

## MgO(001)基板上に成長させた Rh / FeCo 膜の磁気特性

大宮裕之, <sup>○</sup>吉田真司, 王博羽中, 金谷峻介, 高橋海里, 荒川明, 長谷川崇, 斉藤伸\*, 石尾俊二  
(秋田大工資, \*東北大学)

Magnetic properties of Rh/FeCo film grown on MgO(001) substrate

H. Omiya, S. Yoshida, B. Wang, S. Kanatani, K. Takahashi, A. Arakawa, T. Hasegawa, S. Saito\*, S. Ishio  
(Akita Univ. \*Tohoku Univ.)

### はじめに

第1原理計算によると  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$  は  $x=0.5\sim 0.6$  の場合に、軸比( $c/a$ )が 1.22~1.25 を取ると  $1.0 \times 10^8 \text{ erg/cm}^3$  の高結晶磁気異方性( $K_u$ )を発現すると報告されており<sup>1-2)</sup>, 高  $K_u$  と高  $M_s$  を兼ね備えた材料として期待されている. 実験では, 適当なバッファ層を用いたエピタキシャル成長によって FeCo に正方晶歪が導入できれば, 垂直磁気異方性が誘起されるという報告がある<sup>3)</sup>. 本研究ではバッファ層として Rh を用いて, FeCo 結晶に誘起される結晶磁気異方性( $K_u$ )を評価した. 今回は  $K_u$  の組成依存性と膜厚依存性に焦点をあてて検討していく.

### 実験方法

マグネトロンスパッタリング法により, 基板温度  $400^\circ\text{C}$  として, MgO(001)基板上に(001)配向した Rh を成膜した. その後, 基板温度を  $200^\circ\text{C}$  として, FeCo を成膜し, 最後に Ru を保護膜として成膜した. 磁気特性評価には極カー効果測定装置, 構造評価には X線回折装置, 結晶磁気異方性( $K_u$ )の算出には磁気トルクを用いた.

### 実験結果

Fig.1 は, MgO(001)sub. / Rh(20 nm) /  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$ (1.5 nm) ( $x=0, 0.2, 0.4, 0.5, 0.6, 0.8, 1$ ) / Ru(2nm)の室温での極カー効果の測定結果を示している. 磁化曲線には明瞭な変化が現れ,  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$  の組成が  $x=0.4\sim 0.6$  で垂直磁気異方性を発現し, Fe もしくは Co の増加とともに垂直磁気異方性は消失する. Fig.2 では, 磁気トルクの組成依存性を示している. トルク曲線は, ほぼ  $2\theta$  成分のみであり, 従って  $L_{2\theta}$  はほぼ  $K_{u1}$  に対応している. 磁気トルクの値は Co の濃度を増加させるにつれて大きくなり,  $x=0.5$  付近で最大値となり,  $x=0.6$  以上では減少する. この結果は第1原理計算の結果と傾向が良く一致している. 最も磁気トルクの値が大きかった  $x=0.5$  に着目し, 上記と同じ膜構造で FeCo の膜厚を 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 5.0 nm と変化させた.  $K_{u1}$  の値は, 膜厚の増加とともに減少し 2.5~3.0 nm 付近で負に転ずる.

学会時には, FeCo 中の正方晶歪に誘起された一軸磁気異方性及び Rh による界面効果, 更に第3元素添加の効果についても報告する.

### 参考文献

- 1) T. Burkert *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **93**, 027203 (2004)
- 2) Y. Kota, A. Sakuma, *J.magn.Soc.Jpn.* **37**, 17-23 (2013)
- 3) F. Yildiz *et al.*, *Phys. Rev. B* **80**, 064415 (2009)

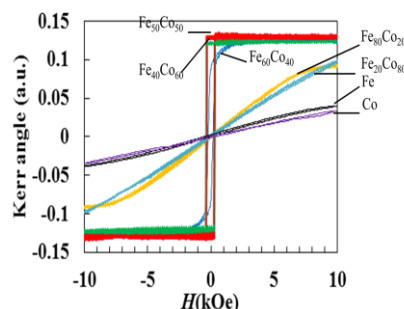


Fig.1 Polar Kerr loops of  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$  films.

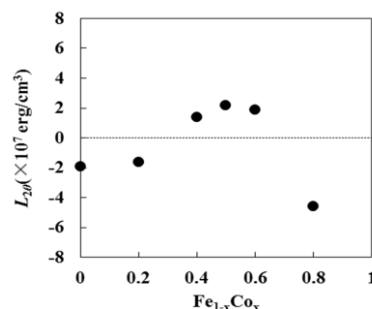


Fig.2 Composition dependence of  $L_{2\theta}$  for  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$  films.

## FePt/FeCo 二層膜の結晶構造並びに表面・界面異方性

王 博羽中, 大宮 裕之, 吉田 真司, 荒川 明, 佐々木 博美, 佐久間 昭正\*, 石尾 俊二  
(秋田大工資, 東北大学\*)

### Crystalline structure and surface/bulk magnetic anisotropy in FePt/FeCo bilayer films

B. Wang, H. Oomiya, S. Yoshida, A. Arakawa, H. Sasaki, A. Sakuma, S. Ishio  
(Akita Univ., Tohoku Univ.)

**はじめに:** FePt は  $10^7 \text{ erg/cm}^3$  を超える大きな一軸磁気異方性を示す。bcc FeCo は磁性材料の中で、最も大きな飽和磁化を有す金属磁性材料であり、更に正方晶歪 ( $c/a \sim 1.2$ ) を付加することによって、FePt と同レベルの一軸磁気異方性  $K_u$  が誘起されることが第 1 原理計算並びにいくつかの実験によって報告されている。これらより FePt と FeCo に複合材料は、FeNdB のエネルギー積を越える永久磁石材料、あるいは現在盛んに研究されている二次元記録、熱アシスト記録、パターン記録等に対応可能な次世代 FePt 系メディアとなる可能性がある。本研究では、FePt/FeCo 二層膜の磁気相図、FePt および FeCo 各層の磁気異方性の定量的評価を行い、次いで FePt/FeCo 二層膜の結晶構造との対応および第 1 原理計算結果との比較を行なったので報告する。

**実験方法:** Fe<sub>60</sub>Pt<sub>40</sub>/Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub> (t nm) 薄膜 ( $0 \leq x \leq 1; 0 \leq t \leq 10$ ) は、 $10^{-6}$  Pa の超高真空中で MgO (001) 基板上に製膜した。まず、FePt 層 (10 nm) を製膜後 640 °C でアニールを行い、その後 200 °C に冷却して FeCo  $t_{\text{FeCo}} = 0 \sim 10$  nm を製膜した。磁気異方性は、磁化曲線の解析ならびにトルクメータを用いた。磁化曲線の解析では、磁気エネルギー  $F$  を次式の一次元モデルで与え、印加磁場の増減に伴う FePt、FeCo 各成分の磁化の安定方向の変化から磁化曲線を算出し、膜面および垂直方向の磁化曲線測定結果とのフィッティングにより膜の一軸磁気異方性  $K_u(\text{FePt})$ 、 $K_u(\text{FeCo})$  を求めた。なおここで  $F$  は、以下の通りである。

$$F = \sum_i \{ -M_i H \cos(h - \varphi_i) + (K_u - 2\pi M_i^2) \sin^2 \varphi_i \} V_i + \sum_i J_{i,i+1} \cos(\varphi_i - \varphi_{i+1}) / t$$

ここで、 $i$  は磁性層の番号、 $h$ 、 $\varphi_i$  は磁場及び磁化が  $c$  軸となす角度である。

**実験結果:** Fig1 は、FePt、FeCo の各層の磁気異方性である。FeCo 膜厚が 1 nm 以下のときは FeCo も FePt 同程度の  $K_u$  を保持しており、両者の分離は困難である。次いで FeCo の  $K_u$  は次第に減少するが、膜厚が 2 nm でも正の値を有している。更に 2 nm 以上になると、 $K_u$  はゼロもしくは負の値に転ずる。断面 TEM 観察および X 線観察の結果によれば、FePt 上に製膜した FeCo では、初期層として FePt (001) 面に整合した fcc 相が形成され、その後格子緩和を起し bcc 格子へと変化し  $c/a$  は 1 に近づく。また第 1 原理計算の結果から、FeCo 中に生じる FePt 層との界面効果は、およそ 1 nm 程度で消失すると考えられる。即ち、膜厚が 2 nm のときの磁気異方性はほぼバルク効果と考えられる。そこで、FeCo 膜厚が 2 nm の時の FeCo 依存性を Fig2 に示した。図のように  $K_u$  の組成依存性は、FeCo が正方晶歪を有する場合の第 1 原理計算の傾向とよく一致している。結晶構造と磁気異方性の実験結果を合わせ、膜厚 2 nm 程度の FeCo 膜の磁気異方性は、正方晶歪によるものと考えられる。

以上をまとめると、膜厚 1 nm 以下の fcc 初期層では、FePt との界面効果と正方晶歪の両者により磁気異方性が誘起され、1 nm 以上では正方晶歪が一軸磁気異方性を誘起していると考えられる。更に膜厚を増加すると正方歪が緩和され、磁気異方性も消失する。

本研究は JST 産学共創基礎基盤研究プログラム「次世代磁石」による支援うけて行われたものである。

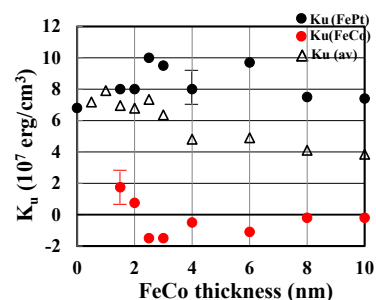


Fig.1 Thickness dependence of uniaxial anisotropy  $K_u$  of FePt and FeCo in the FePt/FeCo bilayer.

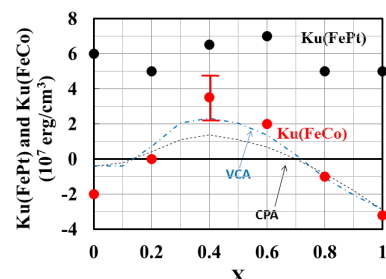


Fig.2 Composition dependence of uniaxial anisotropy  $K_u$  of Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub> in the FePt/FeCo bilayer.

# $L1_0$ FePt-M(M=Mn,Rh)薄膜の磁気相転移温度に対する格子歪効果

木村詩織, 山田紘己, 長谷川崇, 荒川明, 石尾俊二  
(秋田大工資)

Effect of lattice distortion on magnetic phase transition on  $L1_0$  FePt-M(M=Mn,Rh) thin film  
S. Kimura, H. Yamada, T. Hasegawa, A. Arakawa, S. Ishio  
(Akita Univ.)

## はじめに

$L1_0$ 型 FePt 規則合金薄膜は, [001]方向 ( $c$  軸方向) に  $7.0 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  の大きな  $K_u$  を有する. FePt の各サイトに Rh などの第三元素を置換すると, 室温において強磁性 (FM) -反強磁性 (AF) 相変化することが知られている<sup>1)</sup>.  $L1_0$ 型  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  薄膜の  $0 \leq x \leq 0.30$  の組成における各  $T_c$  の値が報告されているが<sup>2)</sup>,  $x > 0.30$  以降の詳細なデータが取られておらず, 各組成に対する詳細な相転移温度を求める系統的な実験は極めて少ない. また, 第一原理計算により  $L1_0$ 型 FePt 規則合金の  $c/a$  の減少に伴い,  $T_c$  も減少するという計算結果が報告されている<sup>3)</sup>. しかしながら,  $c/a$  と相転移温度の相関を実験的に研究した報告はまだなされていない. そこで本研究では, 異なる基板を用いて歪を導入し,  $L1_0$ 型  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  および  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  薄膜における磁化温度変化と磁気相転移温度を調査し,  $c/a$  と相転移温度との相関を考察する.

## 実験方法

熱酸化 Si 基板と MgO 基板の二つの異なる基板を用いて, 各試料に歪を導入した. 成膜はマグネトロンスパッタリング装置を用い, 室温で熱酸化 Si 基板上に膜厚 6.12 nm の  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  および  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  と  $\text{SiO}_2(10 \text{ vol.}\%)$  を同時成膜した.  $\text{SiO}_2(10 \text{ vol.}\%)$  は  $c$  軸の配向制御のための添加剤であり, これにより引張歪が導入されることが分かっている<sup>4)</sup>. また, MgO 基板には  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  および  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  を成膜した. 次いで各基板の試料を急速加熱処理装置を用いて, 昇温速度  $300 \text{ }^\circ\text{C/s}$ , 熱処理温度  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , 保持時間 10 分間の熱処理を行った. 組成比 ( $x$ ) は Pt と Rh または Fe と Mn の膜厚比を変えることで制御した. 結晶構造の評価には X 線回折装置, 磁気特性の評価には振動試料型磁力計及び超電導量子干渉素子を用いた.

## 実験結果

Fig. 1 は, 熱処理後の  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  薄膜の Rh 置換濃度  $x$  に対する相転移温度を示している.  $\text{SiO}_2$  基板上に成膜した薄膜は MgO 基板上に成膜した薄膜よりも相転移温度が上昇する傾向を示している. Fig. 2 は, Fig. 1 のデータを  $c/a$  で整理したものである. 同組成で見た場合,  $T_c$  は  $c/a$  の減少に依存して上昇している. この傾向は, 先行研究<sup>3)</sup>の計算結果とは逆の傾向となっている. キュリー温度  $T_c$  に関しては, ここには示していないが,  $a$  軸のみが縮小した場合には, それに伴い  $T_c$  は低下した. これは  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  とは逆の傾向となった. 一方  $c$  軸の変化に対しては,  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  及び  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  のいずれも相関を示さなかった. また, AF-FM 相転移温度  $T_0$  に関しては, ここには示していないが,  $c$  軸の減少に対し,  $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  においては  $T_0$  は低下し, 反対に  $(\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x)_{50}\text{Pt}_{50}$  においては  $T_0$  は上昇した. これらの違いは歪導入に伴う電子構造の変化に起因するものと考えられるが, 現状では歪の差が僅かであるため, 今後は基板を工夫し歪量をさらに増加させた実験を行う.

1) T. Hasegawa *et al.*, *Acta Materialia* **56**, 1566 (2008). 2) D. B. Xu *et al.*, *J. Appl. Phys.* **109**, 07B747 (2011). 3) X. B. Liu *et al.*, *J. Appl. Phys.* **109**, 07B762 (2011). 4) T. Narisawa *et al.*, *J. Appl. Phys.* **109**, 033918 (2011)

本研究は NEDO 若手グラント(11B0700d)の助成を受けて行われた.

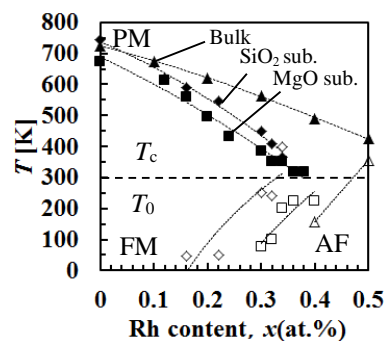


Fig.1 Rh composition ( $x$ ) dependence of phase transition temperatures of  $L1_0$   $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  films.

