

X 線回折による L1₀型 FeNi 超格子の構造評価 Analysis on crystal structures of L1₀ type FeNi films by X-ray diffraction

水口 将輝^a, 小嶋 隆幸^a, 高梨 弘毅^a, 小嗣 真人^b, 大坂 恵一^b, 小金沢 智之^b
Masaki Mizuguchi^a, Takayuki Kojima^a, Koki Takanashi^a, Masato Kotsugi^b, Keiichi Osaka^b,
Tomoyuki Koganezawa^b,

^a 東北大学 金属材料研究所, ^b(財) 高輝度光科学研究所センター
^aIMR-Tohoku Univ., ^bJASRI

放射光を用いた X 線回折により、次世代磁気記録材料の一つとして期待される L1₀型規則合金である FeNi 薄膜の結晶構造評価を行った。分子線エピタキシー法により作製した FeNi 薄膜の微小角入射 X 線回折スペクトルを測定したところ、試料の超格子構造に由来するピークが明確に確認された。また、その強度が入射 X 線のエネルギーに依存して変化することが分かった。これは、Fe 吸収端付近における異常分散項の寄与に因るものと考えられる。様々なバッファ層上に成長した FeNi 薄膜の規則度を見積もり、一軸磁気異方性との関係を調べたところ、規則度と磁気異方性の間には明確な相関はないことが分かった。

キーワード： X 線回折、結晶構造、規則合金

背景と研究目的：

近年、高速インターネット通信の普及、デジタルハイビジョン放送の開始などを背景に、取り扱うデータ量は加速度的に上昇している。その大量データを保存活用するために、高速性やコストに優れた磁気記録媒体がストレージ機器の主力として研究開発されている。次世代磁気記録材料の一つとして L1₀型の FePt および CoPt 規則合金が盛んに研究されているが、Pt は価格が高騰しており、代替素材の登場が望まれている。我々は、そのようなレアメタルフリーの記録媒体として、材料が潤沢で安価な Fe と Ni を用いて、L1₀型 FeNi 規則合金の作製を推進してきた。最近、分子線エピタキシーの技術を活用することで、L1₀型の人工格子を作製するに至った[1]。通常の FeNi は不規則相として知られており、磁気特性も L1₀-FeNi のそれとは大きく異なる。格子の規則度や格子歪みに強く依存して、磁気記録媒体の機能性である磁気異方性は急激に変化することが知られている。磁気異方性の起源は一般的にはスピン軌道相互作用に寄るものであり、格子状態と磁気特性が密接に関連して生じる。Co と Pt の場合では原子半径には大きな差があるが、Fe と Ni のそれはほぼ等しく、これが規則化を困難にしている一因と予想される。つまり、安価で環境に優しい大容量磁気記録媒体を実現させるためには、FeNi の結晶構造をこれまで以上に詳細に研究する必要がある。そこで、我々は、放射光 XRD を用いて試料の結晶構造を高い精度で評価することにより、優れた機能性を呈する人工格子の構造特性を明らかにする事を目的として、研究を進めた。

実験：

試料の作製は、分子線エピタキシー法により行った。MgO 基板上にシードレイヤーとして Fe を 1nm 蒸着し、Au を 20nm、Cu を 50nm 蒸着した後、種々のバッファ層を積層した。その後、Fe と Ni を単原子層毎に交互に 50 回ずつ積層させて薄膜作製を行なった。基板温度および成長レートを精密に制御し、単原子交互積層を行った。放射光を用いた X 線回折実験は、BL46XU でアンジュレータ光源からの X 線により行った。多軸 X 線回折計を用い、数種類の成膜条件で作製した試料の微小角入射 X 線回折および反射率測定を行った。X 線の入射エネルギーは、6.90 eV～7.14 eV の範囲で行った。

結果および考察：

図 1 に L1₀型 FeNi 薄膜の X 線回折スペクトルの X 線エネルギー依存性を示す。二つのピークのうち、高角側のピークが L1₀-FeNi に起因する (110) 超格子ピークであり、低角側のピークが fcc 構造のバッファ層に起因する (200) 基本ピークである。明確で高強度な超格子ピークが確認

され、試料が設計通りの L₁₀型構造になっていることが示唆された。また、X線のエネルギーに依存して超格子ピークの強度が変化することが確認された。

これは、Fe吸収端付近における異常分散項の寄与に因るものと考えられる。異なる成膜条件で作製した数種類の L₁₀型 FeNi 薄膜の回折スペクトルを測定したところ、試料の平坦性に応じて超格子ピークの回折強度に変化が生じることも分かった。

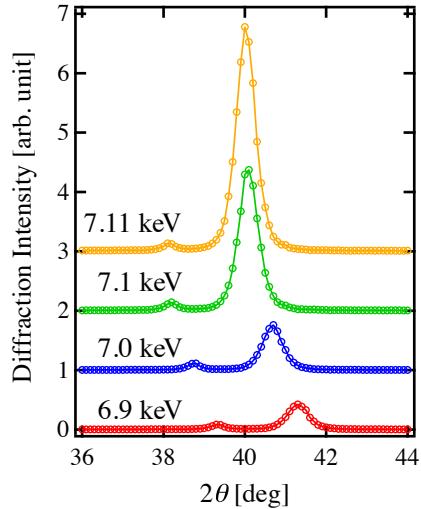


図 1. L₁₀型 FeNi 薄膜の X 線回折スペクトルの入射エネルギー依存性

続いて様々なバッファ層を用いて作製した FeNi 薄膜について、(110) 超格子ピーク及び (200) 基本ピークの積分強度から長距離規則度 S を見積もった。磁化測定からあらかじめ見積もっておいたそれぞれの FeNi 薄膜の垂直磁気異方性定数 K_u との相関を調べたところ、規則度と磁気異方性との間には明確な相関は見られなかった（図 2）。より高い K_u を有する FeNi 薄膜を得るために、格子不整合による歪みの影響も考慮する必要があることが推測される。

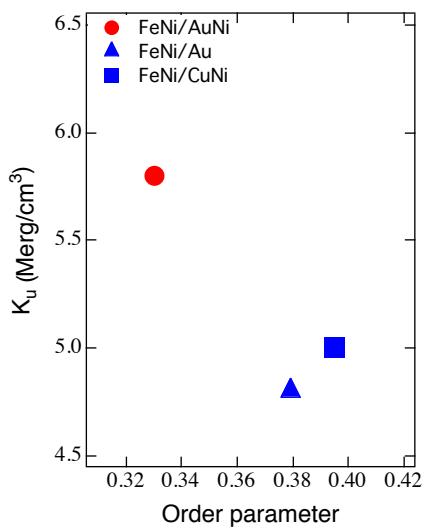


図 2. L₁₀型 FeNi 薄膜の磁気異方性と規則度の相関

今後の課題：

今後は、バッファ層の最適化と L₁₀-FeNi 層の結晶構造の相関を探っていく必要がある。また、規則度と結晶磁気異方性に加え、格子不整合による歪みの影響の見積もりも進め、それらの関係についても明らかにしていく予定である。

参考文献：

- [1] M. Mizuguchi *et al.*, J. Appl. Phys., **107**, 09A716 (2010).