

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-152462
(P2004-152462A)

(43) 公開日 平成16年5月27日(2004.5.27)

(51) Int.Cl.⁷

G 11 B 5/84
C 23 C 14/06
C 23 C 16/27
G 11 B 5/72

F 1

G 11 B 5/84
C 23 C 14/06
C 23 C 16/27
G 11 B 5/72

テーマコード(参考)

B 4 K 02 9
F 4 K 03 0
5 D 00 6
5 D 11 2

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2003-138084 (P2003-138084)
(22) 出願日 平成15年5月16日 (2003.5.16)
(31) 優先権主張番号 特願2002-258389 (P2002-258389)
(32) 優先日 平成14年9月4日 (2002.9.4)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000005108
株式会社日立製作所
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地
(74) 代理人 100075096
弁理士 作田 康夫
(72) 発明者 大野 俊典
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内
(72) 発明者 小角 雄一
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内
(72) 発明者 正田 光広
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】磁気ヘッドの低浮上性、耐摺動性、信頼性に優れた磁気記録媒体の保護膜の構造と、その製造方法を提供する。

【解決手段】磁気記録媒体の磁気記録層6を保護するDLC保護膜層7を形成する際に、材料ガスの供給量を段階的または連続的に制御し減少させる。また、DLC保護膜層7を形成する際に亜酸化窒素ガスを添加する。

【選択図】 図1

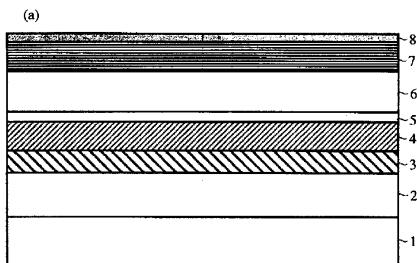


図1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜及び保護膜を順次形成する工程を有する磁気記録媒体の製造方法において、

前記保護膜の形成工程は、イオンビームデポジション法又はケミカルベーパーデポジション法により、炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン（DLC）を成膜する工程であり、

前記DLCを成膜する工程において、炭素原子その他炭素原子を含有する原料の供給を、段階的又は連続的に減少させる工程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】

請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法において、

炭素原子を含有する原料として、炭化水素ガスを用い、これに亜酸化窒素ガスを添加する磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 3】

請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法において、

炭素原子を含有する原料の供給方法として、原料ガスを成膜装置内部に導入し流量で調整する方法、又は、原料ガスの分圧で調整する方法である磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 4】

請求項2記載の磁気記録媒体の製造方法において、

前記亜酸化窒素ガスに代え、又は、これと共に、Ne、Ar、Kr、Xeのうち、少なくとも一つを添加する磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 5】

基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜と保護膜とを順次形成して成る磁気記録媒体であって、

前記保護膜は、炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン（DLC）であり、当該保護膜の表層より1nmの水素含有量が、当該保護膜の表層1nmより磁性膜側の部分の水素含有量より少ないことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 6】

請求項5記載の磁気記録媒体において、前記保護膜は、更に、窒素原子を含む磁気記録媒体。

【請求項 7】

請求項6記載の磁気記録媒体において、前記窒素原子の含有量は、前記DLC保護膜の炭素原子との比で、好ましくは4%以上の範囲である磁気記録媒体。

【請求項 8】

請求項5記載の磁気記録媒体において、前記表層の水素含有量は30%を超えない磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、保護膜を有する磁気記録媒体に係り、特に、潤滑剤を固定する特性に優れた保護膜の組成及びその製造方法に関する。

【0002】**【従来の技術】**

本願の発明者らは、既に出願公開された特開2002-109718に開示されているように、保護膜としてダイヤモンドライクカーボンを用いる磁気記録媒体に関する発明を完成させている。本願では更にこれらを発展させた発明を完成した。

【0003】

磁気記録媒体には、高密度記録が可能な磁気的特性と共に優れた信頼性が要求される。高密度記録を実現する1つの技術要素として、磁気記録媒体上を浮上する磁気ヘッドと磁気記録媒体の磁気記録層との間の距離を小さくすることが挙げられる。

10

30

40

50

従来より、スパッタリングによる成膜技術を用いて作製される磁気記録媒体には、磁性膜を磁気ヘッドによる摺動から保護する目的で保護膜が設けられている。そして、この保護膜を薄くすることと、保護膜表面と磁気ヘッドとの間の距離を小さくすることが、磁気記録層と磁気ヘッドとの距離をより小さくする為に、最も有効であるとされて来た。

【 0 0 0 4 】

この保護膜には、DCスパッタリング、RFスパッタリング（例えば、特開平5-174369号公報）、CVD（例えば、特開平4-90125号公報）で作製されるカーボン膜が用いられ、より強度に優れた保護膜を得るために、保護膜中に窒素原子、水素原子その他の物質粒子が混入される場合もあった（例えば、特開昭62-246129号公報）。

10

【 0 0 0 5 】

カーボン保護膜を薄くするには、カーボン保護膜を、イオンビームデポジション（IBD）やケミカルベーパーデポジション（CVD）を用いて製造した、ダイヤモンドライクカーボン（以下、DLC）にすればよい。DLC膜は、一般的に、スパッタリング技術によって成膜されたカーボン膜より、硬度が高く機械的強度が優れる。DLC膜は、磁性膜の形成された基板に負の電圧を印加して、主に炭化水素のプラスイオンを基板に引き寄せて堆積させることによって得られる。DLC膜の生産性や摺動耐力向上に対してはさまざまな試みがなされている。例えば、特開平6-84168号公報では磁性膜上にC:N保護膜を付与し、さらにその上にDLC膜を重ねている。また、特開平11-175960号公報ではDLC膜形成の後半から終盤にかけて窒素を添加する試みがなされている。

