

(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2005-293778

(P2005-293778A)

(43) 公開日 平成17年10月20日(2005. 10. 20)

(51) Int. Cl.⁷

G 1 1 B 5/73

G 1 1 B 5/667

G 1 1 B 5/738

F I

G 1 1 B 5/73

G 1 1 B 5/667

G 1 1 B 5/738

テーマコード (参考)

5 D O O 6

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2004-110608 (P2004-110608)

(22) 出願日 平成16年4月5日(2004. 4. 5)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(74) 代理人 100099623

弁理士 奥山 尚一

(74) 代理人 100096769

弁理士 有原 幸一

(74) 代理人 100107319

弁理士 松島 鉄男

(74) 代理人 100114591

弁理士 河村 英文

(72) 発明者 濱口 優

福井県武生市北府二丁目1番5号 信越

化学工業株式会社磁性材料研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属メッキ層付き単結晶 S i 基板と垂直磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 S i 単結晶基板上に良好な密着性を有する1層以上の金属膜を成膜した単結晶 S i 基板を提供するもので、確実に密着性を確保できる構成を見出す。

【解決手段】 体積抵抗率が1～100・cmである単結晶 S i 基板と、該単結晶 S i 基板上に設けられた1層以上の金属メッキ層とを含んでなる金属メッキ層付き単結晶 S i 基板を提供する。この単結晶 S i 基板の表面に接する金属メッキ層は、好ましくはメッキ法により形成される A g、C o、C u、N i、P d、F e 及び P t からなる一群から選ばれる。また、この金属メッキ層付き単結晶 S i 基板を含んでなる垂直磁気記録媒体を提供する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

体積抵抗率が $1 \sim 100 \cdot \text{cm}$ である単結晶 Si 基板と、該単結晶 Si 基板上に設けられた 1 層以上の金属メッキ層とを含んでなる金属メッキ層付き単結晶 Si 基板。

【請求項 2】

上記単結晶 Si 基板の表面に接する金属メッキ層が、メッキ法により形成される Ag、Co、Cu、Ni、Pd、Fe 及び Pt からなる一群から選ばれる一以上の金属、又は該金属の一以上を含む合金もしくは化合物である請求項 1 に記載の金属メッキ層付き単結晶 Si 基板。

【請求項 3】

上記金属メッキ層が、2 層以上であって、該金属メッキ層の少なくとも 1 層が強磁性層でかつ保磁力 50 エルステッド以下の軟磁気特性を有する請求項 1 又は請求項 2 に記載の金属メッキ層付き単結晶 Si 基板。

【請求項 4】

上記金属メッキ層が、上記単結晶 Si 基板の両面に設けられ、該単結晶 Si 基板を対称面として該金属メッキ層の厚み、組成及び磁気特性が対称となるように設けられる請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の金属膜付単結晶 Si 基板。

【請求項 5】

請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の金属メッキ層付き単結晶 Si 基板を含んでなる垂直磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、金属メッキ層付き単結晶 Si 基板及びこれを用いる磁気記録媒体に関する。

【背景技術】

【0002】

磁気記録の分野において、ハードディスク装置による情報記録はパーソナルコンピュータを初めとするコンピュータの一次外部記録装置として必須である。ハードディスクドライブは、その記録密度向上に伴い、従来の面内磁気記録方式に変わり、より高密度な記録が可能な垂直磁気記録方式の開発が進められている。

【0003】

垂直磁気記録では、隣接ビットからの磁場が磁化方向と同じ方向となり、隣接ビットの間で閉磁路を形成し、水平磁気記録に比較して自分自身の磁化による自己減磁場（以下、反磁場と呼ぶ。）が少なく、磁化状態が安定する。

【0004】

磁性膜厚の点においては、垂直磁気記録において記録密度向上に伴って特に薄くする必要が無く、これらの点から、垂直磁気記録は反磁場軽減と KuV（Ku は異方性エネルギー、特に磁気記録の場合は結晶磁気異方性エネルギーを表し、V は単位記録ビット体積を表す。）の値を確保できるため、熱揺らぎによる磁化に対する安定性が大きく、記録限界を大きく先に拡大する事が可能となる記録方式と言える。記録媒体としては、水平記録媒体との親和性も高く、磁気記録の書き込みや読み出しも基本的には従来使われていたものと同じような技術が使用できる。

