

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, 高梨 弘毅^a, 小金澤 智之^b
Masaki Mizuguchi^a, Takayuki Tashiro^a, Koki Takanashi^a, 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、FeNi のピーク以外の酸化物ピークなどが存在する場合でも、FeNi の超格子ピークと明確に区別できることが分かった。また、Cu₃Au 下地層超格子ピークと FeNi 超格子ピークは、フィッティングにより分離が可能なが分かった。これらの結果は、適切な試料設計を行うことにより、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]。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。前回までに多層膜の成長条件の最適化を完了しており、今回は特に、FeNi 超格子ピークと下地層のピークや酸化物などのピークとの分離・識別を行うことにより、規則度算出方法の妥当性を調べた。

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(単層膜)、あるいは交互に成膜(多層膜)することにより行った。単層膜の膜厚は 30 nm とし、多層膜の各層の膜厚は、Fe、Ni 層ともにそれぞれ 0.2 nm、総膜厚は 15 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 とし、加熱温度は 200°C から 400°C の間で変化させた。加熱時間は 20 時間とした。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、回折実験を行った。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、表面の酸化を防ぐために 3 nm の MgO 層をキャップ層として成膜した、FeNi 単層膜の面内 XRD における測定結果を示す。FeNi(110)超格子ピークを明確に確認することができた。また、MgO キャップ層に起因する MgO(200)ピークも確認した。加えて、 $2\theta = 34^\circ - 35^\circ$ 付近にいくつかの酸化物ピークを観測した。これらは、鉄酸化物あるいはニッケル酸化物に起因するピークである。このように、FeNi のピーク以外の酸化物ピークなどが存在する場合でも、FeNi の超格子ピークあるいは基本ピークと明確に区別できることが分かった。

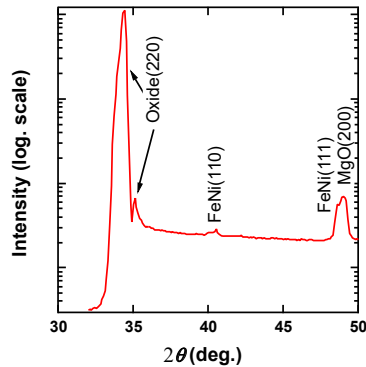


Fig.1. 3 nm の MgO 層をキャップ層として成膜した、FeNi 単層膜(30 nm)の面内 XRD 測定結果。

Fig.2 に、膜厚 40 nm の Cu_3Au 下地層上に成膜した FeNi 多層膜の面内 XRD 測定結果を示す。測定した生データおよび、生データからバックグラウンドを差し引いた後にピークフィッティングにより FeNi 超格子ピークと Cu_3Au の下地層超格子ピークとにピーク分離した結果が示されている。 Cu_3Au の下地層超格子ピークは FeNi 超格子ピークに重なっているが、フィッティングを行うことにより、分離が可能なが分かった。これは、規則度の精密な算出に影響が無いことを示している。今回の実験から、今後、より規則度の高い L_{10} -FeNi 薄膜を作製するための重要な知見が得られた。

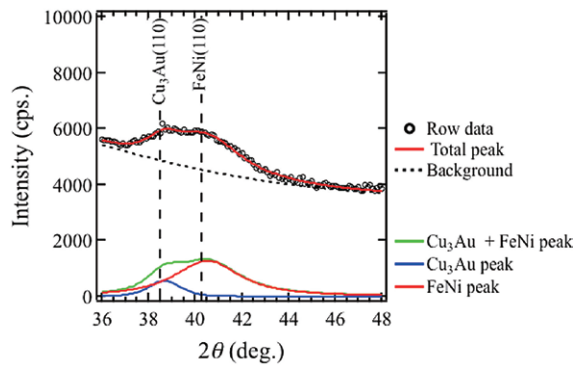


Fig.2. 40 nm の Cu_3Au 下地層上に成膜した FeNi 多層膜(15 nm)の面内 XRD 測定結果。

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 と非磁性材料からなるグラニューラー構造の特性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).