

急速加熱処理による $L1_0$ 規則化鉄白金ナノ粒子薄膜の形成

相川健一郎¹, 藤平誉樹¹, 蜂巢琢磨², 杉山敦史², 逢坂哲彌^{1,2}, 茂智雄³, 山根明³, 坂脇彰³
 (¹ 早大院先進理工, ² 早大ナノ理工学研究機構, ³ 昭和電工株式会社)

Formation of $L1_0$ -FePt Nanoparticles Film by Rapid Thermal Annealing

Kenichiro Aikawa¹, Yoshiki Fujihira¹, Takuma Hachisu², Atsushi Sugiyama², Tetsuya Osaka^{1,2}, Tmoo Shige³, Akira Yamane³, and Akira Sakawaki³

(¹ Graduate School of Advanced Science and Engineering, ² Institute for Nanoscience and Nanotechnology, Waseda Univ, ³ Showa Denko K.K.)

はじめに

膨大な情報量を長期保管可能なハードディスクドライブ (HDD) は市販レベルで面記録密度が 744 Gbit/in² に到達している. しかしながら情報化社会の発展は更なる HDD の高容量化を要請し, テラビット級の記録密度を達成するためには記録層材料, 膜構成の改善が必須となっている. 我々は予め化学合成した数ナノメートル径の鉄白金 (FePt) ナノ粒子を用いたビットパターンメディアの開発を目的に, 粒子均一配列の成膜プロセスの改善に取り組んでいる. しかしながら, FePt の $L1_0$ 規則化相転移を目的とした高温アニール過程時の焼結によるナノ粒子配列の不均一化が課題となっている. ここでは, 急速加熱 (rapid thermal anneal: RTA) 条件の選定により焼結低減を図り, 加えて, 非磁性材料を保護膜として成膜し, 基板上で物理的に孤立した $L1_0$ -FePt ナノ粒子薄膜の形成プロセスについて検討した結果を報告する.

実験・評価方法

金属前駆体として鉄ペンタカルボニル ($Fe(CO)_5$), 白金アセチルアセトナート ($Pt(acac)_2$), 分散剤としてオレイン酸とオレイルアミンを用いて A1 構造 FePt (A1-FePt) ナノ粒子を合成し, 遠心精製後に平均粒径 4.6 \pm 1.2 nm の良好に分散した粒子をトルエン中に回収した. FePt ナノ粒子分散トルエン溶液を Si 基板上に塗布した A1-FePt ナノ粒子薄膜サンプルを赤外線ランプによる急速加熱が可能な卓上型急速加熱処理装置 (RTA 装置) を用いて熱処理を行った. RTA 条件は, 昇温速度に 156 $^{\circ}C/min$ もしくは 1560 $^{\circ}C/min$ を選定し, 800 $^{\circ}C$ に到達後 0h もしくは 1h 保持した. 冷却はランプへの通電を停止することで行った. RTA 処理前後の FePt ナノ粒子薄膜の物性評価には, 電界放出走査型電子顕微鏡 (FE-SEM), X 線回折装置 (XRD), 透過型電子顕微鏡 (TEM), 磁気光学 Kerr 効果測定, 超電導量子干渉計 (SQUID) を用いた.

結果

昇温速度 1560 $^{\circ}C/min$ で 800 $^{\circ}C$ に到達後, 0h 保持の条件により RTA 処理した FePt ナノ粒子薄膜サンプルについて, FE-SEM 観察像より求めた粒径は 4~5 nm であり, 粒子同士の焼結は確認されなかった. 同サンプルの RTA 処理前後の XRD パターンを Fig.1 に示す. Fig.1(b)より, RTA 処理後の A1-FePt ナノ粒子は $L1_0$ 規則相へ相転移し, また XRD パターンの半値幅より導出した結晶子サイズは 3.6 nm であった. この値からも RTA 条件を選定することにより, $L1_0$ 規則相転移時の粒子の焼結低減が確認され, 物理的に分断した $L1_0$ -FePt ナノ粒子群からなる薄膜の形成が示唆された. 一方で, 同サンプルを Kerr 効果測定した結果, 熱揺らぎによる超常磁性的振る舞いを示したため, FePt ナノ粒子内における $L1_0$ 規則化相への体積変化率の向上が改善点として挙げられた.

