

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 11 日現在

機関番号：13601

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21360148

研究課題名（和文）ナノドット構造を有する六方晶フェライト薄膜形成と高密度磁気記録用パターン媒体

研究課題名（英文）Hexagonal ferrite thin films with nano-dot structure for high density patterned medium

研究代表者

森迫 昭光 (MORISAKO AKIMITSU)

信州大学・工学部・教授

研究者番号：20115380

研究成果の概要（和文）：磁気ディスクの高密度・大容量化はデジタル情報を保存するために必要不可欠な要求である。本研究では、次世代の高密度磁気記録媒体として有望なパターン媒体に関して、化学的に安定な酸化物磁性体（フェライト）を用いて自己組織化的パターン形成法に関する基礎実験を行なった。ここでは相分離型の下地層として Al-Si 薄膜およびナノスポット構造を有する金下地に関して、微小部分の結晶化、すなわち微小部分のみの磁性体化に関する検討を行なっている。

研究成果の概要（英文）：In order to store all of the digital information in the world, HDD with huge capacity and high recording density are necessary. In this study, synthesis of a patterned media using hexagonal ferrite thin films with self assembled nano-dot structure has been tried for future high density recording media. Two under-layer, which are Si-Al layer and Au nano-dot layer have been used for the under layer of hexagonal ferrite layer. Ferrite layer is non-magnetic when it is amorphous. The crystallization temperature of ferrite layer on metal under-layer is much lower than that of non metallic under layer. The idea of this research is nano-dot crystallization of hexagonal ferrite layer with self-assembled metal nano-dot area. The MFM images show that hexagonal ferrite layer seems to be crystallized on Au nano-dot parts and other area is still amorphous and non-magnetic.

交付決定額

(金額単位：円)

|         | 直接経費       | 間接経費      | 合計         |
|---------|------------|-----------|------------|
| 2009 年度 | 10,900,000 | 3,270,000 | 14,170,000 |
| 2010 年度 | 2,100,000  | 630,000   | 2,730,000  |
| 2011 年度 | 1,300,000  | 390,000   | 1,690,000  |
| 年度      |            |           |            |
| 年度      |            |           |            |
| 総計      | 14,300,000 | 4,290,000 | 18,590,000 |

研究分野：磁気記録工学、薄膜工学

科研費の分科・細目：電気電子工学、電子・電気材料工学

キーワード：高密度磁気記録，バリウムフェライト薄膜，ナノドット，スパッタ，自己組織，ナノスポット結晶化，パターン媒体

## 1. 研究開始当初の背景

ギガビットネットワーク等に表現されるように膨大な量のデジタル情報がごく身近になりつつある。この爆発的に増加する情報

をいかに高速・高密度そして安全に保存するかが情報化社会の解決すべき問題のひとつである。

情報ストレージの主役はこれまでハード

ディスクであり、半導体メモリが格安になってきたと言っても、これからもずっと主役であり続ける事は明らかである。すなわち絶えず高密度・高信頼性の要求が HDD には課せられている。高密度化の要求を満たすひとつの手段として、一ドットに一ビットを記録するパターン化媒体が提案されている。

## 2. 研究の目的

ハードディスクにおける磁気記録方式は 1956 年以來、長い間、長手（面内）記録方式が用いられてきた。しかしながら高密度化の要求は年々増加しており、長手記録ではその反磁界の影響のため記録密度には限界があった。これに対応すべく 2004 年に垂直磁気記録方式が実用化された。この技術は東北大学岩崎先生によって発明されたものである。これによって磁気記録の記録密度は現在一平方インチあたり 500~600Gb（ギガビット）にまで高密度化されてきている。しかしながら、垂直磁気記録と言えども、高密度化に伴って記録ビットが微細化してくると、記録磁化が熱的擾乱を受け、安定に存在出来なくなると言う、いわゆる常磁性問題がある。本研究ではこれを解決し、一平方インチあたり数テラビット以上の記録密度が達成可能なパターン媒体の作製法を検討している。