【0005】

垂直磁気記録媒体では、基板上に軟磁性裏打ち層（典型的にはパーマロイ等）、記録膜（CoCr 系合金、PtCo 層と Pd と Co の超薄膜を交互に数層積層させた多層膜、SmCo アモルファス膜などが候補材料等）、保護膜、潤滑膜等よりなる。垂直磁気記録媒体における裏打ち層は、軟磁性であり、かつ膜厚も概ね 100 nm 以上 500 nm 程度の厚膜が必要とされる。軟磁性裏打ち層は、上部記録膜からの磁束の通り道であるとともに、記録ヘッドからの書き込み用磁束の通り道ともなる。そのため、永久磁石磁気回路における鉄ヨークと同じ役割を果たしており、厚膜にする必要がある。

10

20

30

40

50

【0006】

水平記録媒体において非磁性Cr系下地膜を成膜するのに比較し、垂直記録媒体において軟磁性裏打ち膜を成膜することは簡単ではない。通常、水平記録媒体の各構成膜はドライプロセス（主にマグネトロンスパッタ）で、全て成膜されている。垂直記録媒体においてもドライプロセスによる成膜で種々検討されている。しかしながら、ドライプロセスによる成膜では、プロセスの安定性、各種パラメータの設定の煩雑さ、そしてなにより成膜速度の低さから、量産性や生産性の上で大きな問題を抱えている。また、高密度化のためには、磁気ディスク表面を浮上する磁気ヘッドの浮上高さ（フライングハイト）を極力低くする必要があり、垂直磁気記録媒体の製造において、研磨による平坦化加工が可能な厚膜の金属膜を被覆する必要が生じているが、ドライプロセスにより得られた厚膜皮膜は密着性が低く、研磨による平坦化加工が非常に困難であった。そこで、真空蒸着に比べ厚膜化が容易なメッキ法により、非磁性基板に金属膜を被覆する試みが種々検討されている。

10

【0007】

湿式めっきにより良好な密着性を有するメッキを行うためには、メッキ液中の金属イオンが還元を受けるのに触媒となりうる物質が母材・メッキ膜の接合部位に多量に存在することが重要である。さらに、形成されたメッキ膜と被メッキ母材との密着力の大小は、被メッキ物表面の凹凸による機械的なアンカーリング効果、もしくは被メッキ物とメッキ膜との化学的な相互作用に依存している。

【0008】

例えば、プラスチック、セラミック、ガラス材料といった化学反応性に乏しい材料の表面にメッキを施すためには、研磨等により母材面を粗面化した後に、Pd-Snコロイド溶液中に浸漬させることで表面の凹部にコロイド粒子を固着させ、この付着コロイドを触媒起点としたメッキを行うことで機械的アンカーリング効果に起因した密着性を確保する方法が広く行われている。

20

Fe等の金属上へのメッキにおいては、開始直後にメッキ膜と被メッキ金属との間に金属結合が形成され、原子層レベルでの合金化が生ずることで強固な密着性が確保されると言われている。

【0009】

一方、メッキ母材として用いられるシリコンウェハについては、酸素との反応性が極めて高く、製造後数時間で既にその表面に化学活性の低いSiO₂の自然酸化膜に被覆され不動態化してしまう。このためメッキ膜と化学的な結合を形成させることは困難である。このようなSi表面の自然酸化膜は、HF等浸漬等により溶解除去できることは広く知られているが、自然酸化膜を除去したSi表面は極めて酸化され易く、メッキ液中に浸漬した場合には、液中のOH基と反応することでメッキ膜形成前に酸化膜が再形成されてしまい良好なメッキ膜を得ることはできない。このため、Si基板上にメッキを行う場合には先に述べたプラスチック等へのメッキと同様に基板表面を粗らした後にPd-Snコロイドに浸漬してメッキを行う。

