

## X線回折による L1<sub>0</sub> 型 FeNi 規則相を含む合金薄膜の構造評価 Analysis on Crystal Structures of L1<sub>0</sub> Type FeNi Films by X-ray Diffraction

水口 将輝<sup>a</sup>, 田代 敬之<sup>a</sup>, 高梨 弘毅<sup>a</sup>, 小金澤 智之<sup>b</sup>  
Masaki Mizuguchi<sup>a</sup>, Takayuki Tashiro<sup>a</sup>, Koki Takanashi<sup>a</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<sub>0</sub> 型規則合金 FeNi 薄膜の結晶構造評価を行った。スパッタリング法により作製した Ti 添加 FeNi 薄膜の X 線回折スペクトルを測定したところ、FeNi(110) 超格子ピークおよび FeNi(220) 基本ピークを明確に確認することができた。アニール温度を上昇させると、450°C であっても超格子ピークが観測された。また、そのピーク強度は、概ね 400°C 付近で最大値をとることが分かった。これは、Ti 添加により、規則・不規則変態温度が上昇したことを示唆する結果である。

**キーワード：** L1<sub>0</sub> 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<sub>0</sub> 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<sub>0</sub> 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<sub>0</sub> 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、FeNi への第三元素の添加効果を調べるために、Ti を添加した FeNi 薄膜をスパッタ法により作製し、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。これは、Ti を Fe 層に選択的に添加することにより、L1<sub>0</sub> 型 FeNi の規則・不規則変態温度が上昇することが理論計算から分かっているためであり、その実証のために、Ti 添加後の加熱処理温度と規則度の相関を調べることを目的として実験を行った。

### 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 を交互に成膜することにより行った。各層の膜厚は、Fe、Ni 層ともにそれぞれ 0.3 nm、総膜厚は 15 nm とした。Fe 層にさまざまな分量の Ti を添加した試料を作製した。成膜後、真空中での加熱処理により規則化を促した。加熱速度は 10°C/min とし、加熱温度は 300°C から 500°C の間で変化させた。加熱時間は 1 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、7.11 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、Ti を添加していない FeNi 多層膜の面内 XRD における測定結果を示す。加熱を行った試料において、FeNi(110)超格子ピークおよび FeNi(220)基本ピークを明確に確認することができた。アニール温度を上昇させると、300°C で超格子ピークの強度が最大値をとることが分かった。これは、これまでの我々の実験結果と一致しており、規則・不規則変態温度が 320°C 程度であることを示している。

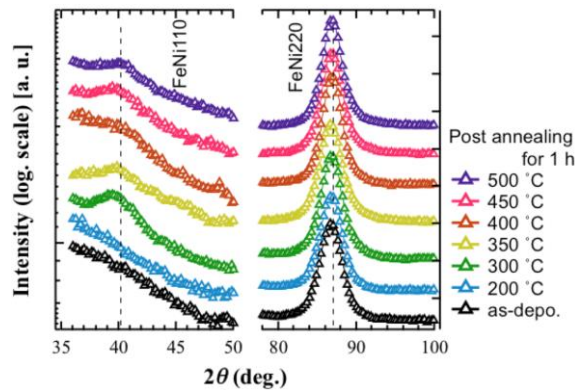


Fig.1. Ti を添加していない FeNi 多層膜(膜厚 15 nm)の面内 XRD 測定結果。

Fig.2 に、1.6%の Ti を添加した FeNi 多層膜の面内 XRD における測定結果を示す。加熱を行った試料において、FeNi(110)超格子ピークおよび FeNi(220)基本ピークを明確に確認することができた。アニール温度を上昇させると、450°C であっても超格子ピークが観測された。そのピーク強度は、概ね 400°C 付近で最大値をとることが分かった。これは、Ti 添加により、規則・不規則変態温度が上昇したことを示唆する結果である。今回の実験から、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。

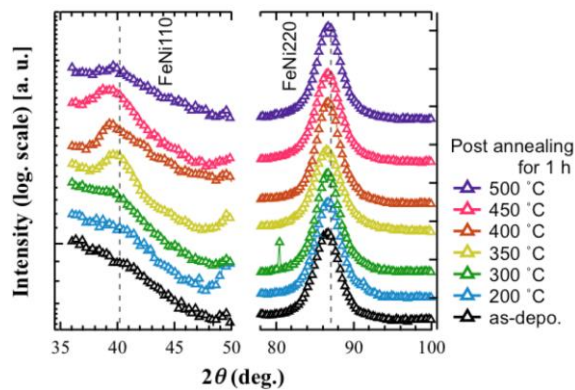


Fig.2. 1.6%の Ti を添加した FeNi 多層膜(膜厚 15 nm)の面内 XRD 測定結果。

### 今後の課題：

今後は、Ti の添加量や、添加する元素の種類を変えるなどにより、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。

### 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).