パターン化にはナノインプリントや電子ビームリソグラフィ等があるが、いずれも複雑で高価な工程が必要である。

本研究の目的は自己組織化作用を利用して高密度パターン媒体を簡便に形成しようとする基礎的な研究である。

## 3. 研究の方法

### (1) 薄膜作製法

本研究では、図 1 に示すような、薄膜形成用スパッタ装置を試作した。陰極は 3 源であり多層構造の薄膜が金属、酸化物を問わず連続形成が可能な構成とした。



図 1. 試作した 3 源型スパッタ装置

### ① 薄膜構造並びにフェライト層

本研究では図 2 に示すように、下地層上にフェライト薄膜を形成し、下地層の構造によって上部フェライト層の結晶ならびに微細構造を制御しようとするものである。



図 2 二層構造

ここでは、フェライト層としてバリウムフェライトおよびストロンチウムフェライト薄膜を検討した。

### ② 下地層

Au 下地層の具体的な作製法を検討した。Au 下地層の自己組織化の条件を明らかにした。

### ③ 特性評価

得られた薄膜の磁気特性は試料振動型磁気力計を用いて評価した。結晶学的性質は X 線回折装置、表面構造は原子間力顕微鏡並びに走査型電子顕微鏡を用いて行なった。磁気的に孤立化した磁気ナノ微粒子を評価するために、図 3 に示す高分解能磁気力顕微鏡を用いて行なった。

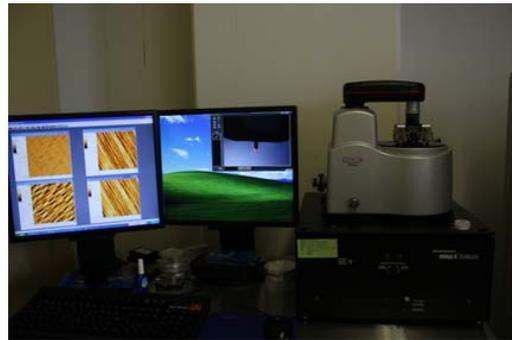


図 3 本研究で使用した高分解能磁気力顕微鏡

## 4. 研究成果

### (1) 相分離型下地層を用いた検討

本研究では下地層材料の違いによって、上部層であるフェライト層の結晶化の温度が異なる点を利用しようとしている。例えば、図 4 にバリウムフェライト薄膜の飽和磁化、そして図 5 に x 線回折ダイアグラムを示す。図 4 より、飽和磁化、 $M_s$  は 600°C 以下の熱処理ではいずれもゼロであり、非磁性体すなわち非晶質状態であることがわかる。同図からわかるように、Al 下地層では非晶質・非磁性フェライト薄膜を 650 °C 近辺で結晶化することが出来る。これは図 5 の X 線回折ダイアグラムからも明らかのように、Al 下地層上では、熱処理温度が 650°C 以上でフェライト相からの回折線、主には c 面からの回折線