30

【0010】

このようにSi表面に直接メッキ成膜をすることは困難と考えられていたが、本発明者を含む発明者により、Si単結晶表面に置換メッキにより密着性の良好な金属層を形成することが可能であることを見出し、既に特許出願を行った。例えば、特許文献1である。更に、該金属層の上に良好な軟磁気特性を有する磁性層（例えば、CoNiFe、NiFe、CoFe、NiPなど）をメッキ法で形成することが可能となった。例えば、特許文献2である。

40

【特許文献1】特願2002-244839号

【特許文献2】特願2002-244837号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

しかし、Si基板上に金属層をメッキにより形成するとき、メッキ層とSi基板との密

50

着性の改良の余地があった。本発明は、S i 単結晶基板上に良好な密着性を有する 1 層以上の金属メッキ層を形成した単結晶 S i 基板を提供するもので、確実に密着性を確保できる構成を見出すものである。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明では、このような課題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、使用する S i 基板によってメッキ層と S i 基板との密着性に差異が生じることを見出し、金属メッキ膜付 S i 基板において、S i 基板の体積抵抗率が $1 \sim 100 \text{ } \cdot \text{cm}$ と金属メッキ層の組み合わせが好適であることを見出した。

すなわち、本発明は、体積抵抗率が $1 \sim 100 \text{ } \cdot \text{cm}$ である単結晶 S i 基板と、該単結晶 S i 基板上に設けられた 1 層以上の金属メッキ層とを含んでなる金属メッキ層付き単結晶 S i 基板を提供する。また、本発明は、この金属メッキ層付き単結晶 S i 基板を含んでなる垂直磁気記録媒体を提供する。

【発明の効果】

【0013】

本発明のように、金属メッキ層付き単結晶 S i 基板の製造工程において、使用する S i 基板の体積抵抗率が $1 \text{ } \cdot \text{cm}$ 以上であるものを用いることで、良好な密着性を有する磁気記録媒体用金属メッキ層（軟磁性層を含んでもよい）付き S i 基板および記録層を含む磁気記録媒体を提供できる。

本発明の金属膜付き単結晶 S i 基板は、良好な密着性を有するため、太陽電池の配線や S i 基板上に形成するマイクロマシン用途に用いて最適であり、更に該金属膜の上に磁性膜を成膜することにより磁気記録媒体用基板として用いて最適である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下で本発明について詳細を述べる。

本発明のメッキ金属メッキ層付 S i 基板において、用いる基板の体積抵抗率が $1 \sim 100 \text{ } \cdot \text{cm}$ の単結晶 S i 基板と金属メッキ層の組み合わせが好適であることを見出した。

単結晶 S i 基板上にメッキ法で金属メッキ層を形成するにおいて、S i 基板の体積抵抗率が $1 \sim 100 \text{ } \cdot \text{cm}$ であると、確実に良好な密着性を有する金属メッキ層付 S i 基板を構成できる。

本発明に用いる S i 基板としては、好ましくは C Z（チョクラルスキー）法或いは F Z（フローティングゾーン）法により製造された S i 単結晶材が用いられるが、大口径基板を製作しやすい C Z 法基板の方がより好ましい。

【0015】

単結晶 S i 基板の体積抵抗率は、 $1 \sim 100 \text{ } \cdot \text{cm}$ であればよい。それより低い場合は、金属メッキ層と S i 基板の密着が不良で、容易に剥離してしまう。より好ましくは $5 \sim 50 \text{ } \cdot \text{cm}$ がよい。

【0016】

単結晶 S i 基板の面方位は、 (100) 、 (110) 、 (111) でよい。該面方位を有していれば、互いに密着力に優位差はない。より好ましくは一番多く流通している (110) 面のもので、方位の傾きは $\pm 10^\circ$ の範囲で許容できる。但し、多結晶 S i を基板では、基板強度やその化学反応性の違いにより形成される金属メッキ層が不均一となってしまうため、本発明には適用されない。

