(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4642705号
(P4642705)
(45)発行日　平成23年3月2日(2011.3.2)　(24)登録日　平成22年12月10日(2010.12.10)

(51)Int.Cl.　　F I
G11B 5/84 (2006.01)　　G11B 5/84 Z
G11B 5/65 (2006.01)　　G11B 5/65

請求項の数 3　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願2006-158634(P2006-158634)
(22)出願日　平成18年6月7日(2006.6.7)
(65)公開番号　特開2007-18688(P2007-18688A)
(43)公開日　平成19年1月25日(2007.1.25)
審査請求日　平成21年6月4日(2009.6.4)
(31)優先権主張番号　特願2005-171430(P2005-171430)
(32)優先日　平成17年6月10日(2005.6.10)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　000001007
キヤノン株式会社
東京都大田区下丸子３丁目３０番２号
(74)代理人　100126240
弁理士　阿部　琢磨
(74)代理人　100124442
弁理士　黒岩　創吾
(72)発明者　堀江　亮子
東京都大田区下丸子３丁目３０番２号キヤノン株式会社内
(72)発明者　安居　伸浩
東京都大田区下丸子３丁目３０番２号キヤノン株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】磁気記録媒体の製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
磁性粒子部分が非磁性部分に分散して配置した記録層を有する磁気記録媒体の製造方法において、
基体上に気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分を非磁性部分に分散するように、該ＣｕまたはＡｇ粒子部分と該非磁性部分を同時に配置する第１工程と、
気相成膜法で前記ＣｕまたはＡｇ粒子部分に、ＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）を含む磁性粒子部分を積層し、非磁性部分にはさらに非磁性部分を積層するように、該磁性粒子部分と該非磁性部分を同時に配置する第２工程と、
前記第２工程の後に熱処理を行い、前記ＣｕまたはＡｇ粒子部分と、前記磁性粒子部分とを相互拡散させる第３工程とを有することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。
【請求項２】
前記非磁性部分が、$(Si_xGe_{1-x})_yO_{1-y}$（０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１）からなることを特徴とする請求項１記載の磁気記録媒体の製造方法。
【請求項３】
前記第１工程と前記第２工程とを繰り返し行うことを特徴とする請求項１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】

本発明は、磁性粒子間の磁気的分離に優れた磁気記録媒体を製造する方法に関する。

【背景技術】

【０００２】

従来利用されてきたハードディスク用磁気記録媒体は長手磁気記録方式であり、磁化はディスク表面に平行に記録されている。この長手磁気記録方式では高密度化に伴い磁区内の反磁界を抑え、且つ磁化状態を検出させるため媒体上方に磁界を出すために磁気記録層を薄くしていく必要がある。そのため磁性微粒子１つ当たりの体積が極度に小さくなり、超常磁性効果が発生しやすい傾向にある。すなわち磁化方向を安定させているエネルギーが熱エネルギーより小さくなり、記録された磁化が時間とともに変化し、記録を消してしまうことが起こる。このため近年では長手磁気記録に代わって記録層の膜厚を大きくとれる垂直磁気記録方式へ移行する研究が盛んに行われている。

【０００３】

垂直磁気記録用の媒体としては、記録層として一般にＣｏ－Ｃｒ合金が用いられており、スパッタリング法で作製する。Ｃｏ組成が多いコア部とその周りのＣｒ組成が比較的多いシェル部に分離された状態で成長する。

【０００４】

しかし、さらなる高密度化においては、Ｃｏ－Ｃｒ系では、Ｃｏ組成が多いコア部分の微細化が困難であることが予想される。そこで、近年注目されているのが、ＣｏＰｔ，ＦｅＰｔのＬ１$_0$規則合金（図１０）である。ただし、規則合金化するためにはグラニュラー膜状態において熱処理を施す必要がある。その熱処理過程において規則合金化と磁性粒同士の結合とが同時進行してしまう。これにより、熱処理前には１０ｎｍ以下の磁性粒子が非磁性体部分によって分離していたものが、熱処理後には磁性粒子同士が結合して直径が数十ｎｍの磁性粒子部分となり、磁性粒の微細化にともなう性能向上があまり見られなかった。

【０００５】

そこで、低温で規則化合金を形成するための技術が提案されている（特許文献１）。特許文献１には、ＦｅＰｔにＣｕを添加することによって低温化を実現している。

【特許文献１】特開２００４－３１１６０７号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

しかし、特許文献１では、めっきでＦｅＰｔやＣｕを細孔に充填しているために、不純物が混じる可能性が高く、期待される磁気特性がでないことが考えられる。

【０００７】

そこで、本発明は、不純物の混入がすくなく、磁気特性が向上した磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

