

## ナノテク・部材イノベーションプログラム

## 「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」

研究開発成果・実用化の見通しについて  
(中間評価)(公開)共通基盤技術 研究開発項目①  
複合化金属ガラスによる  
硬磁性・ナノ構造部材技術

## 説明内容

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
  - 研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製
  - 研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)
  - 研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

### 5. 実用化の見通し

## 1. 研究開発背景

### データストレージ技術および記録密度のロードマップ

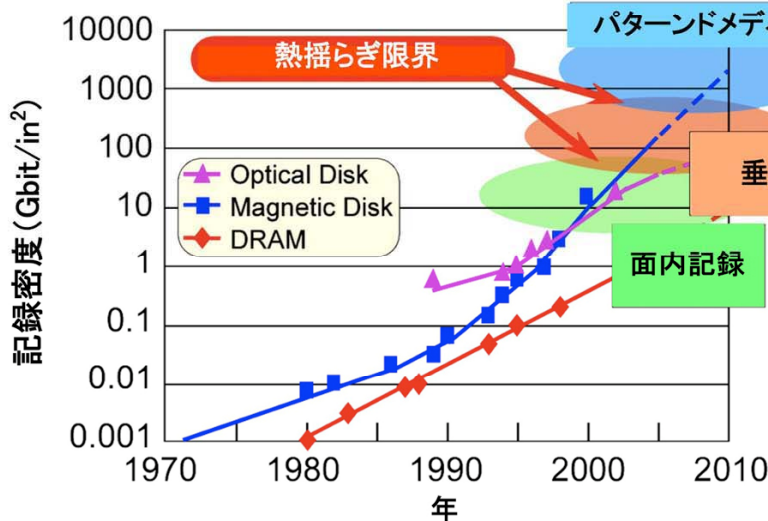


図4 パターンメディア

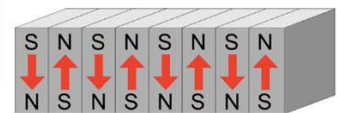


図3 垂直記録



図2 面内記録

■ 研究目的  
 金属ガラスを用いることにより、次世代の高密度磁気記録媒体技術として有力視されるパターンメディアの作製技術を開発する

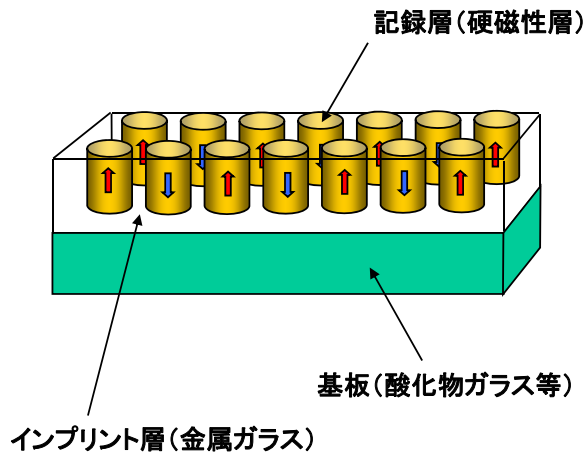
# 1. 研究開発背景

事業原簿 p. III-5

## 複合化金属ガラスを用いた製品化イメージ

資料 6-1-1

### 次世代高密度磁気記録媒体 (2 Tbit/in<sup>2</sup>のハードディスク)



#### インプリント裏打ち層

- ・ 金属ガラス層へのインプリント加工



超高密度パターン成形

- ・ 軟磁性裏打ち層による磁気記録特性向上

+

#### 記録層

- ・ 硬磁性層による磁気記録特性の付与

# 説明内容

資料 6-1-1

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術 (金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術 (インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

### 5. 実用化の見通し

## 2. 目標値および開発体制

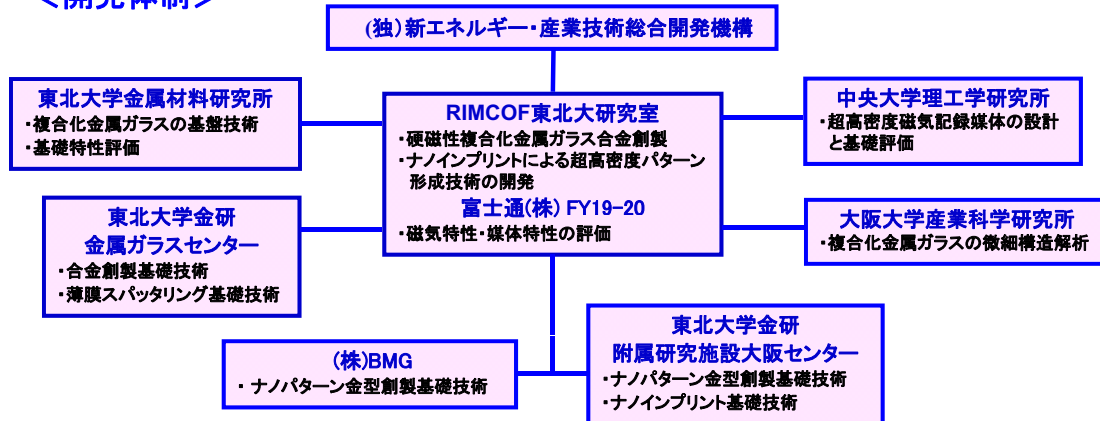
事業原簿 p. II-4

資料 6-1-1

### <目標値>

区分	開発項目	中間目標	最終目標
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界10 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度	異方性磁界15 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度
	金型創製	ドット径 16 nm ドットピッチ 33 nm	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm
	インプリント	ドット径 16 nm ドットピッチ 33 nm	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm
実用化技術	磁気記録媒体の試作	記録密度600 Gbit/in <sup>2</sup>	記録密度2 Tbit/in <sup>2</sup>

### <開発体制>



2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

7/64

## 説明内容

資料 6-1-1

### 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
  - 研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製
  - 研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)
  - 研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し

2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

8/64

## 研究開発項目①-1

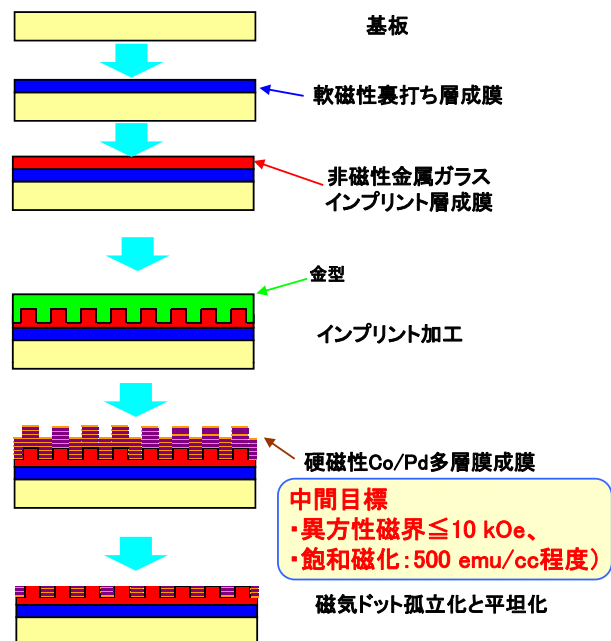
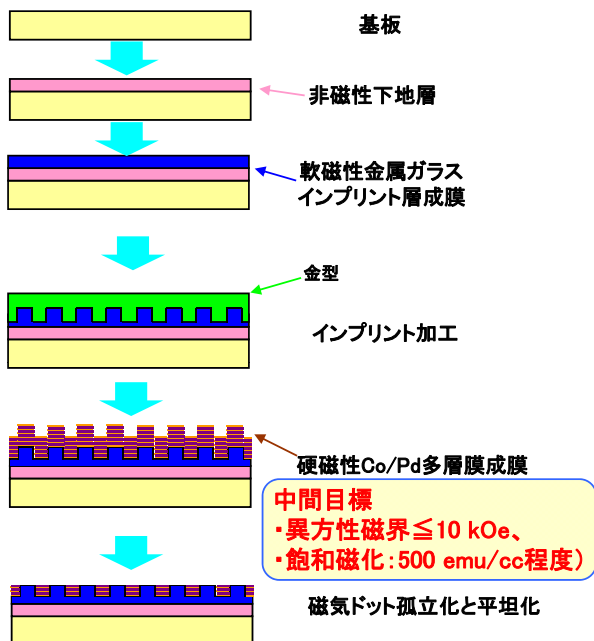
### 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

1. 想定される部材創製プロセス
2. 硬磁性記録層の成膜
3. 金属ガラスインプリント層の成膜
4. 軟磁性裏打ち層の成膜
5. 複合積層膜の成膜
6. 成果のまとめと目標達成状況

## 想定される媒体構造

### 第1案 (構造特許出願中)

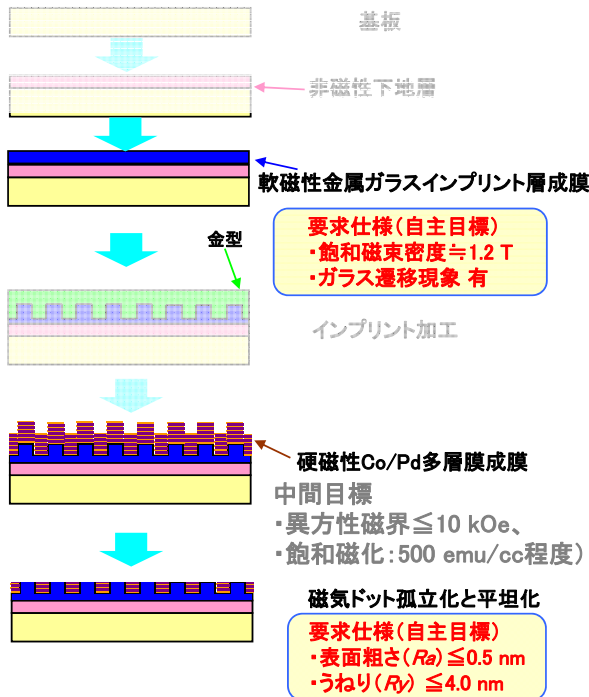
### 第2案 (構造特許出願中)



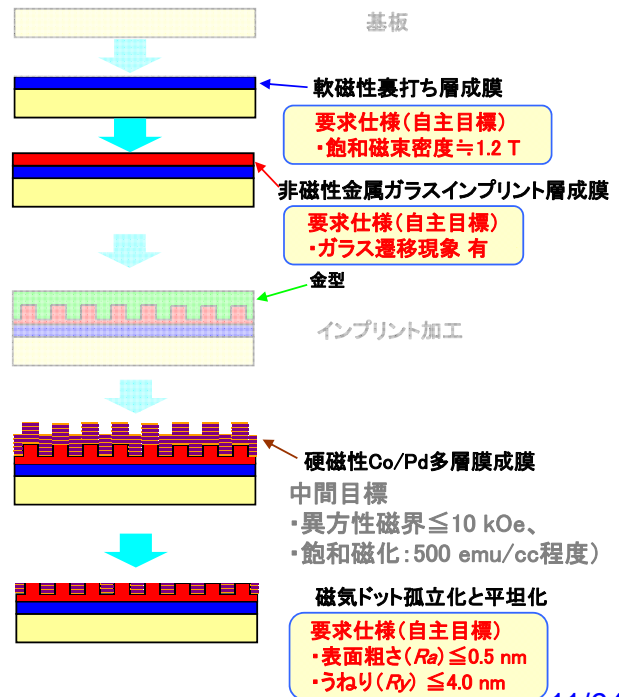
# 3. 研究開発成果

## 想定される媒体構造

### 第1案 (構造特許出願中)



### 第2案 (構造特許出願中)



# 3. 研究開発成果

## マグネトロンスパッタリング (MGS) 装置

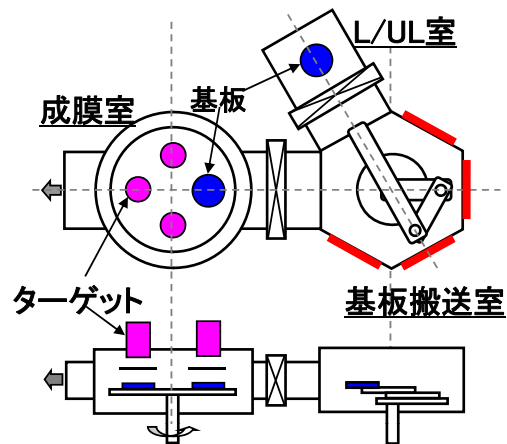
### <MGS装置外観>



### <MGS装置特徴>

- ・ 平行平板型スパッタダウン方式、
- ・ 軟磁性MG膜、非磁性MG膜、硬磁性膜の成膜が可能 (大気開放不要)
- ・ 基板逆スパッタ機能有り (RF電源)
- ・ インプリント加工装置と接続可能 (プランクフランジ 4個)

### <MGS装置概略>



1. 成膜速度が速い
2. 表面平坦性に優れた膜を形成
3. 単純な組成、構造の成膜に適する

↓  
硬磁性記録層の成膜

# 3. 研究開発成果

## 硬磁性膜の成膜結果 -1

<硬磁性膜の選定>

記録層の熱的安定条件

$$K_u \cdot V / k_b \cdot T = (1/2) \cdot H_k \cdot M_s \cdot V / k_b \cdot T \geq 60$$

異方性磁界:  $H_k$ , 飽和磁化:  $M_s$ , ボルツマン定数:  $k_b$ , 温度:  $T$

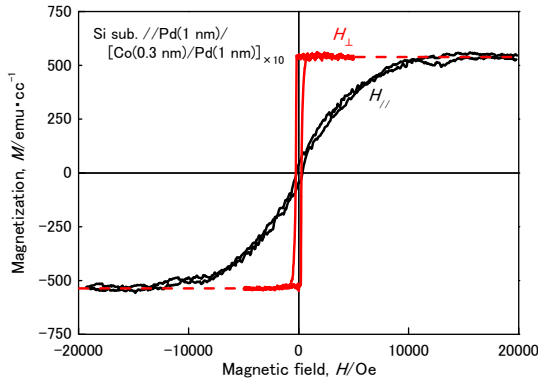
ドット体積

磁気ドットの径を16 nm、アスペクト比1と仮定し飽和磁化を500 emu/ccとすると、**熱安定性を確保する異方性磁界( $H_k$ )は3.1 kOe以上と見積もられる。**

⇒ **ドット体積(寸法)に応じて異方性磁界を3.1~10 kOeに調整必要** (飽和磁化を固定した場合)

**Co/Pd多層膜**

膜構造での異方性磁界の制御が可能<sup>1,2)</sup>



実験より得たCo/Pd積層膜のM-H曲線

	異方性磁界 [kOe]	飽和磁化 [emu/cc]
目標	≤ 10	≒ 500
結果	7.2 (ベタ膜)	540

**異方性磁界、飽和磁化: 目標達成 (ベタ膜)**

異方性磁界と膜構造の関係評価が必要

1) P. F. Carcia: J. Appl. Phys., 63(1988)5066.