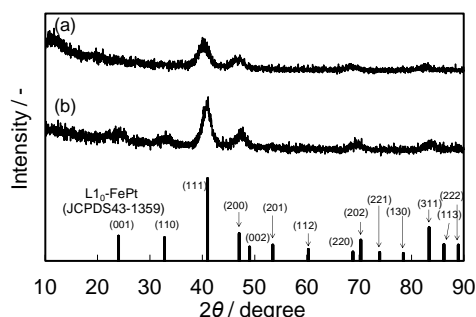


Fig.1 XRD pattern of dispersed FePt nanoparticle films. (a) before RTA, (b) after RTA. RTA condition: the rate of rising temperature was 1560 $^{\circ}C/min$. The heating lamp was turned off immediately after the temperature reached 800 $^{\circ}C$.

ビットパターン媒体に用いる MnGa (001) 配向膜の作製

根来 翼, 谷本 昌大, 大島 大輝, 加藤 剛志, 岩田 聡
(名古屋大学)

Fabrication of MnGa (001) Films for Application to Bit Patterned Media

T. Negoro, M. Tanimoto, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata
(Nagoya Univ.)

はじめに

局所的にイオンを照射することで磁気パターン構造を作製する手法は、ほとんど表面形状に影響を与えないため、物理エッチングなどのプロセスと比べて低コストでビットパターン媒体(BPM)を作製できる技術であると考えられている。我々は、このイオン照射型ビットパターン媒体に適する材料として大きな垂直磁気異方性を有する L1₀-MnGa 規則合金膜に注目した。L1₀-MnGa 膜は低ドーズの Kr⁺イオン照射により L1₀規則相から A1 不規則相へ相変化して、非磁性化する。この性質を利用してこれまでに MnGa を利用したビットパターン膜の作製を報告してきた¹⁾。しかし、これまでは MnGa 膜を MgO(001)単結晶基板上に作製しており、応用上はこれをガラス等におきかえる必要がある。本報告では、熱酸化膜付きの Si 基板上に(001)配向した L1₀-MnGa を成長することを試みた結果について述べる。

実験方法

L1₀-MnGa 規則合金膜の作製は、マグネトロンスパッタリング法にて行い、膜構成は Cr(2 nm) / MnGa(15 nm) / Cr(20 nm) / MgO(20 nm) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀(5 nm) / Ta(5 nm) / Si sub. とした。ただし、MgO 層のみ超高真空蒸着により室温で成膜した。MgO 層上の Cr バッファ層は室温でスパッタ成膜後、600°C で 60 分間、真空中で熱処理を行った。その後 100°C 付近まで徐冷した後 MnGa 膜を成膜し、成膜後 L1₀規則化のため 500°C で 30 分間、真空中で熱処理を行った。なお、マグネトロンスパッタ室と真空蒸着室は真空中で繋がれており、試料を大気暴露することなく成膜した。

実験結果

Fig. 1 は、Si 基板上に作製した MnGa 膜の X 線回折プロファイルである。MgO 002 ピークが見られ、Si 基板上に(001)配向した MgO 層が成長していることが分かる。さらに Cr および MnGa の 002 ピークが見られ、MgO 層の上に Cr と MnGa が(001)配向を受け継いで成長していることを示している。しかし、規則相の存在を示す MnGa 001 の明瞭な回折線は見られず、規則度は高くないと考えられる。

