

In-plane components of FePt nanogranular films on MgO underlayer with and without carbon segregant

J. Wang, Y.K. Takahashi and K. Hono

National Institute for Materials Science, Sengen 1-2-1, Tsukuba 305-0047, Japan

$L1_0$ -ordered FePt granular thin film is considered as the most promising candidate for heat assisted magnetic recording (HAMR) media [1]. To achieve recording density higher than 2 Tbit/in², $L1_0$ -FePt based granular media need to have an ultra-small grain size of about 4 nm, a narrow size distribution below 10% and columnar structure with strong (001)-texture. However, FePt grains deposited on (001) textured polycrystalline underlayer usually show remarkable in-plane components which can severely degrade the signal-to-noise ratio (SNR) of the recording medium [2]. It is believed that the clarification of the origin of the in-plane components for the FePt grains deposited on polycrystalline underlayer would make significant impact on the future development of HAMR media. In this work, we study the effect of carbon segregant on the in-plane components of the FePt thin films deposited on the polycrystalline MgO underlayer. The FePt films with optimized volume fraction of carbon segregant show not only smaller grain size but also enhanced perpendicular coercivity. Moreover, it is worth noticing that the in-plane components is also significantly suppressed compared with the FePt films without carbon segregant.

Figure 1 shows the in-plane TEM images of FePt films (a) without and (b) with carbon segregant. Without carbon segregant (Fig.1a), $L1_0$ -ordered FePt grains form an island-like microstructure with broad size distribution. By introducing 28 vol.% of carbon segregant (Fig.1b), the FePt grain size is reduced down to 9 nm with improved grain size distribution (15%). Such physical isolation weakens the ferromagnetic exchange coupling and lead to the enhancement of the perpendicular coercivity from 2.87 T (without carbon) to 3.90 T (with carbon). Moreover, from the shrunk in-plane M-H loop and reduced remanence ratio ($M_{r\parallel} / M_{r\perp}$), the in-plane component is also suppressed by introducing carbon segregant. To clarify the origin of such improvement, detailed microstructure characterization was carried out. Figure 2 presents the cross-sectional TEM image of the FePt film without carbon. It was found that the 001 plane of FePt grains is energy favorable to rotate 72.6° to match with MgO underlayer with different orientation when the big FePt grains grow cross the grain boundary. It can be detected that the crystal rotation do not triggered immediately at the grain boundary (Fig. 2a). So there is buffer zone in which FePt grains can maintain their initial texture meantime accumulate the strain energy due to the change of template. When the FePt grains grow beyond the buffer zone, it start to misalign to release the strain energy. So, the possibility is higher for big FePt grains to exceed the buffer zone and form in-plane components than small FePt grains on the poly- MgO underlayer.

Reference

- 1) A. Perumal, Y. K. Takahashi, and K. Hono, Appl. Phys. Express 1, (2008) 101301.
- 2) J. Wang, S. Hata, Y.K. Takahashi, H. Sepehri-Amin, B. Varapasad, , T. Schrefl, K. Hono, Acta Mat., 91 (2015) 41

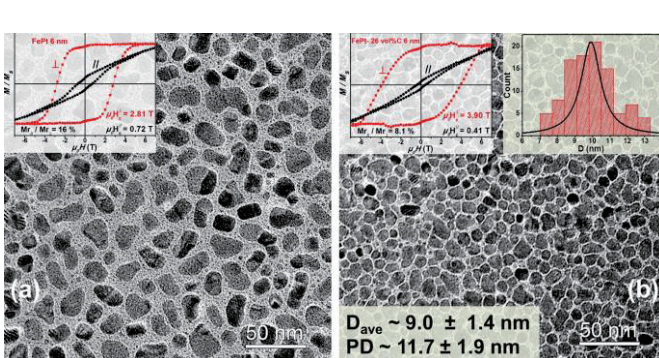


Fig.1 In-plane TEM images of 6 nm FePt- X vol. % C granular thin film on MgO (001) underlayer: (a) X = 0 and (b) X = 28. Inset: corresponding M-H curves and grain size distribution.

