

## Fe-Ni めっき膜の磁気特性に与える塩化物イオンの影響

柳井武志, 杉原健太, 幸田一輝, 江口和樹, 高嶋恵佑, 中野正基, 福永博俊 (長崎大学)

Effect of chloride ions on coercivity of electroplated Fe-Ni films

Takeshi Yanai, Kenta Sugihara, Kazuki Koda, Kazuki Eguchi, Keisuke Takashima,  
Masaki Nakano, Hirotochi Hukunaga (Nagasaki University)

### はじめに

めっき法は常温・常圧下で成膜が可能であり、装置も簡便であることから、磁性膜作製の手段として一つの有望な成膜方法である。本研究室ではこれまでに、センサ応用を鑑みた膜厚 10-20  $\mu\text{m}$  程度の Fe-Ni 系軟磁性めっき膜に関して、様々な検討・報告を行ってきた<sup>1-2)</sup>。工業的な Ni めっきで広く用いられるワット浴では、陽極の Ni の不動態化抑制のため、例えば塩化ニッケルなどを用いて塩化物イオンがめっき浴へ供給される。一方で、過剰な塩化物イオンはめっき膜の内部応力を増加させることも知られており、磁気歪み現象を特徴とする強磁性体のめっき膜の磁気特性は塩化物イオンに影響を受けると予想される。我々のめっき膜作製過程においても通常陽極に Ni を用いることから、塩化物イオンは磁気特性に影響を与えられられる。そこで本稿では、塩化物イオン濃度を変化させためっき浴から Fe-Ni 膜を作製し、熱処理前後の保磁力の挙動に与える塩化物イオン濃度の影響を検討したのでその結果を報告する。

### 実験方法

Fe-Ni 膜の作製には定電流めっき法を用いた。Ni や Fe イオンの供給源には硫酸ニッケル、硫酸鉄や塩化鉄を使用した。塩化鉄はめっき浴内の塩化物イオン濃度を変化させるために使い、硫酸鉄を置換する形で加えた。その他、めっき浴にはクエン酸 (10 g/L)、サッカリンナトリウム (5 g/L) および NaCl (50 g/L) を添加した。陽極には Ni 板、陰極には Cu 板を用い、 $15 \times 5 \text{ mm}^2$  の  $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$  膜を Cu 板上に成膜した。電流密度は  $0.2 \text{ A/cm}^2$ 、浴温度は  $50^\circ\text{C}$ 、成膜時間は 5 min とした。軟磁気特性改善を目的に成膜後の試料に  $300^\circ\text{C}$ , 60 min の真空中熱処理を施した。

### 実験結果

Fig.1 に保磁力の塩化鉄置換量依存性を示す。Fig.1 には熱処理前後の結果を示した。塩化鉄置換による膜組成の変化は観測されず、 $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$  付近の組成であった。熱処理前の試料においては塩化鉄量の増加に伴い保磁力の増加が観測され、熱処理後はほぼ一様の値を示した。本結果より、熱処理を用いない場合は塩化鉄置換が少ない (塩化物イオン濃度が低い) めっき浴からの試料作製が低保磁力を得る観点からは有利であることがわかった。Fig.2 に XRD パターンとシェラーの式から算出した熱処理前後の試料の結晶粒径を示す。熱処理前の試料では、塩化物イオン濃度が低い時に粒径が小さくなる傾向が得られ、微細な粒径が as-plated 状態での低保磁力に寄与したと考えられる。また、塩化物イオン濃度が高いほど熱処理後の粒径は小さな値となった。これらの結果は、塩化物イオンが軟磁気特性やマイクロ構造に影響を与えることを示唆しており、その関連性については現在検討を継続している。

### 参考文献

- 1) T. Shimokawa *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **48** (2012) 2907.
- 2) T. Yanai *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **50** (2014) #200703.

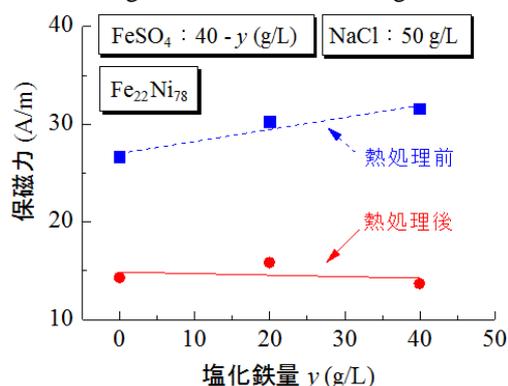


Fig.1 Coercivity of the as-plated  $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$  films and the annealed ones as a function of  $\text{FeCl}_2$  in the plating bath.

