

研究種目：若手研究（スタートアップ）

研究期間：2007～2008

課題番号：19860043

研究課題名（和文） 機能性合金薄膜の弾性と磁性に関する系統的研究

研究課題名（英文） Study on magnetism and elasticity of alloy thin films

研究代表者

中村 暢伴（NAKAMURA NOBUTOMO）

大阪大学・大学院基礎工学研究科・助教

研究者番号：50452404

研究成果の概要：ハードディスクなどの磁気記録媒体の記録密度を飛躍的に向上させる技術として垂直磁気記録が提案されており、これを実現する材料として FePt 合金薄膜が注目されている。本研究では独自に考案した超音波計測法を用いて FePt 合金薄膜の弾性定数を測定し、磁気特性との相関を見出すことで FePt 合金薄膜の特異な磁気特性の起源を探究する。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	1,360,000	0	1,360,000
2008 年度	1,350,000	405,000	1,755,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,710,000	405,000	3,115,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：弾性定数、FePt 合金、磁性、超音波計測

1. 研究開始当初の背景

ハードディスクに代表される磁気記録媒体の記録密度は 1990 年代以降急激な速さで増加しており、現在の面内磁気記録方式の理論的な記録密度の上限に近づきつつある。そこで、更なる記録密度の増加を実現するために垂直磁気記録方式が注目されている。磁気記録では磁性薄膜を小さな領域（磁区）に分割して、各磁区の磁気モーメントの向きを制御することによってデジタル情報を記録している。従来の面内磁気記録方式では各磁区を面内方向に沿って磁化させることで磁気記録を行っていたが、磁化方向を面直方向に向ける（垂直磁気記録）ことで記録密度を飛

躍的に増加させることができる。

垂直磁気記録を実現する上で必要不可欠なのが面外方向に容易磁化軸を有する強磁性体薄膜である。Fe や Co を始めとする多くの強磁性体薄膜では、容易磁化軸の向きが必ず面内方向となる。ところが、FePt 規則合金や Co/Pt 超格子薄膜など一部の磁性薄膜では容易磁化軸の向きが面直方向になるため、垂直磁気記録の基盤材料として注目されている。これらの磁性材料の中でも FePt 合金は特に強い面外磁化を示すことから、実用化に向けての研究が盛んに行われている。

2. 研究の目的

一般に薄膜内に微小欠陥が存在すると薄膜の機能や信頼性、寿命などが低下するため、薄膜内の微小欠陥の非破壊検査手法の確立は重要な命題である。ここで、薄膜の弾性定数は微小欠陥の存在に対して敏感に変化するため、弾性定数を測定することができれば薄膜の健全性を評価することが可能になる。さらに、磁性薄膜においては磁氣的性質も内部構造に敏感であるため、弾性と磁性は内部構造を介して相関を示すはずであり、弾性定数を測定することで磁氣的性質の評価を行うこともできる。ところが、薄膜の弾性定数計測はその形状の制約のために困難であり、これまでに磁性薄膜の弾性と磁性の関係を調べた研究はない。そこで、申請者は新たに考案した超音波計測法を用いて磁性薄膜の弾性定数を測定し、弾性と磁性の関係を系統的に解明することを目的とする。この手法は非接触での測定が可能であるため、高い精度で弾性定数を決定することができる。さらに、デバイスの生産ラインに組み込むことによって製品の全品検査を実現することも可能である。従って、磁性薄膜の弾性と磁性の関係を解明することは学術的に興味深いだけでなく、デバイスの信頼性向上と歩留まりの低下にも貢献することになる。

これまでの研究からFePt合金薄膜は室温で成膜されたままでは不規則構造を有しており面外磁化を示さないが、700°C程度の熱処理を施すことによってL1₀規則構造となり、強い面外磁化を示すようになることが知られている。弾性定数は原子間の結合力を反映した物理量であるため、このような構造の変化は弾性的性質に対しても影響を及ぼすことになる。その結果、磁性薄膜の弾性定数と磁性は相関を示すであろうことは容易に推測することができる。ところが、先述のように弾性と磁性の関係は学術的にも実用的にも興味深いにも関わらず、両者の関係を調べた研究は申請者の知る限りでは存在しない。以上の点を踏まえて、本研究ではFePt合金薄膜の弾性定数と磁性との関係を解明し、そのメカニズムの解明を目指す。

