

# 急速熱処理 $L1_0$ -FePt 形成における窒化膜下地の Fe dead 層低減効果

三吉啓介<sup>1)</sup>, 田中万裕<sup>1)</sup>, 二川康宏<sup>1)</sup>, 塚本新<sup>2)</sup>

日本大学大学院理工学研究科<sup>1)</sup>, 日本大学理工学部<sup>2)</sup>

Reduction of Fe dead layer with nitrided under layer in formation of  $L1_0$ -FePt fabricated by Rapid Thermal Annealing

K. Miyoshi<sup>1)</sup>, M. Tanaka<sup>1)</sup>, Y. Futakawa<sup>1)</sup>, and A. Tsukamoto<sup>2)</sup>

Graduate School of Science and Technology Nihon Univ.<sup>1)</sup>, College of Science and Technology, Nihon Univ.<sup>2)</sup>

## はじめに

高密度磁気記録媒体作製に向けて、我々は平坦な熱酸化 Si 基板上 Pt/Fe 多層薄膜に対し、急速昇降温熱処理 (Rapid Thermal Annealing: RTA, Rapid Cooling Process: RCP) のみを施すことより  $L1_0$ -FePt ナノ磁性微粒子群の形成を報告している<sup>1)</sup>。また初期積層膜厚 1.88 nm, 積層組成比  $Fe_{62}Pt_{38}$  にて形成した微粒子群は基板面垂直方向に 40 kOe 以上の高い保持力  $H_c$  を示しており, Fe-熱酸化 Si 界面における磁性に寄与しない Fe dead 層の存在により Fe の実効的組成が減少方向へシフトしたことが考えられる<sup>2)</sup>。そこで Fe dead 層の低減を図り, 酸素を含まず, かつ RTA 過程での熱的条件への影響の少ない材料として, 窒化物であり比熱, 熱伝導率等の熱物性が  $SiO_2$  とほぼ同等である SiN 下地層を選択した。形成する FePt 粒子の形態及び磁気特性から Fe dead 層の低減についての検討を報告する。

## 実験方法

平坦な熱酸化 Si 基板上に DC・RF マグネトロンスパッタ法により積層組成比  $Fe_{50}Pt_{50}$  として Pt (1.06 nm) / Fe (0.82 nm) / SiN ( $t$  nm) / sub. ((a)  $t = 0$ , (b) 5, (c) 60, (d) 120) の膜構成で積層した。これらの薄膜に対し, 真空炉にて赤外線ランプ照射による目標到達温度約 700 °C まで約 180 °C/sec の RTA, 直後  $N_2$  ガス流入による RCP を施した。作製した試料の観察に透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM), 磁化曲線の測定に振動試料型磁力計を用いた。

## 実験結果

形成した粒子の形態には大きな下地依存性が見られた。Fig. 1 に (a) - (d) の条件にて作製した各試料の面内明視野 TEM 像と平均粒径  $D_a$ , 粒子数密度  $N_p$  を示す。(a), (b) にて孤立ナノ微粒子群の形成を確認した。(c), (d) にて粒子同士が結合した形態, (d) においては網目状構造を確認した。Fig. 2 に (a) - (d) で作製した各試料の室温における基板面垂直方向への磁場印加条件の磁化曲線, Fig. 3 に得られた磁化曲線の飽和磁化  $M_s$ , 保磁力  $H_c$  を示す。Fig. 2, 3 から, SiN 下地を用いることにより FePt の  $M_s$  が増大する傾向を示した。よって Fe-熱酸化 Si 界面における Fe dead 層が SiN 下地を用いることで減少し, 低減効果の存在が示唆された。また SiN 下地の導入により, 表面モルフォロジーに大きな変化を生じた。これは界面状態の変化を示唆するものと考えられる。一方, いずれの試料においても  $L1_0$ -FePt に起因し発現したと考えられる高い  $H_c$  を示したが, (d) は相対的に著しく減少した。(d) は粒子結合した網目状構造であり, 磁壁移動を含む磁化反転モードに変化し  $H_c$  が減少したものと考えられる。

## 謝辞

本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構の助成および文部科学省私立大学戦略的研究基盤支援事業 (S1311020) の助成により行った。

## 参考文献

- 1) A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa: *J. Magn. Soc. Jpn.* 36, 62-65(2012).
- 2) Masayuki Imazato, Aki Ogasaara, and Arata Tsukamoto: MORIS2015, Penang, Malaysia, Tu-P-12, (2015).

