

M-25

**FeCuPt 微粒子形成におけるエキシマ光洗浄効果の検討**  
**Formation of FeCuPt particulate on Excimer light irradiated substrate**

○鈴木太巳<sup>1</sup>, 卯花竜也<sup>2</sup>, 塚本新<sup>3</sup>, 伊藤彰義<sup>3</sup>

\*Taishi Suzuki<sup>1</sup>, Tatsuya Ubana<sup>2</sup>, Arata Tsukamoto<sup>3</sup>, Akiyoshi Itoh<sup>3</sup>

Abstract: We investigated about fabrication of high density magnetic recording media. We reported that  $L1_0$ -FePt particle is formed by Rapid Thermal Annealing from multi layer film of FePt. In this report, we thought that deviation of grain size depend on uniformity of substrate surface. So we cleaned substrate surface for improving the uniformity by irradiation of excimer light. As a result, I comprehend that grain size got smaller, deviation of grain size and peak intensity of disorder phase are lowered.

**1. はじめに**

我々は超高密度磁気記録媒体の作製について研究を行っている。Fe/Pt 薄膜に対して急速昇温熱処理(RTA:Rapid Thermal Annealing)を施すことによって、磁化容易軸である c 軸が膜面に対して垂直方向に向くこと、孤立微粒子化することを報告<sup>[1]</sup>している。

ナノスケールの孤立微粒子を形成する際に、下地である熱酸化 Si 基板の上に不純物原子の付着等のマイクロ不均一性が存在する場合、粒径の分散が増大することが考えられる。そこで、熱酸化 Si 基板表面のエキシマ光による基板洗浄を行い、FeCuPt 微粒子作製実験を行った。形成微粒子に対するエキシマ洗浄効果について検討を行ったので以下報告する。

**2. 実験方法**

基板には熱酸化 Si 基板を用いた。エキシマ光は投入電力、照射時間を変化させて基板表面へ照射する。マグネトロンスパッタ法にて Fe 1.44 nm/Cu 0.47 nm/Pt 1.84 nm を成膜する。成膜条件は到達真空度  $3.0 \times 10^{-5}$  Pa, ArH ガス(H: 3%)圧  $1.8 \times 10^{-1}$  Pa, ArH ガス流量 35 sccm である。熱処理条件は到達真空度を  $7.0 \times 10^{-4}$  Pa で赤外線真空炉を用いて、平均昇温速度  $150 \text{ }^\circ\text{C}/\text{sec}$ , 到達温度は  $460 \text{ }^\circ\text{C} \sim 470 \text{ }^\circ\text{C}$  で行った。構造評価には走査型電子顕微鏡(SEM), X 線回折装置(XRD)を用いた。

**3. エキシマ光洗浄による微粒子作製**

エキシマ光の照度  $35 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , 照射時間 30 sec にて熱酸化 Si 基板を洗浄し、微粒子作製実験を行った。その表面 SEM 像及び XRD プロファイルを Fig. 1 に示す。無洗浄に比べて粒径が小さくなっていることがわかる。しかし、規則相を示す(001)ピークが観測されなかった。

**4. エキシマ光洗浄効果の照射量依存性**

本研究で用いたエキシマ光源は中心波長 172 nm であり, Fig. 2 に示すように様々な分子結合を切断することができる。しかし, エキシマ光は Si-O 結合及び Si-Si 結合も切断するため, 過度な照射は熱酸化 Si 基板自体にも損傷を与える可能性がある。エキシマ光の洗浄効果の照射量依存性を検討するため, 2 種の照度 10.5,  $35 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , 種々の照射時間において熱酸化 Si 基板上へエキシマ光照射後, 純水滴下による接触角の測定を行った。その結果を Fig.3 に示す。 $35 \text{ mW}/\text{cm}^2$  では 1 sec の照射時間で接触角がほぼ飽和している。一方, 照度を  $10.5 \text{ mW}/\text{cm}^2$  とする事で, 同水準の接触角に至る時間が約 15 秒となり詳細な制御を行う点で有利である。

