

(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 2011/132747 A1

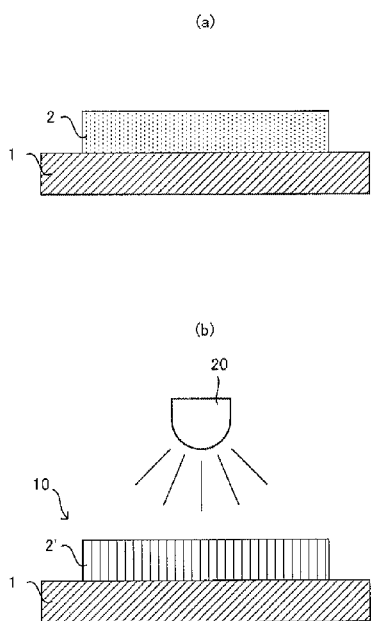
- (51) 国際特許分類: *G11B 5/65* (2006.01) *G11B 5/851* (2006.01)  
*G11B 5/64* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/059856
- (22) 国際出願日: 2011年4月21日(21.04.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願 2010-100297 2010年4月23日(23.04.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 国立大学法人秋田大学 (AKITA UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒0108502 秋田県秋田市手形学園町1番1号 Akita (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 石尾 俊二 (ISHIO, shunji) [JP/JP]; 〒0108502 秋田県秋田市手形学園町1番1号 国立大学法人秋田大学内 Akita (JP). 柴田 俊 (SHIBATA, Shun) [JP/JP]; 〒0108502 秋田県秋田市手形学園町1番1号 国立大学法人秋田大学内 Akita (JP).
- (74) 代理人: 山本 典輝 (YAMAMOTO, Noriaki); 〒1040031 東京都中央区京橋一丁目16番10号 オークビル京橋3階 東京セントラル特許事務所内 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.
- (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).

[続葉有]

(54) Title: MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MANUFACTURING METHOD FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体及び磁気記録媒体の作製方法

[図2]



(57) Abstract: Disclosed is a method for manufacturing, at low temperature, a magnetic recording medium provided with an  $L1_0$ FePt thin film having high  $L1_0$  order and excellent orientation properties. Further disclosed is a magnetic recording medium which is provided with an  $L1_0$ FePt thin film and which has been obtained by means of the method. The disclosed production method is for a magnetic recording medium (10) wherein a magnetic recording layer (2') is formed, said layer containing an FePt alloy having an  $L1_0$  order structure and a metal oxide, and includes a thin film formation step (S1) wherein a thin film (2) is formed, said film containing an FePt alloy and a metal oxide having a melting point of  $100^\circ\text{C}$ - $500^\circ\text{C}$ ; and a heating step (S2) wherein the thin film (2) is heated to a specified temperature. Also disclosed is a magnetic recording medium (10) obtained by means of said method.

(57) 要約: 高  $[001]$  配向性と高  $L1_0$  規則度を有する  $L1_0$ FePt 薄膜を備えた磁気記録媒体を低温度で製造できる方法、及び、該方法によって得られる  $L1_0$ FePt 薄膜を備えた磁気記録媒体を提供することを課題とする。FePt合金と、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む薄膜2を形成する薄膜形成工程S1、及び、薄膜2を所定の温度まで加熱する加熱工程S2を経て、 $L1_0$ 規則構造を有したFePt合金と金属の酸化物とを含有した磁気記録層2'を形成する、磁気記録媒体10の作製方法、並びに該製造方法で得られる磁気記録媒体10とする。

WO 2011/132747 A1

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

## 明 細 書

**発明の名称**：磁気記録媒体及び磁気記録媒体の作製方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体及び磁気記録媒体の作製方法に関する。

### 背景技術

[0002] 近年、ハードディスク等の磁気記録媒体の面記録密度を高くして記憶容量を増大させることが望まれており、その研究が進められている。磁気記録媒体の面記録密度を向上させるには、記録ビットを微細化しなければならない。しかしながら、記録ビットの微細化を進めると、熱エネルギーにより磁気記録層の磁化方向が変化してデータが失われてしまう、いわゆる「熱揺らぎ」が問題となる。

[0003] 熱揺らぎの影響を抑えることができる技術としては、「垂直磁気記録方式」が実用化されている。垂直磁気記録方式は、記録ビットの磁化方向を磁気記録層に対して垂直方向にする方法である。垂直磁気記録方式では、隣接する記録ビットの反磁界がお互いに強め合うように作用する。したがって、垂直磁気記録方式の記録ビットでは、磁気記録層に平行な方向の大きさを小さくしても、垂直な方向の大きさを大きくして体積を大きくすることで、熱揺らぎの影響を抑えることができる。

[0004] しかしながら、垂直磁気記録方式を用いたとしても、高い面記録密度を実現させるために、記録ビットを微細化させなければならないということに変わりはない。したがって、より高い面記録密度を実現させるためには、垂直磁気記録方式を用いても熱揺らぎの問題が生じる。この解決策として、従来用いられてきたCoCr系合金よりもさらに高い垂直磁気異方性を有する材料を磁気記録層に用いることが検討されている。

[0005] CoCr系合金より高い垂直磁気異方性を有する材料として、例えば、L<sub>10</sub>規則構造を有したFePt合金（以下、L<sub>10</sub>規則構造を有したFePt合金を、単に「L<sub>10</sub>FePt合金」ということがある。）が検討されている

。「L<sub>10</sub>規則構造」とは、fcc構造で二種の原子が交互に積層し、該二種の原子の組成比が1:1である構造である。L<sub>10</sub>FePt合金を例にした、L<sub>10</sub>規則構造の模式図を図6に示した。FeとPtの配置がランダムになるとfcc構造の不規則合金になる。