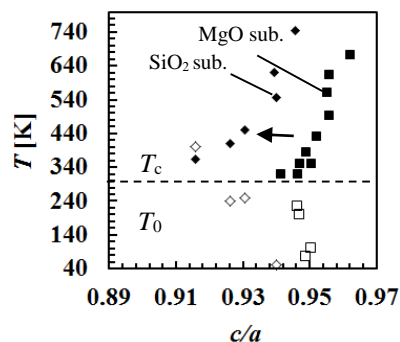


Fig.2  $c/a$  dependence of  $T_c$  of  $L1_0$   $\text{Fe}_{50}(\text{Pt}_{1-x}\text{Rh}_x)_{50}$  films.

## Fe/Co 人工格子による FeCo 膜の作製と磁気特性

新宅 一彦、藤島 周\*、石尾 俊二\*  
(秋田県産業技術センター、\*秋田大工資)

Preparation and magnetic properties of FeCo films by using Fe/Co superlattices

K. Shintaku, S. Fujishima\*, S. Ishio\*  
(Akita Industrial Technology Center, \*Akita Univ.)

### はじめに

NdFeB 磁石が開発されてから 30 年が経過し、その間に新磁石の探索が長年試みられてきたが、これを越えるものは見つかっておらず、次世代磁石の開発が強く望まれている。また、磁石性能に加えて資源的な観点からも既存磁石の飛躍的特性改善や新磁石の開発が必要とされている。L<sub>20</sub>FeCo は NdFeB に比べて磁気異方性や飽和磁化が約 50% 大きいと予測されている<sup>1)2)</sup>。また、FeCo/Pt 多層膜において、理論値前後の大きな歪みを生じたとの報告もある<sup>3)</sup>。下地膜とのエピタキシャルにより、FeCo に結晶歪みを導入し、磁気特性との関係を調べた。

### 試料作製

試料は、MgO(100)単結晶基板上に、Ar ガス雰囲気中で dc マグネトロンスパッタ法により作製した。到達真空度は  $1\sim 3\times 10^{-7}$  Pa であった。作製された膜の構造は Cu-K $\alpha$  線を用いた X 線回折 (XRD) により調べた。磁化曲線は試料振動型磁力計 (VSM) と極カー効果磁束計で測定した。

### 結果と考察

IrMn/Pt 下地膜上に作製された各層が単原子層程度の Fe/Co 人工格子膜は、XRD 測定により、単結晶的なエピタキシャル FeCo 膜が得られ、結晶方位関係は、膜垂直方向が MgO(100)/fcc-Pt(100)/bcc-FeCo(100)、膜面内方向が MgO(100)/fcc-Pt(100)/bcc-FeCo(110)であることが確認された (図 1)。下地膜とのエピタキシャル関係と人工格子の手法を用いることにより、低温での作製が可能となり、界面での拡散を抑制しながら、原子層レベルでの結晶配向や組成が制御された高品質な FeCo 膜が得ることが可能となった。正方晶歪みの大きさ  $c/a$  は、膜厚が薄くなると大きくなり、5nm で 3~4%程度、3nm 以下では 5~8%程度である。磁化測定からは、保磁力が数 Oe 程度の面内軟磁性膜になっている。大きな異方性を出すためには、理論値に近い 20% 以上の歪みを与えることが重要と思われる。大きな歪みを得るために、下地膜の改良や添加元素などの検討を行った。別に報告する多層膜とともに、膜厚が薄い (1nm) ところでは大きな磁気異方性の兆候があり、さらに大きな歪みを与える製膜条件、材料の探索を進行中である。格子歪みや組成依存性などの L<sub>20</sub>型 FeCo 合金の基本特性を探索することは、材料設計の指針となる理論計算との整合性を検討する上でも極めて重要である。また、第 3 元素の可能性など、新規な材料を探索するモデル物質としての役割を担うことが期待され、応用的な観点からも重要であると考えられる。

### 謝辞

本研究の一部は JST 研究成果展開事業 (産学共創基礎基盤研究プログラム) の援助を受けたものである。

### 参考文献

- 1) T. Burkert, L. Nordstrom, O. Eriksson, and O. Heinonen, Phys. Rev. Lett., 93, 027203 (2004).
- 2) Y. Koda, and A. Sakuma, J. magn. Soc. Jpn., 37, 17-23 (2013).
- 3) G. Andersson et al., Phys. Rev. Lett., 96, 037205 (2006).

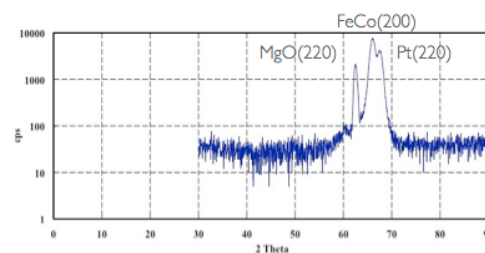
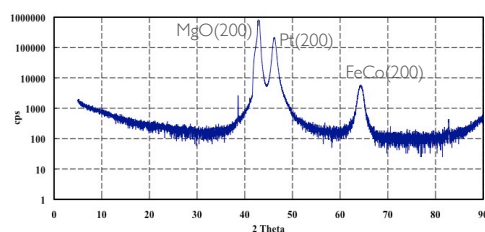


図 1 エピタキシャル FeCo (11nm) 膜の XRD パターン。(上) 面直、(下) 面内。

## [FeCo/Pt]多層膜の正方晶歪みと磁気異方性

藤島周, 新宅一彦\*, 石尾俊二

(秋田大工資, \*秋田県産業技術センター)

Tetragonal distortion and magnetic anisotropy of [FeCo/Pt] multilayer films

S.Fujishima, K.Shintaku, S.Ishio

(Akita Univ., \*Akita Industrial Technology Center)

### はじめに

次世代永久磁石や情報記録媒体の向上には、高結晶磁気異方性( $K_u$ )、高飽和磁化( $M_s$ )を兼ね備えた新材料の開発が必要不可欠である。T. Burkert<sup>1)</sup>、G. Andersson<sup>2)</sup>、Y. Kota、A. Sakuma<sup>3)</sup>らの第一原理計算によれば、 $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$ におけるCoの組成が0.5-0.6、軸比( $c/a$ )が1.2-1.25の値を取ったとき  $10^7 \text{erg/cm}^3$ をはるかに超える  $K_u$ を誘起することができると予想される。また、[FeCo/Pt]多層膜において、 $c/a=1.2-1.3$ の大きな歪みが生じ、一軸磁気異方性が発現されるとの実験結果が報告されている<sup>2)</sup>。本研究では先行研究の結果を検証するとともに、発現する磁気異方性を定量的に評価することを目的とする。

### 実験方法

成膜には超高真空多元スパッタ装置(到達真空度  $1-3 \times 10^{-7}$  Pa)を用いた。MgO(001)単結晶基板を  $600^\circ\text{C}$ で加熱し、1時間保持した。次に、基板温度を  $330^\circ\text{C}$ に下げバッファ層としてIrMn、Ptの順に成膜した。その後、基板温度を  $200^\circ\text{C}$ に保持し、FeCoとPtを交互に20層成膜した。磁気特性評価には振動試料型磁力計(VSM)、構造評価にはX線回折装置(XRD)を用いた。

### 実験結果

FeCoとPtのミスフィットから  $c/a$ の値は数%増加していると考えられる。しかし、XRD測定から out of plane, in-planeともにFeCoピークは観測することができず歪みの算出は困難であった。ただし、別途報告する同様の成膜条件で作製したPtバッファ層上のFeCo単層膜での  $c/a$ の増加は10%以下であった。Fig. 1(a)、(b)、(c)はFeCoの膜厚を変化させたVSMの測定結果である。FeCoの膜厚が  $0.84 \text{ nm}$ (6 ML)のとき磁化曲線は面内方向を向いているが、 $0.56 \text{ nm}$ (4 ML)を境に磁化曲線が等方的になっている。このことから、FeCoの膜厚が薄ければ垂直磁気異方性が増大していると考えられる。また、本報告ではFeCoの組成依存性、多層膜におけるPt膜厚依存性、成膜温度依存性、ガス圧依存性など実験もっており、詳細は当日発表する予定である。

### 謝辞

本研究の一部はJST研究成果展開事業(産学共創基礎基盤研究プログラム)の援助を受けたものである。

### 参考文献

- 1) T. Burkert et al., *Phys. Rev. Lett.*, **93**, 027203(2004)
- 2) G. Andersson et al., *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 037205(2006)
- 3) Y. Kota, A. Sakuma, *Jmag. Soc. Jpn.* **37**, 17-23(2013)

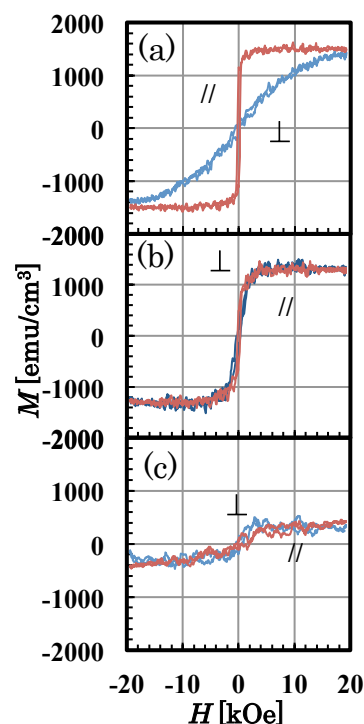


Fig. 1 M-H curves of  
 (a) [FeCo(0.84 nm)/Pt(3.12 nm)]<sub>20</sub>  
 (b) [FeCo(0.56 nm)/Pt(3.12 nm)]<sub>20</sub>  
 (c) [FeCo(0.28 nm)/Pt(3.12 nm)]<sub>20</sub>

## CoPt/Pt/CoPt 薄膜の静磁相互作用が磁気特性に及ぼす影響

早川研人, 河村春樹, 野宮直人, 杉田龍二  
(茨城大)

Effect of magnetostatic interaction on magnetic properties of CoPt/Pt/CoPt thin films

K. Haykawa, H. Kawamura, N. Nomiyama, 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、ハードディスクの記録層や磁気転写用マスター媒体の磁性層として研究されている<sup>1), 2)</sup>。積層 Co 基薄膜の層間に働く相互作用については多くの研究がなされているが<sup>3), 4)</sup>、積層 CoPt 垂直磁気異方性膜における層間静磁相互作用に関する議論は十分には行われていない。本研究では、CoPt/Pt/CoPt 薄膜の静磁相互作用が磁気特性に及ぼす影響について検討した。

## 実験方法

高周波マグネトロンスパッタ装置を用いて、ガラス基板上に、Pt 下地層 (100 nm)、下層 Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 膜 (10 nm)、Pt 中間層 ( $\delta_{Pt}$  nm)、上層 Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 膜 (3 nm) をこの順に成膜した。Pt 中間層厚  $\delta_{Pt}$  を 0~30 nm とした。成膜時ガス圧を 2 mTorr とし、成膜は全て室温にて行った。成膜した試料のヒステリシス曲線を振動試料型磁力計 (VSM) により測定した。

## 実験結果

Figs. 1, 2 は、それぞれ Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 単層膜 (Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub>/Pt(100 nm)/ガラス基板) 及び積層膜の膜面垂直方向ヒステリシス曲線である。単層膜の Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 膜厚は 3, 10 nm、積層膜の  $\delta_{Pt}$  は 15, 20, 25 nm である。膜厚 3 nm 及び 10 nm の単層膜の角型比はそれぞれ 1 及び 0.1 であり、特性が大きく異なる。 $\delta_{Pt} = 15$  nm の積層膜においては、上層 Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 膜と下層 Co<sub>70</sub>Pt<sub>30</sub> 膜が静磁相互作用により結合して一体化し、膜厚 13 nm の単層膜と同じヒステリシス曲線になっている。 $\delta_{Pt}$  が厚くなると、上下層間の静磁結合が弱まり、 $\delta_{Pt} = 25$  nm のヒステリシス曲線では、上層と下層の分離が明瞭になっている。ヒステリシス曲線における横軸近傍の最も急峻な傾きを  $S_0$ 、核形成磁場  $H_n$  と保磁力  $H_c$  間の飽和磁化/2 の点での傾きを  $S_1$  として、 $S_0/S_1$  の  $\delta_{Pt}$  依存性を Fig. 3 に示す。上下層が静磁相互作用により一体化している  $\delta_{Pt} \leq 15$  nm の積層膜では、 $S_0/S_1$  は約 0.9 になっており、 $15 \text{ nm} \leq \delta_{Pt} \leq 25 \text{ nm}$  の領域で上下層間の相互作用が急激に弱まることが分かる。 $\delta_{Pt} \geq 25 \text{ nm}$  では、 $S_0/S_1$  は 6.0 を越えており、上下層間の結合がかなり弱いことが示されている。

## 謝辞

本研究の一部は日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究 C(24560394) により行われました。ここに深謝致します。

## 参考文献

- 1) Y. Wang, et al: *J. Appl. Phys.*, **107**, 7732 (2010).
- 2) N. Sheeda, et al: *IEEE Trans. Magn.*, **45**, 3676 (2009).
- 3) S. Guo, et al: *J. Magn. Magn. Mater.*, **344**, 35 (2013).
- 4) G. Gubbiotta, et al: *J. Magn. Magn. Mater.*, **286**, 468 (2005).

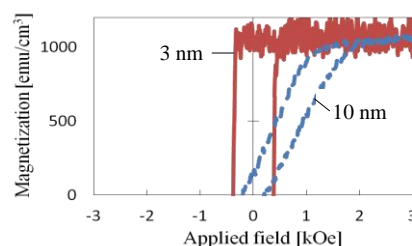


Fig. 1 Perpendicular hysteresis loops of 3 and 10 nm thick CoPt single layer films.

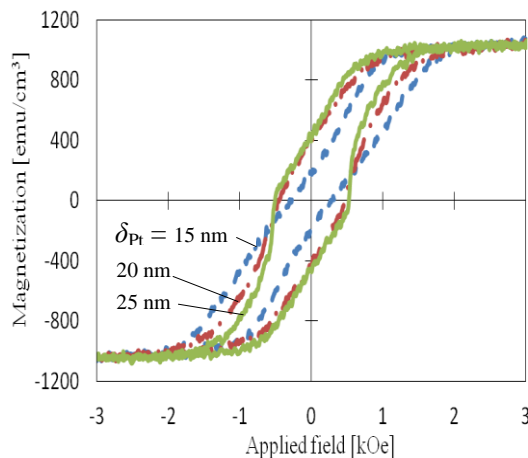


Fig. 2 Perpendicular hysteresis loops of stacked CoPt films with 15, 20 and 25 nm thick Pt interlayers.

