

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2011 年 10 月 27 日(27.10.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/132640 A1

- (51) 国際特許分類:
G11B 5/84 (2006.01) *G11B 5/65* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/059540
- (22) 国際出願日: 2011 年 4 月 18 日(18.04.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2010-099139 2010 年 4 月 22 日(22.04.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日産化学工業株式会社 (NISSAN CHEMICAL INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒1010054 東京都千代田区神田錦町三丁目 7 番地 1 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 加藤 拓 (KATO, Taku) [JP/JP]; 〒2740052 千葉県船橋市鈴身町 4 8 8 番地 6 日産化学工業株式会社 電子材料研究所内 Chiba (JP). 小林 淳平 (KOBAYASHI, Junpei) [JP/JP]; 〒2740052 千葉県船橋市鈴身町 4 8 8 番地 6 日産化学工業株式

会社 電子材料研究所内 Chiba (JP). 首藤 圭介 (SHUTO, Keisuke) [JP/JP]; 〒2740052 千葉県船橋市鈴身町 4 8 8 番地 6 日産化学工業株式会社 電子材料研究所内 Chiba (JP). 鈴木 正睦 (Suzuki, Masayoshi) [JP/JP]; 〒2740052 千葉県船橋市鈴身町 4 8 8 番地 6 日産化学工業株式会社 電子材料研究所内 Chiba (JP).

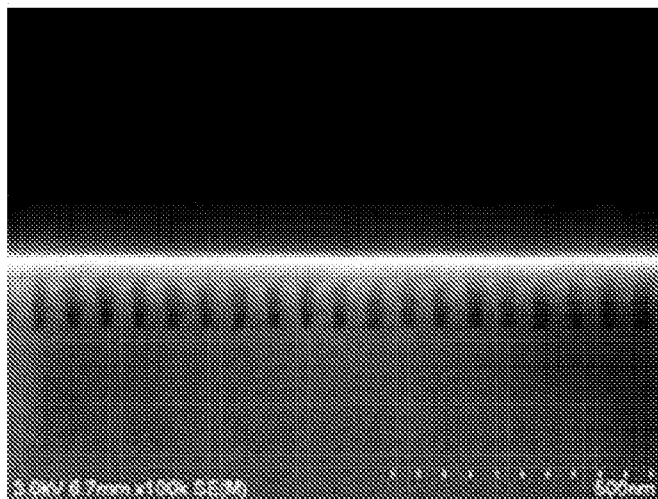
- (74) 代理人: 萼 経夫, 外 (HANABUSA, Tsuneo et al.); 〒1010062 東京都千代田区神田駿河台 3 丁目 2 番地 新御茶ノ水アーバントリニティ 萼特許事務所内 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: PLANARIZING FILM-FORMING COMPOSITION FOR HARD DISK AND HARD DISK PRODUCTION METHOD USING SAME

(54) 発明の名称: ハードディスク用平坦化膜形成組成物及びそれを用いたハードディスクの製造方法

[図2]



(57) Abstract: Disclosed is a planarizing film-forming composition for hard disks that is a non-magnetic material filler (a planarizing film-forming composition) used in methods for forming tracks alternately provided with magnetic material and non-magnetic material components, and is sufficiently filled into fine grooves on surface of a magnetic material, wherein it is required that shrinking does not occur in the filled sections during light curing (during exposure) and during post-exposure firing. Also disclosed is a hard disk production method using the same. The planarizing film-forming composition for hard disks includes at least one polyfunctional (meth)acrylate compound with a molecular weight in the range of 300 to 10,000 that is in a liquid state at room temperature and atmospheric pressure. Said compound is preferably a compound having in the range of 2 to 20 (meth)acrylate groups in the molecule. In addition, the molecular weight of said compound is preferably in the range of 300 to 2,300. The hard disk production method involves

a first step for forming depressions and projections upon the surface of the magnetic material, a second step for covering the aforementioned planarization film-forming composition over the surface of the magnetic material upon which said depressions and projections have been formed, and a third step for planarizing by etching the top of said covered magnetic material surface until the surface of the magnetic material is exposed.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2011/132640 A1



(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

【課題】 磁性体部分と非磁性体部分を交互に有するトラックを形成するための方法に用いられる、非磁性体の充填剤 (平坦化膜形成組成物) であり、磁性体表面の微細な溝に十分に充填され、且つ光硬化時 (露光時) と露光後焼成時に充填部分に収縮を生じないことが求められるハードディスク用平坦化膜形成組成物及びそれを用いたハードディスクの製造方法を提供する。 【解決課題】 室温大気圧下で液体状態にある、分子量 300 乃至 10,000 の多官能 (メタ) アクリレート化合物を少なくとも 1 種含むハードディスク用平坦化膜形成組成物。該化合物は好ましくは分子内に 2 乃至 20 個の (メタ) アクリレート基を有する化合物である。また、該化合物の分子量は好ましくは 300 乃至 2,300 である。磁性体表面上に凹凸を形成する第 1 工程と、該凹凸が形成された磁性体表面上を前記平坦化膜形成組成物で被覆する第 2 工程と、該被覆された磁性体表面上を磁性体表面が露出するまでエッチングして平坦化する第 3 工程とを含む、ハードディスクの製造方法。

明 細 書

発明の名称：ハードディスク用平坦化膜形成組成物及び
それを用いたハードディスクの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ハードディスク用平坦化膜形成組成物及びそれを用いたハードディスクの製造方法に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブはヘッドの高性能化と磁気記録メディアの高性能化が共に進行し、大容量化と小型化が進行している。

磁気記録メディアの高性能化という点では、面記録密度を高めることで大容量化が達成されている。しかしながら、記録密度を高める際には、磁気ヘッドの点で磁界広がり問題となる。磁界広がりとはヘッドを小さくしてもある値以下には小さくならないため、サイドライトと呼ばれる現象が発生してしまう。サイドライトが発生すると記録時に隣接トラックへの書き込みが生じ、既に記録したデータに上書きしデータの消失を生じる。また、磁界広がりとは再生時に隣接トラックからの余分な信号を読み込み、クロストークを生じる。

このような問題を解決するためにトラック間を非磁性材料で充填し、物理的、磁氣的に分離することで解決しようとするディスクリットトラックメディアやビットパターンドメディアという技術が提案されている。

これらのメディア作製時において磁性体あるいは非磁性体パターンを形成する方法として光ナノインプリント法の応用が提案されている（特許文献1参照）。この様に光ナノインプリント法を応用してメディアを作製する場合は、磁性体表面に光ナノインプリント法に従いパターンを形成し、ドライエッチングを用いて磁性体表面に溝（凹凸）を形成する。そして、その溝に非磁性体材料を埋め込み、平坦化を行って磁性体表面の頭出し（露出）を行い、磁性体と非磁性体を分離した形で複数のトラックを形成する。その後、磁性体部分と非磁性体部分を有する平坦化された磁性体表面上に硬質物質（例

例えばダイヤモンドライクカーボン)等を被覆し、その面が磁気ヘッドと接触する。

[0003] ところで、従来技術として、CDやDVD等の表面保護層としてアクリレート系化合物を用いる方法が提案されている(特許文献2参照)。

また、基板上に非磁性体層とその上面に磁性体層を有する磁気記録媒体において、非磁性体層をより少ない電子線照射で硬化させるために、非磁性体粉末と電子線硬化型多官能アクリレートモノマーを用いる方法が提案されている(特許文献3参照)。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1: 特開2010-037541

特許文献2: 特開2006-102744

特許文献3: 特開2006-202414

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 光学メディアの表面の保護膜としてアクリレート系化合物が用いられている。

しかし、ディスクリットトラックメディアやビットパターンドメディアという技術、即ち、磁性体表面に微細な溝(数十nm)を形成し、その溝に非磁性体材料を充填し光硬化し平坦化して、磁性体部分と非磁性体部分を交互に有するトラックを形成する方法において用いられるところの、非磁性体の充填剤(平坦化膜形成組成物)については、斯かる化合物の用途として提案されていない。

