

動力学的スピン注入法を用いたペンタセン蒸着膜のスピン輸送

仕幸英治、谷 泰雄、手木芳男*

(阪市大院工、*阪市大院理)

Spin transport in thermally-evaporated pentacene films by using a dynamical spin injection method

E. Shikoh, Y. Tani, Y. Teki*

(Osaka City Univ. Eng., *Osaka City Univ. Sci.)

はじめに

近年、純スピン流を用いた分子材料のスピン輸送の研究が注目され、これまでにスピコート法で作製された高分子薄膜等においてスピン輸送が達成されている^{1,2)}。本研究では応用展開の観点から、一般的な真空蒸着法で成膜可能な低分子量材料のスピン輸送に注目する。ペンタセン分子（分子構造を Fig. 1.に示す）の薄膜は蒸着法による膜でも高い結晶性を有し、比較的高い導電性を有する³⁾。これまでにスピン偏極電流を用いたペンタセン薄膜のスピン輸送が試みられたことがあるが⁴⁾、外的要因の排除が困難だった。本研究では純スピン流を生成可能で、且つ、異種材料界面でのコンダクタンスミスマッチ⁵⁾が無視できるとされるスピンポンピング（動力学的スピン注入法）を用い、ペンタセン蒸着膜のスピン輸送特性を室温で評価した⁶⁾。

実験方法

電子ビーム蒸着法および抵抗加熱蒸着法を用いて Fig. 1 に示す「パラジウム Pd(膜厚 10 nm)/ペンタセン(d)/Ni₈₀Fe₂₀(25 nm)」の三層構造試料を作製した。強磁性共鳴 FMR を用いたスピンポンピングにより Ni₈₀Fe₂₀ からペンタセンへ純スピン流 J_S が生成され、その J_S は Pd へと吸収される。吸収された J_S は Pd 中で逆スピンホール効果 ISHE⁷⁾により起電力 E に変換される。そのため、Ni₈₀Fe₂₀ の FMR 下において、Pd の ISHE による起電力が観測されればペンタセン薄膜のスピン輸送達成の証拠になる。FMR の励起には電子スピン共鳴装置を、起電力の検出にはナノボルトメータを用いた。評価は全て室温で実施した。

実験結果

Fig. 2 に $d = 50$ nm 試料の(a)FMR スペクトルと(b)FMR 磁場付近における Pd からの出力電圧特性を示す。高周波の出力は 200 mW である。FMR 磁場付近において、静磁場 H に対する反転対称性を示す出力電圧特性が観測されている。また、観測された出力電圧は高周波出力に比例した。一方、比較のために Pd の代わりに、スピン軌道相互作用の小さな Cu を用いたところ、その試料からは明確な起電力が得られなかった。以上により観測された出力電圧は Pd の ISHE による起電力と結論した。すなわち、ペンタセン蒸着膜のスピン輸送に成功、しかも室温で達成した⁶⁾。更に起電力のペンタセン膜厚依存性の評価により、ペンタセン蒸着膜のスピン拡散長を約 42 nm と見積もった⁶⁾。学会時には以上の詳細と併せて薄膜の結晶性の影響についても議論する。

参考文献

- 1) S. Watanabe, *et al.*, Nature Phys. **10**, 308 (2014).
- 2) M. Kimata, *et al.*, Phys. Rev. B **91**, 224422 (2015).
- 3) H. Cheng, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **90**, 171926 (2007).
- 4) T. Ikegami, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **92**, 153304 (2008).
- 5) G. Schmidt, *et al.*, Phys. Rev. B **67**, R4790 (2000).
- 6) Y. Tani, Y. Teki, **E. Shikoh**, Appl. Phys. Lett. **107**, 242406 (2015).
- 7) E. Saitoh, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **88**, 182509 (2006).

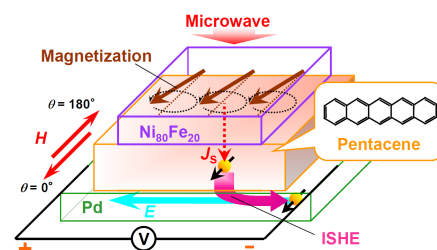


Fig. 1. Sample structure and evaluation method.

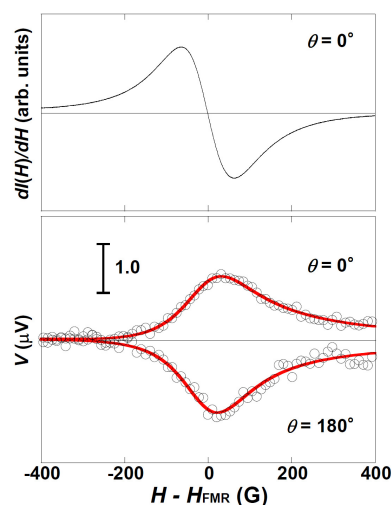


Fig. 2. (a) An FMR spectrum. (b) Output voltage property under the FMR.

CoFeAl 薄膜の熱伝導特性と高効率熱スピン注入

野村竜也^A, 有木大晟^A, 植松銀河^A, 木村崇^{A, B}

(九大物理^A, スピン物性セ^B)

Thermal transport and efficient thermal spin injection in CoFeAl film

T. Nomura^A, T. Arikawa^A, G. Uematsu^A, T. Kimura^{A, B}

(^ADept. of Physics, Kyushu Univ., ^BResearch Center for Quantum Nano-spin Sciences.)

はじめに

電気の代わりに熱を利用する熱スピン注入現象(1)は、新奇な熱電素子やワイヤレス給電など、新しいスピンドバイスへの展開を期待させる興味深い現象である。我々は、CoFeAl 合金が熱スピン注入に適したバンド構造を有しているため、極めて効率的にスピン流を熱励起できることを実証した(2)。これらの実験においては、Fig.1 に示すように、熱スピン注入により発生したスピン蓄積を、スピンプルブ効果を用いて電気的に検出することにより評価しており、検出端子の磁化と熱流の相互作用により生じるスピン流と無関係な疑似信号を完全に排除でき、信頼性の高い評価が可能になる。今回は、高い熱スピン注入効率を確実に有している CoFeAl 薄膜と Pt 薄膜で構成される二層膜に外部熱源を接続した熱電素子を試作し、その発電性能を評価した。

実験方法

試作した素子の模式図と検出された磁場依存性の信号を図 2(a)に示す。素子は、CoFeAl/Pt 二層膜の上部に SiO₂ を成膜し、電気的に絶縁した後に、加熱用の Pt 電極を最上部に作製した。ここで、上部の Pt 電極に大電流を流すことで、ジュール熱を発生させ、CoFeAl/Pt 界面に熱流を引き起こす。これにより、CoFeAl から Pt への熱スピン注入が生じる。外部磁場を図のように印加することで、Pt 層に逆スピホール効果に起因した電圧が発生する。そのスピホール電圧のヒーター電流依存性、及び温度依存性などを調べ、熱電素子の性能を評価した。ここで、電圧端子間の抵抗は 80 Ω である。

実験結果

図 2(b)に、検出されたスピホール電圧のヒーター電流依存性を示す。図に示すように、電圧変化は、ヒーター電流の二乗に比例して変化しており、熱起因の信号であることが確認できる。ここで得られた信号は、単位長さあたりに換算すると、1 V/m であり、単位抵抗あたりに換算すると、7.5 $\mu\text{V}/\Omega$ である。この値は、これまでに報告されている同型の発電素子に比べて、非常に大きい値であり、素子性能の高さを示唆している。

参考文献

- 1) F. L. Bakker, J. Flipse, A. Siachter, D. Wagenaar, and b. J. van Wees. Phys. Rev. Lett. **108**, 167602 (2012)
- 2) S. Hu, H. Itoh and T. Kimura. NPG Asia Mater. **6**, e 127 (2014)

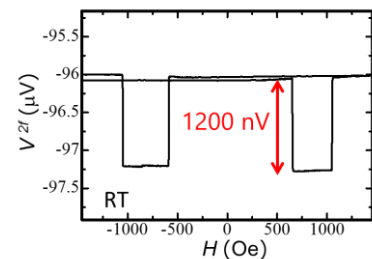


Fig.1 Thermal spin signal using a CoFeAl/Cu lateral spin valve.

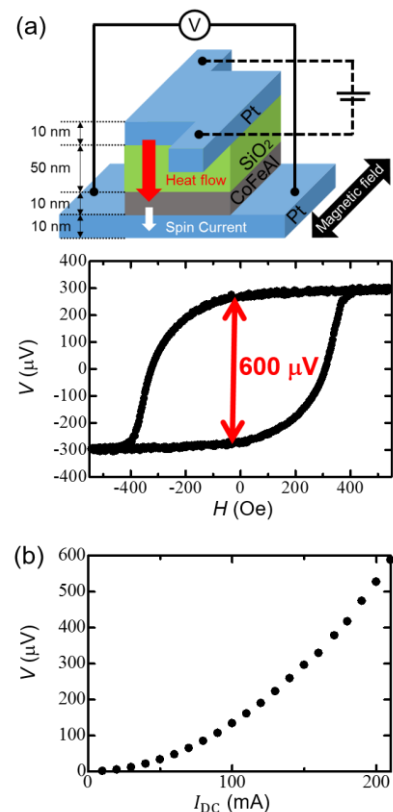


Fig.2 Schematic illustration of the fabricated sample, field dependence of the output voltage(a) and bias-dependence of the output voltages at 77 K.(b)

強磁性共鳴による熱励起スピン注入の高効率化

山野井一人^A, 横谷有紀^A, 木村崇^{A, B}
(^A九大物理^A, スピン物性セ^B)

Development of efficient dynamical thermal spin injection based on FMR heating

K. Yamanoi^A, Y. Yokotani^A, T. Kimura^{A, B}

(^ADept. of Physics, Kyushu Univ., ^BResearch Center for Quantum Nano-spin Sciences.)

はじめに

強磁性体/非磁性体構造の接合界面に熱勾配が存在すると、ゼーベック係数のスピン依存性から非磁性体中へ熱スピン注入(スピン依存ゼーベック効果)を介したスピン流が生成される⁽¹⁾。一方で、これまでに我々は、マイクロ波照射により強磁性共鳴(FMR)が励起された強磁性体が発熱することを確認し、さらにその温度上昇を定量的に評価することに成功している⁽²⁾。さらに、この加熱機構を熱スピン注入技術へと拡張し、逆スピンホール効果と組み合わせることで、マイクロ波エネルギーを直流電力に変換可能になることも示している。この技術は、ワイヤレス給電技術へと高度化が可能であり、共鳴周波数制御により周波数選択性を持たせた発電が可能であるため、様々な応用が期待できる。今回我々は、同技術の更なる高性能化を実現するべく、高周波化による発熱効果の増大とそれに付随した熱励起スピン流の増大、また、熱伝導率の向上による熱スピン注入効率の増大を目指して実験を行ったので報告する。

実験結果

FMRにより生じる強磁性体へのエネルギーの吸収は、照射するマイクロ波周波数に比例して増大することが知られており、高周波化に伴いFMRヒーティング効果の増大、更には動的熱スピン注入の高効率化に有効であると予測される。そこで我々は、すでに確立しているFMR発熱効果の定量的評価法を用いて、発熱量と周波数の関係を調べた。Fig 1に、FMR発熱効果による温度上昇の周波数依存性を示す。予想通り、FMR時の温度変化はマイクロ波周波数の高周波化に伴い、線形に増大した。

次に、動的熱スピン注入の高効率化を実現するため、CoFeB/Ta素子におけるスピンホール電圧のマイクロ波周波数依存性を評価した。Fig 2(a)に各周波数でのスピンホール電圧の磁場依存性を示す。FMR時に得られる電圧の変化は、マイクロ波周波数の増加と共に増大し、Fig 2(b)に示すように、その依存性は線形であった。このことは、得られたスピンホール電圧が熱スピン注入駆動のスピン流に起因していることを示しており、同様の二層膜構造において現れるスピンポンピングによるスピン流注入に比べて支配的であることを示唆している。

発表では、上述の実験結果に加えて、熱伝導率の大きな物質、素子構造を最適化した実験結果についても紹介し、動的熱スピン注入の更なる高効率化に関して議論する予定である。

参考文献

- 1) S. Hu, H. Itoh and T. Kimura. NPG Asia Mater. **6**, e 127 (2014).
- 2) K. Yamanoi, Y. Yokotani and T. Kimura. Applied Physics Letters. **107**, 182410 (2015).

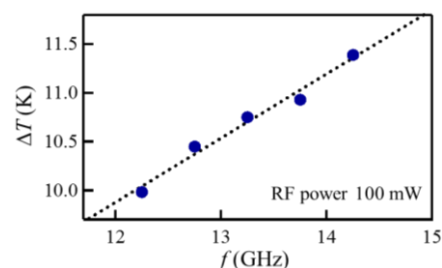


Fig. 1) Frequency dependence of FMR heating effect.

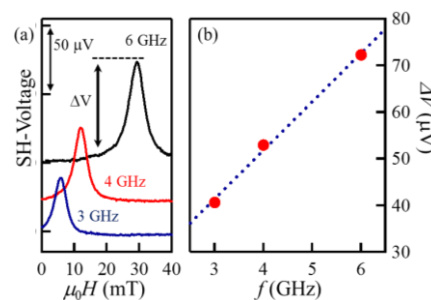


Fig. 2(a) Dynamical thermal spin injection induced by FMR heating effect in CoFeB/Ta. (b) Frequency dependence of dynamical thermal spin injection.