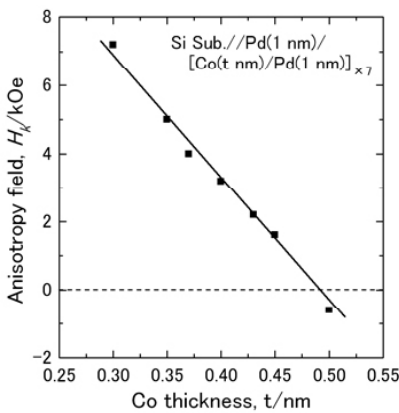
2) S. Tsunashima, M. Hasegawa, K. Nakamura and S. Uchiyama: J. Magn. Magn. Mater., 93(1991)465.

# 3. 研究開発成果

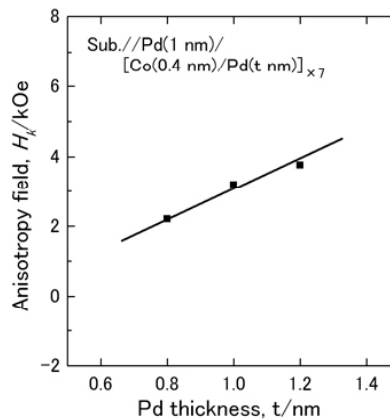
## 硬磁性膜の成膜結果 -2

<膜構造と異方性磁界( $H_k$ )の関係>

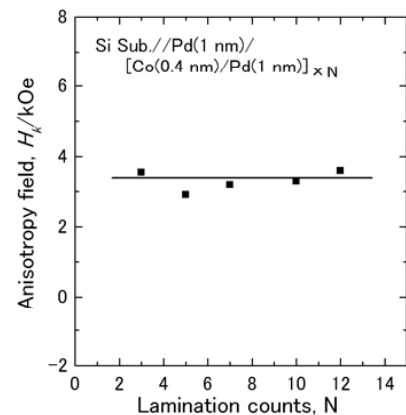
$H_k$ とCo膜厚の関係



$H_k$ とPd膜厚の関係



$H_k$ とCo/Pd積層数の関係



・異方性磁界: Co膜厚と反比例, Pd膜厚と比例関係にありCo/Pdの積層回数に依存しない。

・90 nm径ドットでは10~20 kOeで磁化反転を確認。

**ドット体積に応じた異方性磁界へ調整が可能→中間目標および自主目標を達成!**

## 3. 研究開発成果

## 非磁性金属ガラス膜の成膜

<非磁性金属ガラスの合金選定結果>

広い過冷却液体域を有する合金 ⇒ 熱的安定性 高 (結晶化の抵抗力 大)



ナノレベルの微細パターン成形の可能性あり

金属ガラス形成組成	ガラス遷移温度, $T_g$	過冷却液体域, $\Delta T_x$	臨界直径, $d_c$
$\text{Pd}_{42.5}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{7.5}\text{P}_{20}$ <sup>1)</sup>	303 °C	82 K	72 nm
$\text{Zr}_{55}\text{Al}_{10}\text{Ni}_5\text{Cu}_{30}$ <sup>2)</sup>	410 °C	90 K	30 nm
$\text{Cu}_{42}\text{Zr}_{42}\text{Al}_8\text{Ag}_8$ <sup>3)</sup>	432 °C	75 K	12 nm

⇒ 但し、極めて安定なPd基金属ガラスは成膜困難と予想されるPを20 at.%含有

ターゲット材質 {

- ・ 結晶 : 相によって原子間の結合性に差
- ・ 金属ガラス : 組成揺らぎがなく、原子間の結合力は強い

⇒ 金属ガラスでは、Pを含んだ安定なクラスタのまま基板に成膜される可能性有り

⇒ “P”を含む金属ガラス薄膜成膜の可能性有り

1) A. Inoue, N. Nishiyama and H. Kimura: Mater. Trans. JIM, 38(1997)179.

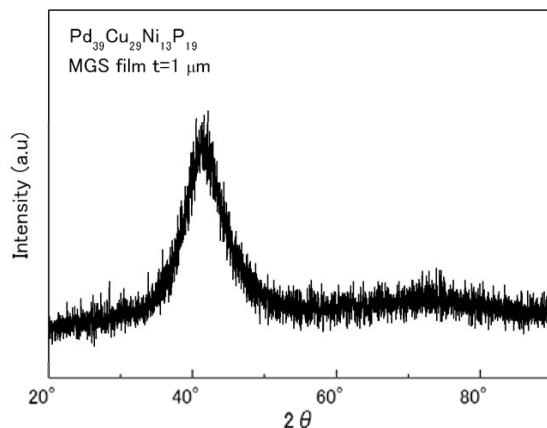
2) A. Inoue and T. Zhang: Mater. Trans. JIM, 37(1996)185.

3) W. Zhang, Q. Zhang, C. Qin and A. Inoue: Mater. Sci. Eng., B148(2008)92.

## 3. 研究開発成果

## 非磁性Pd基金属ガラス膜の成膜結果 (MGS法) -1

<相同定評価結果>



<表面性状評価結果>

粗さ=0.23 nm, うねり=2.4 nm

1 μm

<組成分析結果 (ICP) >

	Pd	Cu	Ni	P
目標組成	42.5	30	7.5	20
薄膜試料	39	29	13	19

・ Pを19 at.%含有

⇒ 目標組成との組成ずれ:  $\leq 3.5$  at.%

・ 表面平坦な緻密膜

粗さおよびうねりの自主目標達成

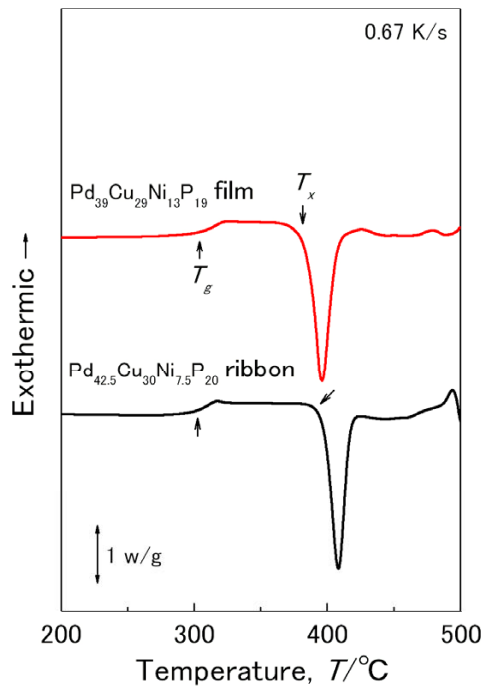


### 3. 研究開発成果

#### 非磁性Pd基金属ガラス膜の成膜結果 (MGS法) -2

資料 6-1-1

<熱的性質評価結果>



	$T_g$ [°C]	$T_x$ [°C]	$\Delta T_x$ [°C]
MGS法で作製した薄膜 $Pd_{39}Cu_{29}Ni_{13}P_{19}$	302	385	83
液体急冷リボン $Pd_{42.5}Ni_{7.5}Cu_{30}P_{20}$ (目標組成)	301	397	96

- ・ 明瞭なガラス遷移現象確認
- ・ 80 °C以上の大きな過冷却液体域



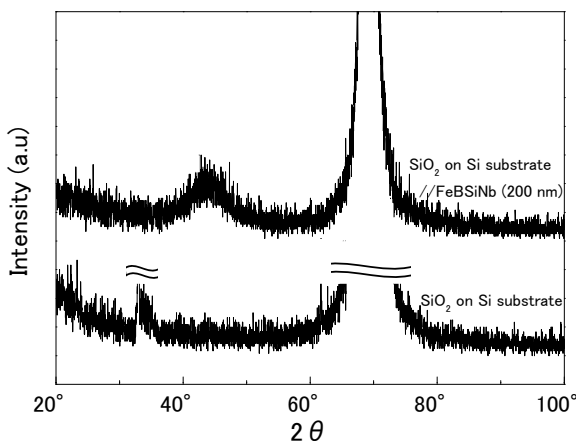
インプリント加工条件の最適化による  
加工性向上可能

### 3. 研究開発成果

#### 軟磁性金属ガラス膜の成膜結果 (MGS法) -1

資料 6-1-1

<相同定評価結果>



<表面性状評価結果>

粗さ=0.23 nm, うねり=2.4 nm

1 μm

<組成分析結果 (ICP) >

	Fe	B	Si	Nb
目標組成	72	20	4	4
薄膜試料	75	18	4	3

ドロップレット生成のない  
表面平坦な緻密膜  
 $R_s$ および $R_p$ の要求達成

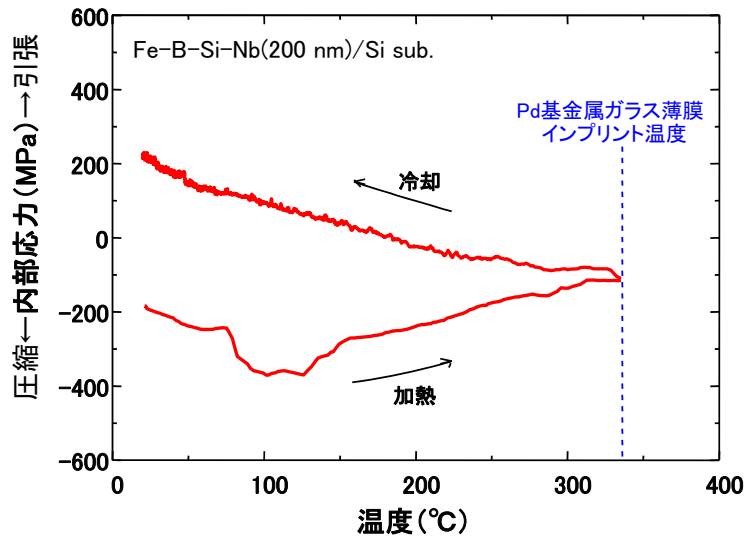


軟磁性裏打ち層へ適用可能

### 3. 研究開発成果

#### 軟磁性金属ガラス膜の成膜結果 (MGS法) -1

<インプリント前後の内部応力変化>



- ・インプリント前後で膜内の残留応力が異なる  
圧縮応力 200 MPa ⇒ 引張応力 200 MPa
- ・ドットあるいはホール金型によるインプリント  
⇒ ミクロな領域での応力分布：???



