スパッタリング方式：DCマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：CoZrNbターゲット

50

ガス種：A r

ガス圧：0 . 1 P a

【 0 1 3 7 】

( 実施例 1 5 ~ 1 9 )

以下の成膜条件にて、磁気記録層と保護層との間にC A P層としてのC o P t C r B層を、表2に示すように3 n m ~ 1 3 n mの範囲で成膜する以外は、実施例10と同様にして磁気テープを得た。

スパッタリング方式：D Cマグネトロンスパッタリング方式

ターゲット：C o P t C r Bターゲット

ガス種：A r

ガス圧：1 . 5 P a

【 0 1 3 8 】

( 実施例 2 0 )

第1のR u下地層の成膜を省略する以外は、実施例6と同様にして磁気テープを得た。

【 0 1 3 9 】

( 実施例 2 1 )

S U Lの膜厚を30 n mに変更する以外は、実施例6と同様にして磁気テープを得た。

【 0 1 4 0 】

( 比較例 5 )

第1のT i C rシード層および第1のR u下地層の成膜を省略する以外は、実施例6と同様にして磁気テープを得た。

【 0 1 4 1 】

( 特性評価 )

上述のようにして得られた実施例5 ~ 21および比較例5の磁気テープについて、上記(a) ~ (e)の評価を行うとともに、以下の評価(g)を行った。

【 0 1 4 2 】

( g ) 記録再生特性

以下のようにして記録再生特性を評価した。まず、Single Pole型の記録ヘッドとトンネル磁気抵抗効果(Tunnel Magnetoresistive : T M R)型の再生ヘッドを用い、ピエゾステージによりこのヘッドを往復振動させることにより記録再生を行う、所謂、ドラッグテストにて測定を行った。100 G b / i n<sup>2</sup>を超える高記録密度記録領域では、垂直磁気記録媒体であっても主に記録の問題で、十分な記録再生特性を実現することが難しく、垂直方向に急峻な磁界を発生できる単磁極(Single Pole Type : S P T)ヘッドと軟磁性裏打ち層(S U L)を有する2層垂直記録媒体の組み合わせが必要である。また、巨大磁気抵抗ヘッドに比べて磁気抵抗変化率が大きく再生感度の高いトンネル磁気抵抗効果(Tunnel Magnetoresistive : T M R)型の再生ヘッドも必要と思われる。そのような理由から、ここでは、S P T記録ヘッドとT M R再生ヘッドによる評価を実施した。ここで、再生ヘッドのリードトラック幅は75 n mとした。次に、記録波長を300 k F C I (kilo Flux Changes per Inch)とし、S N Rを、再生波形のピーク・トゥ・ピーク電圧と、ノイズスペクトラムを0 k F C I ~ 600 k F C Iの帯域で積分した値から求めた電圧との比により計算して求めた。次に、下記の基準に基づき、求めたS N Rを3段階で評価し、その結果を表3に示した。なお、表3中の「x」印、「」印、「」印は、下記の基準に対応している。

x : S N Rが20 d B未満である

: S N Rが20 d B以上23 d B未満である

: S N Bが23 d B以上である

一般に、記録再生システムを成立させるのに最低必要となるS N Rは、波形等化やエラー補正を処理した後のS N R(所謂デジタルS N R)において、16 d B程度といわれている。デジタルS N Rは本測定方法(上記記録再生特性の評価に用いた測定方法)によるS N Rに対して4 d Bほど低くなるので、16 d BのデジタルS N Rを確保するた

10

20

30

40

50

めには、本測定方法によるS N Rは20 dBほど必要となる。したがって、本測定方法によるS N Rは最低20 dB必要と判断している。更に、磁気テープと磁気ヘッドの摺動にて発生する出力低下や、磁気テープの変形などの実用上の特性低下を考慮した場合、更にS N Rマージンを設定することが望ましい。このマージンを考慮すると、S N Rは23 dB以上であることが好ましいと考えられる。

なお、本実施例の磁気テープでは、線記録密度が600 k B P I (Bit Per Inch)であり、トラックピットを再生ヘッドのトラック幅の2倍として、トラック密度が169 k T P I (Tracks Per Inch)であると考え、 $600 \text{ k B P I} \times 169 \text{ k T P I} = 101 \text{ G b / i n}^2$ の面記録密度を実現できることになる。

