

氏 名	渡 邊 雅 人
授 与 学 位	博 士 ( 工 学 )
学位授与年月日	平成 4 年 3 月 27 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 1 項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 精密工学専攻
学 位 論 文 題 目	FePt/Pt 人工格子薄膜の磁気光学特性に 関する研究
指 導 教 官	東北大学教授 藤森 啓安
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 藤森 啓安      東北大学教授 加藤 正名 東北大学教授 滝本 昇      東北大学教授 脇山 徳雄

## 論 文 内 容 要 旨

### 第 1 章 序 論

現在 TbFeCo 系アモルファスを用いた光磁気記録システムが実用化されており、更にオーバーライト可能な光磁気ディスクも実用化されようとしている。しかし画像記録などを行うことを想定した場合には現在の記憶容量では不十分なため光磁気記録のよりいっそうの高密度、大容量化が望まれるようになって来ている。高密度化のためには短波長光源を使用しレーザー光の回折限界を向上させる必要があるため、記録材料として Co/Pt 人工格子など短波長領域で磁気光学効果の大きな材料の研究が最近盛んに行われるようになってきている。

以上のような観点から本研究では FePt 規則合金の性質に着目した。FePt 規則合金は 400nm 以下の短波長領域で磁気カー回転角が大きく、また [001] 軸方向への大きな結晶磁気異方性も有しているため、配向性を制御することができれば垂直磁化膜を得ることができる。本研究では FePt 規則合金の配向性を制御するために Pt と人工格子化する方法をとることにした。FePt 規則合金と Pt の組合せは格子整合性がよく (格子不整合約 0.5%) また界面での格子歪は FePt の [001] 軸が膜面垂直を向いて規則化するように働くと期待される。更に Pt はスピン軌道相互作用の大きな元素であるため界面での Pt の磁気分極が磁気光学効果を増強すると考えられ、基礎と応用の両面から見て興味深い。本研究では FePt 規則合金の配向性を制御し結晶磁気異方性に基づく垂直磁化膜を実現し、その磁気特性と光磁気特性を調べて光磁気記録材料としての可能性を探ることを目的と

した。

## 第2章 実験方法

試料作製には多元イオンビームスパッタ法を用いた。基板は配向性の制御のため MgO (100) 単結晶基板を用い、基板温度は FePt 規則合金の規則化を促進するため 600°C とした。また比較のため石英基板上にも同時に人工格子を作製した。最初に基板上に Pt 1000 Å のバッファ層を蒸着した後人工格子を成長させた。Pt 層厚 ( $d_{Pt}$ ) は 20 Å から 100 Å まで FePt 層厚 ( $d_{FePt}$ ) は 10 Å から 200 Å までそれぞれ変化させた。積層回数は 5 回から 45 回まで変えた。最表面層は全て FePt 層とした。構造解析には回転対陰極型ディフラクトメータ (CuK  $\alpha$ ) を、磁化測定には振動試料型磁力計と量子干渉型磁力計を、磁気異方性の測定にはトルク磁力計をそれぞれ用いた。磁気カー効果の測定はすべて膜面側より室温で行った。磁気カー回転角  $\theta_k$  と楕円率  $\eta_k$  スペクトルは円偏光変調法を用いて 200 nm から 1000 nm の波長範囲で測定した。

## 第3章 FePt/Pt 人工格子薄膜の X 線回折による構造解析

低角領域における X 線回折パターンから人工格子の人工周期性が調べられた。 $d_{FePt} = 45 \text{ \AA} \sim 65 \text{ \AA}$ ,  $d_{Pt} = 50 \text{ \AA}$  の場合を除いて人工周期に対応するブラッグピークがかなり高次 (最大 26 次) まで観測され高い基板温度にも関わらず良好な人工周期性が確認された。しかし  $d_{FePt} = 45 \text{ \AA} \sim 65 \text{ \AA}$ ,  $d_{Pt} = 50 \text{ \AA}$  の場合だけはピークが全く確認されず人工周期性が失われていることが分かった。この構造的異常は後に述べる様に磁気特性と光磁気特性にも影響を与えている。

