

C-4

多孔質 SiO₂ ナノテンプレートによる自己集積ナノ-シリカ粒子の配列Array of Self-Assembled nano-Silica Particles with Nano Porous SiO₂ Template.○飯田勝敬¹, 諏訪部雄大², 藤井翔太², 塚本新³, 伊藤彰義³*Katsuyoshi Iida¹, Yuta Suwabe², Syota Fujii², Arata Tukamoto³, Akiyoshi Itoh³

Abstract: We already reported that the Rapid Thermal Annealing of Fe/Pt multilayers continuous films are effective to obtain perpendicularly magnetized small L1₀-FePt grains on thermally oxidized Si substrate, and also the SiO₂ substrates having Nano- structured substrates^[1]. One of them is self-assembled silica particles (SASP), and another is Nano dent array (NDA). SASP is effective to obtain increase the grain density significantly^[1], however it is not ordered array. NDA has large ordered domain ($>8.8 \times 10^5 \text{ nm}^2$)^[2]. For fabrication of SASP ordered array. NDA is used as under layer. As a result, silica particles are observed along line on NDA.

1. はじめに

我々は、超高密度磁気記録媒体の作製を目指し研究を行っている。これまでに規則的にナノ凹凸構造を有する基板上に磁性膜を作製し、急速昇温熱処理を施すことで FePt 粒子の粒子数密度が増大することを報告している^[1]。具体的には高分子ポリマーの自己組織化現象を利用した基板上に周期的な凹部を有する Nano Dent Array (以下、NDA) と、ナノ-シリカ粒子の凝集力を利用した周期的な凸部を有する Self-Assembled Silica Particles (以下、SASP) を下地として用いた。NDA は空孔配列の秩序化領域が $0.9 \mu\text{m} \times 0.9 \mu\text{m}$ 以上、空孔径 5 nm, 空孔周期 8 nm のものを作製したことを報告している^[2]。一方、平均粒径 10 nm のナノ-シリカ粒子の SASP をマスクとして熱酸化 Si 基板上にアスペクト比の高い凹凸構造の転写に成功^[3]、これは NDA に比べて FePt 粒子の粒子数密度の増大に大きく寄与している^[1]が構造の配列性が悪い。そこで SASP 作製の際下地に NDA を用いることで、ナノ-シリカ粒子の配列が改善され、FePt 粒子の粒子数密度の増大に大きく寄与する基板を作製できるのではないかと考え検討を行った。

2. 実験方法

2.1. NDA の作製手順

pH1.4 に調整した H₂O, エタノール, テトラエトキシシランを攪拌した溶液を作製, H₂O, エタノール, トリブロックコポリマー (分子量 11400) を攪拌した溶液を用意する。2つの溶液を混合, 攪拌しミセル溶液を作製する。その後親水化処理を施した Si 基板にスピコートによりミセル溶液を一樣に塗布する。スピコートの条件は立ち上がり: 5 秒間, 回転速度: 6000 rpm, 回転時間: 30 秒間である。その後 24 時間乾燥し, 熱処理を 60 °C で 10 時間, 600 °C で 5 時間行う。

2.2. SASP の作製手順

トルエン, ナノ-シリカ粒子, ポリメチルフェニルシラン(PMPS)からなるナノ-シリカ分散溶液を作製し。ディップコートにより基板上にナノ-シリカ粒子を塗布する。ナノ-シリカ溶液の条件は, 粒径 7 nm ではナノ-シリカ粒子濃度: $4.0 \times 10^{-3} \text{ wt.}\%$, PMPS なし, 粒径 10 nm ではナノ-シリカ粒子濃度: $5.7 \times 10^{-3} \text{ wt.}\%$, ナノ-シリカ粒子濃度に対する PMPS 濃度: 0.16 wt.% である。ディップコートの条件は, 温度: 26 °C, 湿度: 50 %, 基板引き上げ速度: 10 $\mu\text{m}/\text{sec}$, 基板表面と液面の間の角度を 80 °で引き上げた。ディップコート