【0143】

10

(評価結果)

表2、表3は、実施例5～21、比較例5の磁気テープの構成および評価(a)～(e)、(g)の結果を示す。

【表 2】

	シード層 (Ti <sub>x</sub> Cr <sub>100-x</sub> )				軟磁性裏打ち層				シード層		下地層		記録層の平均組成 (Co <sub>x</sub> Pt <sub>y</sub> Cr <sub>100-x-y</sub> ) <sub>100-z</sub> -(SiO <sub>2</sub> ) <sub>z</sub>			CAP層 (CoPtCrB)		
	シード層 の有無	結晶 状態	酸素 含有量 (原子%)	x (原子%)	層構造	CoZrNb層 厚さ (nm)	Ru層 厚さ (nm)	CoZrNb層 厚さ (nm)	TiCr層 有無	NiW層 有無	第1のRu層 有無	第2のRu層 配向状態	x (原子%)	y (原子%)	z (原子%)	厚さ (nm)		
実施例6	有り			50	単層	40	-	-	有り	有り	有り	良好	70	15	10	-		
実施例7	有り				単層	80	-	-			有り	良好				-		
実施例8	有り				単層	100	-	-			有り	良好				-		
実施例9	有り				単層	120	-	-			有り	良好				-		
実施例10	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				-		
実施例11	有り				多層	20	1.3	20			有り	良好				-		
実施例12	有り				多層	20	1.4	20			有り	良好				-		
実施例13	有り				多層	20	0.9	20			有り	良好				-		
実施例14	有り	アモル ファス	10		多層	20	0.8	20			有り	良好				-		
実施例15	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				8		
実施例16	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				4		
実施例17	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				3		
実施例18	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				12		
実施例19	有り				多層	20	1.1	20			有り	良好				13		
実施例5	有り						-	-			-	-				無し	良好	-
実施例20	有り						単層	40			-	-				無し	良好	-
実施例21	有り						単層	30			-	-				有り	良好	-
比較例5	無し	-	-		-	単層	40	-			-	無し				悪い	-	

10

20

30

40

【表 3】

特性								
	磁気特性		線記録 密度 (kfc <i>i</i> )	Readヘッド トラック幅 (nm)	Write Head	Read Head	記録再生特性	
	Hc⊥ (Oe)	Rs⊥ (%)					SNR (dB)	評価
	実施例6	4500	85	300	75	SPT	TMR	20
実施例7	4500	85	300	75	SPT	TMR	20.5	○
実施例8	4500	85	300	75	SPT	TMR	21	○
実施例9	4500	83	300	75	SPT	TMR	21	○
実施例10	4500	85	300	75	SPT	TMR	23	◎
実施例11	4500	85	300	75	SPT	TMR	22	○
実施例12	4500	85	300	75	SPT	TMR	20	○
実施例13	4500	85	300	75	SPT	TMR	22	○
実施例14	4500	85	300	75	SPT	TMR	20	○
実施例15	4300	87	300	75	SPT	TMR	25	◎
実施例16	4500	85	300	75	SPT	TMR	23	◎
実施例17	4500	85	300	75	SPT	TMR	22	○
実施例18	4200	89	300	75	SPT	TMR	23	◎
実施例19	4000	90	300	75	SPT	TMR	22	○
実施例5	4500	85	300	75	SPT	TMR	20未満	×
実施例20	4200	80	300	75	SPT	TMR	20未満	×
実施例21	4500	85	300	75	SPT	TMR	20未満	×
比較例5	2500	30	300	75	SPT	TMR	20未満	×

## 【0144】

実施例5～21、比較例5の磁気テープの評価結果から以下のことがわかった。

実施例6～9では、40nm以上のCoZrNb層(SUL)を第1、第2のTiCrシード層間に形成しているので、SNRが20dB以上の良好な記録再生特性が得られた。

## 【0145】

実施例10～14では、2層のCoZrNb層間に0.8nm以上1.4nm以下の薄いRu層を設けた積層膜(APC-SUL)を第1、第2のTiCrシード層間に形成しているので、SNRが20dB以上の良好な記録再生特性が得られた。Ru層の膜厚が0.9nm以上1.3nm以下であるときに、実施例6に比べて良好な記録再生特性が得られ、Ru層の膜厚が1.1nm程度であるときに、特に良好な記録再生特性が得られた。