そこで、本発明は

磁性粒子部分が非磁性部分に分散して配置した記録層を有する磁気記録媒体の製造方法において、

基体上に気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分を非磁性部分に分散して配置する第１工程と、

気相成膜法で前記ＣｕまたはＡｇ粒子部分に磁性粒子部分を積層し、非磁性部分にはさらに非磁性部分を積層する第２工程と、

積層後に熱処理を行う第３の工程とを有する磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。

【０００９】

また、上述の製造方法を応用することにより、次のような製造方法で、磁気記録媒体の作製が可能になる。

【００１０】
本発明は、磁性粒子部分が非磁性部分に分散して配置した記録層を有する磁気記録媒体の製造方法において、
基体上に気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分を非磁性部分に分散して配置する第１工程と、
気相成膜法で前記ＣｕまたはＡｇ粒子部分にＡｌ粒子部分を積層し、非磁性部分にはさらに非磁性部分を積層する第２工程と、
前記Ａｌ粒子部分を除去して孔を形成し、形成された孔に磁性粒子を充填し、且つ熱処理を行う第３の工程とを有する磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。
【００１１】
さらに、本発明は、
磁性粒子部分が非磁性部分に分散して配置した記録層を有する磁気記録媒体の製造方法であって、
磁性粒子部分の規則化温度を下げるための物質を非磁性部分中に分散して配置された第１層を形成する工程と、
前記第１層の上で、前記物質上に磁性粒子部分を積層し、前記非磁性部分上に非磁性部分を積層した第２層を形成する工程と、
前記積層後に熱処理を行うことにより、前記磁性粒子部分を規則化する工程とを有する磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。
【発明の効果】
【００１２】
本発明で磁気記録媒体を製造することにより、磁性粒子に不純物の混入がすくなくなり、磁気特性が向上する。また、ＣｕやＡｇ粒子部分を非磁性部分に分散して配置することにより、磁性粒子の規則化温度を低下することが可能になる。
【発明を実施するための最良の形態】
【００１３】
以下、本発明の磁気記録媒体の製造方法について詳細に説明する。
【００１４】
図１に本発明の磁気記録媒体の製造方法の一実施形態を示す図である。まず、基体１０を用意する（ａ）。工程１として、用意した基体上に気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分１１を非磁性部分１２に分散して配置する（ｂ）。さらに、工程２として、気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分１１に磁性粒子部分１３を積層し、非磁性部分１２にはさらに非磁性部分１２Ｂを積層する（ｃ）。そして、積層後、熱処理することにより、磁性粒子１３が規則化する（ｄ）。これらの工程を経ることにより磁気特性の向上した磁気記録媒体を提供することが可能になる。
【００１５】
図２をもちいて磁気記録媒体の構成を説明する。１６は基板、１７は軟磁性層（裏打ち層）、１８は下地層、１９は記録層、２０は保護層、２１は潤滑層である。ここで、本発明の製造方法は、記録層１９に関し、その他の層を付加して磁気記録媒体となる。
【００１６】
記録層１９以外の層を形成する方法は、気相成長法以外に、例えば軟磁性層１７や下地層１８はメッキ法、潤滑層２１は塗布法等の方法により形成することができる。
【００１７】
以下、本発明の要素技術を項目に分けて説明する。
【００１８】
（気相成膜法）
気相成膜法とは、スパッタリング法、分子線成長法、蒸着法などの気相から物質を堆積させる手法を指すものである。ただし、気相成長ならばどのような条件でも必ず形成されるというものではなく、条件があり基体に目的の材料が堆積してい行く過程において、最表面にて十分な表面拡散を生じる状況にし、各々の材料が相分離を起こすような条件を設

定する必要性を有する。

【００１９】

重要なのは、表面における拡散を促す手段を講じることであり、スパッタリングにおいては、アルゴンガス圧をおよそ０．７Ｐａ程度で成膜するところを０．１Ｐａ近傍まで下げる、または基板バイアスを印加することも効果的である。または、分子線成長法では、少なくとも10^{-8}Ｐａ程度の超高真空中であるためもともと十分拡散することが考慮でき、蒸着法でも真空度をよくしていくことで拡散を促進できる。また、イオン化したガスを基板に照射するイオンアシストによる効果を導入することで拡散を促進することも有効である。ただし、基体全体を加熱することは最表面の拡散のみでなく、堆積物全体の拡散を促すことから加熱しすぎることは好ましくないが、実施を否定するものではない。

【００２０】

相分離構造を有する膜や層を形成するにあたって特に有力な材料は、Ａｌ、Ｚｎ、Ａｇ、Ｃｄ、Ｉｎ、Ｓｎ、Ｓｂ、Ａｕである。これらを粒子として（ＳｉxＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙ（０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１）に分散した層を形成する場合、成膜前の真空度の背圧にも依存する。特にＡｇを粒子部分にする場合は、残留している酸素、水などが大きく影響し、Ａｇの活発なマイグレーションにより粒子径の肥大化と基板表面への析出等が顕著になることに注意が必要である。また、このマイグレーションの抑制に対して異種元素の添加も効果的であり、基板表面におけるマイグレーションが不活性な材料、例えばWや、Ａｇと混ざりやすい材料、例えばＮｄなどを添加することで粒子径の肥大化と基板表面への析出等を抑制する方法も有力な手段である。