Co / Ni エピタキシャル多層膜における異常ネルンスト効果

鈴木英伸、水口将輝、高梨弘毅
(東北大)

Anomalous Nernst Effect in Epitaxial Co / Ni Multilayer Thin Films

H. Suzuki, M. Mizuguchi, K. Takanashi
(Tohoku Univ.)

目的

熱流からスピン流が生じるスピンゼーベック効果の発見を契機として、スピンカロリトロニクス分野が注目を集めている。我々は、熱磁気効果の一つとして知られる異常ネルンスト効果に着目して研究を行ってきた。特に、巨大な異常ネルンスト効果の発現を目指し、同効果と様々な物性との関係を調べて来た^{2,3)}。しかしながら、界面を有する多層膜などにおける異常ネルンスト効果については、ほとんど研究がなされていない。本研究では、分子線エピタキシ(MBE)を用いて作製した垂直磁気異方性を有するエピタキシャル Co / Ni 多層膜について、異常ネルンスト効果の系統的な測定を行い、特に磁気異方性との相関について調べた。

実験方法

MBE を用いて、MgO(111)基板上に Co 層および Ni 層を交互に室温でエピタキシャル成長した。積層する膜の厚さを 12 nm、Co および Ni の膜厚の比率を 1:2 と一定にした上で、Ni と Co の膜厚を変化させた試料を作製した。作製した試料に Au ワイヤをはんだ付けし、ヒーターで任意の温度勾配を試料に与えられる試料ホルダにマウントした。物理特性測定システム(PPMS)内に試料面直方向に磁場、面内方向に温度勾配がかかるように試料ホルダを配置し、磁場と温度勾配のそれぞれに対して垂直な方向に出力されるネルンスト電圧を測定した。磁場は±7T まで印加し、測定温度は 20 K～室温とした。

結果

ネルンスト電圧は常温で磁化曲線に対応したループを示し、このループは 100 K～室温までの温度範囲で確認された。図 1 に、Ni 1 層と Co 1 層の膜厚の和と横ゼーベック係数 (S_{xy}) との関係を示す。膜厚が小さい領域で、 S_{xy} が顕著に増加している傾向が見られた。図 2 に多層膜の磁気異方性と横ゼーベック係数の関係を示す。面内磁化多層膜では、磁気異方性定数 (K_u) の増加に従い、 S_{xy} が増加する一方、垂直磁化多層膜では、 S_{xy} が減少することが分かった。これらは、多層膜における界面磁気異方性が異常ネルンスト効果と強い相関があることを示唆する結果である。

本研究の一部は、科学研究費補助金・基盤(S) (25220910)および JST-CREST の支援を受けた。

参考文献

- 1) K. Uchida, S. Takahashi, K. Harii, J. Ieda, W. Koshibae, K. Ando, S. Maekawa, and E. Saitoh, *Nature* **455**, 07321 (2008).
- 2) M. Mizuguchi, S. Ohata, K. Hasegawa, K. Uchida, E. Saitoh, and K. Takanashi, *Appl. Phys. Express* **5**, 093002 (2012).
- 3) K. Hasegawa, M. Mizuguchi, Y. Sakuraba, T. Kamada, T. Kojima, T. Kubota, S. Mizukami, T. Miyazaki, and K. Takanashi, *Appl. Phys. Lett.* **106**, 252405 (2015).

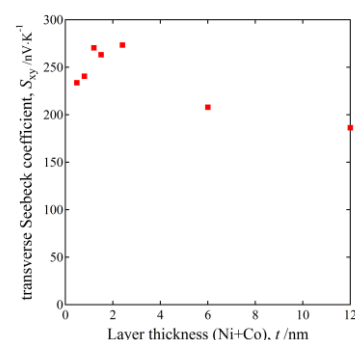


Fig. 1 The relationship between transverse Seebeck coefficient and (Ni+Co) layer thickness.

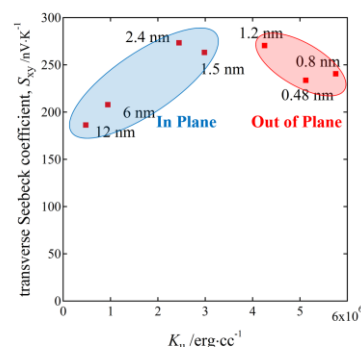


Fig. 2 The relationship between transverse Seebeck coefficient and uniaxial magnetic anisotropy constant K_u

擬単結晶 Fe₄N 薄膜における異常ネルンスト効果の結晶方位依存性

○磯上慎二, 水口将輝*, 高梨弘毅*
(福島高専, 東北大・金研)

Dependence of anomalous Nernst effect on crystal orientation in pseudo mono-crystalline Fe₄N thin films

Shinji Isogami, Masaki Mizuguchi, Koki Takanashi*
(Fukushima National College of Technology, *Tohoku Univ. IMR)

1. はじめに Fe₄N はフェルミレベルにおける状態密度の分極率が $P_{\text{DOS}} = -0.6$ であるため, いわゆるハーフメタルではないが, 伝導率のスピンの偏極率が $P_{\sigma} = -1.0$ であることから, マイノリティスピンが伝導を支配する強磁性材料として知られている¹⁾. 以上のように興味深い材料特性をスピントロニクスデバイスに有効活用する研究が盛んに行われ, 筆者はこれまでに種々の成果を報告してきた²⁻⁴⁾. その中でも Fe₄N/Pt 二層膜におけるスピンプンピング過程で検出された高いインバーススピンホール起電力³⁾に関しては, 界面磁性や界面結晶配向性の観点から解明を試みている. しかし一方で, 磁化歳差運動で自己発熱した Fe₄N 薄膜中で発生する起電力成分の重量も考慮しなければならない⁵⁾. そこで本研究では, Fe₄N 薄膜で得られる異常ネルンスト効果⁶⁾の定量評価を目的として実験を行った. その結果, 温度勾配 (∇T) と結晶軸の方位関係によって異なる値が得られたので報告する.

2. 実験方法 試料の膜構成は, MgO(100)単結晶基板/ Fe₄N 100 nm とした. 成膜にはマグネトロンスパッタリング装置と赤外線加熱機構を用いた. X 線構造解析により, Fe₄N は γ' 単相の擬単結晶膜であることを確認した. 異常ネルンスト起電力の測定は, 矩形型に切り出した試料の 3×6 mm 範囲を PPMS を用いて室温にて行った. 面直方向へ印加する最大磁場強度は 5.0 T, 掃引速度は 10 mT/s, 試料長手方向にかけた ∇T は 0.35 K/mm, 起電力端子間隔は 1.5 mm とした.

3. 実験結果 Fig. 1 は ∇T を Fe₄N 面内結晶方位 [100] および [110] に向けて室温にて測定された, 異常ネルンスト起電力 (V_{ANE}) の外部磁場 (H) 依存性を示す. ここで $\mu_0 H = 2$ T の飽和磁場は, 膜面直方向に測定された磁化曲線と一致することを別途確認している. また, Fe₄N 膜面内 [100] および [110] 方位はそれぞれ, 磁化容易軸および困難軸に対応する. V_{ANE} は [100] で 0.6 μV , [110] で 1.2 μV となり明瞭な面内異方性が得られた. 異常ネルンスト係数はそれぞれ + 0.65 $\mu\text{V}/(\text{T} \cdot \text{K})$, および + 1.3 $\mu\text{V}/(\text{T} \cdot \text{K})$ と見積られ, 符号は L1₀-FePt と同一であった^{7,8)}. このような異常ネルンスト係数の面内異方性の解釈は未だ明確ではないが, 講演会では Fe₄N 擬単結晶膜の異常ホール伝導度, スピンドायナミクスの観点から議論を行う予定である.

4. 謝辞 本研究は東北大学金属材料研究所, 平成 28 年度共同利用研究プログラム (課題: 16K0089) の支援を受けて行われた.

参考文献

- 1) S. Kokado, *et al.*, *Phys. Rev. B* **73**, 172410 (2006).
- 2) S. Isogami, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **3**, 103002 (2010).
- 3) S. Isogami, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **6**, 063004 (2013).
- 4) S. Isogami, *et al.*, *IEEEJ. Trans.* **9**(s1), S73 (2014).
- 5) 山野井一人ら, 第 39 回日本磁気学会学術講演会 10aE-6 (2015).
- 6) W. Nernst, *Ann. Phys.* **267**, 760 (1887).
- 7) M. Mizuguchi, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **5**, 093002 (2012).
- 8) K. Hasegawa, *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **106**, 252405 (2015).

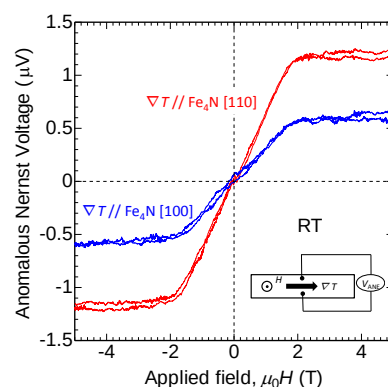


Fig. 1 Anomalous Nernst voltage measurements as a function of the applied field, where the temperature gradient points to [100] and [110] of the Fe₄N crystal.

強磁性金属のカイラル構造での非相反電気伝導の測定

村上 郁, 児玉 俊之, 富田 知志, 細糸 信好, 柳 久雄
(奈良先端大物質)

Measurement of non-reciprocal electrical conductivity in chiral structures of ferromagnetic metal

Kaoru Murakami, Toshiyuki Kodama, Satoshi Tomita, Nobuyoshi Hosoi, Hisao Yanagi

(Graduate School of Materials Science, Nara Institute of Science and Technology)

はじめに

電流の一方向素子であるダイオードは整流効果をもたらし、エレクトロニクスには欠かすことができない。現在、ダイオードと言えば半導体の pn 接合を用いた半導体ダイオードを意味する。一方、本研究では半導体を用いずに一方向素子を実現するために「磁気カイラル異方性」を利用する。この性質は磁性体でカイラル（螺旋）構造を作製することで現れる。電気伝導に対する磁気カイラル異方性は、外部から磁場をかけた状態では報告されているが、これでは応用が難しい。そこで本研究では無磁場下での磁気カイラル異方性による非相反電気伝導の観測を目指している。

試料作製方法

シリコン基板に SU8 レジストをフォトリソグラフィで V 字型にパターニングした。この試料にコバルト (Co) をスパッタリング成膜した後、電磁石を用いて面内方向に 1 kOe の磁場を印加した。その試料を N-メチル-2-ピロリドンに浸けることにより、パターニングした V 字部分の先端が基板から剥離した。その時 Co 膜中の応力により V 字構造が巻き上がった。Fig.2 (a) に示すように V 字頂点の右側には右巻き、左側には左巻きの Co 薄膜のカイラル構造が同時に作製できる。

測定結果と考察

ナノプローブ装置（日立 NE4000）中で 4 端子法電気伝導測定を行った結果を Fig.2 に示す。Fig.2 (a) は電気伝導測定時の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像である。Fig.2 (b) の○はプローブ 1 から 4 に電流を流し、プローブ 2 と 3 の電位差を測定した結果である。Fig.2 (b) の×はプローブ 4 から 1 に電流を流し、プローブ 3 と 2 の電位差を測定した結果である。約 275 Ω とコバルト薄膜の細線として妥当な電気抵抗が測定できており、接触抵抗は無視できることがわかる。磁気カイラル異方性が発現すれば、電流の向きに応じて抵抗が変化するはずである。しかしながら、電流の向きを逆転させても抵抗の値はほぼ同じであった。これは Co の保磁力が小さいために、巻き上げ後に磁化を保っていないことが原因と推察される。今後は、より保磁力の大きな磁性金属を用いてカイラル構造を作製し、測定する予定である。

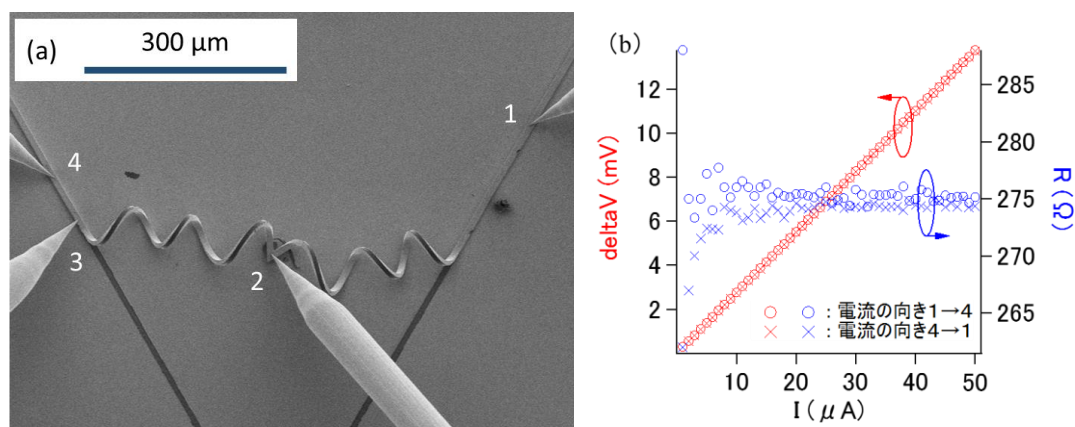


Fig.2 In-situ SEM image of chiral-structure (a) and measured electrical characteristics (b)

参考文献

- 1) G. Rikken et al., *Phys.Rev.Lett.* **87**, 236602 (2001).