## 【0146】

実施例15～19では、磁気記録層と保護層との間に、CAP層としてCoPtCrB層を形成しているので、実施例6に比して良好な信号特性が得られた。CoPtCrB層の膜厚が4nm以上12nm以下であるときに、特に良好な記録再生特性が得られた。

## 【0147】

実施例5では、CoZrNb層(SUL)および第1のRu下地層を形成していないため、SNRが20dB以上未満となった。

## 【0148】

実施例20では、第1のRu下地層を形成していないため、SNRが20dB以上未満となった。

## 【0149】

実施例21では、CoZrNb層(SUL)を第1、第2のTiCrシード層間に形成しているが、その膜厚が40nm未満であるため、SNRが20dB以上未満となった。

## 【0150】

比較例5では、第1のTiCrシード層および第1のRu下地層を形成していないため

10

20

30

40

50

、第2のRu下地層の配向性が悪く、SNRが20dB以上未満となった。

【0151】

なお、上記評価(g)では、SPT記録ヘッドおよびTMR再生ヘッドを用いて記録再生特性を評価したため、実施例5に係る磁気テープではSNRが20dB未満となっている。しかし、リング型記録ヘッドおよびGMR再生ヘッドを用いて記録再生特性を評価した場合には、実施例5に係る磁気テープでもSNRが20dB以上の良好な記録再生特性が得られることは、上記評価(f)の結果にて示した通りである。また、実施例20、21でも、上記評価(f)におけるように、リング型記録ヘッドおよびGMR再生ヘッドを用いて記録再生特性を評価した場合には、20dB以上の良好な記録再生特性が得られる。

10

【0152】

以上により、 $100\text{Gb/in}^2$ の面記録密度を有する磁気テープにおいて、良好な記録再生特性を実現するためには、第1、第2の下地層間に軟磁性裏打ち層(SUL)を設けることが好ましく、その膜厚は40nm以上であることが好ましい。

更なる記録再生特性の向上を実現する観点からすると、多層構造の軟磁性裏打ち層(APC-SUL)を用いることが好ましく、その磁性裏打ち層に含まれる中間層の厚さは、例えば0.8nm以上1.4nm以下、好ましくは0.9nm以上1.3nm以下、より好ましくは1.1nm程度である。

更なる記録再生特性の向上を実現する観点からすると、磁気記録層と保護層との間にCAP層を設けることが好ましく、その膜厚は4nm以上12nm以下であることが好ましい。

20

【0153】

以上、本技術の実施形態について具体的に説明したが、本技術は、上述の実施形態に限定されるものではなく、本技術の技術的思想に基づく各種の変形が可能である。

【0154】

例えば、上述の実施形態において挙げた構成、方法、工程、形状、材料および数値などはあくまでも例に過ぎず、必要に応じてこれと異なる構成、方法、工程、形状、材料および数値などを用いてもよい。

【0155】

また、上述の実施形態の構成、方法、工程、形状、材料および数値などは、本技術の主旨を逸脱しない限り、互いに組み合わせることが可能である。

30

【0156】

また、本開示において用いた「含む(または含んでいる)」(comprising)という用語は、より制限的な用語および句である「本質的に成る」(consisting essentially of)および「成る」(consisting of)を含んでいる。

【0157】

また、本技術は以下の構成を採用することもできる。

(1)

基体と、シード層と、下地層と、記録層とを備え、

上記シード層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

40

上記シード層は、アモルファス状態を有し、Ti、CrおよびOを含む合金を含み、

上記シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合は、30原子%以上100原子%未満であり、

上記シード層に含まれるTi、CrおよびOの総量に対するOの割合は、15原子%以下である磁気記録媒体。

(2)

上記シード層により上記基体の表面の凹凸が緩和されている(1)に記載の磁気記録媒体。

(3)

上記下地層は、Ruを含んでいる(1)または(2)のいずれかに記載の磁気記録媒体

50

。

( 4 )