【0017】

S i 単結晶基板上に設けられる金属メッキ層のうち、S i 単結晶基板上の表面に接する金属メッキ層を核付け層と呼ぶが、一層に限らず、該基板上の表面に直接接する層を含めた複数の層をであってもよい。核付け層は、Ag、Co、Cu、Ni、Pd、Fe 及び Pt からなる一群から選ばれる一種以上の金属、該金属の一種以上を含む合金および化合物を含むことが好適であることを見出した。合金の具体例としては、NiFe、NiCu が挙げられ、化合物の具体例としては、NiFeB、NiFeP が挙げられる。

10

20

30

40

50

また、NiにPが取り込まれたNiPのような化合物も用いることができる。より好ましくは、Niを主体とした核付け膜で、比較的容易に密着性の良好な膜を成膜可能である。

核付け層は、1層である必要はなく、Ni/Cu、Ni/Ag、Ni/CoやPd/Cu、Pd/Ag、更にPd/Ni/Cuなど多層であってもよい。

【0018】

単結晶Si基板と核付け層の界面は明瞭に線引きできるものではなく、例えばNi核付け膜の場合、Si/SiO(Si)+Ni/Niのような界面構造をしてもよい。SiO(Si)+Ni遷移領域は、Siリッチな基板側からNiリッチな状態を徐々に経て、純粋なNi核付け膜へ移行する。

【0019】

Si単結晶基板上に設けられる金属メッキ層は、核付け層だけではなく、核付け層の上の軟磁性層を含んでもよい。この軟磁性層を含む金属メッキ層付きSi単結晶基板は、垂直磁気記録用の磁性膜付き基板として用いることができる。

この用途では、単結晶Si基板の両面に同じ構成で、略同じ厚み、組成、磁気特性の膜が必要である。すなわち、金属メッキ層が、単結晶Si基板の両面に設けられ、単結晶Si基板を対称面として金属メッキ層の厚み、組成及び磁気特性が対称となるように設けられるのである。これは、両面に同じ特性を持っている膜が成膜されることでSi基板1板当たりの容量が片面のみの場合に比べ増加するからである。

本発明に用いることができる軟磁性層は、メッキ法で形成され、保磁力は50エルステッド(Oe)以下であることが必要である。これ以上では軟磁気特性を有しなくなるため、磁気記録の下地層、とりわけ垂直磁気記録の軟磁性下地層として機能しなくなる。保磁力は小さければ小さいほど望ましいが、実用的に実現可能な保磁力の最小値は略0.1エルステッド程度である。用いる軟磁性膜はメッキ法で成膜できるのであれば何でもよいが、CoNiFe、NiFe(パーマロイ)、FeCo、NiCoなどで上記の保磁力範囲を満たすものが用いられる。もちろんこれら軟磁性膜にメッキ液中から取り込まれるS、B、C、O、F、Mg、Al、Si、P、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ga、Ge、Y、Zr、Nb、Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、In、Sn、Sb、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Auなどの成分が5質量%以下含まれていても軟磁気特性に影響が少ないので、その範囲では許容可能である。

【0020】

本発明においては、単結晶Si基板の表面酸化膜及び基板表面を僅かにエッチングすることで、金属メッキ層形成に必要な活性化を行うことができる。

好ましくは濃度2~60質量%の苛性カリ及び/又は苛性ソーダ等のアルカリ水溶液中でエッチングし、表面の酸化膜除去を行うと共に基板表面を僅かに腐食させることが好ましい。この際活性化を与えるのに好ましい母材のエッチング速度は20nm/分~5μm/分であり、エッチング量としては40nm以上の母材Siを除去するのが好ましい。エッチング時の液温は濃度、処理時間により異なるが作業性の点で30~100の範囲が好ましい。

【0021】

次に、エッチング後のSi基板に、親水性処理を行なうが、親水性処理は、好ましくは、アルコール又は過酸化水素水を用いて行なう。

アルコールとしては、エチレングリコール、エタノール、イソプロピルアルコール等が好適に用いられ、過酸化水素水としては、1~20重量%水溶液が好適に用いられる。

親水性処理は、アルコール又は過酸化水素水等に、エッチング後のSi基板を浸漬すること等によって行なうことができる。好ましい親水性処理の時間と温度は、処理枚数、処理浴の容量等により異なるが、30秒~10分で、15~80が好適である。親水性処理されたSi基板は、その上に形成される金属メッキ層に対して密着性を高め、非磁性基板への成膜において良好な均質性を与える。

