

単分散 PMMA 粒子をテンプレートに用いた二次元周期構造を有する球殻状薄膜の作製

森宏徳、*篠崎和夫、坂元尚紀、鈴木久男、脇谷尚樹
(静岡大、*東工大)

Preparation of two-dimensional closed-packed shell structure of thin film formed using PMMA particles as a template

Hironori Mori, *Kazuo Shinozaki, Naonori Sakamoto, Hisao Suzuki, Naoki Wakiya
(Shizuoka Univ, *Tokyo Tech.)

はじめに

2次元周期構造を有する薄膜には種々の新しい応用展開が期待されている。我々は2次元に最密充填させた高分子球をテンプレートに用いることにより、半球の球殻状薄膜が配列した構造を作製することに成功している。この構造では、薄膜は基板からの拘束が小さいため、自立膜のような薄膜の特性発現も期待される。本研究では電気磁気効果に着目し、2次元球殻構造を有する強誘電体と強磁性体のマルチフェロイック積層薄膜の作製を目的とした。

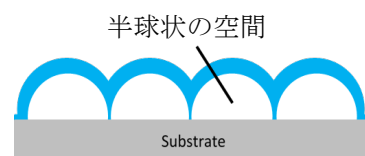


図1 球殻状薄膜の模式図

実験方法

下部電極として LaNiO_3 (LNO)、強誘電体として $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT)、強磁性体及び上部電極として Terfenol-D を用いた二次元周期構造を有する球殻状薄膜を PLD 法で作製した。まず、水とトルエンの混合溶液に平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の PMMA を溶かしたコロイド溶液を、基板処理を施し親水性にした Si 基板にスピコート法で基板の上にテンプレートを作製した。このテンプレート付き基板に室温で LNO を成膜し、成膜後に基板を 600°C でアニールを行った。続いて、基板温度を 500°C にして PZT を、室温で Terfenol-D を成膜した。Terfenol-D は、PLD チャンバー内でターゲットに対し垂直になるよう設置して成膜することで、電極の孤立化を図った。

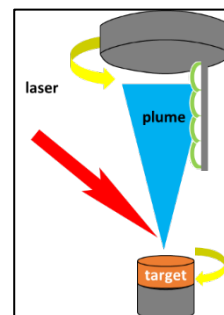


図2 Terfenol-D 薄膜の作製方法

実験結果

作製した試料の表面 SEM 写真および EDS による元素分析の結果を図3に示す。LNO 由来の La と PZT 由来の Ti はそれぞれの球殻の全体から検出されているのに対し、Terfenol-D 由来の Fe はそれぞれの球殻の左半分から多く検出されていることがわかる。以上の結果から、上部電極が孤立した目的のマルチフェロイック薄膜が作製でき

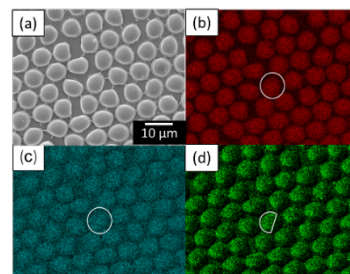


図3 作製した試料の(a)SEM 写真、EDS による面分析 (b)La, (c)Ti, (d)Fe

ていることが示唆された。また、Si 基板上に PLD 法で直接成膜した Terfenol-D 薄膜の VSM 測定結果では、強磁性を示したため、今回作製した薄膜の Terfenol-D 薄膜も強磁性を示すと考えられる。

PEN 有機膜上の多結晶・アモルファス Co、Fe 磁性薄膜

海住英生、阿部太郎、石丸学*、久保耕司**、西井準治
(北大電子研、*九工大、**帝人デュポンフィルム(株))

Polycrystalline and amorphous Co and Fe magnetic thin films on PEN organic substrates

H. Kaiju, T. Abe, M. Ishimaru*, K. Kubo** and J. Nishii

(Hokkaido Univ. RIES, *Kyushu Inst. Technology, **Teijin DuPont Films Japan Limited)

はじめに

ポリエチレンナフタレート (PEN) 有機膜上に Ni、Ni₇₅Fe₂₅ 磁性薄膜を蒸着すると、Ni、Fe 原子が PEN 内に潜り込まず、明瞭な界面、及び、平坦な表面が形成される [1]。これにより、異方性磁気抵抗 (AMR) 効果や磁気光学カー効果 (MOKE) が観測される [2, 3]。本研究では、PEN 有機膜上の Co、Fe 磁性薄膜に注目し、その表面・内部構造および磁気特性を調べることを目的とした。