磁性細線への磁区形成における記録ヘッドー細線間距離の検討

奥田 光伸、川那 真弓、宮本 泰敬
(NHK 放送技術研究所)

Study on Recording Head-Magnetic Nanowire Spacing
for Formation of Stable Magnetic Domains in [Co/Pd] Nanowire

M. Okuda, M. Kawana, Y. Miyamoto
(NHK Science & Technology Research Labs.)

はじめに

近年、磁性細線における磁壁の電流駆動に関する研究¹⁾に注目が集まり、レーストラックメモリ²⁾に代表される新しい原理のメモリが提案されている。我々は磁性細線を並列に複数配置し、それらの磁区をパルス電流印加によって同期駆動する新しい超高速磁気記録デバイスの実現を目指して、[Co/Pd]磁性細線の基礎研究を進めている³⁾。この動作を実証するため、HDD用磁気ヘッドを2次元コンタクトスキャンすることによって試料表面の磁化状態を観察する nano-MDS (Magnetic Domain Scope for wide area with nano order resolution)法⁴⁾を用い、磁性細線の一端に設置した記録ヘッドで磁区を形成した後、パルス電流によりその磁区を細線に沿って駆動し、さらにその磁区を他端の再生ヘッドで検出する実験を行っている。このとき、磁性細線に軟磁性下地層(SUL)を付与すると安定して磁区形成できるが、電流駆動の際に磁区長が不安定になる他、磁壁の移動速度も遅くなるという問題があった⁵⁾。そこで、SULのない磁性細線においても安定して磁区形成・磁区駆動できるよう、記録ヘッドー磁性細線距離(SP)に対する磁化反転の様子を調査したので報告する。

実験方法

イオンビームスパッタ法および電子線リソグラフィーにより、それぞれ(a)SULなし、(b)SUL: $^{79}\text{Ni}^{16}\text{Fe}^5\text{Mo}$ (30 nm)の上に、[Co/Pd]垂直磁化多層膜を表面熱酸化 Si 基板上に 30 nm 堆積して磁性細線を作製した。細線幅は 150 nm、細線長は 20 μm とした。nano-MDS の記録ヘッドにより、下向き磁界を印加しながら磁性細線表面を走査してその磁化方向を全て下向きに揃え初期化した後、上向き磁区を形成するように逆向きの記録電流 I_{write} を印加した。磁気ヘッドの"ABS"側には DLC(diamond like carbon)保護層を付与しているが、その層厚の異なる磁気ヘッドを用いることで SP を変化させ、上向き磁区の形成に必要な I_{write} を調査した。

実験結果

Fig.1 は(a)、(b)それぞれの SUL 条件において SP を変化させた場合の、[Co/Pd]磁性細線の磁区反転確率と記録電流の関係を示したものである。どちらの細線においても、SP を短縮することで逆磁区の形成に必要な I_{write} を低減できることが確認できる。また、(a) SUL 無しの細線構造であっても SP を 1 nm まで短縮させることによって、(b) SP を 3nm 程度まで近接させたときの SUL を付与した細線と同等の記録効率が得られるものと見積もられる。保護層厚の調整以外に記録ヘッドを磁性細線へ近接させ磁束集中させる手段をさらに検討したので、詳細を当日報告する。

参考文献

- 1) H. Tanigawa *et al.*: *Appl. Phys. Express*, **2**, 053002 (2009).
- 2) S. S. P. Parkin *et al.*: *Science*, **320**, 190 (2008).
- 3) 宮本他: 映像情報メディア学会誌, **68**, (1), J34 (2014).
- 4) 近松他: 日本磁気学会会報まぐね, **6**, (6), 357 (2011).
- 5) M. Okuda *et al.*: *13th Joint MMM-Intermag Conference* (BB-10) (to be published in *IEEE Trans. Magn.* in 2016.)

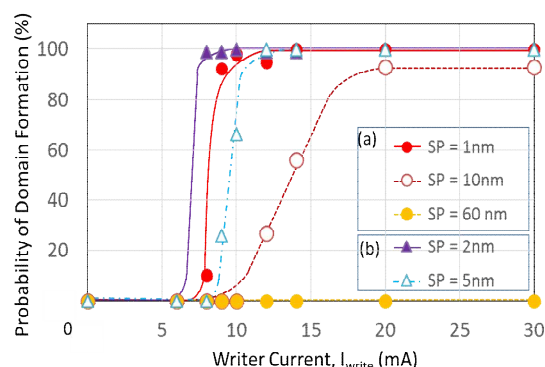


Fig.1 Probability of domain formation dependence of writer current for [Co/Pd] nanowire (a) without and (b) with SUL at different head-nanowire spacing.

ナノインプリント法で作製した磁性細線への磁界変調記録

鷲見 聡、吉村瞭吾、森林顕彦、黒川雄一郎、栗野博之
(豊田工業大学)

Magnetic field modulation writing in RE-TM magnetic nano wires with a nano imprinted plastic substrate
Satoshi Sumi, Ryogo Yoshimura, Akihiko Moribayashi, Yuichiro Kurokawa and Hiroyuki Awano
(Toyota Technological Institute)

はじめに

磁性細線を用いた電流駆動型メモリは低消費電力で大容量・高速動作が期待できるため活発な研究が行われている。われわれは、希土類遷移金属磁性膜を用いることで低電流駆動や高速化が可能なこと 1)、ナノインプリント法で磁性細線が出来ることから安価に作製できる可能性があることを報告してきた 2)。今回、ナノインプリント法で作製した磁性細線に磁界変調書込みを行い、良好な磁区が形成されることを確認したので報告する。

実験方法

Figure 1 にナノインプリント法で作製した磁性細線の構造を示す。Zeonor 基板 (0.188mm) に石英スタンプを使いナノインプリント法にて幅 80-120nm、深さ 110nm、Duty 比 1:5 の溝を転写した。その上に MgO 下地層 10nm、TbCo 磁性層 7nm、Pt 保護層 3nm をそれぞれスパッタ法にて積層した。ランド部とグルーブ部の磁性膜は溝が深くアスペクト比が大きいため、磁氣的に分離されランド部に磁性細線が形成される 2)。記録は HDD 用汎用垂直磁気ヘッドを搭載した nano MDS 測定装置を用い、記録磁区は同装置の TMR センサにより漏れ磁束分布から観察した 3)。

結果

Figure 2 に磁区像より求めた記録開始磁界電流 I_{in} と飽和記録磁界電流 I_s を示す。記録ヘッドの走査速度は 100 μ m/sec、記録周波数は 100Hz である。図中に溝幅 80nm の記録磁区像を示す。ランド上に良好な記録磁区が形成されている。また、記録磁界電流 I_{in} と I_s は溝幅が狭くなるにつれ低下する。磁性細線幅によらず良好な記録磁区が得られナノインプリントによる磁性細線作製法は有望な手段であることが分かった。

本研究は、文部科学省「私立大学戦略的研究基盤形成支援事業」(2014-2018)、JSPS 科研費 No.26630167 (2014-2016)の支援を受けて行われた。

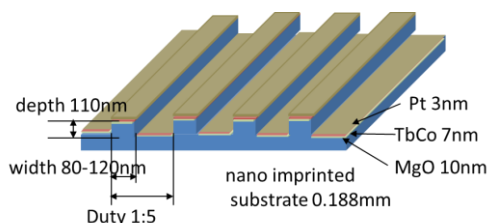


Figure 1. Structure of Pt/TbCo/MgO nano wires on a nano imprinted plastic substrate.

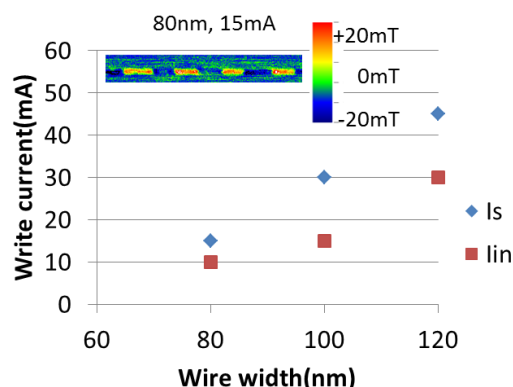


Figure 2. Domain images of 80nm Pt/TbCo wire and writing currents for a wire width of 80, 100, 120nm.

参考文献

- 1) D. Ngo, K. Ikeda, and A. Hiroyuki. Applied Physics Express, Vol. 4, No. 9, 093002(2011)..
- 2) A. Takeuchi, T. Asari and H. Awano; 59th Annual conference on MMM, November, 2014
- 3) T. Chikamatsu, A. Ogawa, and T. Mizuno; Magnetism Japan 6(6), 357(2011) .

Nd 下地層を施した Si 基板への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜

竹馬 雄*, 山下 昂洋, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊 (長崎大学)

Nd-Fe-B film magnets deposited on Si substrates with Nd under-layer

Y. Chikuba, A. Yamashita, T. Yanai, M. Nakano and H. Fukunaga (Nagasaki University)

1. はじめに スパッタリング法を用いた Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の作製が報告される中⁽¹⁾⁽²⁾, 我々は PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い, 熱酸化膜付き Si 基板上に 15 at. %以上の Nd を含有する等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜することにより, 試料の破壊 (膜の剥離や基板の破壊) を抑制し, 150 μm 程度までの厚膜化を実現してきた⁽²⁾. しかしながら, 上記の化学量論組成を大幅に超える Nd 含有量は, 保磁力を向上させる一方, 残留磁気分極や $(BH)_{\text{max}}$ の低下を招く. 最近, その Nd 含有量を多く含む試料の微細構造を断面観察したところ, Si 基板と Nd-Fe-B 系磁石膜の界面に厚さ 1 μm 程度の Nd 層が析出する事が確認され, Si 基板と Nd₂Fe₁₄B 相の中間の線膨張係数値を有する Nd 元素の層が, 試料の破壊現象を防ぐ一つの要因と推察される.

本研究では, 磁石膜と Si 基板の界面に 1 μm 厚以上の 4 種類の厚みの Nd 下地層を設け, その下地層の上に Nd₂Fe₁₄B とほぼ同じ組成の磁石膜を作製する手法を試み, Si 基板上の等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜の磁気特性向上を検討した.

2. 実験条件 本実験では真真空度 $2.0 \sim 8.0 \times 10^{-5}$ Pa 程度のチャンパー内で回転するターゲットに, Nd-YAG パルスレーザを照射することで, 対面に設置した(100)単結晶 Si 基板に堆積させた. ①下地層形成のための Nd 単体ターゲット, ならびに②磁石膜を成膜するための Nd₂Fe₁₄B 合金ターゲットの 2 種類のターゲットを自公転ターゲットホルダーに設置した. Nd 下地層の厚みは, 成膜速度より 1, 3, 3.5, 5 μm の 4 水準の厚みに制御した. レーザパワーを 4 W, ターゲットと基板間の距離を 10 mm に固定し, 成膜直後のアモルファス状態の試料を保持時間約 3.5 sec のパルス熱処理により, Nd₂Fe₁₄B 相を形成した. 磁気特性の測定は VSM, 膜組成の評価と表面観察には SEM(EDX 機能付き)を用いた.

3. 実験結果 Fig.1 は, 各厚みの Nd 下地層の上に, Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜し, 熱処理後に「Si 基板からの磁石膜の剥離」や「Si 基板自体の破壊」等が生じなかった試料に関して, 膜厚と組成の関係を示したものである. 縦軸の Nd 含有量は, Nd 下地層の上に Nd-Fe-B 膜を堆積した後の as-depo 試料において評価したものであり, 10 μm 以上の Nd-Fe-B 膜の厚みを鑑みると下地層が組成評価へ及ぼす影響は少ないものと判断した. 更に, Fig.中の横線は Nd₂Fe₁₄B の化学量論組成付近の Nd 含有量を示すものである. Nd 下地層の厚みの増加に伴い, 得られる磁石膜の最大膜厚が増加する傾向が観察される. 例えば, Nd 下地層の厚みを 5 μm まで増加すると, Nd-Fe-B 系磁石膜の膜厚は最大で 60 μm 程度まで向上できることが明らかとなった. 既報の Nd 下地層を施さずに Nd₂Fe₁₄B 組成付近の試料を Si 基板上に直接成膜した際に, 機械的破壊が生じず再現性良く得られた試料の膜厚は最大で 10 μm 程度⁽²⁾であり, 本実験では, 同程度の Nd 含有量の Nd-Fe-B 系磁石膜に対し, Nd 下地層を用いることで大幅にその膜厚が増加できる事を明らかにした.

その一方で, Fig.1 の実験においては, 試料の破壊現象も

一部観察された. 例えば, Nd 下地層の 1 もしくは 3 μm の薄い下地層を施した際, Nd-Fe-B 系磁石膜の厚みが 30 μm の範囲において, Si 基板内部からの破壊が生じる現象が一部見られた. これは, 短時間の成膜により島状の下地層が形成され, Si 基板上に直接 Nd-Fe-B 系磁石膜が成膜された箇所が一部生じ, 応力緩和が不十分な箇所が生じたためと考えられる. 加えて, Nd 下地層の厚みを 5 μm とした際, 60 μm までの厚膜化を達成した一方, 20 μm 程度の薄い Nd-Fe-B 系磁石膜において, 基板から Nd-Fe-B 系磁石膜が剥離する現象が一部見られた. この結果は, 既報の自然に形成された Nd 層⁽²⁾と本実験での人工的に作製した Nd 下地層では, 基板と試料の界面に働く密着力に果たす役割が異なることを示唆している. 以上の再現性の問題を鑑みて, 発表迄に Fig.1 に関しデータの積み重ねを行う予定である.

Fig.1 において, 最も厚い磁石膜の試料 (Nd 下地層: 5 μm) の減磁曲線(実線)を Fig.2 に示す. ここでは, 従来の手法である Si 基板に Nd 下地層なしで直接成膜したほぼ同程度の膜厚を有する Nd-Fe-B 系磁石膜を併せて記載する(破線). ただし, その試料の Nd 含有量は約 23 at.%である. Nd 下地層を用いることで, 60 μm 程度の厚みの試料において, Nd 含有量を大幅に低減でき, 残留磁気分極と $(BH)_{\text{max}}$ を向上できた. 今後, 下地層に Nd リッチな Nd-Fe-B 膜も検討する.