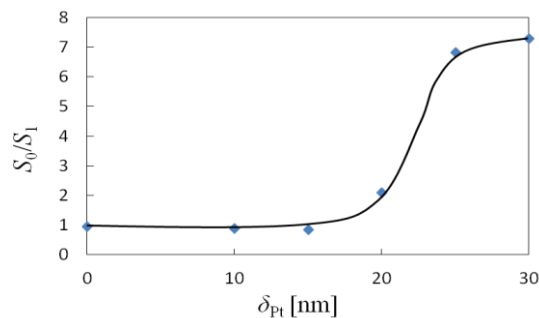


Fig. 3 Dependence of  $S_0/S_1$  on thickness of Pt interlayer.

小田洋平・今村裕志  
(産総研ナノスピ)

### Lattice distortion effect on magnetocrystalline anisotropy in corundum-type $\text{Cr}_2\text{O}_3$

Y. Kota and H. Imamura  
(AIST Spintronics RC)

#### 1 はじめに

近年,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  に極薄の Co 層を積層した交換バイアス膜において垂直交換バイアスおよび  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の電気磁気効果を利用した交換バイアス磁場の制御が実現されており [1], 酸化物を用いた電圧制御による低消費電力メモリや媒体の開発に関心が集まっている. しかしながら  $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Co}$  交換バイアス膜のブロッキング温度は試料の作製条件等に依存し, かつ  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  のネール温度 (308 K) を大きく下回るのが現状である. Meiklejohn-Bean のモデルの考え方によれば交換バイアスのブロッキング温度は反強磁性層の磁気異方性定数に比例すると考えられおり,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の磁気異方性を分析することはブロッキング温度向上の指針を得るために重要である.

そこで本講演では, 局所スピン密度近似 (LSDA) に基づく電子状態の第一原理計算によりコランダム型  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の結晶磁気異方性エネルギーの計算を行った結果について報告する. 特に  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  層とその下地層との間の格子ミスフィットから生じる格子歪の影響について検証する. 電子状態の第一原理計算には Vienna *ab-initio* simulation package を用い, 遷移金属のオンサイトクーロンエネルギーの補正 (+ $U$ ) を考慮した. また  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の格子定数と体積については実験値 [2] を参照した.

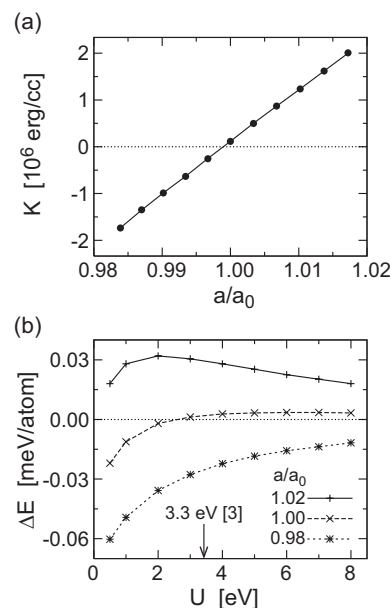
#### 2 計算結果・考察

Figure 1(a) は磁気異方性定数  $K$  と規格化された面内格子定数  $a/a_0$  との関係プロットしたものである. ただクーロンエネルギーの補正值  $U$  は文献 [3] で与えられた参照値 ( $U=3.3$  eV) を用い, また等体積変形となるように面直方向の格子定数を設定した.  $K > 0$  ( $K < 0$ ) のとき面直 (面内) 方向が容易軸方向となる. Figure 1(a) から  $K$  は  $a/a_0$  に対して線形に振る舞い,  $a/a_0$  が 1.00 近傍で  $K$  の符号が変化することが分かる. さらにここで Fig. 1(b) に経験的パラメータである  $U$  に対する  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  の結晶磁気異方性エネルギー  $\Delta E$  の依存性を調べた結果を示す.  $a/a_0$  が 0.98, 1.02 のとき,  $U$  が 3.3 eV 付近もしくはそれ以上の領域では  $U$  の増加とともに  $\Delta E$  は一様にゼロに近づいている (ただし  $a/a_0$  が 1.00 のときは  $U > 6$  eV でゼロに近づいている). これは  $U$  の増加によって  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  のエネルギーギャップ, つまり占有状態と非占有状態との間のエネルギー差が大きくなることに起因するものと考えられる.

これらの結果から  $K$  には  $U$  に対する依存性があるものの,  $a/a_0$  を大きくすることで  $K$  が増大するため, 面内伸張による  $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Co}$  のブロッキング温度の向上が期待できる. 講演では結晶磁気異方性の計算結果に加え, 磁気双極子相互作用由来の磁気異方性 [4] との競合についても議論する予定である.

#### References

- 1) Y. Shiratsuchi *et al.*, *Appl. Phys. Express* **3**, 113001 (2010); X. He *et al.*, *Nature Materials* **9**, 579 (2010); T. Ashida *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **104**, 152409 (2014).
- 2) L. W. Finger and R. M. Hazen, *J. Appl. Phys.* **51**, 5362 (1980).
- 3) N. J. Mosey *et al.*, *J. Chem. Phys.* **129**, 014103 (2008).
- 4) M. Tachiki and T. Nagamiya, *J. Phys. Soc. Jpn.* **13**, 452 (1958); J. O. Artman *et al.*, *Phys. Rev.* **138**, A912 (1965).



**Fig. 1** (a) Magnetic anisotropy constants  $K$  of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  as a function of normalized in-plane lattice constant  $a/a_0$ . (b)  $U$  parameter dependence of magnetic anisotropy energy  $\Delta E$ . Positive (negative) sign of  $K$  and  $\Delta E$  indicates out-of-plane (in-plane) anisotropy.

# MOD 法による MgO(100) 基板上への Co フェライト薄膜の作製と評価

二宮南, 佐々木教真, 鶴井隆雄, 篠崎健二, 小松高行, 石橋隆幸  
(長岡技術科学大学)

Preparation and characterization of Co-ferrite thin films on MgO (100) substrate by metal organic decomposition method

M. Ninomiya, M. Sasaki, T. Tsurui, K. Shinozaki, T. Komatsu, T. Ishibashi  
(Nagaoka Univ. of Technology)

## 1. はじめに

近年, 反応性高周波マグネトロンスパッタリング法を用いて MgO(100)基板上に  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  ( $x = 0.75, 1.0$ ) 薄膜を作製した場合に薄膜のエピタキシャル成長に伴い発現する格子歪によって強い垂直磁気異方性を示すことが報告されている<sup>1)</sup>. また, Co フェライトは分子線エピタキシー法やパルスレーザー堆積法で作製した場合にも大きな垂直磁気異方性を示すことが報告されている. 本研究では上記のような真空装置を用いない簡便な薄膜作製方法である有機金属分解(MOD)法を用いて薄膜を作製し, 薄膜の結晶性及び磁気特性の評価を行った.

## 2. 実験方法

薄膜は MgO(100)基板(10 mm×10 mm×0.5 mm)上に高純度化学研究所製 CoFe(1/2)の MOD 溶液を用いて作製した. Co フェライト薄膜は, MOD 溶液を基板に塗布(3000 rpm, 30 秒), 乾燥(100°C, 10 分), 仮焼成(450°C, 10 分)を 5 回繰り返した後, 本焼成(550°C/700°C/850°C, 1 時間)を行うことによって作製した. 結晶性は X 線回折(XRD)法, 試料表面の形状は原子間力顕微鏡(AFM), 磁化測定は室温で振動試料磁力計(VSM), さらに局所的な結晶構造を透過型電子顕微鏡(TEM)により評価した.

## 2. 結果及び考察

Figure 1 に 700°C で本焼成を行った試料の X 線回折パターンを示す. 42.9 deg., 43.5 deg. にそれぞれ MgO の 200 回折線及び  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  の 400 回折線が確認できた. また,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  の 400 回折線の半値幅から求められる格子定数は 8.34 Å であり, バルクの  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  の格子定数 8.38 Å に比べ面直方向に -0.05% ほど歪んでいた. この結果は, 新関らが報告した強い垂直磁気異方性を示す場合の格子歪である -1.108% よりも値が小さいことがわかった<sup>1)</sup>.

次に Fig. 2 に同じ試料の磁化曲線を示す. 面内, 面直方向ともに保磁力は約 1 kOe であることがわかった. また, 磁気異方性が見られなかったことから格子歪による垂直磁気異方性が発現しなかったと考えられる. 発表では TEM を用いた薄膜の構造解析結果についても報告する予定である.

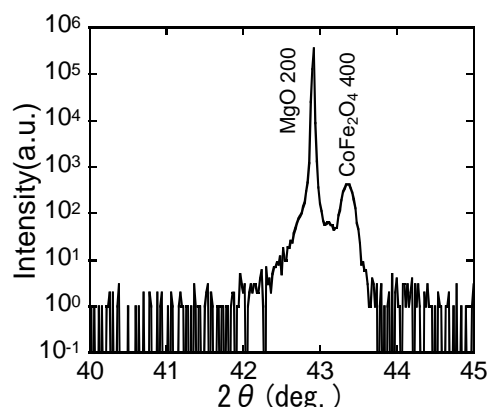


Fig.1 XRD pattern of the film annealed at 700°C

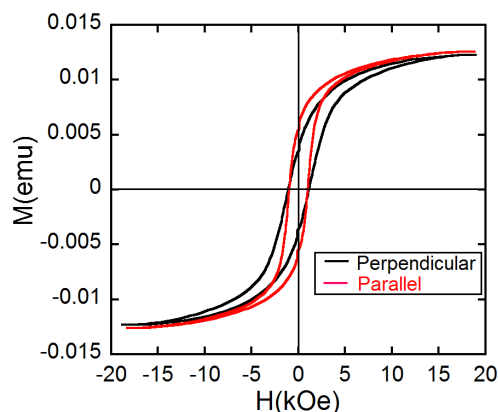


Fig.2 M-H loop of the film annealed at 700°C

## 参考文献

- 1) T. Niizeki, Y. Utsumi, R. Aoyama, H. Yanagihara, J. Inoue, Y. Yamasaki, H. Nakao, K. Koike, and E. Kita, Appl. Phys. Lett. **103**, 162407 (2013).



## Cr(211)下地層上に形成した Ni-Fe 薄膜の Fe/Ni 組成と膜結晶構造

皆川成行・大竹充・二本正昭・桐野文良\*・稲葉信幸\*\*

(中央大, \*東京藝大, \*\*山形大)

## Relationship between Fe/Ni Composition and Crystal Structure

## in the Ni-Fe Thin Films Deposited on Cr(211) Underlayer

Shigeyuki Minakawa, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino\*, and Nobuyuki Inaba\*\*

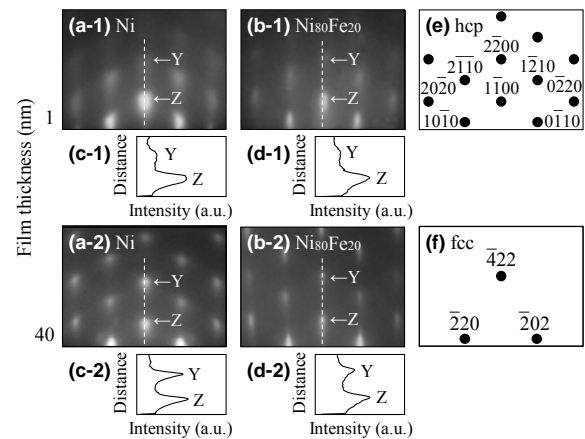
(Chuo Univ., \*Tokyo Univ. Arts, \*\*Yamagata Univ.)

**はじめに** Ni, Fe, Ni-Fe 合金は代表的な軟磁性材料で, 安定結晶構造は fcc もしくは bcc 構造である. 材料の結晶構造が異なると磁気特性も変化する. 近年, バルク状態図には存在しない準安定な結晶構造を持つ磁性材料のデバイス応用が注目されている. これまで, Cr(211)や MgO(001)面上において, 準安定 hcp 構造をもつ Ni および Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> (at. %) 膜が形成されることが報告されているが<sup>1,2)</sup>, 詳細な構造解析は殆ど行われていない<sup>3,4)</sup>. 本研究では, Cr(211)下地層上に Ni, Ni-Fe, Fe 膜を形成し, 膜厚および Fe/Ni 組成が膜の結晶構造に及ぼす影響を系統的に調べた.

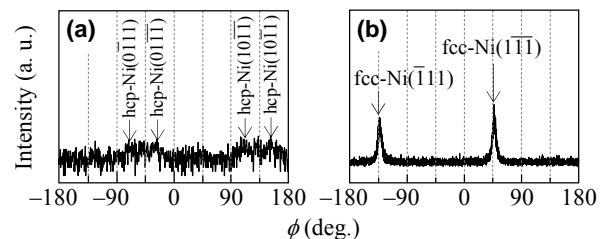
**実験方法** 試料の作製には RHEED 装置付きの超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用いた. MgO(110)基板上に 10 nm 厚の Cr(211)<sub>bcc</sub> 下地層を基板温度 300 °C でヘテロエピタキシャル成長させた. その後, 室温で Cr 下地層上に Ni, Ni-Fe もしくは, Fe 膜を形成した. 膜厚を 1 から 40 nm の間で変化させた. 構造評価には RHEED および XRD, 磁化曲線測定には VSM を用いた.

**実験結果** Fig. 1(a-1)および(b-1)に 1 nm 厚の Ni および Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 膜に対して観察を行った RHEED パターンを示す. hcp 結晶の形成を示す (Fig. 1(e)) 回折パターンが観察されており, 準安定 hcp 構造をもつ Ni および Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 膜がヘテロエピタキシャル成長により形成されていることが分かる. RHEED 解析により, エピタキシャル方位関係を hcp(1 $\bar{1}$ 00)[0001] || bcc-Cr(211)[01 $\bar{1}$ ]と決定した. この方位関係は, Cr(211)下地層上にエピタキシャル成長した hcp-Co 膜の場合と同様であった<sup>5)</sup>. 膜厚の増加に伴い, Fig. 1(c)および(d)に示す RHEED 回折強度プロファイルのスポット Y に対するスポット Z の強度が増大しているのが確認される. 極点図形 XRD 解析を行ったところ (Fig. 2), hcp(0001)面が fcc(111)面と平行になった方位関係で, 相変態が生じていることが分かった. hcp および fcc 結晶の方位関係は fcc(2 $\bar{1}$ 1)[111] & fcc(2 $\bar{1}$ 1)[111] || hcp(1 $\bar{1}$ 00)[0001]であった. したがって, 膜厚の増加に伴い, Fig. 1(f)に示す fcc 結晶からの RHEED パターンが hcp 結晶からのパターンに重畳しているものと解釈される. Fig. 3 に 40 nm 厚の Ni および Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 膜の面外 XRD パターンを示す. MgO 基板および Cr 下地層からの反射に加え, hcp 結晶からの反射を確認できる. fcc(211)は禁制反射のため, 観察されていない. 当日は, Fe および Fe リッチの Ni-Fe 合金膜の構造解析結果についても, 報告する.