実験方法

PEN 有機膜 (帝人デュポンフィルム社製 TEONEX Q65、長さ 10 mm、幅 2 mm、膜厚 25 μm) 上の Co、Fe 磁性薄膜の作製には抵抗加熱式磁場中真空蒸着装置を用いた。蒸着パワーは 250-450 W、蒸着時の圧力は $\sim 10^{-3}$ Pa、蒸着膜厚レートは 1.5-2.5 nm/min とした。誘導磁気異方性を付与するための面内磁場は 360 Oe とした。表面状態観察には原子間力顕微鏡 (AFM) を用いた。内部構造解析には透過型電子顕微鏡 (TEM)、電子線回折を用い、断面 TEM 試料の作製には Ar イオンミリングを用いた。このとき、電子ビームによる試料の温度上昇を抑えるため低温ステージを用いた。磁気特性評価には集光型面内 MOKE 法を用いた。最大印加磁場は 1 kOe、面内印加磁場回転角は 0-90°、観測スポットサイズ径は 3 μm、測定温度は室温とした。

実験結果

図 1 に Fe/PEN における保磁力の Fe 膜厚依存性を示す。Fe 膜厚が薄くなるに従い、保磁力が低下し、7 nm 以下では保磁力が消失する。7 nm 以下での保磁力消失は Fe 薄膜のアモルファス化、及び、ナノ結晶化に起因することが断面 TEM 観察と電子線回折の結果から明らかになった。一方で、図 2 に示すように、Co/PEN では、7 nm 以下の Co 膜厚においても保磁力は消失せず、むしろ、極大値を示すことがわかった。これは、Co 薄膜の多結晶化、及び、誘導磁気異方性と形状磁気異方性の競合により説明できることが構造・磁気異方性解析により明らかになった。

参考文献

- [1] H. Kaiju *et al.*, Appl. Surf. Sci. **255**, 3706 (2009). [2] H. Kaiju *et al.*, IEEE Trans. Magn. **46**, 1356 (2010).
[3] H. Kaiju *et al.*, J. Appl. Phys. **111**, 07C104 (2012).

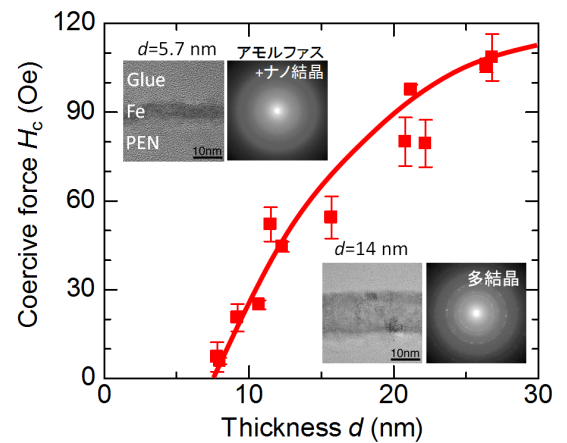


図 1: Fe/PEN における保磁力の Fe 膜厚依存性。内挿図は断面 TEM 像と電子線回折の結果。

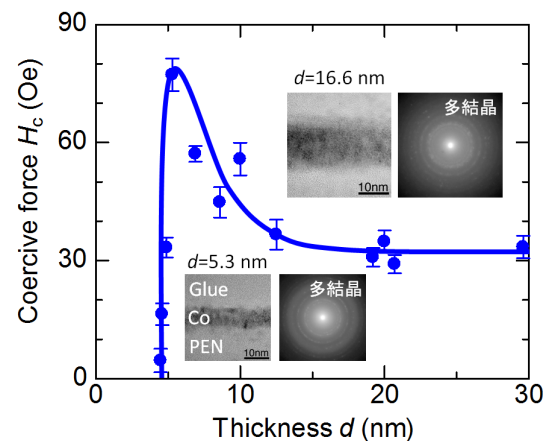


図 2: Co/PEN における保磁力の Co 膜厚依存性。内挿図は断面 TEM 像と電子線回折の結果。

超音速フリージェット PVD による酸化鉄膜の形成

安部史也, 湯本敦史, 政広泰*, 大越慎一**, 生井飛鳥**, 吉清まりえ**, 山本剛久***
(芝浦工大, *TANAKA ホールディングス(株), **東大院, ***名大院)

Preparation of iron oxide films deposited by Supersonic Free-Jet PVD

F. Abe, A. Yumoto, Y. Masahiro*, S. Ohkoshi**, A. Namai**, M. Yoshikiyo**, T. Yamamoto***
(Shibaura Inst. of Tech., *TANAKA HOLDINGS Co., Ltd., **Univ. of Tokyo, ***Nagoya Univ.)