[0006] L<sub>10</sub>FePt合金は、10Tbit/inch<sup>2</sup>クラスの超高密度磁気記録媒体として期待されている。また、L<sub>10</sub>FePt合金は耐食性、耐酸化性に優れているため、磁気記録媒体に応用するのに適した材料として期待されている。L<sub>10</sub>FePt合金を磁気記録媒体として実用化するためには、金属やガラス製の基板上に数nmの厚さで高[001]配向性と高L<sub>10</sub>規則度を有するL<sub>10</sub>FePt合金を含む薄膜（以下、L<sub>10</sub>FePt合金を含む薄膜を、単に「L<sub>10</sub>FePt薄膜」ということがある。）を形成する必要がある。さらに、実用的観点からは、金属製やガラス製の基板に特殊な結晶面や表面処理を必要とせず、例えば、アモルファス熱酸化シリコン（SiO<sub>2</sub>）などの多結晶表面上で、できるだけ低温度でL<sub>10</sub>FePt薄膜を製膜できることが望ましい。

[0007] 多結晶基板上にL<sub>10</sub>FePt薄膜を形成する方法としては、これまでに以下の手法が報告されている。

（1）製膜時に金属（Sb、Ag、Cu）もしくは酸化物（MgO、SiO<sub>2</sub>、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>）からなる添加物を加える方法（例えば、非特許文献1、2、特許文献1。）。

（2）製膜後に急速加熱熱処理を行う方法（例えば、非特許文献3、4。）。

（3）製膜時に金属（Sb、Ag、Cu）もしくは酸化物（MgO、SiO<sub>2</sub>、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>）からなる添加物を加え、製膜後に急速加熱熱処理を行う方法（例えば、非特許文献5～7。）。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0008] 特許文献1：特開2006-202451号公報

## 非特許文献

[0009] 非特許文献1：前田知幸、外4名、「Reduction of ordering temperature of an FePt-ordered alloy by addition of Cu」、Applied Physics Letter、米国、American Institute of Physics、2002年3月25日、第80巻、第12号、p. 2147

非特許文献2：Q. Yan、外5名「Enhanced Chemical Ordering and Coercivity in FePt Alloy Nanoparticles by Sb-Doping」、Advanced Materials、独国、WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA、2005年8月8日、第17巻、第18号、p. 2233-2237

非特許文献3：伊藤裕二、外5名、「Structural and Magnetization Properties of Island FePt Produced by Rapid Thermal Annealing」、Japanese Journal of Applied Physics、日本、The Japan Society of Applied Physics、2004年12月9日、第43巻、p. 8040-8043

非特許文献4：伊藤裕二、外5名、「Magnetic and Structural Properties of FePt Thin Film Prepared by Rapid Thermal Annealing」、Japanese Journal of Applied Physics、日本、The Japan Society of Applied Physics、2002年8月13日、第41巻、p. L1066-L1068

非特許文献5：C. L. Platt、外4名「L10 ordering and microstructure of FePt thin films with Cu, Ag, and Au additive」、Journal of Applied Physics、米国、American Institute of Physics、2002年11月15日、第92巻、第10号、p. 6104

非特許文献6：M. L. Yan、外3名「L10, (001)-oriented FePt:B203 composite films for perpendicular recording」、Journal of Applied Physics、米国、American Institute of Physics、2002年5月15日、第91巻、第10号、p. 8471

非特許文献7：C. Luo、外1名、「Structural and magnetic properties of FePt:SiO<sub>2</sub> granular thin films」、Applied Physics Letter、米国、American Institute of Physics、1999年11月15日、第75巻、第20号、

p. 3162

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

- [0010] 上記のように、従来、 $L1_0FePt$  薄膜を形成する際には、 $Fe$ との置換を狙って金属を添加したり、元素の拡散を早めることを目的として、 $Si$ 、 $B$ 、 $Mg$ などの軽元素の酸化物を添加したりしていた。そして、これらの添加物を用いることで、ある程度の効果は得られていた。しかしながら、従来の製法では、高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度とを有する $L1_0FePt$ 薄膜を低温で作製することが困難であった。
- [0011] そこで本発明は、高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度とを有する $L1_0FePt$ 薄膜を備えた磁気記録媒体を低温で製造できる方法、並びに、該方法によって得られる $L1_0FePt$ 薄膜を備えた磁気記録媒体を提供することを課題とする。

### 課題を解決するための手段

- [0012] 本発明者らは、 $FePt$ 合金に特定の酸化物を添加して急速加熱することによって、高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度とを有する $L1_0FePt$ 薄膜が得られることを見出し、以下の本発明を完成した。
- [0013] 第一の本発明は、 $L1_0$ 規則構造を有した $FePt$ 合金と、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む磁気記録層を備えた磁気記録媒体である。第一の本発明及び以下に示す本発明（以下、これらを単に「本発明」という。）において「 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物」とは、金属酸化物を構成する金属の融点が $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下であることを意味し、金属酸化物の融点が $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下という意味ではない。
- [0014] 第一の本発明の磁気記録媒体において、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800\text{kJ/mol}$ 以上、 $-500\text{kJ/mol}$ 以下であることが好ましい。なお、本発明において、「室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ 」とは、「書名：T

hermochemical Data of Pure Substance、著者：Ihsan Barin、出版社：VCH、1989年出版」に記載の、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ を用いて $O_2$ 分子あたりの酸化物生成自由エネルギーに換算したものである。

- [0015] また、第一の本発明の磁気記録媒体において、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物が $ZnO$ であることが好ましい。
- [0016] また、第一の本発明の磁気記録媒体において、磁気記録層に $ZnO$ が含有される場合、 $FePt$ 合金と $ZnO$ との合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下の $ZnO$ が磁気記録層に含有されていることが好ましい。
- [0017] 第二の本発明は、 $FePt$ 合金と、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む薄膜を形成する薄膜形成工程、及び、該薄膜を所定の温度まで加熱する加熱工程を経て、 $L1_0$ 規則構造を有した $FePt$ 合金と金属の酸化物とを含有した磁気記録層を形成する、磁気記録媒体の作製方法である。
- [0018] 第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法において、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800\text{kJ/mol}$ 以上、 $-500\text{kJ/mol}$ 以下であることが好ましい。
- [0019] また、第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法において、 $100^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物が $ZnO$ であることが好ましい。
- [0020] また、第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法において、磁気記録層に $ZnO$ を含有させる場合、 $FePt$ 合金と $ZnO$ との合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下の $ZnO$ を磁気記録層に含有させることが好ましい。
- [0021] また、第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法において、加熱工程が、毎秒 $30^\circ\text{C}$ 以上の加熱速度で所定の温度まで薄膜を加熱する工程であることが好ましい。
- [0022] また、第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法において、加熱工程が、 $400^\circ\text{C}$ 以上 $500^\circ\text{C}$ 以下の温度まで薄膜を加熱する工程であることが好まし

