

パルスレーザー蒸着法で作製された $L1_0$ -FeNi の構造解析 Structural Analysis on $L1_0$ -FeNi Fabricated by Pulsed Laser Deposition

小嗣 真人^a, 齊藤 真博^a, 伊藤 久晃^a, 小金澤 智之^b, 水口 将輝^c
Masato Kotsugi^a, Masahiro Saito^a, Hisaaki, Itoh^a, Tomoyuki Koganezawa^b, Masaki Mizuguchi^c

^a東京理科大学, ^b(公財)高輝度光科学研究センター, ^c東北大学
^aTokyo Univ. of Science, ^bJASRI, ^cTohoku Univ.

本課題ではレアメタルフリー新規磁性材料 $L1_0$ -FeNi の構造解析を通じて、磁気異方性を向上させるための指針の探索を行った。実験では放射光 XRD を用いた構造解析を行い、 $L1_0$ -FeNi の超格子反射に着目して解析を行った。試料は種々の温度条件で作製され、超格子反射の温度依存性を追跡することで、最適な成膜条件の調査を行った。

キーワード： $L1_0$ -FeNi 規則合金、XRD、格子定数、規則度解析、磁気異方性との相関

背景と研究目的：

現在、磁気記録媒体や磁気メモリにおいて、高集積化に有利な垂直磁化膜が必要不可欠となっている。次世代の垂直磁化膜材料としては FePt や CoPt 規則合金が盛んに研究されているが、Pt は非常に高価であり埋蔵量および産出量のほとんどが南アフリカに集中し供給が不安定という問題があるため、代替材料の開発が望まれている。 $L1_0$ 型 FeNi 規則合金(図1)は、FePt や CoPt 合金と同じオーダーの磁気異方性および大きな磁化を有することが知られており、資源が潤沢で安価な垂直磁化膜材料として有望である[1,2]。また、キュリー温度が高く、耐食性が良いという特長を有しており、ネオジム磁石を代替するレアアースフリー永久磁石としての応用も期待されている。近年、我々はパルスレーザー蒸着(PLD)法による材料創製を進めており、 $L1_0$ -FeNi 薄膜の人工合成に成功してきた。通常の FeNi では原子はランダムに配列しており、磁気特性も $L1_0$ -FeNi のそれとは大きく異なる。合金の磁気特性は結晶構造に強く依存し、その規則度や格子ひずみによって、垂直磁化膜において最も重要な機能性である磁気異方性が大きく変化する。したがって、産業応用のためには、 $L1_0$ -FeNi の結晶構造を精密に評価し、磁気特性との関係を詳細に調べる必要がある。そこで我々は、高強度で単色性が良く、エネルギー可変である SPring-8 の放射光に着目し、これを利用した X 線回折(XRD)により構造を詳細に評価することを計画した。

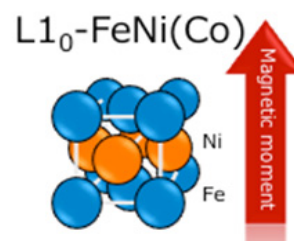


図1. $L1_0$ -FeNi

実験：

試料は、YAG レーザーを光源とするパルスレーザー蒸着(PLD)装置を用いて作製した(図2)。基板には MgO を使い、アニール処理を行い、Fe シード層を蒸着した後、Au および Cu をバッファ層として蒸着した。FeNi 層との格子ミスマッチを低減し、平坦性を向上させるため、バッファ層の基板温度を様々に変えて最適化を行った。構造解析は BL46 に設置された X 線回折装置を用いて実施された。入射光のエネルギーは 7.11keV に設定され、検出器として NaI シンチレーターを用いた。入射スリット IS は 0.5 mm で受光スリット RS は 2 mm に設定した。また入射角は 0.28° とし面内 X 線回折測定を実施した。試料温度は室温であり、測定中はドーム内を He に置換している。