【００２１】

このように、異種材料を添加することは図３における粒子の直径１４、粒子の間隔１５などの制御に重要であり、粒子部分を形成する元素を除けばどの元素を利用してもよく、３０ａｔ％（ａｔｏｍｉｃ％）以下で混入させることが好ましい。拡散を促進させるためには、Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｓｒ、Ｂａ、Ｃｄ、Ｚｎ、Ｋ、Ｇａ、Ｓｎ等を混入させることが好ましい。拡散を抑制させるためには、Ｗ、Ｔａ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｈｆ、Ｚｒ、Ｖ、Ｔｉ、Ｃｒ、Ｙ、Ｎｉ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｐｔ、Ｐｄ等を混入させることが好ましい。

【００２２】

これらの材料を分散させることは成膜過程において自然に生じるものである。さらに、上記工程１と上記工程２を連続して行うことで、非磁性部分と非磁性部分の粒子が互いに接合し、また、ＡｇまたはＣｕ粒子がそのうえに積層された磁性粒子と互いに接合する。熱処理工程時にＡｇまたはＣｕ粒子と磁性粒子とが相互拡散する材料が上下に存在することで。積層された粒子磁性粒子をＬ１０　規則合金化させる効果を得やすい。なお、大気に暴露したり、表面を酸化させてしまうと粒子が互いに接合しなくなるので、水素雰囲気や窒素雰囲気や真空中で連続して各層を形成することが好ましい。

【００２３】

（基体）

磁気記録媒体を作製するために基体を用意するが、基体を構成する材料としては、ガラスやＳＵＳなどが好ましい。さらに、導電層などをあらかじめ設けられているものも用いることが可能である。同様に、結晶面が現れている基体をもちいることも可能である。

【００２４】

（磁性粒子）

磁性粒子部分は、Ｃｏ、またはＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）のいずれかを含み、ＭＰｔは$L1_0$規則合金化していることが好ましい。また、熱処理工程においては、磁性粒子部分には、Ａｇ、Ｃｕ等が相互拡散でＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）と固溶するか又は固溶しないにかかわらず、組成分布が一様または傾斜して含有されていることが好ましい。ＡｇやＣｕが相互拡散することにより、ＭＰｔが、ＡｇやＣｕを添加しない場合よりも低温で、規則化することができるようになり、粒子同士の結合などが少なくなり、良好な磁性粒子を提供することが可能になる。

【００２５】

また、本明細書においては、粒子の直径と言った場合、図３に１４に示すものを粒子の直径１４と言い、粒子の間隔と言った場合、図３の１５に示す距離を粒子の間隔１５と言うこととする。

【００２６】

粒子の直径１４の分布が狭く、粒子の間隔１５の分布も狭い方が好ましく、特に、粒子の直径が５０ｎｍ以下で１ｎｍ以上であることが好ましい。また、粒子の間隔は、２０ｎｍ以下から２ｎｍ以上であることが好ましく、さらに、１５ｎｍ以下から５ｎｍ以上であることが好ましい。粒子部分の高さ１５は、４０ｎｍ以下６ｎｍ以上であることが好ましく、さらに６ｎｍ以上２５ｎｍ以下であることが好ましい。粒子の配列はハニカム状に分布したときがもっとも好ましい状態である。ハニカム状とは、図３の平面図に示すような配列であるが、本発明は完全なハニカム配列のものだけに限定するものではない。

【００２７】

磁性粒子部分は、Ｃｏである場合にはｈｃｐ構造（ｈｅｘａｇｏｎａｌ　ｃｌｏｓｅ－ｐａｃｋｅｄ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）のｃ軸が基板垂直方向に向いていることが好ましい。ＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）である場合にはＬ１$_0$規則合金化しており、そのｃ軸が基板垂直方向に向いていることが好ましい。本発明のｈｃｐ構造（ｈｅｘａｇｏｎａｌ　ｃｌｏｓｅ－ｐａｃｋｅｄ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）のｃ軸の方向に関しては図４に示すように図中（００１）面に対する法線がｃ軸と一致しており、このｃ軸が基板垂直方向に向いている関係にある。また、Ｌ１$_0$規則合金とｃ軸の方向に関しては図４に示すように図中（００１）面に対する法線がｃ軸と一致しており、このｃ軸が基板垂直方向に向いている関係にある。

【００２８】

図５は、本発明の熱処理工程を含む製造方法で製造された磁気記録媒体を示す模式図である。１０は基体であり、１３は磁性粒子部分、１２は非磁性体部分、１２Ａは第一非磁性体部分、１２Ｂは第二非磁性体部分である。１４は磁性粒子部分の直径、１５は磁性粒子部分の間隔、１６は磁性粒子部分の高さである。図６では、磁性粒子部分１３であり、基体近傍ではＡｇ、Ｃｕ等の組成が高く、次第に減少するような分布を示していてもよい。もちろん、磁性粒子部分１３としているが全体がＬ１$_0$規則合金化している必要はなく、特に基体近傍のＡｇ、Ｃｕ組成の高い部分においてはＬ１$_0$規則合金化していなくてもよく、強磁性を有していなくてもかまわない。