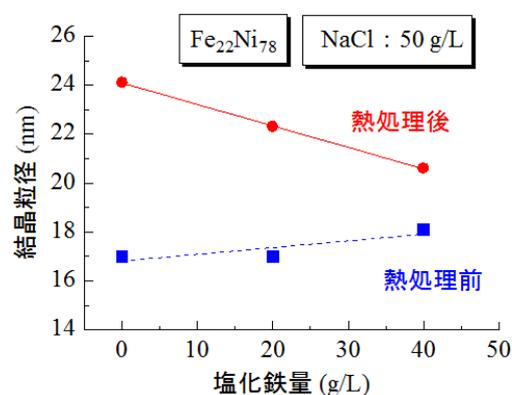


Fig.2 Grain sizes of the as-plated  $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$  films and the annealed ones as a function of  $\text{FeCl}_2$  in the plating bath.

## 高純度 Fe-(3-7)wt%Si 合金の磁気特性

中川翔太\*, 松山和樹\*, 佐々木巖\*, 開道力\*\*, 竹澤昌晃\*\*\*, 堀部陽一\*\*\*, 恵良秀則\*\*\*, 波多聡\*\*\*\*, 久保臣悟\*\*\*\*\*, 小川俊文\*\*\*\*\*

(\*九工大生命体, \*\*北九州高専, \*\*\*九工大工, \*\*\*\*九大総理工, \*\*\*\*\*鹿大研究推進機構, \*\*\*\*\*福岡県工技セ機電研)

Magnetic Properties on Fe-(3-7)wt%Si alloys using High Purity Metallurgy

S. Nakagawa, K. Matsuyama, I. Sasaki, C. Kaido, M. Takezawa, Y. Horibe, H. Era, S. Hata, S. Kubo, T. Ogawa

(\*\*\*\*\*Kyushu Inst. of Tech, \*\*Kitakyushu National Coll. of Tech., \*\*\*\*Kyushu Univ. \*\*\*\*\*Kagoshima Univ., \*\*\*\*\*MERI-FITC)

**はじめに** 珪素鋼板の特性向上の新たな指針を得るため、その母合金である Fe-Si 合金を高純度化し、特性を調べてきた。前報<sup>1)</sup>では高純度 Fe-(4-6)wt%Si 合金の磁気特性を中心に解析・考察し、さらに詳細を報告してきた<sup>2)3)</sup>。しかしながら、この組成範囲では商用化している Fe-3wt%Si との比較や最良の軟磁気特性を持つといわれている Fe-6.5wt%Si における高純度化の効果がわかっていない。本報告では、高純度 Fe-3wt%Si、Fe-6.5wt%Si および Fe-7wt%Si の試料を作製し、測定・解析することにより、珪素鋼板で議論される組成範囲での高純度化による効果を検討し、新たな特性向上策に資する事を目的とした。

**実験方法** 試料作製方法および磁気測定方法は前報<sup>1)</sup>と同じである。予め結晶方位解析した試料を Kerr 効果顕微鏡にて磁区挙動観察した。さらに Lorentz 電子顕微鏡により磁区挙動観察および結晶相同定を行った。

**実験結果** Table 1 に磁気測定より得られた保磁力、60 Hz におけるヒステリシス損、最大透磁率などの磁気特性を示す。軟磁気特性として 6.5wt%Si 含有試料が最も優れるだけでなく、高純度化により特性が向上している事もわかる。Si 量が 3wt%から 6wt%への増加に伴い軟磁気特性が一様に向上しない事も注目される。7wt%Si 含有試料は急激に透磁率が低下するものの、保磁力やヒステリシス損は 6.5wt%と同等であり、軟磁性材料として可能性があると言える。講演ではこれら磁気特性の詳細な解析や磁区の動的特性へ及ぼす影響なども議論する。

Table 1 Magnetic properties of high purity Fe-(3-7)wt%Si

| Si content | Coercivity<br>(A/m) | Hysteresis loss<br>(W/kg) | Max. permeability<br>( $\times 10^3$ H/m) |
|------------|---------------------|---------------------------|---|
| 3wt%       | 14.96               | 0.750                     | 8.14                                      |
| 4wt%       | 14.64               | 0.742                     | 7.87                                      |
| 5wt%       | 17.50               | 0.704                     | 7.05                                      |
| 6wt%       | 10.64               | 0.507                     | 9.96                                      |
| 6.5wt%     | 7.76                | 0.389                     | 36.80                                     |
| 7wt%       | 7.70                | 0.482                     | 3.56                                      |

**謝辞** 本研究の一部は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業課題として九州大学微細構造解析プラットフォームの支援を受けて実施されました。また、超高分解能走査電子顕微鏡を使用させていただいた鹿児島大学自然科学教育研究支援センター機器分析施設に感謝します。