20

【 0 0 0 6 】

しかしながら、これらの手法で得られたDLC保護膜では、膜厚が4nmを下回る薄膜領域では十分な摺動耐力が得られない。また、磁気ヘッドの浮上高さを10nm程度まで低くした場合に、磁気ヘッドと磁気記録媒体に間欠的な接触が発生し、浮上が安定せず、結果として書きこみ、読み出しが出来ないと言う課題があった。

【 0 0 0 7 】

また、磁気ヘッドと磁気記録媒体の摩擦を低減する目的で、保護膜の上には、パーフルオロポリエーテルを主成分とする液体潤滑剤が用いられている。薄膜のDLCは、炭素原子と水素原子の結合力が強く、そのネットワーク（原子・分子間の長距離秩序）は、スパッタリングにより製造されるカーボン保護膜と比較して、影響の及ぶ範囲（連続性）が大きい。このためDLCの膜中や膜表面では、官能基が少なく、保護膜としてのDLC上に固定される、パーフルオロポリエーテルとの結合力が弱いという課題もあった。

30

【 0 0 0 8 】

かかる結合力の弱さは、磁気ディスク装置が磁気記録媒体を高速で回転駆動してデータ転送レートを上げようとした場合に、DLC保護膜上にある液体潤滑剤が、遠心力により磁気記録媒体から飛散して（以下、回転飛散）減少してしまう現象に直結する。この結果、潤滑剤としての所定の機能が失われ、磁気記録媒体と磁気ヘッドの摩擦力の増加、クラッシュという不具合が生じることとなる。

【 0 0 0 9 】

保護膜に表面処理を施し潤滑剤との結合力を増加する試みとして、例えば、特開昭62-150526号公報、特開昭63-2117号公報では表面にプラズマ処理を施すことが、特開平4-6624号公報では表面に紫外線処理、水処理、オゾン処理を施すことが、また、特開平9-305960号公報、特開平8-225791号公報、特開平7-210850号公報、特開平5-174354号公報でも同様の処理を施すことが、それぞれ為されている。しかし、これらはすべて保護膜形成後に、その保護膜の表面に何らかの処理を施すものであり、保護膜の表面全面を均一に処理することが難しく、作業が一工程増えるばかりか潤滑剤の付着力も不十分であるという課題が残っていた。

40

また、保護膜中に窒素原子を含む官能基を付与するために原料である炭化水素カスに加えて窒素カスを添加する方法が一般的に用いられる。しかし、この場合DLC保護膜中に取り入れられる窒素原子の多くはカーボン原子と三重結合の、いわゆるニトリル基（

50

- C N) を形成してしまい、潤滑剤との化学的結合をしにくいため結果的に潤滑剤との結合力を増加する事が出来ないと言う問題が有る。

【 0 0 1 0 】

- 【特許文献 1】特開 2 0 0 2 - 1 0 9 7 1 8 号公報
- 【特許文献 2】特開平 5 - 1 7 4 3 6 9 号公報
- 【特許文献 3】特開平 4 - 9 0 1 2 5 号公報
- 【特許文献 4】特開昭 6 2 - 2 4 6 1 2 9 号公報
- 【特許文献 5】特開平 6 - 8 4 1 6 8 号公報
- 【特許文献 6】特開平 1 1 - 1 7 5 9 6 0 号公報
- 【特許文献 7】特開昭 6 2 - 1 5 0 5 2 6 号公報
- 【特許文献 8】特開昭 6 3 - 2 1 1 7 号公報
- 【特許文献 9】特開平 4 - 6 6 2 4 号公報
- 【特許文献 10】特開平 9 - 3 0 5 9 6 0 号公報
- 【特許文献 11】特開平 8 - 2 2 5 7 9 1 号公報
- 【特許文献 12】特開平 7 - 2 1 0 8 5 0 号公報
- 【特許文献 13】特開平 5 - 1 7 4 3 5 4 号公報

【発明が解決しようとする課題】

以上に述べたように、従来の製法による D L C では、 1) D L C 保護膜の膜厚が 4 nm を下回る薄膜領域では十分な摺動耐力が得られない。また、 2) 磁気ヘッドの浮上高さを 1 0 nm 程度まで低くした場合に、磁気ヘッドと磁気記録媒体に間欠的な接触が発生し、浮上が安定せず、結果として書きこみ、読み出しができない。 3) D L C の表面に固定される潤滑剤を結合する力が弱い。

【 0 0 1 1 】

【課題を解決するための手段】

次のような磁気記録媒体の構造とする。

非磁性基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜と保護膜とを順次形成して成る磁気記録媒体であって、その保護膜を、炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン (D L C) とし、当該保護膜の表層より 1 nm の水素含有量が、当該保護膜の表層 1 nm より磁性膜側の部分の水素含有量より少なくする。好ましくは表層より 1 nm の水素含有量は 30 % を超えない。30 % を超えない理由は、水素含有量が 30 % を超えると磁気ヘッドの浮上性が悪くなるからである。

D L C 膜中の窒素原子の含有量を、カーボン原子との比で、好ましくは 4 % 以上の範囲とする。窒素含有量が 4 % 以上とする事で潤滑剤との結合力を十分に高める事が出来る。