い。

### 発明の効果

[0023] 第一の本発明の磁気記録媒体は、 $100^{\circ}\text{C}$ 以上 $500^{\circ}\text{C}$ 以下の融点を持つ金属の酸化物を含有させることによって、低温プロセスで短時間に、高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度を有する $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を備えた磁気記録媒体とすることができる。また、ガラスなどの多結晶材料を基板に用いることができるため、一般に使用されているアルミニウム基板やガラス基板を用いることができ、エピタキシャル成長などの高温プロセスやバッファ層などの特殊な製膜工程を経ることなく得られる。さらに、 $\text{ZnO}$ などを添加するには、該 $\text{ZnO}$ などをターゲットに用いてスパッタリングで製膜できるので、容易に作製可能で経済性が高い。さらに、高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度を有する $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を短時間の急速加熱で得られるので、実用化が容易で、経済性が高い。加熱を最短とする場合、数秒程度のランプ加熱で $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を得ることも可能なため、製膜プロセスが簡単で、時間的、経済的効率が低い。

[0024] 第二の本発明の磁気記録媒体の作製方法によれば、低温プロセスで短時間に、 $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を備えた磁気記録媒体を作製することができる。また、ガラスなどの多結晶材料を基板に用いることができるため、一般に使用されているアルミニウム基板やガラス基板を用いることができ、エピタキシャル成長などの高温プロセスやバッファ層などの特殊な製膜工程を必要としない。さらに、 $\text{ZnO}$ などを添加するには、該 $\text{ZnO}$ などをターゲットに用いてスパッタリングで製膜できるので、技術的に容易で経済性が高い。さらに、短時間の急速加熱で高 $[001]$ 配向性と高 $L1_0$ 規則度を有する $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を得られるので、実用化が容易で、経済性が高い。加熱を最短とする場合、数秒程度のランプ加熱で $L1_0\text{FePt}$ 薄膜を得ることも可能なため、製膜プロセスが簡単で、時間的、経済的効率が低い。

### 図面の簡単な説明

[0025] [図1]本発明の磁気記録媒体の作製方法の一例のフローチャートである。



[図2] (a) は作製途中の本発明の磁気記録媒体の一例の断面を概略的に示した図である。(b) は加熱工程S2の一例を概略的に示した図である。

[図3] (a) は熱処理温度が400°Cの試料についてX線解析装置で構造解析を行った結果を示したグラフである。(b) は熱処理温度が500°Cの試料についてX線解析装置で構造解析を行った結果を示したグラフである。

[図4] X線解析装置による解析結果に基づいて、ピーク強度のZnO添加量依存性を示したグラフである。

[図5] (a) は熱処理温度が400°Cの試料について振動試料型磁力計で磁化測定を行った結果を示したグラフである。(b) は熱処理温度が500°Cの試料について振動試料型磁力計で磁化測定を行った結果を示したグラフである。

[図6] L<sub>10</sub>FePt合金を例にした、L<sub>10</sub>規則構造の模式図である。

### 発明を実施するための形態

[0026] 本発明者らは、FePt合金に特定の金属酸化物を添加するとともに急速加熱することによって、高[001]配向性と高L<sub>10</sub>規則度とを有するL<sub>10</sub>FePt薄膜が得られることを見出した。室温でスパッタ製膜したFePt合金の膜は、fcc微細結晶の集合体である。このFePt膜を数100°Cに加熱すると、該膜が再結晶化し、粒成長を起こす。fcc相は準安定相であり、L<sub>10</sub>相は熱平衡相であるため、原子拡散が十分に起これば、この再結晶化過程において、fcc相からL<sub>10</sub>相に変態する。さらに再結晶化過程において、微結晶粒子間に膜面内方向に引っ張り応力が作用すると、歪みを緩和するために形成されるL<sub>10</sub>相は、膜面垂直方向に[001]配向する。この引っ張り応力は時間の経過とともに次第に緩和されるが、急速加熱処理によって引っ張り応力が緩和しない間に再結晶化プロセスを進行させれば、高[001]配向性と高L<sub>10</sub>規則度とを有するL<sub>10</sub>FePt薄膜を形成できる。

[0027] ところで、金属酸化物をスパッタ製膜すると、スパッタによって乖離した金属原子、酸素原子、酸化物分子が基板上に飛来する。このとき、基板を室

温として金属酸化物と FePt 合金とを同時にスパッタで製膜すれば、形成された薄膜は金属原子、酸素原子、金属酸化物分子、及び FePt 合金の混合物になる。この薄膜を加熱すると、金属原子は母相の FePt 合金中を移動し、酸素原子と再結合して酸化物を形成する。もしもスパッタ時に添加された金属原子の拡散係数が低温で十分大きければ、低温でも該金属原子は FePt 合金中を移動しやすくなるため、低温で再結晶化過程が誘起される。また、再結合した酸化物は、上述したように、加熱時の薄膜の結晶成長過程を制御することによって高 [001] 配向性を有する膜の形成を促進する。しかしながら、添加する金属原子の酸化物生成自由エネルギーが Fe の酸化物生成自由エネルギーよりも高ければ、Fe 酸化物が形成され、添加した金属原子が L1<sub>0</sub>FePt 中に固溶もしくは粒界析出する。そのため、L1<sub>0</sub>FePt の特性が劣化する。また、酸化物生成自由エネルギーが低く、酸化物の安定性が高すぎると、スパッタ時の金属原子の乖離が十分に起こらず、拡散を促進することができない。このような観点から、本発明者らは、以下に説明するように、FePt 合金に添加する金属酸化物を特定し、高 [001] 配向性と高 L1<sub>0</sub>規則度とを有する L1<sub>0</sub>FePt 薄膜を得る方法を発明した。