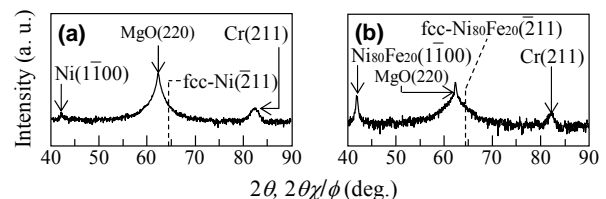
**参考文献** 1) J. C. A. Huang *et al.*: *J. App. Phys.*, **83**, 7046 (1998). 2) W. Tian *et al.*: *App. Phys. Lett.*, **86**, 131915 (2005). 3) M. Ohtake *et al.*: *J. Phys.: Conf. Ser.*, **266**, 012122 (2011). 4) M. Ohtake *et al.*: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50**, 103001 (2011). 5) A. Nakamura and M. Futamoto: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **32**, L1410 (1993).



**Fig. 1** (a, b) RHEED patterns observed for (a) Ni and (b) Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> films of (a-1, b-1) 1 and (a-2, b-2) 40 nm thicknesses deposited on Cr(211) underlayers at RT. (c, d) RHEED intensity profiles along the dotted lines in (a, b). (e, f) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (e) hcp(1 $\bar{1}$ 00) and (f) fcc(2 $\bar{1}$ 1) crystals.



**Fig. 2**  $\phi$ -scan XRD patterns of (a) hcp-Ni{10 $\bar{1}$ 0} and (b) fcc-Ni{111} poles obtained from an Ni/Cr/MgO specimen.



**Fig. 3** Out-of-plane XRD patterns of (a) Ni/Cr/MgO(110) and (b) Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Cr/MgO(110) specimens.

# 異なる結晶構造の下地層上に形成した エピタキシャル FePt 合金薄膜の構造解析

沼田裕介・大竹充・二本正昭・桐野文良\*・稲葉信幸\*\*  
(中央大, \*東京藝大, \*\*山形大)

Structural Analysis of Epitaxial FePt Alloy Thin Films  
Deposited on Underlayers with Different Crystal Structures

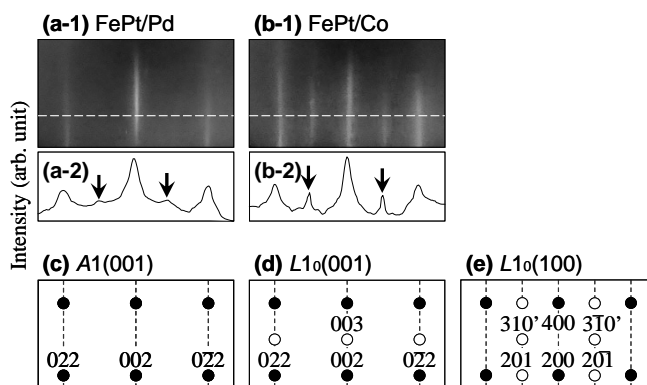
Yusuke Numata, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino\*, and Nobuyuki Inaba\*\*  
(Chuo Univ., \*Tokyo Univ. Arts, \*\*Yamagata Univ.)

**はじめに** FePt 合金は  $c$  軸方向に  $6.6 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  の高い  $K_u$  を持ち、その薄膜は磁気記録媒体や MRAM などへの応用に向けて研究されている。デバイス応用では磁化容易軸である  $c$  軸の方位制御が重要となる。 $c$  軸方位は下地層の結晶構造や結晶方位によって変化する<sup>1,2)</sup>。本研究では、(001)もしくは(110)単結晶基板上にヘテロエピタキシャル成長させた fcc, hcp, もしくは bcc 構造を持つ金属下地層上に FePt 膜を形成し、詳細な構造解析を行った。

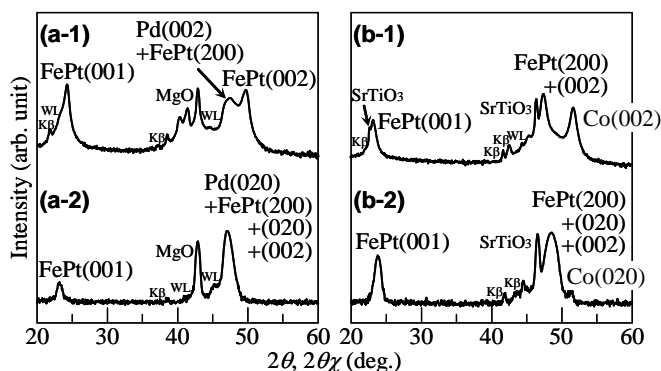
**実験方法** 膜形成には RHEED 装置付きの超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を使用した。下地層上に基板温度  $600^\circ\text{C}$  で FePt 膜を形成した。下地層材料として、fcc (Pd, Co など), hcp (Ru など), および bcc (Cr など) を用いた。構造評価には RHEED および XRD, 磁化曲線測定には VSM を使用した。

**実験結果** Fig. 1(a-1)および(b-1)に、それぞれ、fcc-Pd(001)および fcc-Co(001)下地層上に形成した FePt 膜の RHEED パターンを示す。いずれの膜に対しても、ストリーク状の鮮明な回折パターンが観察されており、エピタキシャル FePt 膜が得られていることが分かる。Fig. 1(c)-(e)に、Al(001),  $L1_0$ (001), および,  $L1_0$ (100)結晶に対して、結晶構造から推定される RHEED パターンの模式図を示す。いずれの膜の RHEED パターンにおいても、Fig. 1(a-2)および(b-2)の強度プロファイル中の矢印で示すように、 $L1_0$ (100)結晶の形成を示す超格子スポットから構成されるストリークが観察されており、膜中に  $c$  軸が面内に向いた  $L1_0$ (100)結晶が存在していることが分かる。一方、 $c$  軸が面直に向いた  $L1_0$ (001)結晶からの超格子反射は、ストリーク状の回折パターンが観察されている場合、 $L1_0$ (100)結晶からの基本反射と重畳してしまい、識別することができない。そこで、XRD を用いて、構造解析を行った。Fig. 2(a-1)および(b-1)に面外 XRD パターン、Fig. 2(a-2)および(b-2)に面内パターンを示す。いずれの膜に対しても、 $L1_0$ (100)結晶の形成を示す面内 FePt(001)超格子反射に加え、 $L1_0$ (001)結晶の形成を示す面外超格子反射が観察されており、 $L1_0$ (001)結晶も存在していることが分かる。RHEED および XRD パターンにおいて、fcc-Co 下地層上に形成した FePt 膜に対しては、fcc-Pd 下地層上のものに比べ、 $L1_0$ (100)結晶からの超格子反射強度が強いことから、面内に  $c$  軸に向いた  $L1_0$ 結晶が優先的に形成されていることが分かる。この理由として、FePt/Pd 界面の格子ミスマッチはマイナスであるのに対して、FePt/Co ではプラスであるため、fcc-Co 下地層上に形成した FePt 膜では面内方向の格子に圧縮応力がかかり、 $L1_0$ (100)結晶の形成が促進されたものと考えられる。当日は、fcc(110)下地層や、hcp もしくは bcc 構造を持つ下地層上に形成した FePt 膜の構造についても報告する。

**参考文献** 1) D. H. Wei, F. T. Yuan, H. W. Chang, and Y. D. Yao: *J. Appl. Phys.*, **103**, 07E138 (2008).  
2) E. Yang, S. Ratanaphan, D. E. Laughlin, and J. G. Zhu: *IEEE Trans. Magn.*, **47**, 81 (2011).



**Fig. 1** [(a-1), (b-1)] RHEED patterns and [(a-2), (b-2)] the intensity profiles observed for FePt films deposited on (a) fcc-Pd(001) and (b) fcc-Co(001) underlayers. The intensity profiles of (a-2) and (b-2) are measured along the dotted lines in (a-1) and (b-1), respectively. (c)-(e) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (c) Al-FePt(001), (d)  $L1_0$ -FePt(001), and (e)  $L1_0$ -FePt(100) crystals. The open and filled circles correspond to superlattice and fundamental reflections, respectively.



**Fig. 2** [(a-1), (b-1)] Out-of-plane and [(a-2), (b-2)] in-plane XRD patterns of FePt films deposited on (a) fcc-Pd(001) and (b) fcc-Co(001) underlayers. The intensity is shown in a logarithmic scale.

# GaAs(111)単結晶基板上に形成した bcc 構造を持つ Fe, Co および Ni 薄膜の構造解析

曾田卓裕・皆川成行・大竹充・二本正昭・稲葉信幸\*  
(中央大, \*山形大)

Structure Analysis of Fe, Co, and Ni Thin Films with bcc Structure Formed on GaAs(111) Substrates  
Takahiro Soda, Shigeyuki Minakawa, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, and Nobuyuki Inaba\*  
(Chuo Univ., \*Yamagata Univ.)

**はじめに** Fe, Co および Ni は代表的な軟磁性材料であり, 磁気応用デバイスとして広く用いられている. これらの材料はバルク状態では安定構造としてそれぞれ bcc, hcp および fcc 構造をとるが, 薄膜状態では状態図に存在しない準安定な構造を持つ結晶の形成が可能であることが報告されている<sup>1-3</sup>. 結晶構造が異なると磁気特性が変化するため, 準安定構造を持つ 3d 強磁性遷移金属は新磁性材料として注目されている<sup>4</sup>. これまで我々は GaAs(100)基板上での膜形成初期過程で bcc 構造をもつ Co および Ni 膜が形成されることを報告した<sup>5,6</sup>. 本研究では, GaAs(111)基板上に Fe, Co および Ni 膜を形成し, 膜の結晶構造に及ぼす膜厚の影響を系統的に調べた.

**実験方法** 試料の作製には RHEED 装置付きの超高真空 RF マグネトロンスパッタリング機構を用いた. GaAs(111)基板を 600 °C の加熱処理により表面清浄化処理を行った後, 室温で膜厚を 1 から 40 nm の範囲で変化させた Fe, Co および Ni 膜を形成した. 膜の形成過程と形成後の構造解析に RHEED および XRD をそれぞれ用い, 磁化曲線測定には VSM を使用した.

**実験結果** Fig. 1(a-1)-(c-1)に 1 nm 厚の Fe, Co および Ni 膜に対して観察した RHEED パターンを示す. すべての材料において, bcc 単結晶の形成を示す (Fig. 1(d)) 回折パターンが観察された. したがって GaAs(111)基板上に準安定 bcc-Co および bcc-Ni 結晶がヘテロエピタキシャル成長していることが分かる. RHEED パターンから決定したエピタキシャル方位関係は

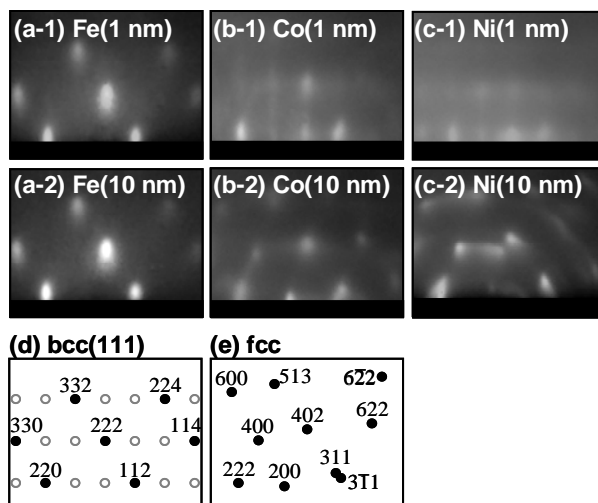
$$\text{bcc}(111)[1\bar{1}0] \parallel \text{GaAs}(111)[1\bar{1}0]$$

であった. Fig. 1(a-2)-(c-2)に 10 nm 厚の Fe, Co および Ni 膜に対して観察した回折パターンを示す. Fe 膜においては 1 nm 厚の場合と同様に bcc 構造の反射が観察されたが, Co および Ni 膜においては fcc 結晶の形成を示す (Fig. 1(e)) 回折パターンが得られた. この結果は準安定な bcc 結晶がより安定な fcc 結晶へと, バルクにおける bcc 構造の相変態として知られている Nishiyama-Wasserman (NW)<sup>7</sup>の結晶方位関係によって変態している可能性が示唆される. したがって, 膜表面では膜厚の増加に伴い, NW の関係に従い, 最密充填面である bcc{110}面と fcc(111)面が平行になった方位関係で相変態が生じたものと解釈される. RHEED パターンから決定した方位関係は

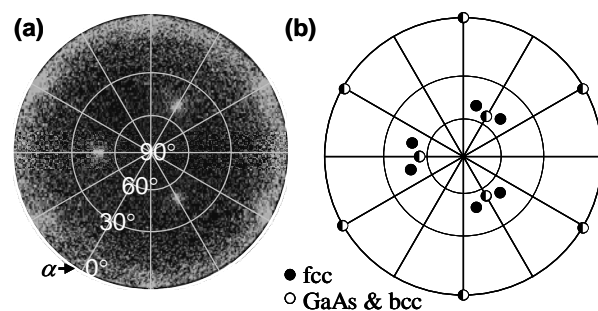
$$\text{fcc}\{111\}\langle 110\rangle \parallel \text{bcc}\{110\}\langle 001\rangle$$

であった. Fig. 2(a)に 40 nm 膜厚の Co 膜で測定した XRD 極点図形を示す. GaAs 基板反射の他に fcc-Co 結晶に対応する反射 (Fig. 2(b)) が確認され, 膜内においても NW の関係で結晶の相変態が進行したことが推定される. 当日は磁気特性解析についても報告する.

**参考文献** 1) J. C. A. Huang *et al.*: *J. App. Phys.*, **83**, 7046 (1998). 2) Y. U. Idzerda *et al.*: *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 2480 (1989). 3) C. S. Tian *et al.*: *Phys. Rev. Lett.*, **94**, 137210 (2005). 4) X. -G. Zhang *et al.*: *Phys. Rev. B*, **70**, 172407 (2004). 5) M. Ohtake *et al.*: *Key Eng. Mat.*, **605**, 478 (2014). 6) M. Ohtake *et al.*: *Eur. Phys. J. B*, **86**, 1 (2013). 7) Z. Nishiyama: *Sci. Tohoku Univ.*, **23**, 638 (1934).



**Fig. 1** (a)-(c) RHEED patterns observed for (a) Fe, (b) Co, and (c) Ni films of (a-1)-(c-1) 1 and (a-2)-(c-2) 10 nm thicknesses deposited on GaAs(111) substrates at RT. (d, e) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (d) bcc(111) and (e) fcc crystals. The incident electron beam is parallel to GaAs[1 $\bar{1}$ 0].