【 0 0 1 2 】

次のような磁気記録媒体の製造方法とする。

基板上に少なくとも下地層を介して磁性膜及び保護膜を順次形成する工程を有する磁気記録媒体の製造方法であって、その保護膜は、イオンビームデポジション法又はケミカルベーパーデポジション法で成膜された、炭素を主成分とするダイヤモンドライクカーボン (D L C) であり、これらの方針において、炭素原子その他炭素原子を含有する原料の供給を、段階的又は連続的に減少させる。炭素原子を含有する原料としては、炭化水素ガスが挙げられる。供給の仕方としては、原料ガスを成膜装置内部に導入し流量で調整する方法、原料ガスの分圧を徐々に調整する方法がある。

段階的又は連続的に減少させる目的は以下の通りである。先ず第 1 に、成膜フロセスの最終段階である表層 1 nm 付近の成膜時に材料供給を少なくする事で未分解の材料が成膜に寄与する事を防止する。すなわち、主にフランスマによって分解された炭化水素ガスのイオンの寄与により保護膜表層 1 nm が形成され結果的に水素の含有量を減少できる事を目的とする。第 2 には初期すなわち磁性膜界面から表層 1 nm より下の部分の成膜時には材料供給を多くする事で成膜速度を速め、生産性を犠牲にしない事である。

また、炭化水素ガスの材料供給に加えて亜酸化窒素ガスを添加することで、 D L C 膜中に上記の如き比率で窒素原子を含有させることができ、 D L C 膜中に含有された N 原子は

10

20

30

40

50

ニトリル基ではなく潤滑剤との結合力を増加する事が出来る官能基として存在する。さらに、亜酸化窒素カ^スに含まれる酸素原子がフ^{ラス}マ中若しくはDLC膜中のH原子と結合し水分子となり排気される為、DLC膜中の水素含有量を低減する効果を発揮する。

N_e、A_r、K_r、X_eのうち、少なくとも一つをキャリアガスとして用いても良い。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明を適用した磁気記録媒体は、例えば、予めCr系合金その他の下地膜が形成された基板上に、磁性膜とこれを保護する炭素を主成分とする保護膜、及び、少なくとも一つの官能基を有するパーフルオロポリエーテルの潤滑膜とを順次設けた磁気記録媒体である。炭素を主成分とする保護膜は、ダイヤモンドライクカーボン（DLC）であり、その表層より1nmで、水素含有量が30%を超える、当該保護膜の表層1nmより磁性膜側の部分の水素含有量よりも少ない値とする。また、このDLCの保護膜は、窒素含有量がカーボン原子との比で4%以上の範囲にある。

DLC膜の表面及びその近傍で水素含有量を少なくすることにより、磁気ヘッドの低浮上化を阻害する要因を取り除くことができた。

DLC膜中に窒素原子を官能基として含有させることで、DLC膜上の潤滑材との結合力に優れたDLC膜とすることことができた。

【0014】

以下、図面に従い本発明の一実施例を詳細に説明する。

（実施例1）

図1は、本発明を適用した磁気記録媒体の断面を模式的に示したものであり、1は非磁性基板、2はNiTaシード層、3はCr合金下地層、4はCo合金下部磁性層、5はRu反強磁性結合誘発層、6はCo合金上部磁性層、7はDLC保護膜（以下、DLC保護膜層と表記する。）、8は潤滑層をそれぞれ示している。

【0015】

図2は、磁気記録媒体にDLC保護膜層を形成する成膜装置の概要を模式的に示した説明図である。尚、非磁性基板1の上に、磁性層その他の層を形成するの工程は、以下に示すような通常の製造方法に従ったので製造装置の図面は省略する。

【0016】

（保護膜層形成前の成膜について）

まず、用いるソーダライムガラス基板1（外径84mm、内径25mm、厚さ1.27mm）の洗浄を十分行なった。これを約1.3×10E-5Pa（1.0×10E-7Torr）まで排気された真空槽内に導入した。最初にシード層形成室に搬送しAr雰囲気約0.8Pa（6mTorr）の条件下でDCマグнетロンスパッタリング法によりNi-37.5at%Taシード層2を25nm形成した。次に、真空槽内の加熱室に搬送し、IRヒータ（赤外線ヒータ）により基板温度を280℃に加熱した。

【0017】

続いて下地層形成室に搬送し、Ar雰囲気約0.8Pa（6mTorr）の条件下でDCマグネットロンスパッタリング法によりCr-15at%Ti-4at%B合金下地層3を10nm成膜した。続いて第一磁性層形成室に搬送し、Ar雰囲気約0.9Pa（7mTorr）の条件下でDCマグネットロンスパッタリング法により、Co-15at%Cr-5at%Pt合金層4を5nm形成した。

【0018】

続いて反強磁性結合誘発層形成室に搬送しAr雰囲気約0.8Pa（6mTorr）の条件下でDCマグネットロンスパッタリング法によりRu層5を0.5nm形成した。さらに磁気記録層形成室に搬送し、Ar雰囲気約0.9Pa（7mTorr）の条件下でDCマグネットロンスパッタリング法により、Co-20at%Cr-14at%Pt-5at%B合金からなる磁気記録層6を20nm形成した。