[0028] 以下、本発明の実施形態について説明する。なお、本実施形態は、本発明を実施するための一形態に過ぎず、本発明は本実施形態によって限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で種々の変更実施の形態が可能である。

[0029] <磁気記録媒体の作製方法>

図 1 に本発明の磁気記録媒体の作製方法の一例のフローチャートを示す。また、図 2 (a) には作製途中の本発明の磁気記録媒体の一例の断面を概略的に示し、図 2 (b) には加熱工程 S2 の一例を概略的に示す。

[0030] 図 1 に示すように、本発明の磁気記録媒体の作製方法は、薄膜形成工程 S1 及び加熱工程 S2 を備えている。これらの工程を経ることによって、高 [001] 配向性と高 L1<sub>0</sub>規則度とを有する L1<sub>0</sub>FePt 薄膜を備えた磁気

記録媒体を低温度で作製することができる。以下、各工程について説明する。

[0031] (薄膜形成工程 S 1)

工程 S 1 は、基板 1 上に FePt 合金と、後に説明する所定の金属の酸化物とを含有した薄膜 2 を形成する工程である (図 2 (a) 参照)。本発明に用いることができる基板 1 は、磁気記録媒体の作製に用いることができるものであれば特に限定されない。例えば、金属製の基板やガラス製の基板を基板 1 として用いることができる。ただし、実用的な磁気記録媒体を作製する場合には、薄膜 2 の下部にソフト磁性層 (保磁力の小さな材料、Co 系アモルファスなど) を積層することが好ましい。

[0032] 工程 S 1 で得られる薄膜 2 中の Fe と Pt との含有比率が、モル比で  $Fe : Pt = 1 : 1$  から外れると、後の加熱工程 S 2 を経たときに得られる FePt 合金の L 1 規則度が落ちることとなる。そのため、工程 S 1 で得られる薄膜中の Fe と Pt との含有比率は、モル比で  $Fe : Pt = 45 \sim 55 : 55 \sim 45$  程度であることが好ましい。

[0033] FePt 合金と所定の金属の酸化物とを含有した薄膜 2 を基板 1 上に形成する方法は特に限定されない。例えば、Fe、Pt、及び所定の金属の酸化物をそれぞれターゲットとして同時スパッタリング製膜する方法が考えられる。Fe 及び Pt にかえて FePt 合金をターゲットとしてスパッタリング製膜することもできる。あらかじめ FePt 合金に所定の金属の酸化物を混合した材料をターゲットとしてスパッタリング製膜してもよい。なお、FePt 合金をターゲットとしてスパッタリング製膜する場合は、FePt の組成比を固定することが容易である。

[0034] 本発明に用いることができる所定の金属酸化物を構成する金属は、 $100^{\circ}\text{C}$  以上  $500^{\circ}\text{C}$  以下の融点を持つ金属である。磁気記録媒体としての実用化を考慮すれば、 $100^{\circ}\text{C}$  以上  $500^{\circ}\text{C}$  以下程度の低温度で L 1 規則化を進行させるとともに、高 [001] 配向性を達成することが望ましいからである。合金の拡散係数は、該合金を構成する元素の拡散係数の和によって与えら

れるが、最も大きな拡散係数を持つ元素が拡散過程を支配する。金属元素の拡散係数は、概ね融点で概算することができる。Fe、Ptの融点は1500°C以上であり、室温近傍での拡散係数は低い。したがって、100°C以上500°C以下程度の温度で拡散を起こすためには、100°C以上500°C以下の融点を持つ物質を添加することが必要である。このような金属元素としては、例えば、Li、Zn、Se、Sn、In、Bi等を挙げることができる。

[0035] また、本発明に用いる所定の金属酸化物を構成する金属は、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800\text{ kJ/mol}$ 以上、 $-500\text{ kJ/mol}$ 以下であることが好ましい。添加する金属の酸化物生成自由エネルギーがFeの酸化物生成自由エネルギーよりも高ければ、Fe酸化物が形成され、添加した金属がL1<sub>0</sub>FePt中に固溶もしくは粒界析出するため、L1<sub>0</sub>FePtの特性が発現しない虞がある。一方、酸化物生成自由エネルギーが低く酸化物の安定性が高すぎると、スパッタ時の金属原子の乖離が十分に起こらず、拡散を促進することができない。

[0036] 上記融点の範囲と酸化物生成自由エネルギーの範囲とを満足する金属の酸化物としては、ZnO、SnO<sub>2</sub>、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O等を挙げられる。なお、これらの酸化物の中で使いやすさや安全性の観点から、ZnOが好ましい。

[0037] 薄膜2を構成する材料にFePt合金とZnOとを用いる場合、ZnOの含有量は、FePt合金とZnOとの合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下であることが好ましい。薄膜2を構成する材料中のZnOの割合が少な過ぎても多すぎても、後の加熱工程S2を経て得られるL1<sub>0</sub>FePt合金の[001]配向性が低く、磁気異方性が劣る傾向にある。

[0038] (加熱工程S2)

工程S2は、工程S1で得られた薄膜2を所定の温度まで加熱する工程である。工程S2を経ることによって、薄膜2を磁気記録層2' (図2(b)参照。)とすることができる。