上記下地層は、第 1 の下地層と第 2 の下地層とを備え、

上記第 1 の下地層が上記記録層の側に設けられ、Ru を含んでいる ( 1 ) から ( 3 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。

( 5 )

上記記録層は、Co、Pt および Cr を含む粒子が酸化物で分離されたグラニユラ構造を有する ( 1 ) から ( 4 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。

( 6 )

上記記録層は、以下の式 ( 1 ) に示す平均組成を有している ( 5 ) に記載の磁気記録媒体。 10

$$(Co_xPt_yCr_{100-x-y})_{100-z} - (SiO_2)_z \cdots (1)$$

(但し、式 ( 1 ) 中において、x、y、z はそれぞれ、 $6.9 \leq x \leq 7.2$ 、 $1.2 \leq y \leq 1.6$ 、 $9 \leq z \leq 12$  の範囲内の値である。)

( 7 )

上記シード層と上記下地層との間に設けられた別のシード層をさらに備える ( 1 ) から ( 6 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。

( 8 )

上記シード層と上記下地層との間に設けられた軟磁性層をさらに備える ( 1 ) から ( 7 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。 20

( 9 )

上記軟磁性層の膜厚は、40 nm 以上 140 nm 以下である ( 8 ) に記載の磁気記録媒体。

( 10 )

上記軟磁性層は、第 1 の軟磁性層と、中間層と、第 2 の軟磁性層とを備え、

上記中間層は、上記第 1 の軟磁性層と上記第 2 の軟磁性層との間に設けられている ( 8 ) または ( 9 ) に記載の磁気記録媒体。

( 11 )

上記軟磁性層と上記下地層との間に別のシード層をさらに備える ( 8 ) から ( 10 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。 30

( 12 )

上記記録層上に設けられた、Co、Cr および Pt を含む層をさらに備える ( 1 ) から ( 11 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。

( 13 )

上記シード層、上記下地層および上記記録層は、Roll to Roll 法により連続成膜されている ( 1 ) から ( 12 ) のいずれかに記載の磁気記録媒体。

( 14 )

基体と、シード層と、下地層と、記録層とを備え、

上記シード層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

上記シード層は、アモルファス状態を有し、Ti および Cr を含む合金を含み、 40

上記シード層に含まれる Ti および Cr の総量に対する Ti の割合は、30 原子% 以上 100 原子% 未満 である磁気記録媒体。

( 15 )

基体と、アモルファス状態を有し、Ti および Cr を含む層と、下地層と、記録層とを備え、

上記 Ti および Cr を含む層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

上記 Ti および Cr を含む層における Ti および Cr の総量に対する Ti の割合は、30 原子% 以上 100 原子% 未満 である磁気記録媒体。

( 16 )

基体の表面に、シード層、下地層および記録層を Roll to Roll 法により連 50

続成膜する工程を備え、

上記シード層は、アモルファス状態を有し、Ti、CrおよびOを含む合金を含み、

上記シード層に含まれるTiおよびCrの総量に対するTiの割合は、30原子%以上100原子%未満であり、

上記シード層に含まれるTi、CrおよびOの総量に対するOの割合は、15原子%以下である磁気記録媒体の製造方法。

(17)

基体を回転体の周面に沿わせて搬送しながら、該基体の表面に複数の薄膜を積層する工程を備え、

上記複数の薄膜のうちの少なくとも2層は、連続成膜される磁気記録媒体の製造方法。

10

(18)

上記回転体の温度が、好ましくは10℃以下であり、

上記回転体の周面のうち上記基体が接触する領域の角度範囲が、220°以上であり、

上記基体の幅1mm長さ当たりの張力が、4g/mm以上であり、

上記複数の薄膜のダイナミックレートのうち最大のものが、70nm・m/min以下である(17)に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(19)

上記複数の薄膜は、シード層、下地層および記録層を含んでいる(17)または(18)に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(20)

20

上記複数の薄膜は、軟磁性層をさらに含んでいる(19)に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(21)