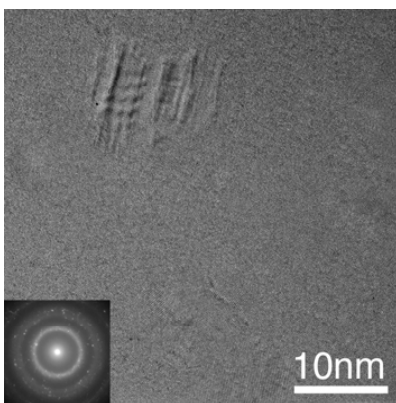
インプリント前後の磁気特性  
磁わいにより変化する可能性有り

### 3. 研究開発成果

#### 軟磁性金属ガラス膜の成膜結果 (MGS法) -3

(Co<sub>0.935</sub>Fe<sub>0.065</sub>)<sub>85</sub>B<sub>15</sub>非晶質膜 : 磁わい  $\lambda \approx 0$ , 飽和磁束密度  $B_s = 1.32$  T (液体急冷試料)

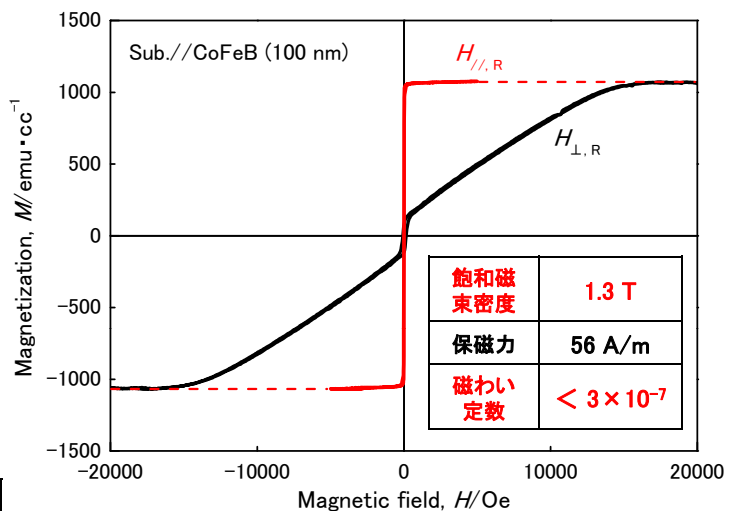
<相同定評価結果>



<組成分析結果 (ICP)>

	Co	Fe	B
目標組成	79.5	5.5	15
薄膜試料	80	5	15

<磁気特性評価結果>

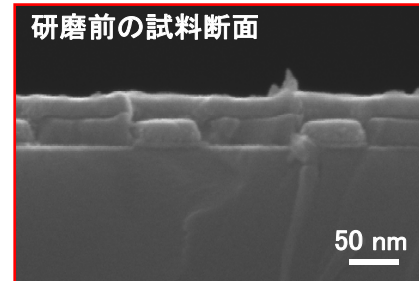
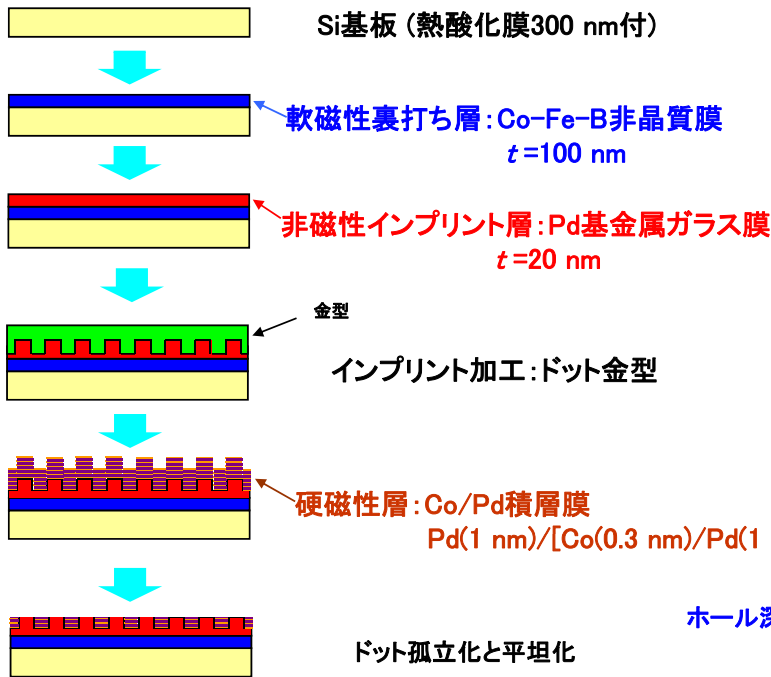


面内磁化膜, 磁わい  $\approx 0$ , 飽和磁束密度 要求達成。  
軟磁性裏打ち層として適用可能

### 3. 研究開発成果

#### 積層複合膜 作製工程

資料 6-1-1



↑  
ホール深さにより積層数を調整

### 3. 研究開発成果

#### 成果のまとめと目標達成状況

資料 6-1-1

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界10 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度	<ol style="list-style-type: none"> <li><b>硬磁性記録層</b> ・Co/Pd積層膜(ベタ膜)にて、異方性磁界7.2 kOe、飽和磁化=540 emu/ccを確認。ドット径90 nmでは10~20 kOeで磁化反転(MFM)の評価結果)を確認し中間目標を達成。 ・膜構造の調整による異方性磁界の制御が可能であることを確認。</li> <li><b>軟磁性裏打ち層</b> ・インプリント加工が可能なFe-B-Si-Nb系金属ガラス膜、磁わいの影響を受けないCo-Fe-B系ナノ結晶分散型非晶質膜を作製し、飽和磁束密度1.2 Tを確認し自主目標を達成。 ・表面平坦な緻密膜で<math>R_s=0.5</math> nm、<math>R_y=4.0</math> nm以下を確認し自主目標を達成。</li> <li><b>非磁性インプリント層</b> ・Pd基、Zr基、Cu基金属ガラス膜を作製し、明瞭なガラス遷移現象の発現を確認。何れの膜も<math>R_s=0.5</math> nm、<math>R_y=4.0</math> nm以下を確認し自主目標を達成。</li> <li><b>積層複合膜</b> ・各層を積層させた媒体成立性評価試料を作製。</li> </ol>	◎
	金型創製	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm		
	インプリント技術	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm		

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

### 5. 実用化の見通し

## 3. 研究開発成果

### 研究開発項目①-2-1

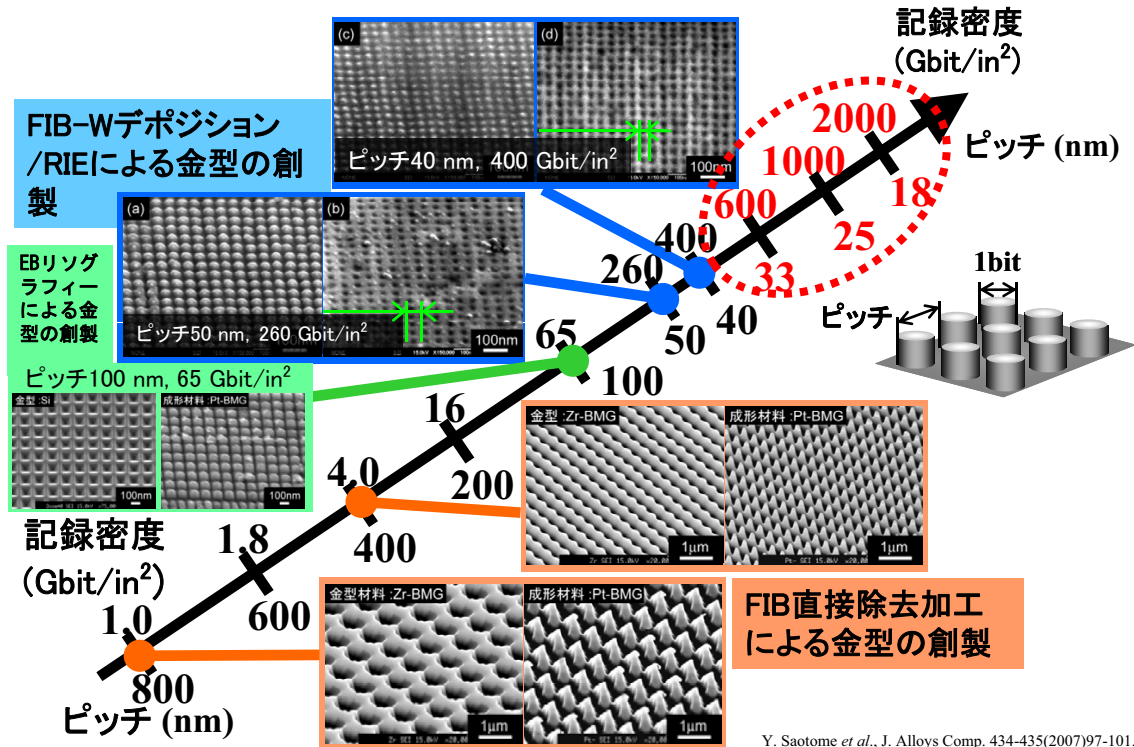
#### 金属ガラスによる超高密度パターンの形成技術(金型創製)

1. 想定される部材創製プロセス
2. 金型材料の選定
3. 集束イオンビーム(FIB)による直接除去造型
4. FIBデポジション+ドライエッチング加工による造型
5. 成果のまとめと目標達成状況

### 3. 研究開発成果

#### 想定される部材創製プロセス

資料 6-1-1



Y. Saotome et al., J. Alloys Comp. 434-435(2007)97-101.

### 3. 研究開発成果

#### 想定される媒体構造と目標

資料 6-1-1



## 3. 研究開発成果

## 金型材料の選定

資料 6-1-1

インプリント用金型候補材料と諸特性

素材	Si			GC グラシー カーボン	DLC ダイヤモンド ライクカーボン	SiC	SiO <sub>2</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>2</sub>	Pd基金属ガラス		
	柱状晶	単結晶	多結晶						ガラス 固体	過冷却 液体	結晶 固体
熱膨張係数 (10 <sup>-6</sup> /K)	3.34	3.43	3.33	2.6	2.4	4.3	0.5	3.1	17.0	27.0	14.2
熱伝導率 (W/mK)	163	160	162	5.8	700	67	1.3	29.3			
強度 (MPa)	85 (曲げ)	78.3 (曲げ)	77.2 (曲げ)	480 (圧縮)	—	40 (曲げ)	70 (曲げ)	900 (圧縮)	1640 (引張)	—	—
ヤング率 (GPa)	160	193	160	35	100- 250	408	72	27	78.1		
硬さ (HV)	1-53	1046	—	230	1500- 7000	2000	660	1360			
密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	2.53	2.33	2.33	1.42	—	3.1	2.2	3.1	9.27		
構造	結晶質	結晶質	結晶質	非晶質	非晶質	結晶質	非晶質	結晶質	—	—	—

結晶粒度に左右されない非晶質構造と高硬度 → Si/SiO<sub>2</sub>、GC、DLCを選定

## 3. 研究開発成果

## 集束イオンビーム(FIB)加工装置、インプリント装置および評価装置

資料 6-1-1



FIB加工装置 (平成20年度導入)

最小ビーム径: 4 nm  
 最小ビーム電流: 0.1 pA  
 最大加速電圧: 30 kV  
 デポジション用Pt, C  
 ガス銃装備  
 ナノレベルの微細加工が可能



原子間力顕微鏡 (MFM) (平成20年度導入)

測定モード  
 MFM、AFM、DFM、STM  
 環境制御機構  
 圧力: 大気圧 ~ 10<sup>-5</sup> Pa  
 温度: -120 ~ 300 °C  
 ナノレベルの形状、磁気評価が可能



ナノインプリント装置 (平成19年度導入)

最大荷重: 10 kN  
 荷重保持精度  
 : ±5 N  
 最大温度: 700 °C  
 温度保持精度  
 : ±2 %以内  
 高精度のインプリント  
 条件制御が可能



電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) (平成19年度導入)

インレンズ二次電子検出器  
 二次電子分解能 1 nm @ 15 kV  
 エネルギー分散型X線分析  
 装置 (EDX) 装備  
 高倍率、低加速電圧での表面  
 形状評価が可能

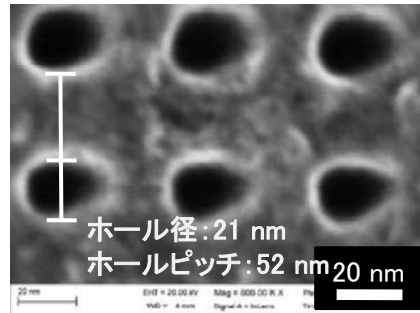
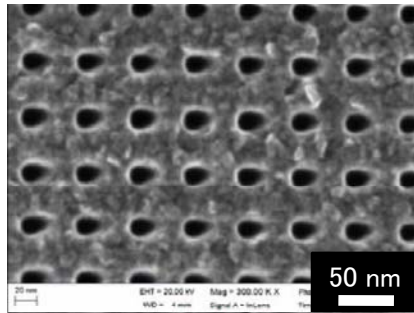
全ての装置をクリーンブース(クラス1000)内に一括設置

### 3. 研究開発成果

#### FIB直接除去加工による凹型金型(GC製)の創製

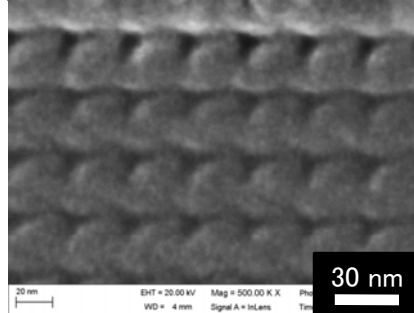
資料 6-1-1

加工設定  
ホール径: 20 nm  
ホールピッチ: 50 nm



FIB装置: SII社製(H20年2月導入)

加工設定  
ホール径: 20 nm  
ホールピッチ: 33 nm



- ・ホール径: 20 nm、ホールピッチ: 50 nm  
→加工可能
- ・ホール径: 20 nm、ホールピッチ: 33 nm  
→加工方法の検討が必要  
(中間目標)  
ホール径: 16 nm、ホールピッチ: 33 nm

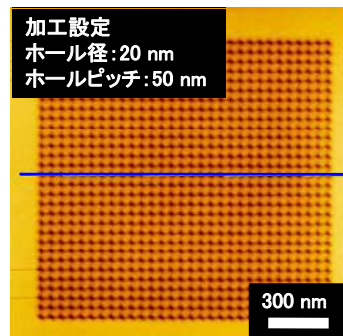
導入FIBにてホール径約20 nm(SEMでの計測)のパターン加工を確認した。

### 3. 研究開発成果

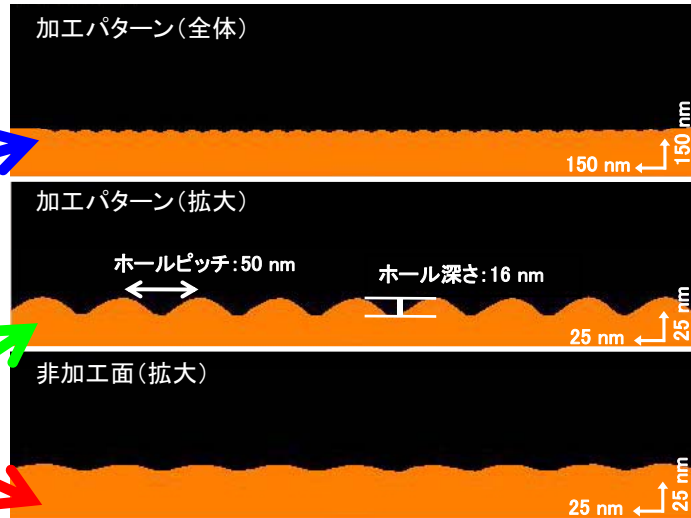
#### FIB直接除去加工による凹型金型(GC製)の形状評価

資料 6-1-1

加工パターンのAFM像(正面)



