



平成 29 年 8 月 8 日

報道関係者各位

大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構

電場・磁場中で薄膜の深さ方向ナノメーター分解能を実現 — 磁性体デバイス動作中の化学・磁気状態の観察が可能に —

本研究成果のポイント

- 磁気記録デバイス等に用いられる薄膜の深さ方向の化学・磁気状態をナノスケールで観察できる「軟 X 線深さ分解 X 線吸収分光法」において、検出方法を変えることで、世界で初めて、磁場中や電場中における観察が可能に。
- 電場によって磁性を制御する次世代のスピン트로ニクス材料をはじめ、様々な薄膜デバイス技術の発展への寄与が期待される。

【概 要】

高エネルギー加速器研究機構（KEK）物質構造科学研究所の酒巻真粧子助教は、雨宮健太教授とともに、磁気記録デバイスなどの薄膜の化学・磁気状態を深さ方向にナノメーター（nm）の分解能で観察する分光法「軟 X 線深さ分解 X 線吸収分光法」*1（以下、「軟 X 線深さ分解 XAFS 法」）において、従来不可能だった磁場中や電場中での測定を可能にしました。

従来の「軟 X 線深さ分解 XAFS 法」は、試料に軟 X 線を当てたときに放出される電子を検出し、電子線の角度によって観察できる深さが異なることを利用して深さ方向の分布を調べる分光法ですが、新たに開発した手法は、試料から放出される蛍光 X 線*2を検出することで、従来の手法の利点を生かしたまま、磁場中や電場中で観察ができます。

この新手法によって、電場を用いて磁性を制御する次世代のスピン트로ニクス材料をはじめ、様々な薄膜デバイスの動作原理の解明が飛躍的に進むと期待されます。

この研究成果は、8月17日刊行の米国・**Review of Scientific Instruments** 誌に掲載される予定です。本研究は文部科学省科学研究費補助金 若手研究 B（代表：酒巻 真粧子）の支援のもとで行われました。

【背 景】

私たちの生活に欠かせないハードディスクや磁気カードなどの磁気記録デバイスは、異なる役割をもつ複数の磁性体薄膜（厚さは数 nm から数十 nm）の積み重ねでできています。それらの膜の境目（界面）は、それぞれの膜の内部とは異なる化学・磁気状態になっており、そのようなナノスケールの界面の状態がデバイスの性能を大きく左右すると考えられています。

深さ方向の分布を非破壊で調べる方法として、X 線や中性子の反射率測定*3があ

りますが、ナノスケールの薄膜の界面を観察するには深さ方向の分解能が不足しており、しかも測定データから直感的に深さ分布が分かりにくいという難点がありました。

2000年代の初め、雨宮教授らは、軟 X 線が吸収される際に放出される電子と蛍光 X 線のうち、電子線を角度分解して検出し、深さ方向に高精度の分解能で界面を観察する手法（軟 X 線深さ分解 XAFS 法）を開発しました（図 5）。電子が蛍光 X 線よりも放出確率が高いことと、物質中でより短い距離で減衰するために高い深さ分解能が得られることが電子線の利点でしたが、磁場中や電場中では電子の進路が曲げられ検出角度が不明になるため、測定不可能でした。

近年のスピントロニクス進展に伴い、デバイスが動作している状態、つまり電場・磁場中で、薄膜の化学・磁気状態を nm の分解能で観察することが求められるようになりました。軟 X 線深さ分解 XAFS 法を用いて磁性薄膜が特殊な磁性を示す原因を明らかにしてきた酒巻助教は、電場による磁性の制御の研究のため、新しい手法の開発に着手しました。

【研究内容と成果】

着目したのは、電場や磁場によって曲げられることがない蛍光 X 線です。ただし、蛍光 X 線が放出される確率は電子の 1/10 以下であり、また X 線は電子線の 100 倍程度の透過力を持つため、nm の深さ分解能を実現するためには、表面すれすれ（角度 0.1 度以下）で放出される蛍光 X 線を感度よく検出する必要があります。

この蛍光 X 線は軟 X 線領域のエネルギーを持つので、高い検出感度と 2 次元位置分解能（13 μm ）を持つ軟 X 線 CCD カメラを導入し、このカメラを試料から約 200 mm 離れたところに置くことにより、約 0.004 度という高い角度分解能を実現しました（図 1,2）。

新手法を使って KEK フォトンファクトリーの軟 X 線ビームライン BL-16A で測定したデータを図 3 に示します。これは長時間大気にさらした厚さ約 4.3 nm の鉄-コバルト合金の薄膜に対して、0.3 nm から 6 nm の検出深度で測定した蛍光 X 線の強度です。軟 X 線のエネルギー 707 電子ボルトと 708 電子ボルト付近に 2 つのピークが観測されますが、検出深度が浅くなるほど高エネルギー側のピークが強くなっていることが分かります。このピークは鉄の酸化物に特有のもので、薄膜の表面付近が酸化されていることが分かります。さらに、詳細な解析の結果、薄膜は表面から 3.1 nm 程度までが酸化されていて、それより深いところはほとんど酸化されていないこと（図 4）、また、酸化された鉄の化学状態は主に $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ （マグヘマイト）であることが明らかになりました。

