

C-1

ナノ凹部構造規則配列化領域サイズの乾燥過程依存性

Drying process dependence of domain size in regular Nano Dent Array

○田中万裕¹, 小林廉², 塚本新³

Masahiro Tanaka¹, Ren Kobayashi² and Arata Tsukamoto³

Abstract : It is necessary to make regularly arranged magnetic particles for high density magnetic recording media . Nano Dent Array is fabricated by self-assembled phenomena of micelle composed of tri-block copolymer .We expect that Nano Dent Array can set FePt magnetic particles in array fabricated positions. It is important to enlarge the area of Nano Dent Array. In this report, We reveal drying time is a contributory factor about domain size of NDA.

1. はじめに

高密度磁気記録媒体の作製において、記録密度向上のための磁性微粒子の高密度化は、基板上での粒子の規則配列化と粒子の形成ポイントの増加が重要である。我々は熱酸化 Si 基板上に Pt / Fe 多層薄膜を成膜し、急速昇降温熱処理 (Rapid Thermal Annealing : RTA),(Rapid cooling Process : RCP)を施すことにより、 L_{10} -FePt 規則構造を有するナノスケールの孤立磁性微粒子の作製を報告している^[1]。また、周期的に規則配列化したナノ凹部構造 (Nano dent Array : NDA) の作製が報告されており、これを下地層に用いることにより、孤立磁性微粒子の密度・形成位置の増加を報告している^[2]。しかしながら、NDA の凹部規則配列化方向は基板全体に一樣に配向してはならず、配列方向の異なった規則配列化領域が確認されている。孤立磁性微粒子の規則配列化・高密度化を目指すためには、下地層となる NDA の凹部規則配列方向を一樣に配向させることが重要である。本報告では、NDA の規則配列構造が作製過程における ① スピンコートによる NDA の規則配列化構造への寄与を巨視的・微視的領域での観察評価、② 図 1 に示すスピンコート後の自己集積化現象が起こる乾燥過程が、規則配列化領域サイズを拡大する要素と考え乾燥時間を変化させ NDA の作製を行った。

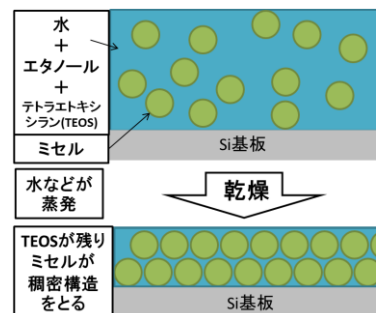


図 1 自己集積化現象のモデル図

2. 実験方法

表 1 に示すようテトラエトキシシランを含む溶液 A とトリブロックコポリマーを含む溶液 B の二つ溶液を用意する。それぞれ攪拌を行い、混合を行うことでミセル溶液を作製する。トリブロックコポリマーは分子内に親水基と疎水基を併せ持ち、疎水基が水性を嫌うため、溶液中では疎水基の会合を親水基が覆うことで球状のミセルとなる。親水化処理を施した Si 基板上にミセル溶液をスピンコートし薄膜を形成する。この時のスピンコートの条件は立ち上がり・立ち下がり時間 5 秒、回転速度 6000 rpm、30 秒間である。この時、乾燥時における図 1 の自己集積化現象に着目し、乾燥時間を **12, 24, 36, 48** 時間と変化させ乾燥を行った。さらに、熱処理を 60 °C で 10 時間、600 °C で 5 時間行うことで、ミセルが蒸発し、ナノ凹部構造が形成される。評価方法として走査型電子顕微鏡 (Scanning Electric Microscope : SEM), 光学顕微鏡を用いた。

表 1 溶液中の各含有量

溶液 A	溶液 B
エタノール : 40 ml	トリブロックコポリマー
H ₂ O(pH : 1.4) : 2.0 ml	(分子量 8400) : 1.41g
テトラエトキシシラン	H ₂ O(純水) : 2.0ml
: 4.3ml	エタノール : 34 ml

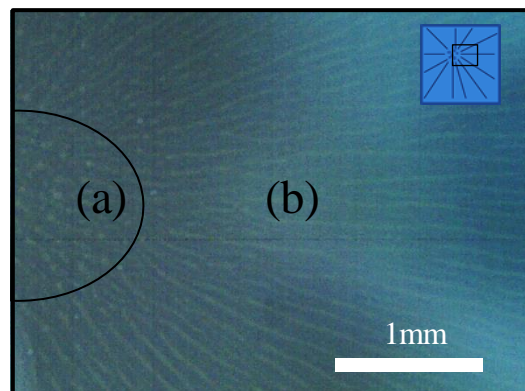


図 2 光学顕微鏡による観察像 (a)模様中心部 (b)放射状模様部

3. 結果, 考察

光学顕微鏡による NDA 観察

図 2 に作成した、乾燥時間 24 時間における NDA の光学顕微鏡像

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

を示す。観察像から (a) 模様中心部の領域ではドット状の模様が観察でき、(b) 模様中心部から 3mm の領域では放射状に線状模様が確認できた。この模様は作製過程におけるスピコート後から確認できた。(a) と (b) の模様において、NDA の規則配列化に相間があれば、規則配列化方向はスピコートに大きく影響していると考え、SEM 観察を行った。

