

C-9

急速熱処理 c 軸配向 $L1_0$ -FePt 合金形成に用いる Si 基板上 MgO 下地薄膜作製に向けた成膜の検討

Fabrication of MgO thin film under-layer on Si substrate used for the formation of c-axis orientated $L1_0$ -FePt alloy
By optical rapid thermal annealing

○原田裕助¹, 苗木俊樹², 三吉啓介², 塚本新³

*Yusuke Harada¹, Toshiki Naeki², Keisuke Miyoshi², Arata Tsukamoto³

Abstract: $L1_0$ -FePt ordered alloy has large uniaxial magnetic anisotropy energy. For application as magnetic recording media, it is necessary to orient themselves with their [001] axis perpendicular to the substrate surface. We have been reported that the formation of $L1_0$ -FePt, which is a candidate for high density magnetic recording media by Rapid thermal Annealing (RTA) process. An issue of RTA method is orientation control of magnetic easy axis. In this report, we found the condition that it can be deposited MgO on the silicon substrate by controlling argon gas flow rate, sputtering power and sputtering time.

1. はじめに

$L1_0$ -FePt 規則合金は高い一軸磁気異方性エネルギーを持つ材料であるため、高密度磁気記録媒体への応用に向けた検討がされている。この材料を媒体に応用するためには、ナノスケールの微粒子状態において、高い規則化度に加えて磁化容易軸を膜面垂直方向に配向制御する必要がある。これまでに我々は熱酸化 Si 基板上に成膜した Pt/Fe 薄膜に対し、急速昇温熱処理 (Rapid Thermal Annealing: RTA) を施すことにより高い磁気異方性を有する $L1_0$ -FePt 孤立ナノ微粒子群の作製を報告している^{[1][2]}。しかしながら本手法において磁化容易軸の配向制御が大きな課題となっている。一方、MgO 単結晶基板を用いて MgO と FePt の格子ミスマッチングを利用し膜面内方向への引張応力を発生させ、磁化容易軸である $L1_0$ -FePt の c 軸配向を誘導する研究が多く報告されている^[3]。本報告では単結晶基板を用いる事なく、Si 基板上に従来のドライ成膜プロセスを用いて MgO 下地薄膜を形成することにより、RTA プロセスを用いて c 軸配向した $L1_0$ -FePt 規則合金を作成することを目的としている。本報告では MgO ターゲットを用い、RF マグネトロンスパッタリング法により、Si 基板上に MgO 薄膜を成膜するための条件の検討を行った。

2. 各種実験方法

試料の作製には RF マグネトロンスパッタリング法を用い、ターゲットは MgO 焼結ターゲットを用いた。Figure 1 のように Si 基板上にカプトンテープを貼り、MgO 成膜される領域 A とカプトンテープがマスクとなり MgO が Si 基板上に成膜されない領域 B を作製した。基板温度は室温でスパッタリングを行った。各種成膜時の条件についてガス流量、成膜時投入電力、成膜時間について検討した。表面構造の観察は走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)、表面凹凸構造の評価は原子間力顕微鏡(Atomic force microscope: AFM)、結晶性の評価は X 線回折装置(X ray diffraction: XRD)で評価を行った。

2. Ar ガス流入量とチャンバー内真空度の関係

基板上での膜形成過程はスパッタリングされた原子集団の有するエネルギーや基板到達角に大きく依存し、スパッタリング時のガス圧力が重要な制御因子となる。よって、成膜時のチャンバー内真空度を制御するために、Ar ガス流量の変化に対するチャンバー内真空度をピラニゲージを用いて測定した。Ar ガス流量を 10-55 sccm まで変化させた際のチャンバー内真空度を Figure 2 に示す。10 sccm においても真空度が 0.3 Pa まで変化するため、10-55 sccm 範囲の流量にて比較的線形に 10^{-1} Pa 程度

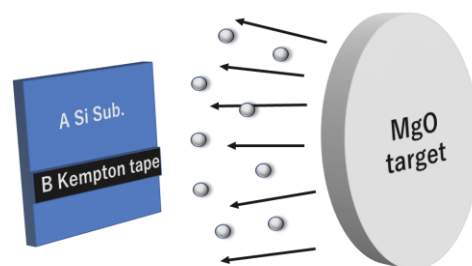


Figure 1 RF magnetron sputtering for Si substrate (A: SiSub. B: Kempton taping).

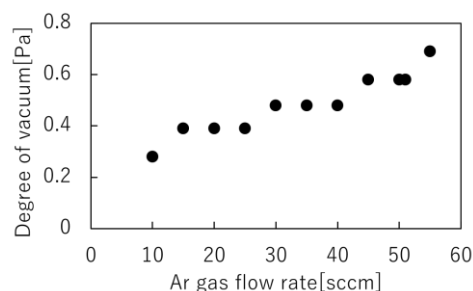


Figure 2 Ar gas flow rate dependence of the degree of vacuum in chamber.