そこで、本発明は、磁性体表面の微細な溝に十分に充填され、且つ光硬化時(露光時)と露光後焼成時に充填部分に収縮を生じないことが求められるところの新規なハードディスク用平坦化膜形成組成物を提供する。また、それを用いたハードディスクの製造方法を提供する。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明は第1観点として、室温大気圧下で液体状態にある、分子量300乃至10,000の多官能（メタ）アクリレート化合物を少なくとも1種含むハードディスク用平坦化膜形成組成物、

第2観点として、前記化合物が分子内に2乃至20個の（メタ）アクリレート基を有する化合物である、第1観点到記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物、

第3観点として、前記化合物の分子量が300乃至2,300である、第1観点又は第2観点到記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物、

第4観点として、更に光重合開始剤を含む、第1観点乃至第3観点のうちいずれか1項に記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物、

第5観点として、磁性体表面上に凹凸を形成する第1工程と、該凹凸が形成された磁性体表面上を第1観点乃至第4観点のうちいずれか1項に記載の平坦化膜形成組成物で被覆する第2工程と、該被覆された磁性体表面上を磁性体表面が露出するまでエッチングして平坦化する第3工程とを含む、ハードディスクの製造方法、

第6観点として、更に平坦化された磁性体表面上に硬質物質を被覆する第4工程を含む、第5観点到記載のハードディスクの製造方法、

第7観点として、前記第1工程において、凹凸の形成がナノインプリント法に従い行われる、第5観点又は第6観点到記載のハードディスクの製造方法、

第8観点として、前記第3工程において、平坦化がドライエッチングにより行われる、第5観点乃至第7観点のうちいずれか1項に記載のハードディスクの製造方法、

第9観点として、前記第4工程で用いられる硬質物質がダイヤモンドライクカーボンである、第6観点乃至第8観点のうちいずれか1項に記載のハードディスクの製造方法である。

発明の効果

[0007] メディア作製時において、磁性体表面の微細な溝に充填させる組成物として無機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いた場合と比較して、本発明の有機系化合物を含むハードディスク用平坦化膜形成組成物は以下のような有利な効果を有する。

無機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いる場合は、該組成物を凹凸基板上に塗布し、200℃以上の温度で加熱によるリフローを行い、CMPや湿式エッチング等で無機被覆部分を削り、加熱硬化し、ドライエッチングを行って表面を平坦化させ、更にダイヤモンドライクカーボンの被覆を行う。

これに対し、本発明の有機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いる場合は、該組成物を凹凸基板上に塗布し、露光し、その後必要であれば露光後加熱を行い、ドライエッチングを行って表面を平坦化させ、更にダイヤモンドライクカーボンの被覆を行う。したがって、本発明の有機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いる場合は、加熱によるリフローを行わなくても被覆のみで磁性体表面の微細な溝に該組成物を充填させることができる。即ち被覆工程（本発明の第2工程）でリフローを必要としない。

[0008] また、無機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いる場合は、CMPや湿式エッチングで無機被覆部分を除去した後にドライエッチングによる平坦化が行われるために工程数が増える。

これに対し、本発明の有機系化合物を含む平坦化膜形成組成物を用いる場合は、ドライエッチングのみで平坦化（本発明の第3工程）させることが可能なので製造工程の簡略化及びプロセス数低減による生産性の向上及び低コスト化を実現できる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1] 図1は、材質がシリコン、深さが100nm、ラインとスペースは30nmの等間隔で形成されている凹凸を有する基板であり、膜を作成する前の断面をSEM（電子顕微鏡）で観察した写真である。

[図2] 図2は、実施例1で調製した平坦化膜形成組成物を図1の凹凸を有する

基板上に被覆し、露光し、次いで露光後加熱を行って得られた基板の断面をSEM（電子顕微鏡）で測定して平坦化性を観察した写真である。

発明を実施するための形態

[0010] 本発明は、室温大気圧下で液体状態にある、分子量300乃至10,000の多官能（メタ）アクリレート化合物を少なくとも1種含むハードディスク用平坦化膜形成組成物である。

また、本発明のハードディスク用平坦化膜形成組成物は、前記多官能（メタ）アクリレート化合物、光重合開始剤及び有機溶剤を含み、所望により界面活性剤等の添加剤も含有することができる。

なお、本発明では、室温とは20乃至25℃をいう。

[0011] 本発明の平坦化膜形成組成物における固形分の割合は、0.01乃至20質量%、又は0.1乃至10質量%、又は1乃至10質量%である。ここで、固形分とは平坦化膜形成組成物の全成分から有機溶剤を除去した残りの成分である。

本発明の平坦化膜形成組成物における多官能（メタ）アクリレート化合物の含有量は、該平坦化膜形成組成物の固形分中の含有量に基づいて、50乃至99質量%、又は60乃至95質量%、又は70乃至90質量%である。

本発明の平坦化膜形成組成物における光重合開始剤の含有量は、該平坦化膜形成組成物の固形分中の含有量に基づいて、0.5乃至30質量%、又は5乃至30質量%、又は10乃至30質量%である。

本発明の平坦化膜形成組成物における界面活性剤等の添加剤の含有量は、該平坦化膜形成組成物の固形分中の含有量に基づいて、0.0001乃至1質量%、又は0.001乃至0.5質量%である。

[0012] 本発明の平坦化膜形成組成物では、有機系化合物として多官能（メタ）アクリレート化合物を用いているが、露光時は官能基数の少ない（メタ）アクリレート化合物は収縮が少なく、その後の露光後加熱においては官能基数の多い（メタ）アクリレート化合物は収縮が少ない（架橋密度を高くすることで熱収縮を抑えることができる）。これらの点から、前記多官能（メタ）ア

クリレート化合物は、分子内に2乃至20個の（メタ）アクリレート基を有することが好ましい。

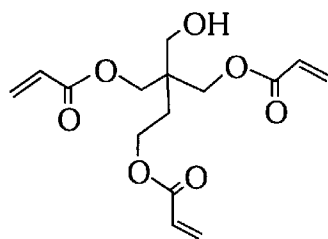
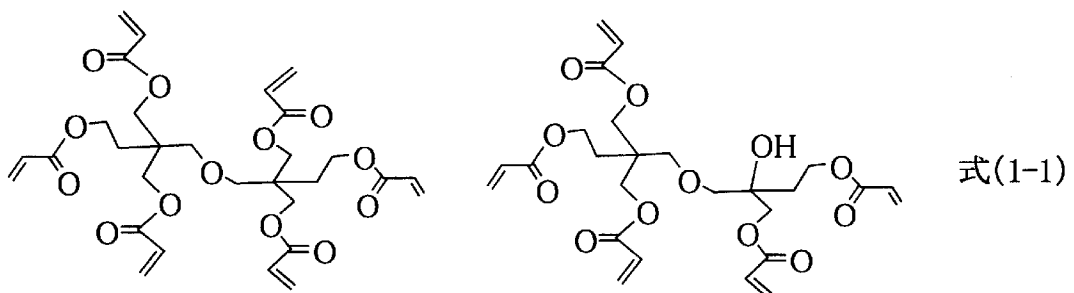
また、前記多官能（メタ）アクリレート化合物は300乃至2,300の分子量を有することが好ましい。

なお、本発明では（メタ）アクリレート化合物とは、アクリレート化合物とメタクリレート化合物の両方をいい、同様に（メタ）アクリレート基についても、アクリレート基とメタクリレート基の両方をいう。

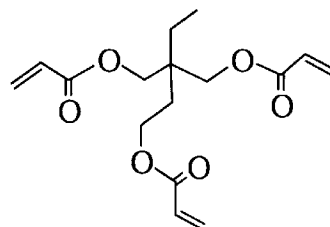
また、本発明では、多官能（メタ）アクリレート化合物は、少なくとも2つの、アクリレート基、メタクリレート基、又はそれらの組み合わせを有する。