10

20

30

40

50

【0022】

このようなエッチング処理、親水性処理を行った後に、Ag、Co、Cu、Ni、Pd、Fe及びPtからなる一群から選ばれる一種以上の金属、該金属の一種以上を含む合金及び化合物から選ばれる一種以上の金属イオン或いはこれらを主な金属イオンとして元素成分で0.01N以上、好ましくは0.05～0.3N含有するメッキ液に浸漬し表面層を形成することで高密着性メッキ材料を得る。

この金属メッキ層の厚さは、10～1000nmが好ましく、更に好ましくは、50～500nmである。10nmより小さいと、金属多結晶の粒個々の均一な層内での分布が得られず、1000nmを超えると個々の結晶粒が肥大化してしまい、下地層として好ましくない場合がある。

10

【0023】

核付け層の形成について、さらに詳細に説明する。

核付け層の形成は、一般に無電解置換メッキとして知られる方法にて行うことが好ましい。液中に還元剤となりうるジアリン酸、ジアリン酸等の成分を含有しないのは従来の置換めっき同様であるが、本発明では、好ましくは光沢材となるサッカリン等の成分を含有しない硫酸塩浴を用いることができる。硫酸塩としては、硫酸ニッケル、硫酸銅等が挙げられ、好ましい濃度は、0.01～0.5Nである。塩酸塩浴或いは0.05N以上の塩素イオンを含有する浴では、本発明の金属メッキ層を得ることが困難であるのみならず、Si基板へのメッキ自体が不能となる場合もあり好ましくない。また、液中にK、Ca、Na等の各元素が0.003N以上存在する場合も本発明を履行する上で好ましくない。したがって、塩素イオンを0.05N未満、液中にK、Ca、Na等がそれぞれ0.003N未満含有しているものとする。

20

【0024】

核付け層の形成のメッキ条件としては、液温70～100℃において、浴のpHを7～13の範囲に、さらに好ましくは7.5～9にする。メッキ液温が70℃未満の場合はメッキが不能であり、また、メッキ液温が100℃を超えるかメッキ時の温度におけるpHが上記範囲以外にある場合にはメッキ自体は可能であるものの本発明の金属メッキ層を得ることはできない場合がある。pH調整は、アンモニアの添加で行うことが好ましい。苛性ソーダを初めとする水酸化物によりpH調整を行った場合、pHを上記の範囲にしても本発明の履行は困難である。この理由については必ずしも明らかではないが、液中の金属イオンがアンモニア等の錯体形成剤により錯イオン化することが極めて重要であると考えられる。

30

アンモニア添加量は初期pHにより適宜調整すれば良いが、概ねメッキ浴中に0.02N～0.5N好ましくは0.05N～0.2Nの範囲で添加するとよい。

以上のエッチング処理及び金属メッキ処理を併用することで金属メッキ層の成膜が可能となる。

【0025】

軟磁性メッキ層形成は、好ましくは一般に無電解置換メッキとして知られる方法にて成膜を行う。無電解メッキには硫化物浴又は塩化物浴の何れを用いることも可能であり、又その浴中金属としても種々のものを用いることが可能であるが軟磁性層としての磁気特性を発現させ、なおかつ立方晶の結晶を得る必要からCo、Ni、Feから選ばれる元素を含有する金属塩を用い、これらの元素のうち2種以上元素を含有する合金メッキ層を形成させる必要が有る。

40

Co、Ni、Feは、無電解メッキが可能であり、かつ軟磁性材料としての良好な特性を有している関係から本発明の実施に当ってはこれらの元素を含有することが好ましい。

具体的な浴組成は、好ましくは、ニッケル、コバルト及び鉄から選ばれる二以上の金属イオンを含み、例えば、硫酸ニッケルと硫酸コバルト混合浴、さらに硫酸鉄を含む混合浴等が挙げられ、この時の好ましい濃度は、0.01～0.5Nである。