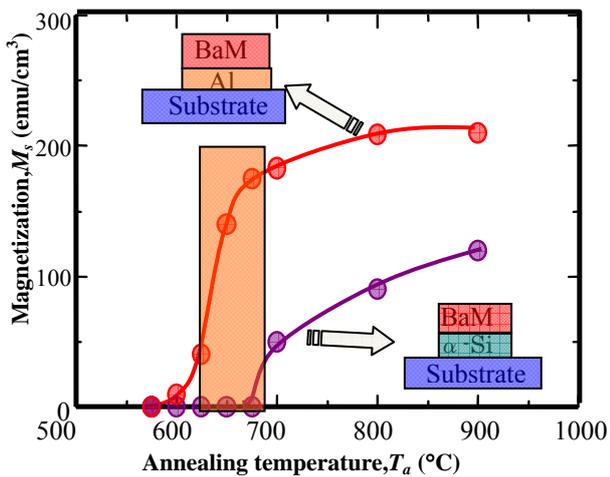


図4 AlとSi下地層におけるBaフェライトの結晶化温度

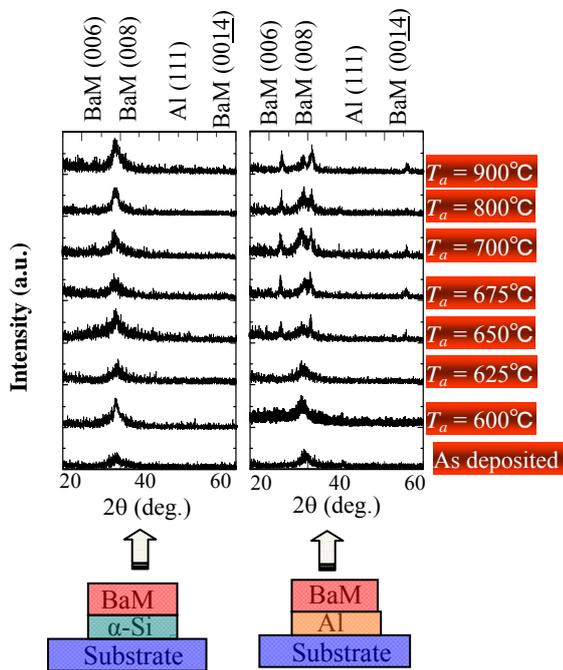


図5 AlおよびSi下地層上のBaM薄膜のx線回折ダイアグラム

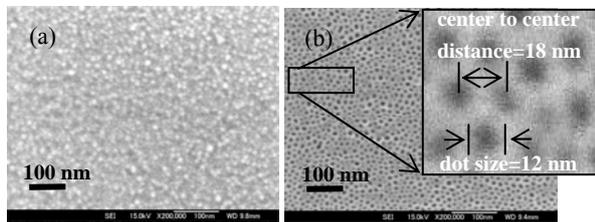


図6 Al-Si層分離合金薄膜の表面構造 (a) as prepared (b) after etched

を観察することが出来る。一方、非晶質シリコン下地層上では、結晶化(磁性体化)は

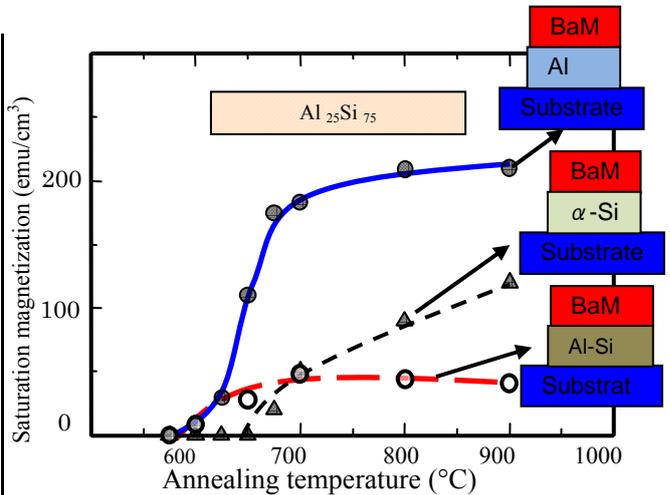


図7 各種下地層上のバリウムフェライト薄膜の飽和磁化の熱処理依存性

700 °C以上で生じる。しかしながらその値はAl下地層上のバリウムフェライト薄膜の飽和磁化と比較して約半分の値である。このことは図4からも理解出来るが、非晶質シリコン下地上のバリウムフェライト薄膜は700 °C以上の熱処理による結晶化するが、その結晶性は低く明確な回折線を観測することが出来ない。それ故、結晶構造に起因、磁気モーメント(飽和磁化)も低い値となることが理解出来る。

Al-Si薄膜はある組成範囲で相分離型であることが知られており、上記のようにAl下地部分とシリコン下地部分とに分離することが予想される。

図6は本研究で開発した相分離型Al-Si薄膜の表面構造である。同図(a)は成膜後の表面写真である。白い部分がAlのナノスポットになっている。これをより明確に示すために、リン酸によって表面をエッチング処理を施したものが同図(b)である。直径約12nmのナノドットが自己組織的に形成されていることが分かる。単純計算でこのAlナノドット上に部分的に結晶化したフェライト薄膜が形成出来れば、自己組織化下地相を用いたパターン媒体が形成可能となる。

実際に飽和磁化( $M_s$ )について評価したものが図7である。飽和磁化は600°C以上で認められ、700 °C以上でほぼ一定値となる。しかしながらその値は低いものである。同図に示すように、下地層のAl-Si層のAl組成は約25%である。よって、Alナノスポット上のフェライト層のみが結晶化しパターン媒体を構成した場合、飽和磁化は約4分の1となる。同図から計算するとほぼ50 emu/cm<sup>3</sup>であり、100%フェライト薄膜の25%の値となる。このことは、本研究の目的であるナノスポット結晶化法によるバリウムフェライト薄膜のパターン媒体が形成可能であること示唆している。