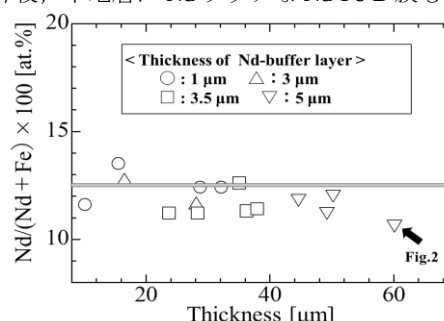


Fig.1 Nd-Fe-B film magnets deposited on Nd under-layers with various thickness.

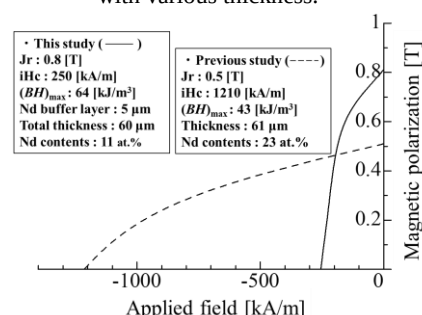


Fig. 2 Demagnetization curves of Nd-Fe-B films deposited on Si substrates with Nd under-layer or without Nd under-layer.

文 献

- (1)小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-170(2012).
(2) M. Nakano et. al., IEEE Trans. Magn. 51, #2102604(2015).

MEMS 応用を鑑みガラス基板上に成膜した Pr-Fe-B 系磁石膜の諸特性

廣瀧 敬士* 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Various properties of Pr-Fe-B thick films deposited on glass substrate for the application of MEMS

Keishi Hirotsaki *, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotoshi Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに

MEMS(Micro-electromechanical system)技術への磁石膜の応用を考慮し、金属基板以外のガラス基板⁽¹⁾や Si 基板⁽²⁾への異方性 Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜が報告されている。それらの試料は、磁気特性は優れているものの、(1)厚みが 20 μm 程度にとどまっており、十分な磁界を外部へ供給するには更なる厚膜化が望まれる、(2)微細加工において支障を生じる「Ta 下地層の利用」を極力避けたい等の要望が指摘されている。本研究では、成膜速度が数 10 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以上の PLD(Pulse Laser Deposition)法を用い、下地層施さないガラス基板上に Pr 含有量を制御した等方性 Pr-Fe-B 系磁石膜を成膜し、100 μm までの厚膜化と微細加工への応用を検討した。

実験方法

約 6.5 rpm で回転させた $\text{Pr}_x\text{Fe}_{14}\text{B}$ ($x=1.6\sim 2.4$)合金ターゲットに、波長 355 nm の Nd:YAG レーザを照射し、ターゲットーガラス基板間の距離を 10 mm として成膜した試料は非晶質であったため、熱処理時間 3.8~4.1 s 程度でパルスアニーリングを施し等方性 Pr-Fe-B 系磁石膜を作製した。熱処理後の試料に、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。膜厚はマイクロメータで、組成は SEM-EDX で Pr と Fe の含有量を測定した。微細構造は透過電子顕微鏡で観察した。

実験結果

ターゲットの Pr 含有量を変化させ、ガラス基板上に直接成膜した磁石膜の Pr 含有量を 12.5 at.%以上にするこで、試料の破壊(剥離や基板の破壊)を抑制できることを確認した。膜厚 30 μm 以上、Pr 含有量 12.5 at.%以上の試料に関し、磁気特性の Pr 含有量を評価した結果を Fig.1 に示す。Pr 含有量の増加に伴い残留磁気分極は低下し、保磁力は向上する。これは、Pr 含有量の増加に伴い、Pr を含む非磁性成分が粒界層に析出し、残留磁気分極

(飽和磁気分極)を下げる一方で、粒界の交換結合を低減させ保磁力が向上したものと考えられる。Fig.2 に膜厚 100 μm 以上の試料において、最も優れた磁気特性を有する J-H ループを示す。試料の Pr 含有量 14.6 at.%において、最大値 $(BH)_{\text{max}}:70 \text{ kJ}/\text{m}^3$ を確認した。本学会発表では、XRD や TEM による結晶構造ならびに微細構造の観察と微細加工を施した結果についても併せて報告する。

参考文献

- (1) 上原, 日本応用磁気学会誌, **28**,1043-1048(2004).
- (2) Chao Zhi *et al.*, *Int. J. Automation Technplogy*, **7**, 196(2013).

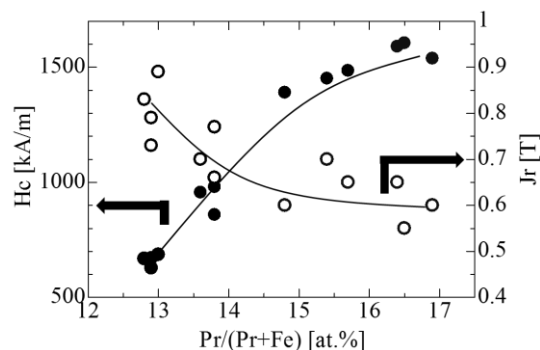


Fig.1 J_r and H_c as a function of Pr contents (Glass substrate)

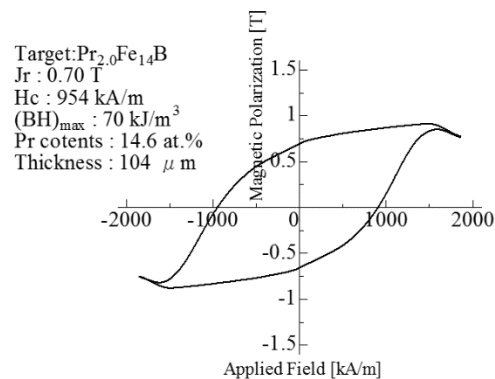


Fig.2 J-H loop of Pr-Fe-B film on glass substrate

マルチターゲット利用レーザー蒸着法により作製した Pr-Fe-B 系ナノコンポジット磁石膜の微細構造ならびに磁気特性

山下 昂洋* 黒崎 陽 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Microstructure and magnetic properties of Pr-Fe-B nano-composite film magnets prepared using laser deposition technique with a multi-target

A. Yamashita*, A. Kurosaki, T. Yanai, M. Nakano and H. Fukunaga (Nagasaki University)

1. はじめに

Pr₂Fe₁₄B 磁性相は、室温での飽和磁気分極値(1.56 T)が Nd₂Fe₁₄B 磁性相の値(1.61 T)に比べ劣るものの、その結晶磁気異方性定数 ($K_u=6.8 \text{ J/m}^3$) が, Nd₂Fe₁₄B 磁性相($K_u=4.5 \text{ J/m}^3$)に比べ 1.5 倍程度の値を有するため⁽¹⁾, ナノコンポジット磁石のハード相として期待され、いくつかの報告がなされてきた⁽²⁾。

本研究では、上記の Pr-Fe-B と高飽和磁気分極を有する Fe-Co のマルチターゲットを用いたナノコンポジット磁石膜を作製し、その微細構造ならびに磁気特性を評価したので報告する。

2. 実験方法

真空度 $2 \sim 6 \times 10^{-5}$ Torr のチャンバー内で約 6.5 rpm で回転させた Pr_xFe₁₄B($x=2.2, 2.4$) ターゲットに Fe₆₆Co₃₄ ターゲットを表面積の割合として 10 %マスクしたマルチターゲットの表面に、 10 J/cm^2 以上の高エネルギー密度の Nd:YAG レーザ(波長:355 nm)を 30 もしくは 60 分照射し、Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜を成膜した。成膜後の試料は、Pr-Fe-B 層がアモルファス構造であったため、結晶粒の微細化に有効であるパルス熱処理を用い、結晶化させた。具体的な熱処理条件として、 $2 \sim 6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ の高真空中に試料を設置し、定格出力 8 kW の赤外線出力で 2.0~2.2 s 程度の著しく短い時間により熱処理を施した。試料の微細構造観察ならびに元素マッピングには、透過電子顕微鏡 (日本電子製: JEM-ARM200F ならびに JEM-2100F) を用いた。

3. 実験結果

図 1 は、Pr₂Fe₁₄B 相をハード相、ソフト相に Fe-Co 系磁性膜を採用した Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜に関して、保磁力ならびに残留磁気分極値の Pr 含有量依存性を示している。図には比較のため、我々が過去に報告した Pr-Fe-B/ α -Fe ナノコンポジット磁石膜の磁気特性も併せて示している⁽³⁾。特に Pr 含有量が 8~9 at.% 付近の両試料を比較すると、

Fe-Co 系磁性膜をソフト相に用いた試料は、既報の試料に比べ残留磁気分極値の向上を確認した。

更に本研究では、熱処理後ならびに成膜直後の試料に対して透過型電子顕微鏡により断面を観察した。成膜直後の試料を観察すると、Pr-Fe-B 相と Fe-Co 相が積層周期 30 nm 程度の積層型構造を有していたものの、熱処理を施すことにより、結晶粒径は 10~30 nm 程度の分散型ナノコンポジット磁石膜に変化することが確認された。本発表では上述の熱処理を通じて微細構造が変化する原因に関し、微細構造観察ならびに元素マッピングの結果も踏まえて報告する。

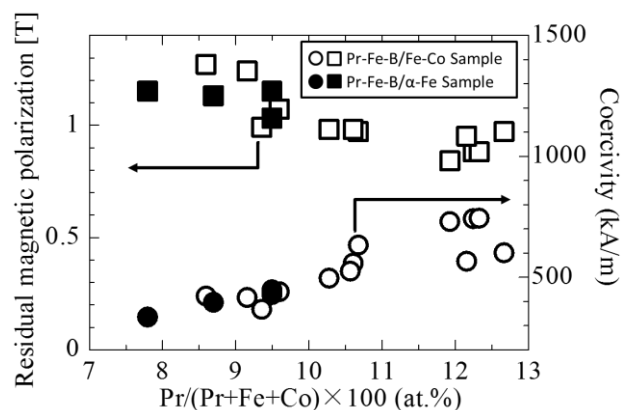


図1 Pr-Fe-B/ α -Fe ならびに Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜における磁気特性の Pr 含有量依存性

Fig. 1 Magnetic properties as a function of Pr contents in Pr-Fe-B/ α -Fe together with Pr-Fe-B/Fe-Co film magnets.

謝辞 本実験での微細構造観察は、日本電子株式会社所属の森山和彦様ならびに鈴木敏之様に行って頂きました。紙面をお借りして、感謝申し上げます。

参考文献

- 1) S. Hirose et al., *Journal of Applied Physics*, Vol. **59**, pp. 873-879 (1986).
- 2) F. Yamashita, et al., *Journal of Applied Physics*, Vol. **109**, No.7, pp. 07A701-1~3(2011).
- 3) A. Yamashita et al., *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. **55**, No.7A3, (2016) (in press) .

$L1_0$ (FeMn)Pt 薄膜の強磁性－反強磁性相変化と磁気相図

長谷川崇, 伊藤光祐 (院生) 中根大斗 (院生), 石尾俊二
(秋田大理工)

Magnetic phase diagram of $L1_0$ (FeMn)Pt films

T. Hasegawa, K. Ito, H. Nakane, S. Ishio

(Akita Univ.)

はじめに

$L1_0$ 型 FePt 規則合金は高い結晶磁気異方性を有する強磁性 (FM) 材料である。FePt の各サイトを適切な第三元素 (Mn, Rh 等) で置換すると反強磁性 (AF) が発現することが知られている^[1]。本研究では, 実験的に (FeMn)Pt 薄膜の磁気相図を作成して, 先行研究の理論計算と比較することで磁気構造の考察を行った。

実験方法

マグネトロンスパッタリング法により, MgO (001) 単結晶基板上に膜厚 6.12 nm の $\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Pt}$ を室温成膜し, 次いで急速加熱処理 (300°C/s, 700°C, 20 分) を行った。組成比 (x) は Fe と Mn の膜厚比を変えることで制御した。結晶構造解析には X 線回析装置, 磁気特性評価には振動試料型磁力計および超電導量子干渉素子磁束計を用いた。

実験結果

Fig.1 は, $L1_0$ $\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Pt}$ 薄膜の格子定数比 c/a の x 依存性である。▲印は本研究の実験値, ×印は先行研究のバルクの実験値^[1], それ以外は理論計算値^[2]である。実験値の c/a は, x が増加するにつれて直線的に減少し, $x = 0.46$ 付近で直線の傾きが変化している。実験と理論計算の結果を比較すると, $0 \leq x \leq 0.46$ の実験値は, 理論計算の FM に近い値をとっている。また $0.48 < x$ では, 実験値は理論計算の AF1 または AF2 に近い値をとっている。ここには示していないが、磁化温度履歴曲線を測定すると, $0 \leq x \leq 0.46$ の試料では温度低下に伴い磁化は増加したが、一方で $0.48 < x$ の試料では温度低下に伴う磁化の減少が観測された。以上より, 本試料の磁気構造は, $0 \leq x \leq 0.46$ では Fig.2a に示す FM 型, $0.48 < x$ では Fig.2b, c に示す AF1 型あるいは AF2 型である可能性が考えられる。

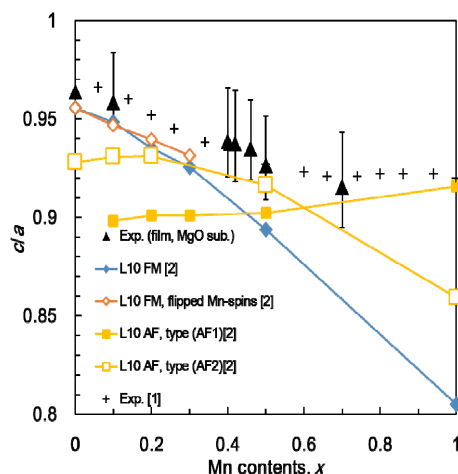


Fig.1 Dependence of c/a ratio on Mn composition (x).