【００２９】

また、上記のように基体近傍のみにＡｇ、Ｃｕ等の組成が高いものに限らず、Ａｇ、Ｃｕの組成の高い部分においてはＬ１$_0$規則合金化していなくてもよく、強磁性でなくてもよい。さらに、磁性粒子部分１３において、Ｌ１$_0$規則合金化している部分においては、そのｃ軸が基板垂直方向に向いていることが好ましい。規則合金化していない部分においてはｆｃｃ構造（ｆａｃｅ　ｃｅｎｔｅｒｅｄ　ｃｕｂｉｃ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）で基板面に対して垂直な軸方向に（００１）配向していることが好ましい。本発明のｆｃｃ構造（ｆａｃｅ　ｃｅｎｔｅｒｅｄ　ｃｕｂｉｃ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）の（００１）配向に関しては、図７に示すように図中（００１）面に対する法線が基板垂直方向を向いていることを示す。

【００３０】

また、図１中ではＡｇまたはＣｕ粒子部分１２と磁性粒子部分１３が同じ直径で接続しているが、接続していれば同様の直径でなくてもよい。また、ＡｇまたはＣｕ粒子部分１２と磁性粒子部分１３はエピタキシャルに接続していることが好ましい。さらに、第一非磁性体部分１２Ａと第二非磁性体部分１２Ｂは、双方（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙ（０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１）からなることが好ましい。ただし、第一非磁性体部分１２Ａと第二非磁性体部分１２Ｂは、（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙのＳｉＧｅ間の比率、ＳｉＧｅと酸素間の比率は同一であっても、そうでなくてもよい。例えば、第一非磁性体部分１２Ａと第二非磁性体部分１２Ｂの層における（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙの組み合わせは、ＳｉとＧｅ、ＳｉとＧｅＯ２、ＳｉＯ２とＧｅ、ＳｉＯ２とＧｅＯ２、

ＳｉとＳｉ$_{0.5}$Ｇｅ$_{0.5}$、（Ｓｉ$_{0.5}$Ｇｅ$_{0.5}$）$_{0.5}$Ｏ$_{0.5}$と（Ｓｉ$_{0.1}$Ｇｅ$_{0.9}$）$_{0.5}$Ｏ$_{0.5}$．など０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１から任意に選択可能である。

【００３１】

また、ＡｇまたはＣｕ粒子部分１２は、磁性粒子部分１３がコバルトの場合にはｆｃｃ構造（ｆａｃｅ　ｃｅｎｔｅｒｅｄ　ｃｕｂｉｃ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）で基板垂直方向に（１１１）配向していることが好ましい。（１１１）配向とは図７に示すように（１１１）面に対する法線が基板垂直方向を向いていることを示す。さらに、磁性粒子部分１３がＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ，Ｆｅ）の場合にはｆｃｃ構造（ｆａｃｅ　ｃｅｎｔｅｒｅｄ　ｃｕｂｉｃ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）で基板垂直方向に（００１）配向していることが好ましい。（００１）配向とは図７に示すように（００１）面に対する法線が基板垂直方向を向いていることを示す。また、磁性粒子部分１３は、Ｌ１$_0$規則合金化していなくてもよく、その場合にはｆｃｃ構造（ｆａｃｅ　ｃｅｎｔｅｒｅｄ　ｃｕｂｉｃ　ｓｔｒｕｃｔｕｒｅ）で基板垂直方向に（００１）配向していることが好ましい。（００１）配向とは図７に示すように（００１）面に対する法線が基板垂直方向を向いていることを示す。

【００３２】

（非磁性部分）

非磁性部分は、（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙ　（０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１）が好ましい。しかし、磁性材料でなく、Ａｌ、Ａｕ、Ｃｕのいずれかと相分離を起す材料なら工程によっては用いることが可能である。

【００３３】

ＳｉＧｅ間の比率、ＳｉＧｅと酸素間の比率は同一であっても、そうでなくてもよい。例えば、第一工程で形成された第一の層と第二工程で形成された第二の層における（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙの組み合わせは、次のようなものが考えられる。ＳｉとＧｅ、ＳｉとＧｅＯ$_2$、ＳｉＯ$_2$とＧｅ、ＳｉＯ$_2$とＧｅＯ$_2$、ＳｉとＳｉ$_{0.5}$Ｇｅ$_{0.5}$、（Ｓｉ$_{0.5}$Ｇｅ$_{0.5}$）$_{0.5}$Ｏ$_{0.5}$と（Ｓｉ$_{0.1}$Ｇｅ$_{0.9}$）$_{0.5}$Ｏ$_{0.5}$など、０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１から任意に選択可能である。また各層には、粒子部分を構成する元素を一部含んでいてもよい。

