C-17

ランプ熱処理 $L1_0$-FeCuPt 孤立微粒子群形成における膜面/基板裏面光入射方向依存性

Light irradiation direction dependence of isolated $L1_0$-FeCuPt grains formation by using lamp annealing

○田中万裕 [1]，塚本新 [2]

*Masahiro Tanaka[1], Arata Tsukamoto[2]

Abstract: For high density magnetic recording media, we researched about fabrication of isolated FeCuPt grains with the processes of rapid thermal annealing (RTA) and Rapid Cooling Process (RCP)[1], [2]. In RTA, stacked multilayers change to grains by rapid heat up. In previous reports, we irradiated infrared on to metal layers on substrates from metallic surface side. It is considered that the thin film was heated by the absorption of lamp light at metallic multi layers and Si substrate. In this report, we show that main contribution to grains formation is heating at Si substrate from comparison of fabrication with different irradiation directions.

1. はじめに

熱アシスト記録用高密度磁気記録媒体の作製に FePt 系の材料が幅広く研究されており，我々はランプ光を用いた急速昇温熱処理 (RTA)のみによる FePt および FeCuPt 孤立磁性微粒子群の作製を報告してきた[1]．本手法では集光した赤外線ランプ光による数秒間の加熱にて高い結晶磁気異方性を有する $L1_0$-FePt・FeCuPt 孤立磁性微粒子群の作製が可能である．また，RTA 後に窒素導入による急速冷却(RCP)を施すことで粒子の微細化・高密度化を報告している[2]．これらの手法による粒子の形成・結晶成長は初期積層金属膜厚・RTA プロセスに大きく依存することを確認している．しかし，依然として粒子化・結晶化のメカニズムの詳細は明らかでない．さらなる詳細な検討を行うには薄膜が如何にして加熱され粒子化・結晶化に至るかを知ることが重要であると考えた．RTA はランプ光を用いた加熱であり，実効的な加熱は金属薄膜および Si 基板が光吸収することによる加熱，厚さの違いより基板からの加熱が主であることが考えられる．これらの寄与度の検討を行うため，RTA 時のランプ光照射方向のみを変化し FeCuPt 孤立磁性粒子群の作製を試みた．

2. 実験方法

DC マグネトロンスパッタ法を用いて Pt / Fe /Cu の順で 14mm 四方の熱酸化片面研磨 Si 基板の研磨面側に成膜を行った．初期積層膜厚 1.88 nm および 3.75 nm の試料を用意した．成膜後，高真空チャンバー中で赤外線ランプを用いて約 600℃まで約 120 ℃ / sec. で急速昇温し熱処理を施した．直後,窒素導入により約 70℃ / sec. (300℃まで) の急速冷却を行った．これらのプロセスを Fig.1 に示すように，(a) 試料の成膜面側からランプ光照射，(b) 薄膜に光が当たらないように試料背面側からランプ光照射を行った．作製した試料の観察には走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM)，結晶構造解析には X 線回折装置 (X-Ray Diffraction : XRD) を用いた．

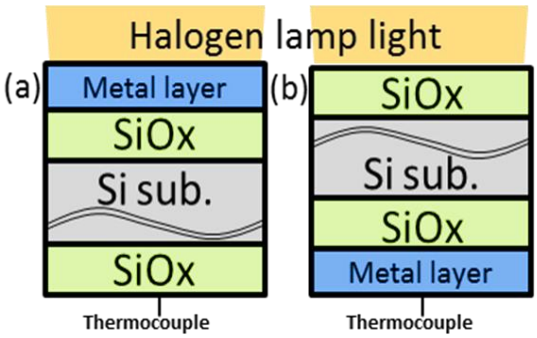

Fig.1 RTA model

3. FeCuPt 微粒子群形成におけるランプ光照射面依存性

Fig.2 に作製した各試料の基板中心付近における表面 SEM 像を示す．各試料にて孤立した微粒子群の形成を確認した．Table 1 に SEM 像より評価した平均粒径 D_a，標準偏差 S_tD，粒子数密度 N_p を示す．3.75 nm 膜厚の試料においては照射面の違いに関わらず同程度の粒子が形成しており，粒子数密度にも大きな変化は見られない．1.88 nm 膜厚の各試料においても，各値に差はあるが膜厚の減少により 20 nm 以下の微細な粒子を形成した．これより,基板からの加熱が粒子化に寄与する主加熱源であるものと考えられる．

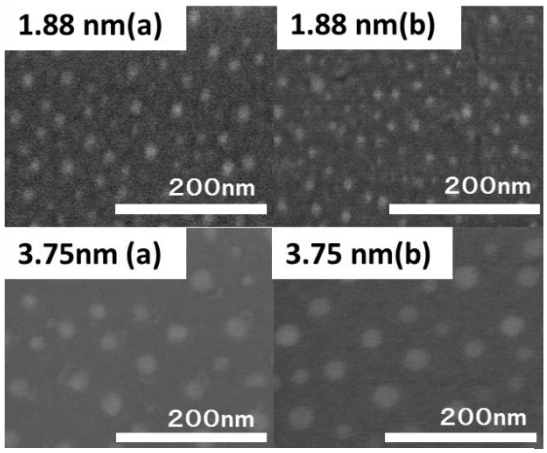

Fig.2 SEM planer view of around center of FeCuPt grains on SiOx/Si substrate.

