

C-13

*L10*-FePt 規則合金連続膜の作製に向けたアニール処理降温速度制御の影響検討  
Study of influence of annealing rate control for preparation of *L10*-FePt regular alloy sequential films

○大家幸太<sup>1</sup>, 清水雄太<sup>2</sup>, 吉川大貴<sup>3</sup>, 塚本新<sup>3</sup>

\*Kouta Daike<sup>1</sup>, Yuta Shimizu<sup>2</sup>, Hiroki Yoshikawa<sup>3</sup>, Arata Tsukamoto<sup>3</sup>

Abstract: The FePt thin alloy film required by this method must achieve and improve the following three elements: highly ordered *L10* alloy, (001) preferential orientation (perpendicular magnetization on the film surface), and flatness and no separation. In this study, we consider that the main cause of the separation of the continuous film is the agglomeration caused by the temperature drop after heat treatment and investigate the contribution of the change in the temperature drop rate to the regular alloying and the formation of the continuous film.

1. 背景

次世代の高密度磁気記録媒体の候補材料として *L10*-FePt での媒体作製研究がされている。*L10*-FePt は高い一軸磁気異方性  $K_u=7\times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> を持ち、情報を 10 年間記録保持する指標である  $K_uV/k_B T > 60$  (V: 媒体体積,  $k_B$ : ボルツマン定数, T: 温度) に対して、高密度化に求められる媒体の微細化 (V の減少) に有利である<sup>[1]</sup>。*L10*-FePt を用いた記録媒体 (ドット) 作製手法の一つとして、FePt 合金連続膜を作製し、ドット形状に加工する手法が提案されている<sup>[2]</sup>。本手法での必要となる FePt 合金薄膜は①高規則化度の *L10* 合金, ② (001) 優先配向 (膜面垂直磁化), ③平坦かつ分離の無い状態の 3 要素の達成, 向上が求められる。我々はこれまでに RTA (Rapid Thermal Annealing) 法と呼ぶ手法により数秒間の昇降温で熱酸化 Si 基板上に積層した Pt/Fe 薄膜から (001) 優先配向した *L10*-FePt 粒子群を作製する手法を長く検討している。本検討での FePt 合金膜作製手法は従来のとは異なり、熱酸 Si 基板上に Pt/Fe の単層膜を周期積層 (成膜), その後長時間の熱処理 (Long Time Annealing: LTA) を施す手法である。RTA ではその熱処理過程が昇降温のみで形成され、昇温時に Pt/Fe 薄膜の分離をするが LTA では降温保持時間も加わり、膜の分離が LTA のどの過程で発現するかはまだ明らかではない<sup>[3]</sup>。本検討では、連続化, *L10* 規則合金化, (001) 優先配向の条件を満たす事を目的とし、LTA での FePt 合金膜作製にて特に降温過程に注目し検討する。

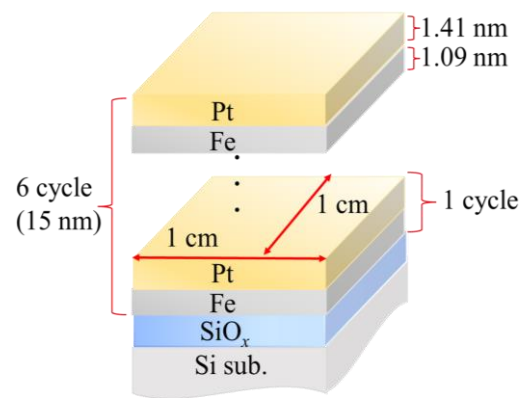


Fig. 1 Initial multilayer

2. 実験方法

DC マグネトロンスパッタ法により熱酸化 Si 基板上に Pt/Fe 多層膜 [Pt (1.41 nm)/Fe (1.09 nm)] × 6 cycle で積層した (Fig. 1)。熱処理工程では、到達真空度  $\leq 2.0\times 10^{-6}$  Pa の雰囲気にて赤外線ランプ照射により 200 °C/min の昇温, 最高到達温度 700 °C, 保温時間を 240 min の熱処理を行った。その後降温過程にて自然降温 (Avg. -46.8 °C/min) 及び、降温速度を意図的に制御し 200 °C まで一定の速度 (-5, -1 °C/min) で降温した (Fig. 2)。熱処理後の金属薄膜の形状を確認するために走査型顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM), 結晶構造解析で *L10* 型構造の発現及び結晶配