【００３４】

（熱処理工程）

熱処理は、粒子状のＡｇまたはＣｕいずれかと粒子状のＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）のいずれかが拡散を開始する温度にて行うものであり、５００℃以下であることが好ましく、さらに４００℃以下であることが好ましい。ＣｕやＡｇがあることにより、ＭＰｔ単体で加熱するようりも低温で規則化合金を作製することが可能になる。また、熱処理は真空中で行うことが好ましく、窒素、または水素を含有する雰囲気中で行っても良い。もちろん、各工程で堆積された（ＳｉｘＧｅ１－ｘ）ｙＯ１－ｙ（０≦ｘ≦１，０．０３４≦ｙ≦１）部分は、ＡｇまたはＣｕのいずれかとも相互に拡散は起こらず、ＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）のいずれかとも相互拡散は起こらないことが特徴である。つまり、拡散可能領域をＡｇ、またはＣｕのいずれかとＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）のいずれかの間においてのみに限定することが重要である。これにより、非磁性部分に磁性材料が拡散せず、磁気的に分離した状態で、磁気特性を向上させることが可能になる。そして、結果として従来問題視されていた基板面内方向でのＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）粒子同士の肥大化が抑制されているにもかかわらず、ＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ）のＬ１$_0$規則合金化が達成されるものである。

【００３５】

（第二の実施形態）

図８をもちいて、本発明の一実施形態の概要を説明する。これまで図１をもいてきた実施形態との違いは、磁性粒子を含まない相分離層を積層させて、相分離層の柱状部分を除去し、穴を形成し、穴に磁性材料を充填する部分が異なる。

【００３６】

具体的には、まず基体１０を用意する（Ａ）。基体上に気相成膜法でＣｕまたはＡｇ粒子部分１１を非磁性部分１２に分散させて第一の相分離層を形成する（Ｂ）。さらに、気相成膜法で前記ＣｕまたはＡｇ粒子部分にＡｌ粒子部分を積層し、非磁性部分にはさらに非磁性部分を積層させて第二の相分離層を形成する（Ｃ）。その後、Ａｌ粒子部分を除去し孔を形成する（Ｄ）。形成された孔に磁性粒子を充填し（Ｅ）、熱処理を行い磁性粒子を規則合金化することにより磁気記録媒体を製造する。

【００３７】

図１で説明した一実施形態とことなる部分は、Ａｌ粒子部分を除去し孔を形成する（Ｄ）技術であり、他の技術は、上述で説明した技術を用いて製造することが可能であるので、ここでは、Ａｌ粒子部分を除去する技術について説明する。

【００３８】

Ａｌを用いている理由は、Ａｌ粒子とＳｉやＧｅは層分離構造を得やすいことがあげられる。さらに、Ａｌ部分は酸に容易に溶けることから、磁性粒子（主に、Ｃｏ、またはＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ））を充填するための細孔を簡単に得ることが可能である。エッチングには、酸（例えば、リン酸水溶液、硫酸水溶液など）でも弱アルカリ（アンモニア水、希薄水酸化ナトリウム水溶液）でもＳｉやＧｅを溶解しないものであれば使用可能である。また、メッキ法を用いれば、細孔に磁性粒子（主に、Ｃｏ、またはＭＰｔ（Ｍ＝Ｃｏ、Ｆｅ））を充填することが可能である。

【実施例】

【００３９】

実施例１

（ＳｉとＣｕまたはＡｇの相分離膜と$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2の相分離膜）

ガラス基板上にＭｇＯ（００１）層を１０ｎｍ成膜したものを準備し、Ｓｉターゲット上に１０ｍｍ角のＣｕ片１２枚またはＡｇ片８枚をそれぞれエロージョンエリアを含めて内側に対照に配置する。アルゴン圧力０．１ＰａにおいてＲＦパワー１００Ｗにてスパッタリング法を用いて５ｎｍ成膜した。そのとき、Ｃｕ粒子径またはＡｇ粒子径はどちらも約６ｎｍで、基板垂直方向にｆｃｃ構造で（００１）配向しておりその周囲をＳｉ（一部酸素が混入している可能性がある。）が囲っているグラニュラー構造が形成されていることを確認した。

【００４０】

さらに、連続して$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2を同時スパッタにて１５ｎｍ成膜するとＣｕ粒子またはＡｇ粒子と６ｎｍ程度のｆｃｃ構造で（００１）配向したＦｅＰｔ粒子が接続していることが透過型電子顕微鏡の断面観察から確認できる。

【００４１】

さらに、比較例として$Fe_{50}Pt_{50}$のみをＭｇＯ（００１）上に成膜した試料も準備し、３００℃、４００℃、５００℃で３０分加熱後、$Fe_{50}Pt_{50}$の粒子径を計測した。方法は、透過型電子顕微鏡で得られた画像を画像処理し、粒子の平均直径を算出した。また、５００℃における基板垂直方向の保持力も示す。その結果を表１に示す。

【００４２】

【表１】

表１

	粒子径				保磁力
	熱処理前	熱処理後			
		300℃	400℃	500℃	500℃
$FePt-SiO_2$のみ	6nm	6nm	9nm	20nm	1.5kOe
$FePt-SiO_2$／Cu－Si	6nm	6nm	6nm	7nm	5.0kOe
$FePt-SiO_2$／Ag－Si	6nm	6nm	7nm	8nm	4.2kOe