前記多官能（メタ）アクリレート化合物としては、以下に例示することができる。

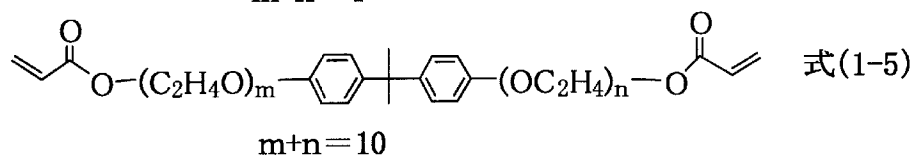
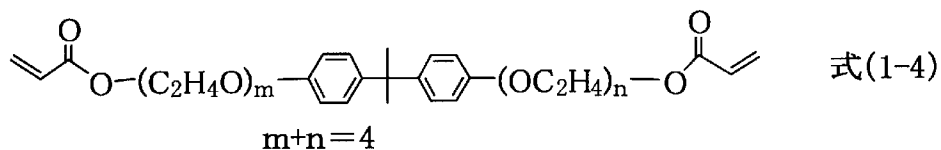
[0013] [化1]



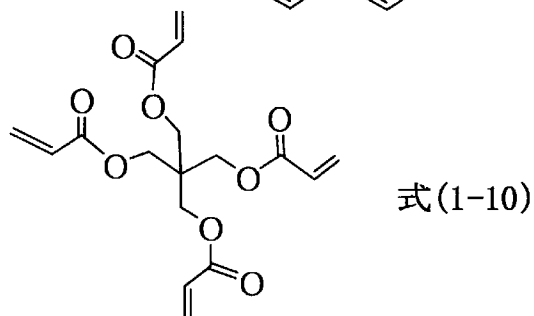
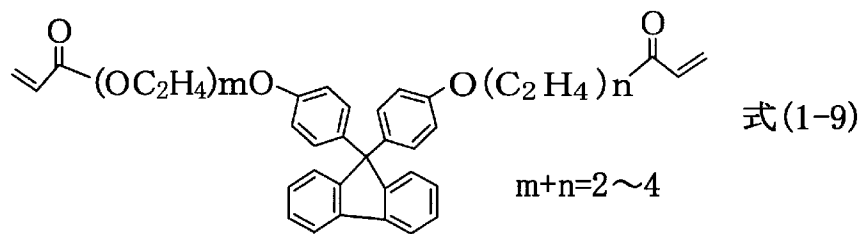
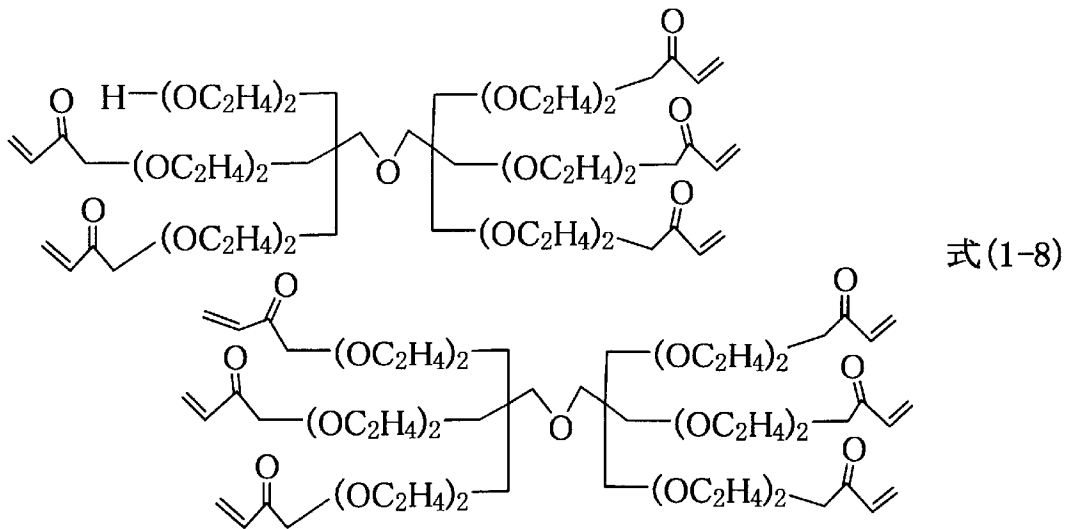
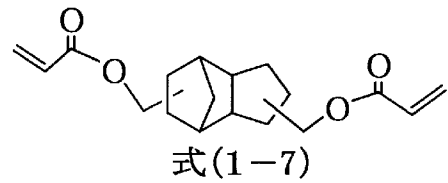
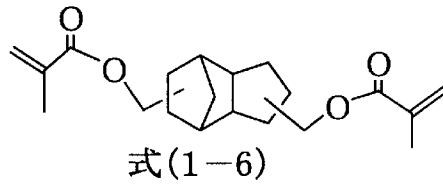
式(1-2)



式(1-3)



[0014] [化2]



[0015] 式(1-1)で表される多官能アクリレート化合物は分子量552.57と606.61の化合物を50/50のモル比で含有し、室温(23℃)で液体であるジペンタエリスリトールヘキサアクリレートであり、日本化薬(株)より入手することができる。

式(1-2)で表される多官能アクリレート化合物は分子量312.32

であり、室温（23℃）で液体であるペンタエリスリトールトリアクリレートであり、シグマ アルドリッチ（株）より入手することができる。

式（1-3）で表される多官能アクリレート化合物は分子量310.34であり、室温（23℃）で液体であるトリメチロールプロパントリアクリレートであり、新中村化学工業（株）より入手することができる。

式（1-4）で表される多官能アクリレート化合物は分子量400であり、室温（23℃）で液体であるエトキシ化ビスフェノールAジアクリレートであり、新中村化学工業（株）から入手できる。

式（1-5）で表される多官能アクリレート化合物は分子量500であり、室温（23℃）で液体であるエトキシ化ビスフェノールAジアクリレートであり、新中村化学工業（株）から入手できる。

式（1-6）で表される多官能メタクリレート化合物は分子量364.52であり、室温（23℃）で液体であるトリシクロデカンジメタノールジメタクリレートであり、新中村化学工業（株）から入手できる。

式（1-7）で表される多官能アクリレート化合物は分子量336.47であり、室温（23℃）で液体であるトリシクロデカンジメタノールジアクリレートであり、新中村化学工業（株）から入手できる。

式（1-8）で表される多官能アクリレート化合物は分子量500であり、室温（23℃）で液体であるエチレンオキシド変性ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートであり、日本化薬（株）から入手することができる。

式（1-9）で表される多官能アクリレート化合物は分子量400であり、室温（23℃）で液体であるビスフェノキシエタノールフルオレンジアクリレートであり、大阪ガスケミカル（株）より入手することができる。

式（1-10）で表される多官能アクリレート化合物は分子量352.34であり、室温（23℃）で液体であるペンタエリスリトールテトラアクリレートであり、新中村化学工業（株）より入手することができる。

これらの多官能（メタ）アクリレート化合物は単独でも、二種以上の化合物の混合物としても使用することができる。

[0016] 本発明の平坦化膜形成組成物は光重合開始剤を含有することができる。光重合開始剤は、光照射によって前記多官能（メタ）アクリレート化合物の重合を開始することができる作用を有する化合物であれば特に限定はない。光重合開始剤としては、例えば、光照射により酸（ブレンステッド酸又はルイス酸）、塩基、ラジカル、又はカチオンを発生する化合物を使用することができる。その中でも、特に光ラジカル重合開始剤を用いることが好ましい。

[0017] 前記光ラジカル重合開始剤としては、例えば、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 369（式2-1、BASFジャパン（株）製、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-（4-モルフォリノフェニル）-ブタノン-1）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 500（式2-2、BASFジャパン（株）製、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン+ベンゾフェノン）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 819（式2-3、BASFジャパン（株）製、ビス（2, 4, 6-トリメチルベンゾイン）-フェニルフォスフィンオキサイド）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 651（式2-4、BASFジャパン（株）製、2, 2-ジメトキシ-1, 2-ジフェニルエタン-1-オン）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 184（式2-5、BASFジャパン（株）製、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン）、