緒言

Fe_2O_3 は, α 相, β 相, γ 相, ε 相などが存在し, 各相において種々の磁気特性を示す. ε 相 (斜方晶, 空間群 $\text{Pna}2_1$) は, 金属酸化物中で最大の保磁力を有する材料であることが知られており¹⁾, 貴金属及び希土類元素を含まない永久磁石として注目されている. しかし, 既存の薄膜技術において酸化鉄の結晶構造を制御することは困難であり, ε 相を含む酸化鉄膜の成膜に関する研究報告例は少ない. 超音速フリージェット PVD は, 生成直後の活性なナノ粒子を超音速ガス流で加速させ, 基板にナノ粒子を堆積させることにより膜形成する新しい原理による成膜方法である. 本研究は, ε 相を含む焼結酸化鉄を原料に用い, 超音速フリージェット PVD により酸化鉄膜の形成を試み, 成膜条件が及ぼす磁気特性への影響を評価することを目的とする.

実験方法

超音速フリージェット PVD (Supersonic Free-Jet PVD; SFJ-PVD)

Fig.1 に SFJ-PVD 装置の概略図を示す. 本装置は, 膜形成室 (Fig.1 上のチャンバ), ナノ粒子生成室 (Fig.1 下のチャンバ) 及び真空排気系より構成されており, 両チャンバは搬送管で連結し, 搬送管の先端には超音速ノズルを装着している. 真空排気系により両チャンバを真空状態にした後, ナノ粒子生成室に He ガスを導入し, 真空排気している膜形成室との間の差圧によりガス流を生起させる. ナノ粒子生成室に設置した膜原料ターゲットに Nd:YAG パルスレーザー (波長 $\lambda=532\text{nm}$) を照射・アブレーションすることによりナノ粒子を生成させる. 生成されたナノ粒子は, ガス流によって膜形成室まで搬送し, 超音速ノズルを通過することで加速され, 膜形成室に設置した基板に衝突・堆積をして成膜が行われる.

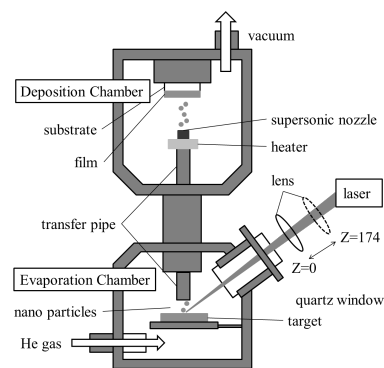


Fig.1 Schematic diagram of SFJ-PVD apparatus.

実験条件

成膜には, 基板に $\phi 5\text{mm}$ 板厚 1mm の無酸素銅 (C1020) を用い, ターゲットには, 逆ミセル法-ゾルゲル法により形成させたシリカが被覆された Fe_2O_3 微粉末 (ε 相 77%・ α 相 23%程度) と, シリカが被覆されていない Fe_2O_3 微粉末 (ε 相 78%・ α 相 22%程度) を焼結した 2 種類を膜原料として用いた. 本実験では, 成膜条件としてナノ粒子生成室圧力, レーザー出力, フルエンスなど各成膜因子が膜特性に与える影響を評価検討した (成膜パラメータの詳細は講演時に説明). 成膜した皮膜の磁気特性は, SQUID により評価した.

結果

Fig.2 に成膜させた膜表面の写真を示す. 表面が均一な膜の成膜に成功した. また, 成膜した皮膜の残留磁化及び保磁力には, ターゲットへのレーザー照射面積が最も重要な因子の一つであることを明らかとした. 本実験において最も高い保磁力 (3.5kOe) を示した皮膜はフルエンス 32 J/cm^2 で成膜した試料であった.

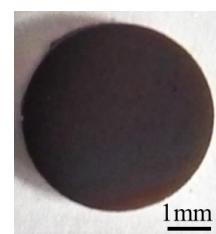


Fig.2 Surface photograph of iron oxide film.

参考文献

- 1) A. Namai, et.al. : NATURE COMMUNICATIONS (DOI: 10.1038/ncomms2038) , pp.1-6(2012).

イオン照射による MnGa 膜の非磁性化と非磁性層厚の制御

大島大輝, 加藤剛志, 高橋茂樹*, 園部義明*, 岩田聡, 綱島滋**
(名大, *サムスン日本研究所, **名産研)

Creation of non-magnetic layer and control of its layer thickness by ion irradiation on MnGa films

D. Oshima, T. Kato, S. Takahashi*, Y. Sonobe*, S. Iwata, S. Tsunashima**
(Nagoya Univ., *Samsung R&D Institute Japan, **NISRI)

はじめに

我々はこれまでに, $L1_0$ 規則相の MnGa に対しイオン照射することにより, MnGa が A1 不規則相へと遷移し非磁性化すること, また, その性質を利用してビットパターン媒体 (BPM) が作製できることを示してきた¹⁾. 本研究では, イオン照射により MnGa 膜を表層から所望の深さまで非磁性化する手法について検討したので報告する.