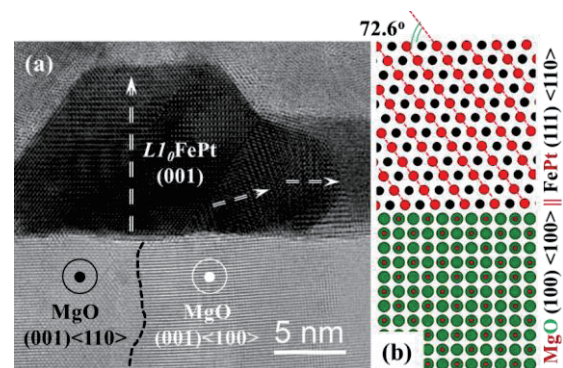


Fig.2 Cross-sectional TEM image FePt-28 vol.% on MgO (001) underlayer (a) and epitaxial relation of misaligned FePt grains at the grain boundary of MgO underlayer (b).

FePt グラニューラー薄膜の成長過程における粒子密度変化

鈴木一平、Jian Wang、高橋有紀子、宝野和博
(物質・材料研究機構)

Change in grain density of FePt-based granular thin films with film growth process

I. Suzuki, J. Wang, YK. Takahashi, and K. Hono
(NIMS)

はじめに: 超高記録密度が求められる次世代磁気記録方式として、 $L1_0$ -FePt グラニューラー膜を用いた熱アシスト磁気記録方式が有望視され、その開発が急がれている。目標とされる記録密度 4 T/in^2 を実現するには、カラム状結晶粒径とピッチサイズの低減が不可欠であり、粒径 4 nm およびピッチサイズ 5 nm 程度にまで均一に微細化されたグラニューラー膜が必要である。そのために様々な研究がなされてきたが、多くが粒径制御に主眼が置かれている。しかし、記録密度は平均の結晶粒径とその分散に大きく依存するため、薄膜の成長初期過程における粒子密度と分散の制御が必要である。そこで今回我々は、FePt 媒体の成長過程における微細組織変化を、結晶粒径のみならず粒子密度を基板温度と非磁性マトリックス材料の体積比を変えて調べたので、これを報告する。

実験方法: FePt または FePt-C、および FePt/FePt-C 積層試料を magnetron-sputtering 法を用いて作製した。基板は下地層の品質影響を除外するため $\text{MgO}(001)$ 単結晶を使用した。構造及び規則度は XRD、磁気特性は SQUID-VSM、微細組織は TEM を用いてそれぞれ評価した。

実験結果: 初期成長時の微細組織を調べるため、膜厚 0.5nm -FePt を異なる基板温度で作製した。基板温度 100°C では、平均粒径 2.0 nm 、ピッチ距離 3.9 nm 、粒子密度 $6.5 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ であった(Fig. 1(a))。基板温度の上昇とともに粒子密度は低下していき(Fig. 1(c))、基板温度 650°C では平均粒径 2.6 nm 、ピッチ距離 5.1 nm 、粒子密度 $3.9 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ にまで低下することがわかった。記録密度 4 T/in^2 を実現する媒体においては、1 bit あたり 6.2 個の粒子が必要とされる⁽¹⁾。つまり、最低 24.8 T/in^2 、即ち $3.85 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ を必要とするが、 650°C では初期成長時において既にこの値に達してしまっている。FePt グラニューラー膜は、核生成-核成長・合体を経て成長していくため、膜の堆積とともに粒子サイズが大きくなってしまふ⁽²⁾。そのため初期成長時においては、最終的な粒子密度以上の密度が求められることから、初期成長時にはより低温での製膜が有効であるといえる。発表では、膜成長とともに段階的に基板温度および非磁性マトリックス材のカーボン量を変えて作製した試料について、微細構造及び磁気特性を調べた結果についても併せて報告する。

参考文献

- 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016).
- 2) T. Shiroyama, *et. al.*, AIP Advances **6**, 105105(2016).