Fig.2(a)は、磁気光学測定によって得られた MnGa 膜の膜法線方向のヒステリシスループである。Kerr ループは膜表面側から測定しているため下地の CoFeB 層からの情報は重畳されず MnGa のみのループを反映している。Fig.2 より作製した MnGa 膜は垂直磁化膜になっていると考えられ、規則度は低いながらも(001)配向した L1₀-MnGa が Si 基板上に成長していることが確認された。この結果を MgO 基板上に成膜した MnGa 薄膜の Kerr ループ(図 2(b))と比較すると、Si 基板上の膜は Kerr 回転角の値が小さいが、保磁力は大きい。これは試料の結晶性、配向性の分散が大きいことを反映していると考えられ、今後成膜条件の更なる検討が必要であることを示している。

参考文献

- 1) D. Oshima et al., IEEE TRANSACTION ON MAGNETICS, VOL. 49, NO 7, JULY 2013

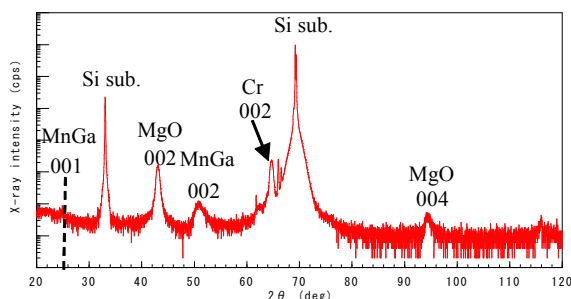


Fig. 1 X-ray diffraction profile of MnGa films grown on Cr(2 nm) / MnGa(15 nm) / Cr(20 nm) / (MgO20 nm) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀(5 nm) / Ta(5 nm) / Si substrate.

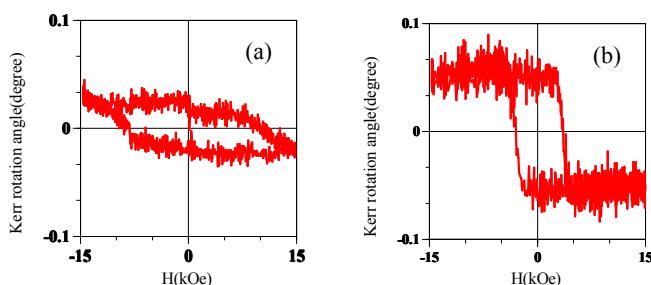


Fig. 2 Polar Kerr loop of MnGa films grown on (a) Cr(2 nm) / MnGa(15 nm) / Cr(20 nm) / (MgO20 nm) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀(5 nm) / Ta(5 nm) / Si substrate and (b) Cr(2 nm) / MnGa(15 nm) / Cr(20 nm) / MgO substrate.

イオン照射された MnGa 膜の磁気円二色性

大島大輝, 谷本昌大, 加藤剛志, 藤原裕司*, 中村哲也**, 小谷佳範**, 綱島滋***, 岩田聡
(名古屋大, *三重大, **高輝度光科学研究センター, ***名産研)

Magnetic circular dichroism of ion irradiated MnGa film

D. Oshima, M. Tanimoto, T. Kato, Y. Fujiwara*, T. Nakamura**, Y. Kotani**, S. Tsunashima***, S. Iwata
(Nagoya Univ., *Mie Univ., **JASRI, ***NISRI)

はじめに

我々はこれまでに, MnGa 合金を用いてイオン照射型のビットパターン媒体 (BPM) が作製できることを示してきた¹⁾. この合金は, L1₀規則相のときに強磁性となり, 大きな垂直磁気異方性を示すが, 低ドーズのイオンを照射すると, A1 不規則化して非磁性化するため, BPM への応用が可能である. 今回, その非磁性化の機構を詳細に調べるため, イオン照射された MnGa 膜の磁気円二色性 (MCD) の測定を行ったので報告する.

