C-7

急速昇降温熱処理による FePt ナノ磁性微粒子群高密度形成に向けた初期積層膜厚低減の検討

Increase in areal density and decrease in grain diameters of FePt grains with RTA by reduction of initial deposited thickness

○三吉啓介[1]，牧野哲也[2]，塚本新[3]
*Keisuke Miyoshi[1], Tetsuya Makino[2], Arata Tsukamoto[3]

Abstract: We have already reported that we fabricated isolated $L1_0$-FePt grains by rapid thermal annealing (RTA) and rapid cooling process (RCP) for high density magnetic recording media [1]. To fabricate tiny FePt grains in high areal density is necessary for higher density magnetic recording. We deposited Pt / Fe thin films of initial deposited thickness (t_s) = 0.94 nm on flat thermally oxidized Si substrate to increase in areal density and to decrease in grains diameter of FePt grains. Also, to find larger coercive force of FePt grains, the composition ratio of Pt / Fe thin films was chosen to be Fe_xPt_{100-x} (x = 62, 74 at.%). This report shows that reducing a thickness of Pt / Fe films (t_s < 1 nm) makes FePt grains form smaller size and higher areal density. Coercive force of FePt grains was changed by composition ratio. We consider that most of crystal structure of FePt grains is FePt disorder.

１．はじめに

高い一軸磁気異方性を有する $L1_0$-FePt 規則合金より形成される磁気記録粒子の微細化，高密度化が超高密度磁気記録媒体の実現において重要である．我々は平坦な熱酸化 Si 基板上に，Pt / Fe 薄膜を積層し急速昇降温熱処理 (Rapid Thermal Annealing: RTA and Rapid Cooling Process: RCP) のみを施すことより $L1_0$-FePt 孤立ナノ磁性微粒子群が形成可能であること，初期積層膜厚 t_s > 1 nm において t_s の低減により高密度かつ微細な粒子群が形成することを報告している[1] [2]．そこで更なる高密度かつ微細な粒子の形成を目的とし，これまでに検討されてきた t_s = 3.75, 1.88, 1.25 nm より薄い t_s = 0.94 nm の Pt / Fe 薄膜を積層し，RTA, RCP を施した．磁気記録の観点から，微細な粒子にて長期的に記録を保持するために高い保磁力 (H_c) を持つことも重要であり，先行研究では t_s = 1.88 nm の Fe 過多な積層組成比にて $L1_0$-FePt 規則合金由来の保磁力が現れ，$Fe_{62}Pt_{38}$ にて高い H_c (~42 kOe)の発現が報告されている[3]．これより，t_s = 0.94 nm においても高い H_c の発現を期待し，積層した Pt / Fe 薄膜は Fe 過多の組成比範囲 Fe_xPt_{100-x} (x = 62 , 74 at.%) とした．よって本報告では，t_s = 0.94 nm と t_s 低減により FePt 微粒子群の高密度化，微細化の検討及び保磁力，結晶構造の検討を行った．

２．実験方法

DC マグネトロンスパッタリング法により平坦な熱酸化 Si 基板上に t_s = 0.94 nm として，Fe 過多な組成比範囲 Fe_xPt_{100-x} (x = 62 , 74 at.%) の二層膜を積層した．次にこれらの試料に到達真空度 < 3.1×10^{-3} Pa の雰囲気下にて最高到達温度約 600 ℃，昇温速度約 100 ℃/s で RTA，窒素導入により降温速度約 -60 ℃/s で RCP を施した．作製した試料の表面形状評価には走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)，結晶構造解析には X 線回析装置 (X-Ray Diffraction: XRD)，磁気特性評価には超伝導量子干渉素子式振動試料型磁力計 (Superconducting Quantum Interference Device Vibrating Sample Magnetometer: SQUID VSM) を用いた．

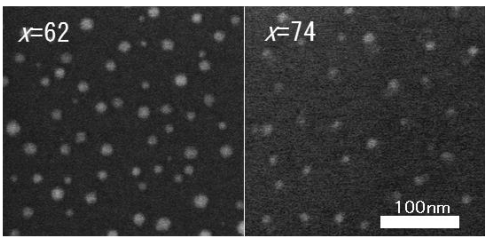

Figure 1. SEM planer view images of Fe_xPt_{100-x} grains fabricated by RTA and RCP from Pt / Fe films (x = 62, 74, t_s =0.94 nm).

Table 1. Average grains diameter (D_a), areal density of grains (N_p) for fabricated Fe_xPt_{100-x} grains.

t_s [nm]	x	D_a [nm]	N_p [T particles/inch^2]
0.94	62	12.4	0.50
	74	12.1	0.32
1.88[3]	62	18.4	0.22

３．表面形状評価

Figure 1 の SEM 像より t_s = 0.94 nm の各積層組成比において，FePt ナノ微粒子群の形成を確認した．これより t_s = 0.94 nm の Pt / Fe 薄膜においても RTA, RCP によって粒子化することを明らかにした．Table 1 に得られた SEM 像と先行研究である t_s = 1.88 nm, $Fe_{62}Pt_{38}$ より形成した微粒子群[3]の平均粒径 D_a と粒子数密度 N_p を示す．Table 1 より t_s = 1.88, 0.94

１：日大理工・学部・電子　２：日大理工・院(前)・電子　３：日大理工・教員・電子

nm を比較すると, t_s = 0.94 nm において D_a の減少, N_p の増大を確認した. 従って t_s < 1 nm である t_s = 0.94 nm においても t_s を低減することにより, 形成する粒子群の高密度化と微細化が可能であることを明らかにした. また t_s = 0.94 nm における x = 62, 74 を比較すると, D_a は同程度の値を示し, N_p は x = 62 で特に増加したことを確認した.