**Fig. 2** (a) Pole-figure XRD pattern of a 40-nm-thick Co film deposited on GaAs(111) substrate at RT measured by fixing the diffraction angle of  $2\theta_B$  at  $44^\circ$ . (b) Schematic diagrams of diffraction pattern simulated for GaAs, bcc-Co(111), and fcc-Co crystals.

# Co ナノ粒子を含有するメソポーラスシリカ薄膜の構造と磁気特性

加藤大雄, 榮岩哲二

(信州大)

Structure and magnetic properties of meso-porous silica thin films with Co nano particles

H.Kato, T.Haeiwa

(Sinshu Univ.)

## はじめに

界面活性剤の自己会合を利用し、それを鋳型として得られるメソポーラスシリカ材料は、その細孔内に磁性金属を充填することで絶縁体に区切られた磁性金属の孤立粒子(磁性ナノ細線アレイ)を形成することができ、TMR 効果を利用したスピントロニクスデバイスなどへの活用が期待されている。本研究ではEASA(Electro-Assisted Self-Assembly)法を用いて、細孔が基板に対して垂直配向したメソポーラスシリカ薄膜を生成し、細孔内に Co 充填を試み薄膜の構造及び磁気特性について検討したので報告する。

## 実験方法

エタノール 20mL、トリメチルステアリルアンモニウムクロリド 0.766g、硝酸ナトリウム 0.17g、蒸留水 20mL、オルトケイ酸テトラエチル 0.71mL、塩酸 80 $\mu$ L からなる混合液を常温で 2.5 時間攪拌し、前駆体溶液とする。ポテンショスタットの作用極に基板(Ti をスパッタコートしたスライドガラス)、対極に SUS 板を配置し、参照電極(Ag-AgCl)に対して-2.0v の電位を 30s 印加しメソポーラスシリカ薄膜を成膜する。基板は蒸留水で洗浄した後、電気炉中で 130 $^{\circ}$ C6 時間エイジングし、続けて 250 $^{\circ}$ C4 時間焼成した。

細孔内へのCo充填には、電解パルスメッキ法を用いた。硫酸コバルト5.0g、ホウ酸1.5g、蒸留水50mLからなる混合液をメッキ溶液とした。めっき条件は電圧6.0v、パルス幅20ms、100パルスとした。

## 実験結果

Fig.1(a),(b)に成膜したメソポーラスシリカ薄膜の SEM 像を示す。薄膜のほぼ全範囲(2.6cm $\times$ 1.5cm)で周期的な細孔が観察された。また、表面に規則的な細孔が観察されることから、細孔が基板に対して垂直に配向していると考えられる。細孔径は 3.5nm、周期は 4.7nm であった。Fig.2 に電解パルスメッキを行った後の薄膜の面内方向への磁化曲線を示す。面内・垂直ともにヒステリシスがなかったため、超常磁性的な性質を持つことが観察された。また、面内・垂直ともに磁化がほぼ同じであったため、Co の粒子形状は球状に近いことが考えられる。

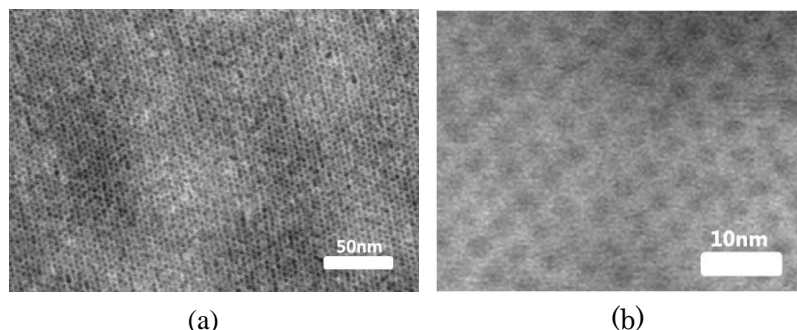


Fig.1 SEM photograph meso-porous silica thin film

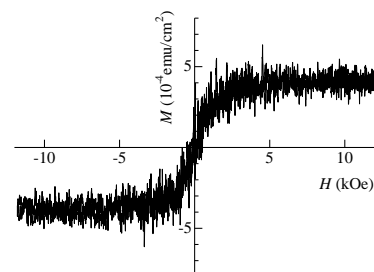


Fig.2 Magnetic hysteresis curves of meso-porous silica thin film with Co

**参考文献** M.Etienne, S.Sallard, M.Schroder, Y.Guillemain, S.Mascotto, B.M.Smarsly, A.Walcarius, Chem. Mater. 22, 3426-3432, 2010.

# Preparation of $\text{Bi}_2\text{YFe}_5\text{O}_{12}$ and $\text{BiGd}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ magnetic garnet thin films by Metal Organic Decomposition method on GGG and glass substrate

D. A. Wahid, T. Hattori, J. Sato, and H. Shimizu

Tokyo University of Agriculture and Technology, Koganei, Tokyo 184-8588, Japan

Spatial light modulator (SLM) is a real-time programmable device for modifying amplitude, phase or polarization of optical wavefront by electrically controlled signals. Application of magneto-optic SLM (MOSLM) is highly expected because of their extremely fast pixel switching speed and non-volatile property. A single crystal garnet with perpendicular magnetic anisotropy and two polarizers have been used as a pixel element to switch the optical output depending on the up and down magnetization owing to Faraday Effect<sup>[1]</sup>. Magnetic garnet films with high Faraday rotation and efficient magnetization reversal are required for various applications in the visible and near infrared spectral regions.

We prepared and characterized the Bi:YIG ( $\text{Bi}_2\text{YFe}_5\text{O}_{12}$ ) and Bi:GdIG ( $\text{BiGd}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ) films by metal organic decomposition (MOD) method on (111) gadolinium gallium garnet (GGG) and glass substrate in different annealing temperature of 620 – 800 °C under dry air, in order to investigate the relationship among the Faraday effect, magnetic anisotropy, and fabrication condition, because fabrication condition determines the film composition, crystal structure and magnetic anisotropy. The thin films prepared in this study were investigated by Faraday effect and X-ray diffraction (XRD). Fig. 1 shows the Faraday rotation spectra of the Bi:YIG and Bi:GdIG thin films. Fig. 2 shows the magnetic field dependence of the Faraday rotation (normalized) for these samples. Fig. 3 shows XRD patterns of these films showing no other peaks associated with polycrystalline or impurity phases. With increasing the annealing temperature, XRD intensity from the thin films increased, and Faraday rotation increased, showing that the amount of  $\text{Fe}^{3+}$  associated to the magnetic garnet crystal increased. Furthermore, the magnetic anisotropy of samples is changed from in plane to perpendicular direction by increasing the annealing temperature. A possible reason for the change of magnetic anisotropy are the difference of chemical composition ( $\text{O}_2$  deficiency) of Bi:YIG and Bi:GdIG thin films by increase of annealing temperature. The other reason is that the strain from the GGG substrate is decreased as shown in Fig. 3, leading to perpendicular magnetic anisotropy<sup>[2-3]</sup>.

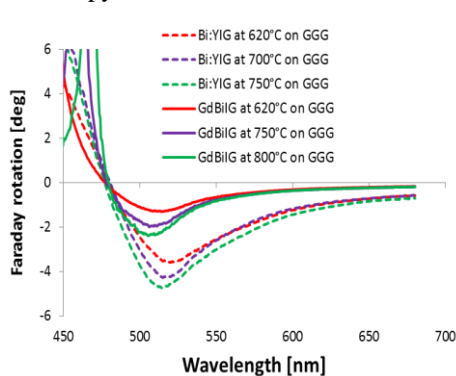


Figure.1. Faraday rotation spectra of Bi:YIG and Bi:GdIG films on GGG substrates

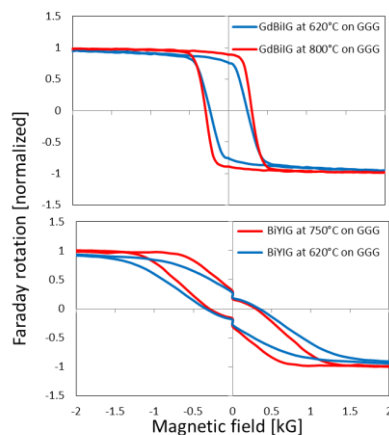


Figure.2 magnetic field dependence of normalized Faraday rotation at the wavelength of 600 nm

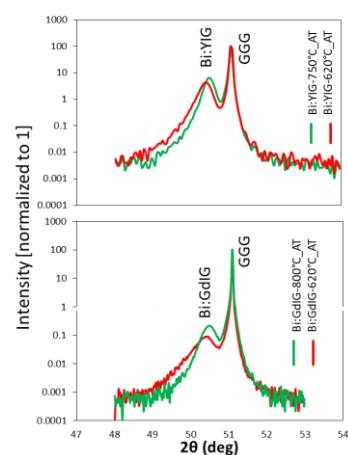


Figure.3 XRD pattern of Bi:YIG and Bi:GdIG on GGG substrate

## Reference

- 1) K. H. Chung, et al., Magn. Soc., Jpn., 32, (2008) 114-116
- 2) X.R.Zhao et al., Appl. Surface Science, 255, (2006). 2628-2633
- 3) K. Matsumoto et al., IEEE. Tran. Mag, 28, (1992) 2985-2987

# FeRh 系合金/BaTiO<sub>3</sub> ヘテロ構造における磁気相転移に与える 格子歪の影響

鈴木一平、伊藤満、谷山智康  
(東工大)

Strain effect on magnetic phase transition of FeRh alloy system/BaTiO<sub>3</sub> heterostructures

I. Suzuki, M. Itoh, T. Taniyama  
(Tokyo Tech.)

## はじめに

CsCl 型 FeRh 規則合金は、室温では反強磁性であるが 380 K 付近で強磁性へと磁気転移する特異な物質として知られ、エピタキシャル薄膜においては、格子歪によって磁気転移温度が変調されることが報告されている[1, 2]。本研究では、Ga を添加することで磁気転移温度を調整した FeRh 合金(Ga-FeRh)を典型的な強誘電体である BaTiO<sub>3</sub>(001) (BTO)基板上に成膜し、BaTiO<sub>3</sub>の構造相転移に伴う格子歪変化が FeRh の磁気特性に与える影響を調べた。

## 実験方法

試料は、MgO(001)及び BTO(001)単結晶基板上に MBE 法を用いて Fe, Rh 及び Ga を同時蒸着することで作製した。XRD を用いて構造評価を行い、磁化の温度依存性、磁場依存性及び磁気抵抗を VSM、PPMS を用いてそれぞれ測定した。

## 実験結果

XRD の結果より、超格子反射である(001)ピークが見られ、規則化した Ga-FeRh が MgO(001)及び BTO(001)基板上にエピタキシャル成長していることを確認した。次に、磁化の温度依存性を測定した結果を Fig.1 に示す。MgO 基板上に比べ BTO 基板上では Ga-FeRh と基板との大きな格子不整合に起因して転移が散漫となっているが、反強磁性-強磁性転移が観察された。冷却過程において 285 K 及び 190 K 付近に磁化の変化が見られ、特に 190 K 付近では磁化が大きく減少した。これらの温度は BTO の正方晶から斜方晶、斜方晶から菱面体晶への構造相転移温度にそれぞれ一致する。この相転移温度の近傍で磁化の磁場依存性を測定したところ、相転移の低温側で飽和磁化の減少が確認された。本結果は、BTO の斜方晶から菱面体晶への相転移に伴う格子歪変化によって Ga-FeRh において強磁性から反強磁性への磁気転移が誘起されたことを示唆している。この時、BTO (100)の c ドメイン上では(1-10)方向の圧縮応力が増大し(110)方向では応力が緩和する。一方 a ドメイン上では圧縮応力が増大していると考えられる。今回使用した BTO 基板は a ドメインの割合が多かったため、圧縮応力増大によって反強磁性状態が安定化したと考えられる。一方で、290 K 付近では磁化が増大したが、磁化の磁場依存性においては飽和磁化の値は変化していないことから、BTO の正方晶から斜方晶への相転移に伴う FeRh の磁気異方性の変化を反映したものと考えられる。

## 参考文献

- 1) S. Maat, *et al.*, Phys. Rev. B. 72, 214432 (2005).
- 2) C. Bordel *et al.*, Phys. Rev. Lett. **109**, 117201 (2012).

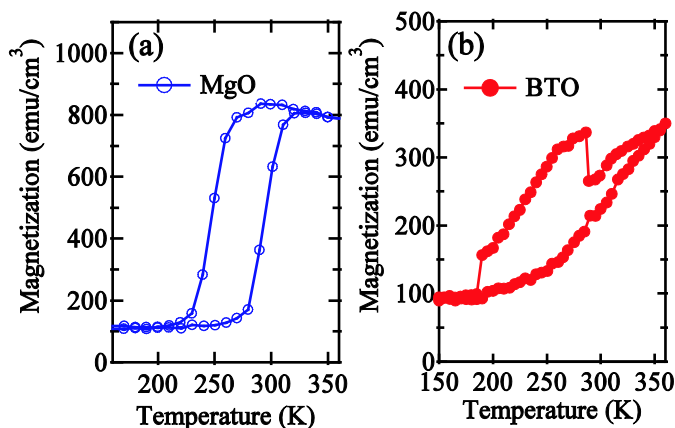


Fig.1 Temperature dependence of magnetization of (a)Ga-FeRh/MgO and (b)Ga-FeRh/BTO.

## Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe 多層膜における Fe 層の磁化過程

長浜太郎 川井智博 高橋望 柳瀬隆 島田敏宏

北海道大学大学院 工学研究院

Magnetization process of Fe layer in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe multilayers

Taro Nagahama, Tomohiro Kawai, Nozomi Takahashi, Takashi Yanase, Toshihiro Shimada

Graduate School of Engineering, Hokkaido University

多くの磁性薄膜は多層膜化により、磁気異方性や保磁力などの磁気特性が大きく影響される。また、その様な影響をうまく利用することにより、磁気特性を制御し、デバイスなどに活用している。磁性金属多層膜系で見られる層間交換相互作用はその典型的な例といえよう。一方で酸化物系材料でのそのような研究はまだあまり多くない。しかし、酸化物を用いたスピントロニクス素子への応用の可能性を広げるには、磁気特性の積極的な制御は欠かすことはできない。今回我々は、典型的な磁性酸化物である Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> を含む Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe 多層膜を作製し、その磁気特性の評価を行った。Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> を含む多層膜の磁気特性については、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Fe の直接交換相互作用<sup>1</sup>および Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/MgO/Fe での層間交換相互作用に関する報告<sup>2</sup>があるが、非磁性金属を挟んだ構造での磁気特性の評価は報告がない。本研究では高品質なエピタキシャル多層膜を作製し、その磁気特性を詳細に調べた。

作製した試料の構造は MgO(100)<sub>s</sub>(110)/NiO(5 nm)/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>(60 nm)/Cr(*t*<sub>Cr</sub>=0-10 nm)/Fe(5 nm)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(2 nm)である。試料の作成は反応性 MBE 法で行った。Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 製膜時の酸素分圧は 4×10<sup>-4</sup>Pa、製膜温度は 300°Cで行った。Cr は 130°Cで製膜、その後は室温で製膜した。エピタキシャル成長を RHEED により確認した。磁化過程は磁気カー効果を用いて室温で測定した。

図 1 に MgO(100)/NiO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 多層膜の、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Cr, Fe それぞれの RHEED 像を示す。それぞれきれいなストリークが観測され、エピタキシャル成長をしていることが分かる。次に図 2 に MgO(110)/NiO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 多層膜の場合の磁気ヒステリシス曲線を示す。Cr 層の厚さは上から 0.2, 5.0, 9.5 nm である。金属層が比較的薄いため、最表面の Fe 層の磁化曲線と、下層の Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 層の磁化曲線が共に観察されている。単層膜の磁化曲線などから、保磁力の小さい方が Fe 層の磁化反転で大きいほうが Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 層の磁化反転に対応している事がわかる。Cr 層が厚くなるほど Fe 層の保磁力が大きく増大することが分かった。

### 参考文献

- 1) H. Yanagihara *et al* 2008 *Appl. Phys. Express* **1** 111303
- 2) H. Yanagihara *et al* *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2011 **44** 064011

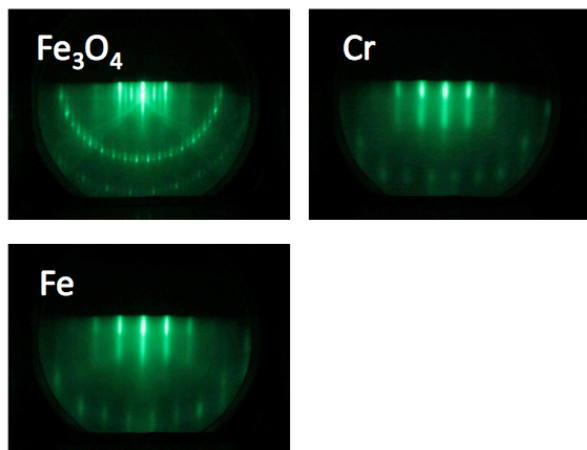


図 1 MgO(100)/NiO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の RHEED 像

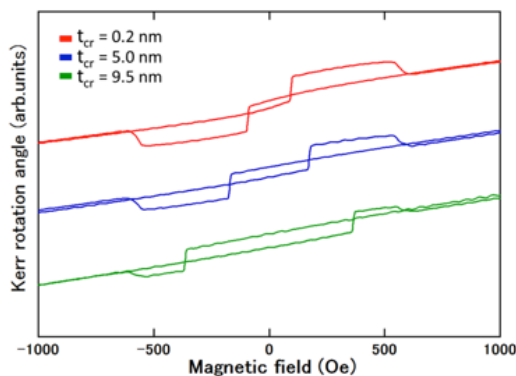


図 2 MgO(110)/NiO/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Cr/Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の磁化過程

## 基板相転移に伴う強磁性 Pd(100)超薄膜の磁性の変化

櫻木俊輔、田尻寛男\*、佐藤徹哉  
(慶大理工、\*JASRI/SPring-8)

Change in magnetism of ferromagnetic Pd(100) ultra thin film by phase transition of the substrate

S. Sakuragi, H. Tajiri\*, and T. Sato  
(Keio Univ., \*JASRI/SPring-8)

### はじめに

Pdはバルクでは非磁性ながらも、ナノスケール下では強磁性を発現する。電子構造計算によれば、Pd(100)超薄膜は量子井戸状態に起因して強磁性を発現するようになり、加えてその磁性は巨大電場を印加することで強磁性-非磁性間でのスイッチングが可能であると予想されている<sup>1)</sup>。講演者らはこれまでに、SrTiO<sub>3</sub>(100)上にエピタキシー成長したPd(100)超薄膜を作製し、その磁性について議論を行ってきた。結果、Pd(100)超薄膜が強磁性を発現し、その磁性が電子構造計算による予想と矛盾しない事実から、量子井戸状態に基づく新しい磁性発現機構の存在を実験的に明らかにしている<sup>2)</sup>。しかしながら、Pd/SrTiO<sub>3</sub>界面に生じ得る歪みや電子状態の変化がこの新しい磁性発現機構にどのような効果を与えるかについては、まだ十分に議論が行われていない。そこで本研究では、SrTiO<sub>3</sub>が約105 K以下で構造相転移を生じることを利用し、相転移点前後で生じるPd/SrTiO<sub>3</sub>界面の状態変化に起因したPd(100)超薄膜の磁性変化について調査を行った。

### 実験方法

Pd(100)超薄膜の作製はMBEを用いて行った。SrTiO<sub>3</sub>(100)基板上に3段階成長法<sup>3)</sup>を用いることでPdをエピタキシー成長させ、それを超高真空チャンパーとフランジ接続された石英管に一度も大気に曝すことなく封入した。このようにして作製したサンプルについて、SQUID磁力計を用いることで低温から室温までの磁化の温度依存性を測定した。

### 結果・考察

図1に、SQUID磁力計から得られた強磁性Pd(100)超薄膜の磁化の温度依存性を示す。強磁性Pd(100)超薄膜のサンプルの他に、ブランクサンプルとして未蒸着のSrTiO<sub>3</sub>を準備し、測定を行った。図1から、強磁性Pd(100)超薄膜の磁化の温度依存性曲線が、SrTiO<sub>3</sub>の相転移点である105 K付近でブランクサンプルとは異なる挙動を示していることがわかる。これは、SrTiO<sub>3</sub>の相転移が、Pd(100)超薄膜の磁性に影響していることを示す。SrTiO<sub>3</sub>は相転移点以下で、結晶の対称性がCubicからTetragonalに変化し、加えてc軸方向のd電子のエネルギーが、他の2つの軸のものとは比べて25 meV上昇することが知られている<sup>4)</sup>。今回の実験では、それら基板の状態の変化がPd(100)の形成する量子井戸状態を変調し、磁性に変化を生じさせた可能性があると考えられる。講演では、磁性変化の原因について考察を深め、議論を行う予定である。

### 参考文献

- 1) S. Aihara *et al.*, J. Appl. Phys. **112** 073910 (2012).
- 2) S. Sakuragi *et al.*, (submitted).
- 3) T. Wagner, G. Richter and M. Rühle, J. Appl. Phys. **89**, 2606 (2001).
- 4) Y. J. Chang *et al.*, Phys. Rev. B **81**, 235109 (2010).

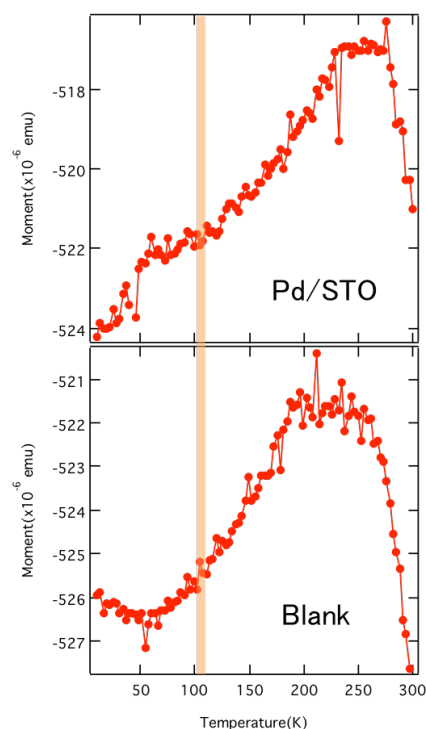


図1 磁化の温度依存性



Rh 上に積層された bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> 合金の垂直磁気異方性に関する理論的評価

兵頭一茂\*, 小田洋平\*\*, 佐久間昭正\*

(\* 東北大, \*\* 産総研)

Theoretical evaluation with respect to perpendicular magnetic anisotropy of bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> stacked on Rh

K. Hyodo\*, Y. Kota\*\*, and A. Sakuma\*

(\*Tohoku Univ., \*\* AIST)

## 1 はじめに

bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> 合金は c 軸長と a 軸長の比 (c/a) を 1.25 に近づけることで、巨大な結晶磁気異方性定数 ( $K_u \approx 100$  Merg/cm<sup>3</sup>) が得られることが理論的に予測されている<sup>1)</sup>. この系の実現のため、近年下地層との格子ミスマッチによって bcc-FeCo 合金の格子を歪ませる (c/a>1) 試みがなされている<sup>2),3)</sup>.

Lao らは fcc-Rh 層間に Fe, Co 層を交互積層させることで、c/a  $\approx$  1.2 の bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> 合金を作製した<sup>3)</sup>. そして、測定された  $K_u$  から、現象論的に与えられた式

$$K_u \times t_{\text{FM}} = K_v \times t_{\text{FM}} + K_{\text{int}} \quad (1)$$

( $t_{\text{FM}}$ : FeCo 合金の膜厚) へのフィティングによって、それぞれバルク磁気異方性定数  $K_v = (2.50 \pm 0.34) \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup>, 界面磁気異方性定数  $K_{\text{int}} = (0.68 \pm 0.34)$  erg/cm<sup>2</sup> と値を見積もっている. このように実験試料は薄膜であるのに対して、本材料に関して行われた既存の理論研究はバルクを想定したものであるため、新たに bct-FeCo 合金の薄膜化、並びに下地層が  $K_u$  に与える影響の理論的評価が必要である.

本研究では実験と同じ FeCo/Rh の  $K_v$ ,  $K_{\text{int}}$  を第一原理計算を用いて評価し、各磁気異方性の起源を解明することを目的として以下の計算を行った. 手法として局所スピン密度近似に基づいた強結合線形マフィンティン軌道法を用い、fcc-Rh 層に挟まれた bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> 規則合金 (c/a=1.2) について、 $t_{\text{FM}}$  を変えて  $K_u$  を計算した. そして、実験と同様に式 (1) へのフィティングから  $K_v$  と  $K_{\text{int}}$  を求めた.

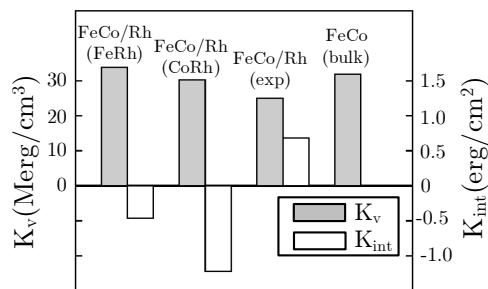
## 2 結果および考察

計算結果から式 (1) へのフィティングで得られた  $K_v$ ,  $K_{\text{int}}$  を fig.1 に示す. FeCo/Rh(FeRh), FeCo/Rh(CoRh) は、それぞれ Fe, Co 原子を Rh 界面に配置した場合の計算結果である. また FeCo/Rh(exp) は実験値のフィティング結果<sup>3)</sup> であり、FeCo(bulk) は bct-FeCo(c/a=1.2) バルクでの計算値である. まず  $K_v$  に関して、各理論値と実験値のよい一致が確かめられた. また、FeCo/Rh(FeRh), FeCo/Rh(CoRh) で  $K_v$  はバルクの計算値とほぼ一致し、式 (1) が界面原子に依らず  $K_v$  を評価できていることが分かった.

一方、 $K_{\text{int}}$  については、計算値は FeCo/Rh(FeRh), FeCo/Rh(CoRh) の両方で  $K_{\text{int}} < 0$  となり、 $K_{\text{int}} > 0$  であった実験値とは符号すら一致しない結果となった. これは実験で作製された薄膜の界面が、計算で想定した理想的な系とは大きく異なる可能性を示唆している. 講演では、 $K_{\text{int}}$  が実験と理論で大きく異なる理由について種々の観点から議論する予定である.

## References

- 1) T. Burkert *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **93**, 027203 (2004)
- 2) B. Wang *et al.*, *Jour. Appl. Phys.*, **115**, 133908 (2014)
- 3) B. Lao, J. W. Jung and M. Sahashi, *IEEE. Trans. Magn.*, (in press)



**Fig. 1** Comparison of results between calculation (FeCo/Rh(FeRh), FeCo/Rh(CoRh), FeCo(bulk)) and experiment (FeCo/Rh(exp)) with respect to bulk anisotropy  $K_v$  and interface anisotropy  $K_{\text{int}}$  of bct-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> stacked on Rh.

## GdFeCo/TbFe 二層膜の垂直磁気異方性とダンピング定数の TbFe 層厚依存性

東出智寛, 代兵, 加藤剛志, 岩田聡, 綱島滋\*  
(名古屋大学, \*名古屋産業科学研究所)

TbFe layer thickness dependences of perpendicular anisotropy and damping constant for amorphous GdFeCo/TbFe bilayer

T. Higashide, B. Dai, T. Kato, S. Iwata, S. Tsunashima\*  
(Nagoya Univ., \*Nagoya Industrial Science Research Institute)

## はじめに

Gbit 級 MRAM を実現するための技術として, スピン注入磁化反転が注目されている. このスピン注入磁化反転はセルサイズの微少化に伴い反転電流が減少するため大容量化に有効な手段である. これまでに我々は希土類-遷移金属である GdFeCo や GdFeCo/TbFe 二層膜をメモリー層とする垂直磁化型のスピン注入磁化反転素子を作成し, 磁化反転臨界電流密度  $J_c$  と磁気異方性  $K_{\text{eff}}$  について報告してきた<sup>1,2)</sup>. しかしながら  $J_c$  と密接な関係のある二層膜のダンピング定数は調べられていない. 本研究では GdFeCo/TbFe 二層膜のダンピング定数  $\alpha$  を超短パルスレーザーを用いた pump-probe 法により評価し, ダンピング定数  $\alpha$  と反転電流密度  $J_c$  との関係調べた.

## 実験方法

超高真空マグネトロンスパッタリング装置により, 熱酸化膜付き Si 基板上に substrate / Ta (5 nm) / CuAl (30 nm) / Ta (3 nm) / Tb<sub>16</sub>Fe<sub>84</sub> (x nm) / Gd<sub>21</sub>(FeCo)<sub>79</sub>(10-x nm) / Ta (2 nm) を成膜した. x = 0 ~ 5 nm の範囲で層厚を変化させた. さらに pump-probe 測定で S/N を向上させるため, この膜上に RF マグネトロンスパッタにより SiN (140 nm) を成膜した. 試料の磁化ダイナミクスは, 中心波長 1560 nm, パルス幅 1 ps, 繰り返し周波数 200 kHz のファイバーレーザーを用いた pump-probe 法により測定した. 測定時には膜面法線方向から 45 度傾けた方向に外部磁界を最大 7.8 kOe 印加した.