### 参考文献

- 1) レイ チェら：第 38 回日本磁気学会学術講演概要集 2aE-7 (2014) p. 85
- 2) Z. Lei et al.: Physics Procedia, **75**, 695 (2015)
- 3) Z. Lei et al.: J. Magn. Soc. Jpn., **40**, 8 (2016)

## アモルファス FeSiB 薄膜への Nb 添加効果

武内雄輝, 藤原裕司, 神保睦子\*, 前田浩二, 小林正  
(三重大工, \*大同大)

Influence of Nb addition on magnetic properties of FeSiB thin films

Y. Takeuchi, Y. Fujiwara, M. Jimbo\*, K. Maeda, T. Kobayashi  
(Mie Univ., Daido Univ.)

## はじめに

アモルファス FeSiB 合金は高飽和磁化を示す軟磁性体であり, 薄膜ヨークの有望な材料である. しかし磁歪定数が大きく, 各種センサなどへの加工時に導入される応力により磁気特性の劣化が懸念される. FeSiB 薄膜では Nb の添加により磁歪定数が減少することが知られている<sup>2)</sup>. 本研究では Nb 組成を変化させた FeSiBNb 薄膜を作製し, その磁気特性, 構造を評価したので報告する.

## 実験方法

成膜にはDC・RFマグネトロンスパッタリング装置を使用した. 到達真空度は $5.0 \times 10^{-4}$ Pa以下であり, スパッタガス圧はAr0.43Paである. Fe<sub>77</sub>Si<sub>14</sub>B<sub>9</sub>合金上にNbチップを配置した複合ターゲットを使用し, Nbチップの数により組成を制御した. 基板にはSi(100)を使用しており, 液体窒素冷却した. 成膜中の液体窒素だまり下部の温度は約-10°Cであった. 膜厚は約300nmであり, 表面にはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>を20nm堆積させている. 細線状への加工はリフトオフにより行った. 磁化特性はVSM, 構造はXRD, 飽和磁歪定数は光てこ法で測定した. 磁区観察には偏光顕微鏡を用いた.

## 実験結果

図1にNb 0.0-10.0 at.%試料の保磁力 Hc の熱処理温度依存性を示す. As-dep.の試料では, 概ね Nb の増加とともに Hc は減少する傾向にある. どの試料も熱処理とともに Hc は減少し, 350°C から 550°C で最小値(Hcmin)を示している. これらの変化は, 成膜時に導入された応力が熱処理により緩和した結果であると考えられる. 飽和磁化 4πMs は Nb の増加にともない, 14kG から 8kG まで減少した. また, すべての試料において, 結晶化温度以下の熱処理では 4πMs に大きな変化は見られなかった.

図2は Hcmin の Nb 組成依存性である. 一部組成については, as-dep.試料の飽和磁歪定数λsも示している. Hcmin は Nb5.4at.%までは単調に減少しているが, 以降は大きな変化は見られない. また, λsも Hcmin と同様の傾向を示している. λsの変化は Inomataらが報告している結果と同様であり, 薄膜においても Nb がλsの低減に効果的であることがわかる. Hcmin と as-dep.試料のλsが同一の傾向を示しており, Nb 添加による Hcmin の減少は, as-dep.試料のλsに関係する可能性があるが, さらに検討が必要である.

当日は, 細線状に加工した薄膜の磁気特性, 偏光顕微鏡による磁区観察の結果もあわせて報告する予定である.

## 参考文献

- 1) K. Inomata et al.: J.Magn. Magn.Mater.,31-34 (1983)1577.

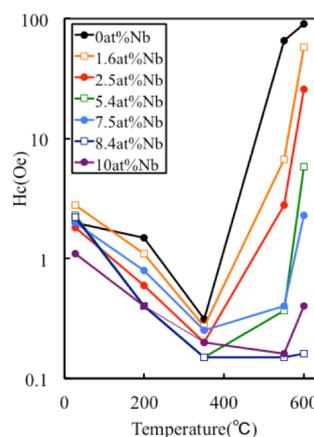


Fig. 1 Hc as a function of annealing temperature.

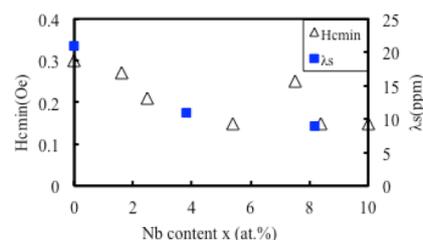


Fig.2 Hc of optimally annealed samples and λs of as-deposited samples as a function of Nb content.