４．磁気特性評価

Figure 2 に t_s = 0.94 nm において作製した FePt ナノ微粒子群の室温 300 K で膜面垂直方向へ ±70 kOe の磁場印加を行い, VSM 計測した磁化曲線とそれより得られた H_c を示す. Figure 2 から t_s = 0.94 nm では, t_s = 1.88 nm, $Fe_{62}Pt_{38}$ において観測された膜面垂直方向に $L1_0$-FePt(001)由来で期待される高い H_c (典型値 ~ 42 kOe)[3]は観測されなかった. t_s = 0.94 nm において x = 62, 74 を比較すると, H_c は x = 62 でわずかに増加したことを確認した. これらの H_c 値, 傾向は先行研究とは大きく異なるため, より広範囲での組成依存性, 基板表面改質等の検討が必要あると考えられる.

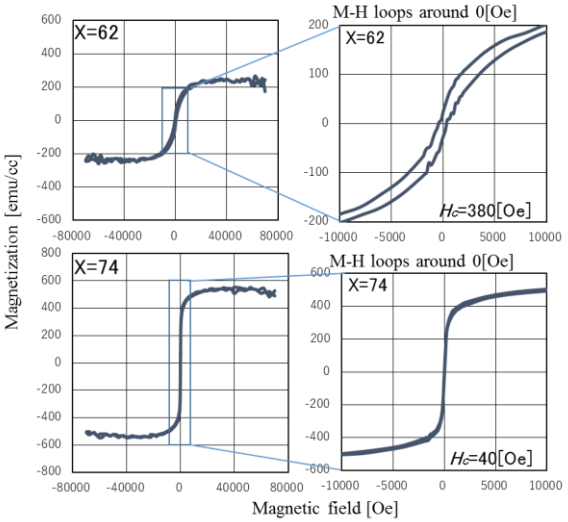

Figure 2. M-H loops for fabricated Fe_xPt_{100-x} grains at room temperature 300 K (x = 62, 74, t_s =0.94 nm).

５．結晶構造解析

Figure 3 に t_s = 0.94 nm において作製した FePt ナノ微粒子群の 2 θ - θ パターンを示す. Figure 3 より t_s = 0.94 nm のいずれの積層組成比において, 膜面垂直方向に c 軸が配向した $L1_0$-FePt 規則合金を有する微粒子にて現れる $L1_0$-FePt (001)超格子ピーク, (002)ピークは観測されなかった. しかしながら (111) 配向した FePt 不規則合金を示す 2 θ 値から $L1_0$-FePt (111)合金を示す 2 θ 値にわたる広範な回折ピークを有することを確認した. Figure 2 の磁気特性と比較すると主として不規則合金相であるが, x = 62 については多角磁化曲線形状, ヒステリシスを示す磁化が存在することから, 低規則化度の規則合金相の微粒子群も含まれていると考えられる.

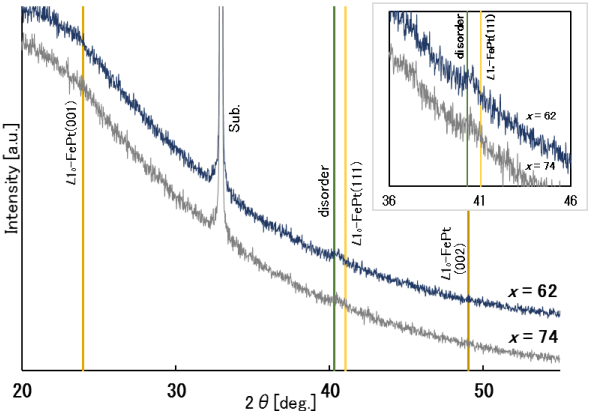

Figure 3. XRD profile for fabricated Fe_xPt_{100-x} grains (x = 62, 74, t_s =0.94 nm).

６．まとめ

t_s の低減により FePt 微粒子群の更なる高密度化と微細化を期待し, t_s = 0.94 nm の積層組成比 Fe_xPt_{100-x} (x = 62 , 74) にて微粒子群の形成を行った. t_s を低減した t_s = 0.94 nm においても FePt ナノ微粒子群の形成を確認し, t_s = 1.88 nm と比較して高密度化, 微細化が可能であることを明らかにした. 形成した粒子群の結晶構造は不規則合金相が主であったことが考えられる. また $L1_0$-FePt (001)由来の高い H_c が観測されなかったことから, より広範囲での組成依存性, 基板表面改質等の検討が必要あると考えられる.

７．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.

８．参考文献

[1] A. Itoh, Y. Itoh, A. Tsukamoto, K. Nakagawa : IEICE technical report. Magnetic recording, 105 (167),13, (2005).
[2]小笠原亜紀, 月岡純, 加藤真実, 塚本新：第 38 回 日本磁気学術講演会講演概要集, 2pA-8(2014)
[3] Masayuki Imazato, Aki Ogasawara, and Arata Tsukamoto : MORIS, Tu-P-12, (2015).