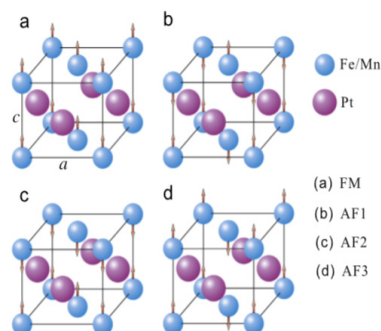


Fig.2 Ferromagnetic and antiferromagnetic spin configurations.^[3]

参考文献

[1] A. Z. Menshikov et al., J. Magn. Magn. Mater. 65, 159 (1987). [2] M. E. Gruner et al., Beilstein J. Nanotechnol. 2, 162-172 (2011). [3] H. B. Luo et al., J. Magn. Magn. Mater. 378, 138-142 (2015).

謝辞：本研究は科研費 (15H05518) の助成を受けて行われた。また測定の一部は東北大学金属材料研究所との共同研究 (16K0099) により行われた。

$L1_0$ FePt 薄膜の磁気特性に与える格子歪みの影響

中根大斗, 長谷川崇, 石尾俊二
秋田大理工

Influence of lattice distortion on the magnetic properties of $L1_0$ FePt thin films.

H. Nakane, T. Hasegawa, S. Ishio
(Akita Univ.)

はじめに

$L1_0$ 型 FePt 規則合金は $7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ の高い結晶磁気異方性 (K_u) を有するため、次世代の超高密度磁気記録媒体材料として期待されている。また、 $L1_0$ FePt に関する第一原理計算からは、軸比 (c/a) と K_u や T_c 等の磁気特性に相関があることが示されている¹⁾。しかしそれを実験的に評価した報告は少ない²⁾。そこで本研究では、MgO、STO、 MgAl_2O_4 の異なる基板上に FePt を成膜することで格子歪みを導入し、磁気特性に与える影響を調査した。

実験方法

成膜には酸化物マルチチャンバスパッタ装置 (到達真空度 $< 5 \times 10^{-7} \text{ Pa}$) を用いた。各基板上に $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ を (001) 配向させるため、STO(100)、 MgAl_2O_4 (100) 単結晶基板では基板温度 640°C で成膜を行った。MgO(100) 単結晶基板では室温で成膜を行い、成膜後に 300°C/s 、 800°C 、20 分の急速加熱処理を行った。結晶構造解析には X 線回折装置 (XRD)、磁気特性の評価には振動試料型磁力計を用いた。

実験結果

Fig.1 に、MgO、STO、 MgAl_2O_4 の異なる基板上に成膜した FePt 薄膜の XRD パターンを示す。MgO 基板と STO 基板を用いた試料では、FePt (001)、(002) ピークのみが観測されることから、良好に $L1_0$ 規則化・配向した試料が得られていることがわかる。 MgAl_2O_4 基板を用いた試料では、FePt(001)、(002) ピークの他に FePt(111) ピークも観測されており、部分的にはあるが配向していない領域が存在することがわかる。Fig.2 は、Fig.1 における FePt(001) ピークと、ここには示していないが In-plane XRD から得られた FePt(200) ピークを用いて格子定数 c と a をそれぞれ算出し、その軸比 (c/a) に対して K_u をプロットしたものである。Fig.2 より、MgO 基板を用いた試料において格子歪みが最大となり、その歪み量は 0.78 % 程度 (理論値は 9.4 %) であると見積もられた。また軸比 (c/a) と K_u との間には相関関係がみられる。

参考文献

- 1) X. B. Liu et al., J. Appl. Phys. 109, 07B762 (2011).
- 2) T. Hasegawa et al., 日本金属学会誌 第 79 巻 第 9 号 423-428 (2015).

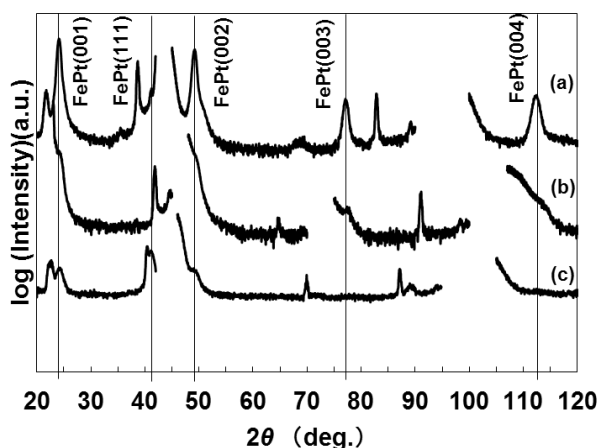


Fig.1 XRD spectra of (a) MgOsub./FePt (6nm), (b) STOSub./FePt (6nm), (c) MgAl_2O_4 sub./FePt (6nm).

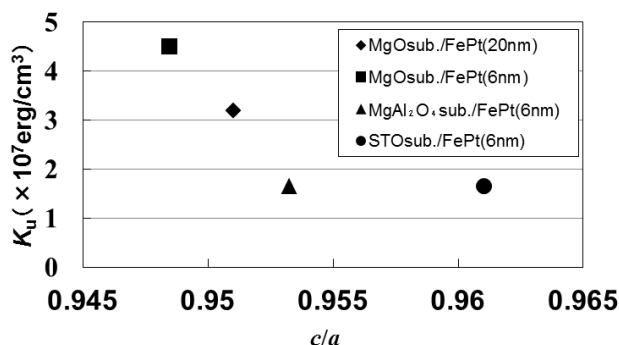


Fig.2 Lattice distortion dependence of K_u .

下地層材料および結晶性が FePt 合金薄膜の構造に及ぼす影響

清水智貴¹・中村将大¹・落合亮真¹・大竹充^{1,2}・二本正昭¹・桐野文良³・稲葉信幸⁴

(¹中央大, ²工学院大, ³東京藝大, ⁴山形大)

Influence of Underlayer Material and Crystallographic Quality on the Structure of FePt Alloy Thin Film

Tomoki Shimizu¹, Masahiro Nakamura¹, Ryoma Ochiai¹, Mitsuru Ohtake^{1,2},

Masaaki Futamoto¹, Fumiyoshi Kirino³, and Nobuyuki Inaba⁴

(¹Chuo Univ., ²Kogakuin Univ., ³Tokyo Univ. Arts, ⁴Yamagata Univ.)

はじめに $L1_0$ -FePt規則合金は 6.6×10^7 erg/cm³の高い K_u を持つ。合金薄膜が高密度磁気記録媒体やMRAMへの応用が検討されているが、磁化容易軸である c 軸を基板面に対し垂直方向とすることが必要であり、(001)配向した下地層や結晶基板への製膜が行われている^{1,2)}。本研究では、MgO(001)、SrTiO₃(001)基板および自然酸化膜付のSi基板上に、NaCl構造を持つ下地層を形成し、下地層材料がFePt膜の構造に及ぼす影響を系統的に調べた。

実験方法 膜形成には超高真空RFマグネトロンスパッタリング装置を用いた。基板上に2 nm厚の下地層、次いで10 nm厚のFePt膜を形成した。試料作製法として、600 °Cの高基板温度で製膜する方法(1段階法)と200 °CでFePt膜を形成した後、600 °Cで熱処理を行う方法(2段階法)の2種類を用いた。構造評価にはRHEED, XRD, AFM, 磁気特性測定にはVSMを用いた。

実験結果 Fig. 1 にRHEEDパターンを示す。MgOとSrTiO₃基板上に形成したMgO下地層は(001)配向しており、その上に形成したFePt膜も配向成長していることが回折パターンから分かる。一方、Si基板上ではMgOおよびFePt膜の回折はリング状で、いずれも多結晶膜であることが分かる。Fig. 2 に面外XRDパターンを示す。MgOおよびSrTiO₃基板上ではFePt(001)超格子反射が認められるが、Si基板上では観察されていない。Fig. 3 のAFM像から1段階法で形成したFePt膜は{111}ファセットなどに囲まれた起伏の多い島状結晶から成っているのに対し、2段階法で形成した膜では良好な表面平坦性が得られることが分かる。NaCl構造を持つ他の下地層(VN, VC)がFePt膜の形態や結晶配向に及ぼす影響については当日発表予定である。

参考文献

- 1) Y. K. Takahashi, K. Shima, and K. Takanashi: *J. Magn. Magn. Mater.*, **267**, 248 (2003).
- 2) T. Suzuki, K. Handa, and K. Ouchi: *J. Magn. Magn. Mater.*, **193**, 85 (1999).

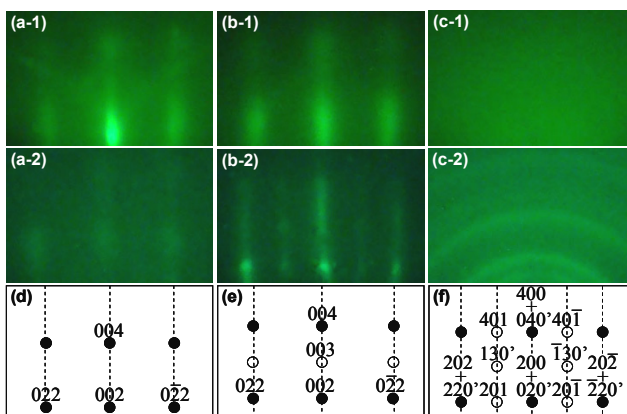


Fig. 1 (a)–(c) RHEED patterns observed for (a-1)–(c-1) MgO single-layer and (a-2)–(c-2) FePt/MgO bi-layer films deposited on (a) MgO(001), (b) SrTiO₃(001), and (c) SiO₂/Si substrates at 600 °C. (d)–(f) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (d) B1(001), (e) L1₀(001), and (f) L1₀(100)+(010) crystals.

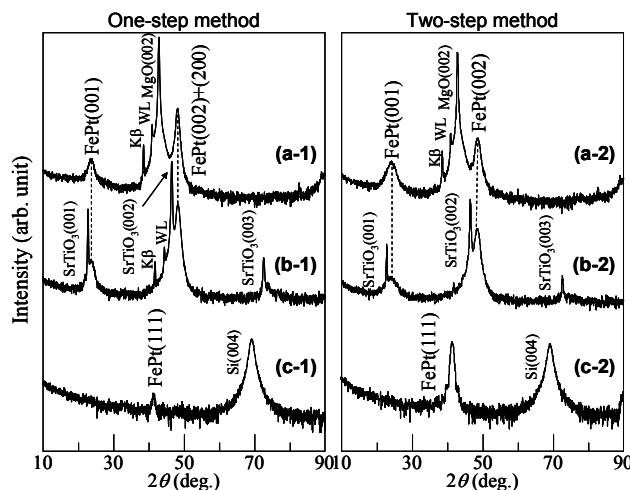


Fig. 2 Out-of-plane XRD patterns measured for FePt/MgO bi-layer films formed on MgO(001), (b) SrTiO₃(001), and (c) SiO₂/Si substrates (a-1)–(c-1) by deposition at 600 °C (one-step method) and (a-2)–(c-2) by deposition at 200 °C followed by annealing at 600 °C (two-step method).

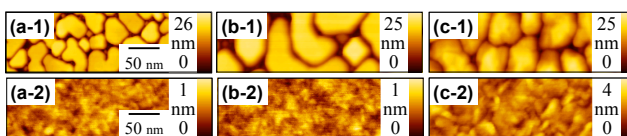


Fig. 3 AFM images observed for FePt/MgO bi-layer films formed on MgO(001), (b) SrTiO₃(001), and (c) SiO₂/Si substrates (a-1)–(c-1) by deposition at 600 °C (one-step method) and (a-2)–(c-2) by deposition at 200 °C followed by annealing at 600 °C (two-step method).

$L1_0$ - Mn_xGa エピタキシャル薄膜の作製と磁気特性

高橋勇圭、手代木元太、嶋敏之、土井正晶
(東北学院大学大学院工学研究科)

Fabrication and their magnetic properties of $L1_0$ - Mn_xGa epitaxial thin films

Y. Takahashi, G. Teshirogi, T. Shima, M. Doi

(Graduate School of Engineering, Tohoku Gakuin University)

はじめに

近年では Mn-Ga 合金薄膜は高結晶磁気異方性($\sim 10^7$ erg/cc)¹⁾を示すことから新規永久磁石材料やスピントロニクスデバイスの次世代材料として注目されており、Mn-Ga 合金薄膜の研究が多く行われている。 $L1_0$ 型 Mn-Ga 薄膜は強磁性で比較的高い飽和磁化を示し、高結晶磁気異方性を有するとされているが、バルクにおける $L1_0$ 型 Mn-Ga (1 対 1) 合金は平衡状態図では存在しない。また、蒸着法を用いて作製された Mn-Ga 合金薄膜の報告も少なく、基板に対して容易軸が垂直に向いた高い垂直磁気異方性を有する薄膜も報告されていない。本研究では超高真空電子ビーム蒸着装置を用いて作製した $L1_0$ 型 Mn_xGa エピタキシャル薄膜の規則度および表面粗さに対する磁気特性の関係を明らかにすることを目的とした。

実験方法

薄膜試料は超高真空電子ビーム蒸着装置を用いて作製し、蒸着ソースは到達真空度 5×10^{-3} Pa 以下の状態でアーク溶解法により作製した $Mn_{1.0}Ga$ 合金を用いた。到達真空度 8.9×10^{-7} Pa 以下、基板温度 $T_s = 300$ °C、熱処理温度 $T_a = 300 \sim 600$ °C、熱処理時間 3h、成膜速度 Cr は 0.1 (Å/s)、Mn-Ga は 0.3 (Å/s)とした。また膜構成は MgO(100) 基板上にバッファ層として Cr を 5 nm、磁性層として MnGa を 5~100 nm、キャップ層として Cr を 10 nm とした。作製した試料は組成をエネルギー分散型 X 線(EDX)分析装置、結晶構造を X 線回折装置(XRD)、結晶化評価を反射高速(RHEED)、磁気特性を(SQUID)により評価した。

実験結果

Fig.1 に薄膜作製時の MgO 基板と Cr バッファ、磁性層の $L1_0$ -MnGa[100]azimuth をその場観察した RHEED パターンを示す。RHEED パターンではそれぞれのストリーク間隔が下の層に合うように成長しており、 $L1_0$ -MnGa 層では表面再配列構造も観察された。これは原子レベルで平坦な表面が成膜されたエピタキシャルな薄膜であるといえる。Fig.2 に $Mn_{1.3}Ga$ 薄膜における X 線回折パターンを示す。X 線回折パターンでは熱処理前、熱処理後のいずれも $L1_0$ -MnGa の(001)超格子ピークと(002)基本ピークが観察され、高い垂直磁気異方性を有する薄膜が得られた。講演では Mn 組成と膜厚を変化させた薄膜の基板温度や熱処理温度における規則度および表面粗さと磁気特性の関係について報告する。

参考文献

- 1) S. Mizukami, T. Kubota, F. Wu, X. Zhang, T. Miyazaki, H. Naganuma, M. Oogane, A. Sakuma, and Y. Ando, *Phys. Rev. B* **85**, 014416 (2012).