基体の表面に、アモルファス状態を有し、TiおよびCrを含む層、下地層および記録層をRoll to Roll法により連続成膜する工程を備え、

上記TiおよびCrを含む層は、上記基体と上記下地層との間に設けられ、

上記TiおよびCrを含む層におけるTiおよびCrの総量に対するTiの割合は、30原子%以上100原子%未満である磁気記録媒体の製造方法。

【符号の説明】

【0158】

30

11 基体

12、17 シード層

13、18 下地層

14 磁気記録層

15 保護膜

16 トップコート層

21 成膜室

22 ドラム

23a、23b、23c カソード

24 供給リール

40

25 巻き取りリール

31 SUL

32 CAP層

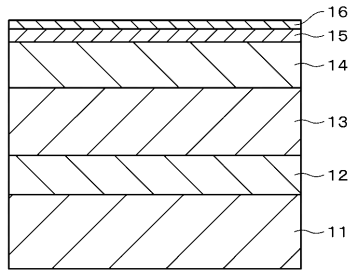
33 APC-SUL

33a、33c 軟磁性層

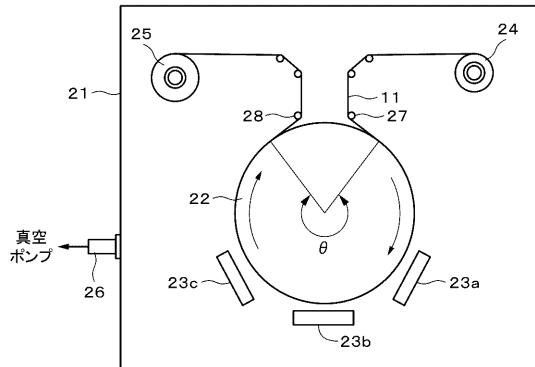
33b 中間層



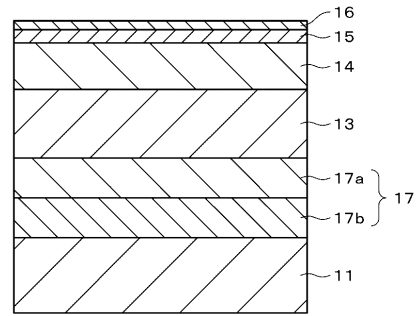
【図 1】



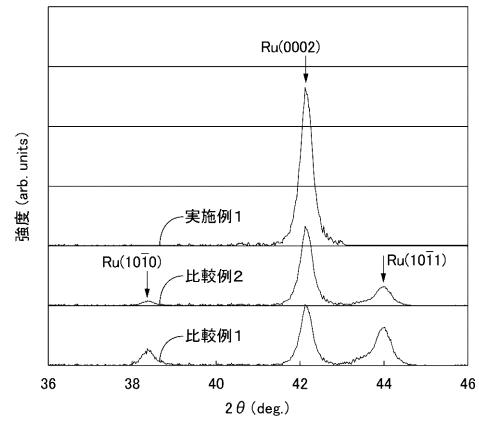
【図 2】



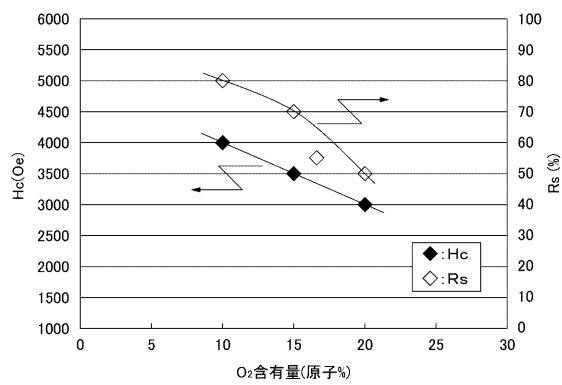
【図 3】



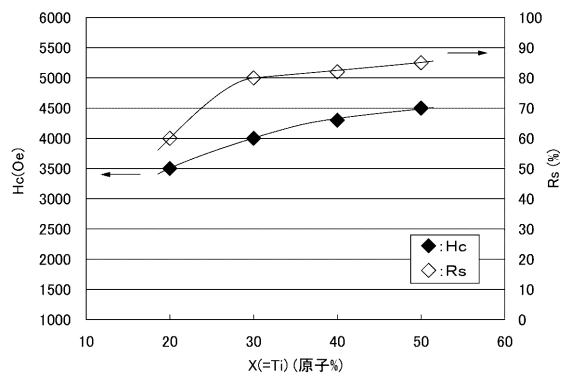
【図 4】



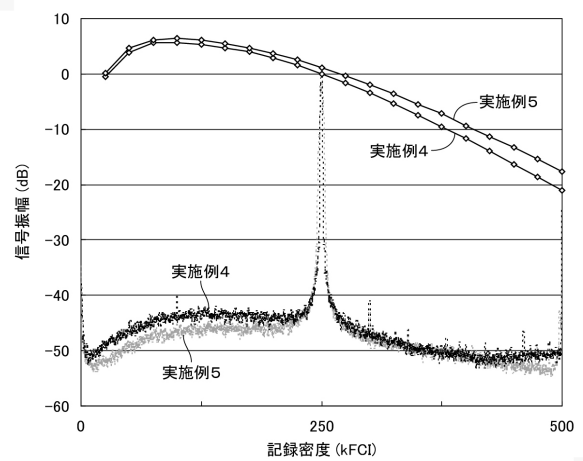
【図 5】



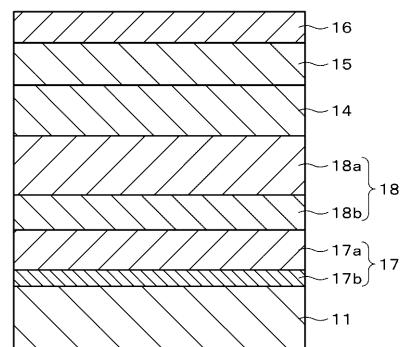