- [0039] 工程S2において薄膜2を所定の温度まで加熱する際の加熱速度は、30℃/秒以上であることが好ましく、50℃/秒以上であることがより好ましい。加熱速度を速くすると、L1<sub>0</sub>FePt合金が高[001]配向性、および高L1<sub>0</sub>規則度を有するようになり、磁気異方性が向上する。
- [0040] 工程S2における加熱方法は特に限定されない。加熱方法としては、例えば、図2(b)に示したように、赤外線照射装置20による赤外線加熱を挙げることができる。
- [0041] なお、工程S2での「所定の温度」は、400℃以上500℃以下であることが好ましい。この温度が低すぎればL1<sub>0</sub>FePt合金の[001]配向性が低下する傾向にあり、高すぎれば生産性の観点から好ましくない。
- [0042] (その他の工程)
- 本発明の磁気記録媒体の作製方法は、少なくとも上記工程S1及び工程S2を備えており、さらに工程S2の後に磁気記録層2'上に薄い保護層を形成する工程を備えてよい。この保護層は、例えばDLC(ダイヤモンド型カーボン)によって構成されるものとすることができる。保護層を形成する方法は特に限定されず、例えば、プラズマ気相成長法等で製膜することができる。
- [0043] これまでに説明したように、本発明の磁気記録媒体の作製方法によれば、低温プロセスで短時間にL1<sub>0</sub>FePt薄膜を備えた磁気記録媒体を作製することができる。また、ガラスなどの多結晶材料を基板に用いることができるため、一般に使用されているアルミニウム基板やガラス基板を用いることができ、エピタキシャル成長などの高温プロセスやバッファ層などの特殊な製膜工程を必要としない。さらに、ZnOなどを添加するには、該ZnOなどをターゲットに用いてスパッタリングで製膜できるので、技術的に容易で経済性が高い。さらに、短時間の急速加熱でしかも短い保持時間で高[001]配向性と高L1<sub>0</sub>規則度を有するL1<sub>0</sub>FePt薄膜を得られるので、実用化が容易で、経済性が高い。特に最短時間では数秒程度のランプ加熱でL1<sub>0</sub>FePt薄膜を得ることも可能なため、製膜プロセスが簡単で、時間的

、経済的効率が低い。

[0044] <磁気記録媒体>

本発明の磁気記録媒体は、上記した本発明の磁気記録媒体の作製方法によって得られる。すなわち、本発明の磁気記録媒体は、L1。規則構造を有したFePt合金と、100°C以上500°C以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む磁気記録層を備えている。当該金属は、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800\text{ kJ/mol}$ 以上、 $-500\text{ kJ/mol}$ 以下であることが好ましい。このような金属酸化物として、ZnOが特に好ましい。また、ZnOを磁気記録層にZnOを含ませる場合、ZnOの含有量は、L1。FePt合金とZnOとの合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下であることが好ましい。

### 実施例

[0045] 以下に、実施例にて本発明をさらに詳しく説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。なお、ここで用いる「%」は、特に断らない限り、磁気記録層（薄膜）全体に対する体積%を意味する。

[0046] （試料作製方法）

以下に説明する手順で複数の試料を作製した。まず、合金膜作製用スパッタ装置（Arガス圧： $0.5\text{ Pa}$ ）を用いて、Fe、Pt、及びZnO（全てフルウチ化学株式会社製）をそれぞれターゲットとして、熱酸化Si（Si基板の表面がSiO<sub>2</sub>の酸化膜で覆われている。）の基板上に、FePt合金に所定量のZnOが添加された薄膜を製膜した。得られた薄膜の膜厚は、ZnOの添加量によって異なり、 $6.9\text{ nm} + \text{ZnO添加分}$ となるようにした。すなわち、薄膜の膜厚は、 $6.9 \times (1+x)\text{ nm}$ となるようにした（xは、薄膜全体におけるFePt合金に対するZnOの割合）。製膜後、赤外線急速加熱装置（真空理工株式会社製、VHC-P45C-S）を用いて、真空雰囲気（ $2.0 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ ）で上記薄膜を所定の温度（以下、「熱処理温度」という。）まで $56\text{ }^\circ\text{C}/\text{秒}$ で昇温し、その熱処理温度で10分間保持した。

## [0047] (評価方法)

上記手順で作製した試料について、X線解析装置（日本電子株式会社製、JDX-3530、以下「XRD」という。）を用いた構造解析と、振動試料型磁力計（株式会社東栄科学産業製、VSM5s型-15、以下「VSM」という。）を用いた磁化測定と、走査プローブ顕微鏡（SIIナノテクノロジー社、E-Sweep、以下「SPM」という。）を用いた表面形状の観察とを行った。

[0048] ZnOの添加量が0%、5%、10%、15%、20%、25%、30%であり、熱処理温度が400°C、500°C、600°Cである試料を、上記した手順に従って作製した。XRDで構造解析を行った結果を図3に示す。図3は、横軸を回折角 $2\theta$ 、縦軸を回折強度としたグラフであり、ZnOの添加量が0%、5%、10%、20%、30%である試料のXRDによる解析結果を示している。図3(a)は熱処理温度が400°Cの場合を示しており、図3(b)は熱処理温度が500°Cの場合を示している。図4は、XRDによる解析結果に基づいて、ピーク強度のZnO添加量依存性を示したグラフである。図4では、横軸をZnOの添加量、縦軸を(001)面の回折強度として、熱処理温度が400°C、500°C、600°Cの試料について、(001)面の回折強度のZnO添加量依存性を示している。

[0049] また、同様の試料についてVSMで磁化測定を行った結果を図5に示す。図5では、ZnOの添加量が5%である試料についてのみ測定結果を示している。図5では、横軸が磁界H(kOe)、縦軸が磁化の値M(emu/cm<sup>3</sup>)である。図5(a)は熱処理温度が400°Cの場合を示しており、図5(b)は熱処理温度が500°Cの場合を示している。

[0050] 図3及び図4に示した結果より以下のことがわかる。(001)面の回折強度は、ZnOの添加量が5%~10%程度のとき、特に高[001]配向性と高L<sub>10</sub>規則度とを有するL<sub>10</sub>FePt薄膜を得られる。また、熱処理温度が400°Cの場合は、[001]回折線にサテライトピークが観察され、平滑度も高い。なお、ZnOの添加量が5%である試料と、ZnOの添加

量が10%である試料のL1。規則度は、全回折線を用いたフィッティングによって算出すると98%程度であった。また、図5の磁化曲線を見ると、面内方向と垂直方向とで磁化曲線に明瞭な差があり、大きな磁気異方性を有していることがわかる。また、熱処理温度が400℃の場合、8kOe以上の保磁力があり、微細加工によってパターン化すれば、高い保持力が得られることがわかる。