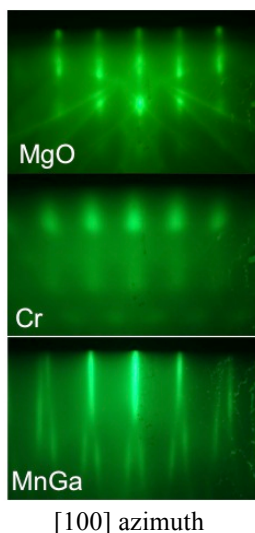


Fig.1 RHEED patterns of $L1_0$ -Mn-Ga epitaxial

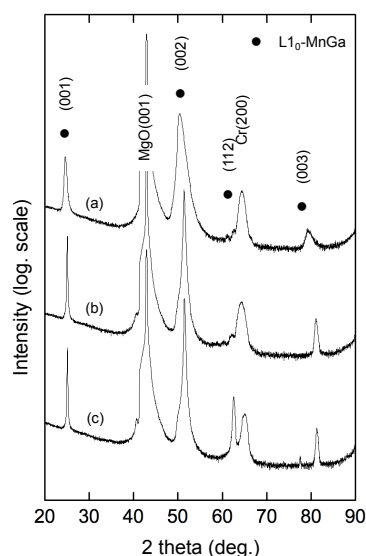


Fig.2 XRD patterns of Mn-Ga thin films $T_s = 300$ °C, $T_a =$ (a) Without annealing, (b) 500 °C, (c) 600 °C.

$L1_0$ -MnGa 円形ドットにおける磁気特性のサイズ依存性

幕田 裕和、高橋 勇圭、嶋 敏之、土井 正晶
(東北学院大学)

Magnetic properties dependence on size of $L1_0$ - MnGa circular dots

H. Makuta, Y. Takahashi, T. Shima, M. Doi
(Tohoku Gakuin Univ.)

背景

$L1_0$ -MnGa 合金は高い一軸磁気異方性($\sim 10^7$ erg/cm³)¹⁾を示すことから、希土類元素、貴金属元素を含まない高性能磁性材料として注目を集め、スピニエレクトロニクスデバイス分野などへの応用に向けた数多くの研究が行われてきた²⁾。しかしながら、微小サイズにおける $L1_0$ -MnGa 合金の磁気特性に関する研究報告は少なく、高密度メモリや微小デバイスへの応用のためにはこの解明が望まれる。本研究では、電子線リソグラフィ用いた微細加工によって $L1_0$ -MnGa 円形ドット配列試料を作製し、ドットサイズと磁気特性の関係を調査した。

実験方法

薄膜試料は高周波マグネトロンスパッタリング装置を用いて MgO(100)基板上に Cr バッファ層、MnGa 層、Cr キャップ層の順に積層し作製した。MnGa 層の成膜には Mn 及び MnGa (40:60 at. %)合金ターゲットを用い、Mn と MnGa を交互に積層し、これに熱処理を施すことにより $L1_0$ 構造への規則化を促進させた。薄膜の微細加工には電子線リソグラフィ及び Ar イオンミリング装置を用い、様々な直径の円形ドットを作製した。特性評価は、組成分析にエネルギー分散型 X 線分析(EDX)、結晶構造解析に X 線回折(XRD)、磁気特性評価に超伝導量子干渉素子 SQUID)及びマイクロ磁気光学 Kerr 効果測定(μ -MOKE)、薄膜表面形態、ドット形状観察に原子間力顕微鏡(AFM)、磁区構造観察に磁気力顕微鏡(MFM)をそれぞれ用いた。

実験結果

MnGa 層成膜時の基板温度 T_s の最適条件を検討するため、後熱処理温度を 300 °C に固定し、 T_s を変化させて結晶構造と磁気特性の評価を行った。MnGa 層の総膜厚は 20 nm とした。これら薄膜の XRD パターンから $T_s = 100$ °C から 300 °C の範囲において $L1_0$ -MnGa の (001)、(002)ピークが明瞭に観察されたことから、 $L1_0$ 構造に規則化した MnGa 相が得られていることが確認された。磁化曲線を Fig.1 に示す。磁化測定の結果、 $T_s = 100$ °C において最も高い 288 emu/cm³ の飽和磁化が確認され、さらに T_s を増加させると飽和磁化が低下した。講演では、これら薄膜試料を微細加工して作製された円形ドットの、磁気特性のサイズ依存性について詳細に報告する。

参考文献

- 1) S. Mizukami *et al.*, Phys. Rev. B **85**, 014416 (2012)
- 2) Q. L. Ma *et al.*, Phys. Rev. Lett. **112**, 157202 (2014)

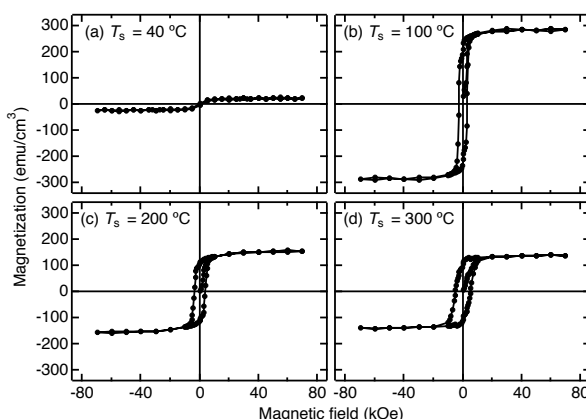


Fig. 1 Magnetization curves for the MnGa thin films with (a) $T_s = 40$ °C, (b) 100 °C, (c) 200 °C, and (d) 300 °C. The field was applied to out-of-plane direction.

垂直磁化強磁性トンネル接合のための $L1_0$ 型 MnAl 薄膜の作製と磁気特性

渡部健太, 大兼幹彦, 窪田美穂, 安藤康夫
(東北大学大学院工学研究科)

Magnetic Properties of $L1_0$ -MnAl Thin Films for Perpendicular Magnetic Tunnel Junctions

K. Watanabe, M. Oogane, M. Kubota, Y. Ando

(Graduate School of Engineering, Tohoku University)

【背景】

G-bit クラスの磁気ランダムアクセスメモリ (STT-MRAM) を実現するために、新しい磁性材料の開発が求められている。STT-MRAM の超高集積化に伴い、熱揺らぎによる磁性層の超常磁性化が問題となる。数十 nm の素子サイズにおいて強磁性状態を 10 年以上維持するためには、 10^7 erg/cc 程度の高い結晶磁気異方性が必要である。また、書き込み電力を低減するためには、低飽和磁化と低ダンピング定数を併せ持つ必要がある。我々は G-bit クラスの STT-MRAM の実現に向けて、高い結晶磁気異方性($K_u = 1.5 \times 10^7$ erg/cc)、低飽和磁化($M_s = 550$ emu/cc)、小さなダンピング定数($\alpha \sim 0.006$ ※in-plane)を有する $L1_0$ 型 MnAl に着目した。¹⁾本研究では、高い結晶磁気異方性($K_u \geq 10^7$ erg/cc)、低ラフネス($R_a \leq 0.5$ nm)を有する $L1_0$ 型 MnAl 薄膜をスパッタリング法により作製し、垂直磁化強磁性トンネル接合への応用可能性を明らかにすることを目的とした。

【実験方法】

薄膜試料は、超高真空多元マグネトロンスパッタ装置を用いて MgO(100)単結晶基板上に成膜した。膜構成はバッファ層として CrRu を 40 nm、磁性層として MnAl を t_{MnAl} nm、酸化保護層として Ta を 5 nm とした。到達真空度は 4.0×10^{-7} Pa 以下で成膜を行った。MnAl 層の膜厚は $t_{\text{MnAl}} = 3 \sim 50$ nm、基板温度は $T_s = 200 \sim 400$ °C、ポストアニール温度は $T_a = 300 \sim 400$ °C で変化させた。成膜後、結晶構造は X 線回折法(XRD)、磁気特性は超伝導量子干渉型磁束計(SQUID)、表面平坦性は原子間力顕微鏡(AFM)を用いて評価した。

【結果】

Fig. 1 に、 $t_{\text{MnAl}} = 50$ nm 試料の飽和磁化(M_s)と表面粗さ(R_a)の基板温度依存性を示す。 $T_s = 350$ °C において飽和磁化 $M_s = 561$ emu/cc と非常に大きな結晶磁気異方性 $K_u = 1.2 \times 10^7$ erg/cc を得た。一方、表面粗さは $R_a = 1.1$ nm と大きく、強磁性トンネル接合の電極に応用するには不十分であった。この表面粗さを改善する目的で、ポストアニールの検討を行った。ポストアニール温度を最適化した結果、表面粗さが改善し、垂直磁化トンネル接合に応用可能な MnAl 薄膜を得ることができた。講演では、磁気特性の膜厚依存性についても述べる。

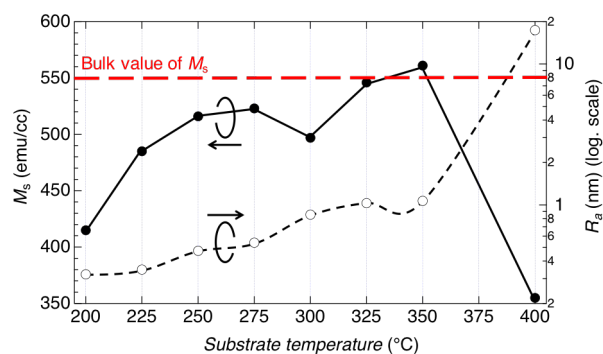


Fig. 1 Substrate temperature dependence of M_s and R_a .

謝辞: 本研究は文部科学省「未来実現のための ICT 基盤技術の研究開発」および科学研究費補助金基盤 S (No. 24226001)の支援により行われた。

参考文献

- 1) M. Hosoda, M. Oogane *et al*, J. Appl. Phys., 111, 07A324 (2012).

Mn₂VAl/Fe 積層膜における交換バイアス効果

土屋朋生¹, 小林亮太¹, 窪田崇秀^{1,2}, 高梨弘毅^{1,2}

(¹ 東北大学金属材料研究所, ² 東北大 スピントロニクス学術連携研究教育センター)

Exchange bias field of epitaxially grown Mn₂VAl/Fe bilayers

Tomoki Tsuchiya, Ryota Kobayashi, Takahide Kubota, and Koki Takanashi

(¹Institute for Materials Research, Tohoku Univ., ² CSRN, Tohoku Univ.)

