

エキシマ光照射による FeCuPt 孤立磁性微粒子の微細化

Making smaller isolated FeCuPt magnetic grains with excimer light irradiation

○小林廉¹, 今里真之², 塚本新³*Ren Kobayashi¹, Masayuki Imazato², Arata Tsukamoto³

Abstract: It is necessary to make smaller grains for high density magnetic recording media. By Rapid Thermal Annealing process, increase in frequency of grains nucleation and decrease in frequency of combined grains can form smaller grains; we consider that the excimer light has these effects. This report shows that the smaller grains can be formed in the case of the film thickness 3.75nm, with excimer light irradiation time 5 sec.

1. はじめに

数 Tbit / inch² 高密度磁気記録媒体の作製において、高い磁気異方性材料である L1₀-FePt 孤立磁性粒子の高密度化が課題となっている。磁性粒子の高密度化のためには各粒子を微細化させる必要がある。我々はこれまでに熱酸化 Si 基板上に FePt 多層薄膜を成膜し急速昇温熱処理 (Rapid Thermal Annealing: RTA) を施すことによる L1₀-FePt 規則構造を持つ孤立微粒子の形成^[1], また Cu 添加によるキュリー温度の低下^[2]を報告している。磁性微粒子の形成過程は (1) 金属が基板上で移動し不規則な結晶構造を有する粒子核が形成される。(2) その核を中心とし粒子の成長が起こり、結晶構造が規則相へと転移する。(3) 粒子が拡散し粒子同士の結合が起こる^[3]。粒子形成過程において、粒子形成の中心となる核の生成頻度の増加および粒子同士の結合の抑制が粒子の微細化をもたらすと考えられる。そこでエキシマ光を成膜前の熱酸化 Si 基板に照射し基板表面の改質を行う。エキシマ光は照射エネルギー以下の結合エネルギーを持つ分子を分断する特性から、異なる材料同士の接着力強化や不純物の除去に用いられている。我々は基板と金属薄膜の接着力強化による金属原子表面拡散長の抑制、それを利用した粒子核の生成頻度増大による粒子の微細化、さらに不純物除去による粒子サイズの均一化を期待し、検討を行った。

2. 純水滴下実験

2. 1 純水滴下実験条件

使用した熱酸化 Si 基板は Si 層の上部 300~350 nm が Si と O が結合している酸化層である。Si-O の結合エネルギーは 150.0 kcal/mol であり、それに対しエキシマ光の照射エネルギーは 166.7 kcal/mol であるため Si-O の結合を分断することができると考えられる。エキシマ光による基板表面改質効果を確認するため熱酸化 Si 基板にエキシマ光を照射後、20 μL の純水を滴下し、基板と純水のなす角度 (接触角) を測定した。照射条件は光源 - 基板間を 20 mm, 照射時間は 0 sec, 1 sec, 3 sec, 5 sec で行った。

2. 2 純水滴下によるエキシマ光基板表面改質効果の評価

Figure 1 に純水滴下による接触角の測定結果を示す。Figure 1よりエキシマ光の照射時間増加に伴い接触角の低下、つまり親水性の向上が確認できた。このことからエキシマ光の基板表面改質効果には照射時間依存性があると考えられる。

3. FeCuPt 微粒子作製

3. 1 FeCuPt 微粒子作製条件

Figure 1 からエキシマ光照射時間が長いほど基板表面改質効果が大きく現れることからエキシマ光照射時間を 5 sec とし、光源 - 基板間の距離は 20 mm とした。成膜条件は真空度約 8.0×10^{-5} Pa, 組成比 Fe₄₃Cu₁₄Pt₄₃ となるように Pt/Cu/Fe/sub. の順で成膜を行った。積層膜厚 T_s は 3.75 nm および 1.88 nm とした。RTA における真空度は 1.0×10^{-1} Pa 以下, 昇温速度は約 90 °C / sec, 目標到達温度は 600 °C とし, 目標温度到達後窒素導入による急速冷却を行った。表面形状の評価には走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM), 結晶構造の評価には X 線回折装置 (X-ray diffraction: XRD) を用いた。