商品名：ダロキュア〔登録商標〕 1173（式2-6、BASFジャパン（株）製、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 2959（式2-7、BASFジャパン（株）製、1-（4-（2-ヒドロキシエトキシ）フェニル）-2-ヒドロキシ-2-メチル）-1-プロパン-1-オン）、

商品名：イルガキュア〔登録商標〕 127（式2-8、BASFジャパン（株）製、2-ヒドロキシ-1-（4-（4-（2-ヒドロキシ-2-メチ

ルプロピオニル) ベンジル) フェニル) - 2-メチルプロパン-1-オン)
)、

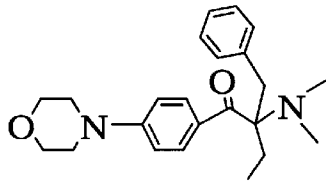
商品名: イルガキュア [登録商標] 907 (式2-9、BASFジャパン
(株) 製、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリ
ノプロパン-1-オン)、

商品名: イルガキュア [登録商標] 379 (式2-10、BASFジャパ
ン(株) 製、2-(ジメチルアミノ)-2-(4-(メチルフェニル)メチ
ル)-1-(4-(4-モルホリニル)フェニル)-1-ブタノン)、

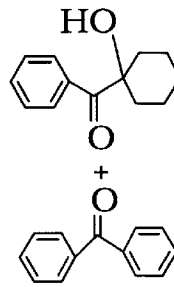
商品名: イルガキュア [登録商標] OXE01 (式2-11、BASFジ
ヤパン(株) 製、1, 2-オクタジオン1, 4-(4-フェニルチオ)-
2-(オーベンゾイルオキシム)) 等が挙げられる。

[0018]

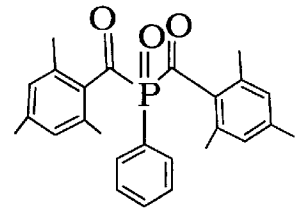
[化3]



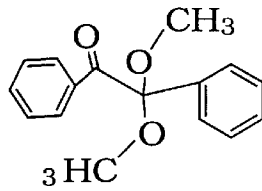
式(2-1)



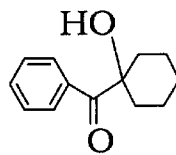
式(2-2)



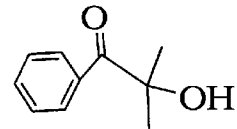
式(2-3)



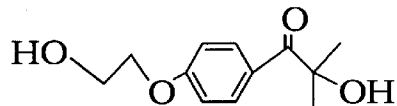
式(2-4)



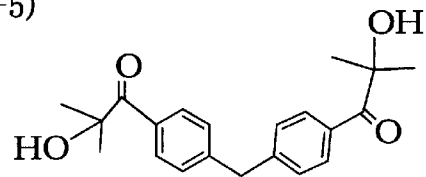
式(2-5)



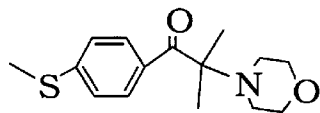
式(2-6)



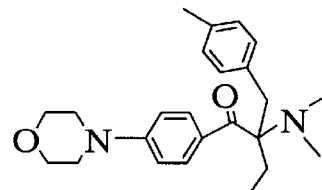
式(2-7)



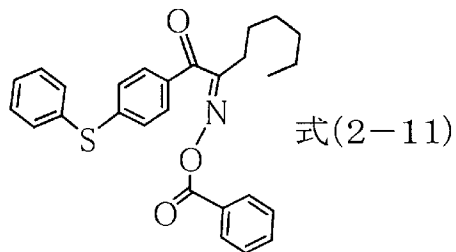
式(2-8)



式(2-9)



式(2-10)



式(2-11)

[0019] 本発明の平坦化膜形成組成物は界面活性剤を含有することができる。

前記界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンオクチルフェノールエーテル、ポリオキ

シエチレンノニルフェノールエーテル等のポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル類、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックコポリマー類、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート、ソルビタントリステアレート等のソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタントリオレエート、ポリオキシエチレンソルビタントリステアレート等のポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル類等のノニオン系界面活性剤、商品名：エフトップ〔登録商標〕EF301、同EF303、同EF352（三菱マテリアル電子化成（株）（旧（株）トーケムプロダクツ）製）、商品名：メガファック〔登録商標〕F171、同F173、同R-08、同R-30（DIC（株）（旧大日本インキ化学工業（株））製）、フロラードFC430、FC431（住友スリーエム（株）製）、商品名：アサヒガード〔登録商標〕AG710、サーフロン〔登録商標〕S-382、SC101、SC102、SC103、SC104、SC105、SC106（旭硝子（株）製）等のフッ素系界面活性剤、及びオルガノシロキサンポリマーKP341（信越化学工業（株）製）等を挙げることができる。これらの界面活性剤は単独で使用してもよいし、また二種以上の組み合わせで使用することもできる。

[0020] また、発明のハードディスク用平坦化膜形成組成物は、上記多官能（メタ）アクリレート化合物及び光重合開始剤以外に有機溶剤も含有することができる。

前記有機溶剤としては、例えば、トルエン、p-キシレン、o-キシレン、スチレン、エチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコール、プロピレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、エ

チレングリコールメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコール、1-オクタノール、エチレングリコール、ヘキシレングリコール、トリメチレングリコール、1-メトキシ-2-ブタノール、シクロヘキサノール、ジアセトンアルコール、フルフリルアルコール、テトラヒドロフルフリルアルコール、プロピレングリコール、ベンジルアルコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、2, 3-ブタンジオール、 γ -ブチルラクトン、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソプロピルケトン、ジエチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチルノーマルブチルケトン、シクロヘキサノン、酢酸エチル、酢酸イソプロピルケトン、酢酸ノーマルプロピル、酢酸イソブチル、酢酸ノーマルブチル、メタノール、エタノール、イソプロパノール、tert-ブタノール、アリルアルコール、ノーマルプロパノール、2-メチル-2-ブタノール、イソブタノール、ノーマルブタノール、2-メチル-1-ブタノール、1-ペンタノール、2-メチル-1-ペンタノール、2-エチルヘキサノール、1-オクタノール、エチレングリコール、ヘキシレングリコール、トリメチレングリコール、1-メトキシ-2-ブタノール、ジアセトンアルコール、フルフリルアルコール、テトラヒドロフルフリルアルコール、プロピレングリコール、ベンジルアルコール、イソプロピルエーテル、1, 4-ジオキサン、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、ジメチルスルホキシド、N-シクロヘキシル-2-ピロリジノンが挙げられる。

[0021] また、本発明は磁性体表面上に凹凸を形成する第1工程と、該凹凸が形成された磁性体表面上を本発明の平坦化膜形成組成物で被覆する第2工程と、該被覆された磁性体表面上を磁性体表面が露出するまでエッチングして平坦化する第3工程とを含む、ハードディスクの製造方法である。

[0022] 第1工程では、磁性体表面上に凹凸が形成される。

磁性体表面上に凹凸を形成する方法は、例えば、磁性体表面上に光又は熱ナノインプリント法を用いてトラックパターンを形成する。そして、そのパターンを用いてドライエッチング法により磁性体表面を加工し凹凸を形成する。この時用いるエッチングガスとしては、フッ素系ガスによるドライエッチングによって行なわれることが好ましい。フッ素系ガスとしては、例えば、テトラフルオロメタン (CF_4)、パーフルオロシクロブタン (C_4F_8)、パーフルオロプロパン (C_3F_8)、トリフルオロメタン、及びジフルオロメタン (CHF_2) 等が挙げられる。