# 酸溶液処理表面修飾によるFe系アモルファス合金粉の高抵抗被膜形成

藪 直希\*, 杉村 佳奈子\*, 佐藤 敏郎\*, 曾根原 誠\*, 水寄 英明\*\*,\*

(\*信州大学, \*\*長野県工業技術総合センター)

High resistive layer formation of Fe-based amorphous powder surface modified by acid solution process

N. Yabu\*, K. Sugimura\*, T. Sato\*, M. Sonehara\*, H. Mizusaki\*\*,\*

(\*Sinshu University, \*\*Nagano Prefecture General Industrial Technology Center)

## はじめに

近年、高速スイッチング・低 ON 抵抗の特徴を有する SiC/GaN パワーデバイスが注目されており、スイッチング周波数を MHz 帯以上に高周波化することで高効率と小型軽量を両立する DC-DC コンバータの実現が期待される。しかしながら、数百 kHz 帯 DC-DC コンバータに多用されているダストコアや Mn-Zn フェライトなどの磁心材料を MHz 帯スイッチングで使用することは困難であり、Ni-Zn フェライト以外に選択肢がないのが実情である。筆者らは、MHz 帯磁心材料として鉄系アモルファス合金粉（以下 Fe-AMO と記述）とエポキシ樹脂からなる鉄系メタルコンポジット磁心を提案した<sup>1)2)</sup>。磁心中の Fe-AMO 粒子を跨いで流れる渦電流の抑制を目的に、Fe-AMO 粒子表面の熱酸化被膜形成方法を確立した<sup>2)</sup>。本稿では、酸溶液処理表面修飾によって Fe-AMO 粒子表面を高抵抗化した手法について報告する。

## 実験方法

実験には水アトマイズ法で作製された平均粒径 2.57  $\mu\text{m}$  の Fe-AMO 粉末 (Fe-Si-B-C-Cr) を用いた。酸溶液処理は As-made Fe-AMO 粉末のリン酸処理および塩酸処理からなる。リン酸処理することで Fe-AMO 粒子表面から Fe が溶解し、リン酸鉄結晶が析出した。その後、塩酸処理することでリン酸鉄を溶解、除去した。リン酸水溶液の濃度は 0.25-6 [%]、処理時間は 6 h とした。塩酸水溶液の濃度は 2-5 [%]、処理時間は 0.5-4 [h] とした。

## 実験結果

Fig. 1 にリン酸処理を 5 %-6 h、塩酸処理を 5 %-4 h の条件で酸溶液処理した Fe-AMO 粒子（以下、溶液処理 Fe-AMO 粒子）の断面 SEM 像を示す。Fe-AMO 粒子表面に 2 層の被膜が形成されていることが確認できる。内側の被膜はリン酸処理、外側の被膜は塩酸処理により形成される。酸溶液処理表面修飾による Fe-AMO 粒子表面の高抵抗化は Fe ならびに Si の酸化物生成が寄与するとの考えに基づき、Fe-2p および Si-2p をターゲットにした XPS による表面分析をした。Fig. 2 に As-made Fe-AMO 粒子、溶液処理 Fe-AMO 粒子の XPS 分析結果を示す。As-made Fe-AMO 粒子では金属 Fe と Fe 酸化物ピーク、 $\text{Si}_2\text{O}_3$  に近い Si 酸化物ピークが観測される。リン酸処理によって金属 Fe ピークが消失し、Si 酸化物は  $\text{SiO}_2$  になる。その後の塩酸溶液処理によって Fe 酸化物由来のピークが消失すると共に  $\text{SiO}_2$  ピークが大きくなっていることが分かる。以上より、酸溶液処理表面修飾により Fe-AMO 粒子表面は  $\text{SiO}_2$  で覆われており、高抵抗被膜が形成されていることが示唆され、磁心材料とした場合に渦電流を抑制でき、鉄損が低減できると考えられる。

## 参考文献

- 1) R. Hirayama, et al., *Papers of Tech. Mtg. Magn. IEEJ*, MAG-16-240 (2016).
- 2) K. Sugimura, et al., *INTERMAG2017*, BU-05 (2017).
- 3) R. Alfontset, et al., *Appl. Surf. Sci.*, **70-71**, 222 (1993).

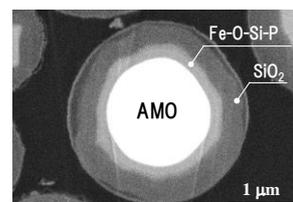
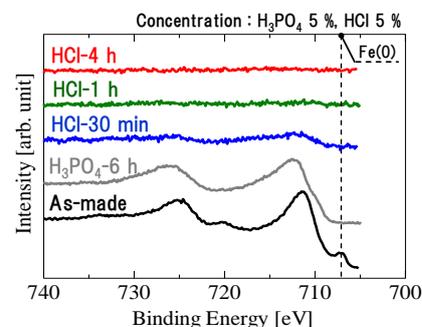
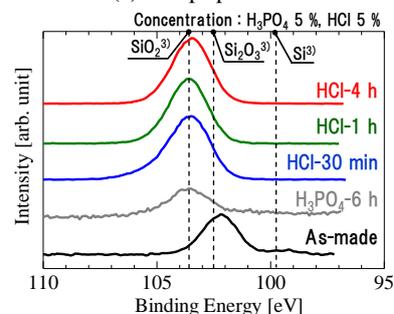


Fig. 1 Cross-sectional SEM image of surface-modified Fe-AMO particle by acid solution process.



