

2005年9月30日

富士通研究所 淡路直樹

### トライアルユース実施報告書

課題番号： 2005A0074-NI-np-TU

実験課題名： 斜入射 X 線小角散乱法による、FePt ナノ粒子のサイズ分布・位置相関評価

実験責任者： 富士通研究所 淡路直樹

使用ビームライン： BL19B2

実験結果：

#### 1. 目的

近年、磁気ディスクにおける記録密度の向上は著しく、記録媒体における1ビットを形成する磁気クラスタのサイズは減少の一途をたどっており、熱揺らぎ耐性の悪化が問題となっている。そのため、従来より高い磁気異方性を持つ材料が求められており、種々の材料が開発されている。その中で、磁気異方性の大きな fct 秩序相を持つ FePt が注目されている。化学合成によって作製された FePt ナノ粒子は、その平均粒径を 4~5nm に小さくすることが可能で、また粒径分布の分散を 5%程度に抑えることができるため、次世代の磁気記録媒体材料として期待されている。実用化には、強磁性相である fct 秩序相を得るための 500°C以上の熱処理においても、FePt ナノ粒子を凝集させずに均一に分散するように制御しなければならないという課題がある。今回、我々は、Si 基板上に成膜した、化学合成 FePt ナノ粒子膜の粒径サイズやその分布、粒子-粒子相関を、斜入射 X 線小角散乱(Grazing Incidence Small-Angle X-ray Scattering ; GISAXS)を用いて評価した。

#### 2. 実験

斜入射 X 線小角散乱法は、入射 X 線を試料に浅く入射することで、基板上に形成された薄膜における nm レベルの粒や空孔の平均サイズ(D)やその分散( $\sigma$ )を評価する方法である。また、この散乱に含まれる粒子間の干渉効果を解析することにより、膜中における粒子の配列に関する情報を得ることができる。今回、我々は、膜表面のラフネスに起因する寄生散乱を効率的に排除し、また粒子-粒子相関の異方性を評価するため、散乱 X 線を 2 次元的にマッピング測定することにより、散乱の全体像を把握した。

実験において、異なる成膜方法で準備された 2 つの FePt ナノ粒子膜を準備し、比較を行った。1 つは、ヘキサン中に分散された FePt ナノ粒子を Si 基板上に滴下し成膜したもの(No.1)、もう一つは同じくヘキサン中に分散した FePt を新しく開発されたスピコート法<sup>1)</sup>により成膜したもの(No.2)である。両試料とも、FePtL<sub>10</sub> 相を得るため 700°C、30min の熱処理を行った。X 線波長を 1.4 Å、モノクロ結晶面は(111)とし、ミラーの角度を 4mrad とした。BL19B2 の 6 軸回折計を用いて、試料アライメントの調整を行った。図 1 に、イメージングプレートを用いて測定した GISAXS プロファイルを示す。図 1 より、試料 No.1 では円弧状の散乱が観測されたのに対し、試料 No.2 では中央のスト

リーク状のピークの両側に、「ウイング状」の特徴的な散乱が観測された。この「ウイング状」の散乱は粒子-粒子の干渉効果に起因する散乱と考えられ、基板表面に平行な方向に出現していることから、ナノ粒子が基板表面に平行な方向に規則正しく配列していることが分かった。

定量的な議論を行うため、基板面内方向のプロファイル(図 1 中の矢印の方向のプロファイル)を、シンチレーション検出器で詳細に測定し、2 試料の比較を行った。解析モデルとして、粒子間の干渉効果を、粒子相関パラメータ $\eta$ で導入した剛体球モデル<sup>2)</sup>を用いた。解析の結果を表 1 に示す。表 1 の結果から、試料 No.1 では、粒子サイズが大きく分散も大きいことから、熱処理による凝集が見られるが、スピンのコーティングによる成膜法を用いた試料 No.2 では、700°Cの熱処理後においても、粒子サイズ均一であり、粒子が自己組織化的に整列していることが分かった。

### 3. まとめ

高記録密度媒体材料として開発されている FePt ナノ粒子薄膜の粒子サイズ及び分布、粒子相関を、斜入射 X 線小角散乱(GISAXS)法を用いて評価した。新しく開発されたスピンのコーティング法で成膜した試料で、基板表面に平行な方向に粒子相関に起因する散乱を見出した。解析の結果、この方法で成膜することにより、700°Cの熱処理後においても粒子サイズを均一に保ち、自己組織化的に粒子を配列させることが可能であることが分かった。

### 4. 謝辞

BL19B2 における小角散乱実験に関して、ご協力いただきました産業利用推進室の佐藤真直様、広沢一郎様、産業利用促進コーディネーターの古宮聰様、並びに実験に関係された方々に深く感謝いたします。

### 5. 参考文献

- 1)H.Kodama et.al, Appl.Phys.Lett. 83 (2003) 5253
- 2)J.S.Pedersen, J.Appl.Cryst. 27 (1994) 595

表 1. GISAXS の解析結果

Sample	D (nm)	$\sigma$ (nm)	$\eta$
No.1	5.71	1.45	0.005
No.2	5.42	0.51	0.176

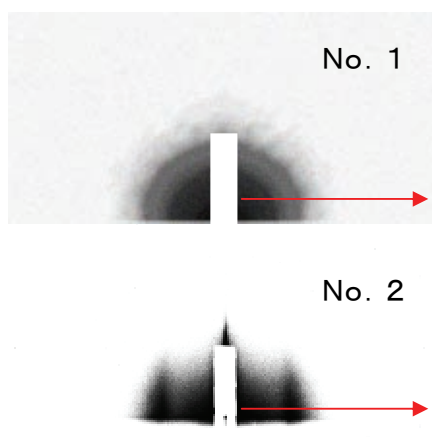


図 1. FePt ナノ粒子膜の GISAXS プロファイル。  
No.1 は滴下法、No.2 はスピコートにより作成した試料。