加工パターンのAFM像(断面)



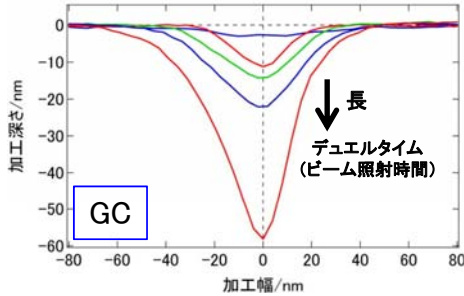
加工ホール形状がドーム状、径の広がり、浅く、段差が有り  
→GCのFIB直接加工では高アスペクト比、矩形形状の微細加工は困難。

# 3. 研究開発成果

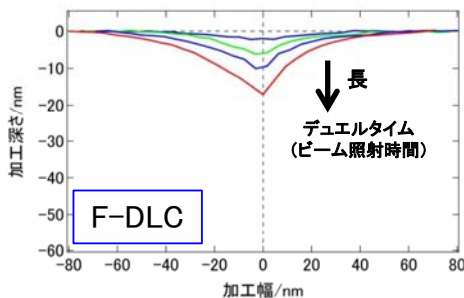
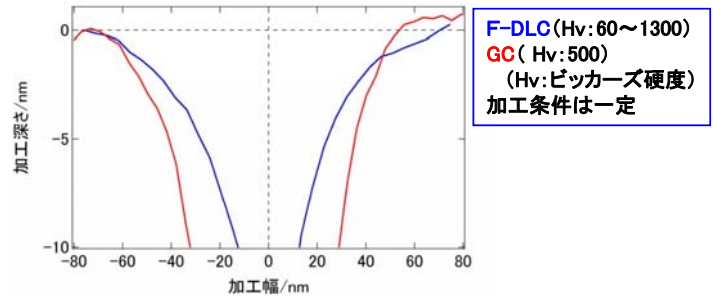
## FIB直接除去加工による凹型金型(GC製)の断面形状評価

GCとダイヤモンドライクカーボン(DLC)のFIB加工特性

加工時間と加工形状



加工材料と加工形状



加工条件が同一で、同じ深さを加工する場合、GCよりF-DLCがより小径の加工が可能である  
→加工速度の違いを利用した積層構造基板のFIB微細加工による金型作製が想定される。

# 3. 研究開発成果

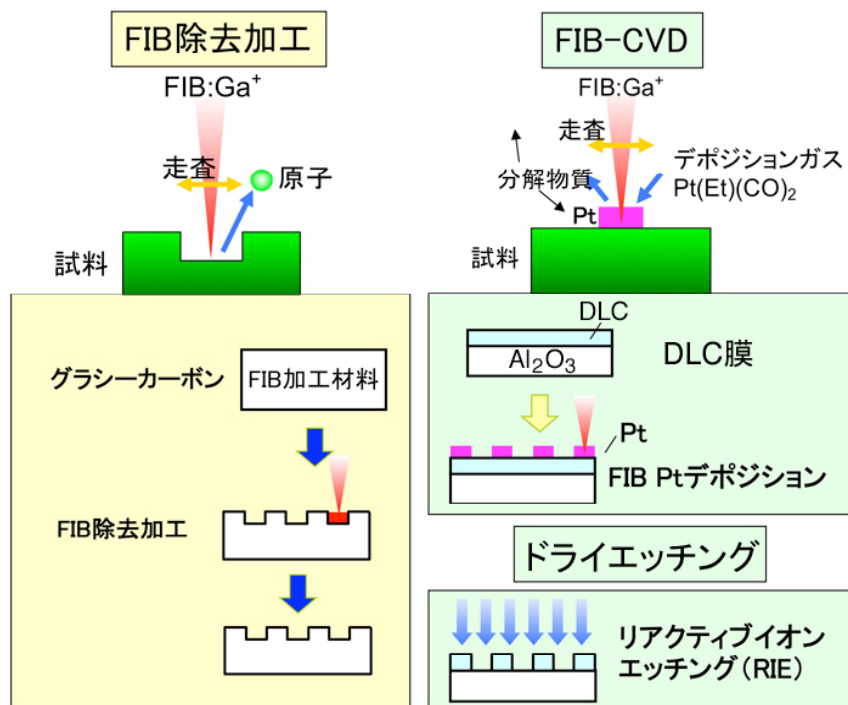
## FIBデポジション + ドライエッチングによる金型創製



FIB加工装置 (デポジション機能) (平成20年度導入)



ドライエッチング装置 (平成20年度導入)

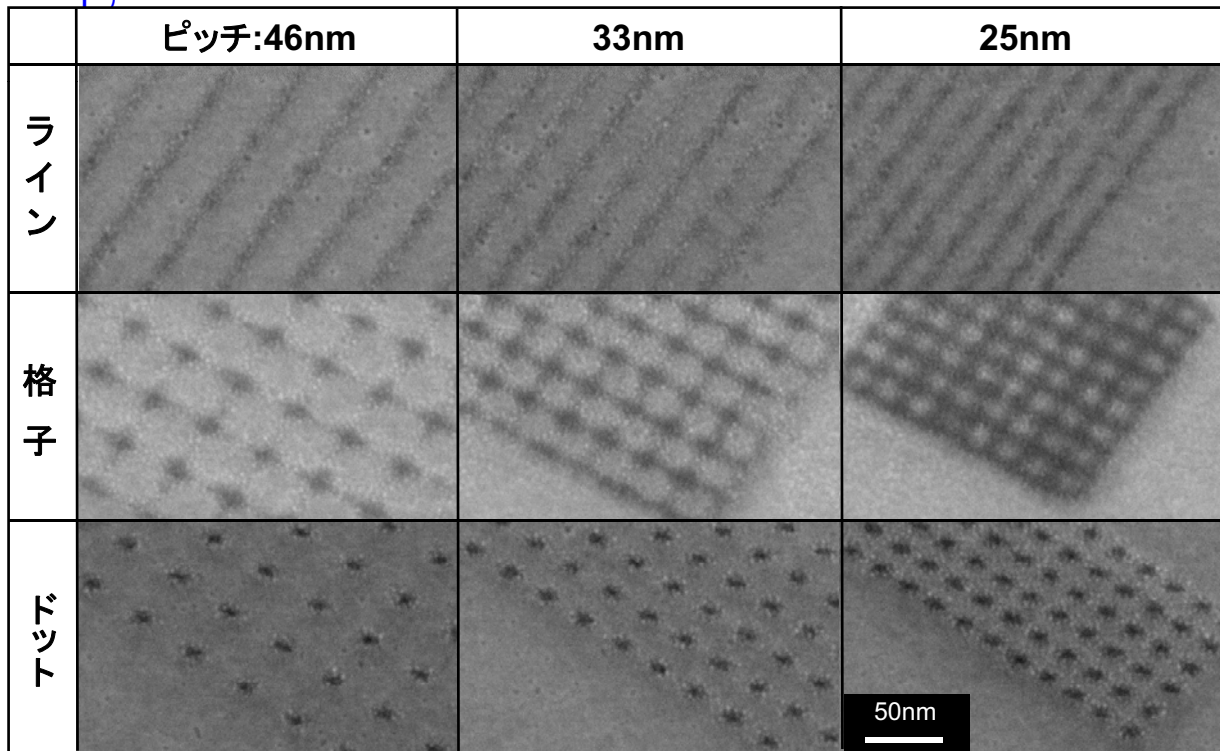




### 3. 研究開発成果

FIBデポジションによるPtマスクの創製(SiO<sub>2</sub>/Si基板ト)

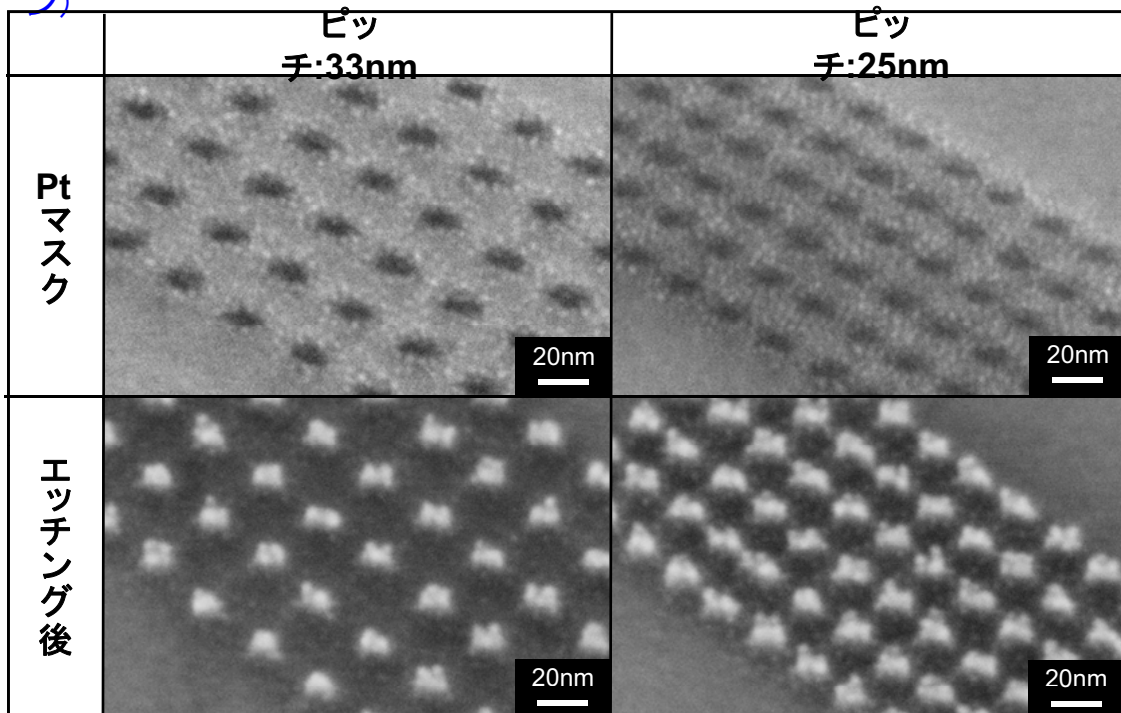
資料 6-1-1



### 3. 研究開発成果

ドライエッチング加工(SiO<sub>2</sub>/Si基板上ドットパターン)

資料 6-1-1

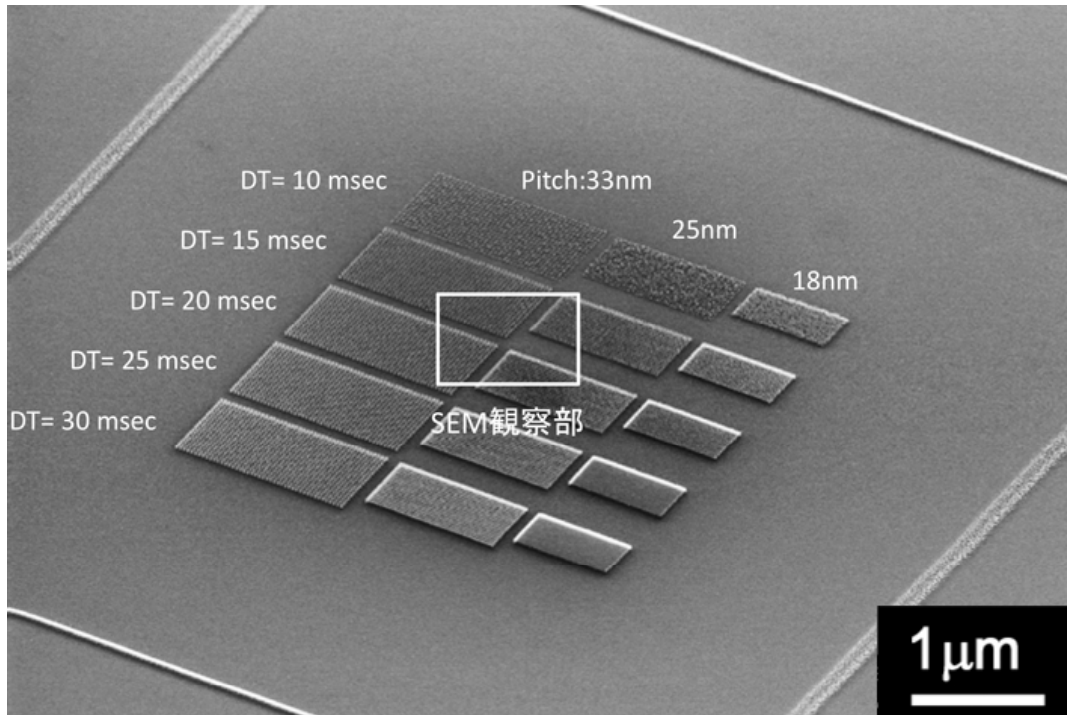


エッチング条件---RF出力:大, 時間:短

### 3. 研究開発成果

エッチング条件および基板再選定による金型創製(DLC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板)