高角領域の X 線回折からは人工格子の結晶配向性が調べられた。MgO 基板上の人工格子の場合には (002) 面あるいは (200) 面に対応するピークが、石英基板上の場合には (111) 面に対応するピークが最も強く観測された。構造異常を起こす領域を除くと人工周期性に起因するサテライトピークが 4 次まで観測された。人工格子の (001) 面に対応するピークの格子面間隔の  $d_{FePt}$  依存性を FePt (001) 面と Pt (100) 面の格子定数を仮定したステップモデルから計算された格子面間隔の  $d_{FePt}$  依存性と比較した結果、MgO 基板上の人工格子は構造異常が起きる領域を除いて膜面垂直に [001] 軸配向していることが分かった。また人工格子のロッキングカーブの半値幅は  $1^\circ$  以下となり、かなり結晶性が良好なことが分かった。

## 第4章 FePt/Pt 人工格子薄膜の磁気特性

低温における MgO 基板上人工格子の FePt 層総体積当たりの飽和磁化を調べた結果、構造異常を生じる領域を除いて FePt 規則合金の文献値を超えることが分かった。この飽和磁化の増大の原因は界面での Pt の磁気分極あるいは界面拡散によって生じた Pt 過剰 FePt 合金の存在によるものと考えられる。

キュリー点  $T_c$  の  $d_{FePt}$  依存性を調べた結果、 $d_{FePt}$  が 40 Å 以下で急速に  $T_c$  が低下し始め熱磁気記録を行える 200°C 以下の値が得られることが分かった。

室温におけるヒステリシスループとトルク曲線の測定の結果、構造異常を生じる領域を除いた

MgO 基板上人工格子は全て膜面垂直方向が容易軸である垂直磁化膜であることが分かった。更にトルク曲線から Miyajima らの方法で一軸異方性定数  $K_U$  の評価を行った。図 1 に人工格子の  $K_U$  の  $d_{FePt}$  依存性を示す。構造異常を生じる領域を除くと膜面垂直に  $[001]$  軸が優先配向した MgO 基板上の場合には  $K_U > 0$  の垂直磁化なのに対し,  $[111]$  軸が優先配向した石英基板上の場合には  $K_U < 0$  の面内磁化となっていることが分かる。従って MgO 基板上の人工格子は  $[001]$  軸配向した FePt 層の結晶磁気異方性に起因して垂直磁化膜となっていることが分かる。また垂直磁化となっている時の人工格子のビッターパターンを調べた結果, ストリップ磁区を確認できた。

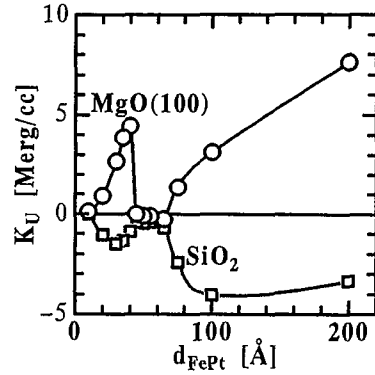


図 1 FePt ( $d_{FePt}$  Å)/Pt (50 Å) 人工格子の一軸異方性定数  $K_U$  の  $d_{FePt}$  依存性

## 第 5 章 FePt/Pt 人工格子薄膜の光磁気特性

633nm の波長での  $\theta_k$  ヒステリシスループの測定から MgO 基板上 FePt ( $d_{FePt}$  Å)/Pt (50 Å) 人工格子の角型比と飽和磁場及び保磁力の  $d_{FePt}$  依存性を調べた。この時全体膜厚は1200Å以上である。 $d_{FePt}$  が50Å以上の時には角型比は小さく飽和磁場は大きい,  $d_{FePt}$  が50Åより小さい場合には角型比は大きく飽和磁場は小さくなり角型性が急速に改善されてくる。一方, 保磁力は構造異常を生じる領域の前後の  $d_{FePt} = 30$  Å, 40 Å, 65 Å と 75 Å で大きくなり約11000e の値が得られる。応用上の面からは100%の角型比と大きい保磁力が要求されるので  $d_{FePt}$  が30Å付近が適していることが分かる。また Co/Pt 人工格子の場合に全膜厚を薄くすると単磁区状態となり角型比100%