【００４３】
以上から、５００℃までの加熱において比較例に対して、ＡｇまたはＣｕのグラニュラー層を有する方が粒子径の肥大化が生じにくいことがわかる。また、保持力からも低温化の効果も付与できることが確認できる。
【００４４】
さらに、５００℃加熱処理後の試料の透過型電子顕微鏡による断面観察において、Ｃｕ粒子とＦｅＰｔ粒子の相互の拡散が進行しており、境界が不明瞭であることが確認される。また、組成分析からＣｕ粒子が位置している場所においては、Ｃｕ濃度が比較的高く、ＦｅＰｔ粒子が位置している場所においてもＣｕが検出されるが比較的少なく、図７の模式図のようにＣｕの組成が基板垂直方向に傾斜されていることが確認される。
【００４５】
実施例２
（ＧｅとＣｕまたはＡｇの相分離膜と$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2の相分離膜）
ガラス基板上にＭｇＯ（００１）層を１０ｎｍ成膜したものを準備し、Ｇｅターゲット上に１０ｍｍ角のＣｕ片１４枚またはＡｇ片１０枚をそれぞれエロージョンエリアを含めて内側に対照に配置する。アルゴン圧力０．１ＰａにおいてＲＦパワー６０Ｗにてスパッタリング法を用いてＧｅとＣｕとの相分離した膜を５ｎｍ成膜した。そのとき、Ｃｕ粒子径またはＡｇ粒子径はどちらも約６ｎｍで、基板垂直方向にｆｃｃ構造で（００１）配向しておりその周囲をＳｉ（一部酸素が混入している可能性がある。）が囲っているグラニュラー構造が形成されていることが確認できる。
【００４６】
さらに、連続して$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2を同時スパッタにて、$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2との相分離した膜を１５ｎｍ成膜する。するとＣｕ粒子またはＡｇ粒子と６ｎｍ程度のｆｃｃ構造で（００１）配向したＦｅＰｔ粒子が接続していることが透過型電子顕微鏡の断面観察から確認できる。
【００４７】
実施例３
（積層体：ＳｉとＣｕまたはＡｇの相分離膜と$Fe_{50}Pt_{50}$とSiO_2の相分離膜）
実施例１の成膜法を適用して、ＡｇまたはＣｕ粒子のグラニュラー層のいずれかを２ｎｍ、$Fe_{50}Pt_{50}$粒子のグラニュラー層を１０ｎｍとして、それらを３層づつ交互に積層させたものをＡｇとＣｕ粒子のグラニュラー層に対して準備する。断面から透過型電子顕微鏡で観察すると図９のようにＡｇ、またはＣｕ粒子のグラニュラー層とＦｅＰｔの

グラニュラー層が３層積層されていることがわかる。これらを真空中５００℃で３０分加熱したものを実施例１の１層づつのものと比較する。比較すると、大きく特性に変化はないが、断面の透過型電子顕微鏡による局所的な組成の分析において変化がある。実施例１で基板垂直方向にＣｕの組成が傾斜されている状況が解消され、図８に示す磁性粒子部分のようになり一様にＣｕが分布していることがわかる。ＡｇにおいてはＦｅＰｔと固溶しないが、組成分析では一様であるように見られる。

【００４８】

同様にして、実施例２の成膜方法を適用したＡｇまたはＣｕ粒子のグラニュラー層を成膜したものをもちいても積層体を作ることができる。

【００４９】

実施例４

（第二の実施形態の製造方法）

実施例１の成膜法を適用して、ＡｇまたはＣｕ粒子のグラニュラー層のいずれかを５ｎｍ成膜する。さらに続けて$Al_{53}Si_{47}$組成の１０１．６ｍｍ（４ｉｎｃｈ）ターゲットからアルゴンガス圧０．１Ｐａ、ＲＦパワー１００Ｗで１５ｎｍスパッタリング成膜する。ＡｇとＣｕ粒子のグラニュラー層に対して膜を準備する。このときのＡｌ粒子部分の直径は、およそ６ｎｍでＡｇまたはＣｕ粒子と接続していることも断面を透過型電子顕微鏡観察により確認した。

【００５０】

引き続き、Ａｌ粒子部分を除去するために０．３ｍｏｌ／ｌのリン酸水溶液に１５分浸漬する。ここで得られる構造は、図８に示す工程３終了後に対応した細孔を有するものが得られる。

【００５１】

さらに、その細孔に$Fe_{50}Pt_{50}$を充填するためにＦｅＰｔメッキ液を用いて電着し、細孔から溢れた部分を精密研磨で除去する。このときの断面は、ＡｇまたはＣｕ粒子とＦｅＰｔ粒子が接続していることが確認できる。このとき、メッキ液は主に硫酸鉄と六塩化白金酸からなる水溶液を用い、電位の制御により$Fe_{50}Pt_{50}$組成の析出物を形成できる。