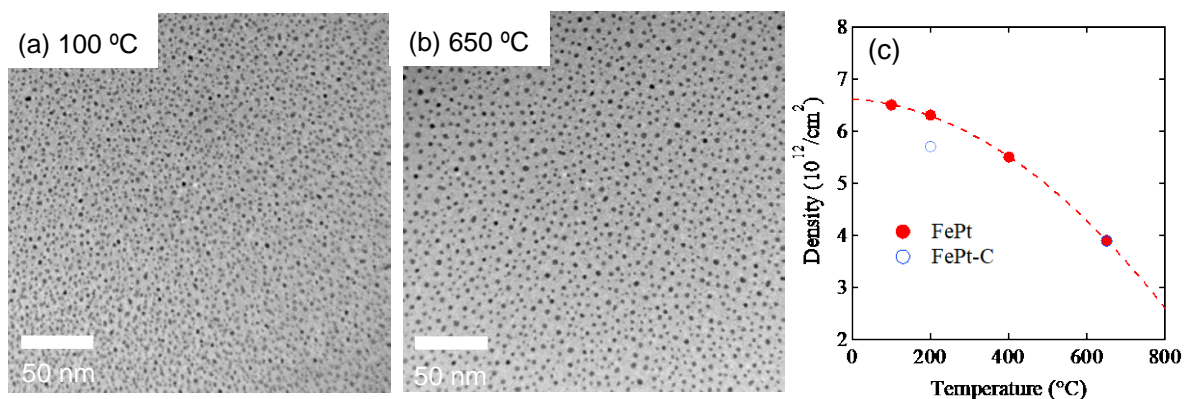


Fig.1 Plane-view TEM of 0.5-nm-thick FePt grown at (a) 100°C , (b) 650°C . (c) Grain density of 0.5-nm-thick FePt as a function of growth temperature.

粒界拡散を利用した網目状隆起下地層の提案

～ L₁₀ FePt グラニューラ媒体のコラム状微細組織実現のために

○清水 章弘, 日向 慎太郎, 徐 晨, 斉藤 伸 (東北大学)

Proposal of network-formed upheaval structure using grain boundary diffusion in underlayer for L₁₀ FePt-based granular media with columnar nanostructure

○Akihiro Shimizu, Shintaro Hinata, Shin Jo, 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/in² もの高密度化が求められており、これを実現する次世代の記録方式として熱アシスト磁気記録 (Heat Assisted Magnetic Recording, HAMR) が注目されている。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高記録密度 HAMR 媒体の実現には、室温で 2×10^7 erg/cm³ 以上の高い一軸結晶磁気異方性エネルギーを有する磁性結晶粒を微細かつコラム状に成長させたグラニューラ組織を実現する必要がある¹⁾。しかしながら現状最も実用化検討が進んでいる平坦表面を有する MgO 下地層を用いた L₁₀ 型 FePt-C 媒体では FePt 磁性結晶粒が球状に成長してしまい、孤立したコラム状結晶粒からなるグラニューラ組織が実現できていない。本研究では、熱絶縁層 (MgO 層)/ 結晶軸配向制御層 (bcc-Cr 合金層)/ 配向誘導層 (アモルファス層) からなる一般的な層構成の下地層の組織を詳細に解析し、その知見を元にコラム状磁性グラニューラ層を実現する新たな媒体設計指針を提案する。