実験方法

単結晶 MgO (001)基板上に RF マグネトロンスパッタにより Cr (2) / MnGa (15) / Cr (20) / MgO sub.の膜構成で成膜した. ()内は膜厚で単位は nm である. 全ての層は基板温度 100 °C 以下で成膜し, Cr 下地層と MnGa 層の成膜後にはそれぞれ 600 °C で 60 min, 450 °C で 30 min のポストアニールを行った. 作製した膜に対し, イオン注入装置を用い, 30 keV の Kr⁺イオン照射を行った. 照射量は $5 \times 10^{12} \sim 2 \times 10^{14}$ ions/cm² の範囲で変化させた. MCD測定は, Spring-8 のビームライン BL25SU にて行った. X 線入射方向と磁界印加方向を同一とし, その角度は, 膜法線方向からの角度を θ として $\theta = 0 \sim 70^\circ$ の範囲で変化させた. また, 測定中の印加磁界は ± 19 kOe とした.

実験結果

Fig. 1 に MnGa 膜の飽和磁化 M_s 及び垂直磁気異方性 K_u のイオン照射量依存性を示す. 照射量を多くするとともに, M_s , K_u が消失していく様子が見られ, イオン照射により, MnGa 膜の非磁性化が可能であることを示している. これは, MnGa 膜が L1₀規則相から A1 不規則相へと変化したためであることを X 線回折より確認している. Fig. 2 にイオン照射された MnGa 膜の MCD スペクトルを示す. 図には, 膜法線方向に磁界を印加した場合 ($\theta = 0^\circ$) と, 膜面内方向に磁界を印加した場合 ($\theta = 70^\circ$) を示している. 膜法線方向に磁界を印加した場合には, 図中の矢印で示す部分に多重項のピークが見られるが, 膜面内方向に磁界を印加した場合には見られず, L1₀-MnGa 膜の電子構造に磁化方向依存性があることを示している. L1₀-MnGa 膜の大きな垂直磁気異方性はこの電子構造の異方性に関係があると考えられる. 照射量を多くしても, この異方性に変化は見られず, MCD スペクトルの強度のみが小さくなっており, L1₀規則相と A1 不規則相の中間相が存在している様子はない. このことから, イオン照射により作製した BPM では磁気異方性の低下した中間相はほとんど存在していないと考えられ, MnGa 合金を用いることで, ダメージ領域の少ない媒体が作製できる可能性がある.

参考文献

- 1) D. Oshima et. al., IEEE Trans. Magn., vol. 49, 3608 (2013)

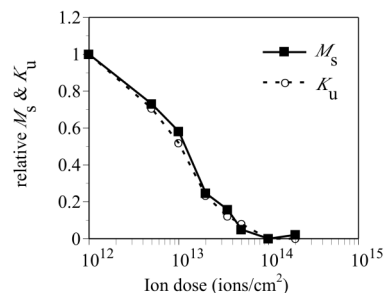


Fig. 1 Ion dose dependences of M_s and K_u of MnGa film.

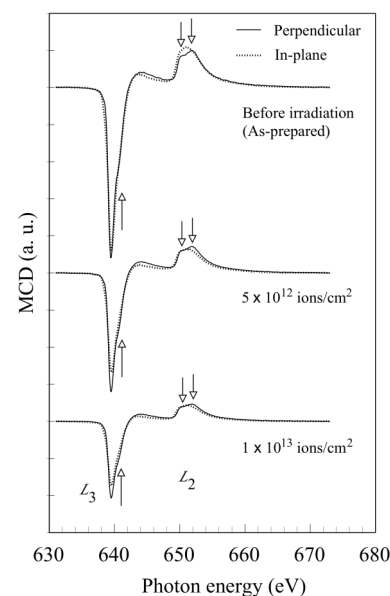


Fig. 2 MCD spectra of ion irradiated MnGa films for the case of applying field perpendicular and parallel to the film plane.