緒言

ハードディスクドライブ (HDD) の磁気センサや磁気ランダムアクセスメモリ (MRAM) などのスピントロニクスデバイスにはスピバルブ構造が用いられている。スピバルブ中の反強磁性体は一方向磁気異方性により隣接する強磁性層の磁化を固定する役割を担っている。Mn₃Ir は高交換結合磁界と高ブロッキング温度を両立する魅力的な材料であるため、スピバルブ構造に広く用いられているが、Ir は希少金属であり、元素戦略的な観点から使用量の削減が望まれる。本研究では、Mn₃Ir を代替しうる材料として反強磁性体のホイスラー合金に着目した。反強磁性ホイスラー合金は、Co-Fe 合金やハーフメタルホイスラー合金などのスピン偏極率が高い強磁性体材料と格子整合性が良く特性の向上が期待できる。他方、反強磁性ホイスラー合金を用いた交換バイアス効果の研究は少なく、系統的な実験による知見の蓄積が必要である。本研究では Mn₃Ir の代替材料として、ホイスラー合金 Mn₂VAl に注目した。Mn₂VAl はバルクにおいて A2 構造の時に反強磁性となり、そのネール温度は 600 K 以上と室温よりも十分に高い値であることが報告されている[1]。そこで、A2 構造の Mn₂VAl と強磁性体 Fe との積層膜を作製し、その結晶構造、磁気特性を系統的に調査することを目的とした。

実験方法

薄膜試料は MgO(100)単結晶基板上に DC マグネトロンスパッタ法を用いて作製した。Mn₂VAl の膜厚は 100 nm とし、成膜温度を室温から 700°C の範囲で変化させた。Mn₂VAl 薄膜上に強磁性層の Fe とキャップ層の Cr をそれぞれ 3 nm、室温で成膜した。試料は全層成膜後に 1 T の磁場を印加しながら 200 ~ 500°C でポストアニールを行った。Mn₂VAl 薄膜の組成は同時スパッタ法により化学量論組成に近づくように調整した。作製した試料の結晶構造は X 線構造回折法(XRD)、磁気特性は振動試料型磁力計(VSM)と超伝導量子干渉磁束計(SQUID)により測定した。

結果

XRD 測定の結果、全ての試料において、Mn₂VAl が MgO (100)単結晶基板上に(001)配向でエピタキシャル成長していることが確認された。また、成膜温度が室温、300°C、700°C の試料は A2 相、500°C の試料は L2₁ 相となることが確認された。一方、印加磁場 1 T において磁場中冷却を行った後に積層膜の磁化曲線を測定した結果、200 ~ 400°C でポストアニールを行った試料については、測定温度 10 K において磁化曲線の交換バイアスシフトが観察され、その最大値は 45 Oe であった。500°C でポストアニールを行った試料は、Fe 層の Mn₂VAl 層への拡散に起因すると考えられる磁化の消失が確認された。今後、室温での交換バイアスシフトの発現、シフト磁場の増大に向けて組成等の最適化を進める予定である。

謝辞

本研究の一部は JST 国際科学技術共同研究推進事業 (SICORP-EU, HARFIR) および新素材共同研究開発センター共同利用研究 (課題番号: 16G0407) の支援を受けて行われた。

参考文献

- [1] 貝沼亮介、日本金属学会 2015 年秋期講演大会、S4・12、(2015)

IrMn/CoCr 交換結合膜における交換結合磁界 H_{ex} の時間変化

山内飛輝、遠藤拓*、鈴木良夫*

(日本大学大学院、*日本大学)

Time dependence of exchange coupling field H_{ex} in IrMn/CoCr exchange coupled film

T. Yamauchi, H. Endo, Y. Suzuki

(Nihon Univ. Graduate school, *Nihon Univ.)

はじめに

HDD の GMR ヘッド・TMR ヘッドには強磁性層と反強磁性層で構成される交換結合膜が利用されており、強磁性層と反強磁性層の界面における磁気的な作用の強さは交換結合磁界 H_{ex} で表される。

本研究の主な目的は H_{ex} を増大させる成膜条件の検討であるが、研究中に作製した試料を室温・大気中で保存した際に H_{ex} が時間の経過と共に増加する現象が見られた。保護膜の機能不全による試料の酸化を疑い、保護膜材料の違いによる影響を調べた。また、基板加熱を行いながら試料を作製し、基板加熱が H_{ex} の増加現象に与える影響を調べた。これらの結果から H_{ex} 増加現象を説明できる Mn 拡散モデルを考案した。

実験方法

交換結合膜は Ta/CoCr/IrMn/NiCr/Si(111) の構成とし、約 120 [Oe] の磁界を印加しながら DC マグネトロンスパッタ装置で成膜した。また、Pt を保護膜とした試料と保護膜なしの試料も作製した。基板加熱試料として加熱温度 50 [°C]、100 [°C] の二種類を作製した。全ての試料において IrMn ターゲットの組成は Ir₂₀Mn₈₀ [at%] のものを使用した。

実験結果

試料の酸化によって H_{ex} が時間と共に増加したという可能性について調べるため、保護膜の厚さや材料を変えた試料を作製し、比較した。Fig. 1 に Ta 保護膜の有無および厚さを変えて成膜した試料を室温で放置した際の H_{ex} の経時変化を示す。保護膜の厚さ、有無に関わらず、両者の H_{ex} は同様の傾向で増加した。ここで、室温放置のみで大きな H_{ex} の変化が発生したことに注目した。Pt 保護膜を使用して作製した試料でも同様の結果が得られ、 H_{ex} 増加現象の原因は保護膜の厚さや有無、膜の酸化によるものではないと推測される。

基板加熱が H_{ex} 増加現象へ与える影響を調べるため、基板加熱を行いながら試料を作製した。Fig. 2 に基板温度を変えて作製した試料の H_{ex} の変化を示す。基板加熱をした試料の H_{ex} は、全ての温度で基板加熱なしの試料の H_{ex} よりも減少した。この原因として、IrMn の組成変化が考えられる。反強磁性を得るには Ir₂₀Mn₈₀ [at%] が最適組成であると報告されている¹⁾。基板加熱により高温になるほど Mn が交換結合界面から拡散し、その結果、交換結合が弱まり H_{ex} が低下したことが考えられる。また、 H_{ex} が時間と共に増加する現象に関しては、基板加熱なしの試料と基板加熱 50°C の試料では見られたが、基板加熱 100°C の試料ではほとんど見られなかった。基板加熱 50°C の試料では Fig. 3 に示すように、基板加熱によって界面から離れていた Mn (白丸) の一部が室温の熱によって徐々に界面付近に戻り、 H_{ex} が増加したと解釈できる。基板加熱 100°C の試料では、Mn が界面からより離れた位置まで移動してしまい、時間経過後の H_{ex} の変化がなかったと考えられる。

参考文献

- 1) K. Hoshino et al., Jpn. J. Appl. Phys., 35, pp. 607-612(1996).

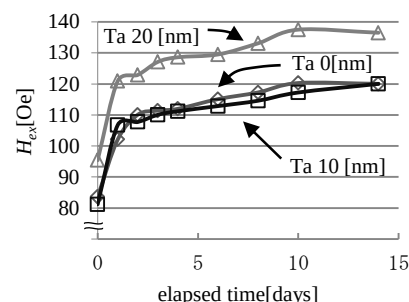


Fig. 1 Time dependence of H_{ex} for films with Ta capping layer of different thickness

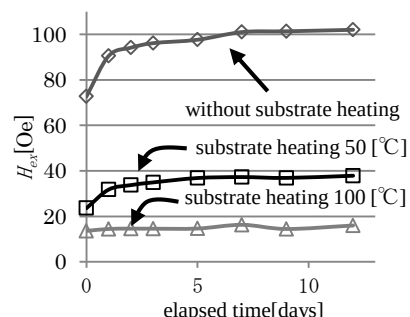


Fig. 2 Time dependence of H_{ex} for films deposited at different substrate temperatures

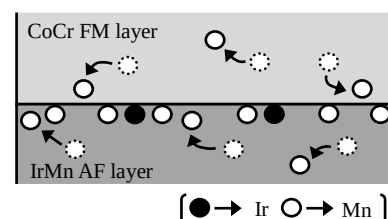


Fig. 3 Model of Mn dispersion in exchange coupled films (substrate heating 50[°C])

低キュリー温度 CoPd/Pd 多層膜を用いた交換結合膜の磁化反転

董夏茵, 大島大輝, 加藤剛志, 園部義明*, 岩田聡

(名大, *サムスン日本研究所)

Magnetization switching of exchange coupled bilayers with low Curie temperature CoPd/Pd multilayers

X. Dong, D. Oshima, T. Kato, Y. Sonobe*, S. Iwata

(Nagoya Univ., *Samsung R&D Institute Japan)

1. はじめに

スピン注入磁化反転は、大容量 MRAM を実現する技術として開発が進められているが、Gbit を超える容量の実現には、高い熱安定性と低い臨界電流を両立させる高効率な磁化反転手法の開発が求められる。我々は高効率な磁化反転を実現するメモリ層として、低いキュリー温度（低 T_C ）と高い垂直磁気異方性（高 K_u ）を有する層と高 T_C 、低 K_u の層を交換結合させた積層型メモリ層に注目し、低 T_C 層として CoPd/Pd 多層膜、高 T_C 層として Co/Pd 多層膜を用いた積層膜の磁化反転特性を調べたので報告する。

2. 実験方法

熱酸化膜付 Si 基板上にマグネトロンスパッタ法により, Si sub. / Ta (10) / Pd (5) / [Pd (1.2) / Co (0.3)]₆ / Pd (t_{Pd}) / [Pd (1.2) / Co₄₅Pd₅₅ (0.3)]₆ / Pd (1.2) / Ta (2) (膜厚の単位は nm) を作製した。Co/Pd 多層膜と CoPd/Pd 多層膜の間の Pd 層厚 t_{Pd} は 0~10 nm で変化させた。磁化の温度依存性, 加熱による磁化反転は, サンプルをヒーターの上に固定し, Kerr 効果を観測することにより調べた。

3. 実験結果

Co/Pd 多層膜および CoPd/Pd 多層膜の Kerr 回転角の温度依存性から, Co/Pd 多層膜の T_C は 300 °C 以上であるのに対し, Co 層を Co₄₅Pd₅₅ 合金層とした多層膜では, T_C を 75 °C まで低くできることを確認した。図 1 は Co/Pd 多層膜と CoPd/Pd 多層膜を積層した交換結合膜について, 昇温, 冷却過程における Kerr 回転角を観測した結果である。なお, ここでは $t_{Pd} = 0$ nm の結果を示している。まず, (I) +7 kOe の磁界を印加して, 二つの層の磁化を上向きに飽和させた後, (II) 無磁場状態で試料を 180 °C まで昇温しながら Kerr 回転角の変化を調べた (●で示す)。約 90 °C で Kerr 回転角の低下が緩やかになっているが, これは CoPd/Pd の磁化が消失することに対応している。次に 180 °C で, (III) -2 kOe の磁界を印加したところ, 回転角は大きく減少した。これは高 T_C 層の Co/Pd が磁化反転したことを示している。さらに (IV) Co/Pd の保磁力以下である +0.05 kOe の磁界を印加しながら室温まで冷却した際の Kerr 回転角の変化を調べた (■で示す)。上向きの磁界を印加しながら冷却したにもかかわらず, 低 T_C 層の CoPd/Pd の磁化は高 T_C の Co/Pd 層との交換結合により Co/Pd の磁化方向と平行 (下向き) になっていることが分かる。この結果から, 低 T_C /高 T_C 二層積層膜では高温で高 T_C 層のみを磁化反転させることで, 低 T_C 層の磁化も反転させられることが分かった。

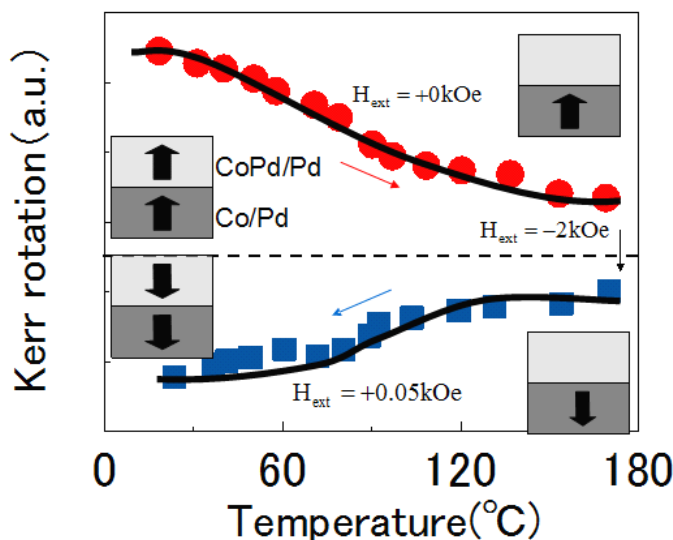


Fig. 1 Kerr signal monitored during heating and cooling of the [Pd / Co] / [Pd / CoPd] hybrid stack. No field was applied during the heating, and at 180 °C, negative field of -2 kOe was applied. Then small positive field +0.05 kOe was applied during the cooling.

対向ターゲット式スパッタ法を用いた FeCoB/SmCo₅ 薄膜の作製

田中純太、高村陽太、中川茂樹
(東京工業大学)

Fabricating FeCoB/SmCo₅ film prepared by Facing Target Sputtering

J.Tanaka, Y.Takamura, S.Nakagawa
(Tokyo Institute of Technology)

はじめに

最大エネルギー積が高くかつ耐熱性の高い永久磁石薄膜は、様々な環境下で使用が想定されるマイクロアクチュエーターやマイクロセンサー等の用途に需要がある。現在最も高い最大エネルギー積を持つ Nd₂Fe₁₄B は、キュリー点が 315°C ほど低く耐熱性に難があるため、本研究では SmCo₅ を用いて永久磁石薄膜の作製を行った。この際に高飽和磁化を達成するために下地には、SmCo₅ の配向制御も期待し、高飽和磁化の FeCoB を採用した。FeCoB 層の厚さと成膜温度を変化させて薄膜を作製し、結晶構造、磁気特性の評価を行った結果を報告する。

実験方法

試料は対向ターゲット式スパッタ法により成膜した。

Si/SiO₂/FeCoB/SmCo₅/Ta 積層膜を基板温度 375-500°C で成膜し、結晶構造を X 線回折法 (XRD)、磁気特性を振動試料型磁力計 (VSM)、深さ方向組成分布を X 線光電子分光 (XPS)、オーグジュ電子分光法 (AES) により評価した。

実験結果

Fig.1 に Si/SiO₂/FeCoB/SmCo₅/Ta 多層膜において FeCoB シード層の膜厚を変化させた場合の XRD ダイアグラムの変化を示す。FeCoB 層は 5 nm 以下で (110) 配向が得られ、それに伴い Sm-Co 合金相の (110) 優先配向が得られていることがわかる。また、FeCoB の膜厚を薄くするに従い Sm-Co (110) ピークが広角にシフトすることが確認された。この原因を調べるため XPS により深さ方向の組成分布を測定したところ、FeCoB の厚さ 2 nm の試料は 20 nm の試料と比べ Sm-Co 層中の酸素濃度が高いことが確認された。また Sm のケミカルシフトの結果では、FeCoB が 2 nm の試料において Sm が選択的に酸化されていることが分かった。その結果 Sm-Co が Co リッチになり、1-5 系から 2-17 系へと組成が変化し回折ピーク位置がシフトしたと考えられる。