実験結果 試料の層構成は MgO (5 nm)/Cr₈₀Mn₂₀ (30 nm)/a-Co₆₀W₄₀ (50 nm)/sub. とした。配向制御のため、アモルファス層の成膜後 620 °C への加熱と 20 ラングミュア相当の酸素暴露を施した。また MgO 層の成膜後には、記録層成膜を想定して試料に 630 °C への加熱を行った。成膜後には Out-of-plane XRD 測定により CrMn 層および MgO 層が bcc (002) および fcc (002) 面配向していることを確認した。Fig. 1 に MgO 層表面の原子間力顕微鏡 (AFM) 像を示す。表面には一様に網目状に盛り上がった構造 (逆オパール構造) が形成されている。この隆起部分は周期 15 nm - 60 nm、高さ 2 nm 程度であった。この表面組織の形成要因を調べるために試料の断面を透過電子顕微鏡 (TEM) にて高倍率観察した (Fig. 2)。MgO 層に形成された表面隆起部の下層には CrMn 粒界が存在していることがわかる。この CrMn 層の粒界には Co や W が存在していることを走査型 TEM の特性 X 線強度マッピングにより別途確認した。またアモルファス層材料を Cr₅₀Ti₅₀、Ni₆₀W₄₀ とした場合でも同様の現象が生じることがわかった。これらのことより MgO 層表面における網目状隆起構造は、作製時の高温プロセス時にアモルファス層構成元素が bcc-Cr 合金層の粒界を表層側に拡散することにより形成されることが示唆される。

粒界拡散を活用した新規媒体の提案 以上の結果を踏まえると、網目状隆起構造を活用したコラム状グラニューラ磁性層の形成法を提案できる。Fig. 3 に新たに考案した HAMR 媒体のモデル図を示す。積層構成は FePt-酸化物グラニューラ層/ FePt/ MgO/ bcc-Cr 合金層/ アモルファス層である。すなわち、MgO 層の網目状隆起構造上に純 FePt 層を成膜し、隆起構造が隣接結晶粒の初期核同志の接触を阻害した島状成長組織の形成を促す。このとき表面は結晶粒部分が盛り上がった構造 (オパール構造) となる。さらにその上に FePt-酸化物層を 2 相析出させることで、FePt 結晶粒をコラム状成長させたグラニューラ組織が実現されると期待される。

参考文献 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016).

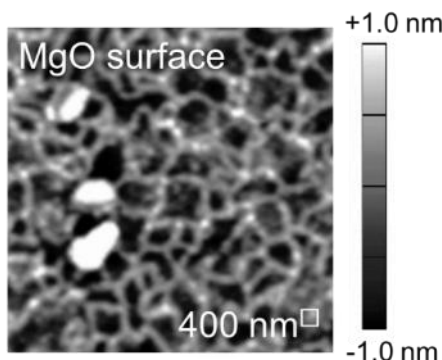


Fig. 1 AFM topography image of a MgO/ CrMn/ CoW film.

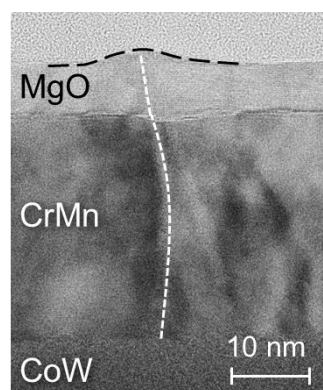


Fig. 2 Cross sectional view of TEM image.

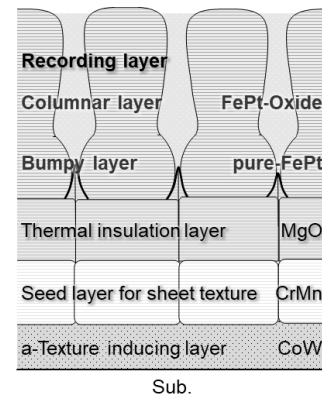


Fig. 3 Schematic of proposed structure for FePt granular media.