1

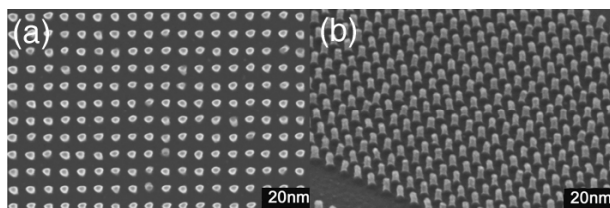
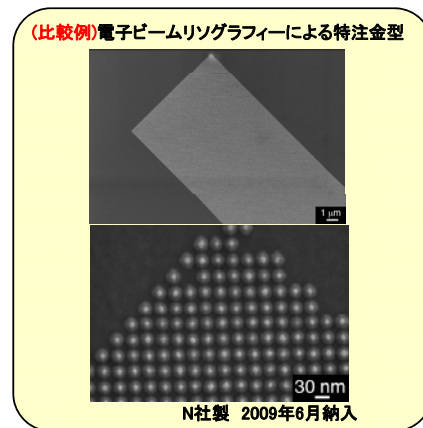
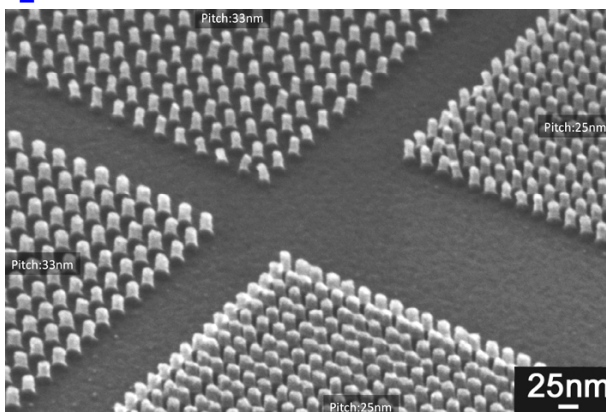


エッチング条件---RF出力:小, 時間:長

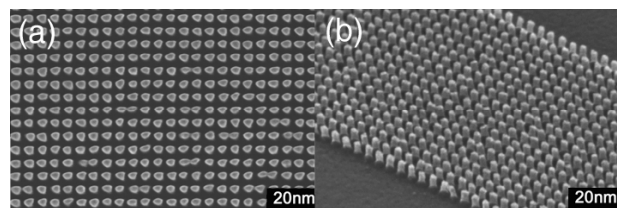
### 3. 研究開発成果

エッチング条件および基板再選定による金型創製(DLC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板)

2



ピッチ33 nm金型の(a)正面像、(b)傾斜像(600Gbit/in<sup>2</sup>相当)



ピッチ25 nm金型の(a)正面像、(b)傾斜像(1Tbit/in<sup>2</sup>相当)

ピッチとアスペクト比で世界最高水準!

# 3. 研究開発成果

## 成果のまとめと目標達成状況

資料 6-1-1

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界10 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度		
	金型創製	ドット径 16 nm ドットピッチ 33 nm	<ol style="list-style-type: none"> <li>金型材料の選定           <ul style="list-style-type: none"> <li>・非晶質構造で高硬度のSiO<sub>2</sub>/Si、GC、DLCを選定</li> </ul> </li> <li>FIB直接除去加工による凹型金型の創製           <ul style="list-style-type: none"> <li>・GC表面にホール径20 nm、ピッチ50 nmの凹型金型創製に成功。ホール形状がドーム状であり底部平坦な加工は困難と判断。</li> <li>・ドーム形状はイオンビームの強度プロファイルにあると推察。DLCにおいても同様の傾向を確認。</li> </ul> </li> <li>FIBデポジション + ドライエッチングによる金型の創製           <ul style="list-style-type: none"> <li>・SiO<sub>2</sub>/Si基板上にPtデポジション&amp;ドライエッチングでドット径12 nm、ピッチ25 nmの凸型パターン創製に成功したが、アスペクト比 不十分。</li> <li>・基板をDLC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に変更、エッチング条件を見直してドット径12 nm、ピッチ25 nmの高アスペクト凸型パターン(1Tbit/in<sup>2</sup>相当)の創製に成功(世界最高水準)。</li> </ul> </li> <li>インプリント工程への金型の供給           <ul style="list-style-type: none"> <li>・DLC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>基板上的に創製したドット径12 nm、ピッチ25 nmの高アスペクト凸型パターン(1Tbit/in<sup>2</sup>相当)をインプリント試験用に供給。</li> </ul> </li> </ol>	◎
		ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm		

# 説明内容

資料 6-1-1

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

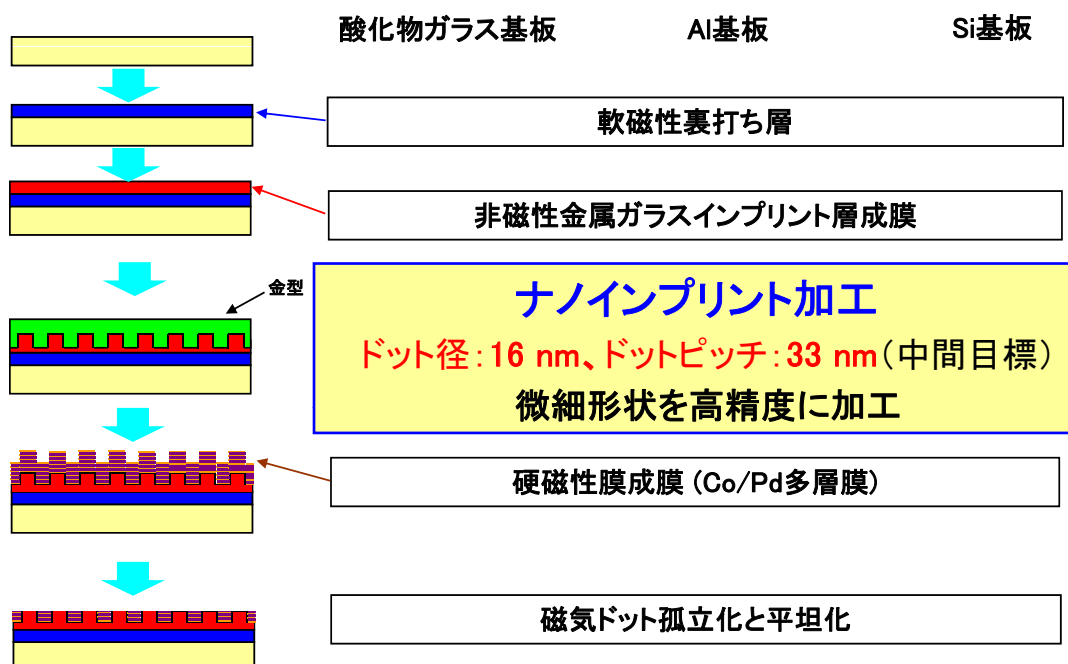
### 5. 実用化の見通し

## 研究開発項目①-2-2

## 金属ガラスによる超高密度パターンの形成技術(インプリント)

1. 想定される部材創製プロセス
2. Fe基金属ガラスのインプリント基礎試験
3. 非磁性金属ガラスのインプリント試験
  - ・ホール金型による凸型パターン創製
  - ・ドット金型による凹型パターン創製
4. 磁気ドットの磁化反転挙動調査
5. 成果のまとめと目標達成状況

## 想定される媒体構造と目標



### 3. 研究開発成果

#### ナノインプリントに用いられる主な手法

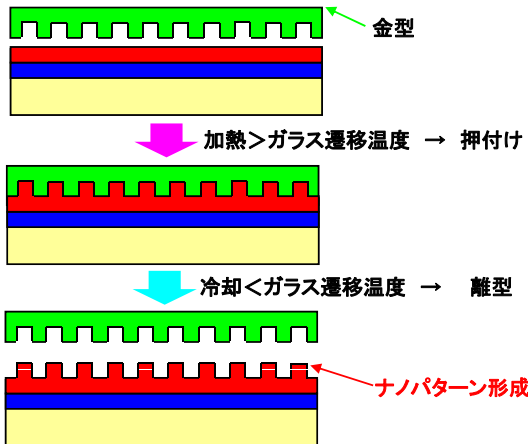
##### 光インプリント

- ・光硬化性樹脂にインプリント。
- ・紫外線等で硬化させるため、金型または材料のいずれかに光透過性が必要。
- ・室温でインプリントが可能。

##### 熱インプリント

- ・「加熱して押す」シンプルなプロセス。
- ・熱可塑性材料に広く適応。主に熱可塑性樹脂、ガラスにインプリント。
- ・材料により高温での加工も可能。

##### 熱インプリント工程



ナノインプリント装置 (平成19年度導入)

##### 主な仕様

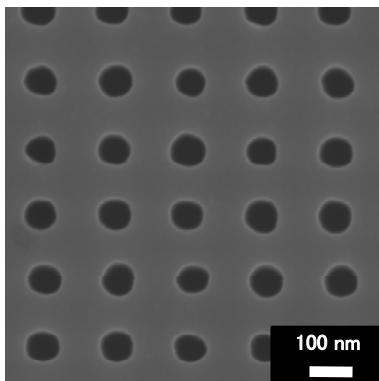
- 最大荷重 : 10 kN
- 荷重保持精度 : ±5 N
- 最大温度 : 700 °C
- 温度保持精度 : ±2 %以内

### 3. 研究開発成果

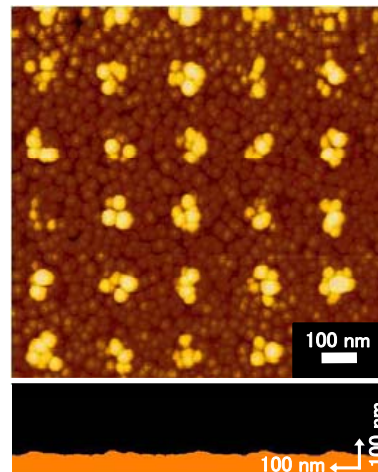
#### Fe基金属ガラスのインプリント基礎試験(80 nm径ホール金型)

市販インプリント用金型(N社製Si)

インプリントしたFe基金属ガラス

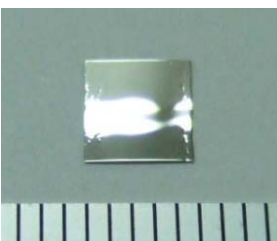


パターン仕様  
 ドット径: 80 nm  
 ドットピッチ: 160 nm  
 ドット深さ: 200 nm



インプリント条件  
 印加荷重: 750 N  
 加工温度:  $T_g + 10$  K  
 荷重保持時間: 30 s

ドット径: 40~70 nm  
 ドット高さ: 5~20 nm



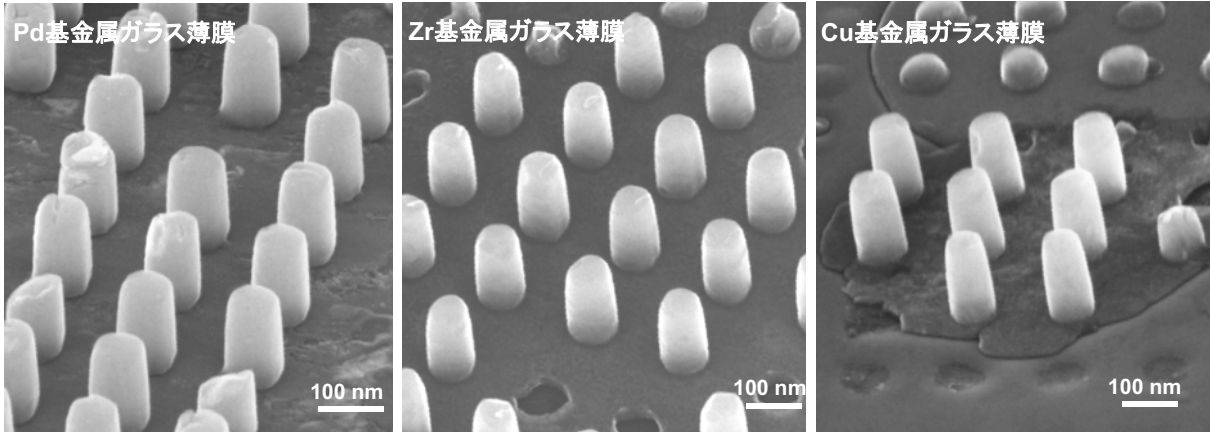
Fe-B-Si-Nb金属ガラス  
 (液体急冷リボン材、  
 表面研磨品)  
 5 mm角、厚さ: 20 μm

- ・ドット径80 nmのパターンの形成を確認
- ・結晶化の進行によりインプリントが阻害  
→ 条件はさらに検討が必要
- ・金型と未接触の領域が存在  
→ 研磨リボン材の表面の改善が必要