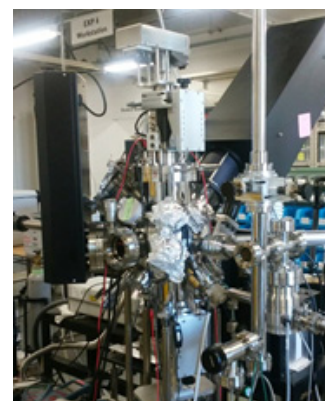


図2. PLD 蒸着装置

結果および考察：

X線回折測定で得られた結果の一例を図3に示す。図3aは(110)方位の面内回折パターンであり、必要な部分をトリミングしたものである。積算時間は10秒であり、個々のパターンはアッテネータの吸収係数を補正して図示してある。XRDの結果、RT試料では(110)反射は見られなかったが、試料温度の加熱に伴って、明瞭な(110)ピークを確認することができた。またピーク強度は300°Cで極大をとり、400°Cで減少に転じていることが確認できる。本ピークはL1₀-FeNiの規則化に起因するピークである可能性が高い。同様に、(220)の基本反射についても同様に解析した結果を図3bに示す。積算時間は1秒であり、アッテネータの吸収係数は本図も補正済である。得られた回折パターンはいずれも基本反射を明瞭に捉えており、fcc構造の形成を確認することができた。(110)および(220)の反射強度比の温度依存性から、300°C試料が最も高い規則度を有していることが確認された。これらの結果から、試料成膜温度の最適化が行えたと考えている。なおMBE蒸着による先行研究では、170°Cが最適温度であり、本実験の結果とは異なる振る舞いであった[2]。そして300°CはFeNi相の規則/不規則変態温度である325°Cとほぼ同一であることから、薄膜成長モードの差異が成膜温度の差異に寄与したものと推察される。これらの知見は今後、より規則度の高いL1₀型FeNi薄膜を作製するための重要な情報と考えられる。

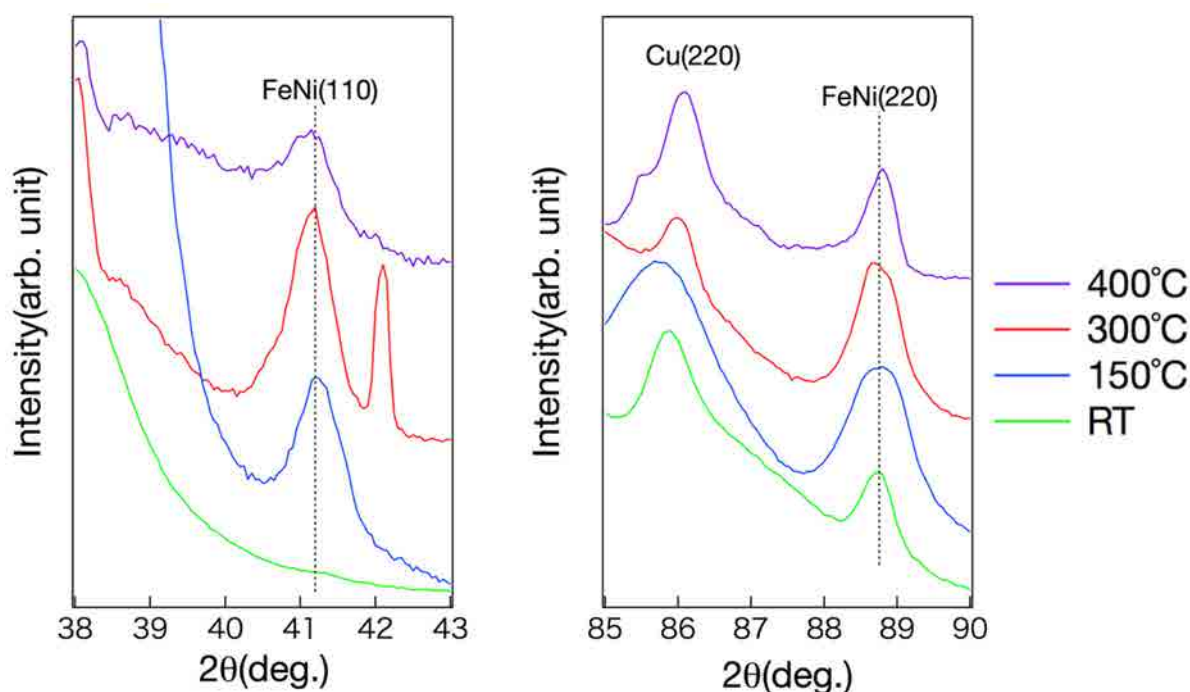


図3. L1₀-FeNiのXRDパターン (a) (110)超格子反射ピーク、(b) (220)基本反射ピーク

試料：L1₀-FeNi 薄膜 10mm×10mm 角、PLDによる単原子交互積層により作製

実験条件：BL46XU

・回折・散乱の場合

X線エネルギー(7.11 keV)、入射X線形状(IS: 0.5mm, RS: 2mm)

多軸回折装置

入射角:0.28°、面内測定、検出器(NaIシンチレーションカウンタ)

・その他測定環境条件

室温、He置換

参考文献：

[1] M. Kotsugi et al. *J. Magn., Magn. Matt.* **326**, 235, (2013)

[2] T. Kojima et. al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **51**, 010204, (2012)