## 結果と考察

Fig. 1 は外部磁界 4.8 kOe を加えて, pump-probe 法により測定した GdFeCo(10-x nm) / TbFe(x nm) 二層膜 (x = 0, 1, 2) の歳差運動を示している (黒丸). 磁化の歳差運動を減衰振動関数  $e^{-t/\tau} \sin \omega t$  によりフィッティング (実線) し,  $\omega$  と  $\tau$  の外部磁界依存性を Chappert の式<sup>3)</sup>によりフィッティングすることでダンピング定数  $\alpha$  を求めた. GdFeCo 単層膜の  $\alpha$  は 0.049 であったが TbFe 層を 1 nm 挿入することで  $\alpha = 0.295$  に大幅に増加した. Fig. 2 は過去に報告した GdFeCo / TbFe 二層膜をメモリー層とするスピン注入素子の,  $J_c$  と  $K_{\text{eff}}$  の TbFe 層の膜厚依存性を示している<sup>2)</sup>.  $J_c$  は TbFe 層を 1 nm 挿入することで 2 倍程度になっているが, 今回求めたダンピング定数の増加は約 6 倍となったため, 二層膜の  $J_c$  は膜平均のダンピング定数では十分説明できないという結果を得た.

## 参考文献

- 1) B. Dai et al., IEEE Transactions Magnetics, **49**, issue7, pp.4359-4362(2013)
- 2) B. Dai et al., The 37th Annual Conference on MAGNETICS in Japan(2013)
- 3) C. Chappert et al., Phys. Rev. B, **34**, 3192 (1986).

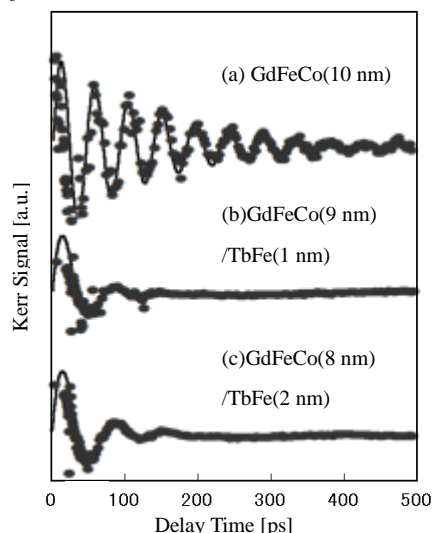


Fig1. TRMOKE waveforms of GdFeCo(10-x) / TbFe(x) multilayer with (a) x = 0 nm (b) x = 1 nm (c) x = 2 nm measured at  $H_{\text{ext}} = 4.8$  kOe.

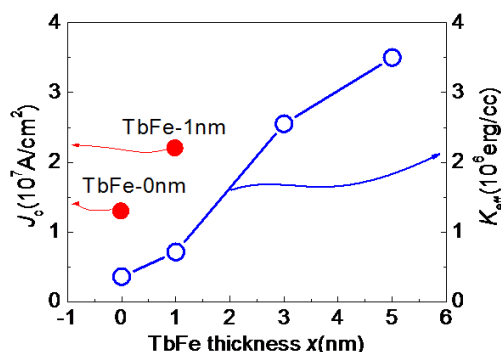


Fig2. Dependences of  $J_c$  and  $K_{\text{eff}}$  on The thickness of TbFe in the memory bilayer<sup>3)</sup>

## CoPt/Ru 垂直磁化膜の VNA-FMR

草薙勇作, 岡本 聡, 菊池伸明, 北上 修, 加藤剛志\*, 岩田 聡\*  
(東北大多元研, \*名古屋大)

VNA-FMR of perpendicular magnetic CoPt/Ru films

Y. Kusanagi, S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami, T. Kato\*, and S. Iwata\*  
(IMRAM, Tohoku Univ., \*Nagoya Univ.)

### はじめに

ナノ秒からサブナノ秒領域での磁化挙動は静磁場下でのそれとは大きく異なり、歳差運動に基づく動的挙動が顕著となる。近年、マイクロ波アシスト磁化反転やスピン注入磁化反転など、動的磁化挙動の制御が重要となっている。この動的磁化挙動における主要因子としてダンピング定数  $\alpha$  があるが、その起源や磁気異方性との関係など未だ不明な部分も多く、また実用が期待される材料においても未だ十分に調べられていないのが現状である。メモリ材料への応用が期待される材料の一つに Ru 下地上に成膜した hcp-CoPt 合金(以下 CoPt/Ru)があり、Pt 組成が 10~30 at.% の範囲で最大で  $2 \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> 程度<sup>1)</sup> の高い垂直磁気異方性を示す。本研究では CoPt/Ru 膜の強磁性共鳴を測定し、ダンピング定数と諸特性、膜構造などとの相関を調べることを目的とする。

### 実験方法

作製した試料の膜構成は、SiO<sub>2</sub> sub. / Ta(5 nm) / Pt(10 nm) / Ru(20 nm) / CoPt(20 nm) / Ta(2 nm) とした。成膜には DC マグネトロンスパッタを用いた。磁化曲線を Kerr 効果を用いて測定し、異常 Hall 効果測定と GST 法<sup>2)</sup>により実効的異方性磁界  $H_k^{\text{eff}}$  を求めた。また石英基板上に成膜した CoPt 膜をフォトリソグラフィと Ar イオンエッチングを用いパターン(1500 × 8 μm)を形成し、絶縁層として SiO<sub>2</sub> を成膜し、その上にリフトオフ法を用いて Cu コプレーナ線路(信号線路幅 10 μm, 膜厚 100 nm)を作製した。強磁性共鳴(FMR)の測定では外部磁場  $H_{\text{dc}}$  を試料面に対し垂直に印加し、ベクトルネットワークアナライザ(VNA)を用いて透過特性  $S_{21}$  を測定し、位相成分を取り除くためノルムをとった。ローレンツ関数でフィッティングするためにノルムの2乗  $|S_{21}|^2$  を求め、共鳴の起きていない基準スペクトルとの差分  $\Delta|S_{21}|^2$  からダンピング定数を評価した。

### 実験結果

得られた共鳴スペクトルを Fig.1 に示す。ピーク強度は小さいものの外部磁場  $H_{\text{dc}}$  を大きくするにつれ共鳴周波数は高周波側にシフトしている。またこの共鳴ピークをローレンツ関数でフィッティングし共鳴周波数  $f_r$  を求め、 $H_{\text{dc}}$  に対しプロットした結果を Fig.2 に示す。これより求めた  $H_k^{\text{eff}}$  の値は GST 法により求めた  $H_k^{\text{eff}}$  の値とほぼ同じだった。また共鳴ピークの半値幅より求めた  $\alpha$  の値は 0.2 程度となり、extrinsic な成分が含まれているものの Co/Pt 多層膜の場合(0.02~0.1)に比べはるかに大きな値となった。この原因としては合金化による影響、下地による影響が考えられる。今後はダンピング定数の CoPt 膜厚、Ru、Pt 膜厚依存性および Pt 組成依存性を調べ磁気異方性との関係を議論する予定である。

### 参考文献

- 1) T. Shimatsu *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **43**, 2995 (2007)
- 2) S. Okamoto *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **90**, 4085 (2001)

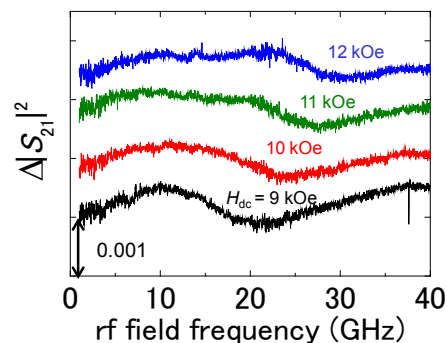


Fig. 1 FMR spectra for CoPt / Ru film.

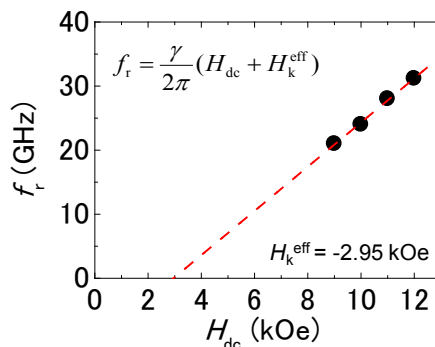


Fig. 2  $f_r$  vs  $H_{\text{dc}}$ . Dashed line is fitting result.

## MBE 成長した Ag 添加 CoPt, CoPd 膜の構造と磁気特性

永田 太洋, 徳岡 良浩, 瀬戸 陽介, 加藤 剛志, 岩田 聡  
(名古屋大学)

Structure and magnetic properties of MBE grown CoPt-Ag and CoPd-Ag films

T. Nagata, Y. Tokuoka, Y. Seto, T. Kato, S. Iwata  
(Nagoya University)

### はじめに

$L1_0$ -FePt 膜の規則化温度の低減及び微粒子化には, Fe と非固溶な Ag 添加が有効であることが報告されている. 一方,  $L1_0$ -FePd への Ag 添加は規則化温度低減には有効であるが, 微粒子化には有効ではないことが報告されている<sup>1)2)</sup>. そこで, 本研究では  $L1_0$  型合金への Ag 添加効果を系統的に調査するため, 同じ  $L1_0$  構造を持つ CoPt 薄膜への Ag 添加を試みた. また, バルクでの規則相の存在しない CoPd についても, 薄膜の研究報告が少ないため,  $Co_{50}Pd_{50}$  薄膜を作成し, Ag 添加による構造と磁気特性の変化を調べた.

### 実験方法

CoPt-Ag (20nm)及び CoPd-Ag (20nm)は, MBE 法による三元同時蒸着によって作製した. 蒸着中の真空度は  $5 \times 10^{-9}$  Torr 以下であり, Co, Pt, Pd, Ag の蒸着速度はそれぞれ水晶膜厚モニターにより制御した. 基板には MgO (001)を用い, 基板温度  $300^\circ\text{C}$ において成膜した. CoPt-Ag 膜は MgO 基板上に直接成膜したが, CoPd-Ag 膜は CoPd と MgO の格子定数差を緩和させるため, バッファ層 Pd(10nm)を挿入した. 結晶構造は成膜中の RHEED 観察及び成長後の XRD, 表面構造は AFM, 磁気特性は AGM 及びトルク磁力計, 磁気光学 Kerr 効果は偏光面変調法でそれぞれ測定した.

### 実験結果と考察

Fig. 1 は  $300^\circ\text{C}$ で成長した  $(CoPt)_{100-x}Ag_x$  膜の X 線回折プロファイルと  $M-H$  ループを示している. X 線プロファイルより CoPt 膜が 001 配向していることが分かる. また, 規則相からの 001 回折線が明瞭に観察されてる. 更に, Ag の添加により, CoPt001 ピーク強度が増大しており, 規則化が促進されていることが分かる. なお, Ag 添加による CoPt のピーク位置はほとんど変化していない.  $M-H$  ループにおいては, Ag5%添加膜で膜法線方向の保磁力が最も大きくなった. これは, 規則化の促進と共に, 結晶粒が微粒子化したことが影響していると考えられる.

Fig. 2 は  $300^\circ\text{C}$ で成長した  $(CoPd)_{100-x}Ag_x$  膜の X 線回折プロファイルを示している. CoPd 膜は 001 配向となっているが  $L1_0$  規則相に対応する 001 ピークは観測されなかった. また, CoPt とは異なり Ag を添加することで CoPd 002 のピークが高角側にシフトしている.

以上から, CoPt-Ag では Ag は CoPt に固溶せず分離しているが, CoPd-Ag では Ag と合金化していると考えられる. 先行研究の FePt と FePd に対する Ag の添加効果と比較すると, FePt-Ag と CoPt-Ag で類似性が見られ, また, FePd-Ag と CoPd-Ag に類似性が見られることが分かった<sup>2)</sup>.

### 参考文献

- 徳岡ら, 第 37 回日本磁気学会学術講演概要集, p198, (2013).
- Y. Tokuoka, et. al, J.Appl. Phys., 115(2014) 17B716.

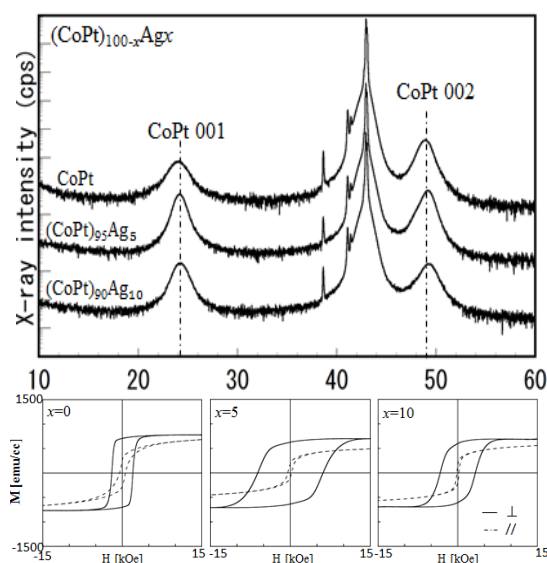


Fig. 1 XRD profiles and  $M-H$  loops of  $(CoPt)_{100-x}Ag_x$  grown at  $300^\circ\text{C}$

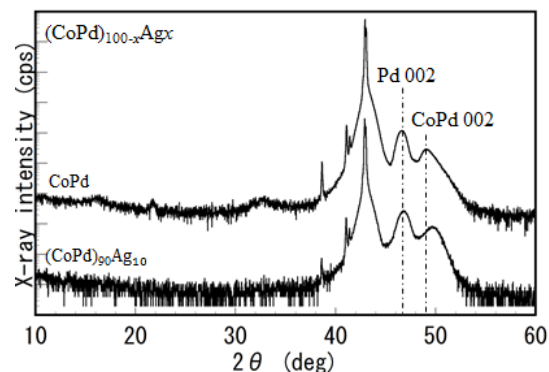


Fig. 2 XRD profiles  $(CoPd)_{100-x}Ag_x$  films grown at  $300^\circ\text{C}$

# 垂直磁気異方性を示す $(\text{Co,Fe})_3\text{O}_4(001)$ エピタキシャル薄膜における磁気特性の基板温度依存性

内海優史, 新関智彦, 井上順一郎, 柳原英人, 喜多英治  
(筑波大学)

Growth Temperature Dependence of Magnetic Properties on  $(\text{Co,Fe})_3\text{O}_4(001)$  Epitaxial Films with Perpendicular Magnetic Anisotropy

Y. Utsumi, T. Niizeki, J. Inoue, H. Yanagihara, and Eiji Kita  
(Univ. of Tsukuba)

## はじめに

スピネル構造を持つコバルトフェライト  $(\text{Co, Fe})_2\text{O}_4$  は, B 位置に配位した  $\text{Co}^{2+}$  イオンの軌道角運動量が結晶場中でも消失しないため, 大きな結晶磁気異方性を示すことが知られている<sup>1)</sup>. また薄膜は, 基板との格子不整合の結果, 磁気弾性効果を通じて強い垂直磁気異方性を示す. 我々は,  $\text{CoFe}$  合金ターゲットを用いた反応性スパッタリング法により,  $\text{MgO}$  基板上に大きな垂直磁気異方性を示す  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  薄膜を作製することに成功している<sup>2,3)</sup>. その作製条件に強く依存して垂直磁気異方性定数 ( $K_u$ ) や, 飽和磁化 ( $M_s$ ) が著しく変化するなどの報告がある. さらに成膜時の温度 ( $T_S$ ) に依存して角型比が大きくなることを確認した. そこで,  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4(001)$  薄膜の成膜条件と磁気特性, 特に角型比について焦点を当てて調べることとした.