(a) Fe-2p spectrum



(b) Si-2p spectrum

Fig. 2 XPS analysis results of surface-modified Fe-AMO particle by acid solution process.

# 裏面照射型 CMOS カメラによる広視野磁区観察装置の高性能化

○目黒 栄, \*斉藤 伸 (ネオアーク, \*東北大学)

Improvement of Wide Area Longitudinal Kerr Imaging System by Backside-illuminated CMOS Camera  
S. Meguro, \*S. Saito (Neark Corp., \*Tohoku Univ.)

**はじめに** 資源エネルギー問題, 地球温暖化問題の解決手段として省エネルギー機器の開発が求められている. モーターや変圧器によるエネルギーロス量は稼働数の多さから莫大な量であり, これらの高効率化は環境負荷低減に対して急務である. この課題に対しこれらデバイスに実用されるアモルファス箔帯や珪素鋼板の特性改善が重要である. 我々はこれらの磁性材料の磁化過程解析に有用な磁化方向検出機能を有する広視野磁区観察装置を開発してきた<sup>1,2)</sup>. この装置では縮小光学系とイメージインテンシファイア (I. I.) を用いることによりセンチメートルオーダーの視野と時間分解観察を可能とした. しかしながら I. I. は高価であり, 空間分解能および S/N が I. I. の性能に左右されることが難点であった. 最近, 高感度・大受光面の裏面照射型 (BSI) CMOS センサーを採用した工業用カメラが普及してきた. そこで BSI-CMOS カメラを用いることにより広視野磁区観察装置の広視野化, 高分解能化および高 S/N 化を行ったので報告する.

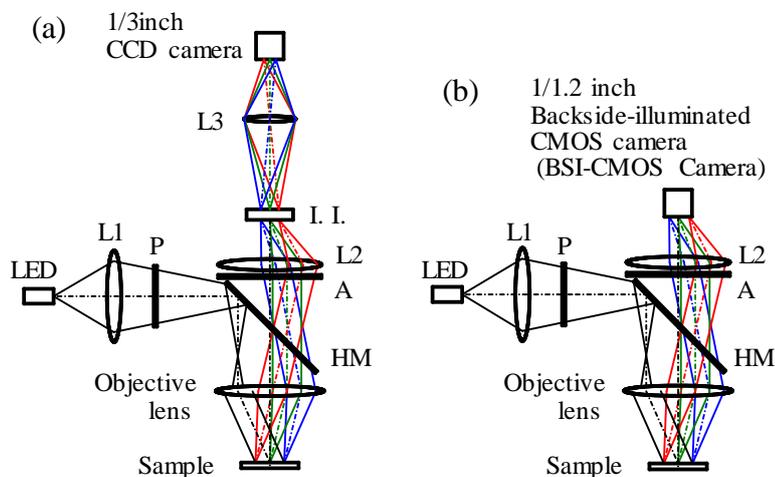
**光学設計** Fig. 1 に (a) 従来の I. I. を用いた光学系と (b) 開発した BSI-CMOS カメラによる光学系を示す. (a) の従来の光学系では CCD カメラの撮像面が 1/3 インチと小さいため, 対物レンズおよび結像レンズ L2 によって 2/3 倍に縮小された像を I. I. の受光面に結像させ, 出力像をリレーレンズ L3 によりさらに 2/3 倍に縮小し撮像している. 一方 (b) の今回開発した光学系では受光面 1/1.2 インチの BSI-CMOS カメラを採用することにより対物レンズおよび結像レンズ L2 によって形成された像を I. I. を用いることなく直接撮像している.

**観察例** Fig. 2 に観察用試料として表面状態の影響を排除するため 2.5 インチガラスディスクに成膜した微結晶 FeTaN 薄膜を用いた磁区観察結果を示す. Fig. 2 (a) は従来の光学系 (Fig. 1 (a)), Fig. 2 (b) は今回開発した光学系 (Fig. 1 (b)) により撮像した磁区像である. いずれも同一の磁区を観察しており, それぞれ, 100 枚の画像積算によりノイズ低減を図り, 飽和磁界印加像との差分処理によって磁区以外の情報の除去を行っている. 従来装置の視野が 14×10.5 mm であるのに対し, 開発装置の視野は 16.5×10.3 mm であり面積比で 17% 広視野化されている. また, 空間分解能は約 2 倍, S/N は約 4 倍向上していることが確かめられた.