急速昇温熱処理による微細加工 Pt/ Fe 積層ドットの規則合金化

苗木俊樹¹⁾, 三吉啓介¹⁾, 吉川大貴²⁾, 塚本新²⁾
 日本大学大学院理工学研究科¹⁾, 日本大学理工学部²⁾

Order alloying of microfabricated Pt/ Fe stacked dots by Rapid Thermal Annealing

Toshiki Naeki¹⁾, Keisuke Miyoshi¹⁾, Hiroki Yoshikawa²⁾, and Arata Tsukamoto²⁾

Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ.¹⁾ College of Science and Technology, Nihon Univ.²⁾

はじめに Pt/ Fe 薄膜に数秒間の急速昇温熱処理(RTA)を施すことで、高密度磁気記録用媒体の候補である $L1_0$ -FePt 微粒子群を形成可能であることを報告している¹⁾。媒体の超高密度化には単分散かつ規則配列したナノドットを作製する技術が要求されており、連続膜に対する RTA においては粒子群が不均一に形成することが課題である。また微細加工技術を用いたナノドット作製において、加工処理により生じるドット内部の微細構造欠陥は磁気異方性の低下や反転磁界分散を増大させる報告がある²⁾。そこで我々は微細加工後に RTA を施す工程を試みた。本報告では微細加工した Pt/ Fe ドットの規則合金化、及び基板上への(001)配向誘起について RTA の到達温度、並びに積層する Pt/ Fe の組成比検討を行い、形状及び磁気特性につき評価を行った。

実験方法 熱酸化 Si 基板上に電子線描画・リフトオフ法により直径約 65 nm の Pt/ Fe ドットパターンを作製した。成膜は DC マグネトロンスパッタリング法により Pt/ Fe (3.75 nm, Fe:Pt=50:50)を積層した。Pt/ Fe ドットは真空炉にて赤外線照射により昇温速度 120 °C/ sec. で昇温し、到達温度(a)450 °C, (b)630 °C, (c)800 °Cの RTA を行った。ドット形状観察は走査型電子顕微鏡(SEM), 原子間力顕微鏡(AFM)を用い、磁気特性の計測には振動試料型磁力計, 磁気力顕微鏡(MFM)を用いた。

実験結果 Fig. 1 に各試料の表面 SEM 像と平均ドット径(D_a), 標準偏差(StD)を示す。高い温度においてもドット同士は結合せず、加工後の配置を保持し、低いサイズ分散であることを確認した。Fig.2 に膜面垂直, 水平方向にそれぞれ磁場を印加し計測した磁化曲線及び、(c)の残留磁化状態を MFM により局所的に観察した結果を示す。(a)は軟磁性及び面内磁気異方性を示した。(b),(c)より RTA の温度上昇に伴い規則合金化と考えられる高い保磁力を発現し、等方的な磁化曲線を示した。磁気像からはドット形成位置に2種の濃淡領域が確認でき、磁化容易軸が様々な方位を向いた $L1_0$ -FePt ドット群の形成が示唆される。次に磁気異方性軸の膜面垂直配向化の検討について報告する。過去に熱酸化 Si 基板上の Pt/ Fe 連続膜の RTA において、数 at. %の Fe の組成比増加により、膜面垂直方向に高い磁気異方性を有する粒子群の形成を報告している³⁾。そこで本作製法においても積層する Fe の組成比を 5 at. %増加し、Pt/ Fe (3.75 nm, Fe:Pt=55:45)にて作製した。800 °Cの RTA を施し形成したドット群の磁化曲線及び、残留磁化状態を表した磁気像を Fig. 3 に示す。磁化曲線は高保磁力(28 kOe)かつ高い残留磁化比(0.94)を示した。磁気像よりドット形成位置には濃い領域のみが現れたことから、膜面垂直方向に配向した磁化状態が保持されていることを示した。本作製工程において、高温の RTA 及び 5 at. %の Fe 組成比の増加により、膜面垂直に磁気異方性を誘起し、高い保磁力を示すナノドットパターンが形成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。

参考文献 1) A. Itoh, *et al.*, "IEICE technical report. Magnetic recording.", 105 (167),13 (2005).

2) D. Wang *et al.*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 41 (2008) 195008 (6pp).

3) Masayuki Imazato *et al.*, MORIS2015, Penang, Malaysia, Tu-P-12, (2015).