【0019】

10

20

30

40

50

基板1としては、ソーダライムガラスの他に、化学強化したアルミニノシリケート、Ni-Pを無電解めっきしたAl-Mg合金基板、シリコン、硼珪酸ガラスを有するセラミックス、ガラスグレーディングを施したセラミックスその他の非磁性の剛体基板を用いることができる。

【0020】

シード層2は、ソーダライムガラスからのアルカリ金属の電気化学的溶出を防ぐために設けてあるもので、厚さは任意である。また、基板1との関係で、特に用いる必要がなければ省略することもできる。

下地層3はその上に形成する磁性層4の結晶配向性を制御する下地膜として用いられる。下地膜としては、磁性膜と結晶整合性が良く、(100)に配向させることも可能な、不規則固溶体を形成する非磁性のCr-V、Cr-Ti、Cr-Mo、Cr-Si、Cr-Mo-Ti合金その他のCr基合金の薄膜を用いることもできる。スパッタで用いる放電用のガスに0.5体積%から50体積%の窒素を同時に添加して下地層3を形成すると下地層の結晶粒が微細化した。その結果、連続して形成する磁性層4の結晶粒も微細化し、媒体ノイズを低減できた。

【0021】

磁性層4及び磁性層6としては、上述した合金だけでなく、Coを主成分とし、保磁力を高めるためにPtを含有し、さらに媒体ノイズを低減するためCr、Ta、SiO₂、Nbその他の添加元素を添加した、多元の合金系磁性層を用いることができる。特に、Ta、Nb、V、Tiを添加するとターゲットの融点が下がり、Crを含有した磁性膜の組成分離が進行し易くなり好ましかった。

Pt、Ni又はMnを添加したCo基合金系磁性層では、磁気異方性エネルギーの低下が他の添加元素に比べて少なく、実用的である。具体的には、Co-Cr-Pt-Bの他に、Co-Cr-Pt-Ta、Co-Cr-Pt-SiO₂、Co-Cr-Pt-Mn、Co-Cr-Nb-Pt、Co-Cr-V-Pt、Co-Cr-Ti-Pt、Co-Cr-Nb-Ta-Pt、Co-Pt-Ni-SiO₂その他の合金を用いることができる。

【0022】

強磁性の部分を占めるCo合金層の組成に関し、Crの固溶限界は5~10at%、Taの固溶限界は約2at%であると考えられる。これらの固溶限界を超えるよう、Cr、Taを添加して、Co合金磁性層を形成することにより、その磁性層における磁気的な分離を進行させ、媒体ノイズを低減させた。

また、反強磁性結合誘発層に用いたRu層は、その膜厚が0.2~0.6nmの範囲で第一磁性層4と磁気記録層6を反強磁性結合できることが確認できた。

以上の磁気記録層6まで形成した基板を用い、以下に述べる、炭素を主成分とする DLC保護膜層7を形成した。

【0023】

(保護膜層形成について)

磁性層6まで積層した基板1を真空槽内から出すことなく、図2に示す保護膜層形成室21に搬送した。この保護膜層形成室21には、熱フィラメント22とアノード23を有するイオンガンが、基板1の両側に左右対称に配置され、基板1の両面が同時に成膜できる。

この保護膜層形成室21をターボモレキュラポンプ24で排気しながら、アノード23の後方に配置された、ガス導入口25から亜酸化窒素ガス(N₂O)を12sccm(standard Cubic centimeter per minutes)で3.8sec導入した。同時に、エチレン(C₂H₄)ガスを、初期値として40scm、1sec後に35scm、1.7sec後に30scm、2.4sec後に25scm、3.1sec後に20scmのように、流量を段階的に低下させながら、マスフローコントローラを介して導入し、3.8sec後に供給をストップした。

基板の両側に位置したイオンガンの熱フィラメントには、この時点で直流30Aが付与されている。

10

20

30

40

50

【0024】

ガスを導入しはじめてから 0.3 sec 後にアノード 23 に直流 +70 V を印加しプラズマを誘引した。更に、電位がグランド及びアノード 23 から絶縁されたアルミニウム合金からなる図示しない電極を基板 1 の端面に接触させ、基板へバイアス電圧を -140 V 印加した。このアノード電圧、バイアス電圧の印加は、プラズマ誘引後、ガスの供給を停止するまで 3.5 sec 間行った。このときのアノード電流は 1.2 A、基板のバイアス電流は 80 mA であった。また、フィラメントから発せられるエミッション電流は計算上 0.5 A であった。このイオンビームデポジション法 (IBD) により、Co-Cr-Pt-B 合金磁性層 6 の上に、炭素を主成分とし水素と窒素を含有する DLC 保護膜層 7 を 3.5 nm 形成した。このときの DLC 膜の堆積速度は 1.0 nm/s であった。

10

上述の方法により、サンプル No. 1 を作製した。

【0025】

(サンプルの測定について)

サンプル No. 1 の DLC 保護膜層の内部及び表面の、炭素原子に対する水素原子の比率、窒素原子の比率を測定した。測定方法と結果は以下の通り。

水素含有量の定量には、HFS (Hydrogen Forward scattering) を用いた。測定装置は、神戸製鋼所製高分解能 RBS 分析装置 HRB500 を用い、ビームエネルギー 480 keV、イオン種 N₂⁺、散乱角 30 度、ビーム入射角は試料法線に対し 70 度、試料電流約 1.5 nA、ビーム照射量約 310 nC、測定エネルギー範囲 60 ~ 95 keV とした。上記測定条件により窒素イオンにより反跳された水素イオンを磁場型検出器により検出した。また、水素の含まれていない既知のサンプルをバックグランドとして用いた。