## 実験方法

$\text{MgO}(001)$  劈開面を基板としてターゲットには  $\text{CoFe}$  合金を用いて  $\text{O}_2$  反応性 RF マグネトロンスパッタリング法により試料を作製した.  $\text{Ar}+\text{O}_2$  雰囲気中で成膜を行い, 成膜時の  $\text{O}_2$  流量を最大 10 sccm まで変化させた. 基板温度  $T_S$  は 200 °C から 600 °C まで変えて最適な条件を探った. 試料評価は, RHEED 観察, X 線小角反射率法による膜厚測定, XRD を行った. 室温において  $\pm 70$  kOe の範囲で磁化測定, Quantum design 社 PPMS を用いて磁気トルク測定を行った. また, SIMS による測定を行い膜厚方向への  $\text{Mg}$ ,  $\text{Co}$ ,  $\text{Fe}$  の拡散の様子を確認した. さらに TEM 測定を行うことで, 成膜温度 ( $T_S$ ) と逆位相領域 (APD), 逆位相境界 (APB) の関係について調べた.

## 実験結果

図 1 に成膜温度の異なる  $\text{Co}_{0.75}\text{Fe}_{2.25}\text{O}_4/\text{MgO}(001)$  薄膜の飽和磁化, 角型比を示す. 飽和磁化は  $T_S \sim 300^\circ\text{C}$  程度でバルク並みの値となるが, 角型比は  $600^\circ\text{C}$  程度で成膜しないと 0.9 を超える値とならない.  $T_S = 300^\circ\text{C}$  と  $600^\circ\text{C}$  で成膜した試料の SIMS 測定の結果では,  $\text{Fe}$ ,  $\text{Co}$  の分布には大きな差が見られなかった. また  $T_S = 600^\circ\text{C}$  の試料において基板の成分である  $\text{Mg}$  が 30-40 nm 程度薄膜側に拡散している様子が確認された. また  $T_S = 300^\circ\text{C}$  と  $600^\circ\text{C}$  で成膜した試料の APD に関する TEM 測定の結果では, 両者に関して領域の大きさや境界幅に関する差は見られなかった.

講演では, 基板温度が磁化過程に及ぼす影響についてより詳細に検討して報告したい.

## 謝辞

本研究は, 文部科学省元素戦略プロジェクトの助成を受けて行われた.

## 参考文献

- 1) J. C. Slonczewskii, Phys. Rev. 110 (1958) 1341
- 2) T. Niizeki et al. Appl. Phys. Lett. 103 (2013) 162407
- 3) 内海他, 第 37 回日本磁気学会学術講演会 3aC-1

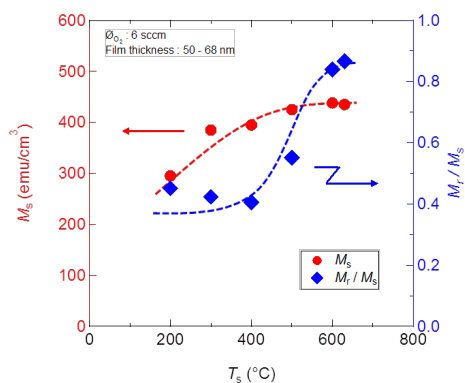


図 1  $M_s$  及び角型比の基板温度依存性

## スパッタリング法で作製した $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$ 膜の磁気特性

森下純平, Ritesh Patel, 鈴木和也, 新関智彦, 柳原英人, 喜多英治  
(筑波大学)

Magnetic Properties of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$  epitaxial films grown by reactive magnetron sputtering

J. Morishita, Ritesh Patel, K.Z. Suzuki, T. Niizeki, H. Yanagihara, and E. Kita  
(Univ. of Tsukuba)

### はじめに

鉄と様々な遷移金属によって構成される酸化物であるスピネルフェライトは、高いキュリー温度を持ち構成元素によって絶縁体からハーフメタルまで、軟磁性から硬質磁性まで多様な物性を示すことから、スピントロニクス材料として大きな可能性を秘めた物質群である。スピネルフェライトの薄膜化についてはこれまでに多くの先行研究があるものの、得られる膜の品質や物性は、一般的にスピネルフェライトの種類（構成元素）、成膜方法、条件等に大きく依存することから、スピントロニクスデバイスの要素材料として利用するのは容易ではない。なかでも  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  は、高い絶縁性を有することから、これまでにスピニフィルタの障壁材料として利用する試みがなされているが、期待されるほど大きな MR は得られていない<sup>1)</sup>。このことは、 $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  の持つ潜在的な特性を引き出すためには、その膜成長の機構と構造について詳細に検討する必要があることを示唆している。そこで本研究では  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  に着目し、スピントロニクスデバイスへの応用を念頭にその成膜方法・条件について調べることにした。

### 実験

単結晶  $\text{MgO}(001)$  及び  $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$  の 2 種類の基板上に、反応性 RF マグネトロンスパッタリング法により  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(30 \text{ nm})$  を作製した。ターゲットには Fe Ni 合金を用いて  $\text{Ar}+\text{O}_2$  雰囲気中で成膜した。また、このときの成膜温度は  $300^\circ\text{C}$  とした。成膜時の  $\text{O}_2$  導入量をパラメータとして試料を作製しその構造、物性を評価した。反射高速電子線回折法(RHEED)により薄膜のエピタキシャル成長を確認し、蛍光 X 線分析法(XRF)により Ni と Fe の組成を評価した。磁化測定には、振動式磁力計(VSM) を用いた。

### 結果及び考察

$\text{MgO}(001)$  及び  $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$  の 2 種類の基板上に成膜した  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$  薄膜は、どの条件においてもエピタキシャルに成長していることを確認した。しかし磁化過程は強く基板種に依存し  $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$  (格子不整合: 3.2%) 上ではバルク並みの飽和磁化を持つ面内磁化膜であったのに対し、 $\text{MgO}(001)$  (格子不整合: -0.3%) 上に成長させた  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$  薄膜では、磁化がほとんど消失していた。図 1 に酸素導入量に対してそれぞれの基板上に成膜した  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$  薄膜の飽和磁化を示す。 $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$  基板上に成長した  $\text{NiFe}_2\text{O}_4(001)$  薄膜は、 $\text{O}_2$  導入量が 10 sccm 付近でバルク並みの飽和磁化を示し、電気抵抗は  $10^5 \Omega \text{ cm}$  以上であった。講演では、基板種の違いがどのように膜成長に影響を及ぼし、磁気特性の違いに現れるのか考察する。

### 謝辞

本研究は、文部科学省元素戦略プロジェクトの助成を受けて行われた。

### 参考文献

- 1) U. Lüders et al. APL, 88, 082505 (2006)

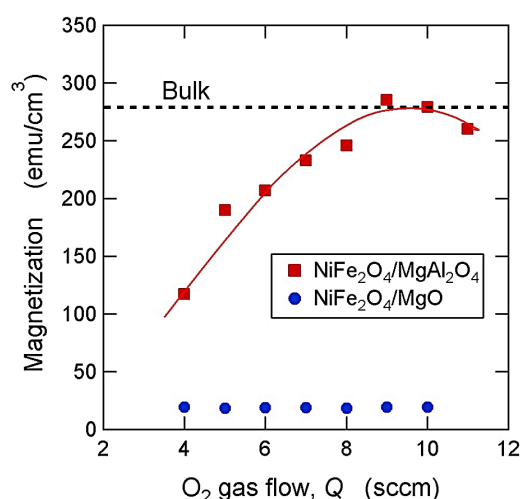


図 1 飽和磁化の酸素流量依存性

## 高垂直磁気異方性コバルトフェライト (001) 薄膜におけるカチオン価数・サイト分布

新聞智彦, 内海優史, 柳原英人, 井上順一郎, 芝田悟朗,\* 門野利治,\* 酒巻真粧子,\*\* 雨宮健太,\*\* 小出常晴,\*\* 喜多英治  
(筑波大,\* 東大,\*\*KEK)

Determination of cation site occupancies in cobalt-ferrite (001) thin films with high perpendicular magnetic anisotropy

T. Niizeki, Y. Utsumi, H. Yanagihara, J. Inoue, G. Shibata,\* T. Kadono,\* M. Sakamaki,\*\*

K. Amemiya\*\*, T. Koide\*\*, and Eiji Kita

(Univ. of Tsukuba,\* Univ. of Tokyo,\*\*KEK)

## はじめに

コバルトフェライト  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  (CFO) は、数あるスピネルフェライトの中でも特異的に高い結晶磁気異方性ならびに大きな磁歪効果を示すことが知られている。これらの特性を利用して、エピタキシャル格子歪みにより CFO 薄膜に高い垂直磁気異方性を付与する試みが主にパルスレーザー堆積法や反応性分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて行われている<sup>1)</sup>。最近、我々は反応性マグネトンスパッタ法を用いて大きなエピタキシャル格子歪みを有する CFO 薄膜を作製し、初めて  $10 \text{ Merg/cm}^3$  を超える高い垂直磁気異方性定数  $K_u$  を得ることに成功した。格子歪みのないバルク CFO における高い結晶磁気異方性は八面体配位 B サイト (Oh) に位置する  $\text{Co}^{2+}$  の電子状態がその鍵を握ることが知られているが<sup>3)</sup>、大きな格子歪みを導入することで高い  $K_u$  を獲得したスパッタ CFO 薄膜についても同様の議論が成り立つかは自明ではない。そこで本研究では、高い  $K_u$  を示すスパッタ CFO 薄膜について軟 X 線内殻磁気円二色性 (XMCD) 分光を行い、主構成要素である Co, Fe の元素選択的磁気モーメントを求め、さらに実験結果と Ligand Field Multiplet (LFM) モデルとの比較を行うことで、カチオン価数およびサイト分布を調べた。

## 実験方法

劈開した MgO(001) 基板の上に、反応性 rf マグネトンスパッタリングにより  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  薄膜 ( $x = 0.75, 1.0$ ) を 50-100 nm エピタキシャル成長させた。ターゲットには CoFe 合金を用い、 $\text{O}_2$  流量は 6.0 sccm、基板温度は  $300^\circ\text{C}$  とした。また、参照試料として  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  薄膜も作製した。XMCD の測定は KEK-PF/BL-16A にて行い、磁場 5 T を印加しながら 660-820 eV のエネルギー範囲で行った。測定には全電子収量法を用い、その検出深さが数 nm と小さい点を考慮して、表面保護層は用いなかった。

## 実験結果および考察

Fig. 1(a) に  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  薄膜 ( $x = 0.75, 1.0$ ) の Co 2p XMCD スペクトルを示す。 $x = 1.0$  は 5 T でも磁化が未飽和だったため、スペクトルにそれを補償するための係数 1.27 を乗じた。その結果、両スペクトルの形状はほぼ一致した。そこで、 $x = 0.75$  に絞って、様々なサイト分布を仮定した LFM スペクトルとの比較を行った結果、 $\text{Co}^{2+}$  (100 % Oh) において実験結果との残差が最小となった。このことから、 $x = 0.75, 1.0$  ともに Co カチオンは  $\text{Co}^{2+}$  として八面体配位 B サイトに位置することが分かった。

比較的単純なサイト分布を持つ Co カチオンに対し、Fe カチオンは少なくとも 3 通りの価数・サイト分布を持つことが予想されるので、参照試料である  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  と比較しつつ解析を行った。Fig. 1(b) に  $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  薄膜 ( $x = 0.75, 1.0$ ) と  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の Fe 2p XMCD スペクトルについて、それぞれ単位格子あたりの振幅になおして差し引きを行い、 $\text{Fe}^{3+}$  (Td) と  $\text{Fe}^{3+}$  (Oh) の成分を可能な限り相殺した結果を示す。LFM スペクトルとの比較から、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  と CFO の差は予想通り  $\text{Fe}^{2+}$  (Oh) であることが分かった。一方、 $x = 0.75$  と  $x = 1.0$  の差、すなわち  $x = 0.75$  における余剰な Fe は、Moyer ら<sup>4)</sup> が得た結果  $\text{Fe}^{2+}$  (Oh) とは対照的に  $\text{Fe}^{3+}$  (Oh) であり、電荷補償を考えると必然的に空格子点を伴うことが分かった。これは CFO 作製時の酸素流量 (最適値) が、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の場合に比べて圧倒的に大きいことが原因と考えられる。

本研究は、文部科学省元素戦略プロジェクトの助成を受けて行われた。

## References

- 1) W. Huang *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **89**, 262506 (2006).
- 2) T. Niizeki *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **103**, 162407 (2013).
- 3) R. Bozorth *et al.*, *Phys. Rev.*, **99**, 1788-1798 (1955).
- 4) J. Moyer *et al.*, *Phys. Rev. B* **84**, 1 (2011).

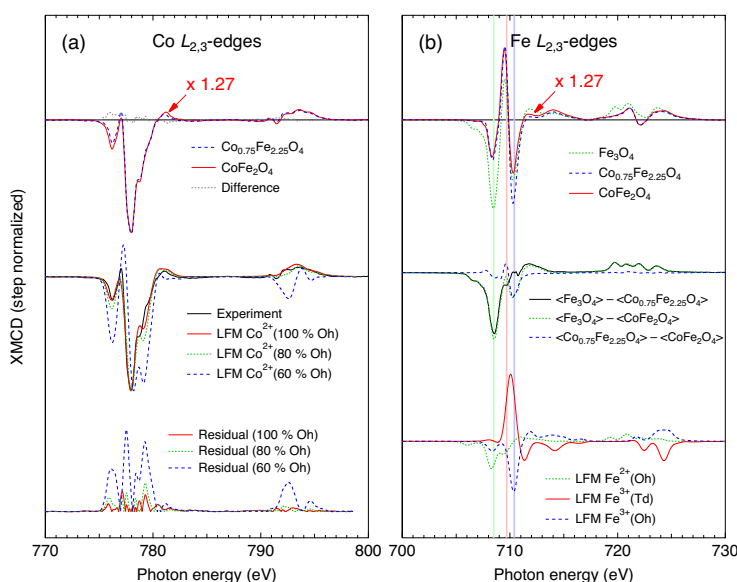


Fig. 1 (a)  $x = 0.75, 1.0$  の Co 2p XMCD スペクトルと様々なサイト分布を仮定した  $\text{Co}^{2+}$  の LFM スペクトル. (b)  $x = 0.75, 1.0$  および  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  の Fe 2p XMCD スペクトルと  $\text{Fe}^{2+}$  (Oh),  $\text{Fe}^{3+}$  (Td),  $\text{Fe}^{3+}$  (Oh) LFM スペクトル.