【００５２】

そして、最後に５００℃で熱処理することで実施例１にあげたのと同様の結果が得られ、ＦｅＰｔ粒子同士の結合は抑制され、ＡｇまたはＣｕとの相互拡散により規則化も５００℃で進行していることが確認できる。

【００５３】

同様にして、実施例２の成膜方法を適用したＡｇまたはＣｕ粒子のグラニュラー層を成膜したものをもちいても作ることができる。

【００５４】

以上述べてきたように、本発明を用いることにより、磁気特性が向上した磁気記録媒体を提供することが可能になる。これにより、単位面積あたりの高密度化が可能になり、小型の磁気記録媒体の提供などが可能になる。それにより、パソコン用のハードディスクのみならず、携帯電話などの小型機器への搭載も可能になる。

【図面の簡単な説明】

【００５５】

【図１】本発明の一実施形態である製造方法を示す工程図

【図２】磁気記録媒体の断面図

【図３】本発明の構造体の上面の概要を示した図

【図４】ｈｃｐ構造と方位の関係を示す模式図

【図５】本発明の製造方法により得られる磁気記録媒体を示す図

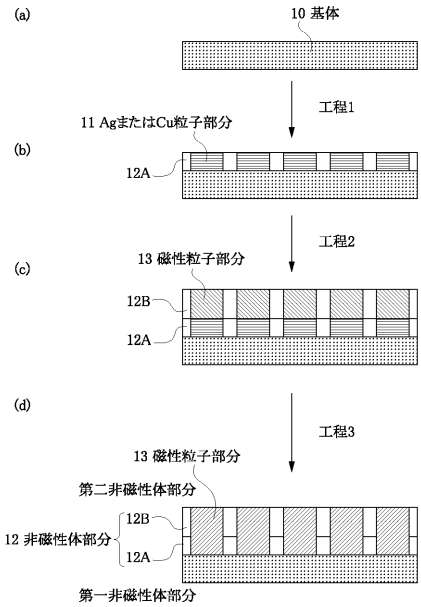
【図６】Ａｌ粒子が分散した層の形成後の磁気記録媒体を示す図

【図７】ｆｃｃ構造と方位の関係を示す模式図

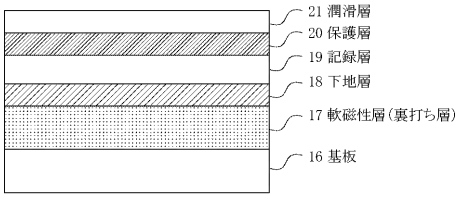
【図８】本発明の一実施形態である製造方法を示す工程図

【図９】本発明の一実施形態である製造方法を示す工程図
【図１０】Ｌ１$_0$規則合金の構造と方位の関係を示す模式図

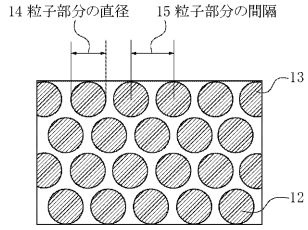
【図１】



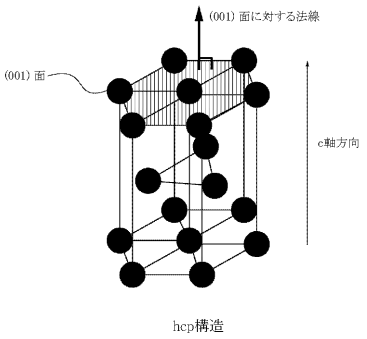
【図２】



【図３】

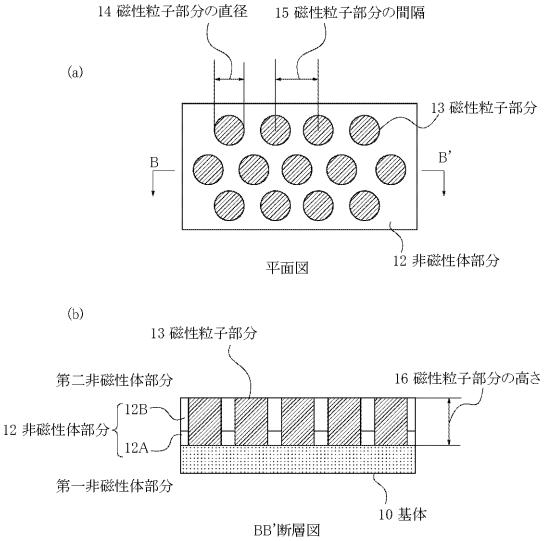


【図４】

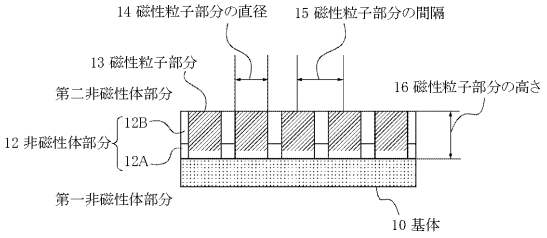