(2) 金(Au)下地を用いたナノスポット構造を有する六方晶フェライト薄膜形成

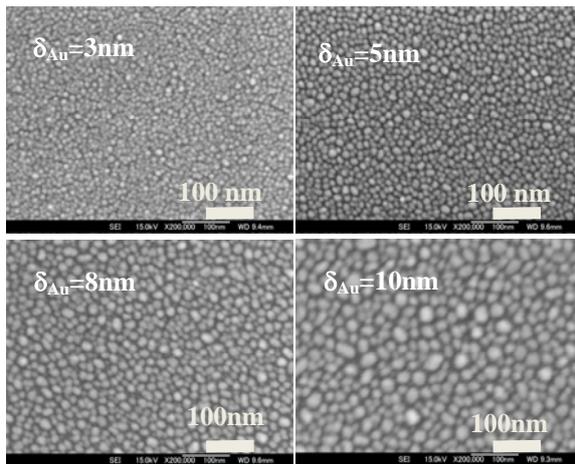


図8 金下地層の各種膜厚における表面構造

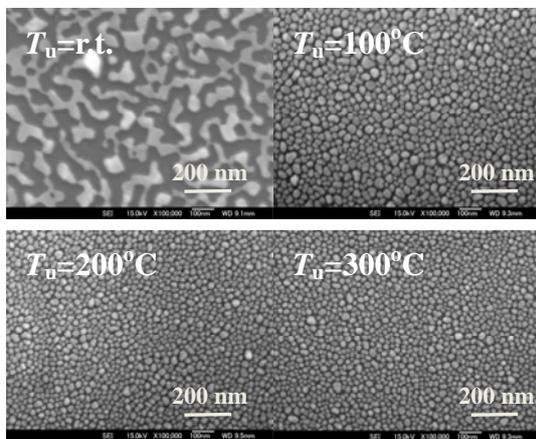


図9 各種基板温度で形成した金下地層の表面構造

これまでバリウムフェライトやストロンチウムフェライトなどの六方晶フェライト薄膜形成にはその耐熱性の観点から熱酸化シリコンウエファー(SiO<sub>2</sub>/Si)が用いられてきた。HDD基板と言う観点からはガラス基板の使用が望まれるがフェライト相の結晶化のは高温が必要であり、基板自体を加熱することが困難であった。ここでは金薄膜を用いて検討を行なったところガラス基板(コーニング社製耐熱ガラス)でも結晶化が可能であると言う画期的な成果を得た。

金(Au)薄膜の構造は基板温度やその厚みに依存した構造を示す。図8に厚さの異なるAu薄膜の表面写真を示す。厚さが10nmで約20~30nmのAuナノドットが、そして厚さを薄くするにつれてそのドットサイズが小さくなるのがわかる。