## 3. 研究開発成果

## 非磁性金属ガラス薄膜のインプリント試験(80 nm径ホール金型)

・市販ホール金型(N社製 材質:Si、最小ドット径:80 nm、ホール深さ:200 nm)を使用



・成形温度: 336°C ( $T_g+10^\circ\text{C}$ )  
 ・成形時間: 10 s  
 ・プレス圧: 30 MPa

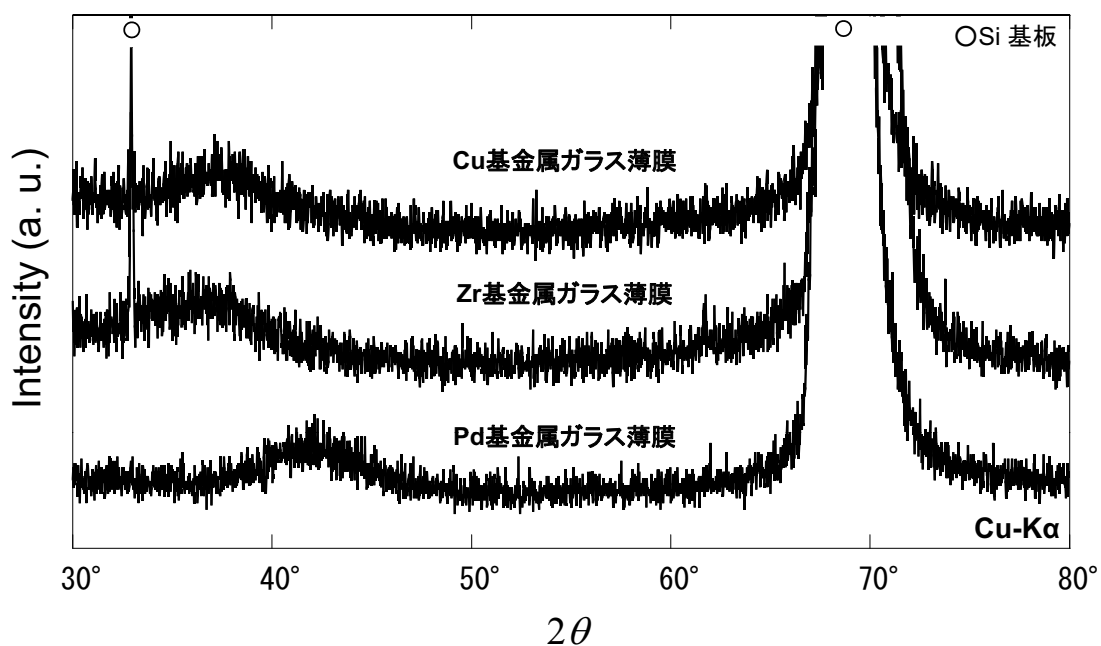
・成形温度: 424°C ( $T_g+40^\circ\text{C}$ )  
 ・成形時間: 30 s  
 ・プレス圧: 30 MPa

・成形温度: 429°C ( $T_g+40^\circ\text{C}$ )  
 ・成形時間: 60 s  
 ・プレス圧: 30 MPa

- ・直径80 nm、アスペクト比1以上のドットパターンを確認  
 →非磁性金属ガラス薄膜へのナノインプリントが可能
- ・ドットの欠け、ドット頂部の平坦性が不足

## 3. 研究開発成果

## インプリント試験後の非磁性金属ガラス薄膜のXRD図形

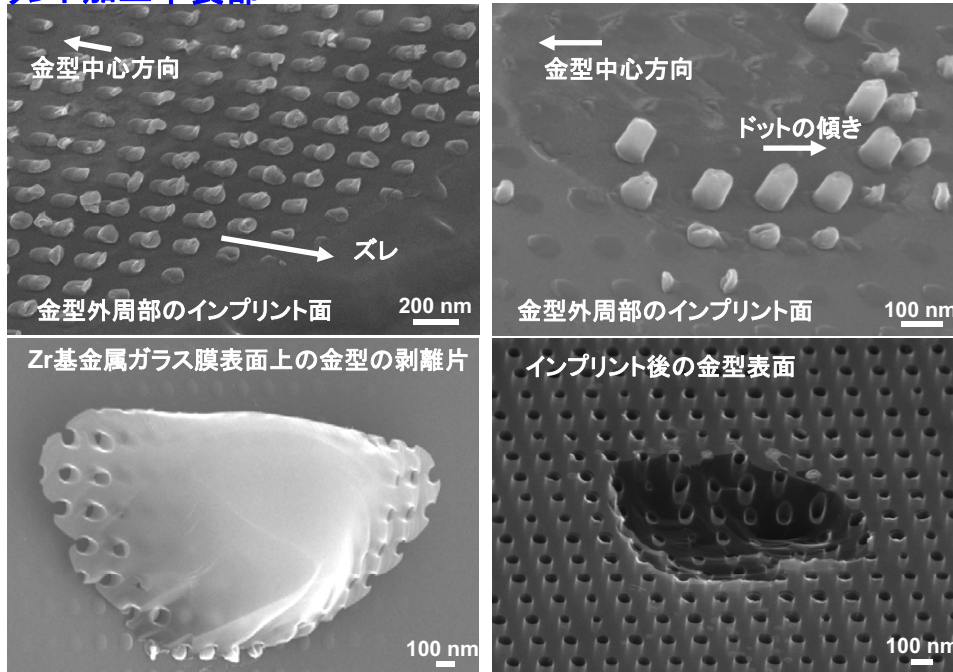


何れの非磁性金属ガラス薄膜もインプリント後にガラス状態を維持

### 3. 研究開発成果

資料 6-1-1

#### インプリント加工不良部

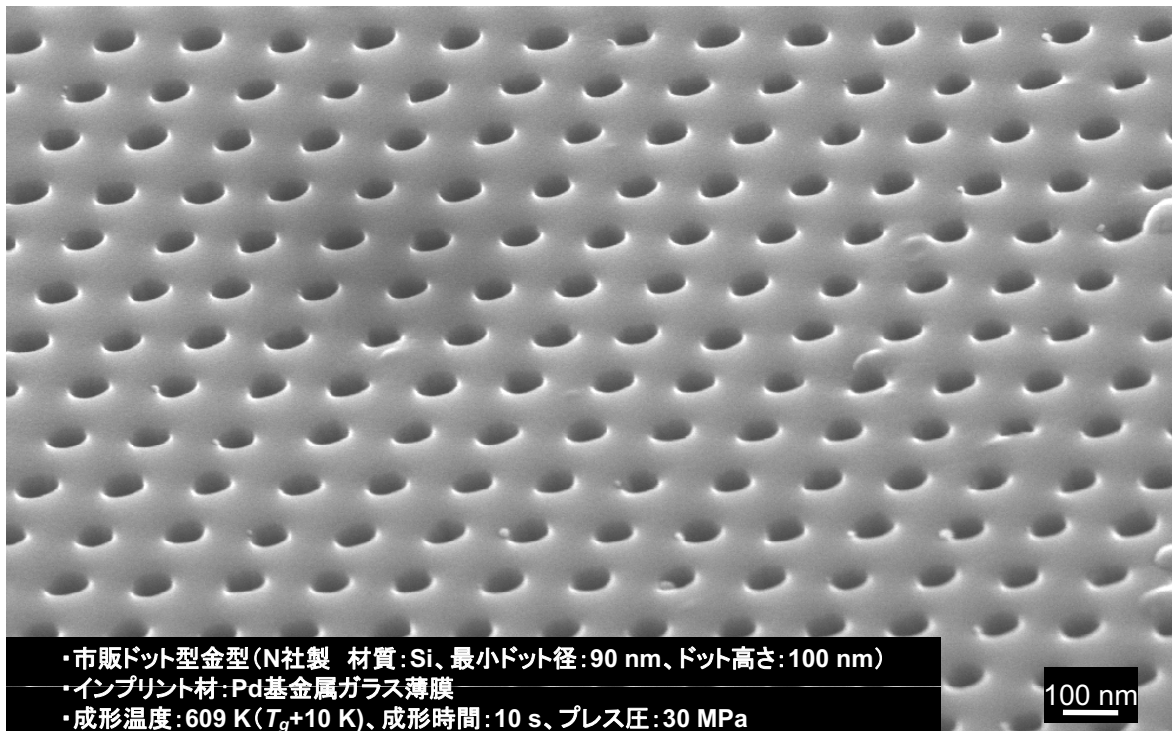


- ・全ての非磁性金属ガラス薄膜の**金型外周部**で**ドットのズレ**および**傾き**を確認
- ・Zr基およびCu基金属ガラス薄膜は**離型が困難**

### 3. 研究開発成果

資料 6-1-1

#### Pd基金属ガラス薄膜のインプリント試験(90 nm径ドット金型)

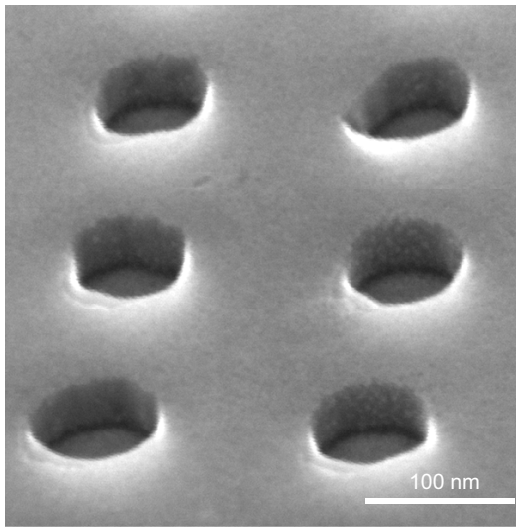


- ・市販ドット型金型(N社製 材質: Si、最小ドット径: 90 nm、ドット高さ: 100 nm)
- ・インプリント材: Pd基金属ガラス薄膜
- ・成形温度: 609 K ( $T_g+10$  K)、成形時間: 10 s、プレス圧: 30 MPa

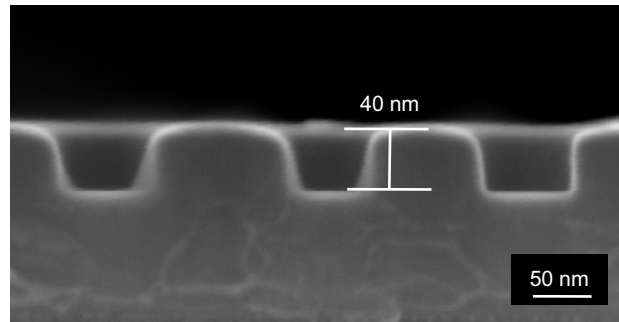
### 3. 研究開発成果

#### Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール形状評価(90 nm径)

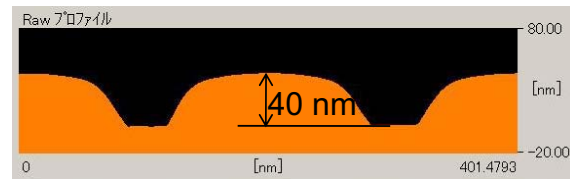
資料 6-1-1



直径90 nmのホールパターンの拡大像



90 nm径ホール断面SEM像



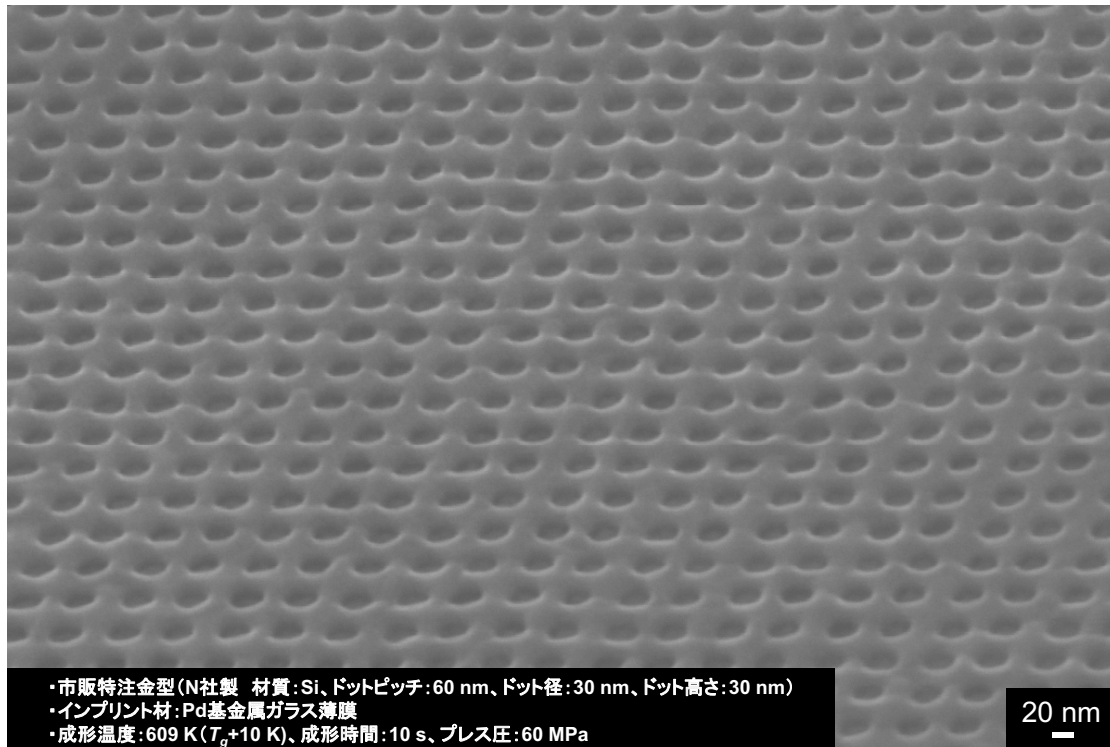
直径90 nmのホールパターンのAFM断面プロファイル

- ・直径90 nm、深さ約40 nmのホールパターンを成形可能
- ・ホール底部の平坦性を確認  
→ドット型金型によるPd基金属ガラス薄膜へのインプリントがナノパターン成形に好適