20

この結果、サンプル No. 1 の DLC 表面の水素原子比率は 25%、DLC 内部の水素原子比率は 37% であった。

【0026】

また、窒素含有量の定量には、XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) を用いた。測定装置は、アルバックファイ社製 ESCA 分析装置を用い、Al K_α を励起源とし、ビーム径 200 μm、取出し角度 24 度とした。

この結果、サンプル No. 1 の DLC 膜層中の窒素原子比率は 4.8% であった。

30

【0027】

サンプル No. 1 の別の複数枚のディスクを用いて DLC 保護膜層 7 の上に周知の方法でフルオロカーボン系の潤滑材層 8 を設けた。この厚みはフーリエトランスペクター赤外分光分析装置 (FT-IR) で定量したところ 1.7 nm であった。さらに、このうち 1 枚をフロリナート溶媒中でリソルブし、DLC 保護膜層 7 上に付着した潤滑材層 8 のうち、その表面に固定されていない層 (非固定層) を取り除き、再び、FT-IR で DLC 保護膜層 7 と化学的に結合している潤滑材層 8 の厚みを定量した。その結果は、1.1 nm (固定層) であり、約 65% の潤滑材層 8 が、DLC 保護膜層 7 に固定されていることが確認できた。

【0028】

また、フルオロカーボン系の潤滑材層 8 を設けた別のディスクを用いて以下に示すヘッドの浮上安定性の評価、信頼性の評価を行った。

40

磁気記録媒体の浮上安定性の評価として、圧電素子が搭載されているヘッド (グライドヘッド) によるグライドノイズを測定した。この評価には 3 枚のディスクを用いた。

グライドノイズとは、グライドヘッドが磁気記録媒体上を浮上している際に圧電素子から出力されるノイズのことである。グライドノイズが大きいと、スライダが磁気記録媒体上を安定に浮上していないことを意味する。グライドノイズの測定方法は次の通りである。

【0029】

回転する磁気記録媒体上でグライドヘッドを浮上させ、磁気記録媒体の半径位置 16.5 mm から 41.5 mm まで 0.05 mm ずつ移動させた。各半径位置毎に、圧電素子のノイズを磁気記録媒体の一周期分測定し、その平均値を求めた。さらに各半径位置毎の平均値

50

を平均し、磁気記録媒体のグライドノイズと定義した。ここで、グライドヘッドの浮上量は 8 nm であった。通常、グライドヘッドは回転している磁気記録媒体との相対速度が変化すると、浮上量が変化する。そこで、浮上量の変化を避ける為に、グライドヘッドの移動毎に、磁気記録媒体の回転数を変化させ、半径位置が変化しても相対速度が一定になるように制御した。また、圧電素子の電圧は増幅器と周波数分別器を通して出力したが、増幅器の利得は 60 dB (デシベル)、周波数分別器の帯域は 100 kHz から 2 MHz とした。

この評価の結果、サンプル No. 1 のグライドノイズは 3 枚の平均値で 11 mV と非常に低く安定した浮上性が得られることが確認できた。ク " ライト " ノイズ " が 30 mV を超える円板では磁気ヘッド " との組み合わせにおいて記録の書きこみ読み出しが安定して出来なくなる。

【 0 0 3 0 】

信頼性試験には、基板 1 の上に潤滑剤層 8 まで設けた磁気ディスク媒体を、磁気ヘッドのロード / アンロード機構を備えた周知の評価装置に装着し試験を行う手法を用いた。10 枚の磁気ディスクを回転数 15000 r.p.m で、シークを伴うロード / アンロード試験を 50000 回行った。この試験は、円板外周部 ($R = 40 \text{ mm}$ より外側) から磁気ヘッドをランプロードし、浮上量 10 nm で内周部 ($R = 19 \text{ mm}$) までシークした後、再び外周部より磁気ヘッドをアンロードするものである。この評価の結果、用いた 10 枚は全てクラッシュすることなく評価を終了することができた。

さらに試験後の磁気ディスクの潤滑材層 8 の厚みを FT - IR で測定したところ 1.6 nm であり、ほとんど減少していないことが確認できた。これらのサンプルを試験後、顕微鏡観察したところ 10 枚全てのサンプルにおいてスクランチ痕は確認できなかった。

この結果、本発明を適用した磁気記録媒体は、潤滑材との結合力が十分であり、保護膜の厚さが 3.5 nm と極めて薄い状態であっても耐摺動信頼性が十分であることが証明された。

【 0 0 3 1 】

以上の結果を纏めると、上述の方法によって作製したサンプル No. 1 は、 DLC 保護膜層の厚さが 3.5 nm と極めて薄い状態であっても、ヘッドの低浮上安定性に優れ、潤滑材との結合性も十分で、耐摺動信頼性に優れていることが証明された。これらの結果を図 3、4、5 に掲載する。

(実施例 2)