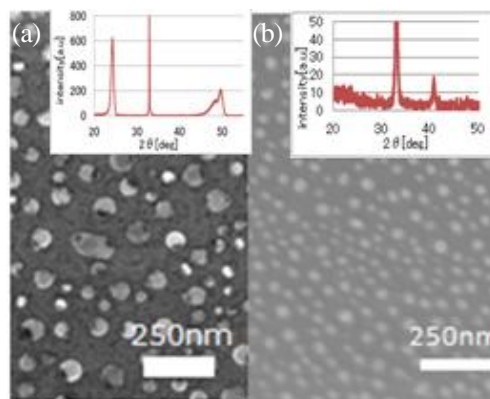


Fig.1 Comparison of no clean and clean by SEM Image and XRD profile (a) not excimer clean (b) excimer clean

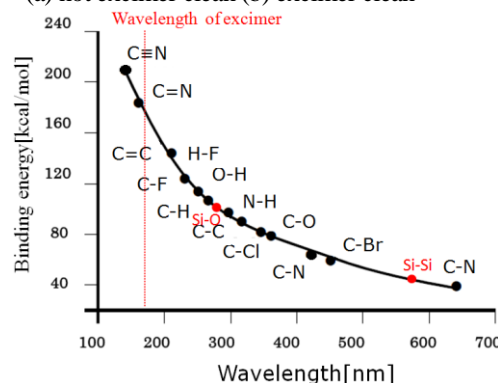


Fig.2 Binding energy of intermolecular can be cut by excimer

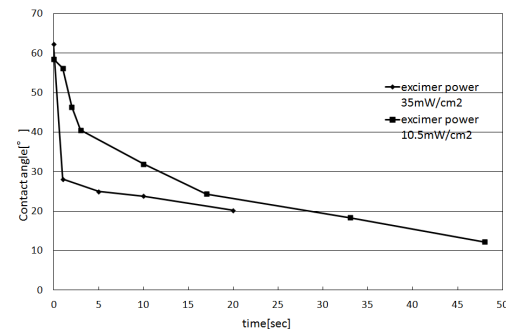


Fig.3 Contact angle of reducing excimer power in each cleaning time

1 : 日大理工・学部・子情 2 : 日大理工・院・電子 3 : 日大理工・教員・子情

以下の実験では、エキシマ光の照度を  $10.5 \text{ mW/cm}^2$  の条件で照射時間をパラメータとし微粒子作製実験を行った。

### 5. FeCuPt 微粒子構造のエキシマ光照時間依存性

エキシマ光の照度を  $10.5 \text{ mW/cm}^2$  とし、照射時間 1, 3, 10 sec にて基板を洗浄し、微粒子作製実験を行った。その表面 SEM 像を Fig. 4 に示す。SEM 像より洗浄を行うことによって粒径が小さくなる傾向がみられる。各洗浄時間の SEM 像から平均粒径  $D_{\text{AVE}}$  と分散  $\sigma$  を Fig. 5 に示す。図中に、各照射時間毎の  $D_{\text{AVE}}$  および  $D_{\text{AVE}} \pm \sigma$  値を示す。

照射時間 0 sec と 1 sec の比較から  $D_{\text{AVE}}$  は  $50.2 \text{ nm}$  から  $39.7 \text{ nm}$  に減少し、 $\sigma$  についても  $18.6 \text{ nm}$  から  $15.9 \text{ nm}$  と減少した。また、 $D_{\text{AVE}}$  および  $\sigma$  は洗浄時間が長くなる毎に減少し、10 sec において平均粒径は  $33.4 \text{ nm}$ 、分散は  $6.3 \text{ nm}$  であることが確認できた。これらより、照射時間 1 sec で基板洗浄の効果が大きく表れ、さらに照射時間と共にその効果は増大する事が明らかとなった。

次に、微細構造に対する評価として各洗浄時間毎の XRD プロファイルを Fig. 6 に示す。洗浄時間 0 sec, 1 sec, 3 sec のときは (002) ピークと共に FePt 規則合金の存在を示す超格子ピークである (001) ピークが観測されたが、10 sec のときはこれらは観測されず、(111) ピークのみが存在し微粒子形成過程に違いを生じたものと考えられる。

観測された 0 sec, 1 sec, 3 sec における (002) ピークを詳細分析したものを Fig. 7 に示す。0 sec において大きく現れていた不規則相の FeCuPt (002) に相当するピークの大きさが、エキシマ照射したいずれの場合にも著しく減少している。すなわちエキシマ光洗浄により不規則相ピーク強度を低減することができた。一方、規則相の FeCuPt (002) ピークについては、照射時間の増加と共に高角側へのシフトが見られ、対応する (001) 面間隔の減少量は照射時間 3sec において約  $1 \text{ \AA}$  である。この値は、長時間熱処理法により作成された同等の組成比における FeCuPt 連続膜規則相 (001) 面間隔の報告値  $3.62 \text{ \AA}$ <sup>[2]</sup> に近い物となった。