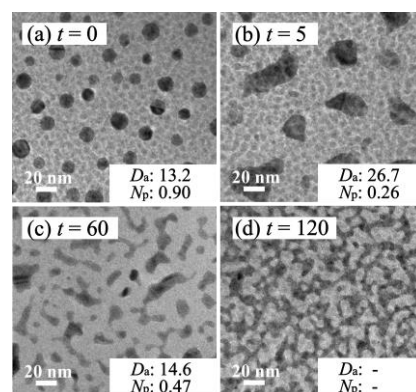


Fig. 1 TEM planer view images of FePt (a) on  $SiO_x$ , (b) - (d) on  $SiN(t = 5, 60, 120$  nm), average FePt grain diameter  $D_a$  nm, and areal density of grains  $N_p$  T particles / inch<sup>2</sup>.

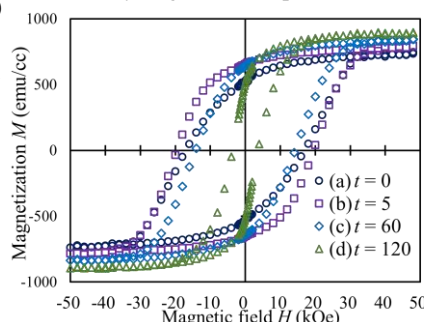


Fig. 2 M-H loops of FePt (a) on  $SiO_x$ , (b) - (d) on  $SiN(t = 5, 60, 120$  nm) at 300 K.

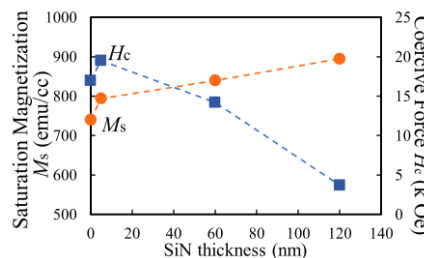


Fig. 3 Saturation Magnetization  $M_s$  and Coercive Force  $H_c$  of FePt (a) on  $SiO_x$ , (b) - (d) on  $SiN(t = 5, 60, 120$  nm).

# ナノ凹部基板を用いた多段階粒子形成による FePt 表面被覆率増大

田中万裕<sup>1)</sup>, 三吉啓介<sup>1)</sup>, 塚本新<sup>2)</sup>

日本大学大学院理工学研究科<sup>1)</sup>, 日本大学理工学部<sup>2)</sup>

Increase of FePt particles surface coverage by multiple particles nucleation with nano-template substrate

Masahiro Tanaka<sup>1)</sup>, Keisuke Miyoshi<sup>1)</sup> and Arata Tsukamoto<sup>2)</sup>

( Graduate School of Science and Technology Nihon Univ.,<sup>1)</sup> College of Science and Technology, Nihon Univ.,<sup>2)</sup>)

**はじめに** 高密度磁気記録媒体の作製に高い熱安定性を有する FePt 材料での粒子群形成が多く研究されている。我々はこれまで数 nm 厚の Pt/Fe 薄膜に対してランプ光照射による急速昇温熱処理 (RTA: Rapid Thermal Annealing) および目標温度到達後に窒素流入による急速降温を行うことで高い磁気異方性を有する  $L1_0$ -FePt ナノ磁性微粒子群の作製を報告している<sup>1),2)</sup>。但し, 本手法における課題点として, 1 度のプロセスのみでは FePt 微粒子群の粒子数密度  $N_p$  [particles/inch<sup>2</sup>] および粒子の基板表面被覆率  $C_s$  [%] は初期の Pt/Fe 積層膜に対し異なる依存性を有するため<sup>2)</sup>, 同時に高い値を達成することは難しい (Fig.1. I)。この課題に対して多段階の粒子形成を経ることで, 高粒子数密度を保ちつつ表面被覆率の向上が期待されることを報告している<sup>3)</sup>。本報告では一回目に Pt のみの高密度粒子形成を行う多段階粒子形成法および自己組織化現象を利用し形成した孔径 ~ 7 nm の凹部が周期配列した構造を有する基板を用いることで FePt 粒子群の  $N_p$  とともに  $C_s$  向上の検討を行った (Fig.1. II)。

**実験方法** Fig.1 (II) の手順にて FePt 粒子群形成を行う。1.0 nm の Pt 薄膜を DC マグネトロンスパッタ法にて表面熱酸化 Si 基板, ナノ凹部構造を有する基板上に成膜を行う。作製した Pt 薄膜を  $< 2.0 \times 10^{-3}$  Pa の真空チャンバー中で昇温速度 160 °C/sec., 最高到達温度 ~ 600°C の RTA を行い Pt 粒子群を作製した。次に, 作製した Pt 粒子群上に Pt (1.0 nm) / Fe (1.0 nm) の連続多層薄膜を追加成膜し, 再度同様の RTA を行った。作製した試料の観察には走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) を用いて観察を行った。