SEM による NDA 観察

図 3, 4 に NDA の SEM 像を示す。図 3 が図 2 (a) のドット状模様部、図 4 が図 2 (b) の放射状模様部の観察像である。いずれの模様部においても同様な凹部規則配列化方向を確認した。巨視的観察による表面模様と微視的観察による規則配列化構造の相間性は見られない。以上より NDA の規則配列化構造はスピコートによる寄与は少ないと考えられる。

乾燥時間変化による規則配列領域形成の変化

規則配列領域形成の乾燥時間依存性を確認するため、スピコート後の乾燥時間を 12, 24, 36, 48 時間と変化させ作製した NDA の SEM 像を図 4~7 に示す。観察像はすべて図 2 における (b) で示す放射状領域を観察した。いずれの乾燥時間においても、 $1\mu\text{m}^2$ の領域においては規則配列したナノ凹部構造の形成を確認した。乾燥時間が 12 時間の NDA は規則配列領域サイズが最も小さい。乾燥時間を 24 時間、36 時間と増やすほど規則配列領域サイズは拡大する傾向が見られた。乾燥時間が 48 時間の NDA においては、乾燥時間が 36 時間の NDA に比べ小さい領域を確認した。要因として、乾燥時の自己集積化現象が影響しており、乾燥時間が短い段階で熱処理を行うと一つの規則配列領域サイズ小さくなるを考える。以上より、規則配列領域サイズはスピコート後の乾燥時間が寄与していると考えられる。

4. まとめ

NDA の巨視的領域でドット状・放射状模様を観察した。微視的領域観察により、いずれの模様部においても同様の NDA 規則化構造を確認した。これよりスピコートによる凹部配列への影響は少ないと考えられる。また、スピコート後の乾燥時間を増やすことにより規則配列領域が拡大する傾向が見られた。以上より乾燥時間が規則配列化領域サイズに寄与する主要な要素の一つであることを明らかにした。

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により行ったものである。

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, A. Tsukamoto: Hybrid magnetic recording media on FePt grains and self-assembled nano-structured layers. J. Magn. Soc. Jpn., 33, 507 (2009).

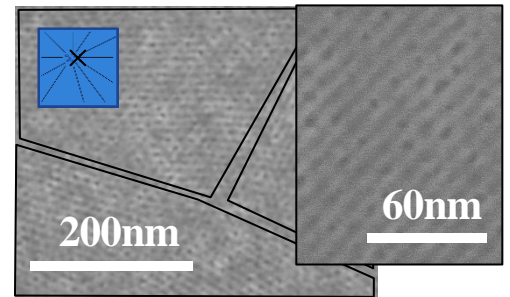


図 3 乾燥時間 24 時間における NDA の表面 SEM 像(ドット状模様部)

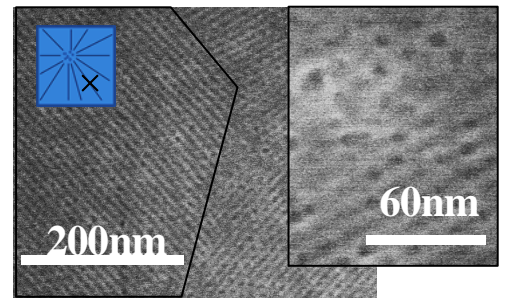


図 4 乾燥時間 24 時間における NDA の表面 SEM 像(放射状模様部)

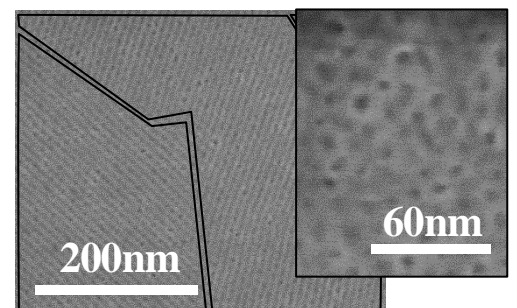


図 5 乾燥時間 12 時間における NDA の表面 SEM 像

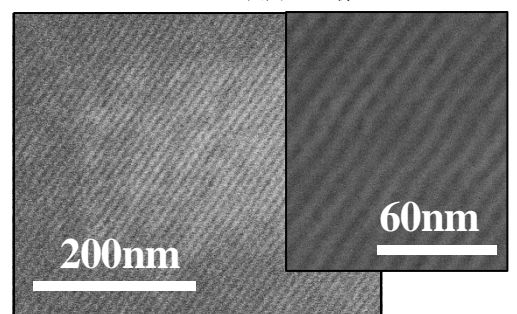


図 6 乾燥時間 36 時間の NDA の表面 SEM 像

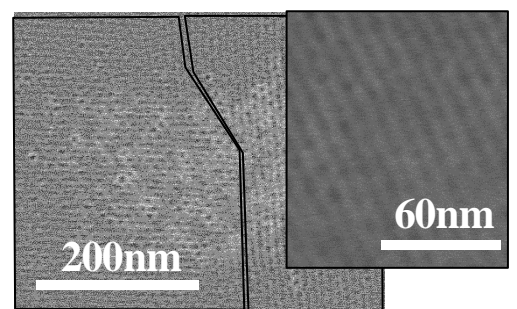


図 7 乾燥時間 48 時間における NDA の表面 SEM 像