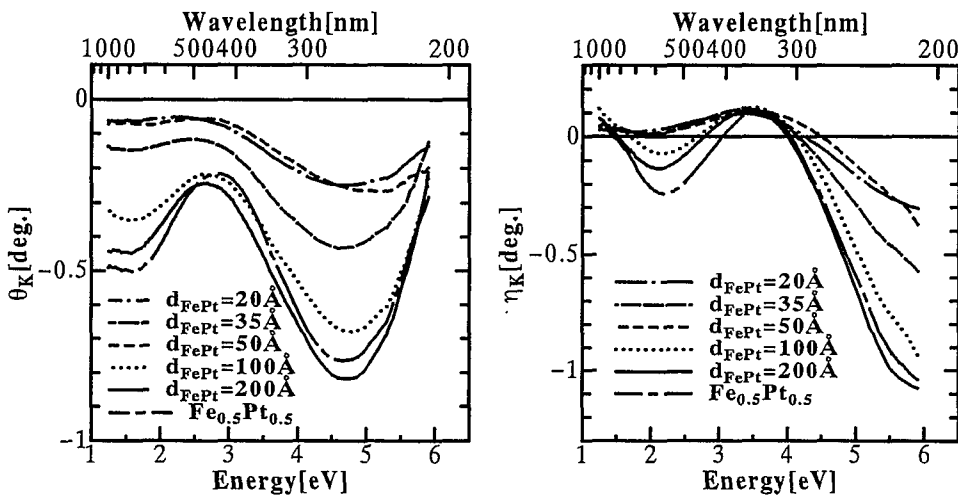


図 2 FePt ( $d_{FePt}$  Å)/Pt (50 Å) 人工格子の磁気カー回転角  $\theta_k$  と磁気カー楕円率  $\eta_k$  スペクトル

が得られることが知られているため、本研究では  $d_{\text{FePt}} = 30 \text{ \AA}$ ,  $d_{\text{Pt}} = 50 \text{ \AA}$  に層厚を固定し全膜厚を薄くしていった時の  $\theta_k$  ヒステリシスループの変化を調べた。全膜厚が  $200 \text{ \AA}$  以上の厚い時には角型比は全て約60%でほとんど変化しなかったが、全膜厚を  $190 \text{ \AA}$  まで薄くした時に100%近くの角型比が得られた。保磁力は全膜厚の減少と共に減少する傾向が見られた。

図2に  $\text{MgO}$  基板上  $\text{FePt} (d_{\text{FePt}} \text{ \AA}) / \text{Pt} (50 \text{ \AA})$  人工格子の  $\theta_k$  と  $\eta_k$  スペクトルを  $\text{FePt}$  規則合金膜の場合と比較して示す。短波長側での  $\theta_k$  の大きさは  $d_{\text{FePt}}$  が大きい程大きくなる傾向が見られ、特に  $d_{\text{FePt}} = 200 \text{ \AA}$  の場合には  $\text{FePt}$  合金膜の値よりも大きくなっており約  $-0.8^\circ$  の値が得られている。 $\eta_k$  の場合も  $d_{\text{FePt}} = 200 \text{ \AA}$  の時に短波長領域で合金膜よりも大きな値が得られた。この  $\theta_k$  と  $\eta_k$  の増強の原因としては多重反射の効果あるいは界面拡散で生じる  $\text{Pt}$  過剰  $\text{FePt}$  合金の存在あるいは  $\text{Pt}$  の磁気分極の効果などが考えられる。しかし仮想光学定数の方法によるシミュレーション結果によると人工格子の  $\theta_k$  と  $\eta_k$  は  $\text{FePt}$  合金膜の場合よりも常に小さくなり、また人工格子のスペクトルは  $\text{Pt}$  過剰  $\text{FePt}$  合金の場合とも形状が異なるため、人工格子の  $\theta_k$  と  $\eta_k$  の増強は多重反射の効果や界面合金層の存在によるものではなく  $\text{Pt}$  の磁気分極によるものと思われる。 $\theta_k$ ,  $\eta_k$  スペクトル共に  $d_{\text{FePt}} = 200 \text{ \AA}$  と  $100 \text{ \AA}$  の場合にはほぼ  $\text{FePt}$  合金膜と同じスペクトル形状を示しているが、 $d_{\text{FePt}}$  が  $50 \text{ \AA}$  以下の場合には長波長側のピークが急に小さくなり構造異常を境にしてスペクトル形状に違いが見られることが分かる。磁気カー回転角とホール角の関係においても  $d_{\text{FePt}} \geq 65 \text{ \AA}$  の場合と  $d_{\text{FePt}} \leq 55 \text{ \AA}$  の場合の2つの直線関係に分かれる結果が得られており、構造異常が生じる  $d_{\text{FePt}} = 50 \text{ \AA}$  付近の領域を境にして電子状態が異なっている可能性が考えられる。