[0023] 第2工程では、凹凸が形成された磁性体表面上を本発明の平坦化膜形成組成物で塗布して被覆する。この工程では平坦化膜形成組成物を凹凸面を有する磁性体上に塗布し、平坦化膜形成組成物で凹凸面が充填され、更にその上に平坦化膜形成組成物が上塗りされてもよい。そしてこの平坦化膜形成組成物を光照射によって硬化させる。

塗布する方法としては、例えば、スピコート法、ディップコート法、フローコート法、インクジェット法、スプレー法、バーコート法、グラビアコート法、ロールコート法、転写印刷法、刷毛塗り、ブレードコート法、エアナイフコート法等の方法を採用することができる。

また、ディップコート法ではメチルノナフルオロイソブチルエーテル（異性体としてメチルノナフルオロブチルエーテルを含む）や、1, 1, 1, 2, 2, 3, 4, 5, 5, 5-デカフルオロペンタンを含む有機溶剤を用いることができる。

さらに、スピコート法は好ましく用いることができる。例えば10乃至10000 rpmの回転数で、3乃至60秒間適用することができる。

膜厚としては5 nm乃至10 μ mの範囲とすることが可能であるが、凹凸が数十nmであるために、特に5 nm乃至100 nmの範囲で用いることが可能である。

光照射は、例えば、波長が150 nm乃至1000 nm、又は200乃至700 nm、又は300乃至600 nmである光を用いて行うことができる。光照射は例えば、超高圧水銀ランプ、フラッシュUVランプ、高圧水銀ランプ、低圧水銀ランプ、DEEP-UV（深紫外）ランプ、キセノンショートアークランプ、ショートアークメタルハライドランプ、YAGレーザ励起用ランプ及びキセノンフラッシュランプ等を使用して行うことができる。光照射は、例えば、超高圧水銀ランプを用い、紫外域の289 nm、297 nm、303 nm、313 nm（j線）、334 nm、365 nm（i線）や、可視光域の405 nm（h線）、436 nm（g線）、546 nm、579 nmの波長をピークとした輝線スペクトルを含めた波長250 nm程度から650 nm程度までの全波長を照射することによって行うことができる。照射量としては10乃至1000 mW、又は10乃至100 mWで2乃至100秒、又は5乃至20秒間行われる。

また、第2工程では、露光後、必要に応じて露光後加熱（post exposure bake）を行なうこともできる。露光後加熱は、加熱温度70℃乃至170℃、加熱時間1乃至10分間から適宜、選択される。

[0024] 第3工程では、平坦化膜で被覆された磁性体表面上を磁性体表面が露出するまでエッチングして、磁性体表面と該平坦化膜表面を平坦化する。

この時に用いられるエッチングガスはテトラフルオロメタン（ CF_4 ）、パーフルオロシクロブタン（ C_4F_8 ）、パーフルオロプロパン（ C_3F_8 ）、トリフルオロメタン、一酸化炭素、アルゴン、酸素、窒素、六フッ化硫黄、ジフルオロメタン、三フッ化窒素及び三フッ化塩素等のガスを用いて行われる。

このようにして磁性体表面に非磁性体（本発明の平坦化膜が充填された溝）の溝がトラックパターンとして形成され、磁性体表面と非磁性体表面は平坦な面を形成している。

- [0025] 本発明では更に第4工程として、平坦化された磁性体表面上に厚み数十nmの硬質物質を蒸着により被覆することができる。硬質物質としてはダイヤモンドライクカーボンが挙げられる。

実施例

- [0026] 以下、実施例および比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。なお、実施例で用いた各測定装置は以下のとおりである。

膜厚は光学式膜厚計（フィルメトリクス社製のF20）を用いて測定した。

原子間力顕微鏡はビーコインストルメンツ社デジタルインスツルメンツ社製ナノスコープIV型ディメンション3100を使用し、プローブが単結晶Si（Super-Sharp Type（Nano World））を、バネ定数が約30N/m、共振周波数が約290kHzで測定した。

UV照射装置はオーク製作所製、無電極ランプシステムQRE4016を用い、照度が20mW/cm²として使用した。

- [0027] 実施例1

30mLのナス型フラスコに23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が500乃至650g/molのジペンタエリスリトールヘキサアクリレートの混合物（日本化薬（株）製、商品名：カヤラッドDPHA（以下、DPHAと略す）、上記式（1-1））の30質量%プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート（以下、PGMEAと略す）溶液を2.0000g秤量し、0.1200gのIRGACURE〔登録商標〕369（BASFジャパン（株）製、上記式（2-1））を加え、メガファック〔登録商標〕R-30（DIC（株）製）の0.1質量%PGMEA溶液を0.0600g加え、12.8215gのPGMEAを加えた後、室温にてスターラーを用いて24時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-1）を調製した。

- [0028] 実施例2

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、

液体性状を有する分子量が312.32 g/molのペンタエリスリトールトリアクリレート（シグマ アルドリッチ（株）製、（以下、PTAと略す）、上記式（1-2））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-2）を調製した。

[0029] 実施例3

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が310.34 g/molのトリメチロールプロパントリアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-TMPT（以下、A-TMPTと略す）、上記式（1-3））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-3）を調製した。

[0030] 実施例4

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が400 g/mol程度のエトキシ化ビスフェノールAジアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-BPE-4（以下、A-BPE-4と略す）、上記式（1-4））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-4）を調製した。

[0031] 実施例5

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が500 g/mol程度のエトキシ化ビスフェノールAジアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-BPE-10（以下、A-BPE-10と略す）、上記式（1-5））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-5）を調製した。

[0032] 実施例6

使用した多官能メタクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が364.52 g/molのトリシクロデカンジメタノールジメタクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：DCP（以下、DCPと略す）、上記式（1-6））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-6）を調製した。

[0033] 実施例 7

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が336.47 g/molのトリシクロデカンジメタノールジアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-DCP（以下、A-DCPと略す）、上記式（1-7））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-7）を調製した。

[0034] 実施例 8

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が500 g/mol程度のエチレンオキシド変性ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：DPEA-12（以下、DPEA-12と略す）、上記式（1-8））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-8）を調製した。

[0035] 実施例 9

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が2,300 g/molの官能基数が15の多官能ウレタンアクリレートの混合物（新中村化学工業（株）製、商品名：UA-53H（以下、UA-53Hと略す））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-9）を調製した。

[0036] 実施例 10

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が400 g/mol程度のビスフェノキシエタノールフルオレンジアクリレート（大阪ガスケミカル（株）製、商品名：EAO200（以下、EAO200と略す）、上記式（1-9））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-10）を調製した。

[0037] 実施例 11

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が352.34 g/molのペンタエリスリトール

テトラアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-TMMT（以下、A-TMMTと略す）、上記式（1-10））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-11）を調製した。

[0038] 実施例12

30mLのナス型フラスコに23℃、大気圧下で、液体性状を有するDPHA（上記式（1-1））の30質量%PGMEA溶液を2.0000gと、EA0200（上記式（1-9））の30質量%PGMEA溶液を0.5000g加え、0.1500gのIRGACURE〔登録商標〕369を加え、メガファック〔登録商標〕R-30の0.1質量%PGMEA溶液を0.0750g加え、19.7769gのPGMEAを加えた後、室温にてスターラーを用いて24時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-12）を調製した。

[0039] 実施例13

30mLのナス型フラスコに23℃、大気圧下で、液体性状を有するDPHA（上記式（1-1））の30質量%PGMEA溶液を1.0000gと、EA0200（上記式（1-9））の30質量%PGMEA溶液を1.0000g加え、0.1200gのIRGACURE〔登録商標〕369を加え、メガファック〔登録商標〕R-30の0.1質量%PGMEA溶液を0.0600g加え、12.8215gのPGMEAを加えた後、室温にてスターラーを用いて24時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-13）を調製した。