**結果・考察** Fig.2 に作製した Pt 微粒子群の表面 SEM 像を示す (b: SiO<sub>2</sub>/Si sub. c: nano-template sub.)。いずれの基板でも粒子の  $C_s$  は 30% 程度,  $N_p$  は 3 T particles/inch<sup>2</sup> 近い密度を得た。Fig.3 に追加成膜, RTA 処理後の表面 SEM 像を示す。これまで 1 回の RTA プロセスで作製した FePt 粒子群 (Fig.1: a) の  $C_s$  は ~ 20% であったのに対し, 多段階で粒子形成を行うことで  $C_s$  は 40% 以上,  $N_p$  は ~ 2.3 T particles/inch<sup>2</sup> と大幅に増大した。さらにナノ凹部基板を利用することで  $N_p$ ,  $C_s$  とともに増大が可能であることを示した。以上の結果より, 多段階の粒子形成に加えナノ凹部を有する基板を用いることで粒子結合を抑制しつつ FePt 粒子群の  $C_s$  の増大が可能であることを示した。

**謝辞:** 本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構, 文部科学省私立大学戦略的研究基盤支援事業 (S1311020) の助成により行ったものである。

## 参考文献

- 1) Y. Itoh, et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, 43, 8040-8043 (2004).
- 2) J. Tsukioka, T. Ubana, A. Tsukamoto and A. Itoh., *J. Magn. Soc. Jpn.* Vol.38, No.3-2, pp.143-146 (2014).
- 3) A. Ogasawara, J. Tsukioka, M. kato and A. Tsukamoto., *J. Magn. Soc.* Vol 38, 2pA-8, (2014).
- 4) M. Imazato, A. Ogasawara and A. Tsukamoto. *ICM*, p. 1493(2015).

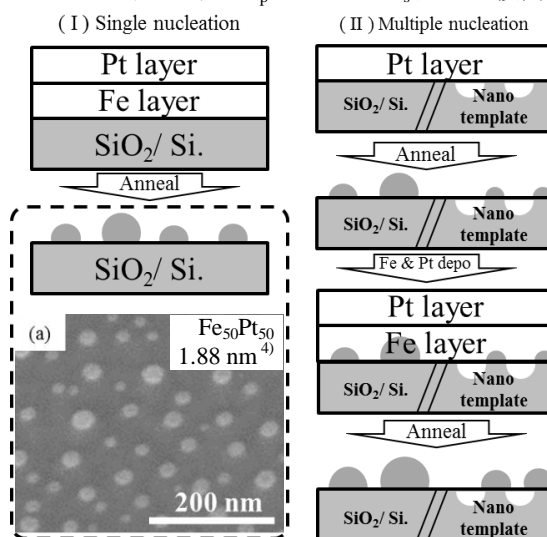


Fig.1 FePt formation procedure.

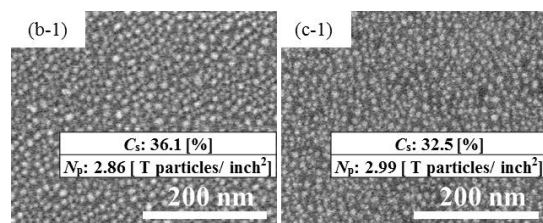


Fig.2 SEM planer view images of Pt particles of each samples.

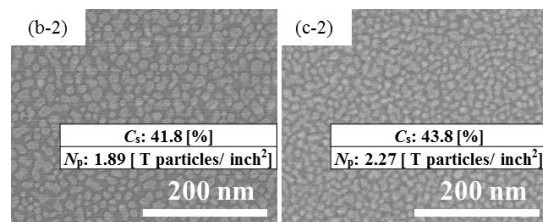


Fig.3 SEM planer view images of FePt particles of each samples.

# 急速昇降温熱処理法によるナノシリカ凹凸基板上的での FePt 孤立微粒子群形成密度および保磁力の組成比依存性

牧野哲也<sup>1)</sup>, 二川康宏<sup>1)</sup>, 塚本新<sup>2)</sup>

日本大学大学院理工学研究科<sup>1)</sup>, 日本大学理工学部<sup>2)</sup>

Compositional dependency of areal density of grains and coercivity for isolated  $L1_0$ -FePt grains  
on nano silica particle structured substrate with Rapid thermal annealing method

Tetsuya Makino<sup>1)</sup>, Yasuhiro Futakawa<sup>1)</sup>, Arata Tsukamoto<sup>2)</sup>

Graduate School of Science and Technology Nihon Univ.<sup>1)</sup>, College of Science and Technology, Nihon Univ.<sup>2)</sup>