## 第6章 FePt/Pt人工格子薄膜の構造異常とそれに伴う磁気特性と光磁気特性の異常

本章では構造異常とそれに関連した磁気特性と光磁気特性の異常について述べる。 $\text{Fe-Pt}$  合金には  $\text{FePt}_3$  と  $\text{FePt}_{2.2}$  という2つの反強磁性相の存在が知られている。 $4.5\text{K}$  まで磁場冷却を行ってヒステリシスループの測定を行ったところ構造異常を起こした場合だけにループシフトが見られ反強磁性相の存在が示唆された。従って構造異常を起こした時には  $\text{FePt}$  層と  $\text{Pt}$  層間の拡散が異常に進み上に示した反強磁性相が形成されていると思われる。また  $d_{\text{FePt}} = 35 \text{ \AA}$ ,  $40 \text{ \AA}$  と  $75 \text{ \AA}$  で  $d_{\text{Pt}} = 50 \text{ \AA}$  の場合のビッターパターンにおいてストリップ磁区と同時に磁区の見えない領域が観測され、この領域が構造異常を起こしている部分であると考えられる。この構造異常の原因として  $\text{CuAu}$  型規則合金の規則化の初期過程で観測される数  $10 \text{ \AA}$  程度の幅の微細双晶が関係していると考えられる。

## 第7章 総括

本章では各章で得られた結論を要約し、更に将来への課題について述べている。

## 審 査 結 果 の 要 旨

新機能材料開発の一つの方法として、異種金属を原子層単位で積層した人工格子薄膜の研究が注目されている。本論文は、高密度光磁気記録媒体用材料の観点から、FePt規則合金とPtとを組み合わせた人工格子薄膜の作製法、構造、磁気特性、磁気光学特性を総合的に研究し、この人工格子薄膜が高密度光磁気記録のために必要な短波長領域で大きな磁気光学効果を持つ垂直磁化膜となることを見出した成果をまとめたもので、全編7章からなる。

第1章は序論であり、本研究の背景と目的について述べている。

第2章では、イオンビームスパッタ法によるFePt/Pt人工格子薄膜の作製法並びに構造、磁気特性、磁気光学特性の測定法、評価法について述べている。

第3章では、種々の条件で作製したFePt/Pt人工格子薄膜の構造をX線回折によって詳細に調べ、垂直磁化のために必要なFePt規則合金のc軸が膜面垂直に配向したエピタクシャル構造から成る人工格子薄膜が得られたことを述べている。

第4章では、磁気特性について調べ、FePt/Pt人工格子薄膜が垂直磁化膜となることを見出し、その垂直磁気異方性がFePt規則合金の結晶磁気異方性から生じていることを明らかにしている。結晶磁気異方性による垂直磁化を規則合金の人工格子化により得たのは世界で始めてであり貴重な知見である。また、キュリー温度が光磁気記録のキュリー点書き込みに適した温度範囲(100~300℃)にあることも見出している。

第5章では、磁気光学特性について調べ、FePt/Pt人工格子薄膜が20~40ÅのFePt層厚と50ÅのPt層厚で高角型比のカーヒステリシスループを示し、また短波長領域(2,000~3,000Å)で約0.4度の大きなカー回転角を有することなど、高密度記録にとって望ましい特性を見出している。更に、磁気光学効果の波長依存性にはPt層の磁気分極など人工格子特有の電子状態の寄与も考えられることを指摘している。これは物性物理学の点からも興味深い知見である。

第6章では、FePt/Pt人工格子薄膜のFePt層厚とPt層厚がともに50Å程度の時に、人工周期性が消失するという構造異常について述べ、その構造異常が磁気及び磁気光学特性に与える影響、並びに、構造異常の起こるメカニズムについて考察している。この構造異常はきわめて特異であり、人工格子の研究に新しい問題を提起した。

第7章は、総括である。

以上要するに本論文は、FePt/Pt人工格子薄膜の磁気及び磁気光学特性を詳細に調べ、それが短波長領域で大きな磁気光学効果を有する垂直磁化膜となることを見出し、高密度の光磁気記録媒体となる可能性を示したものであり、精密工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。