[0051] さらに、SPMで表面形状を観察したところ、ZnOを5%添加して熱処理温度が400℃であった試料では表面粗さRaが0.31nmであり、ZnOを10%添加して熱処理温度が400℃であった試料では表面粗さRaが0.30nmであり、どちらも表面状態が良好であった。

[0052] 以上、現時点において実践的で好ましいと思われる実施形態に関連して本発明を説明したが、本発明は、本願明細書中に開示された実施形態に限定されるものではない。請求の範囲および明細書全体から読み取れる発明の要旨或いは思想に反しない範囲で適宜変更可能である。そのような変更を伴う磁気記録媒体、及び磁気記録媒体の作製方法も本発明の技術的範囲に包含されるものとして理解されなければならない。

### 符号の説明

- [0053]
- 1 基板
  - 2 薄膜
  - 2' 磁気記録層
  - 10 磁気記録媒体

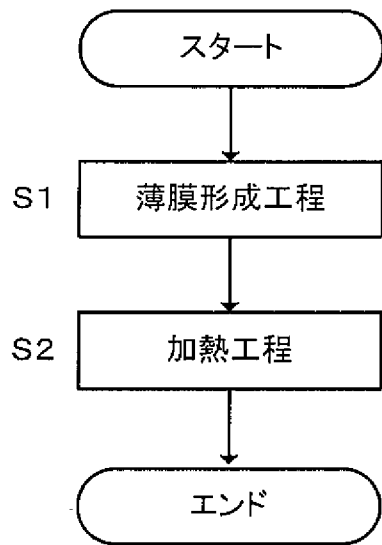


## 請求の範囲

- [請求項1] L<sub>1</sub>規則構造を有したFePt合金と、100℃以上500℃以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む磁気記録層を備えた磁気記録媒体。
- [請求項2] 前記金属の、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800$  kJ/mol以上、 $-500$  kJ/mol以下である、請求項1に記載の磁気記録媒体。
- [請求項3] 前記金属の酸化物がZnOである、請求項1または2に記載の磁気記録媒体。
- [請求項4] 前記FePt合金と前記ZnOとの合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下の前記ZnOが前記磁気記録層に含有されている、請求項3に記載の磁気記録媒体。
- [請求項5] FePt合金と、100℃以上500℃以下の融点を持つ金属の酸化物と、を含む薄膜を形成する薄膜形成工程、及び、前記薄膜を所定の温度まで加熱する加熱工程を経て、L<sub>1</sub>規則構造を有した前記FePt合金と前記金属の酸化物とを含有した磁気記録層を形成する、磁気記録媒体の作製方法。
- [請求項6] 前記金属の、室温での酸化物生成自由エネルギー $\Delta G_f^\circ$ が $-800$  kJ/mol以上、 $-500$  kJ/mol以下である、請求項5に記載の磁気記録媒体の作製方法。
- [請求項7] 前記金属の酸化物がZnOである、請求項5または6に記載の磁気記録媒体の作製方法。
- [請求項8] 前記FePt合金と前記ZnOとの合計量に対して、2.5体積%以上20体積%以下の前記ZnOを前記磁気記録層に含有させる、請求項7に記載の磁気記録媒体の作製方法。
- [請求項9] 前記加熱工程が、毎秒30℃以上の加熱速度で所定の温度まで前記薄膜を加熱する工程である、請求項5～8のいずれかに記載の磁気記録媒体の作製方法。

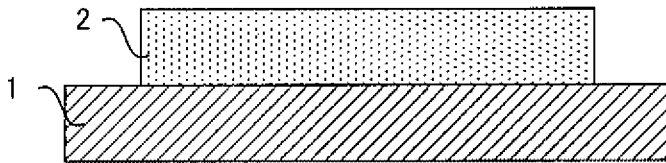
[請求項10] 前記加熱工程が、400℃以上500℃以下の温度まで前記薄膜を加熱する工程である、請求項5～9のいずれかに記載の磁気記録媒体の作製方法。

[図1]

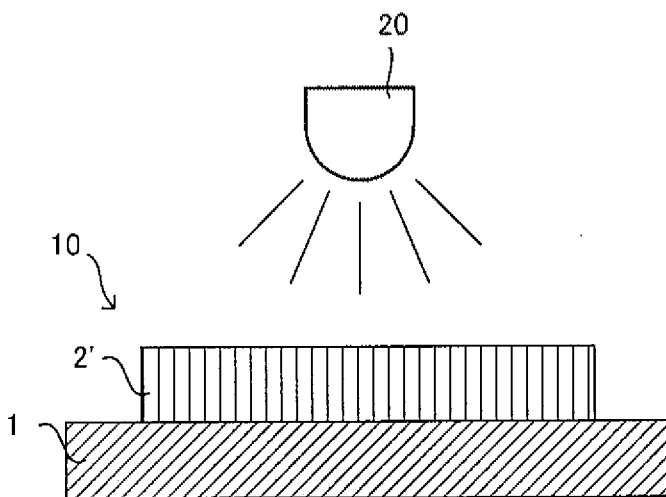


[図2]