**研究背景** 高密度磁気記録媒体を目指し、我々は熱酸化 Si 基板上に Pt/Fe 薄膜を数 nm 積層し急速昇降温熱処理(Rapid Thermal Annealing: RTA)を行うことによる  $L1_0$ -FePt 孤立磁性微粒子群の形成を報告している<sup>1)</sup>。当手法にて積層金属層の組成比を数 at. % 変化させることで磁気特性と粒子形態が大きく変化<sup>2)</sup>することも報告している。しかし、磁気特性と粒子数密度で異なる組成依存性を示すため  $L1_0$  結晶化による膜面垂直方向磁場印加時の高い保磁力と粒子群の高密度形成を共に実現することが課題となった。そこで新たに高密度化要素を導入するため、自己集積化現象を利用したナノシリカ粒子凹凸構造(Self-Assembled Silica Particle: SASP)基板を用いた FePt 粒子群形成<sup>3)</sup>に着目した。本報告では SASP 基板を FePt 粒子形成下地に用い、FePt 粒子群を高密度に形成すると共に、高い垂直磁気異方性由来の保磁力発現を試みたので報告する。

**実験方法** SASP 基板は平均粒径 10 nm のシリカ粒子を用い、熱酸化 Si 基板に対してディップコート法により作製した。その後 DC マグネトロンスパッタリング法により、 $Pt_{100-x}/Fe_x/Sub.$  ( $x=50, 57, 62, 64$  at. %) 総積層金属膜厚 1.88 nm にて成膜した。種々の試料に対し真空炉にて昇温速度約  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{sec.}$ 、最高到達温度  $600\text{ }^\circ\text{C}$  のランプ加熱処理、その後窒素ガス導入による急速降温を行い、FePt 微粒子群を形成した。FePt 粒子群の形態観察に走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM), 膜面垂直方向の保磁力評価に試料振動型磁力計を用いた。

**実験結果** 種々の組成( $Fe_xPt_{100-x}$ )にて形成した SASP 下地上 FePt 粒子群の面内 SEM 像を Fig. 1 に示す。Fe 過多( $x=64$ )の組成比においては下地構造の変形と粒結合による FePt 粒子径の増大を確認した。また、熱酸化 Si 基板上および SASP 基板上へ形成した FePt の粒子数密度を Fig. 2 示す。SASP 基板上へ作製した試料ではいずれの組成においても平坦な熱酸化 Si 基板上へ形成した試料に比べ高い粒子数密度を示し、 $x=50$  at. % において最も高い約  $1.5\text{ T particles}/\text{inch}^2$  の粒子数密度を確認した。Fig. 3 に各組成における FePt 粒子群の室温での膜面垂直方向磁場印加時の保磁力を示す。最も粒子数密度の高い  $x=50$  at. % においても約  $10\text{ [kOe]}$  の高い保磁力を示した。ただし、Fe 過多の組成にて熱酸化 Si 上 FePt と比較すると保磁力が減少しており、粒子径増大により FePt 粒子が磁壁移動型の磁化反転も生じ、保磁力が減少したと考えられる。以上より、本検討において  $x=50$  の組成が高密度かつ高保磁力を発現する組成であることが考えられる。

## 謝辞

本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構及び文部科学省私立大学戦略的基盤形成支援事業(S1311020)の助成により行った。

## 参考文献

- 1) A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 36, 62-65(2012)
- 2) M. Imazato, A. Ogasawara, A. Tsukamoto, "Book of Abstract -20<sup>th</sup> ICM.", p. 1493(2015)
- 3) K. Mizusawa, A. Tsukamoto, A. Itoh, *J. Mater. Res.*, Vol. 26, No. 2, (2011).

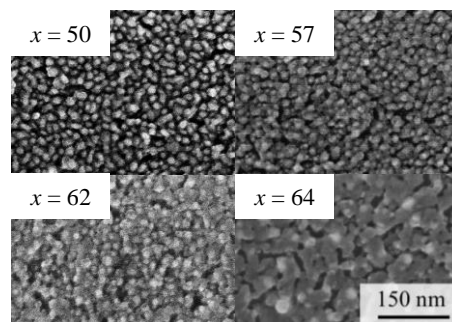


Fig. 1 SEM planer view of  $Fe_xPt_{100-x}$  grains on SASP substrate.

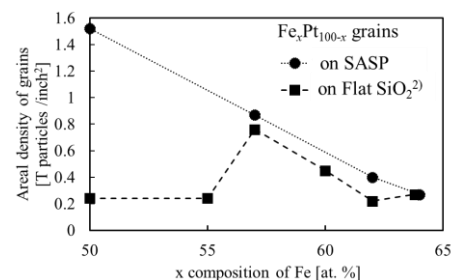


Fig. 2 Compositional dependency of areal density of grains for isolated  $Fe_xPt_{100-x}$  grains.

