

## X線回折による $L1_0$ 型 FeNi 規則相を含む合金薄膜の構造評価 Analysis on Crystal Structures of $L1_0$ Type FeNi Films by X-ray Diffraction

水口 将輝<sup>a</sup>, 田代 敬之<sup>a</sup>, 小嶋 隆幸<sup>a</sup>, 高梨 弘毅<sup>a</sup>, 小嗣 真人<sup>b</sup>, 大槻 匠<sup>b</sup>, 小金澤 智之<sup>b</sup>  
Masaki Mizuguchi<sup>a</sup>, Takayuki Tashiro<sup>a</sup>, Takayuki Kojima<sup>a</sup>, Koki Takanashi<sup>a</sup>,  
Masato Kotsugi<sup>b</sup>, Takumi Ohtsuki<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> (公財) 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  $L1_0$  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、加熱温度の増加に従い、 $L1_0$  規則超格子の強度が増加し、ある温度以上では逆に強度が減少することが分かった。これらの結果は、適切な RTA 処理を行うことにより、 $L1_0$  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：  $L1_0$  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  $L1_0$  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  $L1_0$  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、 $L1_0$  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  $L1_0$ -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 FeNi の超格子ピークを観測することができたため、今回は加熱温度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。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  $50^\circ\text{C}/\text{s}$ 、加熱時間は 20 h とし、加熱温度は  $300^\circ\text{C}$ 、 $325^\circ\text{C}$ 、 $350^\circ\text{C}$ 、 $375^\circ\text{C}$ 、 $400^\circ\text{C}$  の 5 通りとした。また、参照試料として、通常速度の加熱 ( $0.1^\circ\text{C}/\text{s}$ ) で作製した試料もそれぞれの加熱温度に対して準備した。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、 $6.90\text{ keV}$  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：

図 1 に、面内 XRD における FeNi(200)基本ピーク積分強度の加熱温度依存性を示す。加熱温度の増加に従って、RTA、通常熱処理ともに強度が増加することが分かった。また、両者の間には強度に大きな差は認められなかった。これにより、加熱速度に依存せず、加熱時間の増加に従って(001)配向が促進されることが分かった。

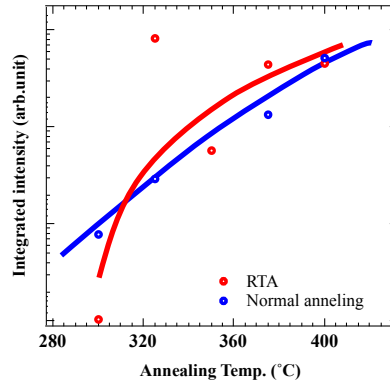


図 1. 面内 XRD における FeNi(200)基本ピーク積分強度の加熱温度依存性。  
RTA の場合と通常の方法の加熱の場合の二通りが示されている。

図 2 に、面内 XRD における FeNi(001)超格子ピーク積分強度の加熱温度依存性を示す。RTA では、加熱温度の増加に伴い、ピーク強度も増加し、375°C を超えると減少に転じることが分かった。また、通常熱処理でも、高温熱処理温度ではピーク強度が減少することが分かった。また、両者の強度を比較すると、RTA の方が大きいことも分かった。これらの結果は、適切な RTA 処理を行うことにより、L1<sub>0</sub>規則化を促進することができることを示す結果である。今回の実験をとおして、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。

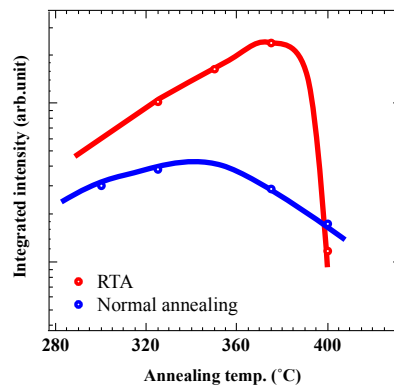


図 2. 面内 XRD における FeNi(001)超格子ピーク積分強度の加熱温度依存性。  
RTA の場合と通常の方法の加熱の場合の二通りが示されている。

## 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、超格子ピークがより明確に観察される作製条件を見だし、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).