3. 研究の方法

(1)スパッタリング法による成膜

本研究ではFeとPtを同時に基板上に成膜することによってFePt合金薄膜を作成する。成膜中の基板温度を室温から700°Cの間で変化させて成膜することで、規則・不規則FePt合金薄膜を作成した。

(2)X線回折による構造解析

成膜された合金薄膜の結晶構造を同定にはX線回折測定を用いる。

(3)ピコ秒超音波とX線反射率法による弾性定数計測

薄膜の弾性定数測定は形状の制約のために極めて困難であるが、申請者らのグループが提案する手法では膜厚が5nm~100nm程度の薄膜に対しても弾性定数を決定することができる。本手法ではフェムト秒パルスレーザー（パルス幅が100 fs）を用いて薄膜内にGHz帯の超音波を励起し、その伝ば速度から弾性定数を決定する。具体的には基板上に成膜された薄膜表面に極短時間だけレーザー光（励起光）を照射すると、局所的な温度上昇を生じ、これが音源となって薄膜表面でパルス波が励起される。このパルス波は膜厚方向に伝ばし、基板との界面で反射して薄膜表面に再び到達する。この一往復に要する時間は薄膜の密度と膜厚および膜厚方向の変形に寄与の大きい弾性定数（ C_{33} ）の関数として表すことができる。従って、伝ば時間を測定することによって弾性定数を決定することができる。

パルス波の検出には、励起光とは異なるレーザー光（検出光）を用いる。検出光を試料表面に照射し、試料表面で反射した検出光の振幅を測定すると、試料表面のひずみによって反射率（振幅）が変化する。従って励起光に対する遅延時間を変えながら反射光の振幅を測定することで薄膜表面に到達したパルス波を検出することができる。薄膜の弾性定数測定では、膜厚を正確に把握する必要があり、本研究ではX線反射率法を用いて膜厚を決定した。

4. 研究成果

(1)エピタキシャルFePt合金薄膜の成膜

本研究では、最初に同時スパッタリング法によるFePt合金薄膜の成膜条件を決定した。基板にはMgO(001)を使用した。FeとPtの成膜速度と成膜中の基板温度を変化させて複数の種類のFePt合金薄膜を成膜し、それぞれの薄膜に対してX線回折測定を行い結晶構造を確認することで最適な成膜条件を決定した。その結果、基板温度が700°Cのときに(001)面が膜厚方向に配向したL1₀-FePt規則合金がエピタキシャル成長し、400°Cのときに不規則FePt合金がエピタキシャル成長することが確認された。

(2)ピコ秒超音波による弾性定数計測

先の実験で決定した成膜条件で規則・不規則FePt合金薄膜を成膜し、弾性定数を測定した。超音波の励起と検出にはそれぞれ波長が800nmと400nmのレーザー光を使用した。ピコ秒超音波で測定されたパルス波の伝ばの様子をFig. 1に示す。Fig. 1の横軸は時間

を、縦軸は検出用レーザー光の反射強度の変化の様子である。13ps で急激な反射強度の変化が観測されたが、これは薄膜表面でパルス波が励起されたことを示している。その後、等時間間隔で複数のピークが見られるが、これはパルス波が膜厚方向に伝ばして基板との界面で反射し、薄膜内で多重反射していることを表わしている。従って、ピークの間隔からパルス波が薄膜内を一往復するのに要する時間を決定することができる。

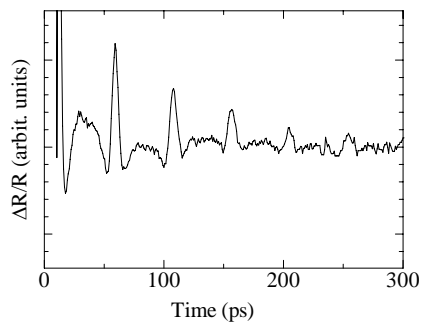


Fig. 1 ピコ秒超音波法で検出されたレーザー光の反射率強度の変化

X 線反射率法で計測した膜厚と、ピコ秒超音波で計測した伝ば時間から決定した弾性定数を Fig. 2 に示す。この結果より、不規則合金から規則合金に変化することで弾性定数が大きくなることが示された。不規則合金に比べて規則合金の弾性定数が大きいことは、これまでに理論的に推測されてきたが、本研究では同様の結果が得られ、理論計算の妥当性を裏付ける結果となった。本結果の妥当性を検証するためにも、今後も引き続き FePt 合金薄膜の弾性定数を計測し、実験の再現性を確認する。