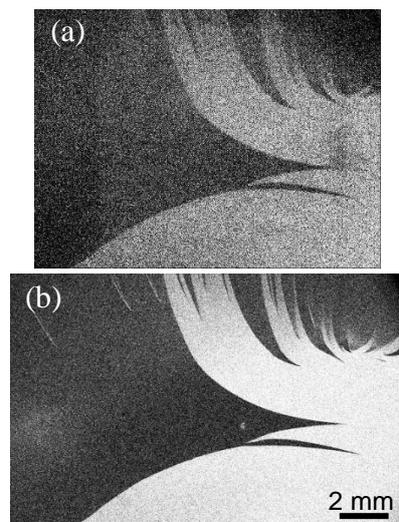
講演では時間分解観察に対する取り組みについても報告する予定である.

**参考文献**

- 1) S. Meguro, S. Saito, K. Akahane M. Takahashi et al., Ann. Conf. Magn. Soc. Jpn., 14pF-3 (2009), 7aF-10 (2010).
- 2) S. Meguro, K. Akahane, S. Saito, AIP Advances, 6, No. 5, 056504-1 – 056504-5 (2016).



**Fig. 1** Schematics of the wide area longitudinal Kerr imaging system of (a) CCD camera with I. I. system and (b) BSI-CMOS camera system, respectively



**Fig. 2** Domain images for the FeTaN thin film without field obtained by (a) CCD-camera with I. I. system and (b) BSI-CMOS camera system, respectively.

# Fe<sup>2+</sup>-Ti<sup>4+</sup>, 及び Al<sup>3+</sup>置換した BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> の作製及び磁気特性

米沢豊志、柿崎浩一、神島謙二

(埼玉大学)

Synthesis and magnetic properties of Fe<sup>2+</sup>-Ti<sup>4+</sup> and Al<sup>3+</sup> substituted BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>

A. Yonezawa, K. Kakizaki, K. Kamishima

(Saitama Univ.)

## 1. 緒言

M型Baフェライト(BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>)は、永久磁石材料として用いられている。この結晶構造はRブロック((BaFe<sub>6</sub>O<sub>11</sub>)<sup>2+</sup>)とSブロック((2Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)<sup>2+</sup>)の積層構造で記述でき、その構造は非常に安定で2つのFe<sup>3+</sup>を2価、4価の遷移金属イオンによって置換できる<sup>1)</sup>。本研究ではFe<sup>2+</sup>-Ti<sup>4+</sup> およびAl<sup>3+</sup>でFe<sup>3+</sup>を置換したM型Baフェライトを作製し、その磁気特性を調査した。

## 2. 実験方法

原料粉(BaCO<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)をRブロック組成(BaTi<sub>2</sub>Fe<sub>4-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>11</sub>)となるように秤量した。それらを湿式混合し、1200℃で焼成した。焼成した試料を遊星ボールミルを用いて微粉碎した。このRブロック原料とSブロック原料のマグネタイトを秤量し、24時間湿式混合した。混合粉末を加圧成形して石英管に封入し(0.5 Pa)、1300℃で本焼成を行った。結晶構造を粉末X線回折法で同定し、磁気特性は振動試料型磁力計(VSM)と超伝導量子干渉型(SQUID)磁束計を用いて測定した。

## 3. 結果および考察

1300℃で本焼成した試料のX線回折図を図1に示す。xが0~4の範囲でM型結晶構造単相の試料が得られた。

室温で測定した磁化曲線を図2に示す。x=0, 1, 2の試料の磁化は飽和していない。非磁性イオンであるTi<sup>4+</sup>が化学式あたり0.7個以上入るとコリニアな磁気構造が崩れ始める<sup>1)</sup>。今回作製したx=0の試料においては化学式あたり2個のTi<sup>4+</sup>が入っているため、コリニア性が低下し、高磁場磁化率が増大したものと考えられる。一方、x=3, 4の試料では高磁場磁化率は減少した。これはAl置換によって飽和磁気モーメントが減少するとともに、Tiイオンの分布が変化し、コリニア性が変化したと考えられる。

図3に化学式あたりの磁気モーメントの値を示す。upスピンスイトに非磁性イオンが入ると、磁気モーメントは低下する。今回作製した試料において、Al<sup>3+</sup>の置換量が増加するにつれて磁気モーメントは低下している。これはAl<sup>3+</sup>がupスピンスイトに指向して入るものと考えられる。