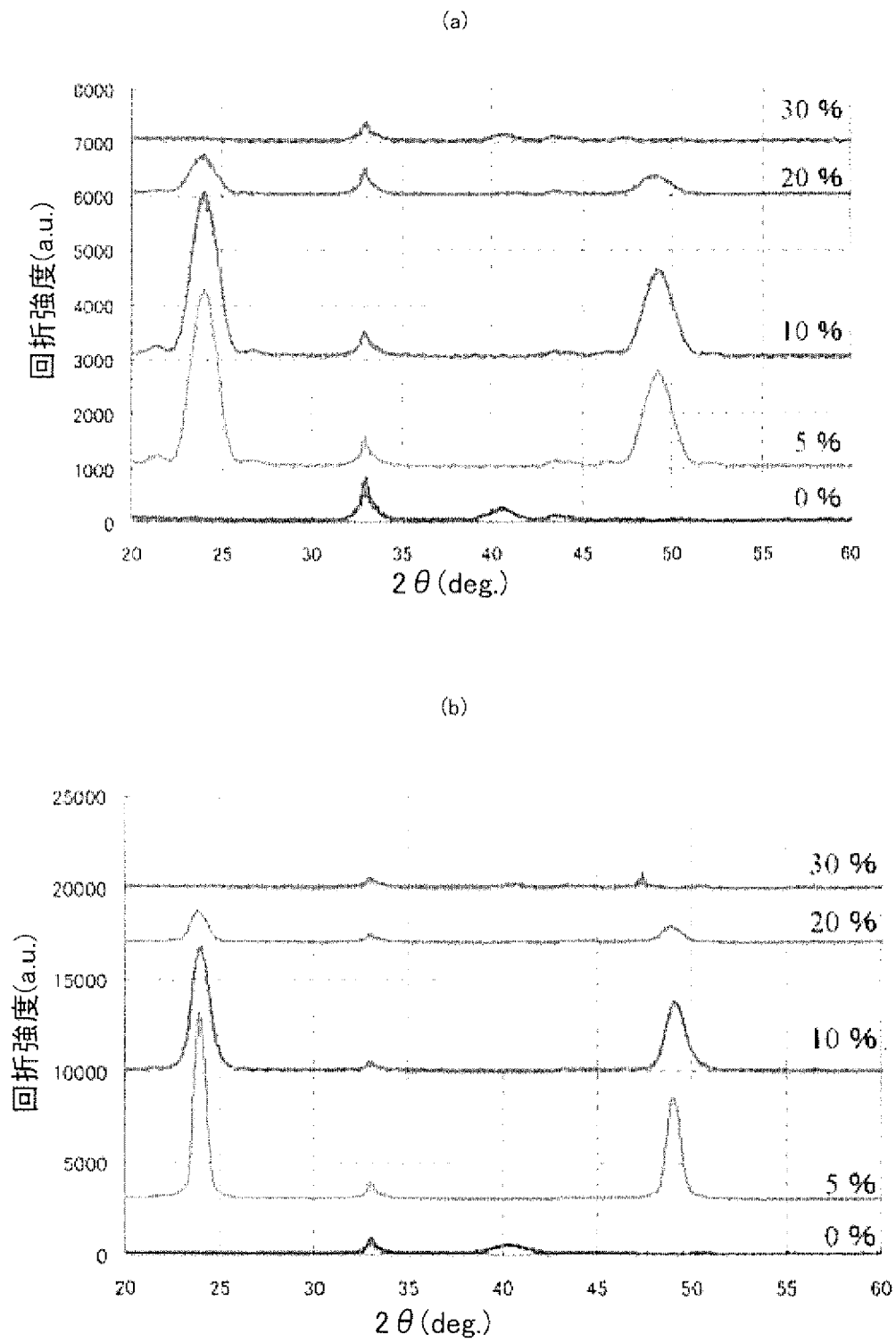
(a)



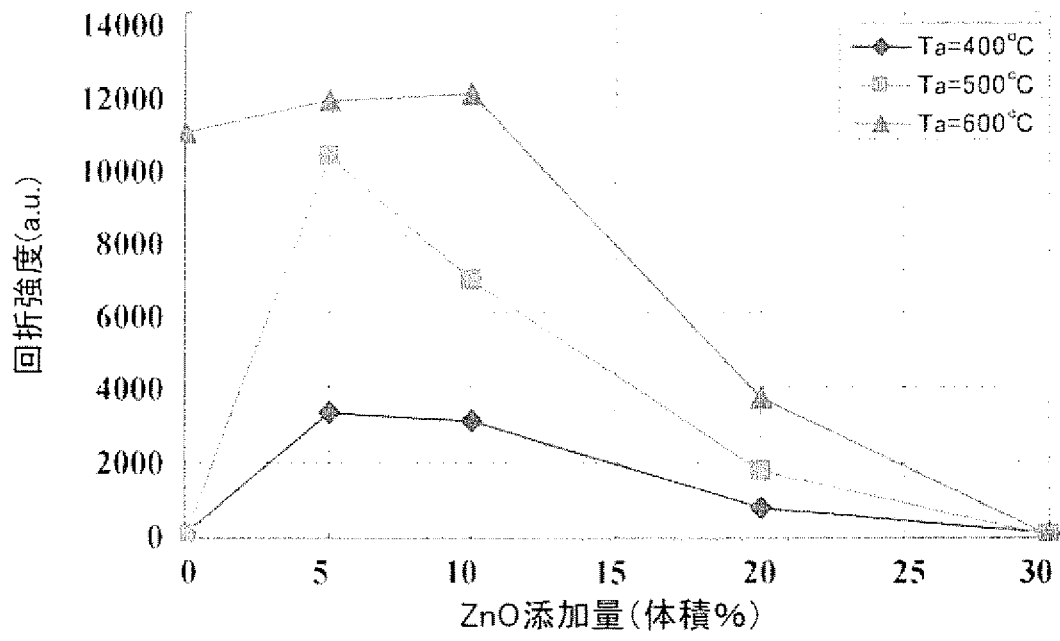
(b)