図9は厚さ10nmで基板温度が室温から300℃において形成されたAu薄膜の表面構造を示す。室温形成では島状構造であるが、

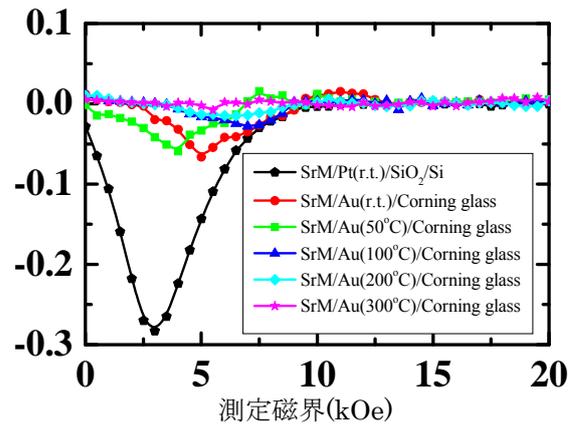


図10 各種基板温度で形成された金下地層上のストロンチウムフェライト薄膜のΔMプロット

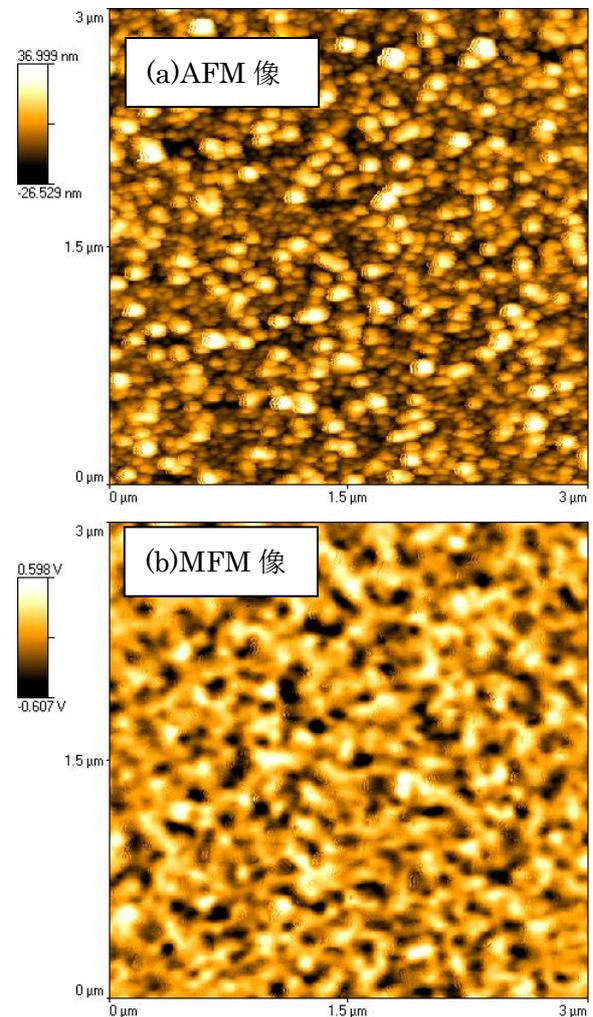


図11 金下地を用いたストロンチウム薄膜のAFM像(a)、MFM像(b)

作用していることがわかる。つまりフェライト薄膜は連続的であることを意味している。一方、金(Au)下地層を用いた場合、ΔMプロットは負の値を示すがその値そのものが減少し、Au層形成時の基板温度が200℃以上

の場合は、相互作用がほぼゼロになっている。これは、磁性粒子間において交換相互作用や静磁結合がほぼ消失したことを意味しており、高密度記録に適した一個一個の独立した粒子構造が実現されたことを示唆している。

図11は自己組織化金下地層を用いて作製した六方晶フェライト薄膜の原子間力顕微鏡(AFM)及び高分解能磁気力顕微鏡(MFM)の結果を示す。磁気力顕微鏡から、白黒のコントラストをはっきり確認できる。これは、ナノ微粒子が垂直方向に配向していることを示す。AFMとMFMイメージから、磁性ナノ微粒子が単磁区構造になっていることが確認できる。すなわち、磁氣的に孤立化した磁気ナノ微粒子が基板上に自己組織的に配列していることを確認できる。

以上、研究期間内において得られた成果を記述したが、自己組織化下地層を用いたフェライト薄膜のナノスポット結晶化法を提案し、その実現の可能性を明らかにした。実際に、パターン化の検証のため磁気力顕微鏡で観察がした結果、ある程度のナノドット化を確認することができた。今後の課題は下地層である金のナノスポットの規則化配列である。自己組織化ならびに金下地作製条件をより詳細に検討することによって、テラビット記録対応の規則的配列を実現したい。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計4件)

1. Arkom Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Underlayer dependence of microtexture, microstructure and magnetic properties of c-axis oriented strontium ferrite thin films," *Thin Solid Films*, Vol.518, No.23, 7059-7063 (2010). (査読有)
2. Arkom Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Self-assembled strontium ferrite dot array on Au underlayer," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol.322, No.14, 2042-2046, (2010). (査読有)
3. Arkom Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Fabrication, crystallographic and magnetic properties of SrM perpendicular films on Au nano-dot arrays," *Journal of Alloys and Compound*, Vol.492, No.1-2, 44-47, (2010). (査読有)
4. Arkom Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Properties of Sr Ferrite Thin Films on Al-Si Underlayer,"

IEEE Trans. on MAG Vol.45, No.6, 2587-2589(2009). (査読有).

[学会発表] (計3件)

1. 小川幸伸, 中村肇, 安川雪子, 劉小晰, 森迫昭光, "ストロンチウムフェライト薄膜の形成および磁気特性", 平成23年度電子情報通信学会信越支部大会予稿集, 9B-3, 151, (2011年10月8日).
2. 桜井貴彦, 劉小晰, 森迫昭光, "Srフェライト垂直磁化パターン化媒体の作製と特性", 平成23年度電子情報通信学会信越支部大会予稿集, 9B-4, 152(2011年10月8日).
3. Arkom Kaewrawang, Ali Ghasemi, Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "A simple method to miniaturizing high density SrM dot arrays," 第33回日本磁気学会学術講演概要集, 169(2009年9月14日).

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

森迫 昭光 (MORISAKO AKIMITSU)  
信州大学・工学部・教授  
研究者番号：20115380

##### (2) 研究分担者

劉 小晰 (LIU XIAOXI)  
信州大学・工学部・准教授  
研究者番号：10372509

安川 雪子 (YASUKAWA YUKIKO)  
信州大学・工学部・特任助教  
研究者番号：10458995