## 4. 参考文献

1) X. Batlle *et al.*, J. Appl. Phys., Vol. 70 (1991) 1614

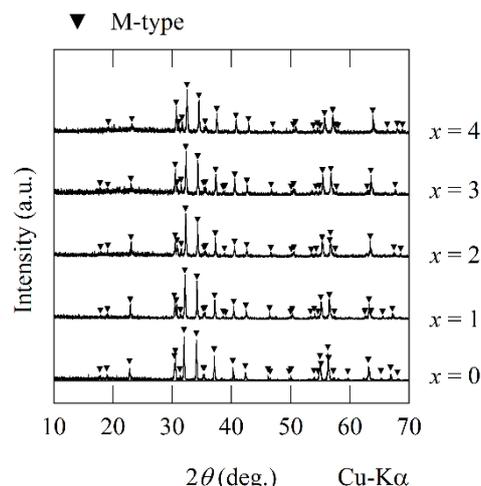


図1 BaTi<sub>2</sub>Fe<sup>2+</sup><sub>2</sub>Fe<sub>8-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>19</sub> の X 線回折

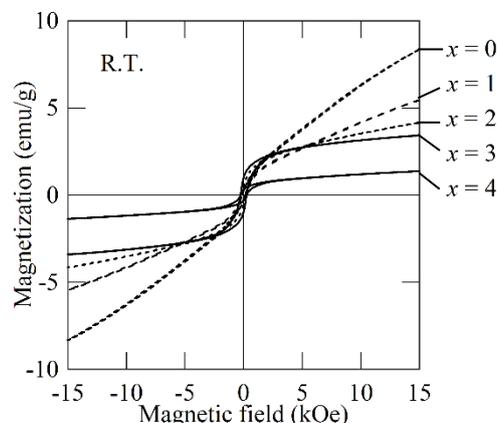


図2 BaTi<sub>2</sub>Fe<sup>2+</sup><sub>2</sub>Fe<sub>8-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>19</sub> の磁化曲線

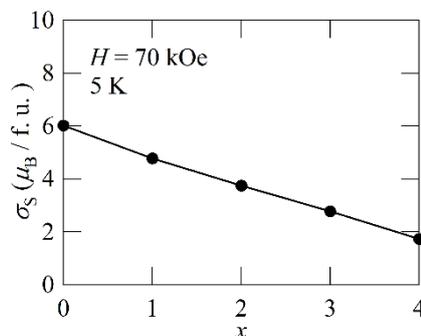


図3 BaTi<sub>2</sub>Fe<sup>2+</sup><sub>2</sub>Fe<sub>8-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>19</sub> の化学式あたりの磁気モーメント

# 結晶方位の異なる MgO 基板上に形成した エピタキシャル Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> 合金薄膜の磁歪挙動

芹澤伽那<sup>1</sup>・川井哲郎<sup>1</sup>・大竹充<sup>1,2</sup>・二本正昭<sup>1</sup>・桐野文良<sup>3</sup>・稲葉信幸<sup>4</sup>  
(<sup>1</sup>中央大, <sup>2</sup>工学院大, <sup>3</sup>東京藝大, <sup>4</sup>山形大)

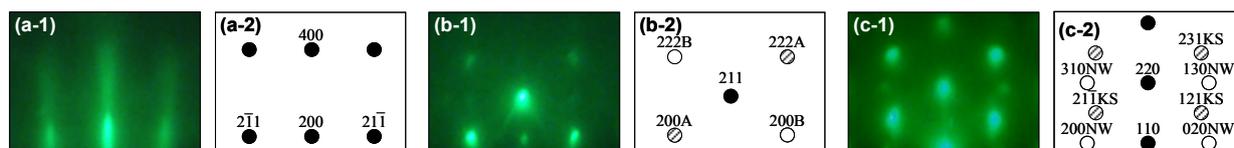
Magnetostriction Behaviors of Epitaxial Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> Alloy Thin Films Formed on MgO Substrates with Different Orientations  
Kana Serizawa<sup>1</sup>, Tetsuroh Kawai<sup>1</sup>, Mitsuru Ohtake<sup>1,2</sup>, Masaaki Futamoto<sup>1</sup>, Fumiyoshi Kirino<sup>3</sup>, and Nobuyuki Inaba<sup>4</sup>  
(<sup>1</sup>Chuo Univ., <sup>2</sup>Kogakuin Univ., <sup>3</sup>Tokyo Univ. Arts., <sup>4</sup>Yamagata Univ.)