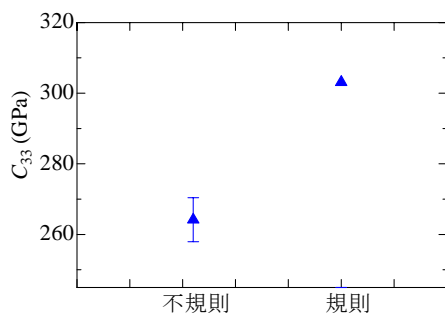


Fig. 2 規則、不規則 FePt 合金薄膜の弾性定数

(3) 弾性と磁性の関係

FePt 合金薄膜に対して SQUID を用いて面内・面外磁化測定を行い、磁気異方性エネルギーを算出した。この結果、規則合金薄膜の弾性定数と磁気異方性エネルギーが不規則

合金薄膜のそれに比べて大きいことが明らかとなり、弾性定数の大きい FePt 合金薄膜ほど磁気異方性エネルギーが大きい (HDD の材料として有望である) ことが分かった。

弾性定数と磁気異方性エネルギーの相関を引き起こす要因としては $L1_0$ -FePt 合金薄膜の c 軸方向の格子定数が a 軸方向のそれに比べて小さいことが考えられる。弾性定数は原子間の結合力を反映した物性値であり、一般に原子間距離が小さくなると弾性定数は大きくなる。従って、 $L1_0$ -FePt 合金薄膜では c 軸方向の原子間距離が小さくなったために弾性定数が大きくなったと推測される。また磁性に関しては、FePt 合金と同じ $L1_0$ 構造を有する FePd 合金と比較して考える。FePd 合金も FePt 合金と同様に面外磁化を示すことが知られており、 c 軸方向の格子定数は a 軸方向のそれよりも小さい。従って、 $L1_0$ -規則合金では c 軸方向の原子間距離が小さいことが面外磁化の発生に寄与していると考えられる。このように考えると、弾性定数と磁性の相関には a 軸方向と c 軸方向の格子定数の違いが影響していると推測される。

(4) まとめ

本研究では $L1_0$ -FePt 合金薄膜の弾性定数を初めて測定するとともに、弾性と磁性の関係を実験によって明らかにした。磁性薄膜の弾性と磁性に関する研究はこれまでほとんど行われておらず、本研究で得られた成果は新たな研究分野開拓の足がかりとなると期待される。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① N. Nakamura, A. Uranishi, T. Shagawa, H. Ogi, M. Hirao, and M. Nishiyama, *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, **2**, 1420-1426 (2008). (査読有り)

[学会発表] (計 5 件)

- ① 中村暢伴、”ピコ秒超音波によるエピタキシャル薄膜の弾性特性評価”、第 56 回応用物理学関係連合講演会、2009 年 3 月 30 日、筑波大学。
- ② N. Nakamura, “Elastic constant of nanofilms”, 2009 International Congress on Ultrasonics, January 13, 2009, Snatiago, Chile.
- ③ 加計陽介、”ピコ秒レーザー超音波法によるエピタキシャル Pt 薄膜の弾性定数測定”、日本機械学会 2008 年度年次大会、2008 年 8 月 4 日、横浜国立大学。

- ④ N. Nakamura, "Annealing Effect on Elastic Constant of Ultrathin Films Studied by Acoustic-Phonon Resonance Spectroscopy", 1st International Symposium on Laser Ultrasonics, July 17, 2008, Montreal, Canada.
- ⑤ N. Nakamura, "Laser-Induced Coherent Acoustic Phonons for Measuring Elastic Constants of Ultra-Thin Films", 2008 M&M International Symposium for Young Researchers, March 10, 2008, Wakayama.

[その他]

受賞

日本機械学会 材料力学部門 優秀講演表彰、中村暢伴、“Laser-Induced Coherent Acoustic Phonons for Measuring Elastic Constants of Ultrathin Films”、M&M 若手研究者による国際シンポジウム (2008)。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中村 暢伴 (NAKAMURA NOBUTOMO)

大阪大学・大学院基礎工学研究科・助教

研究者番号：50452404

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者