### 3. 研究開発成果

#### Pd基金属ガラス薄膜のインプリント試験(30 nm径ドット金型)

資料 6-1-1



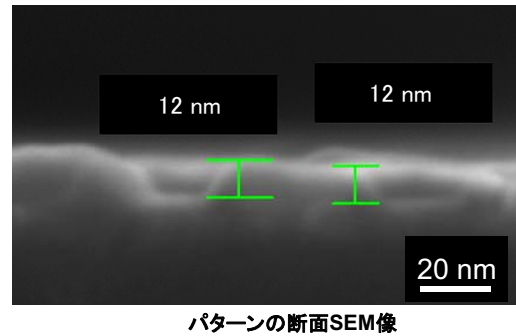
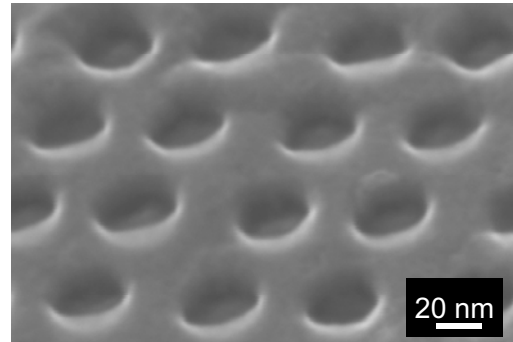
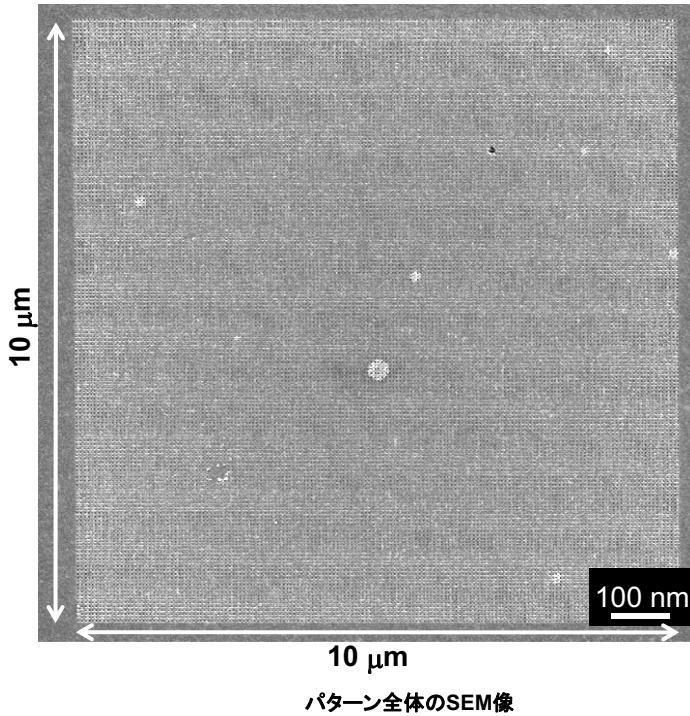
- ・市販特注金型(N社製 材質: Si、ドットピッチ: 60 nm、ドット径: 30 nm、ドット高さ: 30 nm)
- ・インプリント材: Pd基金属ガラス薄膜
- ・成形温度: 609 K( $T_g+10$  K)、成形時間: 10 s、プレス圧: 60 MPa



### 3. 研究開発成果

#### Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール形状評価(30 nm径)

資料 6-1-1

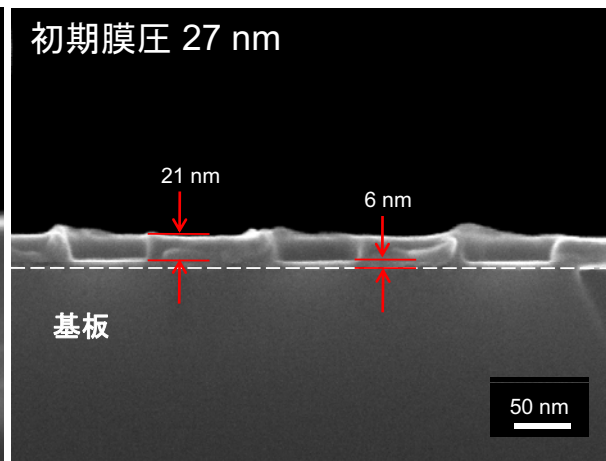
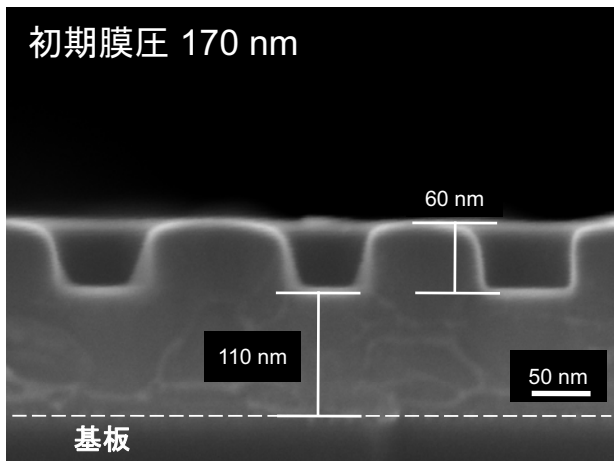


### 3. 研究開発成果

#### Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール底部の薄肉化

資料 6-1-1

→硬磁性記録層とのカップリング強化



初期膜厚: 170 nm → 27 nm  
 底部厚さ: 110 nm → 6 nm → ホール内充填記録層との磁気的カップリング強化が可能

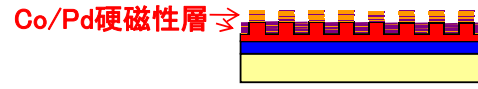
### 3. 研究開発成果

#### 磁気ドットの孤立化と平坦化

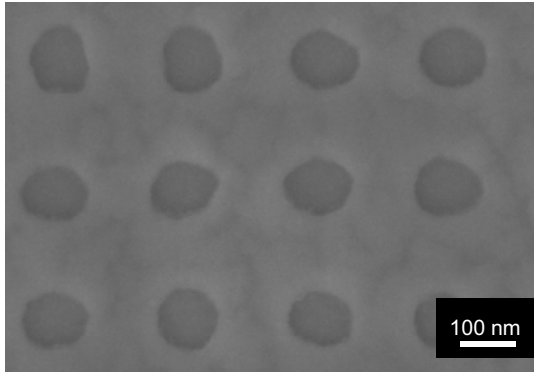
研磨手法: CMP加工

目標研磨厚: 約14 nm

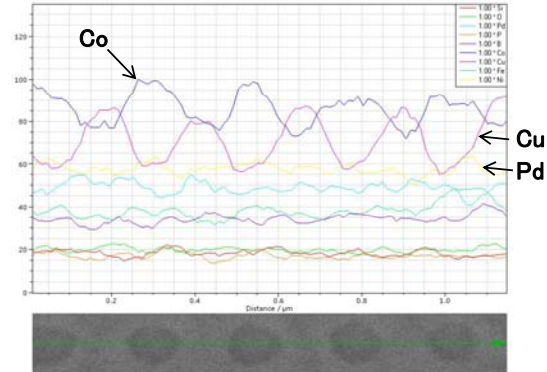
研磨量測定: 段差計および干渉計により研磨量を測定  
→加工レートの決定



研磨



研磨後のパターン表面 (120 nm径ホール)

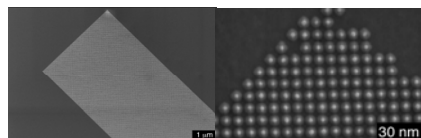


研磨後のEDS分析結果 (120 nm径ホール)

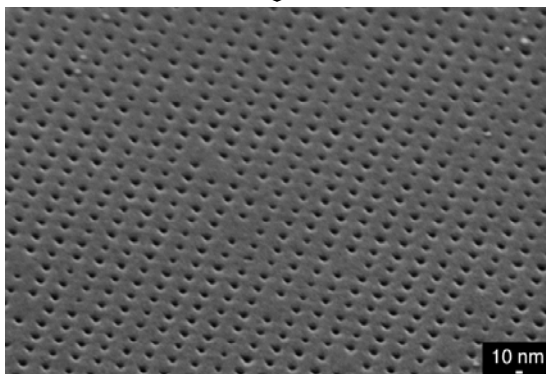
CMP加工により、Co/Pd硬磁性層の研磨量を10 nm程度で制御可能  
→EDSにより、ホール内にCo/Pd硬磁性ドットが孤立化していることを確認

### 3. 研究開発成果

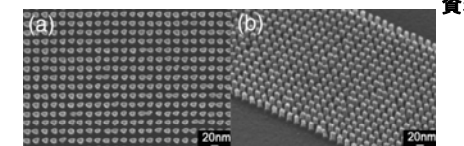
#### 超微細パターンのインプリント加工



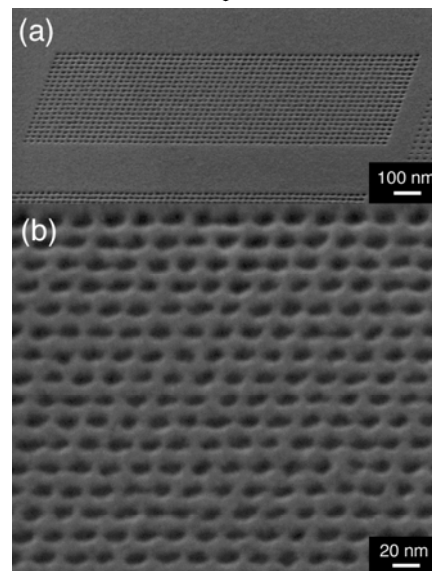
電子ビームリソグラフィーで特注作製したピッチ33 nm金型



ピッチ33 nm (600 Gbit/in<sup>2</sup>)のインプリントパターン表面



FIBデポジション+ドライエッチングで創製したピッチ25 nm金型



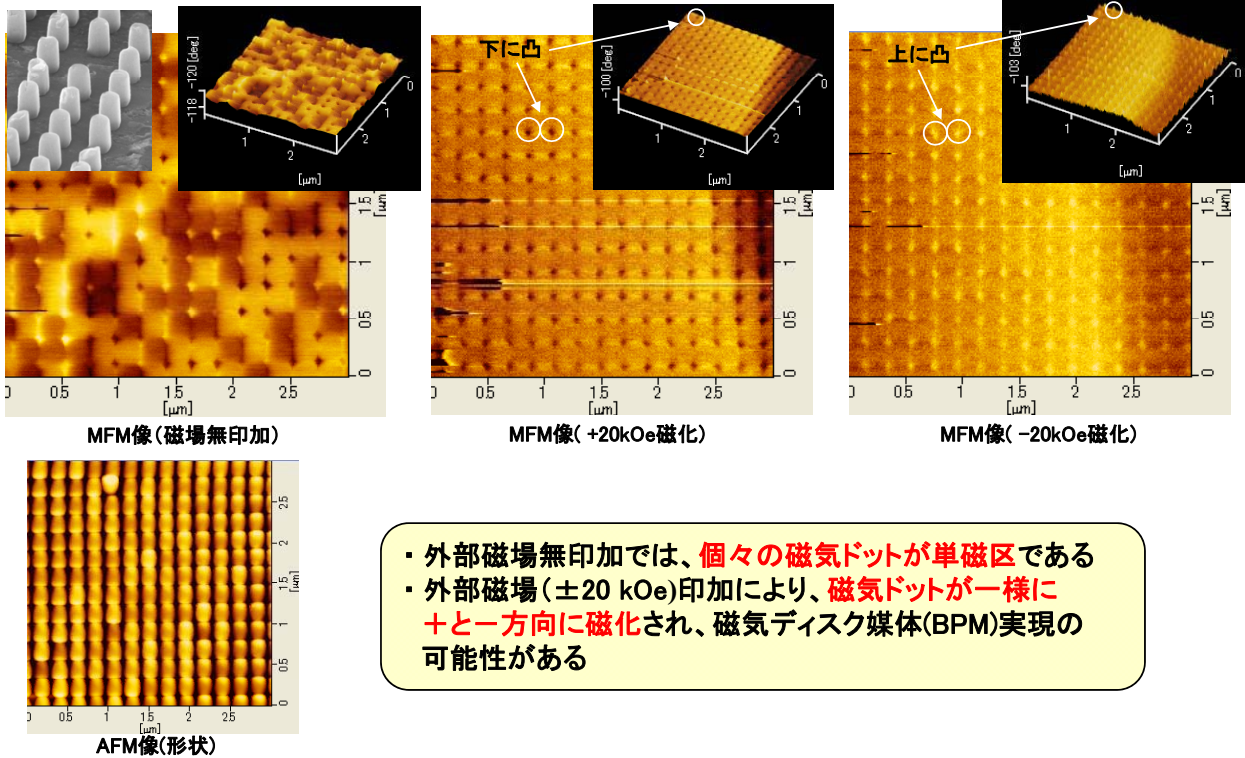
ピッチ25 nm (1Tbit/in<sup>2</sup>)のインプリントパターン表面

金属ガラスのインプリント加工により  
1Tbit/in<sup>2</sup>相当の超微細パターン創製

### 3. 研究開発成果

#### 90 nm径ドット上に成膜した磁気ドットの磁化反転挙動

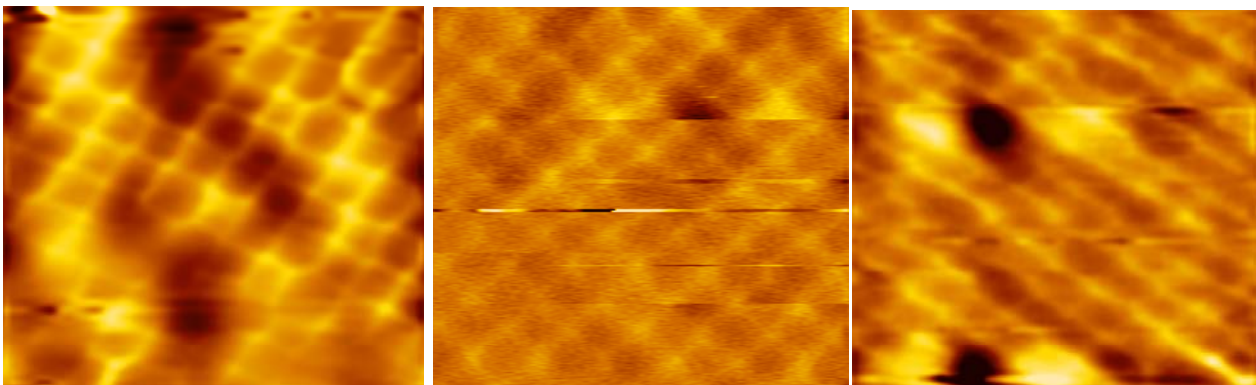
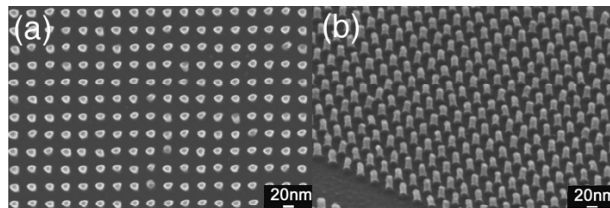
資料 6-1-1