実験方法

単結晶 MgO (001) 基板の上に RF マグネトロンスパッタにより Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO sub. の膜構成で成膜した. 全ての層は基板温度 100 °C 以下で成膜し, Cr 下地層と MnGa 層の成膜後にはそれぞれ 600 °C で 60 min, 400 °C で 30 min のポストアニールを行った. 作製した膜に対し, イオン注入装置を用い, Kr^+ イオン照射を行った. 照射エネルギーは 5, 10, 30 keV とし, 照射量は 30 keV の場合には 1×10^{14} ions/cm², 5, 10 keV の場合には 3×10^{14} ions/cm² とした. 照射角度を膜面垂直方向に対し, 0° から 70° 傾けて照射することにより, 非磁性化する厚さを変化させた. 照射前後の磁気特性は, 交番磁界勾配型磁力計により測定した.

実験結果

Fig. 1 に照射前および 5 keV の Kr^+ イオンを膜面垂直方向から 60° 傾けて 3×10^{14} ions/cm² 照射した後の膜面垂直方向の磁化曲線を示す. 照射前の磁化曲線が典型的な垂直磁化膜の磁化曲線となっているのに対し, 照射後の磁化曲線は飽和磁化のみが低下し, 磁化曲線の形状や保磁力にはほとんど変化が見られない. このことから, 表面からある程度の深さ分のみが非磁性化されており, また, その非磁性化された層と強磁性を保っている層は非常にシャープに分離していると予想される. そこで, 飽和磁化の低下分から, 非磁性化された層の層厚を見積もった.

Fig. 2 に照射角度と非磁性化された層の層厚の関係を示す. 垂直入射の場合には, イオンのエネルギーが 30 keV のときに 1×10^{14} ions/cm² の照射で膜全体が非磁性化している. イオンエネルギーが低くなるにつれてイオンの膜中への侵入長が減少するため, 非磁性化された層の層厚が薄くなっている. また, エネルギー一定で, 照射角度を大きくすると, イオンが膜面に対し浅い角度で入射するようになるために, 非磁性化される層の厚さが薄くなっている. Fig. 2 から, 照射エネルギーおよび照射角度を適切に選ぶことで非磁性化させる層の厚さを自由に選ぶことが可能であることがわかる. さらに, その層厚は 1 nm レベルで制御できることを示唆している.

謝辞

本研究は Samsung Global MRAM Innovation Program の支援により行われた.

参考文献

- 1) D. Oshima et. al., IEEE Trans. Magn., vol. 49, 3608 (2013)

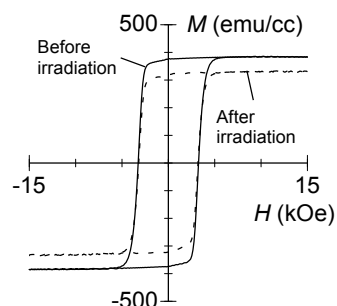


Fig. 1 Out-of-plane M - H loops of MnGa film before and after the 5 keV ion irradiation along 60° from film normal.

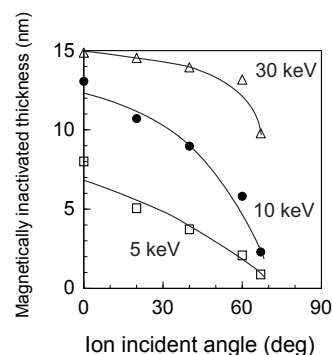


Fig. 2 Ion incident angle dependences of non-magnetic layer thicknesses on MnGa films.

高エネルギーレーザー密度下で作製した Nd-Fe-B 系ナノコンポジット磁石膜

藤山 賢二* 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Nd-Fe-B nano-composite film magnets prepared by high laser energy density

Kenji Fujiyama*, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotohi Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに 「薄手永久磁石の特性向上」はモータの小型化・高性能化に貢献するものであり、更なる進展が期待される⁽¹⁾⁽²⁾。そういう中、我々は、「高トルクを有するシリンダ型小型モータ」を一つの応用例として、PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い、保磁力 400 kA/m 程度、残留磁化 0.9 T 程度、 $(BH)_{\max}$ 90 kJ/m³ の磁気特性を目標値として等方性 Nd-Fe-B/ α -Fe 系ナノコンポジット厚膜磁石の作製を試みてきた。その結果、ターゲット表面に照射するレーザーのビーム径を 1 mm 以下に絞り、エネルギー密度として 10 J/cm² 以上の著しく大きな条件下で成膜した際、化学量論組成に対し Nd-rich ターゲットを用いたにもかかわらず、Nd-poor となるナノコンポジット組成の試料が得られ、熱処理後、残留磁化 1.0 T、 $(BH)_{\max}$ 100 kJ/m³ 程度の値を達成した⁽³⁾。本研究では、上述した試料に関し、成膜時間の増加による成膜メカニズムの変化を検討するとともに、Nd 含有量を制御し、 $(BH)_{\max}$ の向上も試みた。