[0040] 実施例14

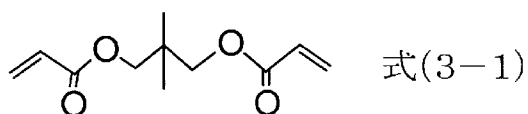
30mLのナス型フラスコに23℃、大気圧下で、液体性状を有するDPHA（上記式（1-1））の30質量%PGMEA溶液を0.500gと、EA0200（上記式（1-9））の30質量%PGMEA溶液を2.0000g加え、0.1500gのIRGACURE〔登録商標〕369を加え、メガファック〔登録商標〕R-30の0.1質量%PGMEA溶液を0.0750g加え、19.7769gのPGMEAを加えた後、室温にてスタ

ーラーを用いて24時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-14）を調製した。

[0041] 比較例 1

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が212.24 g/molのネオペンチルグリコールジアクリレート（新中村化学工業（株）製、（以下、NPGDAと略す）、下記式（3-1））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-15）を調製した。

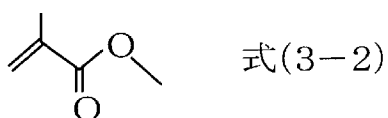
[化4]



[0042] 比較例 2

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が100.12 g/molのメタクリル酸メチル（（以下、MMAと略す）、下記式（3-2））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-16）を調製した。

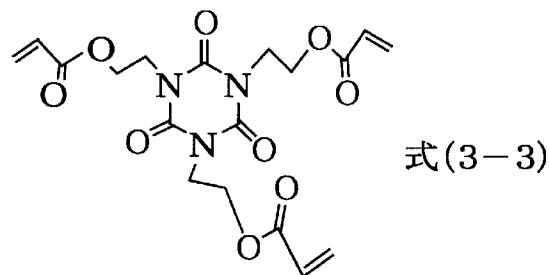
[化5]



[0043] 比較例 3

使用した多官能アクリレート化合物をDPHAから23℃、大気圧下で、固体性状を有する分子量が381.42 g/molのエトキシ化イソシアヌル酸トリアクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名：A-9300（以下、A-9300と略す）、下記式（3-3））に変更した以外は実施例1と同様に均一な透明溶液（ASV-17）を調製した。

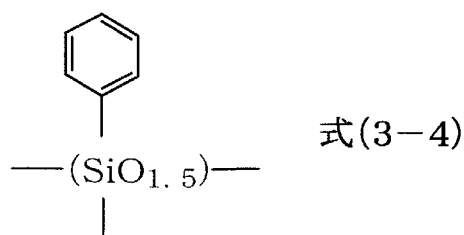
[化6]



[0044] 比較例 4

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、固体性状を有するフェニルシルセスキオキサン（Gelest 社製；Mw 700、（以下、PSQ と略す）、下記式（3-4））の 30 質量%の PGMEA 溶液を 3.0000 g と、0.1% PGMEA としたメガファック〔登録商標〕R-30 溶液を 0.0900 g（固形分を 100 質量部としたときの 0.01 質量部）加え、19.4123 g の PGMEA を加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-18）を調製した。

[化7]



[0045] 実施例 15

使用した光ラジカル重合開始剤を IRGACURE〔登録商標〕369 から IRGACURE〔登録商標〕OXE01（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-11））に変更した以外は実施例 1 と同様に均一な透明溶液（ASV-19）を調製した。

[0046] 実施例 16

使用した光ラジカル重合開始剤を IRGACURE〔登録商標〕369 から IRGACURE〔登録商標〕OXE01（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-11））に変更した以外は実施例 2 と同様に均一な透明溶液（

ASV-20)を調製した。

[0047] 実施例 17

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369からIRGACURE [登録商標] OXE01 (BASFジャパン(株)製、上記式(2-11))に変更した以外は実施例3と同様に均一な透明溶液(ASV-21)を調製した。

[0048] 実施例 18

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369からIRGACURE [登録商標] OXE01 (BASFジャパン(株)製、上記式(2-11))に変更した以外は実施例4と同様に均一な透明溶液(ASV-22)を調製した。

[0049] 実施例 19

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369からIRGACURE [登録商標] OXE01 (BASFジャパン(株)製、上記式(2-11))に変更した以外は実施例5と同様に均一な透明溶液(ASV-23)を調製した。

[0050] 実施例 20

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369からIRGACURE [登録商標] OXE01 (BASFジャパン(株)製、上記式(2-11))に変更した以外は実施例6と同様に均一な透明溶液(ASV-24)を調製した。

[0051] 実施例 21

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369からIRGACURE [登録商標] OXE01 (BASFジャパン(株)製、上記式(2-11))に変更した以外は実施例7と同様に均一な透明溶液(ASV-25)を調製した。

[0052] 実施例 22

使用した光ラジカル重合開始剤をIRGACURE [登録商標] 369か

ら I R G A C U R E [登録商標] O X E O 1 (B A S F ジャパン (株) 製、上記式 (2-11)) に変更した以外は実施例 11 と同様に均一な透明溶液 (A S V-26) を調製した。

[0053] 比較例 5

使用した光ラジカル重合開始剤を I R G A C U R E [登録商標] 369 から I R G A C U R E [登録商標] O X E O 1 (B A S F ジャパン (株) 製、上記式 (2-11)) に変更した以外は比較例 1 と同様に均一な透明溶液 (A S V-27) を調製した。

[0054] 比較例 6

使用した光ラジカル重合開始剤を I R G A C U R E [登録商標] 369 から I R G A C U R E [登録商標] O X E O 1 (B A S F ジャパン (株) 製、上記式 (2-11)) に変更した以外は比較例 2 と同様に均一な透明溶液 (A S V-28) を調製した。

[0055] 比較例 7

使用した光ラジカル開始剤を I R G A C U R E [登録商標] 369 から I R G A C U R E [登録商標] O X E O 1 (B A S F ジャパン (株) 製、上記式 (2-11)) に変更した以外は比較例 3 と同様に均一な透明溶液 (A S V-29) を調製した。

[0056] 実施例 23

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が 500 乃至 650 g/mol の D P H A (上記式 (1-1)) の 30 質量% P G M E A 溶液を 2.0000 g 秤量し、0.0600 g の I R G A C U R E [登録商標] 369 (B A S F ジャパン (株) 製、上記式 (2-1)) を加え、メガファック [登録商標] R-30 (D I C (株) 製) の 0.1 質量% P G M E A 溶液を 0.0600 g 加え、14.3815 g の P G M E A を加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液 (A S V-30) を調製した。

[0057] 実施例 24

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が 500 乃至 650 g/mol の DPCHA（上記式（1-1））の 30 質量% PGMEA 溶液を 2.0000 g 秤量し、0.1800 g の IRGACURE [登録商標] 369（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-1））を加え、メガファック [登録商標] R-30（DIC（株）製）の 0.1 質量% PGMEA 溶液を 0.0600 g 加え、17.2615 g の PGMEA を加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-31）を調製した。

[0058] 実施例 25

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が 500 乃至 650 g/mol の DPCHA（上記式（1-1））の 30 質量% PGMEA 溶液を 2.0000 g 秤量し、0.1200 g の IRGACURE [登録商標] 369（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-1））を加え、メガファック [登録商標] R-30（DIC（株）製）の 0.1 質量% PGMEA 溶液を 0.0600 g 加え、12.3652 g の PGMEA を加え、3.4563 g のメタノールを加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-32）を調製した。

[0059] 実施例 26

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が 500 乃至 650 g/mol の DPCHA（上記式（1-1））の 30 質量% PGMEA 溶液を 2.0000 g 秤量し、0.1200 g の IRGACURE [登録商標] 369（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-1））を加え、メガファック [登録商標] R-30（DIC（株）製）の 0.1 質量% PGMEA 溶液を 0.0600 g 加え、12.3652 g の PGMEA を加え、3.4563 g のイソプロパノールを加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-33）を調製した。