hcp構造

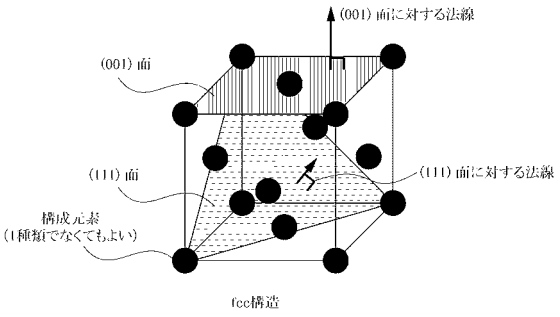
【図５】



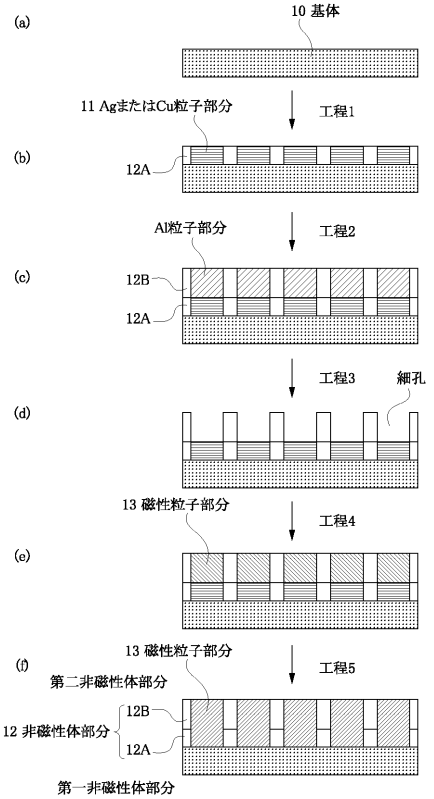
【図６】



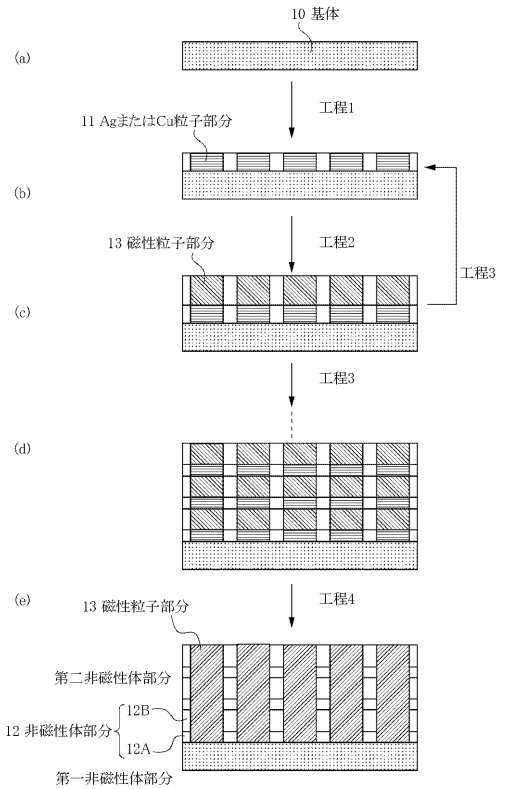
【図７】


(001) 面に対する法線
(001) 面
(111) 面
(111) 面に対する法線
構成元素
(1種類でなくてもよい)
fcc構造

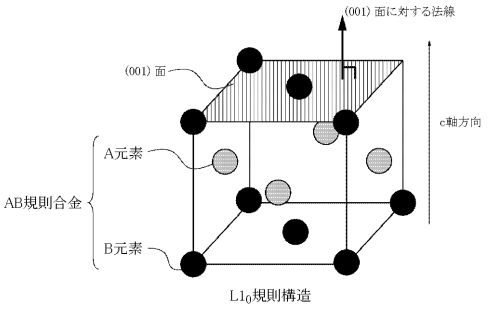
【図８】


(a)
10 基体
11 AgまたはCu粒子部分
工程1
(b)
12A
Al粒子部分
工程2
(c)
12B
12A
工程3
細孔
(d)
13 磁性粒子部分
工程4
(e)
13 磁性粒子部分
工程5
(f)
第二非磁性体部分
12 非磁性体部分
12B
12A
第一非磁性体部分

【図９】


10 基体
(a)
工程1
11 AgまたはCu粒子部分
(b)
13 磁性粒子部分
工程2
工程3
(c)
工程3
(d)
(e)
13 磁性粒子部分
工程4
第二非磁性体部分
12 非磁性体部分
12B
12A
第一非磁性体部分

【図１０】


(001) 面に対する法線
(001) 面
c軸方向
A元素
AB規則合金
B元素
L1$_0$規則構造

フロントページの続き

(72)発明者　田　透
東京都大田区下丸子３丁目３０番２号キヤノン株式会社内

審査官　斎藤　眞

(56)参考文献　特開２００２－１７５６２１（ＪＰ，Ａ）
特開２００４－３１１６０７（ＪＰ，Ａ）
特開２００４－１７８７５３（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－３２０８４７（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ１１Ｂ　　５／６２－５／８５８