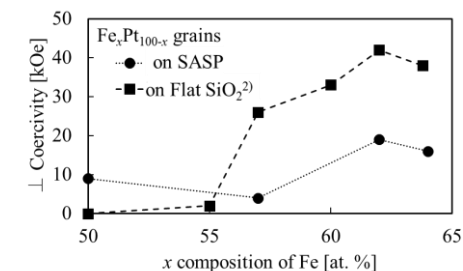


Fig. 3 Compositional dependency of Out of plane coercivity for  $Fe_xPt_{100-x}$  grains at room temperature.

# 単分散 FePt ドット周期構造の急速昇降温熱処理による 高保磁力微粒子の配列パターン形成

苗木俊樹<sup>1)</sup>, 田中万裕<sup>1)</sup>, 牧野哲也<sup>1)</sup>, 吉川大貴<sup>1)</sup>, 塚本新<sup>2)</sup>  
日本大学大学院理工学研究科<sup>1)</sup>, 日本大学理工学部<sup>2)</sup>

Formation of high coercivity particle array by Rapid Thermal Annealing of monodisperse FePt periodic structure  
Toshiki Naeki<sup>1)</sup>, Masahiro Tanaka<sup>1)</sup>, Tetsuya Makino<sup>1)</sup>, Hiroki Yoshikawa<sup>1)</sup>, and Arata Tsukamoto<sup>2)</sup>  
Graduate School of Science and Technology Nihon Univ.<sup>1)</sup> College of Science and Technology, Nihon Univ.<sup>2)</sup>

**はじめに** 我々は高密度磁気記録用媒体の実現に向け、基板面垂直方向に高い磁気異方性を有し規則的に配列した均一なナノ磁性体の作製を検討している。これまでに熱酸化 Si 基板上に成膜した Pt/Fe 二層薄膜に数秒間の急速昇降温熱処理(Rapid Thermal Annealing: RTA)を施すことで  $L1_0$  規則合金化、膜面垂直方向に(001)優先配向した FePt 微粒子群の作製を報告している<sup>1)</sup>。Fig. 1 に FePt 微粒子群の一例を平均粒径  $D_a$ , 粒径標準偏差  $StD$  と共に示す。粒子が不均一に形成するため粒子体積の単分散化, 並びに規則配列化が RTA の課題である。そこで電子線リソグラフィ法を利用し Pt/Fe 二層構成ドットの周期パターンを作製し, RTA を施すことで各粒子体積が等しく, 規則配列した FePt 粒子の形成及び  $L1_0$  規則合金化を試みた。本報告では熱処理時間も考慮し, リフトオフ法により作製した FePt ドットに (a)長時間熱処理(Long Time Annealing: LTA), または (b)数秒間の RTA を施し, それぞれの粒子形成配置及び粒子群の保磁力評価を行った。

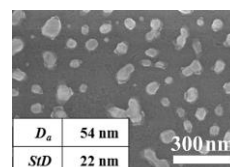


Fig. 1 SEM planer view of FePt particles fabricated by RTA.

**実験方法** 熱酸化 Si 基板上にレジスト剤 ZEP520A を塗布し, 電子線描画・現像によりマスクパターンを作製した後, DC マグネトロンスパッタ法により Pt(2.8 nm)/Fe(2.2 nm)を積層した。その後, 剥離液に浸すことでレジストを除去し Pt/Fe ドットを作製した。真空炉にて赤外線照射により (a)昇温速度 100 °C/h. で昇温し 600 °C で 1 時間保持する熱処理と, (b)昇温速度 180 °C/sec. で急速昇温, 600 °C で N<sub>2</sub> ガス流入による急速降温を施した。作製した FePt ドット観察は走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)を用いた。また, 振動試料型磁力計により高磁場まで応答する粒子群の保磁力評価を行った。

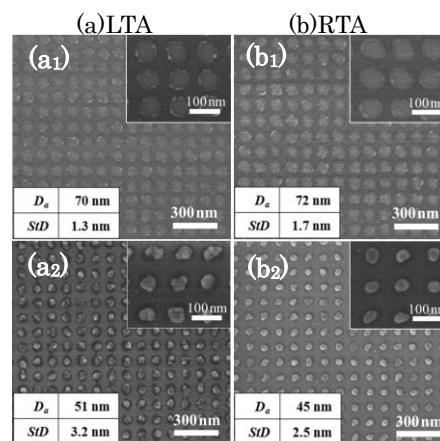


Fig. 2 SEM planer view of FePt pattern (a1), (b1) Lift off, (a2) heating rate: 100 °C/h. (b2) heating rate: 180 °C/sec.