DLC 保護膜層 7 を形成する際に、エチレンガスの流量制御方法を変更したことを除いては実施例 1 のサンプル No. 1 と同一の方法でサンプル No. 6、7、8 を作製した。すなわち、No. 6 はエチレン (C2H4) ガスを、初期値として 4.2 sccm、0.9 sec 後に 3.7 sccm、1.5 sec 後に 3.2 sccm、2.2 sec 後に 2.7 sccm、2.9 sec 後に 2.2 sccm のように、流量を段階的に低下させながら、マスフローコントローラを介して導入し、3.6 sec 後に供給をストップした。No. 7 はエチレン (C2H4) ガスを、初期値として 4.4 sccm、0.9 sec 後に 3.9 sccm、1.5 sec 後に 3.4 sccm、2.1 sec 後に 2.9 sccm、2.7 sec 後に 2.4 sccm のように、流量を段階的に低下させながら、マスフローコントローラを介して導入し、3.4 sec 後に供給をストップした。No. 8 はエチレン (C2H4) ガスを、初期値として 4.6 sccm、0.8 sec 後に 4.1 sccm、1.4 sec 後に 3.6 sccm、2.0 sec 後に 3.1 sccm、2.6 sec 後に 2.6 sccm のように、流量を段階的に低下させながら、マスフローコントローラを介して導入し、3.2 sec 後に供給をストップした。アノード電圧、バイアス電圧の印加はガスを導入しはじめてから 0.3 sec 後に開始しプラズマ誘引後、それぞれガスの供給を停止するまでとした。このときの DLC 保護膜層 7 の厚み No. 6, 7, 8 それぞれは 3.5 nm であった。これらのサンプルをサンプル No. 1 と同様の方法で評価し、その結果を図 3、4、5 に示した。

その結果、DLC 表面の水素原子比率は No. 6, 7, 8 がそれぞれ 27%、29%、30% であった。DLC 内部の水素原子比率はそれぞれ 37%、39%、40% であった。

10

20

30

40

50

また D L C 保護膜層中の窒素原子は 4 . 6 %、4 . 5 %、4 . 5 %であった。

潤滑材層 8 の厚みはそれぞれ 1 . 7 nm、1 . 7 nm、1 . 6 nm でありサンプル No . 1 とほぼ同等、化学的に結合している潤滑材の固定層の厚みも 1 . 1 nm とサンプル No . 1 と同等であった。

磁気ヘッドの浮上性を評価した際のグライドノイズは 3 枚の平均値で No . 6 のサンプルが 15 mV、No . 7 のサンプルが 18 mV、No . 8 のサンプルが 25 mV と安定した浮上性が得られることが確認できた。

信頼性試験の結果は、No . 6、7、8 のサンプルともに 10 枚全てが 50000 回の試験は終了でき、その後の顕微鏡観察でもスクラッチ痕は確認されなかった。さらに試験後のディスクの潤滑層厚みを FT - IR で測定したところ No . 6 が 1 . 6 nm No . 7 10 、8 がそれぞれ 1 . 5 nm とほとんど減少していない事が確認できた。

この結果、本発明を適用した磁気記録媒体は、潤滑材との結合力が十分であり、保護膜の厚さが 3 . 5 nm と極めて薄い状態であっても耐摺動信頼性が十分であることが証明された。

(比較例 1)

D L C 保護膜層 7 を形成する際に、亜酸化窒素ガスを供給せず、エチレンガスの流量を 30 sccm 一定としたことを除いては実施例 1 のサンプル No . 1 と同一の方法でサンプル No . 2 を作製した。このときの D L C 保護膜層 7 の厚みは 3 . 5 nm であった。これらのサンプルをサンプル No . 1 と同様の方法で評価しその結果を図 3、4、5 に示した。

その結果、D L C 表面の水素原子比率は 35 %、D L C 内部の水素原子比率は 37 %、また D L C 保護膜層中の窒素原子は検出限界以下であった。

潤滑材層 8 の厚みは 1 . 1 nm とサンプル No . 1 に比べて薄く、化学的に結合している潤滑材の固定層の厚みも 0 . 4 nm と極めて少なかった。

磁気ヘッドの浮上特性を評価した際のグライドノイズは 3 枚の平均値で 53 mV と非常に大きく、磁気ヘッドの低浮上安定性に劣る磁気ディスクであることがわかった。

信頼性試験の結果は、10 枚中 5 枚が摺動し 50000 回の試験を終了できなかった。また、残りの 5 枚は 50000 回の試験は終了できたものの、その後の顕微鏡観察で 5 枚全ての表面にスクラッチ痕が確認された。さらに試験後のディスクの潤滑材層 8 の厚みを FT - IR で測定したところ 0 . 6 nm に減少していることが確認できた。

【0032】

以上の結果を纏めると、サンプル No . 2 の磁気ディスクは、磁気ヘッドの低浮上安定性が得られず、また、潤滑材層 8 の付着性、結合性が不十分であり耐摺動信頼性が得られないことが確認できた。

(比較例 2)

D L C 保護膜層 7 を形成する際に、エチレンガスの流量を 30 sccm 一定としたことを除いては実施例 1 のサンプル No . 1 と同一の方法でサンプル No . 3 を作製した。このときの D L C 保護膜層 7 の厚みは 3 . 5 nm であった。これらのサンプルをサンプル No . 1 と同様の手法で評価しその結果を図 3、4、5 に示した。

【0033】

その結果、D L C 表面の水素原子比率は 31 %、D L C 内部の水素原子比率は 36 %、また D L C 保護膜層中の窒素原子は 4 . 1 % であった。

潤滑材層 8 の厚みは 1 . 6 nm でありサンプル No . 1 とほぼ同等、化学的に結合している潤滑材の固定層の厚みも 1 . 0 nm とサンプル No . 1 とほぼ同等であった。