【図 6】



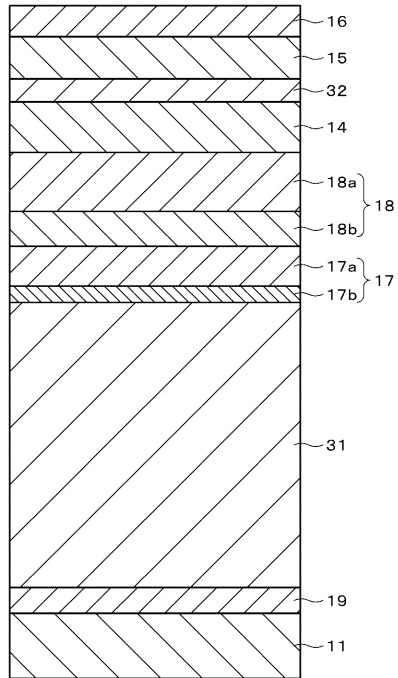
【図 7】



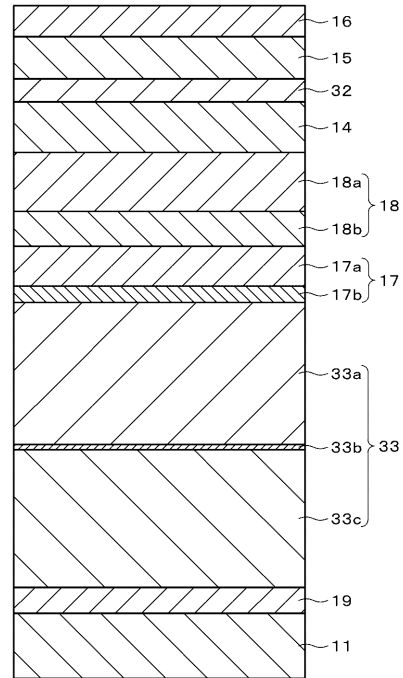
【図 8】



【図 9】



【図 10】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 尾崎 知恵  
東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株式会社内
- (72)発明者 平塚 亮一  
東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株式会社内
- (72)発明者 関口 昇  
東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株式会社内
- (72)発明者 遠藤 哲雄  
東京都港区港南1丁目7番1号 ソニー株式会社内

審査官 中野 和彦

- (56)参考文献 特開2007-018625(JP,A)  
特開2009-059431(JP,A)  
特開2007-257679(JP,A)  
特開2010-257567(JP,A)  
特開2006-228393(JP,A)  
特開2005-353191(JP,A)  
特開平10-154326(JP,A)  
特開2008-276833(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G11B	5/738
G11B	5/64
G11B	5/65
G11B	5/84
G11B	5/851