

自己組織形成強磁性ナノ細線配列の結晶配向制御法の検討 とその評価

Investigation and evaluation of the control of crystal orientation for the ferromagnetic nano wire array formed by self-organization

新宮原 正三^a, 石田 友幸^a, 永柳 衛^a, 大島 浩二^a, 清水 智弘^a,

呉 光日^a, 坂上 弘之^a, 坂田 修身^b

Shoso Shingubara^a, Tomoyuki Ishida^a, Mamoru Nagayanagi^a, Koji Oshima^a, Tomohiro Shimizu^a,

Wu Guang Ri^a, Hiroyuki Sakaue^a, Osami Sakata^b

^a広島大学, ^b高輝度光科学研究センター

^aHiroshima Univ., ^bJASRI

我々は Si (111)基板上に直接成長させた Co ナノロッド配列の結晶配向性の評価を、BL13XU の薄膜用 X 線回折装置により行った。ナノロッド配列は Si 基板上に作製した底部アモルファス層を除去した陽極酸化アルミナに電界メッキで Co を埋め込むことで作製した。Co の磁化容易軸を基板に対し垂直配向させるためには、Co を埋め込む前の Si 表面のクリーニングを行うことが有効であることを見出した。

We investigated crystalline orientation of Co column arrays grown directly on Si (111) using X-ray diffractometer at BL13XU. Nano-column arrays were prepared by Co electroplating into anodized alumina nanoholes removed bottom alumina barrier layer. Prior to Co electroplating, we found out cleaning of Si surface was important for control of crystalline anisotropy of Co column arrays.

背景と研究目的

我々は超高密度垂直磁気記録媒体への応用を目指し、陽極酸化ポーラスアルミナ(AAO)・ナノホール中に Co ナノロッドを埋め込み形成した試料を作製し、磁気特性の評価を行ってきた。これまでの実験結果から、高保磁力の Co ロッドを得るためには結晶磁気異方性の面直方向への制御が重要

であることがわかっている¹⁾。しかし、ナノホール中に埋め込まれた Co の磁化容易軸は面内方向に成長する傾向がある^{[1],[2]}。

これまでも AAO ナノホール中に埋め込んだ材料の配向性を制御する試みは行われてきたが、ナノホール底部に存在するアモルファスアルミナ層のため完全な配向成長を得ることは困難であった²⁾。そこで本研

究では単結晶基板上に底部アモルファスアルミナ層のない AAO テンプレートを作製し、単結晶基板上から Co を直接成長させることで、Si<111>//Co<0001>に配向した直径数十 nm の Co 柱配列の作製を試みた。

実験

はじめに Si(111)基板上にスパッタ堆積した Al を全て陽極酸化する。次にナノホール底部のアルミナ層の除去をリン酸ウエットエッチングにより行い、ナノホール底部に Si(111)基板が露出したテンプレートが得られた^[3]。陽極酸化時およびリン酸ウエット処理時にナノホール底部の Si 基板表面に厚さ数 nm の酸化層が形成されることが考えられる。そのため我々はホール底部の Si 表面のクリーニングを行わなかった試料、Ar イオンビームエッチングでクリーニングした試料、HF 処理によりクリーニングを試みた試料の 3 つを作製し、同一条件で Co ロッドをパルス電界メッキにより埋め込み形成した。なお、HF 処理試料については HF 処理時のアルミナ膜の溶解を抑えるため、水素雰囲気中 500 度で熱処理を行った。また、比較のため HF 処理により自然酸化膜を除去した Si(111)基板上に形成したメッキ Co 連続薄膜も作製した。配向性の評価は BL13XU の薄膜用 X 線回折装置により得られた Co(0002)と Co(10-10)の強度の比較により行った。

結果

図 1 に Ar イオンビームエッチングを行った AAO テンプレートに Co を埋め込み堆積した試料の断面 SEM 像を示す。この図

よりアルミナ・ナノホール中で Si 基板上に直接成長した直径約 40nm の Co ナノロッド配列が観察できる。表 1 に Co(0002)と (10-10)の強度比較を行った結果を示す。Si(111)上に直接成長した Co 連続薄膜に関しては無配向のカードデータと比較して強く *c* 軸配向していることがわかる。基板クリーニング無しの試料に関しては、*c* 軸配向度は非常に弱い。イオンビームエッチングを行った試料に関しては、クリーニングを行わなかった試料より *c* 軸配向度は向上したが、連続薄膜の場合ほどではない。これはエッチング残渣物が再堆積してホール底部に少量残存したためと推測される。また水素熱処理と HF 処理を行った試料では、イオンビームエッチングの場合とほぼ同程度の配向度であった。この試料において基板上に Al がエピタキシャル成長 (Al(111)/Si(111))する現象が観察された。これは水素アニールにより AAO が還元されて、Si との界面に析出したと考えられる。ポーラスアルミナ膜からの水素還元析出 Al 膜のエピタキシャル成長現象は今回初めて明らかとなった現象である。

今後の課題

ナノホール底部の Si 表面のクリーニング方法の改善を試み、Co<0001>//Si<111>ヘテロエピタキシャル成長を実現させる。具体的には超高真空中熱処理もしくは不活性ガス雰囲気中熱処理を行い AAO 膜の緻密化を行い、長時間の HF ウエット処理を行う。Ar イオンビームエッチング時の再付着物の HF ウエットクリーニングなどを検討する。またパルスメッキ条件をさらに検討

し垂直方向に単一結晶粒となるような成長条件を探索する。

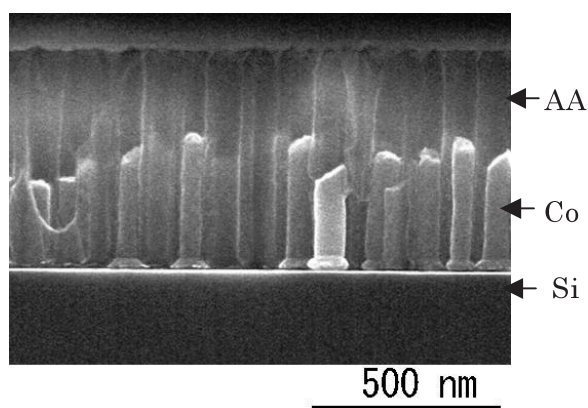


図1 底部アルミナ層のない AAO テンプレートに Co 柱を埋め込み堆積した試料の断面 SEM 像

表1 Co ナノロッド配列における Co(0002)と(10-10)の X 線回折強度比の前処理方法による相違

	I_{0002} / I_{10-10}
Card data (無配向)	1.57
Co 連続薄膜 / Si	4.04
基板クリーニング処理無し	0.21
Ar イオンビームエッチング	1.38
水素アニールと HF 処理	1.15

参考文献

- 1) S.Shingubara, K.Morimoto, M.Nagayanagi, T.Shimizu, O.Yaegashi, H.Sakaue, T.Takahagi, and K.Takase: *J.Magnetism and Magnetic Materials*, **272-276, Part2**. (2004) 1598.
- 2) H.Daimon and O.Kitakami: *J. Appl. Phys.*, **73** (1993) 5391.

論文発表状況・特許状況

- [1]T. Shimizu, M. Nagayanagi, Y. Fujii, O. Yaegashi, G. R. Wu, H. Sakaue, T. Takahagi, K. Kusaka, O. Sakata and S. Shingubara: *Transaction of Magnetic Society of Japan*,

accepted for publication.

- [2] 新宮原正三、清水智弘、特願 2004-000499 磁気記録媒体及びその製造法
- [3] 新宮原正三、清水智弘、特願 2004-068453 陽極酸化膜の製造方法