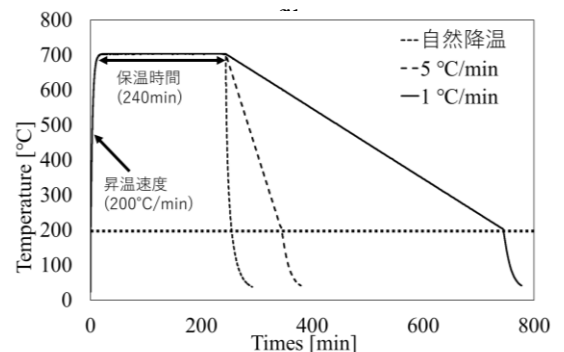


Fig. 2 Temperature profiles

1: 日大理工・学部・電子 2: 日大理工・院 (前)・電子 3: 日大理工・教員・電子

向を確認するために X 線回折装置 (X-ray Diffraction) を用いた。

### 3. SEM 像による FePt の表面形状観察

熱処理後の試料表面 SEM 像を Fig. 3 に示す。試料表面形状の黒い箇所を分離箇所とする。全ての試料にて分離箇所が確認された。また、分離箇所の数密度は自然降温では  $0.12$  個/ $\mu\text{m}^2$ 、降温速度  $-5$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  では  $0.089$  個/ $\mu\text{m}^2$  と低速に伴い減少傾向が見られるが、降温速度  $-1$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  では  $0.14$  個/ $\mu\text{m}^2$  と大幅に増加する傾向を確認した。また、分離箇所の面積は降温速度の低下 (自然降温～降温速度  $-1$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) に伴い面積が縮小する傾向が見られ、自然降温で最大 12 % から降温速度  $-1$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  で最小 3 % まで減少することを確認した。以上より本検討の降温速度範囲において、より低速に降温を施すことで膜の連続状態を維持すること、すなわち表面被覆率の向上を確認した。本検討の熱処理では、降温過程以外は同一の条件であるため、積層膜の分離構造変化が今回用いた熱処理プロセス中で降温時に発生している可能性及び降温速度の低下による分離抑制効果があることを明らかにした。

### 4. XRD による結晶構造解析

各熱処理後の  $2\theta$ - $\theta$  XRD プロファイルを図 4 に示す。全ての試料において、 $L1_0$ -FePt 超格子 (001) ピーク及び  $L1_0$ -FePt (111) ピーク、 $L1_0$ -FePt (002) ピークを確認した。自然降温、降温速度  $-5$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  では  $L1_0$ -FePt (111) ピークが他より明瞭に見られ、(111) 優先配向していることを確認した。降温速度  $-1$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  では  $L1_0$ -FePt (001)、 $L1_0$ -FePt (002) ピークが明瞭に見られ、(001) 面優先配向している事を確認した。以上のことから、降温速度の低下により (001) 優先配向になることが示唆された。本検討の熱処理では降温過程以外は同一の条件であるため、降温速度が最終的な優先配向方位に大きく影響する事、(001) 面優先配向の  $L1_0$ -FePt の形成に対して降温速度の低下が有効である可能性を示した。

### 5. まとめ

本検討では、 $L1_0$ -FePt 規則合金連続膜の作製に向け、降温速度を変化させた検討を行った。表面形状の結果から降温速度が表面の連続化を妨げる一要因であることを明らかにし、降温速度の低下により表面被覆率を向上させることを示した。また、結晶性において降温速度が優先配向方位に大きく影響し、降温速度の低下により、 $L1_0$  規則合金化及び (001) 配向の向上に有効である事が示唆された。以上より熱処理のみで①高規則化度の  $L1_0$  合金、② (001) 優先配向、③平坦かつ分離の無い状態を同時に満たすには降温速度を低下させることが有効である可能性が示された。

### 6. 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を受けたものである。

### 7. 参考文献

- [1] 高橋有紀子:「磁気記録の材料と物理-現状と展望」, 日本物理学会誌, Vol.75, No.12, pp.736-745, 2020
- [2] Wang Dongling, Seki Takeshi, Takanashi Koki, Shima Toshiyuki, Li Guoqing, Saito Hitoshi, Ishio Shunji, IEEE Transactions on Magnetics, Vol.44, No.11, pp.3464-3467, 2008
- [3] 小林亮介, 清水雄太, 吉川大貴, 塚本新, 日本大学理工学部学術講演会予稿集, pp 131-132, 2022

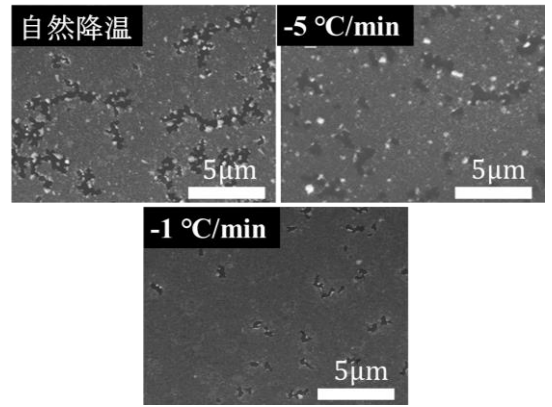


Fig. 3 Surface Shape by SEM

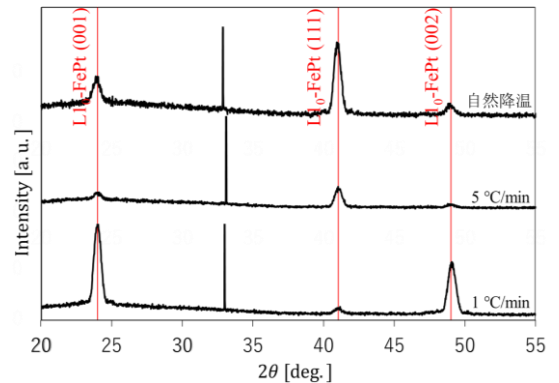


Fig. 4 Diffraction pattern by XRD