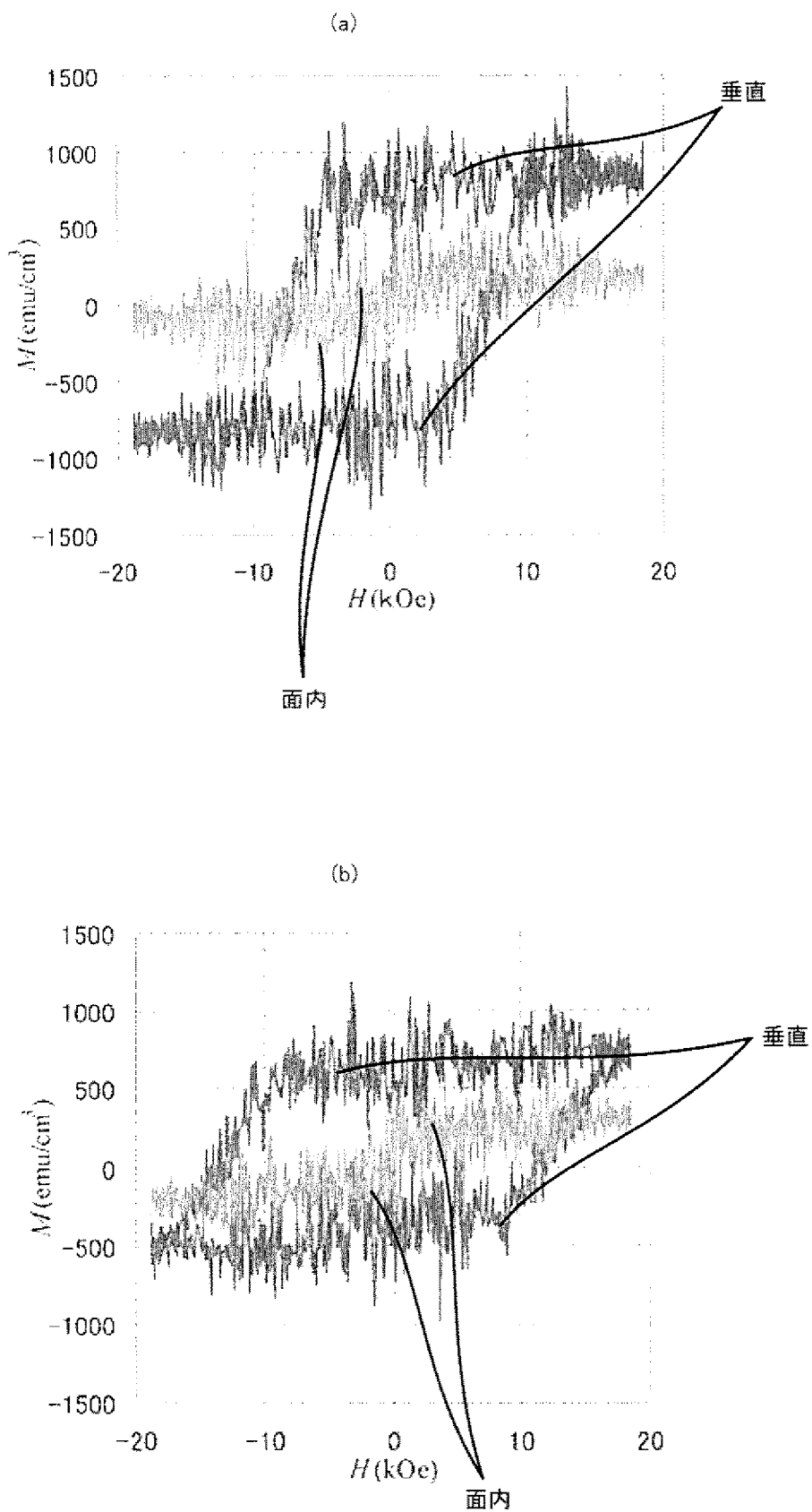
[図3]



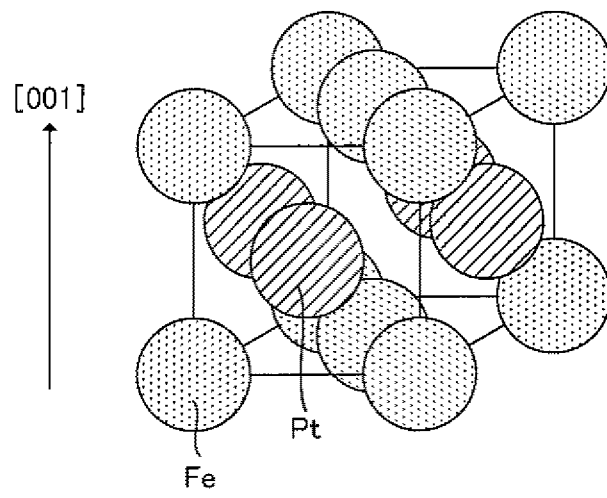
[圖4]



[图5]



[圖6]





**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2011/059856

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

G11B5/65(2006.01) i, G11B5/64(2006.01) i, G11B5/851(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 A	JP 2008-059733 A (Heraeus, Inc.), 13 March 2008 (13.03.2008), entire text; all drawings & EP 1895518 A1 & US 2008/0057350 A1 & KR 2008020926 A & CN 101136213 A & CZ 200600643 A3 & SG 140517 A1 & TW 200814006 A	1-3, 5-7, 9, 10 4, 8
X A	JP 2006-286159 A (Canon Inc.), 19 October 2006 (19.10.2006), paragraphs [0017] to [0021] & US 2006/0222898 A1	1-3, 5-7, 9, 10 4, 8
A	JP 2001-256631 A (Jun NARUSE), 21 September 2001 (21.09.2001), entire text (Family: none)	1-10

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  
12 July, 2011 (12.07.11)

Date of mailing of the international search report  
26 July, 2011 (26.07.11)

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. G11B5/65(2006.01)i, G11B5/64(2006.01)i, G11B5/851(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 A	J P 2 0 0 8 - 0 5 9 7 3 3 A (ヘラエウス インコーポレーテッド) 2 0 0 8 . 0 3 . 1 3 , 全 文 , 全 図 & E P 1 8 9 5 5 1 8 A 1 & U S 2 0 0 8 / 0 0 5 7 3 5 0 A 1 & K R 2 0 0 8 0 2 0 9 2 6 A & C N 1 0 1 1 3 6 2 1 3 A & C Z 2 0 0 6 0 0 6 4 3 A 3 & S G 1 4 0 5 1 7 A 1	1-3, 5-7, 9, 10 4, 8

C欄の続きにも文献が列挙されている。  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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 12.07.2011	国際調査報告の発送日 26.07.2011
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 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
	& TW 200814006 A	
X	JP 2006-286159 A (キャノン株式会社) 2006. 10. 19, 【0017】 - 【0021】	1-3, 5- 7, 9, 10
A	& US 2006/0222898 A1	4, 8
A	JP 2001-256631 A (成瀬 淳) 2001. 09. 21, 全文 (ファミリーなし)	1-10