磁気ヘッドの浮上性を評価した際のグライドノイズは 3 枚の平均値で 55 mV と非常に大きく、磁気ヘッドの低浮上安定性に劣る磁気ディスクであることがわかった。

信頼性試験の結果は、10 枚全てが 50000 回の試験は終了でき、その後の顕微鏡観察でもスクラッチ痕は確認されなかった。さらに試験後のディスクの潤滑層厚みを FT - IR で測定したところ 1 . 5 nm とほとんど減少していない事が確認できた。

【0034】

10

20

30

40

50

以上の結果を纏めると、サンプルNo.3の磁気ディスクは、潤滑材層8の付着性、結合性は十分であり耐摺動信頼性は実施例1のサンプルNo.1と同等であるものの磁気ヘッドの低浮上安定性が得られない事が確認できた。

(比較例3)

DLC保護膜層7を形成する際に、亜酸化窒素ガスを添加しなかったことを除いては実施例1のサンプルNo.1と同一の方法でサンプルNo.4を作製した。このときのDLC保護膜層7の厚みは3.5nmであった。これらのサンプルをサンプルNo.1と同様の手法で評価しその結果を図3、4、5に示した。

【0035】

その結果、DLC表面の水素原子比率は32%、DLC内部の水素原子比率は36%、またDLC膜中の窒素原子は検出限界以下であった。10

潤滑材層8の厚みは1.0nmとサンプルNo.1に比べて少なく、化学的に結合している潤滑材固定層の厚みも0.4nmと極めて少なかった。

磁気ヘッドの浮上性を評価した際のグライドノイズは3枚の平均値で42mVと非常に大きく磁気ヘッドの低浮上安定性に劣る磁気ディスクであることがわかった。

信頼性試験の結果は、10枚中7枚が摺動し50000回の試験を終了できなかった。また、残りの3枚は50000回の試験は終了できたものの、その後の顕微鏡観察で3枚全ての表面にスクラッチ痕が確認された。さらに試験後のディスクの潤滑層厚みをFT-IRで測定したところ0.5nmに減少していることが確認できた。

【0036】

以上の結果を纏めると、サンプルNo.4の磁気ディスクは、磁気ヘッドの低浮上安定性が得られず、また、潤滑材層8の付着性、結合性が不十分であり耐摺動信頼性が得られないことが確認できた。

(比較例4)

DLC保護膜層7を形成する際に、亜酸化窒素ガスの変わりに窒素ガスを添加したことを除いては実施例1のサンプルNo.1と同一の方法でサンプルNo.5を作製した。このときのDLC保護膜層7の厚みは3.5nmであった。これらのサンプルをサンプルNo.1と同様の手法で評価しその結果を図3、4、5に示した。

【0037】

その結果、DLC表面の水素原子比率は32%、DLC内部の水素原子比率は37%、またDLC保護膜層中の窒素原子は2.3%であった。30

潤滑材層8の厚みは、1.4nmとサンプルNo.1に比べて少なく、化学的に結合している潤滑材固定層の厚みは0.8nmとサンプルNo.1に比べて少なかった。

磁気ヘッドの浮上性を評価した際のグライドノイズは3枚の平均値で38mVと大きく磁気ヘッドの低浮上安定性に劣る磁気ディスクであることがわかった。信頼性試験の結果は、10枚中1枚が摺動し50000回の試験を終了できなかった。また、残りの9枚は50000回の試験は終了できたものの、その後の顕微鏡観察で6枚の表面にスクラッチ痕が確認された。さらに試験後のディスクの潤滑層厚みをFT-IRで測定したところ1.2nmに減少していることが確認できた。

【0038】

以上の結果を纏めると、サンプルNo.5の磁気ディスクは、磁気ヘッドの低浮上安定性が得られず、また、潤滑材層8の付着性、結合性が不十分であり耐摺動信頼性が得られないことが確認できた。40

【0039】

実施例1及び比較例1～4を考察すると、実施例1に記載のサンプルNo.1の磁気ディスクは、材料ガスであるエチレンの供給を段階的に減少することでDLC保護膜層7の表面における、炭素原子に対する水素原子の比率を低下させ、さらには亜酸化窒素ガスの添加によりDLC保護膜層7の表面の、炭素原子に対する水素原子比率を低下させることで、磁気ヘッドが低浮上で走行できない要因（低浮上阻害要因）を取り除いていることが確認できた。また、亜酸化窒素ガスの添加は、DLC保護膜層7の膜中に、より多くの窒素

原子を混入させる効果もあり、このことによって潤滑材層 8 の付着性、化学的結合性が共に増加し、十分な耐摺動信頼性が得られることが確認できた。

【0040】

実施例 1においては、材料ガスであるエチレンの供給量を段階的に減少させたが、これが連続的な減少であっても同様の効果が得られることは言うまでもない。また、供給量を減少させる変わりに、排気速度を変化させることで分圧を減少させても同じ効果が得られるのも極めて当然のことと言える。