**はじめに** Fe-Co 合金は代表的な軟磁性材料であり、磁気ヘッドやセンサなどの磁気応用デバイスで活用されている。デバイスの可能性検討では基本物性を正確に把握することが重要であり、基板結晶に対して方位制御が可能なエピタキシャル膜を用いて調べることが有効である。磁歪は基本磁気物性のひとつであり、デバイス性能に影響を及ぼす。これまで、多結晶 Fe-Co 膜の磁歪特性は報告されているが、エピタキシャル膜の磁歪は殆ど知られていない。本研究では、結晶方位の異なる MgO 基板上に Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> (at. %) 合金膜をエピタキシャル成長させ、回転磁界中における磁歪挙動の解析を行った。

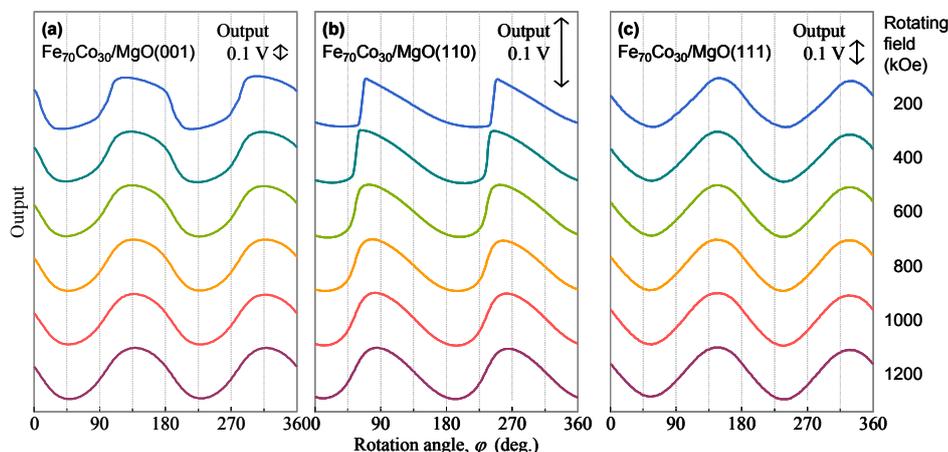
**実験方法** 膜形成には超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を使用した。MgO(001), (110)単結晶基板、および、50 nm 厚の MgO(111)層をヘテロエピタキシャル成長させた Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)単結晶基板を用い、これらの基板上に基板温度 300 °C で 100 nm 厚の Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> 膜を形成した。構造評価には RHEED および XRD、磁化曲線測定には VSM、磁歪測定には片持ち梁法を用いた。

**実験結果** Fig. 1(a-1)~(c-1)に MgO(001), MgO(110), MgO(111)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)基板上に形成した Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> 膜の RHEED パターンを示す。それぞれ、Fig. 1(a-2)~(c-2)に示すような bcc(100), bcc(211), bcc(110)表面に対応する回折パターンが現れており、エピタキシャル成長していることが分かる。RHEED 解析から決定した結晶方位関係は Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub>(100)[011] || MgO(100)[001], Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub>(211)[1 $\bar{1}\bar{1}$ ], [111] || MgO(110)[1 $\bar{1}\bar{0}$ ], Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub>(110)[001]<sub>NW</sub>, [1 $\bar{1}\bar{1}$ ]<sub>KS</sub> || MgO(111)[1 $\bar{1}\bar{0}$ ]である。MgO(100)基板上では(100)単結晶膜、MgO(110)基板上では面垂方向に互いに 180°回転した方位関係を持つ(211)双結晶膜、MgO(111)基板上では Nishiyama-Wasserman (NW) と Kurjumov-Sachs (KS) と同様な方位関係を持つ 9 つのバリエーションから構成される(110)複合エピタキシャル膜が形成されていることが分かった。磁化曲線測定を行ったところ、(100)単結晶および(211)双結晶膜に対してはそれぞれ 4 および 2 回対称の面内磁気異方性が現れたのに対し、(110)複合エピタキシャル膜に対してはほぼ等方的な磁化曲線が観察された。Fig. 2 に回転磁界中で測定した磁歪の出力波形を示す。bcc(001)および(211)膜の場合、低磁界では、磁気異方性により印加磁界方位と磁化方向に角度差が生じ<sup>1)</sup>、波形が歪む傾向が認められ、磁界の増加に伴い、磁化が磁界方向に追従し、正弦波が観察されている。一方、bcc(110)膜に対しては、低磁界から高磁界まで正弦波が観察されている。当日は磁歪波形と磁気異方性の関係について詳細に議論する。

1) T. Kawai, T. Aida, M. Ohtake, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **39**, 181 (2015).



**Fig. 1** (a-1)–(c-1) RHEED patterns observed for Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> films formed on MgO substrates of (a-1) (100), (b-1) (110), and (111) orientations. (a-2)–(b-2) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (a-2) bcc(100), (b-2) bcc(211), and (c-2) bcc(111) surfaces.



**Fig. 2** Output waveforms of magnetostriction measured for Fe<sub>70</sub>Co<sub>30</sub> epitaxial films of (a) (001), (b) (211), and (c) (110) orientations measured under different rotating magnetic fields.