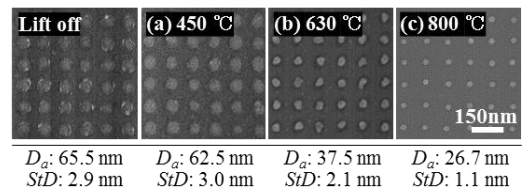


Fig. 1 SEM planer view, average diameter of FePt dots (D_a) and standard deviation of D_a (StD).

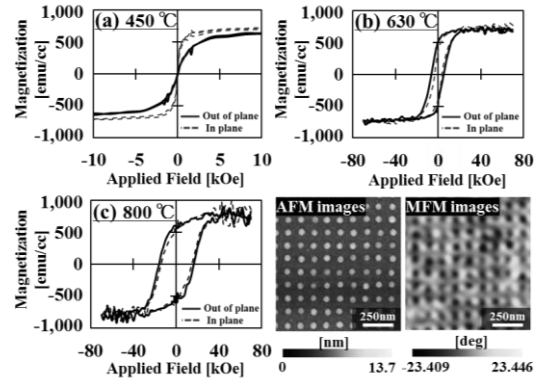


Fig. 2 Hysteresis loops measured at 300 K for FePt dots and AFM/ MFM images of (c)800 °C sample which were applied field from +70 kOe to 0 kOe.

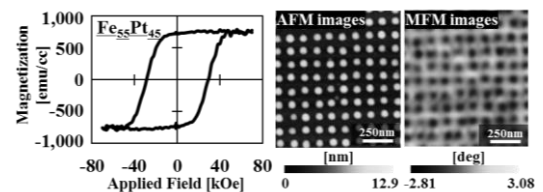


Fig. 3 Out of plane hysteresis loops measured at 300 K for $Fe_{55}Pt_{45}$ dots and AFM/ MFM images of $Fe_{55}Pt_{45}$ sample which were applied field from +70 kOe to 0 kOe.

ビットパターン媒体のための Si 基板上 MnGa (001)配向膜の作製

三輪 佳嗣, 石川 徹, 大島 大輝, 加藤 剛志, 岩田 聡
(名古屋大学)

Fabrication of (001) oriented MnGa film on Si substrate for application to bit patterned media

Y. Miwa, T. Ishikawa, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata
(Nagoya Univ.)

はじめに

局所的なイオン照射は、表面形状にほとんど影響を与えず微細な磁気パターン構造を作製できる手法であり、低コストで高密度なビットパターン媒体(BPM)の作製に応用できると考えられる。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 $L1_0$ -MnGa 規則合金膜に注目し、ビットパターン膜を作製してきた¹⁾。しかし MgO(001)単結晶基板上に成長させた MnGa を用いた。応用上は安価なガラス基板上等に作製する必要があるため、そこで我々は、熱酸化膜付き Si 基板上に(001)配向させた $L1_0$ -MnGa の検討を行ってきた²⁾。本報告では CrB 下地層の利用や熱処理条件の検討を行うことで、高配向の $L1_0$ -MnGa (001)膜を熱酸化膜付き Si 基板上に成膜したので報告する。

実験方法

$L1_0$ -MnGa 規則合金膜の膜構成は Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO (20 nm) / CrB (5 nm) / NiTa (25 nm) / Si sub. とした。MgO 層のみ超高真空蒸着により室温で成膜し、その他の層は、マグネトロンスパッタリング法で行った。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。MgO 層上の Cr バッファ層は室温でスパッタ成膜後、800°C で 60 分間、真空中で熱処理を行った。その後 200°C で MnGa 膜を成膜し、成膜後 $L1_0$ 規則化のため 400°C で 60 分間、真空中で熱処理を行った。膜の磁気特性は交番磁界勾配型磁力計、結晶構造は X 線回折装置で評価した。磁区構造は磁気力顕微鏡(MFM)により観察した。