**実験結果** Fig. 2 に FePt ドットの熱処理前(a1, b1), 熱処理後(a2, b2)の表面 SEM 像を示す。いずれも各粒子の粒面積が約半分まで減少する形状変化が生じたが, 粒子同士の結合は生じず, 配置の保持を確認した。またリフトオフ後の標準偏差値より, 熱処理前後において FePt の体積が保存されていると仮定すると, Fig. 1 の粒子体積分散に比べ 1 桁以上低減したものと考えられる。Fig. 3 に各熱処理を施した試料(a2), (b2)に対し基板面垂直方向へ磁場印加を行い計測した磁化曲線を示す。いずれの試料も硬磁気特性を示し 10 kOe 以上の磁場で応答する粒子も存在することから,  $L1_0$  規則合金に起因する高保磁力微粒子の形成が示唆される。以上より, 電子線描画を用いて作製した Pt/Fe ドットに数秒間の RTA を施すことで, 規則配列した高保磁力の FePt 微粒子群が作製可能であることを明らかとした。

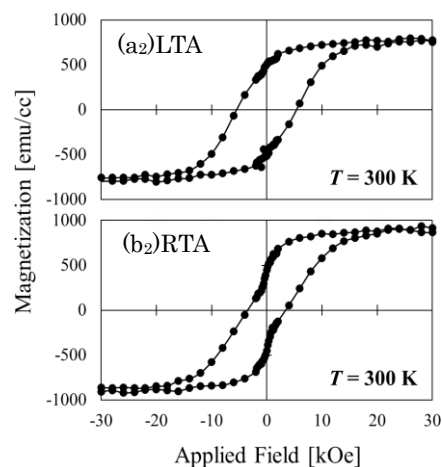


Fig. 3 M-H curves for FePt particles in out-of-plane. (a2) heating rate: 100 °C/h. and (b2) heating rate: 180 °C/sec.

**謝辞** 本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構, 文部科学省私立大学戦略的研究基盤支援事業(S1311020)の助成により行った。

## 参考文献

1) A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa: *J. Magn. Soc. Jpn.* **36**, 62-65(2012).

# L1<sub>0</sub> FePt-酸化物グラニューラ媒体のコラム状成長促進のための 配向制御凹凸下地層の作製

○清水 章弘, 日向 慎太郎, 岡田 翼, 斉藤 伸 (東北大学)

Bumpy underlayer for controlling orientation and promoting columnar growth  
of L1<sub>0</sub> FePt-based granular media

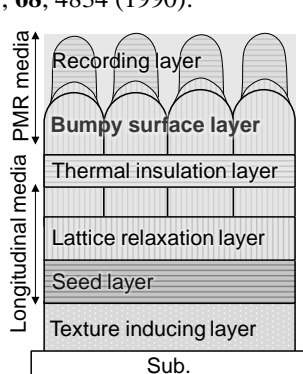
Akihiro Shimizu, Shintaro Hinata, Tsubasa Okada, and Shin Saito (Tohoku Univ.)

**はじめに** 磁気記録媒体の記録密度は2022年までに4 Tbit/in<sup>2</sup>もの高密度化が求められており<sup>1)</sup>, これを実現する次世代の磁気記録方式として熱アシスト磁気記録方式 (Heat Assisted Magnetic Recording, HAMR) が注目されている<sup>2)</sup>. 再生信号の出力を確保し, かつ信号/雑音比が高く熱擾乱耐性を有する HAMR 媒体の実現には,  $2 \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> 台の高い一軸結晶磁気異方性エネルギー ( $K_u$ ) の磁性結晶粒がコラム状に成長したグラニューラ組織を実現させる必要がある。しかしながら現状最も実用化検討が進んでいる FePt-C 媒体では FePt 磁性結晶粒が球状に析出してしまい, コラム状組織が実現できていないのが実状である。本研究では, 高  $K_u$  磁性結晶粒とコラム状組織とを両立する媒体の開発をこれまでの媒体 (面内/垂直磁気記録) の材料知見を踏襲して目指した。