実験方法 約 6.5 rpm で回転させた Nd_xFe₁₄B (x=2.4~2.6)合金ターゲットに、波長 355 nm の Nd:YAG レーザを照射し成膜する PLD (Pulsed Laser Deposition)法を用い、Nd-Fe-B 系磁石膜を作製した。具体的には、ターゲット-Ta 基板間距離を 10-12 mm とし、レーザーパワー4 W 固定、エネルギー密度 10 J/cm² 以上、成膜時間 30 ~ 180 min の条件を用い成膜した。成膜直後の試料は非晶質であるため、熱処理時間 1.8 s 程度の極短時間熱処理を施した後、印加磁界 7 T のパルス着磁を行い、最大印加磁界 2.5 T のもと VSM で磁気特性を評価した。組成は SEM-EDX で Nd と Fe の含有量を測定した。

実験結果 Fig.1 は、成膜時間 60 min. (膜厚: 15 μ m) ならびに 180 min (膜厚: 65 μ m) 後の試料の表面形態である。長時間の連続した成膜に伴い、「ターゲット表面のエロージョンの進行⁽⁴⁾」や「ターゲット温度の上昇⁽⁴⁾」が、「ドロプレットの爆発的な増加をもたらし、「ドロプレットの量やサイズの著しい増加」が生じた様子が了解される。成膜時間 120 min.までは、 $(BH)_{\max}$ 100 kJ/m³ 程度の値を保持したものの、180 min.に達するとその値が急激に低下した。上記のドロプレットの爆発的な増加は、試料の組成を化学量論組成に対し Nd リッチ側にシフトさせるとともに、試料内に空隙をもたらし、磁気特性の劣化を招いたものと考えられる。そこで、成膜時間を 60 min.に固定し、ターゲットの組成を変化させながら、様々な Nd 含有量の試料を作製し $(BH)_{\max}$ を評価した。結果を Fig. 2 に示す。Nd 含有量を増加するにつれ $(BH)_{\max}$ は増加し、11.5 at.%で最大 130 kJ/m³ 程度に達することを確認した。発表時には微細構造観察結果も併せて報告する予定である。

参考文献

- (1) M. Uehara et al., *IEEE Trans. Magn.*, vol. 41, No.10,3838(2005).
- (2) N. M. Dempsey et al., *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, 092509(2007).
- (3) 本村ら: 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-072(2012).
- (4) レーザアブレーションとその産業応用調査専門委員会, 「レーザーアブレーションとその応用」(電気学会編)(1911).

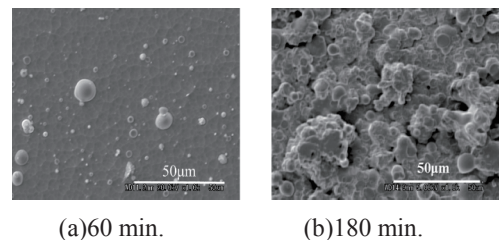


Fig.1 Surface morphology of samples Prepared by using different deposition time.

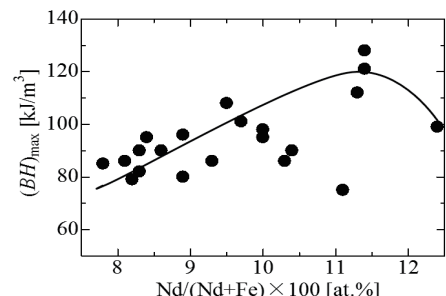


Fig.2 $(BH)_{\max}$ as a function of Nd contents.

Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} および Fe-Co(100)_{bcc} 下地層上に形成した エピタキシャル SmCo₅ 合金薄膜の構造と磁気特性

大竹充・堀田裕介・鈴木中・山田真・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**
(中央大, *東京藝大, **山形大)

Structure and Magnetic Properties of SmCo₅ Alloy Epitaxial Thin Films
Formed on Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} and Fe-Co(100)_{bcc} Underlayers

Mitsuru Ohtake, Yusuke Hotta, Ataru Suzuki, Makoto Yamada, Masaaki Futamoto,
Fumiyoshi Kirino*, and Nobuyuki Inaba**
(Chuo Univ., *Tokyo Univ. Arts, **Yamagata Univ.)

はじめに SmCo₅ 規則合金は 10⁸ erg/cm³ オーダーの高い一軸磁気異方性エネルギーと 700 °C 程度の高いキュリー温度を持つ。そのため、膜面内に磁化容易軸を持つ SmCo₅ 層と高い飽和磁化を持つ磁性層を積層させた膜は異方性ナノコンポジット磁石の基礎検討に用いられている^{1,2)}。しかしながら、薄膜の場合、SmCo₅ 相と類似した六方晶構造を持つ Sm₂Co₇ 相などが混在する場合は報告されている³⁾。六方晶系 Sm-Co 相の格子間隔は互いに類似しているため、面内もしくは面外の面間隔を測定する X 線回折 (2 θ / ω , 2 θ χ / ϕ スキャン XRD) では識別が容易でない。このような結晶構造解析には逆格子マップ測定が有効である⁴⁾。本研究では、膜形成中の逆格子マップ測定が可能である反射高速電子回折 (RHEED) 機構付きの MBE 装置を用いることにより、Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} もしくは Fe₆₅Co₃₅(211)_{bcc} 下地層上に Sm₁₇Co₈₃ (at. %) 膜を形成し、構造と磁気特性を調べた。