また、(001) 超格子ピークおよび (002) 基本ピークの積分強度比から算出した規則化度は、Fig. 8 に示すように照射時間 3sec までの範囲ではいずれの場合も 0.8 以上の値を示す。以上より、この範囲において、エキシマ光照射を行うことは、結晶粒径および分散の低減、不規則相形成の抑制に有効であるといえる。

### 6. まとめ

無洗浄時の粒径の分散に着目し、熱酸化 Si 基板表面にエキシマ光洗浄を行い FeCuPt 孤立微粒子作製実験を行った。結果、洗浄を行うことにより無洗浄よりも粒径・分散が小さいものを作製できた。さらに規則相を示す (001) ピークを観測でき、不規則相を示すピークを低減できた。

### 謝辞

本研究の一部は日本大学学術研究プロジェクト(N.プロ)及び情報ストレージ研究推進機構の助成により行ったものである。

### 7. 参考文献

- [1] A. Itoh, Y. Itoh, A. Tukamoto, K. Nakagawa, IEICE technical report. Magnetic recording, 105(167), 13, (2005).
- [2] T. Maeda, T. kai, A. Kikitsu, T. nagase, and J. Akiyama, Appl. Phys. Lett., 80, 2147, (2002)

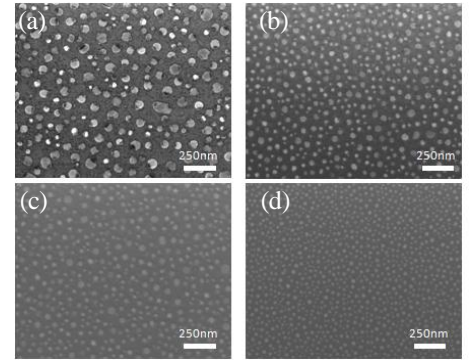


Fig.4 Comparison with each cleaning time by SEM image (a)not clean (b)1 sec (c)3 sec (d)10 sec

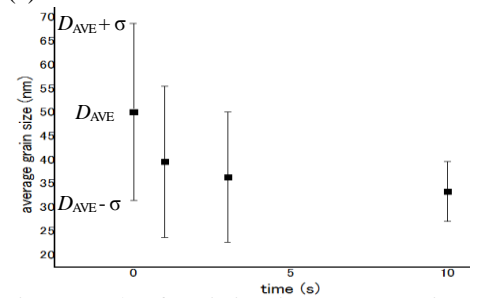


Fig.5 Result of variation in average grain size and deviation in each cleaning time

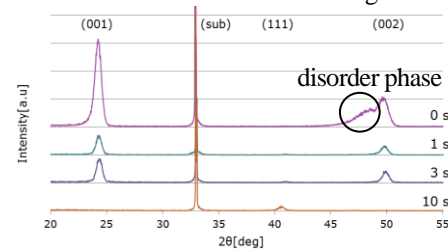


Fig.6 XRD profile of FeCuPt film by each cleaning time

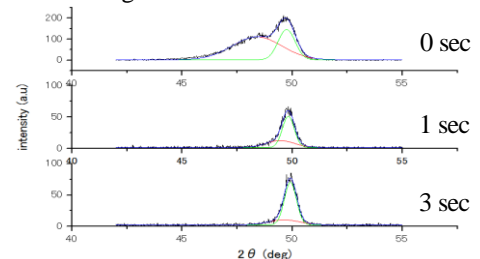


Fig.7 detailed analysis of (002) peak in each cleaning time

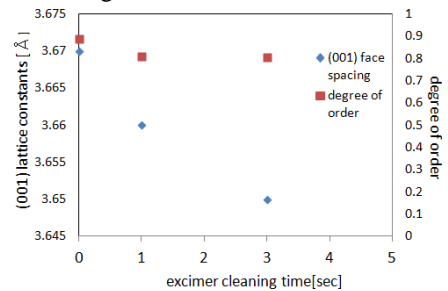


Fig.8 (001) lattice constants and degree of order in each cleaning time