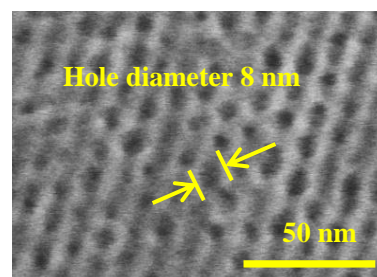


Fig.1 SEM Image of NDA with molecular weight 11400 polymer

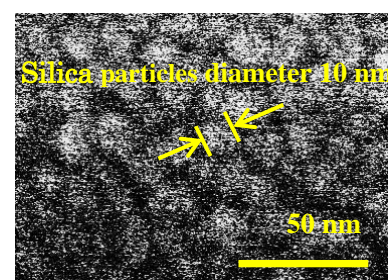


Fig.2 SEM Image of SASP with silica particles diameter is 10

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

後 90 秒間紫外線照射し, 150 °C で 10 分間熱処理を行う。

3. NDA 上に SASP を作製

3.1. シリカ粒径 7 nm の場合

空孔径 8 nm, 空孔周期 14 nm の NDA 上に粒径 7 nm のナノ-シリカ粒子を用いて SASP を作製した。シリカ溶液は単層に近い SASP が作製可能な条件である, ナノ-シリカ粒子濃度: 4.0×10^{-3} wt.%, PMPS なし^[3]とした。NDA 上にナノ-シリカ粒子を塗布することが可能である。フラットな熱酸化 Si 基板の上では観察されないナノ-シリカ粒子の直線状配列が NDA 上では Fig.3(b) のように観察された。Fig.3(b) の点線での部分は NDA の秩序化領域の境界部であり, 境界の両側でナノ-シリカ粒子の直線状配列方向が異なる。この結果より, ナノ-シリカ粒子の配列が下地の空孔配列の影響を受けたと考えられる。

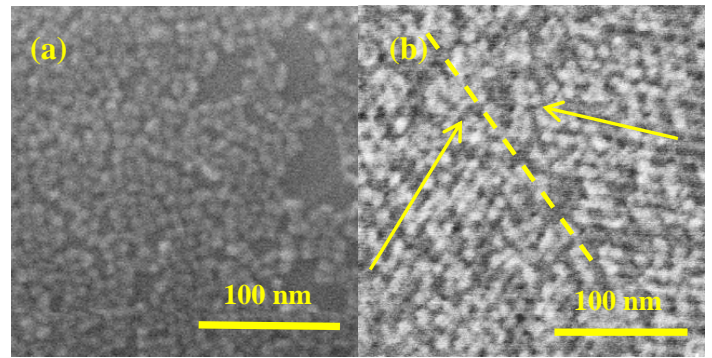


Fig.3 SEM image of SASP with silica particle diameter is 7 nm

(a) On the flat substrate (b) On the NDA

3.2. シリカ粒径 10 nm の場合

空孔径 8 nm, 空孔周期 14 nm の NDA 上に粒径 10 nm のナノ-シリカ粒子を用いて SASP を作製した。シリカ溶液はフラットな熱酸化 Si 基板上で単層の SASP が作製可能な条件である, ナノ-シリカ粒子濃度: 5.7×10^{-3} wt.%, ナノ-シリカ粒子濃度に対する PMPS 濃度: 0.16 wt.%^[3]とした。Fig.4(b) はその結果を示すが, ナノ-シリカ粒子の直線状配列は観察できない。Fig.4(a) のフラットな基盤上に塗布した場合と変わらない結果となった, 下地の空孔径より小さいナノ-シリカ粒子を塗布する必要があると考えられる。

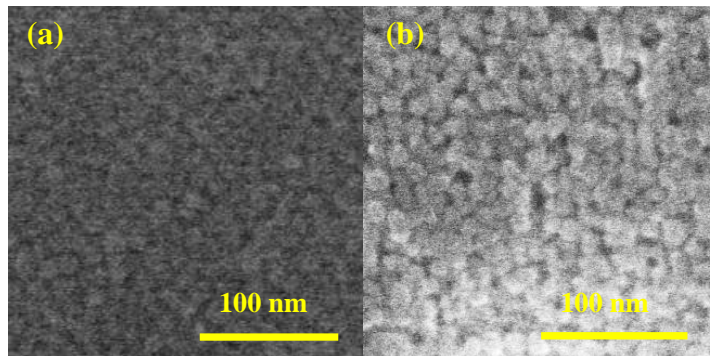


Fig.4 SEM image of SASP with silica particle diameter is 10 nm

(a) On the flat substrate (b) On the NDA

4. まとめ

NDA 上への SASP 作製では, 空孔径 8 nm, 空孔周期 14 nm の NDA 上に粒径 7 nm のナノ-シリカ粒子を塗布した場合には, ナノ-シリカ粒子の直線状配列を生じ, 下地の秩序化領域ごとに向きが異なる配列を得ることが出来た。空孔径 8 nm, 空孔周期 14 nm の NDA 上に粒径 10 nm のナノ-シリカ粒子の場合, フラットな基板の場合と変わらず直線状配列は得られなかった。以上より NDA 上に SASP を作製する場合, 下地の NDA の空孔径よりも小さい粒径のナノ-シリカ粒子を塗布することでナノ-シリカ粒子の配列を誘導できる可能性を示した。

謝辞

本研究の一部は文部科学省研究費基板研究(C) No.21560368, 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。

5. 参考文献

[1] A. Itoh, A. Tukamoto, Hybrid magnetic recording media on FePt grains and self-assembled nanostructured layers, *J.Magn.soc.Jpn*, 33, 6_2, pp507-512, (2009)

[2] 小川直人 ナノテンプレート SiO₂ 膜の秩序化領域拡大 日本磁気学会学術講演会 (2011)

[3] 藤井翔太 自己集積化ナノ-シリカ粒子膜を用いたナノ凹凸基板の作製と表面形状評価 卒業論文 (2010)