実験方法 MgO(100)単結晶基板の上に 20 nm 厚の Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} および Fe₆₅Co₃₅(100)_{bcc} 下地層をヘテロエピタキシャル成長させた。そして、これらの下地層上に 20 nm 厚の Sm₁₇Co₈₃ 膜を形成した。膜形成時の基板温度は 500 °C とした。構造評価には RHEED, XRD, 磁気特性評価には VSM, SQUID 磁力計を用いた。

実験結果 Fig. 1(a)–(b)に Co および Fe-Co 下地層上に形成した Sm-Co 膜に対して観察を行った RHEED パターンを示す。鮮明な回折パターンが観察されており、エピタキシャル Sm-Co 膜が得られていることが分かる。Fig. 1(c)–(f)に R₂T₁₇, RT₅, R₂T₇, RT₃ 構造の Sm-Co(11 $\bar{2}$ 0)双結晶に対して回折パターンのシミュレーションを行った結果を示す⁴⁾。観察された RHEED パターンは、いずれも、RT₅ 構造の場合のシミュレーション結果 (Fig. 1(d)) と一致している。したがって、RT₅ 構造を持つ Sm-Co 膜が Sm-Co(11 $\bar{2}$ 0)[0001]_{RT₅} + (11 $\bar{2}$ 0)[1 $\bar{1}$ 00]_{RT₅} || Co(11 $\bar{2}$ 0)[0001]_{hcp} + (11 $\bar{2}$ 0)[1 $\bar{1}$ 00]_{hcp}, Fe-Co(100)[011]_{bcc} || MgO(100)[001] の方位関係で形成されており、c 軸が膜面内において直交した関係を持つ双結晶から構成されていることが分かった。Fig. 1(g)に Co 下地層上に形成した Sm-Co 膜の磁化曲線を示す。膜面内において双結晶の互いの c 軸から 45° 回転した方向 (MgO[011]) に磁界を印加した際、より大きな飽和磁界が観察されている。

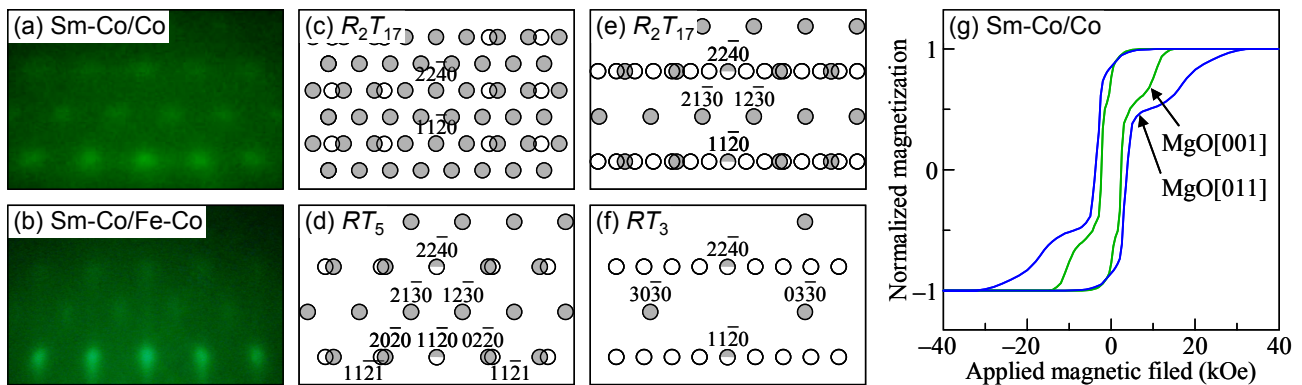


Fig. 1 [(a), (b)] RHEED patterns observed for Sm-Co films deposited on (a) Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} and (b) Fe-Co(100)_{bcc} underlayers. (c)–(f) Schematic diagrams of diffraction patterns simulated for Sm-Co(11 $\bar{2}$ 0) bi-crystals with (c) R₂T₁₇, (d) RT₅, (e) R₂T₇, and (f) RT₃ structures. (g) Magnetization curves measured for the Sm-Co film deposited on Co underlayer.