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 のバッファ層として CrB 層を挿入することにより、MgO の(001)配向性が向上した。また、規則格子線である MnGa 001 ピークが見られ、規則度を見積もると約 0.9 以上であった。Fig. 2 は、(a) Si 基板上、(b) MgO(001)基板上に作製した MnGa 膜の M - H ループである。Si 基板上の MnGa 膜は大きな垂直磁気異方性を示し、飽和磁化は 300 emu/cc となった。この大きな垂直磁気異方性は Fig. 1 で示した良好な(001)配向性に起因すると考えられる。なお、MgO 基板上の MnGa 膜 (Fig. 2 (b)) と比較すると、Si 基板上の MnGa の飽和磁化は半分程度であり、面内方向のループにヒステリシスも見られ、異方性分散があると考えられる。今回、CrB 層の挿入や熱処理条件の検討により、良好な磁気特性を有する MnGa(001) 配向膜を Si 基板上に作製することができたが、MgO 基板上の MnGa 膜の特性に近づけるためにはさらなる成膜条件の検討が必要であると考えられる。

参考文献

- 1) D. Oshima et.al., IEEE Trans. Magn., vol.49, p.3608 (2013)
- 2) 根来翼 他, 第 38 回 日本磁気学会学術講演会, 3pA-2 (2014)

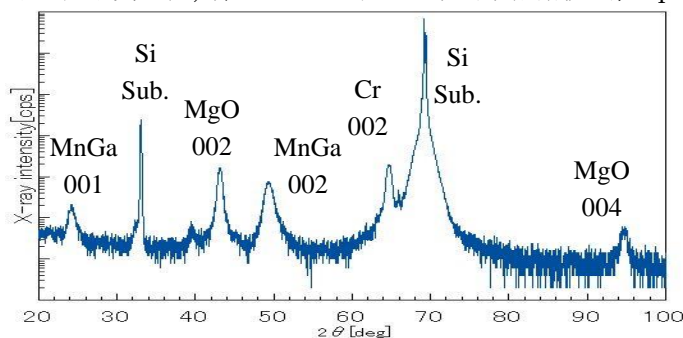


Fig. 1 X-ray diffraction profile of MnGa films: Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO (20 nm) / CrB (5 nm) / NiTa (25 nm) / Si substrate.

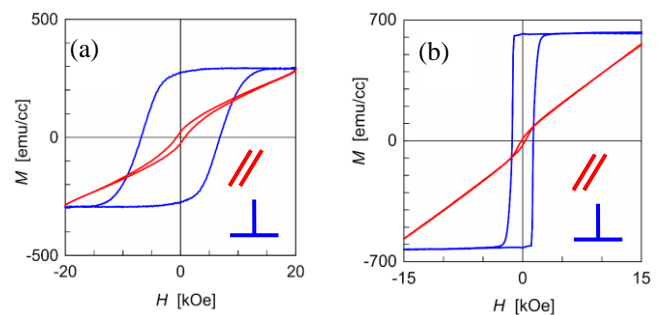


Fig. 2 (a) M - H loops of MnGa film grown on Si substrate and (b) on MgO (001) substrate.

CoGa 下地層を用いた極薄 L1₀-MnGa 膜の磁気パターンニング

堀江祐貴, 三輪佳嗣, 大島大輝, 加藤剛志, 岩田聡
(名古屋大学)

Magnetical patterning of L1₀-MnGa ultrathin film grown on CoGa buffer layer

Y. Horie, Y. Miwa, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata
(Nagoaya Univ.)

はじめに

低コストでビットパターン媒体を作成する手法として、イオン照射により磁気パターンを作成する方法がある。我々は、大きな垂直磁気異方性を有する L1₀-MnGa 規則合金に着目し、これまでに 30 keV の Kr⁺イオン照射により、ピッチサイズ 80 nm までのビットパターン媒体を実現している¹⁾。さらなるピッチサイズの微細化にはレジストの薄膜化、照射イオンの低エネルギー化、MnGa の薄膜化が必要となる。今回は、近年報告された CoGa 下地層上の L1₀-MnGa²⁾を作製し、10 keV の Kr⁺イオン照射を行うことで MnGa 膜の磁気パターンニングを試みたので報告する。