自己組織化 Au 下地層を用いた Sr-ferrite 薄膜の作製及び磁気特性

白石 聡 劉 小晰

信州大学

Magnetic properties of Sr-ferrite film by using Au self-assembly underlayer

Satoshi Shiraishi Xiaoxi Liu

Shinshu University

はじめに

2012年に全世界で生成、複製されたデジタル情報量は2.8ゼットバイトとなり、2020年には40ゼットバイトになると言われている。¹⁾そのためより大容量の記録媒体の開発が急務となっている。次世代の記録媒体としてビットパターンメディア(BPM)が注目されている。これは1つ1つの磁区を独立させ規則的に配列させ高密度の磁気記録媒体とするものである。

本研究室ではAu下地層とのエピタキシャル成長が期待でき²⁾、垂直磁気記録に適した六方晶フェライト SrFe₁₂O₁₉(SrM)を利用しBPMを作製することを目標としている。今回は自己組織化Au下地層上のSrM薄膜の特性について報告する。

実験方法

試料は基板上にマグネトロンスパッタリング法で成膜した。成膜時の基板加熱温度は、Auを100℃~500℃、SrMを500℃とした。またAuをDC及びRF電源、SrMをDC電源で成膜した。酸素とアルゴンの混合ガス雰囲気、酸素分圧を1%とし、ガス圧を2.0×10⁻³Torrでスパッタを施した。

成膜後、試料の表面形態を電界放射型電子顕微鏡(FE-SEM)で観察し、表面形状を原子間力顕微鏡(AFM)、磁区構造を磁気力顕微鏡(MFM)で観察した。

実験結果

Fig.1にSrMの膜厚依存性について示す。膜厚が30nmの際は、垂直方向、面内方向の保磁力に大きな差異は確認できなかった。膜厚を40nm、50nmにした際は、垂直方向に面内方向のおよそ2倍の保磁力が確認できた。しかし、SrMのM_sが380(emu/cc)程であるにもかかわらずその値を下回ることや、面内方向の保持力が出てしまっていることから結晶化が不十分だと考察した。Fig.2にSrM/Au二層膜のAFM(A)、MFM(B)像を示す。AFM像から自己組織化したAu層の影響を受け微細化したSrM層が観察できた。MFM像からは独立した磁区の観察はできなかったが自己組織化したAuがSrM層へ影響していることが画像から確認できた。

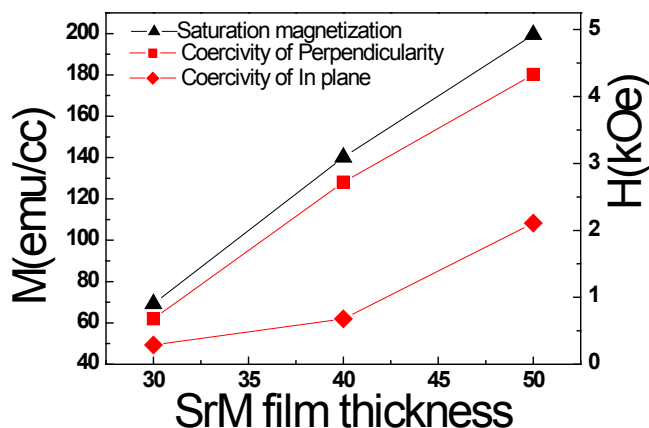


Fig.1 Magnetic properties of SrM/Au thin films.

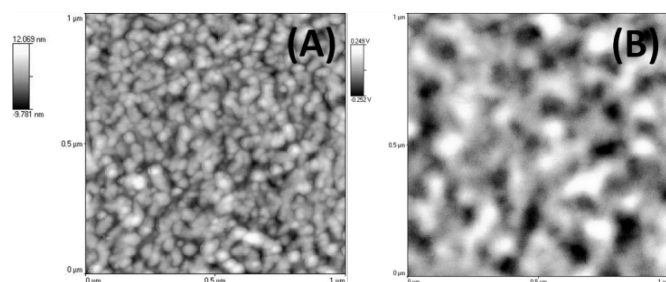


Fig.2 (A)AFM and (B)MFM images of SrM/Au thin films.

参考文献

- 1) IDC, "The Digital Universe in 2020".
- 2) Arkom, Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, and Akimitsu Morisako Journal of Alloys and Compounds 492,44,(2010).