謝辞 SQUID 磁力計による磁化曲線測定では中央大学物理学科の佐藤博彦教授のご協力を頂きました。

- 参考文献**
- 1) J. Zhang, Y. K. Takahashi, R. Gopalan, and K. Hono: *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 122509 (2005).
 - 2) V. Neu, S. Sawatzki, M. Kopte, Ch. Mickel, and L. Schultz: *IEEE Trans. Magn.*, **48**, 3599 (2012).
 - 3) M. Benaissa, K. M. Krishnan, E. E. Fullerton, and J. S. Jiang: *IEEE Trans. Magn.*, **34**, 1204 (1998).
 - 4) M. Ohtake and M. Futamoto: IcAUMS 2014, A5-28, Haikou, China, 31 October 2014.

極薄 CoPt 垂直磁気異方性膜における磁区サイズの 磁場印加方向依存性

原竜大, 早川研人, 河村春樹, 杉田龍二
(茨城大)

Dependence of magnetic domain size of ultra-thin CoPt perpendicular magnetic anisotropy films
on applied magnetic field direction

R. Hara, K. Hayakawa, H. Kawamura and R. Sugita
(Ibaraki Univ.)

はじめに

CoPt 基薄膜は高い垂直磁気異方性と飽和磁化を有するため、磁気記録媒体等の磁気デバイス用薄膜として研究されている^{1), 2)}。CoPt 垂直磁気異方性薄膜の磁気特性及び磁区構造については多くの研究がなされているが、10 nm 以下の極薄膜における磁区サイズの磁場印加方向依存性についてはこれまでほとんど議論されていない。そこで本研究では、極薄 CoPt 垂直磁気異方性膜を膜面垂直方向及び面内方向に消磁し、その磁区サイズの消磁磁場印加方向依存性を明らかにする。

実験方法

試料の構造は Pt (2 nm) / Co₇₀Pt₃₀ (3~10 nm) / Ru (20 nm) / Pt (100 nm) / Glass substrate であり、RF マグネトロンスパッタリング装置を用いて基板加熱を行わずに作製した。成膜時の Ar ガス圧は 2×10^{-3} Torr とした。作製した試料を膜面垂直方向及び面内方向に磁場を印加することより AC 消磁し (それぞれ垂直消磁及び面内消磁と称する)、磁区構造を磁気力顕微鏡 (MFM) を用いて観察した。

実験結果

垂直消磁あるいは面内消磁した膜厚 3, 5, 7 及び 10 nm の CoPt 垂直磁気異方性膜の MFM 像を Fig. 1 に示す。また、Fig. 1 より求めた平均磁区サイズを Fig. 2 に示す。Figs. 1, 2 より、膜厚 3 nm の膜の磁区サイズは、垂直消磁の場合、約 400 nm であるが、面内消磁の場合は約 200 nm であり垂直消磁の約 1/2 になっていることがわかる。いずれの消磁方向で消磁した場合も、膜厚の増加に伴い磁区サイズは減少している。また、5 及び 7 nm の膜における面内消磁の磁区サイズは 3 nm の膜と同様に、垂直消磁よりも小さいが、膜厚が 10 nm になるとほぼ同じサイズの約 70 nm になっている。このような磁区サイズの消磁磁場印加方向依存性及び膜厚依存性の理由は次のように考えられる。垂直消磁の際には、垂直異方性磁場 H_k が高く核生成磁場 H_n が大きいために反転磁区の核が発生しにくい。一方、面内消磁の場合、面内方向を向いた磁化は、印加磁場が低下すると面内方向は不安定な状態にあるため、hcp c 軸が垂直方向からわずかに傾いていると上向きあるいは下向きに回転しやすい。それゆえ、面内消磁は垂直消磁に比べて磁区が多く発生する、すなわち磁区が小さくなるものと考えられる。

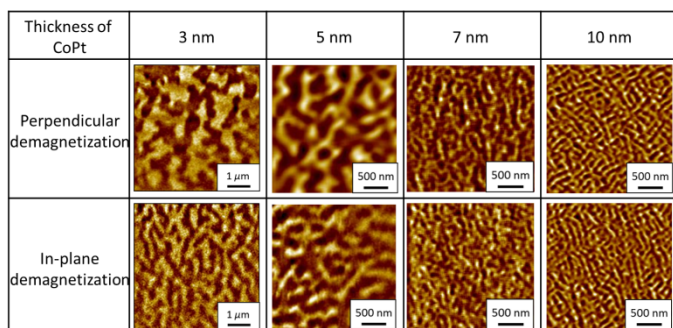


Fig. 1 MFM images of perpendicularly and in-plane demagnetized CoPt films with thickness of 3, 5, 7 and 10 nm.

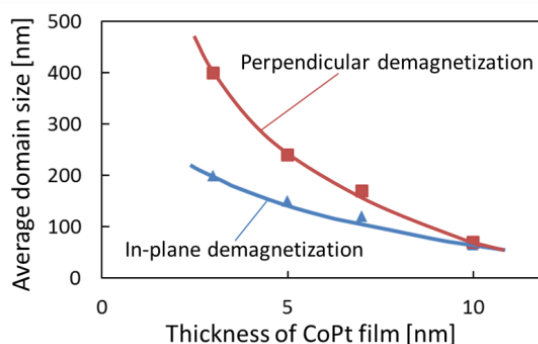


Fig. 2 Dependence of domain size on CoPt film thickness.