無電解メッキにおける還元剤としては、ジアリン酸、ジメチルアミンボランを初めとし浴、或いは浴を構成する金属イオンに応じ種々のものを用いることが出来る。

50

【0026】

本発明の磁気記録媒体は、上述の軟磁性層を100～1000nm形成した後、上層に5～100nmの磁気記録層を形成し、好ましくは、2～20nmの保護層及び/又は2～20nmの潤滑層を順次形成することで具現化される。

軟磁性層の厚みは1000nmを越えると媒体として信号再生時の軟磁性層よりの磁気ノイズが大きくなり、媒体としてのS/Nが特性の低下をまねき好ましくない。一方、厚みが100nm未満では軟磁性下地としての磁気透過特性不十分で有り媒体としてのオーバーライト特性が低下する為好ましくない。

【0027】

軟磁性層の上の磁気記録層は、磁気記録を行う為の硬磁性材料よりなる。

10

記録層は、軟磁性層の直上に形成しても良いが、必要に応じ結晶粒径及び磁気特性の整合を取る為の種々のTiを初めとする中間層を1層以上介しても良い。

記録層としては、層平面に垂直な方向に磁化容易磁区を有する硬磁性材料で有れば特に制限は無く、スパッタ法によるCo-Cr合金膜、Fe-Pt合金膜を初めCo-Siグラニューール膜、Co/Pd多層膜等種々のものを用いることが出来る。また、湿式法により形成される膜、例えばCo-Ni系メッキ膜、さらには塗布による記録層としてマグネトブランバイト相よりなるバリウム・フェライトを塗布して記録層としても良い。

このような記録層の厚みは、概ね5～100nm、さらに好ましくは10～50nmの範囲が好ましい。また、保磁力に関しては0.5～10KOeさらに好ましくは1.5～3.5KOeのものが良い。

20

【0028】

記録層の上層に形成される保護層は、スパッタ法、CVD法により形成される非晶質C系の保護膜を初めとしてAl₂O₃等の結晶性の保護膜を用いることが出来る。

さらに最上層の潤滑膜は、フッ素系油脂を塗布することで単分子膜を形成したものをを用いてやれば良く、その剤種及び塗布方法については特に制限は無い。

【実施例】

【0029】

以下、本発明を実施例に基づき説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1～5と比較例1～7

金属メッキ層を形成するSi基板としては、CZ法で製作した直径200mmのSi単結晶基板を用い、基板に公知の方法によってコア抜き・芯取り・ラップを行い、その後、平均粒径15nmのコロイダルシリカにより両面研磨を施した表面粗さ(Rms)0.5nm、直径65mmの(100)Si単結晶(BドーブのP型基板)を準備した。Rmsは平方平均粗さであり、AFM(原子間力顕微鏡)を用いて測定した。

30

この基板を45℃、10質量%の苛性ソーダ水溶液に10分間浸漬して基板表面の薄い表面酸化膜を除去すると共に表面のSiエッチング処理を行い、続いて、0.1mol/dm³の硫酸ニッケル水溶液に硫酸アンモニウムを0.5mol/dm³添加した下地メッキ浴を製作し、80℃に加熱した浴中に5分間浸漬して下地メッキ層を得た。

さらに、硫酸アンモニウム0.2N、硫酸鉄0.02N、硫酸コバルト0.07N、還元剤としてジメチルアミンボラン0.04Nを含むメッキ液を建浴し、65℃に加熱した液中に15分間さきほど下地メッキを施した被メッキ基板を浸漬し軟磁性メッキ層を得た。

40

得られた軟磁性メッキ層の磁性特性をVSM(振動試料型磁力計)を用いて測定したところ、保磁力42エルステッド(Oe)であった。

JIS K 5400(基盤目試験)に基づいたクロスカット塗膜剥離試験機(MODEL AD-1110、上島製作所社製)を用いて、この得られた金属メッキ膜の接着性試験を行った。

【0030】

実施例6～10と比較例8～14

金属メッキ成膜を施すSi基板としては、表1に記載のCZ法で製作した直径200mm

50

mのSi単結晶基板を用い、エッチング処理に苛性ソーダ水溶液を用い、 0.1 mol/dm^3 硫酸ニッケル水溶液の下地メッキ浴を用いた以外は、上記実施例と同様に処理して金属メッキ層を得て、同様の接着性試験を行った。