【0041】

【発明の効果】

磁気ヘッドの低浮上性に優れ、且つ、潤滑材層との結合性に優れた、耐摺動性の高い保護膜を有する磁気記録媒体を実現できた。 10

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明を適用した磁気記録媒体の断面模式図である。

【図 2】磁気記録媒体に DLC 保護膜層を形成する成膜装置の概要を模式的に示した説明図である。

【図 3】サンプル毎の所定の構成要素を測定した結果を示す図である。

【図 4】サンプル毎の DLC 表面水素比率とクーライトノイズの関係を示した図である。

【図 5】サンプル毎の DLC 膜中窒素原子比率と 3 種類の潤滑剤厚さの関係を示し、耐摺動信頼性の結果を図示した図である。 20

【符号の説明】

1 … 非磁性基板、 2 … NiTa シード層、 3 … Cr 合金下地層、

4 … Co 合金下部磁性層、 5 … Ru 反強磁性結合誘発層、

6 … Co 合金上部磁性層、 7 … 保護膜層、 8 … 潤滑層、

21 … 保護膜形成室、 22 … 熱フィラメント、 23 … アノード、

24 … ターボポンプ、 25 … ガス導入口。

【図1】

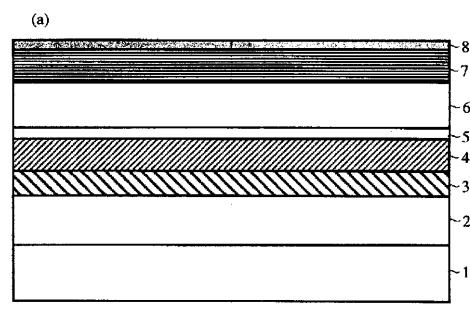


図1

【図2】

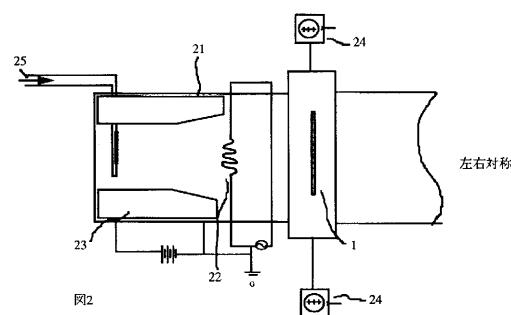


図2

【図3】

サブ ルNo.	DLC表面水素 原子比率(%)	DLC膜中水 素原子比率(%)	潤滑材 付着厚 さ(nm)	潤滑材 固定層厚 さ(nm)	摩擦性試 験後潤滑 材厚さ(nm)	耐滑動信 頼性試験 後潤滑材 厚さ(nm)	耐滑動信 頼性OK
1	25	37	4.8	1.7	1.1	1.1	OK
2	35	37	1.1	0.4	53	NG	OK
3	31	36	4.1	1.6	1	55	NG
4	32	36	接出履歴以下	1	0.4	42	NG
5	32	37	2.3	1.4	0.8	38	NG
6	27	37	4.6	1.7	1.1	15	OK
7	29	39	4.5	1.7	1.1	18	OK
8	30	40	4.5	1.6	1.1	25	OK

【図4】

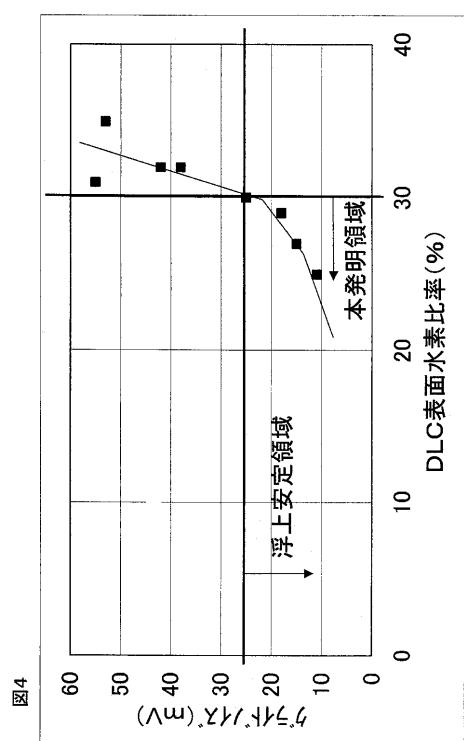


図4

【図5】

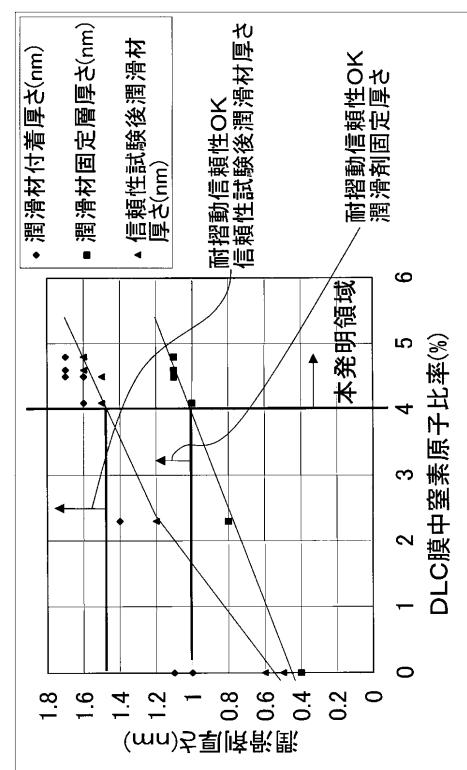


図5

フロントページの続き

(72)発明者 松本 浩之
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

(72)発明者 谷 弘詞
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

(72)発明者 小崎 倫典
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

(72)発明者 石川 博
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

(72)発明者 八杖 徹
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会社日立製作所ストレージ事業部内

F ターム(参考) 4K029 BA34 BC06 BD11 CA03

4K030 BA28 LA20

5D006 AA02 AA04 AA05

5D112 AA07 BC05 BC09 FA09 FB01 FB08