実験方法

rf マグネトロンスパッタリングにより、Cr (2 nm) / MnGa (5 nm) / CoGa (30 nm) / Cr (20 nm) / MgO(001) 基板の構成で MnGa 膜を作製した。Cr バッファ層は 400 °C で成膜し、600 °C で 60 分間ポストアニールを行った。CoGa 層は基板温度 400 °C で成膜した後、600 °C で 30 分間ポストアニールを行った。MnGa 層は 300 °C で成膜し、400 °C で 60 分間ポストアニールを行った。最後に 100 °C 以下になるまで冷却し、Cr 保護層を成膜した。その後、電子ビーム露光装置と、イオン注入装置を利用して磁気パターンを形成した。

実験結果

Fig. 1 は、MnGa 膜に 10 keV の Kr⁺イオンを照射したときの(a)膜法線方向の *M-H* ループと、(b) *M_s* の照射量依存性のグラフを示す。*M-H* ループには急峻な磁化変化を示す成分と、緩やかな変化を示す超常磁性的な成分の 2 つが見られる。急峻な変化は膜表面からの Kerr ループに対応していることから、これは膜表面側の MnGa の磁化反転によるものであり、0 磁場付近の緩やかな磁化変化は CoGa のものであると考えられる。(b) のグラフからイオンの照射量を増やしていくにつれて MnGa の磁化成分が減少していき、 1×10^{14} ions/cm² 以上で一定値となっていることから、この照射量で MnGa の磁化成分はほぼ消失したと考えられる。Fig. 2 は Kr⁺イオン照射により、ピッチサイズ 100 nm でパターンニングをした MnGa 膜の磁気力顕微鏡の画像である。図からランダムに垂直磁化した MnGa ドットパターンの明暗の磁気的信号が、イオン照射により非磁性化した領域で区切られていることが確認できる。また、ここでは示していないが、同様の条件で、ピッチサイズ 60 nm の磁気パターンニングに成功しており、30 keV でイオン照射したときの最小ピッチサイズ 80 nm よりも微細な磁気パターンを作製できることが分かった。

参考文献

- 1) D.Oshima et.al., IEEE Trans. Magn., **49**, 3608 (2013).
- 2) K. Z. Suzuki et al, J. Appl. Phys., **55**, 010305 (2016).

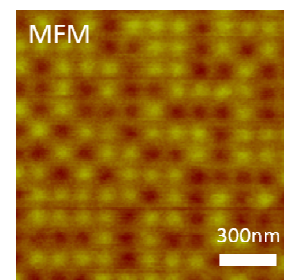
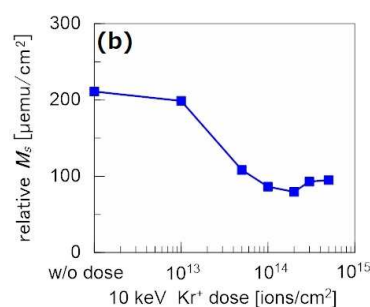
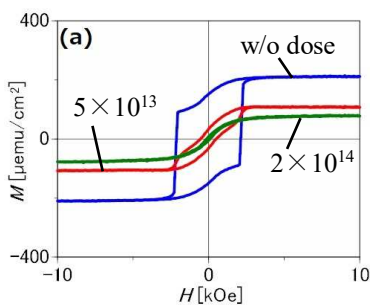


Fig. 1 (a) Out of plane *M-H* loops of MnGa film without and with ion irradiation at doses of 5×10^{13} ions/cm², 2×10^{14} ions/cm². (b) 10 keV Kr⁺ ion dose dependence of the *M_s* of MnGa (5 nm) film.

Fig. 2 MFM image of bit patterned MnGa (5nm) film with a pitch size of 100 nm.