

## X線回折による L1<sub>0</sub> 型 FeNi 超格子の構造評価(2) Analysis on Crystal Structures of L1<sub>0</sub> type FeNi Films by X-ray Diffraction(2)

水口 将輝<sup>a</sup>, 小嶋 隆幸<sup>a</sup>, 櫻田 俊<sup>a</sup>, 高梨 弘毅<sup>a</sup>, 小嗣 真人<sup>b</sup>, 大坂 恵一<sup>b</sup>, 小金澤 智之<sup>b</sup>  
Masaki Mizuguchi<sup>a</sup>, Takayuki Kojima<sup>a</sup>, Takashi Sakurada<sup>a</sup>, Koki Takanashi<sup>a</sup>,  
Masato Kotsugi<sup>b</sup>, Keiichi Osaka<sup>b</sup>, Tomoyuki Koganezawa<sup>b</sup>

<sup>a</sup>東北大学 金属材料研究所, <sup>b</sup>(財)高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>IMR-Tohoku Univ., <sup>b</sup>JASRI

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 L1<sub>0</sub> 型規則合金である FeNi 薄膜の結晶構造評価を行った。スパッタリング法と急速加熱法を併用して作製した FeNi 薄膜の X 線回折スペクトルを測定したところ、加熱速度 5°C/s 以下では FeNi(111)および(002)ピークがほとんど見られないが、50°C/s 以上では双方のピーク強度が増加することが分かった。また、加熱温度の増加に伴い、特に FeNi(111)ピークが顕著に増加することが分かった。今後、より規則度の高い L1<sub>0</sub>-FeNi 薄膜を作製するための重要な知見が得られた。

**キーワード：** L1<sub>0</sub>型、FeNi、磁気記録媒体、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 L1<sub>0</sub> 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 を用いた L1<sub>0</sub> 型 FeNi 規則合金の作製を推進してきた。最近、分子線エピタキシの技術を活用することで、L1<sub>0</sub> 型の人工格子を作製するに至った[1-3]。通常の FeNi は不規則相として知られており、磁気特性も L1<sub>0</sub>-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の一つ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よるものであり、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ことを目的として、研究を進めた。特に、今回はスパッタ法と急速加熱法を併用して作製した垂直磁気異方性を有する FeNi 薄膜の格子状態を、放射光 XRD を用いて評価することにより、その構造特性を明らかにすることを計画した。前回までの実験では、分子線エピタキシを用いた単原子交互積層法により試料を作製していたが、より実用的な材料開発の観点から、今回はスパッタ法により作製した試料の X 線回折測定を初めて行った。

### 実験：

試料の作製は、熱酸化膜付き Si 基板上にスパッタ法により Fe および Ni を同時に蒸着することにより行った。成膜後、真空中での急速加熱処理により規則化を促した。急速加熱速度は 5°C/s、50°C/s、67°C/s の 3 通りとし、加熱温度は 200°C、250°C、300°C の 3 通りとした。あらかじめ、これらの薄膜の磁化特性を測定しており、全ての試料について垂直磁化を確認している。

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、様々な加熱条件で作製した試料の X 線回折を行った。X 線の入射角度は 0.35°

とし、X線の入射エネルギーは、6.90 keV~7.50 keVの範囲で行った。測定は全て室温で行った。これらの測定条件は、前回までの測定条件の最適化の結果を参考にして決定した。

### 結果および考察：

図1に、FeNi(111)および(002)ピークの急速加熱速度依存性を示す。X線の入射エネルギーは7.50 keVとした。急速加熱速度5°C/s以下ではほとんどピークが見られないが、50°C/s以上では双方のピーク強度が増加することが分かった。今回の実験では、Feの吸収端により近いX線のエネルギーでも測定を行い、異常分散の効果を調べたが、特に顕著な効果は見られなかった(ここでは、詳細は示さない)。

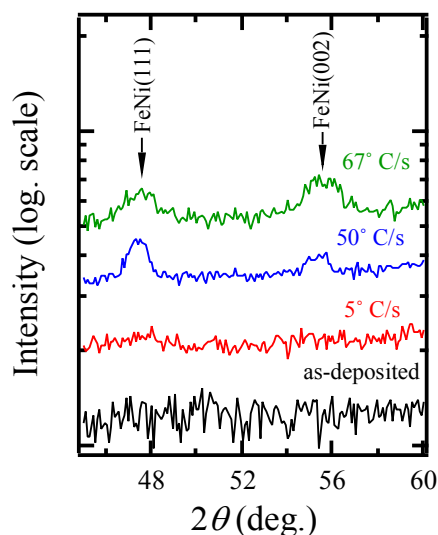


図1. FeNi(111)および(002)ピークの急速加熱速度依存性。

図2に急速加熱速度を50°C/sに固定した場合のアニール温度依存性を示す。アニール温度の増加に伴い、特にFeNi(111)ピークが顕著に増加することが分かった。これは、L<sub>10</sub>規則化のためには最適なアニール温度が存在することを明確に示した結果である。また、今回はL<sub>10</sub>(001)ピークを観測し、L<sub>10</sub>(002)ピークとの強度比からL<sub>10</sub>規則度を算出することも試みたが、残念ながら微小なL<sub>10</sub>(001)ピークを観測することはできなかった。これは、今回測定した試料の規則度が十分に大きくなかったことが要因と考えられる。今回の実験をとおして、今後、より規則度の高いL<sub>10</sub>-FeNi薄膜を作製するための重要な知見が得られた。

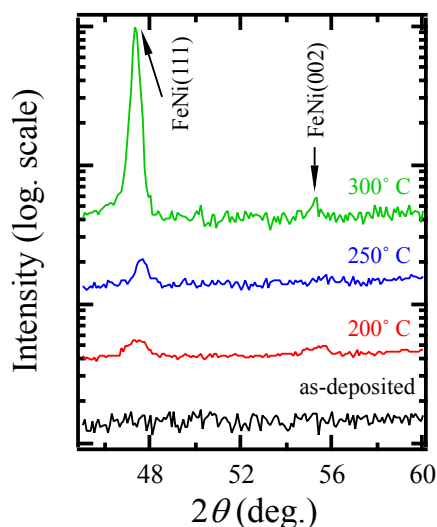


図2. 急速加熱速度を50°C/sに固定した場合のアニール温度依存性。

**今後の課題：**

今後は、より最適な作製条件の探索を行い、垂直磁気異方性との相関を明らかにする。また、FeNi(001)のピークが観察される条件を見だし、L1<sub>0</sub>規則度の算出を進めたい。

**参考文献：**

- [1] M. Mizuguchi *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **107**, 09A716 (2010).
- [2] M. Mizuguchi *et al.*, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **35**, 370 (2011).
- [3] T. Kojima *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **51**, 010204 (2012).