【0031】

実施例11～15と比較例15～20

金属メッキ成膜を施すSi基板としては、表1に記載のCZ法で製作した直径200mmのSi単結晶基板を用い、 $0.01\sim0.5\text{ mol/dm}^3$ の硝酸銅水溶液と硫酸ニッケル水溶液の混合液を用いた以外は上記実施例と同様に処理して金属メッキ層を得て、同様の接着性試験を行った。

【0032】

接着性試験測定法

膜の密着性を測定するもので、 $20\text{ mm}\times20\text{ mm}$ の試料に所定荷重(240g)をかけた鋼針で塗膜を0.5mmピッチで11本平行に引掻き、更に試験片を90°回転させて同様に11本引掻き、できた100の基盤目のうちいくつ剥離したかを測定する。

【0033】

結果説明

結果を表1に示す。Si基板の体積抵抗率に対する、金属メッキ層と基板との密着性の関係を検討した結果、Si基板の体積抵抗率が大きくなるにつれて、剥離試験結果における剥離基盤目数が減少していく事がわかった。特に、Si基板の体積抵抗率が $0.010\cdot\text{cm}$ を超えると剥離基盤目数が一気に減少し、 $1\cdot\text{cm}$ 以上のサンプルにおいては全く膜の剥離は観察されなかった。また、Si基板の体積抵抗率が $100\cdot\text{cm}$ を超えると膜の剥離が観察された。この結果から、金属メッキ層付きSi基板の製造工程において、使用するSi基板の体積抵抗率が $1\sim100\cdot\text{cm}$ であるものを用いることで、良好な密着性を有する磁気記録媒体用金属メッキ層(軟磁性層を含んでもよい)付きSi基板と記録層とを含む磁気記録媒体を提供することが可能と考えられる。

【0034】

10

20

【表 1】

	金属層	体積抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	剥離基盤目数
実施例 1	Cu	2.3	0
実施例 2	Cu	9.4	0
実施例 3	Cu	14	0
実施例 4	Cu	20	0
実施例 5	Cu	95	0
実施例 6	Ni	4.8	0
実施例 7	Ni	9.7	0
実施例 8	Ni	13	0
実施例 9	Ni	21	0
実施例 10	Ni	90	0
実施例 11	Ni と Cu	3.2	0
実施例 12	Ni と Cu	10	0
実施例 13	Ni と Cu	16	0
実施例 14	Ni と Cu	20	0
実施例 15	Ni と Cu	97	0
比較例 1	Cu	6.1×10^{-3}	100
比較例 2	Cu	8.4×10^{-3}	95
比較例 3	Cu	11×10^{-3}	12
比較例 4	Cu	13×10^{-3}	5
比較例 5	Cu	15×10^{-3}	3
比較例 6	Cu	20×10^{-3}	2
比較例 7	Cu	125	9
比較例 8	Ni	5.2×10^{-3}	100
比較例 9	Ni	7.1×10^{-3}	100
比較例 10	Ni	10×10^{-3}	9
比較例 11	Ni	13×10^{-3}	7
比較例 12	Ni	15×10^{-3}	4
比較例 13	Ni	19×10^{-3}	1
比較例 14	Ni	140	8
比較例 15	Ni と Cu	5.2×10^{-3}	100
比較例 16	Ni と Cu	7.1×10^{-3}	100
比較例 17	Ni と Cu	10×10^{-3}	15
比較例 18	Ni と Cu	12×10^{-3}	4
比較例 19	Ni と Cu	15×10^{-3}	3
比較例 20	Ni と Cu	21×10^{-3}	1
比較例 21	Ni と Cu	133	10

10

20

30

40

フロントページの続き

(72)発明者 津森 俊宏
福井県武生市北府二丁目 1 番 5 号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(72)発明者 新谷 尚史
福井県武生市北府二丁目 1 番 5 号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
F ターム(参考) 5D006 CA01 CA03 CA05 CB04 CB07 DA03 DA08 FA07