の真空状態で制御できることが分かった。成膜状況は異なるがチャンバー内圧力が 10^{-1} Pa 程度での RF スパッタリング法による MgO 薄膜の成膜実施例があるため^[4]、チャンバー内真空度が 10^{-1} Pa の領域となる 10 sccm の Ar ガス流量を使用する実験を次に行う。

4. MgO スパッタ時の投入電力及び成膜時間依存性

Ar ガス流量 10 sccm, 投入電力 500 W とし, 成膜時間を 1800, 3600 sec. と変えて成膜を行った。二つの試料において Si 基板との輝度の違いを目視により確認した。今回の条件の中で最も MgO の膜厚が厚いと考えられる投入電力 500 W, Ar ガス流量 10 sccm, 成膜時間 3600 sec. の条件で作製した試料を SEM で観察した結果を Figure 3 に示す。カプトンテープを剥がした B 領域では比較的輝度が低く, チャージアップなく表面の構造が観察できるのに対して, カプトンテープを貼っていない領域 A では比較的輝度が高くチャージアップが起きていることを確認した。これは MgO が絶縁性を示す材料であることから, MgO が形成している領域であると考えられる。次に表面の凹凸構造を評価するため, AFM により表面構造の観察を行った結果を Figure 4 に示す。Si 基板と比較しても最大高低差及び平均粗さ (Ra) とともに変化しているが, 比較的大きな粒形状は確認できず, Ra = 0.39 nm 程度の表面凹凸であることが分かる。Ar ガス流量 10 sccm, 投入電力を 500 W, 成膜時間 3600 sec. で Si 基板上に成膜した MgO 薄膜を XRD により結晶構造解析を行った。XRD パターンを Figure 5 に示す。XRD パターンから MgO(200)付近にブロードなピークが確認されたことから MgO の成膜及び結晶化が考えられる。今後は MgO 薄膜の膜厚を推定する。また, 平坦性と結晶性を高めるための成膜・熱処理条件の検討を行う。

5. まとめ

RTA プロセスで $L1_0$ -FePt の配向誘導を目的に用いる MgO 単結晶薄膜作製に向けて, 成膜時間, 投入電力を変化させて成膜を行い, 作製した MgO の表面凹凸構造及び結晶性について評価を行った。SEM 像よりスパッタした領域にて絶縁体である MgO によるものと考えられるチャージアップを確認した, AFM 像より Ra = 0.39 nm 程度の表面凹凸構造の確認, XRD にて MgO(200)付近のブロードなピークが確認された。以上より, 本検討により Ar ガス流量 10 sccm, 成膜時間 3600 sec, 投入電力 500 W の条件にて Si 基板上に MgO 薄膜を成膜可能であることを示唆した。

6. 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および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。

7. 参考文献

- [1] Y. Itoh, T. Aoyagi, A. Tsukamoto, K. Nakagawa, A. Itoh and T. Katayama: Jpn. J Appl. Phys 43 12, 8040 (2004)
- [2] A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa, "J. Magn. Soc. Jpn.," **36**, 62-65 (2012).
- [3] O. Kitakami, *et al.*, "L1₀-FePt Films with particulate Structure" The Magnetics Society of Japan Vol.26, no, 10, (2002)
- [4] Y. Noguchi: "Influence of MgO Cap-layer on the Crystallographic Property of L1₀ Ordered Fe(Pt, Pd) Alloy Thin Film" Master thesis, Chuo University(2016)

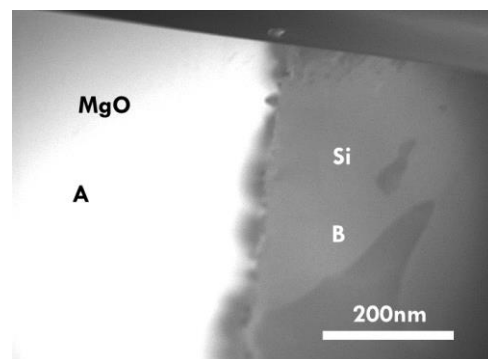


Figure 3 SEM image of sample after MgO deposition.

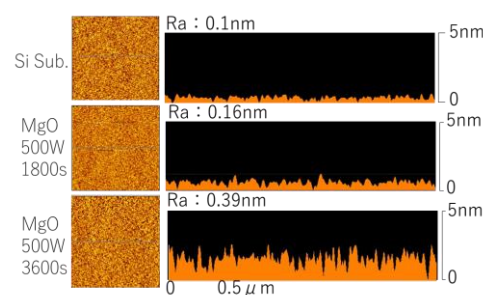


Figure 4 AFM planar view and cross sectional AFM images of each sample.

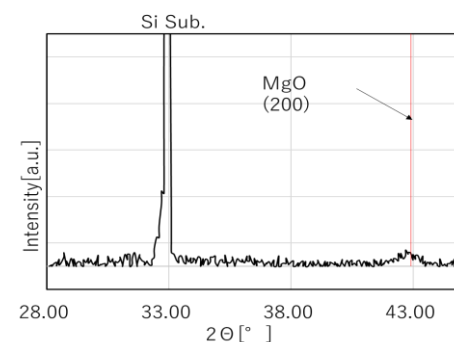


Figure 5 XRD pattern of MgO thin film on a Si substrate with an input power of 500 W, Ar gas flow rate of 10 sccm, sputtering time of 3600 sec.