

X線回折による L1₀ 型 FeNi 規則相を含む合金薄膜の構造評価 Analysis on Crystal Structures of L1₀ Type FeNi Films by X-ray Diffraction

水口 将輝^a, 田代 敬之^a, 小嶋 隆幸^a, 高梨 弘毅^a,
小嗣 真人^b, 大槻 匠^b, 小金沢 智之^b
Masaki Mizuguchi^a, Takayuki Tashiro^a, Takayuki Kojima^a, Koki Takanashi^a,
Masato Kotsugi^b, Takumi Ohtsuki^b, Tomoyuki Koganezawa^b

^a東北大学金属材料研究所, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^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 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、加熱時間の増加に従い、L1₀ 規則度が増加し、10 時間の加熱で最大値をとった後、減少することが分かった。これらの結果は、適切な加熱処理を行うことにより、L1₀ 規則化を促進することができることを示す結果である。

キーワード： L1₀ 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 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 を用いた 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, 2, 3]。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。磁気記録媒体の機能の一つである磁気異方性は、格子の規則度や格子歪みに強く依存して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ことを目的として、研究を進めた。今回は特に、スパッタ法と急速加熱法を併用して作製した FeNi 薄膜の結晶構造について、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。前回までに L1₀-FeNi の超格子ピークを観測し、その加熱温度依存性を明らかにすることができたため、今回は加熱時間依存性をより詳細に調べることを試みた。

実験：

試料の作製は、MgO(001)基板上にスパッタ法により Fe および Ni を同時に成膜することにより行った。膜厚は、30 nm とした。成膜後、真空中での急速加熱処理(RTA)により規則化を促した。急速加熱速度は 50°C/s、加熱温度は 300°C とし、加熱時間を 1, 2, 5, 10, 20 時間と変化させた。また、参照試料として、通常の方法での加熱(TA; 0.1°C/s)で作製した試料も、それぞれの加熱時間に対して準備した。あらかじめ、これらの薄膜の磁化曲線を測定して磁気特性を調査済みである。

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、加熱条件を変化させて作製した試料の X 線回折を行った。面内配置における X 線回折測定を行い、X 線の入射エネルギーは、6.90 keV とした。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：

Fig.1 に、急速加熱処理した FeNi 薄膜の、面内 XRD における FeNi(001)および FeNi(110)超格子ピークの加熱時間依存性を示す。FeNi(110)超格子ピークは、加熱時間の増加に従って強度が増加し、10 時間で最大強度を示した後、20 時間では減少することが分かった。一方、FeNi(001)ピークは、加熱時間によらず全く観測されなかった。これにより、適切な加熱時間を選択することにより、L1₀規則化が促進されることが分かった。

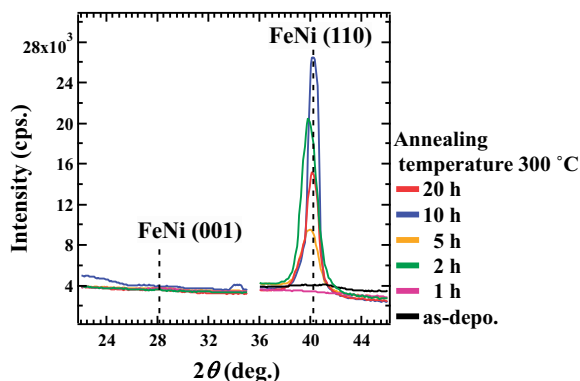


Fig.1. 急速加熱処理した FeNi 薄膜の、面内 XRD における FeNi(001)および FeNi(110)超格子ピークの加熱時間依存性。

Fig.2 に、急速加熱処理(RTA)および通常加熱処理(TA)した FeNi 薄膜の、面内 XRD における規則度の加熱時間依存性を示す。RTA、TA ともに加熱時間の増加に伴い規則度は増加し、10 時間の加熱時間で $S=0.30$ 程度の最大値を取ることが分かった。また、加熱時間を 20 時間まで増加すると、規則度は 0.20 以下にまで減少することが分かった。この膜厚の FeNi では、RTA と TA の規則度に対する差はほとんど見られなかった。今回の実験をとおして、今後、より規則度の高い L1₀-FeNi 薄膜を作製するための重要な知見が得られた。

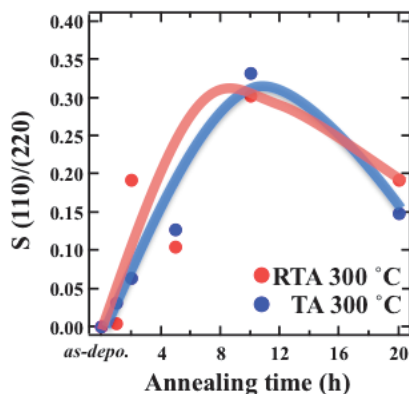


Fig.2. 急速加熱処理(RTA)および通常加熱処理(TA)した FeNi 薄膜の、面内 XRD における規則度の加熱時間依存性。

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 に対する第三元素の添加効果についても調べていきたい。

参考文献：

- [1] M. Mizuguchi et al., *J. Magn. Soc. Jpn.*, **35**, 370, (2011).
- [2] T. Kojima et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **51**, 010204, (2012).
- [3] T. Kojima et al., *J. Phys. Cond. Mat.*, **26**, 064207, (2014).