[0060] 実施例 27

30 mL のナス型フラスコに 23℃、大気圧下で、液体性状を有する分子量が 500 乃至 650 g/mol の DPHA（上記式（1-1））の 30 質量% PGMEA 溶液を 2.0000 g 秤量し、0.1200 g の IRGACURE [登録商標] 369（BASF ジャパン（株）製、上記式（2-1））を加え、メガファック [登録商標] R-30（DIC（株）製）の 0.1 質量% PGMEA 溶液を 0.0600 g 加え、12.3652 g の PGMEA を加え、3.4563 g のアニソールを加えた後、室温にてスターラーを用いて 24 時間攪拌し、均一な透明溶液（ASV-34）を調製した。

[0061] <平坦化膜形成組成物の製膜と体積収縮率>

ASV-1 乃至 ASV-17、及び ASV-19 乃至 ASV-34 の各平坦化膜形成組成物をそれぞれスピコート法によって 4 インチのシリコンウェハ上に膜厚が 85 nm になるようにスピコートした。膜厚は光学式膜厚計にて測定した（スピコート後の膜厚を X とする）。スピコート後の膜は UV 照射装置（波長 365 nm）を用い、照度が 20 mW/cm² にて 10 秒間、大気下で光照射した。露光後の膜厚は光学式膜厚計にて測定した（露光後の膜厚を Y とする）。次いで、大気下でホットプレートを用いて 130℃ で 5 分間露光後焼成した。焼成後の膜厚は光学式膜厚計にて測定した（焼成後の膜厚を Z とする）。

露光時の体積収縮率は膜厚 X を 100% としたときに、Y の値を百分率で示した値を 100 から差し引いた値と定義する。

焼成時の体積収縮率は膜厚 Y を 100% としたときに、Z の値を百分率で示した値を 100 から差し引いた値と定義する。

また、ASV-18 の平坦化膜形成組成物は、スピコート法によって 4 インチのシリコンウェハ上に膜厚が 85 nm になるようにスピコートした。膜厚は光学式膜厚計にて測定して 85.0 nm であった（スピコート後の膜厚を L とする）。スピコート後の膜は大気圧下でホットプレートを用いて 130℃ で 5 分間焼成した。焼成後の膜厚は光学式膜厚計にて測定し 85.3 nm であった（焼成後の膜厚を M とする）。

焼成時の体積収縮率は膜厚 L を 100%としたときに、 M の値を百分率で示した値を 100 から差し引いた値と定義する。

[0062] [表1]

表 1

体積収縮率

	露光後の体積収縮率	露光と焼成後の体積収縮率
ASV-1 (実施例 1) の膜	5.2%	1.3%
ASV-2 (実施例 2) の膜	6.5%	1.5%
ASV-3 (実施例 3) の膜	6.7%	2.2%
ASV-4 (実施例 4) の膜	3.7%	3.8%
ASV-5 (実施例 5) の膜	5.9%	2.4%
ASV-6 (実施例 6) の膜	4.4%	4.8%
ASV-7 (実施例 7) の膜	4.8%	3.3%
ASV-8 (実施例 8) の膜	3.7%	5.7%
ASV-9 (実施例 9) の膜	4.6%	1.6%
ASV-10 (実施例 10) の膜	1.2%	3.2%
ASV-11 (実施例 11) の膜	5.1%	4.1%
ASV-12 (実施例 12) の膜	4.5%	1.5%
ASV-13 (実施例 13) の膜	3.2%	1.6%
ASV-14 (実施例 14) の膜	2.2%	2.8%
ASV-15 (比較例 1) の膜	25.8%	12.8%
ASV-16 (比較例 2) の膜	40.7%	79.9%
ASV-17 (比較例 3) の膜	4.0%	5.5%

[0063] [表2]

表 2

体積収縮率

	焼成後の体積収縮率
ASV-18 (比較例 4) の膜	-0.3%

[0064]

[表3]

表 3 体積収縮率

	露光後の体積収縮率	露光と焼成後の体積収縮率
ASV-19 (実施例 15) の膜	6.5%	2.7%
ASV-20 (実施例 16) の膜	8.4%	3.6%
ASV-21 (実施例 17) の膜	9.2%	6.5%
ASV-22 (実施例 18) の膜	5.2%	7.5%
ASV-23 (実施例 19) の膜	6.2%	7.3%
ASV-24 (実施例 20) の膜	6.4%	6.9%
ASV-25 (実施例 21) の膜	7.8%	7.1%
ASV-26 (実施例 22) の膜	6.8%	7.1%
ASV-27 (比較例 5) の膜	48.5%	17.9%
ASV-28 (比較例 6) の膜	50.6%	88.8%
ASV-29 (比較例 7) の膜	5.6%	6.6%
ASV-30 (実施例 23) の膜	5.4%	1.0%
ASV-31 (実施例 24) の膜	5.1%	1.6%
ASV-32 (実施例 25) の膜	5.2%	1.3%
ASV-33 (実施例 26) の膜	5.2%	1.3%
ASV-34 (実施例 27) の膜	5.2%	1.4%

[0065] 体積収縮率測定では約 10%以内であれば平坦化されていると考えられる。

ASV-1 乃至 ASV-14、及び ASV-15 乃至 ASV-17 の膜の結果から、分子量が 300 以下の多官能（メタ）アクレート化合物を用いると、露光時及び焼成時の体積収縮率が著しく大きくなり、膜減り特性が悪いことがわかった。体積収縮率が大きく、膜減りが大きいと、HDD 上の平坦化膜として段差を埋め込む材料として用いた場合、段差の形状を反映しやすくなり、平坦性が悪化することが考えられる。平坦性が悪化すると、HDD 上の平滑性が失われることから、磁気ヘッドが基板表面とクラッシュし、正常な動作を行えなくなる。

ASV-19 乃至 ASV-26、及び ASV-27 乃至 ASV-29 の膜の結果から、光ラジカル重合開始剤を変更しても分子量が 300 以下の多官能（メタ）アクレート化合物を用いると、露光時及び焼成時の体積収縮率が

著しく大きくなり、膜減り特性が悪いことがわかった。

ASV-1、並びにASV-30及びASV-31の膜を比較すると、ラジカル重合開始剤の添加量を平坦化膜形成組成物の固形分に対して10乃至30質量部の範囲で変更しても、体積収縮率の変化はほぼなく、良好であることがわかった。

ASV-1、及びASV-32乃至ASV-34の膜を比較すると、本発明の平坦化膜形成組成物に混合溶剤を用いても体積収縮率の変化はほぼなく、良好であることがわかった。

また、ASV-18の膜はポリシロキサンであるが、加熱硬化時に体積膨張が発生し平坦化することはできなかった。

[0066] <平坦化膜形成組成物の製膜と体積収縮率2>

ASV-1による平坦化膜形成組成物をスピンコート法によって4インチのシリコンウェハ上に膜厚が85nmになるようにスピンコートした。膜厚は光学式膜厚計にて測定した（スピンコート後の膜厚をXとする）。スピンコート後の膜はUV照射装置（波長365nm）を用い、照度が20mW/cm²にて10秒間、大気下で光照射した。露光後の膜厚は光学式膜厚計にて測定した（露光後の膜厚をYとする）。次いで、大気下でホットプレートを用いて160℃で5分間露光後焼成した。焼成後の膜厚は光学式膜厚計にて測定した（焼成後の膜厚をZとする）。

露光時の体積収縮率は膜厚Xを100%としたときに、Yの値を百分率で示した値を100から差し引いた値と定義する。

焼成時の体積収縮率は膜厚Yを100%としたときに、Zの値を百分率で示した値を100から差し引いた値と定義する。

[0067] [表4]

表 4

体積収縮率

	露光後の体積収縮率	露光と焼成後の体積収縮率
ASV-1（実施例1）の膜	5.2%	2.2%

[0068] <AFM（原子間力顕微鏡）による平坦化性>

実施例1で調製したASV-1を構造物付き基板（図1）上でスピコートを行った。構造物付き基板の材質はシリコンであり、深さが100nm、ラインとスペースは30nmの等間隔で形成されているものを使用した。スピコートは構造物が付いていないシリコン基板上で85nm製膜できる条件と同様の条件とした。