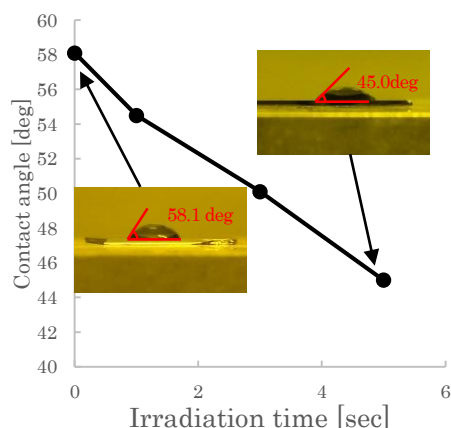


Figure 1. Excimer irradiation time dependence of the contact angle

3. 2 FeCuPt 微粒子のエキシマ光照射効果

エキシマ光照射時間を 0 sec, 5 sec とし $T_s=3.75$ nm にて FeCuPt 孤立微粒子を作製した. Figure 2.に SEM 像, Figure 3.に XRD プロファイルを示す. ただしエキシマ光照射時間 0 sec における XRD の結果は過去に同条件で作製し計測したものであり, 5 sec の結果に見られる低角側の傾きはバックグラウンドの影響が反映したものである. SEM 像よりエキシマ光を照射することで微粒子の平均粒径が 30.9 nm から 21.0 nm, 標準偏差は 4.19 nm から 2.84 nm へ減少した. 粒子数密度は 0.12 T particles / inch² から 0.36 T particles / inch² へ増加した. これはエキシマ光による基板表面改質が実効的に金属原子の表面拡散を抑制したためであると考えられる. XRD の結果からエキシマ光照射時間 0 sec および 5 sec において $L1_0$ -FePt (001), (002) ピークが観測された. しかしエキシマ光照射時間 5 sec においては Cu (111) ピークも観測された. この結果からエキシマ光照射時間 5 sec における粒子内結晶は Cu 単体の結晶と $L1_0$ -FePt 規則構造の結晶が混在していると考えられる.

3. 3 積層膜厚低下におけるエキシマ光照射効果

より微細な微粒子を作製するため $T_s = 3.75$ nm から $T_s = 1.88$ nm に低下させ, FeCuPt 孤立微粒子を作製した. エキシマ光照射時間は 0, 5 sec である. Figure 4.に SEM 像を示す. $T_s=1.88$ nm では平均粒径は約 15.3 nm から約 14.6 nm, 標準偏差は約 2.31 nm から約 2.05 nm へ減少した. 粒子数密度は約 0.71 T particles / inch² から約 0.77 T particles / inch² へ増加した. しかし $T_s = 3.75$ nm の時ほど大きな変化は見られなかった. この結果から $T_s = 1.88$ nm に低下させた場合において, エキシマ光照射時間 5 sec では基板表面改質効果は小さいと考えられる.

4. まとめ

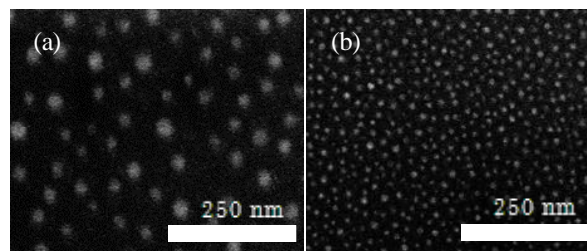
FeCuPt 孤立微粒子の微細化のため, エキシマ光による基板表面改質を行い FeCuPt 孤立微粒子の作製を行った. $T_s = 3.75$ nm において孤立微粒子の平均粒径および標準偏差の減少, 粒子数密度の増大を確認した. XRD の結果からエキシマ光照射時間 5 sec において $L1_0$ -FePt (001), (002) ピークおよび Cu (111) のピークを確認した. また $T_s=1.88$ nm における平均粒径および標準偏差の減少量, 粒子数密度の増加量は低下した. $T_s=1.88$ nm に低下させた場合において, エキシマ光照射時間 5 sec では基板表面改質効果は小さいと考えられる.

5. 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.

6. 参考文献

- [1] A. Itoh, Y. Itoh, A. Tsukamoto, K. Nakagawa, "IEICE technical report. Magnetic recording.", **105** (167),13 (2005).
- [2] A. Itoh, Y. Itoh, K. Nanba, Y. Adachi, M. Motohashi and , A. Tsukamoto, "J. Appl. Phys.", **99**, 08Q906, p.p.1-3 (2006).
- [3] H. Zeng, M. L. Yan, N. Powers, and D. J. "Sellmyer: Appl Phys.Lett." **80**, 2350, (2002).



	(a)	(b)
Average grain diameter [nm]	30.9	21.0
Standard deviation [nm]	49.1	2.84
Number density of grains [T particles / inch ²]	0.12	0.36

Figure 2. SEM image of excimer light irradiation time (a) 0sec (b) 5 sec of $T_s = 3.75$ nm and evaluation

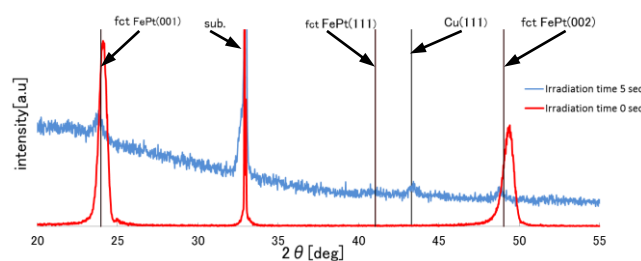
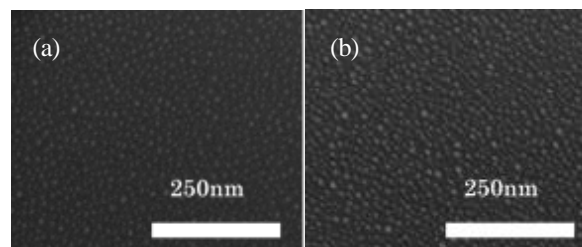


Figure 3. XRD profile of excimer light irradiation time 0sec and 5 sec of $T_s = 3.75$ nm



	(a)	(b)
Average grain diameter[nm]	15.3	14.6
Standard deviation [nm]	2.31	2.05
Number density of grains [T particles / inch ²]	0.71	0.77

Figure 4. SEM image of excimer light irradiation time (a)0sec (b)5 sec of $T_s = 1.88$ nm and evaluation