

パルスレーザー蒸着法で作製された FeCo 薄膜の構造解析(2) Structural Analysis on FeCo Thin Film Fabricated by Pulsed Laser Deposition

小嗣 真人^a、伊藤 久晃^a、宮下 拓也^a、熊谷 卓也^a、高橋 優樹^a、小金澤 智之^b
Masato Kotsugi^a, Hisaaki, Itoh^a, Takuya Miyashita^a, Takuya Kumagai^a, Yuki Takahashi^a,
Tomoyuki Koganezawa^b

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

本課題ではレアメタルフリー新規磁性材料 L1₀-FeCo の実現を目標に、パルスレーザーによる単原子交互積層法で作成した FeCo 薄膜を対象に構造解析を行った。実験では放射光 XRD を用いた構造解析を行い、L1₀-FeCo の超格子反射に着目して解析を行った。本課題では特に、異常分散効果について検討をおこなった。試料は種々の温度条件で作製され、回折パターン温度依存性を追跡することで、最適な成膜条件の調査や、超薄膜の状態解析を行った。

キーワード： L1₀-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。L1₀型 FeCo 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、ネオジウ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[3]、FeCo 薄膜の人工合成を行っている[4]。通常の FeCo では B2 構造が最安定であるが、バッファ層を周期的に挿入することで、B2 転移を抑制できることを確認している。磁性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、L1₀-FeCo 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。なお、今課題では異常分散測定を行い、超格子反射の由来について議論を行った。また作製試料の温度依存性も調査した。

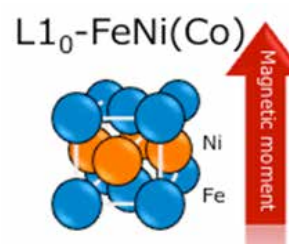


図 1 : L1₀-FeCo

実験：

試料作製は Nd: YAG レーザー(波長 266 nm)を光源とする PLD 装置を用いて行った(図 2)。MgO(100)単結晶基板をアニール処理後、基板温度 80°C で Fe(1 nm), Au(20 nm)を蒸着し、さらに基板温度を 300°C とし、Cu(50 nm)を蒸着した。その後、単原子交互積層により(7 ML-FeCo/3 ML-Ni)₃ を作製した。この際の蒸着時基板温度は RT(室温)から 750°C まで系統的に調査した。構造解析は、SPring-8 BL46XU に設置された X 線回折装置(XRD)を用いて実施された。入射光のエネルギーは 7.11



図 2 : PLD 蒸着装置

keV に設定され、検出器として NaI シンチレーターを用いた。IS は 0.5 mm で 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。得られた解析パターンと反射高速電子回折(RHEED)、原子間力顕微鏡(AFM)、SQUID の結果を比較検討し、磁気異方性向上の指針を調査した。

結果および考察：

X 線回折測定(7.11 keV)で得られた結果の一例を図 3 に示す。また比較のため、課題 2019A1625 で得た XRD パターン(6.90 keV)も合わせて示す。まず、fcc 相の(220)に対応するピークを 88.5° 近傍で確認することができた。本ピークは基板温度の上昇に伴って減少していることが確認できた。本ピーク位置は Ni(220)と同じ位置であり、Ni (合計 9ML) および FeCo (合計 21ML) の層数を勘案すると、Ni のみで本ピークが形成されたとは考えにくい。また 6.90 keV の回折パターンと比較すると、強度の差異が無いことが確認できる。このことから、L1₀相の規則化はなされていないことが示唆される。これは課題 2019A1625 で指摘された、FeCoNi のインターミキシングと格子定数変化を裏付けるものであった。今後は合金化を抑制するため、膜厚依存性について調査する予定にしており、L1₀-FeCo の作製の指針を探索していきたい。

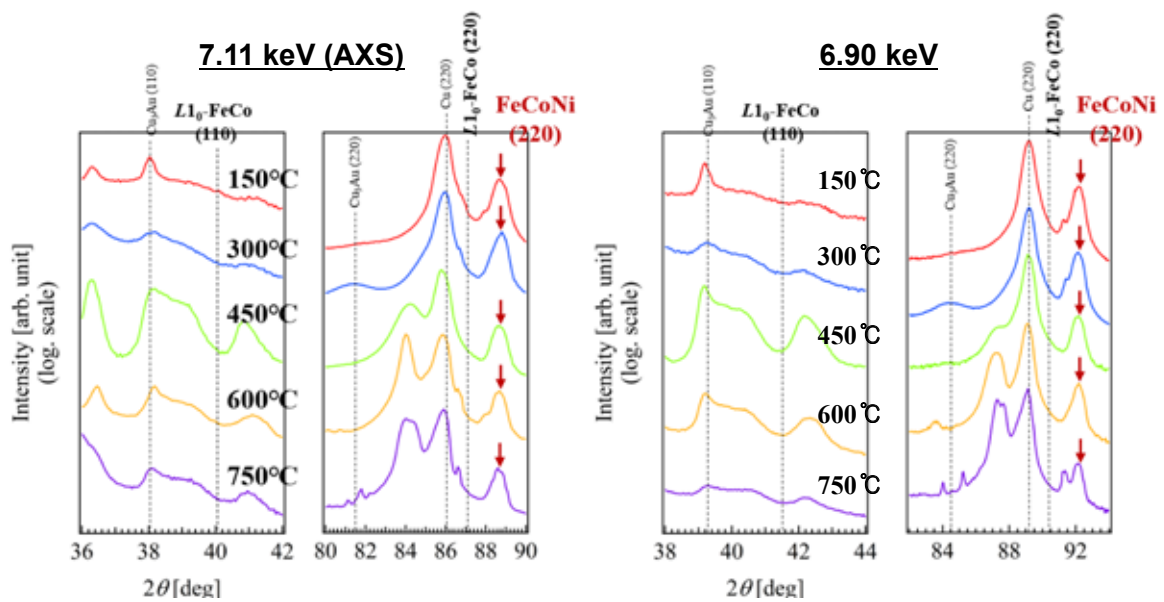


図 3 : FeCo 薄膜の XRD パターン

試料 : FeCo 薄膜 10 mm×10 mm 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 (7.10 keV)、入射 X 線形状 (IS: 0.5 mm, RS: 2 mm)

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).
- [3] M. Saito, and M. Kotsugi et al. *Appl. Phys. Lett.* **114**, 072404 (2019).
- [4] H. Ito, and M. Kotsugi et al., *AIP Adv.*, **9**, 045307 (2019).