次に Si/SiO₂/Ta(5)/FeCoB(5 nm)/SmCo₅(20 nm)/Ta(20 nm) 多層膜を、成膜温度を 375-500°C で成膜した。VSM で磁気特性を測定したところ、成膜温度 375°C では軟磁気特性を示し、400°C 以上で硬磁気特性を示した (Fig.2)。また XRD の測定結果と合わせ、400°C 以上での Sm-Co の結晶化を確認した。

参考文献

- 1) J. M. D. Coey, IEEE Trans. Magn. **47**, 12 (2011)

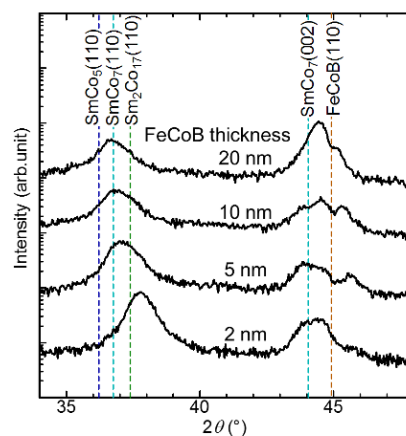


Fig.1 XRD diagram of FeCoB/SmCo₅(100 nm) multilayer

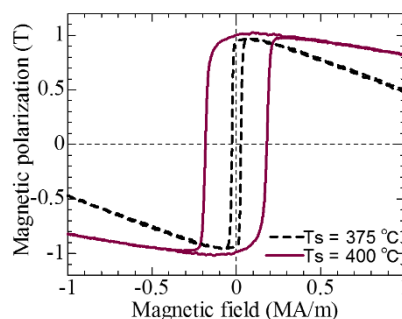


Fig.2 J-H loop of FeCoB/SmCo₅ multilayer prepared at Ts = 375, 400°C

エピタキシャル FePt/Co および FePd/Co 二層膜の構造解析

落合亮真¹・中村将大¹・大竹充^{1,2}・二本正昭¹・桐野文良³・稲葉信幸⁴

(¹中央大, ²工学院大, ³東京藝大, ⁴山形大)

Structural Characterization of Epitaxial FePt/Co and FePd/Co Bilayer Films

Ryoma Ochiai¹, Masahiro Nakamura¹, Mitsuru Ohtake^{1,2},

Masaaki Futamoto¹, Fumiyoshi Kirino³, and Nobuyuki Inaba⁴

(¹Chuo Univ., ²Kogakuin Univ., ³Tokyo Univ. Arts, ⁴Yamagata Univ.)

はじめに 硬磁性と軟磁性材料から構成される積層膜は異方性ナノコンポジット磁石の構造検討で活用されている。硬磁性材料として、SmCo₅やNd₂Fe₁₄Bなどの希土類系合金材料が検討されているが、薄膜磁石応用では、高K_uを持つL₁₀-FePt, FePd合金なども候補となる。しかしながら、形成報告例は殆ど無い¹⁻³⁾。本研究では、MgO単結晶基板上にFePtもしくはFePd, Coからなる二層エピタキシャル膜を形成し、構造解析を行った。

実験方法 製膜には超高真空 RF マグネトロンスパッタ装置を使用し、基板にはMgO(001), (110), (111)単結晶を用いた。基板上に200℃の基板温度で、FePtもしくはFePd層, Co層の順で形成した二層膜と、積層順を逆にした二層膜を形成した。膜形成後、L₁₀相への規則化を促進させるために600℃で熱処理を施した。構造解析にはRHEED, XRD, AFM, 磁気特性評価にはVSMを用いた。

実験結果 Fig. 1(a)にFePd/Co/MgO(001)試料で測定した面外および面内XRDパターンを示す。面外パターンではFe-Pd(001)超格子反射, Fe-Pd(002)基本反射が観察されている。一方、面内XRDパターンではFe-Pd(200)基本反射は観察されているが、L₁₀-Fe-Pd結晶からの超格子反射は認められない。従って、FePd層はc軸が面直に向いたL₁₀(001)結晶から構成されていることが分かる。Fig. 1(b)にFePt/Co/MgO(001)試料に対して測定したXRDパターンを示す。この場合は面外および面内パターンからFe-Pt(001)超格子反射が観察されているため、c軸が面直に向いたL₁₀(001)結晶に加えて面内に向いたL₁₀(100)およびL₁₀(010)結晶が混在していることが分かる。Fig. 1(c)および(d)にCo/FePd/MgO(001)およびCo/FePt/MgO(001)試料で測定したXRDパターンを示す。どちらの試料においても面外パターンでのみ超格子反射が観察されているため、FePd, FePt層はc軸が面直に向いたL₁₀(001)結晶から構成されていることが分かる。

- 参考文献** 1) T. Teranishi, A. Wachi, M. Kanehara, T. Shoji, N. Sakuma, and M. Nakaya: *J. Am. Chem. Soc.*, **130**, 4210 (2008).
2) J. P. Liu, C. P. Luo, Y. Liu, and D. J. Sellmyer: *Appl. Phys. Lett.*, **72**, 483 (1998).
3) Y. K. Takahashi, T. O. Seki, K. Hono, T. Shima, and K. Takanashi: *J. Appl. Phys.*, **96**, 475 (2004).

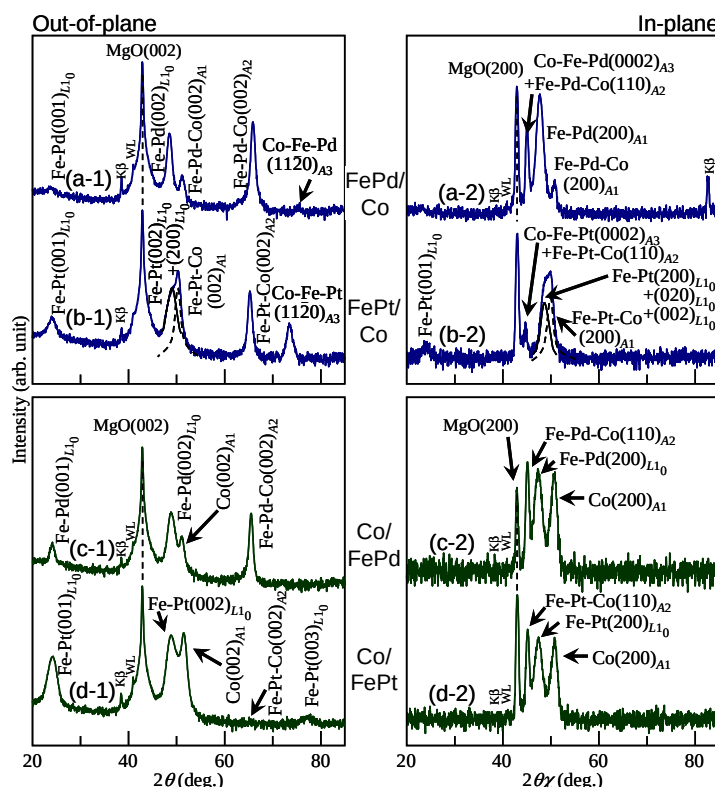


Fig. 1 (a-1)–(d-1) Out-of-plane and (a-2)–(d-2) in-plane XRD patterns of (a) FePd/Co and (b) FePt/Co and (c) Co/FePd, and (d) Co/FePt films formed on MgO(001) substrates.

キャップ層材料および層厚が FePt 合金薄膜の構造に及ぼす効果

大竹 充^{1,2}・中村 将大¹・二本 正昭¹・桐野 文良³・稲葉 信幸⁴

(¹中央大, ²工学院大, ³東京藝大, ⁴山形大)

Effects of Cap-Layer Material and Thickness on the Structure of FePt Alloy Thin Film

Mitsuru Ohtake^{1,2}, Masahiro Nakamura², Masaaki Futamoto², Fumiyoshi Kirino³, and Nobuyuki Inaba⁴

(¹Chuo Univ., ²Kogakuin Univ., ³Tokyo Univ. Arts, ⁴Yamagata Univ.)

はじめに FePt 合金薄膜は高密度磁気記録媒体や MRAM などへの応用に向けて盛んに研究されている。デバイス応用では、磁化容易軸 (c 軸) が膜面垂直に向くように構造制御を行う必要がある。しかしながら、(001) 基板もしくは(001)下地層上に FePt 膜をヘテロエピタキシャル成長させる場合、 c 軸が面直に向く $L1_0$ (001) 結晶に加え、 c 軸が面内に存在する $L1_0$ (100), (010) 結晶 (面内バリエント) が混在する可能性がある¹⁻³。最近、我々は、MgO(001)キャップ層/FePt 膜/MgO(001)基板の積層構造で不規則構造を持つ FePt 膜を形成し、その後、 $L1_0$ 相へ規則化のための熱処理を施すことにより、FePt 結晶より大きな格子を持つ MgO 結晶との格子不整合によりもたらされる応力を FePt 膜に加え、 $L1_0$ -FePt 膜の配向制御を行ってきた³。本研究では、キャップ層材料および層厚が FePt 膜の構造に及ぼす効果について調べた。

実験方法 膜形成には超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用いた。MgO(001)基板上に 10 nm 厚の FePt 膜、2~10 nm 厚のキャップ層を形成した。キャップ層材料として、MgO および C を用いた。また、キャップ層無しの FePt 単層膜も形成した。膜形成時の基板温度は 200 °C とした。その後、600 °C で熱処理を施すことにより FePt 膜を $L1_0$ 相へ変態させた。構造評価には RHEED, XRD, AFM, 磁化曲線測定には AFM を用いた。

実験結果 MgO(001)基板上に形成した FePt 膜およびその上に形成した MgO キャップ層は(001)単結晶としてエピタキシャル成長しており、一方、FePt 膜上に形成した C キャップ層は非晶質となっていることを RHEED 観察により確認した。

Fig. 1(a)にキャップ層無しの FePt 膜の面外および面内 XRD パターンを示す。面外パターンに加え、面内パターンにおいても低強度ではあるが FePt(001)超格子反射が観察されており、面内バリエントが混在していることが分かる。Fig. 1(b)に 2 nm 厚の C キャップ層を持つ FePt 膜の結果を示す。キャップ層無しの場合と同様に、面内 FePt(001)反射が現れている。キャップ層無しおよび C キャップ層有りの FePt 膜の軸比 c/a および規則度 S は、それぞれ、 $(c/a, S) = (0.978, 0.58)$, $(0.978, 0.62)$ となり、ほぼ同様な値となった。Fig. 1(c)および(d)に 2 および 10 nm 厚の MgO キャップ層を持つ FePt 膜の XRD パターンを示す。面外パターンでは FePt(001)超格子反射が観察されており、面内パターンでは FePt(001)反射が現れていないため、 $L1_0$ (001)結晶のみに配向制御ができていたことが分かる。2 および 10 nm 厚の MgO キャップ層を持つ FePt 膜の $(c/a, S)$ は、それぞれ、 $(0.960, 0.82)$, $(0.959, 0.83)$ となり、規則化に加え、正方晶歪が促進されていることが分かる。C キャップ層の場合、非晶質であるため FePt 膜と格子が連続になっておらず、一方、MgO キャップ層の場合、連続となっているため、格子不整合による応力が効果的に FePt 膜に加わり、規則化および正方晶歪が促進されたものと推察される。

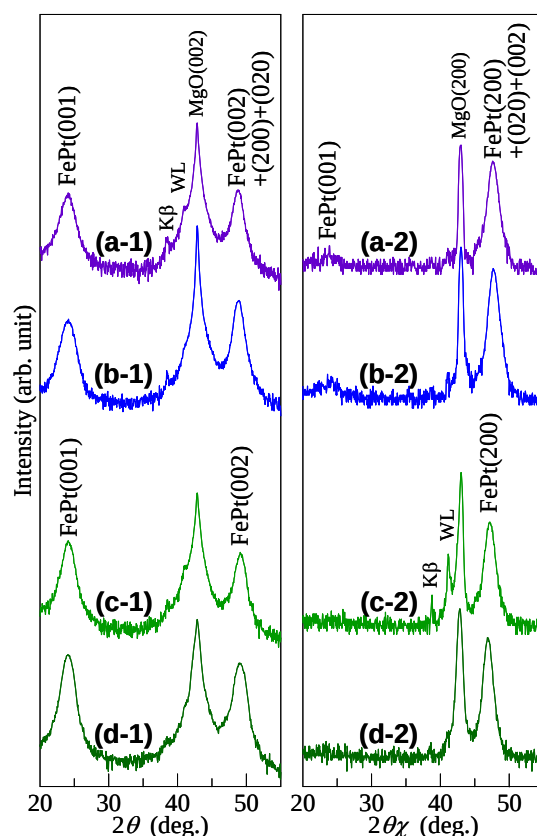


Fig. 1 (a-1)–(d-1) Out-of-plane and (a-2)–(d-2) in-plane XRD patterns of FePt films (a) without and (b)–(d) with (b) 2-nm-thick C, (d) 2-nm-thick MgO, and (e) 10-nm-thick MgO cap-layers. The scattering vector of in-plane XRD is parallel to MgO[100]. The intensity is shown in logarithmic scale.

- 1) S. Jeong, T. Ohkubo, A. G. Roy, D. E. Laughlin, and M. E. McHenry: *J. Appl. Phys.*, **91**, 6863 (2002).
- 2) Y. K. Takahashi, K. Hono, T. Shima, and K. Takanashi: *J. Magn. Magn. Mater.*, **267**, 248 (2003).
- 3) M. Ohtake, A. Itabashi, M. Futamoto, F. Kirino, and M. Inaba: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **39**, 167 (2015).