参考文献

- [1] B. Varghese, S. N. Piramanayagam, W. K. Lee, and H. K. Tan: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 3201606 (2014).
- [2] Y. Yang, J. S. Chen, and G. M. Chow: *J. Appl. Phys.*, **109**, 07B744 (2011).

高配向 Nd-Fe-B 薄膜の作製

東 佑, 岡本 聡, 菊池 伸明, 北上 修
(東北大学)

Fabrication of highly-oriented Nd-Fe-B thin films
Y. Azuma, S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami
(Tohoku University)

1. はじめに

省資源, 省エネルギーの観点から Nd-Fe-B 磁石の高性能化が強く求められている. 高性能化に向けた課題がいくつかある中で, 高保磁力化は重要課題の一つである. Nd-Fe-B 磁石の高保磁力化を実現するためには, 磁化反転機構の理解が不可欠であり, 薄膜を用いたモデル実験が多く報告されている. さらに詳細な議論のためには, 結晶配向性, 粒子サイズ・形状等の制御された良質な薄膜試料が不可欠である. 本研究では, 下地材料や組成, 基板温度について検討を行い, 高品質な Nd-Fe-B 薄膜の作製を試みた.

2. 実験方法

マグネトロンスパッタ法により, 熱酸化膜 Si 基板上に W or Mo(30 nm)/Nd(0.25 nm)/Nd-Fe-B(50 nm)/W or Mo(5 nm)の積層構造を作製した. 下地層を室温で成膜した後, 基板温度 T_{sub} を 500~700 °C として Nd 層, Nd-Fe-B 層, キャップ層を成膜した. Nd-Fe-B 層は Nd, Fe, B の 3 元同時スパッタにより形成し, 各元素の堆積速度を制御することにより設計組成 $\text{Nd}_{13}\text{Fe}_{79}\text{B}_8$ に調整した. 試料の結晶構造は X 線回折(XRD), 磁気特性を振動試料型磁力計(VSM), 試料表面観察は原子間力顕微鏡(AFM)を用いてそれぞれ評価した.

3. 実験結果

まず W 下地の結果について述べる. Fig. 1 に XRD プロファイルの基板温度 T_{sub} 依存性を示す. $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相からの回折は, すべての T_{sub} において 001 が最も強く, (001)配向している様子が確認できる. 001 以外には弱い 214 と 105 が観測された. 中でも $T_{\text{sub}} = 600$ °C においては 214 と 105 の回折ピークはほぼ消失しており, 強い(001)配向が実現されている. Fig. 2 に $T_{\text{sub}} = 600$ °C で成膜した試料の AFM 像を示す. W 下地では T_{sub} 上昇に伴い, 粒子は 200 nm 程度の島状構造から, c 面からなる 1 μm 程度のテラス状粒子へと移行することが分かった. 一方, Mo 下地の場合, XRD プロファイルは W 下地の場合とほぼ同様であったが, 粒状形状は T_{sub} を変化させても島状構造のままであった.

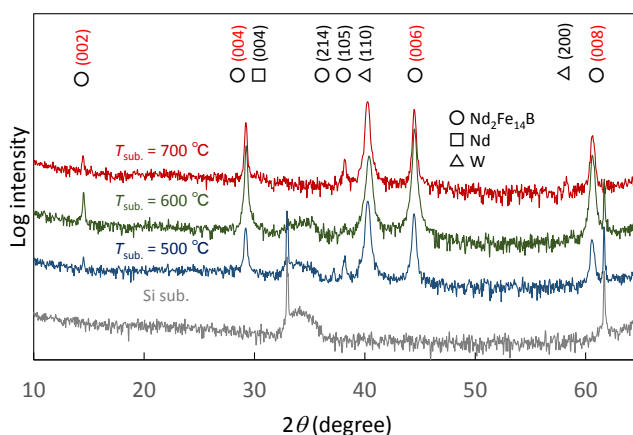


Fig. 1 XRD profiles of Nd-Fe-B thin films grown on W underlayer.

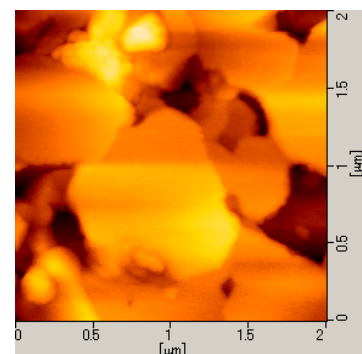


Fig. 2 AFM image of Nd-Fe-B film grown on W underlayer at 600 °C

参考文献

S. Sugimoto, J. Phys. D : Appl. Phys. **44**, 064002 (2011).