### 3. 研究開発成果

#### 16 nm径ドット(ピッチ33 nm)上に成膜した磁気ドットの磁化反転挙動

資料 6-1-1



試料: 33nm/25msec

+6kOe印加

-1kOe印加

(1) 残留磁化状態

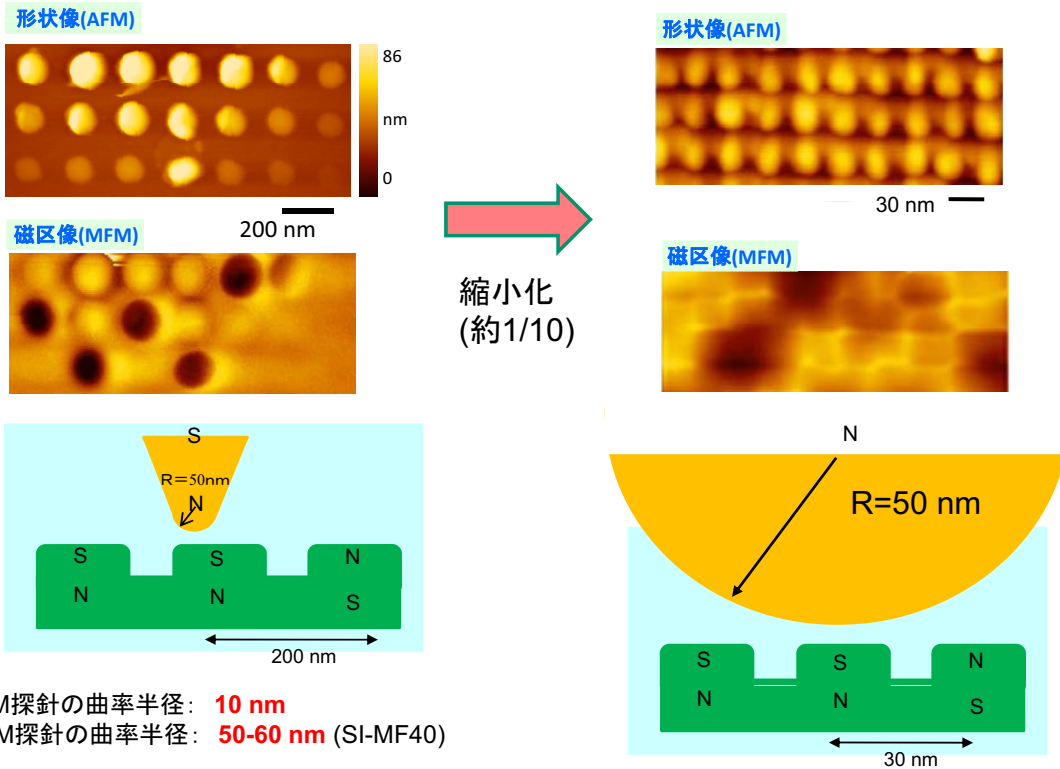
(2) 一方向飽和磁化状態

(3) 磁化反転開始

試料を傾斜させて観察(横方向干渉低減)

# 3. 研究開発成果

## MFM像の観察分解能限界の課題



# 3. 研究開発成果

## 成果のまとめと目標達成状況

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界15 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度		
	金型創製	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm		
	インプリント技術	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm	<ol style="list-style-type: none"> <li>インプリント層用非磁性金属ガラスの選定                     <ul style="list-style-type: none"> <li>Fe基、Zr基、Cu基およびPd基金属ガラス薄膜に対してインプリント。Fe基は金型との反応で結晶化。Zr基およびCu基は金型との反応で難型が困難。したがってPd基を選定。</li> </ul> </li> <li>インプリント基礎試験                     <ul style="list-style-type: none"> <li>市販凹型(ドット径80 nm)金型でドットパターンの創製に成功。</li> <li>市販凸型(ドット径30 nm)金型でホールパターンの創製に成功。</li> </ul> </li> <li>超微細パターンのインプリント試験                     <ul style="list-style-type: none"> <li>電子ビームリソグラフィーで作製したピッチ33 nmの特注SiO<sub>2</sub>/Si金型でインプリント試験を実施。600Gbit/in<sup>2</sup>パターン創製に成功。</li> <li>FIBでポジション+ドライエッチングで作製したピッチ25 nmのDLC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>金型でインプリント試験を実施。1Tbit/in<sup>2</sup>パターン創製に成功。</li> </ul> </li> <li>媒体成立性の評価                     <ul style="list-style-type: none"> <li>ドットパターン、ホールパターン共にCo/Pd多層膜を成膜し、±20 kOeで単磁区ドットの磁化反転を確認。</li> </ul> </li> </ol>	◎

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

### 5. 実用化の見通し

## 外部発表まとめ

	平成19年度	平成20年度	平成21年度	合計
展示会等	0	3	0	3
報道記事等	0	0	0	0
論文・著書	6	20	1	27
口頭発表	27	30	0	60
受賞	0	1	0	1
特許出願	0	2	0	2

### 特筆すべき成果

- ・媒体に要求される構成層全てで中間目標および自主目標を達成。
- ・ドット径12 nm、ピッチ25 nm(1 Tbit/in<sup>2</sup>相当)で高アスペクト比(1以上)の金型、およびこれを用いたインプリントパターンの創製に成功(世界最高水準)。
- ・磁気ドットの磁化反転挙動より媒体成立性を確認。
- ・RQ-13国際会議(Aug. 26, 2008, Dresden)にてBest Poster Awardを受賞。

# 4. まとめと今後の課題

## 最終目標達成に向けた今後の課題と対策

区分	開発項目	最終目標	今後の課題
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界15 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度	1. 硬磁性記録層 ・ドット分割された硬磁性Co/Pd積層膜の異方性磁界基礎調査 ・凹凸パターン寸法に応じた異方性磁界への膜構造調整 2. 軟磁性裏打ち層 ・媒体設計に応じた飽和磁束密度と膜厚の調整 ・合金組成調整による磁化曲線の垂直成分改善(ナノ結晶析出の回避)
	金型創製	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm	3. 金型材料の選定 ・熱膨脹および耐久性等を考慮した金型材料の選定と製法の最適化。 ・超微細パターン創製により適した材料の探索を継続 4. FIBデポジション + ドライエッチングによる金型の創製 ・AFMカンチレバー最適化による微細パターン形状の精密測定技術の確立 ・エッチング条件最適化による微細なパターン創製で最終目標達成 ・大面積パターン創製技術の確立
	インプリント技術	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm	5. 非磁性金属ガラスインプリント層の最適化 ・金型との接触角、濡れ性等の基礎調査による微細パターン形成条件の絞込み ・インプリント条件最適化による超微細パターンの実現。 ・インプリント技術の大面積化 6. 媒体成立性の評価 ・磁気ドットの孤立化が可能な研磨もしくは逆スパッタ技術の確立 ・スタティックテスターorスピンスタンドによる実働状態に近い記録再生特性の評価

# 4. まとめと今後の課題

## 今後の開発スケジュール

	平成21年度	平成22年度	平成23年度
1. 合金創製 ・硬磁性記録層の最適化 ・軟磁性裏打ち層の最適化	ドット分割された磁気記録層のHk基礎調査 磁気記録層膜厚の最適化 飽和磁束密度調整 膜厚調整	最終目標の達成 垂直磁化成分の改善	
2. 金型創製 ・金型材料の選定 ・FIBデポジション+ドライエッチングによる金型の創製	材料選定と最適化 作製条件の最適化 超微細パターンAFM測定技術の確立 大面積化技術の確立	最終目標の達成限	
3. インプリント ・非磁性金属ガラスインプリント層の最適化 ・媒体成立性の評価	接触角、濡れ角等の基礎調査 インプリント条件最適化による超微細パターンの実現 磁気ドット孤立化技術の確立	最終目標の達成 大面積インプリント技術の確立 実働状態に近い記録再生特性の評価	
4. 実用化への取り組み ・媒体評価機関の決定と評価体制構築 ・微小サンプル媒体の試作	評価機関の決定 媒体試作による実用化課題の抽出と改善	実用化助成事業実施の見極め 評価の実施と助成事業見極め	実用化検討

## 硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

### 1. 研究開発背景

### 2. 目標値および開発体制

### 3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(金型創製)

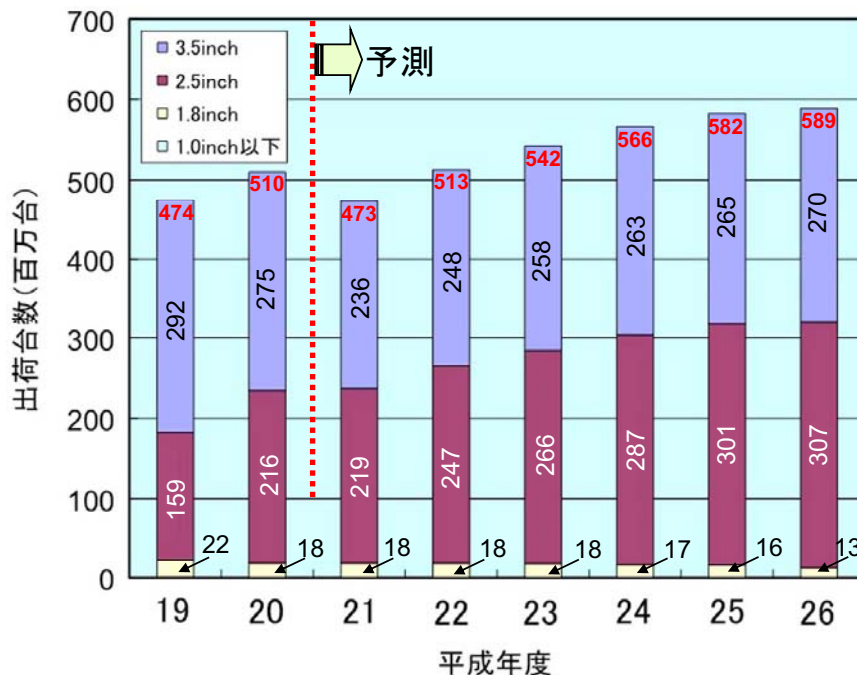
研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術  
(インプリント)

### 4. まとめと今後の課題

### 5. 実用化の見通し

## 5. 実用化の見通し

### HDD製品別の市場規模予測(ワールドワイド)\*



#### HDDの標準的価格

- ・3.5inch ¥10000
- ・2.5inch ¥5000
- ・1.8inch ¥5000
- ・1.0inch以下 ¥20000



HDD市場全体で

**43,000億円**

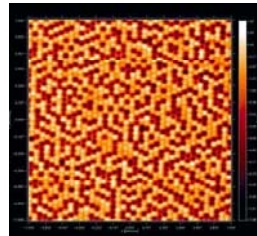
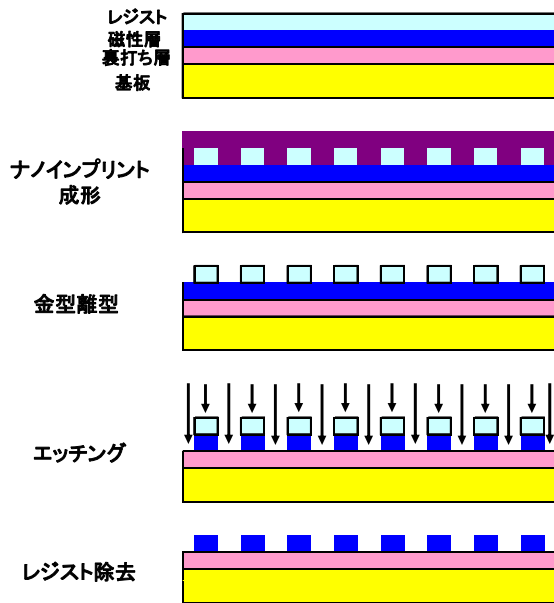
\*株式会社キメラ総研 2009ストレージ関連市場調査を参照に作成

# 5. 実用化の見通し

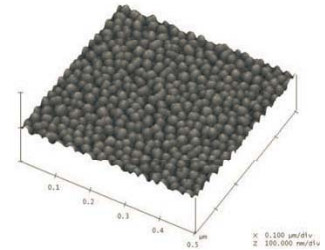
## 媒体創製プロセス:エッチング工程 → 製造コストアップ

エッチングを用いた媒体創製プロセスの例

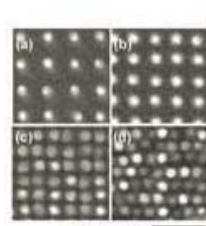
他機関の開発状況(Intermag 2008)



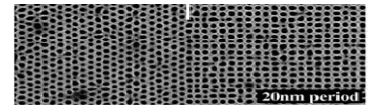
GA-01(Se社)



AE-05(Sh社)



DA-06(Se大学)



GA-06(Ca社)

# 5. 実用化の見通し

## 磁気記録媒体の将来展望(製品レベル)