スピコート後、膜はUV照射装置を用い、照度が20mW/cm²にて10秒間、大気下で光照射した。次いで、大気下でホットプレートを用いて130℃で5分間露光後焼成した。焼成後の膜表面はAFMを用いて表面解析を行った。AFMの測定箇所はラインとスペースが存在する方向の垂直方向とした。AFMの表面解析の結果から、段差上の平坦化膜の表面は1nm以下の凹凸であり、最大表面粗さ（R_{max}）は1.483nmであることがわかった。

実施例10で調製したASV-10を上記と同様な基板を用いて同様に製膜しAFMを測定した。AFMの表面解析の結果から、段差上の平坦化膜の表面は1nm以下の凹凸であり、最大表面粗さ（R_{max}）は1.499nmであることがわかった。

比較例3で調製したASV-17を上記と同様な基板を用いて同様に製膜しAFMを測定した。AFMの表面解析の結果から、段差上の平坦化膜の表面は3nm以上の凹凸であり、最大表面粗さ（R_{max}）は4.908nmであることがわかった。

比較例4で調製したASV-18を上記と同様な基板を用いて同様に製膜しAFMを測定した。AFMの表面解析の結果から、段差上の平坦化膜の表面は3nm以上の凹凸であり、最大表面粗さ（R_{max}）は6.337nmであることがわかった。

ASV-1及びASV-10の膜の結果から、室温大気圧下で、液体性状を有する分子量が300g/mol以上の材料は、露光時及び焼成時の体積収縮率が小さく、構造物付き基板上での平坦性に優れることがわかった。

一方、ASV-17の膜の結果から、体積収縮率が小さいものの、室温大気圧下で固体性状を有する材料は、平坦性が悪く、表面ラフネスが大きいことがわかった。また、ASV-18の膜の結果から、体積収縮率がないものの、室温大気圧下で固体性状を有する材料は、平坦性が悪く、表面ラフネスが大きいことがわかった。

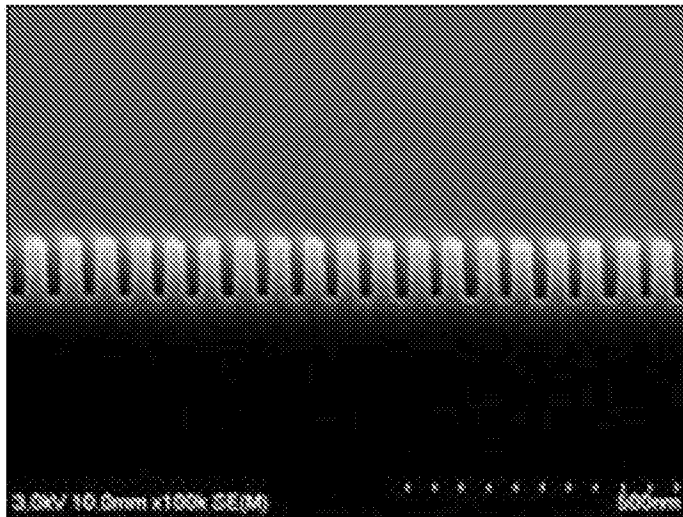
産業上の利用可能性

[0069] 本発明は、磁性体部分と非磁性体部分を交互に有するトラックを形成するための方法に用いられる、非磁性体の充填剤（平坦化膜形成組成物）であり、磁性体表面の微細な溝に十分に充填され、且つ光硬化時（露光時）と露光後焼成時に充填部分に収縮を生じないことが求められるハードディスク用平坦化膜形成組成物と、それを用いたハードディスクの製造方法に適用できる。

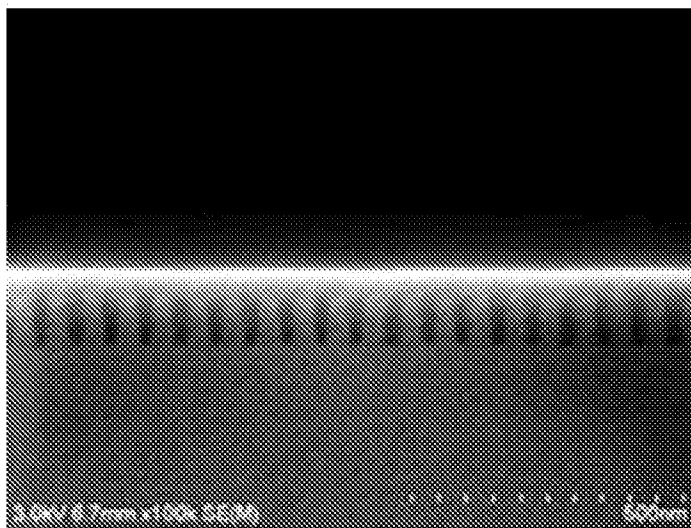
請求の範囲

- [請求項1] 室温大気圧下で液体状態にある、分子量300乃至10,000の多官能（メタ）アクリレート化合物を少なくとも1種含むハードディスク用平坦化膜形成組成物。
- [請求項2] 前記化合物が分子内に2乃至20個の（メタ）アクリレート基を有する化合物である、請求項1に記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物。
- [請求項3] 前記化合物の分子量が300乃至2,300である、請求項1又は請求項2に記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物。
- [請求項4] 更に光重合開始剤を含む、請求項1乃至請求項3のうちいずれか1項に記載のハードディスク用平坦化膜形成組成物。
- [請求項5] 磁性体表面上に凹凸を形成する第1工程と、該凹凸が形成された磁性体表面上を請求項1乃至請求項4のうちいずれか1項に記載の平坦化膜形成組成物で被覆する第2工程と、該被覆された磁性体表面上を磁性体表面が露出するまでエッチングして平坦化する第3工程とを含む、ハードディスクの製造方法。
- [請求項6] 更に平坦化された磁性体表面上に硬質物質を被覆する第4工程を含む、請求項5に記載のハードディスクの製造方法。
- [請求項7] 前記第1工程において、凹凸の形成がナノインプリント法に従い行われる、請求項5又は請求項6に記載のハードディスクの製造方法。
- [請求項8] 前記第3工程において、平坦化がドライエッチングにより行われる、請求項5乃至請求項7のうちいずれか1項に記載のハードディスクの製造方法。
- [請求項9] 前記第4工程で用いられる硬質物質がダイヤモンドライクカーボンである、請求項6乃至請求項8のうちいずれか1項に記載のハードディスクの製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/059540

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G11B5/84(2006.01) i, G11B5/65(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G11B5/62-5/84

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/116431 A1 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 24 September 2009 (24.09.2009), entire text; all drawings & JP 2009-259370 A	1-9
X	JP 7-210863 A (Victor Company of Japan, Ltd.), 11 August 1995 (11.08.1995), entire text; all drawings (Family: none)	1-4
A	JP 2005-100496 A (TDK Corp.), 14 April 2005 (14.04.2005), entire text; all drawings & WO 2005/029471 A1 & US 2007/0031706 A1 & CN 1791904 A	1-9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 July, 2011 (05.07.11)

Date of mailing of the international search report
19 July, 2011 (19.07.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G11B5/84(2006.01)i, G11B5/65(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G11B5/62-5/84

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2011年
日本国実用新案登録公報	1996-2011年
日本国登録実用新案公報	1994-2011年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2009/116431 A1 (昭和電工株式会社) 2009.09.24, 全文, 全図 & JP 2009-259370 A	1-9
X	JP 7-210863 A (日本ビクター株式会社) 1995.08.11, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-4

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.07.2011

国際調査報告の発送日

19.07.2011

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

馬場 慎

5D

9743

電話番号 03-3581-1101 内線 3551

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2005-100496 A (TDK株式会社) 2005. 04. 14, 全文, 全図 & WO 2005/029471 A1 & US 2007/0031706 A1 & CN 1791904 A	1-9