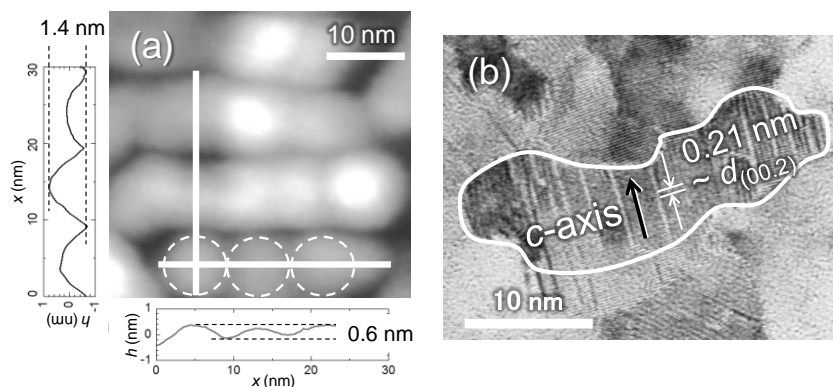
**コラム状グラニューラ組織の形成指針** 高  $K_u$  磁性結晶粒の実現には,  $c$  面配向した L1<sub>0</sub> FePt 合金を下地層上にヘテロエピタキシャル成長させること, コラム状グラニューラ組織の実現には, 金属-酸化物磁性層と凹凸を有する下地層を使用することが有用である<sup>3)</sup>. これらを実現するために, Fig. 1 に示す構造を提案する。すなわち,  $c$  面配向した L1<sub>0</sub> FePt のヘテロエピタキシャル成長のためには, 下地層の配向を bcc (002), hcp (11.0) とし<sup>4)</sup>, またコラム状グラニューラ組織の実現のためには, 磁性層として FePt-酸化物, 凹凸下地層として高 Ar ガス圧で作製された Ru (Ru<sup>H</sup>) 層<sup>3)</sup>を適用することで, 高  $K_u$  磁性結晶粒がコラム状成長したグラニューラ媒体の実現を目指す。本発表では Ru<sup>H</sup> 層の配向および表面形態について評価したので報告する。

**実験結果** 試料の層構成は  $\alpha$ -Ni<sub>60</sub>Ta<sub>40</sub> (20 nm) / Cr (5 nm) / Cr<sub>80</sub>Mo<sub>20</sub> (20 nm) / Co<sub>60</sub>Cr<sub>24</sub>Pt<sub>12</sub>B<sub>4</sub> (CCPB, 10 nm) / Ru (8.0 Pa, 20 nm) とした。bcc CrMo 層および hcp CCPB 層は bcc Cr-hcp Ru 層間の格子緩和のために設けた。本試料は, Out-of-plane XRD 測定により CCPB 層および Ru 層が hcp (11.0) 配向していることを確認している。Fig. 2 には Ru<sup>H</sup> 層の (a) 原子間力顕微鏡 (AFM) 像および (b) 高倍率透過電子顕微鏡 (TEM) 像を示す。(a) より Ru<sup>H</sup> 層は直径約 8 nm の結晶粒が 3~4 個直線状に連なった構造体 (以下, 構造体) で構成されていることがわかる。この構造体表面の高低差は短軸方向で約 1.4 nm, 長軸方向で 0.6 nm であった。現行媒体の Ru 下地層における表面粗さは約 1.5 nm であるため, 短軸方向の凹凸はほぼ同程度である。(b) より同一の構造体中 (白枠内) では格子縞の方位が同一であることから, 構造体を構成する結晶粒の結晶方位が揃っていることがわかる。短軸方向の格子縞の間隔を評価したところ Ru (00.2) の面間隔と対応した。このことは Ru の  $c$  軸は構造体の短軸方向を向いていることを示唆している。講演では構造体の形状が定まるメカニズムについて断面 TEM の観察結果なども交えて述べる。

**参考文献** 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016). 2) D. Weller, O. Mosendz, G. Parker, S. Pisana, and T. Santos, *Phys. Status. Solidi.*, **210**, 1245 (2013). 3) T. Oikawa, M. Nakamura, H. Uwazumi, T. Shimatsu, H. Muraoka, and Y. Nakamura, *IEEE. Trans. Magn.*, **38**, 1976 (2002). 4) K. Hono, B. Wong, D.E. Laughlin, *J. Appl. Phys.*, **68**, 4834 (1990).



**Fig. 1** Schematic of proposed structure for FePt granular media with columnar structure.



**Fig. 2** (a) Plane-view TEM image (b) AFM surface topography image for (11.0) oriented Ru<sup>H</sup> film.

# $L1_0$ 規則構造を持つFePt合金系エピタキシャル薄膜の成長機構

二本正昭・清水智貴・中村将大・大竹充  
(中央大)

Growth Mechanism of  $L1_0$ -ordered FePt Epitaxial Magnetic Thin Films  
Masaaki Futamoto, Tomoki Shimizu, Masahiro Nakamura, and Mitsuru Ohtake  
(Chuo University)

