# 界面方位制御型ナノコンポジット薄膜の構造と磁気特性

小川大介,小池邦博,宮崎孝道\*,水野善幸,板倉賢\*\*,安藤康夫\*,加藤宏朗 (山形大,\*東北大,\*\*九州大)

Structure and magnetic properties of interface-orientation-controlled nanocomposite films D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki\*, Y. Mizuno, M. Itakura\*\*, Y. Ando\*, and H. Kato (Yamagata Univ., \*Tohoku Univ., \*\*Kyushu Univ.)

### はじめに

Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe 系ナノコンポジット磁石は、Nd-Fe-B 系磁石の理論値を上回る最大エネルギー積が得られることが期待されているが、未だに低い値に留まっている。この問題を解決するために従来の Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 相の配向制御や粒径制御の問題点に加えて、我々は Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe 界面での結晶方位に着目している。Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe 界面の交換結合力は界面の結晶方位に依存して変化し、符号まで変わり得ることが理論的に予想 [1]され、実験的にも Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B(001)/ $\alpha$ -Fe(100)界面では正 [2]であり、一方 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B(100)/ $\alpha$ -Fe 界面では負の値 [3]をとることが示された。そこで、高性能化の妨げとなる負の交換結合界面、つまり Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B の(100)面を含む c 面に垂直な面と  $\alpha$ -Fe との界面を回避した、結晶方位制御型の Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe ナノコンポジット 2 層膜を作製し、その構造や磁気特性を評価した。

# 実験方法

Si 基板上に下地層の Ta を 5 nm 成膜した後に,最適化したスパッタ条件(基板温度  $T_s=600$ ℃,Ar ガス圧  $P_{Ar}=0.7$  Pa,スパッタ電力 DC 150 W)で Nd-Fe-B 層を 40 nm 成膜した.基板面直に c 軸が配向した Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 粒子と  $\alpha$ -Fe が負の交換結合となる界面形成を回避するため,一度 Nd-Fe-B 層上に Ta を 50 nm 成膜し,Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 粒子の上面(c 面)と側面を覆った.その後,逆スパッタ法により Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 粒子上面の Ta 層を除去した後,Fe 層を  $t_{Fe}$ =3~10 nm 成膜することにより,界面結晶方位を制御した Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe 2 層膜の作製を試みた. Ta 層の逆スパッタ条件は, $T_s$ = R.T., $P_{Ar}$ = 0.7 Pa,RF 15 W,一方 Fe 層のスパッタ条件は, $T_s$ = 300℃, $P_{Ar}$ = 0.2 Pa,RF 30W である. Fe 層の上に酸化防止層として Mo 層を 10 nm 成膜した.

# 実験結果

層間の磁気的結合を評価するために、減磁過程におけるリコイル曲線を測定した. Fig. 1 は Fe 層厚  $t_{\rm Fe}$ =3 nm,

および 5 nm の試料におけるリコイル曲線から  $\Delta M$  プロット [4]した結果である.縦軸は,減磁過程の第 2 象限において,逆磁場 H を印加後にゼロ磁場に戻したときの磁化  $M_{\rm d}(H)$ と残留磁化  $M_{\rm r}$  との差  $\Delta M$   $(=M_{\rm r}-M_{\rm d}(H))$ を, $2M_{\rm r}$  で規格化した値である.図より  $\Delta M$  の値は,H=6 kOe 付近で急激に増加しており,それよりも小さな磁場ではほぼゼロであった.すなわち,ハード相が磁化反転する H=6 kOe よりも小さい磁場では,磁化が  $M_{\rm r}$  近傍まで復元するというスプリングバック現象が起こっていることを示唆しており,ソフト/ハード磁性相間の「正」の交換結合が充分に機能していることがわかった.



本研究は JST 産学共創基礎基盤研究プログラムの支援を受けて行われた.

# 1.0 $t_{F_e} = 3 \text{ nm}$ 0.5 $t_{F_e} = 5 \text{ nm}$ 0.5 $t_{F_e} = 5 \text{ nm}$ 0.5 $t_{F_e} = 5 \text{ nm}$ 0.7 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$ 0.8 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$ 0.9 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$ 0.1 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$ 0.1 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$ 0.2 $t_{F_e} = 6.6 \text{ kOe}$

Fig.1  $\Delta M/2M_r$  versus reverse field for the SiO<sub>2</sub> / Ta(5 nm) / Nd-Fe-B(40 nm) / Fe( $t_{\rm Fe}$ ) / Mo(10 nm) films

### 参考文献

- [1] Y. Toga, H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma, J. Phys: Conf. Ser., 266, 012046 (2011)
- [2] D. Ogawa, K. Koike, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, T. Miyazaki, and H. Kato, J. Magn. Soc. Jpn. 36, 5 (2012)
- [3] D. Ogawa, K. Koike, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, T. Miyazaki, and H. Kato, submitted.
- [4] E. E. Fullerton, J. S. Jiang, C. H. Sowers, J. E. Pearson, and S. D. Bader, Appl. Phys. Lett. 72, 380 (1998)