1 ：日大理工・院(前)　2：日大理工・教員・電子

4. 形成粒子の基板位置依存性

Fig.3 に基板端部より 2 mm 付近の SEM 像を示す. Table 2 に SEM 像より得られた D_a, N_p, S_tD を示す. 基板端部においても孤立した微粒子群の形成を確認した 一方, 1.88 nm (b) の試料では基板端部付近において粒子が結合した様相を確認した. また, 他試料も中心付近とは約 20% 程度の粒径の違いを生じ, 粒子数密度は低下した. 過去の報告で到達温度, 昇温速度の違いにより粒子形態が変化することが報告されており[3], 基板中で熱分布が生じていたことで試料の中心付近と端部付近で粒子の形成に違いが生じたとが考えられる.

Table 1 Average grain diameter(D_a), Standard deviation of diameter(S_tD),areal density of grains(N_p) for isolated FeCuPt grains. of around center.

	D_a (nm)	S_tD (nm)	N_p(T particle /inch^2)
1.88nm(a)	19.5	2.4	0.38
1.88nm(b)	13.1	1.9	0.66
3.75nm(a)	27.3	5.0	0.16
3.75nm(b)	26.8	4.5	0.17

5.結晶構造評価

Fig. 4 に各試料の XRD プロファイルを示す. いずれの試料においても, $L1_0$-FePt (111)のピーク付近に回折線ピークを確認したが, ブロードなピークを示した. 測定しているのは粒子集団であることから, 種々の規則化度の粒子が形成されていると考えられる. また, Table 1 に示すように粒径, 粒子数密度に大きな違いが見られないにも関わらず, ランプ光照射面の違いで回折線ピークの位置, 強度が異なることを確認した. これらより, $L1_0$ 結晶化においても基板からの加熱が主であることを示唆し, ランプ光照射面が異なることで結晶成長には違いが生じていることを確認した.

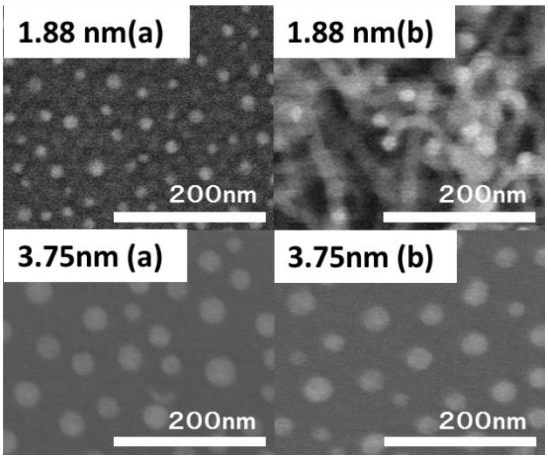

Fig.3 SEM planer view of around edge of FeCuPt grains on SiOx/Si substrate.

6. まとめ

薄膜から粒子化に至るまでの加熱が金属薄膜と熱酸化 Si 基板の光吸収による加熱であると考, これらの寄与度の検討を行うため, ランプ光照射面のみを変え実験を行った. 各膜厚の試料にて,照射面の違いに関わらず, ほぼ同様の形状・密度での粒子形成を確認した. これより, 基板からの加熱が粒子化に寄与する主加熱源であると考えられる. 一方, 詳細な結晶評価を行った結果, 照射面の違いで結晶成長が異なることが明らかとなった.

Table 2 Average grain diameter(D_a), Standard deviation of diameter(S_tD),areal density of grains(N_p) for isolated FeCuPt grains of around edge.

	D_a (nm)	S_tD (nm)	N_p(T particle /inch^2)
1.88nm(a)	16.5	2.8	0.34
1.88nm(b)	–	–	–
3.75nm(a)	32.8	4.8	0.15
3.75nm(b)	31.0	4.5	0.15

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

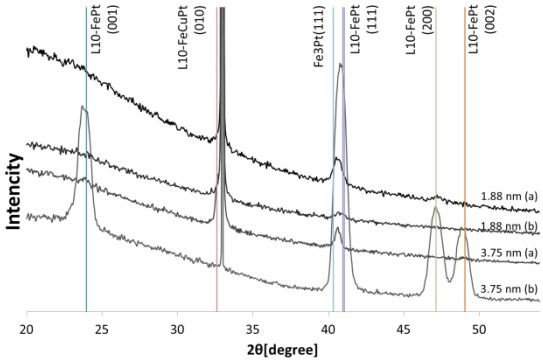

Fig.4 XRD Profile for isolated FeCuPt grains with condition (a) and (b).

参考文献

[1] A. Itoh, Y. Itoh, A. Tsukamoto and K. Nakagawa, “IEICE technical report. Magnetic recording.” , 105 (167),13 (2005)

[2] A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa, “J. Magn. Soc. Jpn. ”, 36, 62-65(2012)

[3] Tatsuya Ubana, Arata Tsukamoto and Akiyoshi Itoh, ICM2012, BG03, (2012)