はじめに  $L1_0$ 規則構造を持つ合金(FePt, FePd, CoPt)は  $10^7$  erg/cm<sup>3</sup>以上の大きな $K_u$ を持つ磁性材料で、記録媒体やMRAMなどへの応用が検討されている。この材料はA1不規則構造から $L1_0$ 規則構造への相変態を伴い、規則相とするためには高温での熱処理が必要となる。磁性デバイス応用では、(1)  $c$ 軸の垂直配向、(2)高い規則度、(3)平滑な表面、を実現することが求められる。 $c$ 軸配向させるため、MgO(001)などの基板や下地層上に磁性膜をエピタキシャル成長させる技術が活用される。しかし、高基板温度で膜形成を行うと高規則度は得られるが結晶ファセット成長が起こって膜表面の起伏が増大し、さらには膜厚に依存して $c$ 軸が膜面内を向いたバリエーション結晶が混在するという問題点も存在する。我々は、磁性膜形成する基板や下地材料との格子不整合、表面エネルギー ( $J$ )、膜形成および熱処理温度と相変態現象に着目して、上記3項目を同時達成するための条件検討を行っている<sup>1-3)</sup>。本研究では、RHEED, XRD, AFM, TEMを用いて薄膜の構造測定を行った結果を参照して、 $L1_0$ エピタキシャル薄膜の成長機構を検討した。

**結果と考察** Fig.1 にMgO(001)( $a = 0.4212$  nm,  $J = 1.4$  J/m<sup>2</sup>)およびVN(001)( $a = 0.4136$  nm,  $J = 2.5$  J/m<sup>2</sup>)下地上に形成した平均膜厚 2 nmの $L1_0$ -FePt膜( $a = 0.3842$ ,  $c = 0.3702$  nm,  $J = 2.1$  J/m<sup>2</sup>)のAFM像を示す。FePt膜はいずれも $c$ 軸が垂直配向しているが、MgO上では孤立粒子状、VN下地上では超平滑( $R_a = 0.1$  nm)な連続膜が得られている。 $L1_0$ 結晶成長過程でファセット成長を抑制するには表面エネルギー大で $L1_0$ -FePt結晶格子定数より大きくてしかもエピタキシャル成長し得る下地層の活用が有効であることが確認された。Fig.2 はMgO(001)下地層上に形成した $L1_0$ -Fe(Pt,Pd)膜の高分解能TEM像例であり、下地界面付近にミスフィット転位やバリエーション境界などが観察されている。不規則A1構造から $L1_0$ 規則構造への相変態では、下地との格子不整合で誘発された格子歪が $L1_0$ 結晶の核生成と成長に大きな影響を及ぼしていることが分かった。核生成密度は合金材料の融点が増大すると増大する傾向がある。 $L1_0$ 結晶の成長機構を考慮することにより、超平滑で規則化した極薄(< 10 nm)の $c$ 軸垂直配向膜を得ることは十分可能であると思われる。

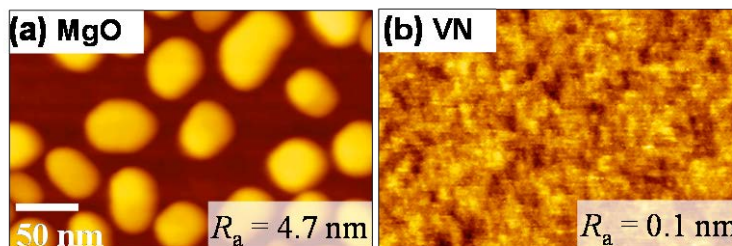


Fig. 1 AFM images of  $L1_0$ -ordered FePt films of 2-nm average thickness formed on (a) MgO and (b) VN layers.

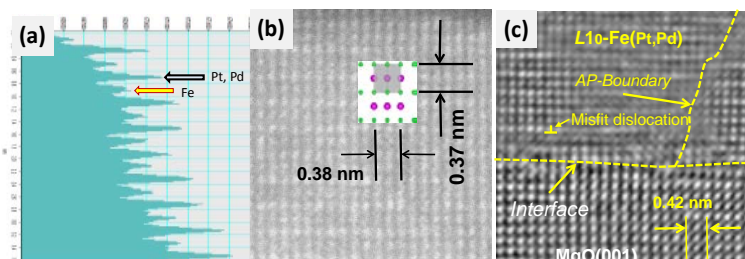


Fig. 2 TEM images of  $L1_0$ -Fe(Pt,Pd) film grown on MgO(001). (a) Lattice line contrast, (b) TEM image corresponding to (a), and (c) atomic structure around the interface.

## 参考文献

- 1) M. Futamoto, M. Nakamura, M. Ohtake, N. Inaba, and T. Shimotsu, AIP Adv., **6**, 085302 (2016).
- 2) 中村, 落合, 大竹, 二本, 桐野, 稲葉, 信学技報 **116**, MR2016-14, pp. 13-18 (2016).
- 3) 清水, 中村, 落合, 大竹, 二本, 桐野, 稲葉, 信学技報 **116**, MR2016-40, pp. 63-67 (2016).