本研究は文部科学省科学研究費補助金 若手研究 B（代表：酒巻 真粧子）の支援のもとで行われました。

< 論文情報 >

タイトル : Nanometer-resolution depth-resolved measurement of Florescence-yield soft x-ray absorption spectroscopy for FeCo thin film (FeCo 薄膜に対する蛍光収量軟 X 線吸収分光のナノメートル分解能での深さ分解測定)
著者 : Masako Sakamaki and Kenta Amemiya (酒巻真粧子、雨宮健太)
雑誌名 : *Review of Scientific Instruments* 88, 083901 (2017);
doi: 10.1063/1.4986146 (オンライン版 8 月 1 日公開、雑誌掲載 8 月 17 日予定)

【本研究の意義、今後への期待】

この新手法により、薄膜でできたデバイスが動作している状態で、その表面や界面における化学・磁気状態を、薄膜の内部と分離して観察することが可能になりました。電場による磁性の制御は、磁場による制御に比べて圧倒的に消費電力が少なく、すむために、次世代のスピン트로ニクス技術の中心となることが期待されており、その原理の解明が急務になっています。蛍光X線検出という新たなステージを迎えた軟X線深さ分解XAFS法は、スピン트로ニクスを始めとする様々なデバイス技術の発展において、今後ますます重要な役割を果たすことが期待されます。

酒巻助教は現在、今回開発した手法を使って、コバルトとイオン伝導体を重ねた薄膜に電場をかけることで起こる、界面の化学状態と磁気状態の変化を明らかにするための解析を進めています。

【参考図】

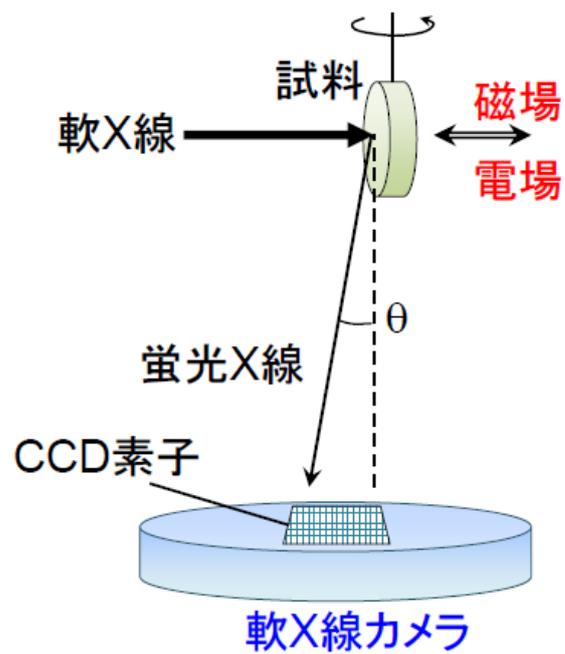


図 1: 蛍光 X 線検出型の軟 X 線深さ分解 XAFS 法のセットアップ

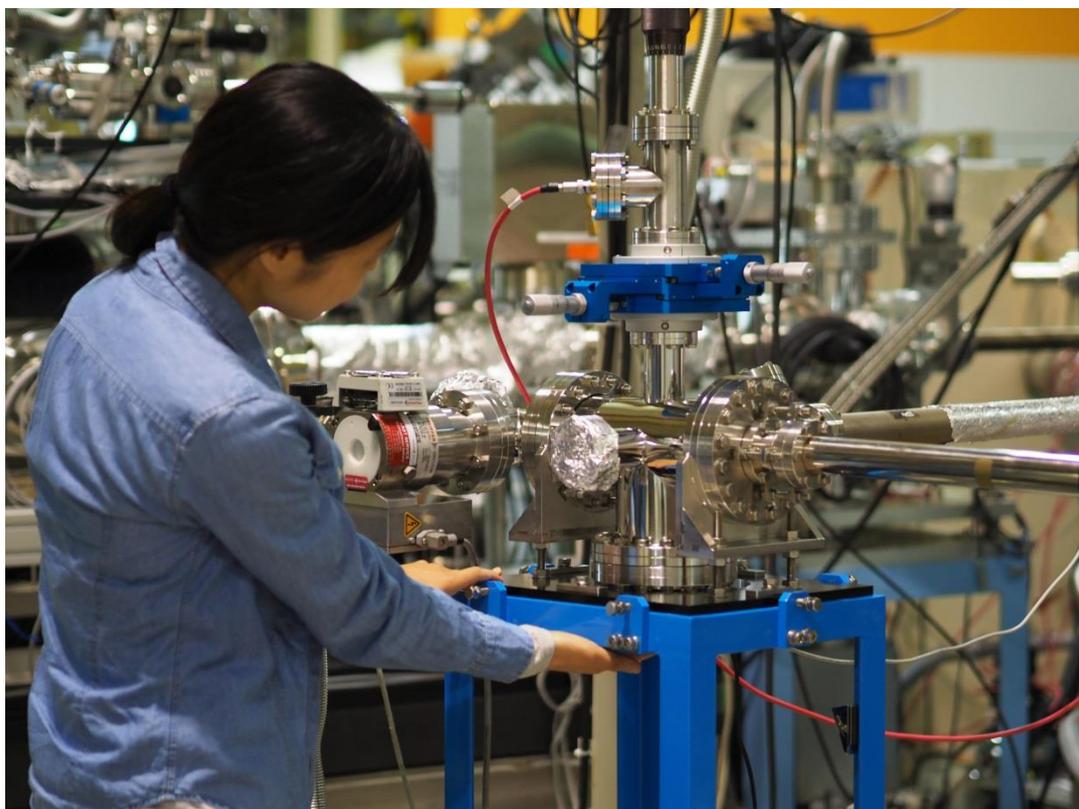


図 2: 蛍光 X 線検出型の軟 X 線深さ分解 XAFS 測定装置

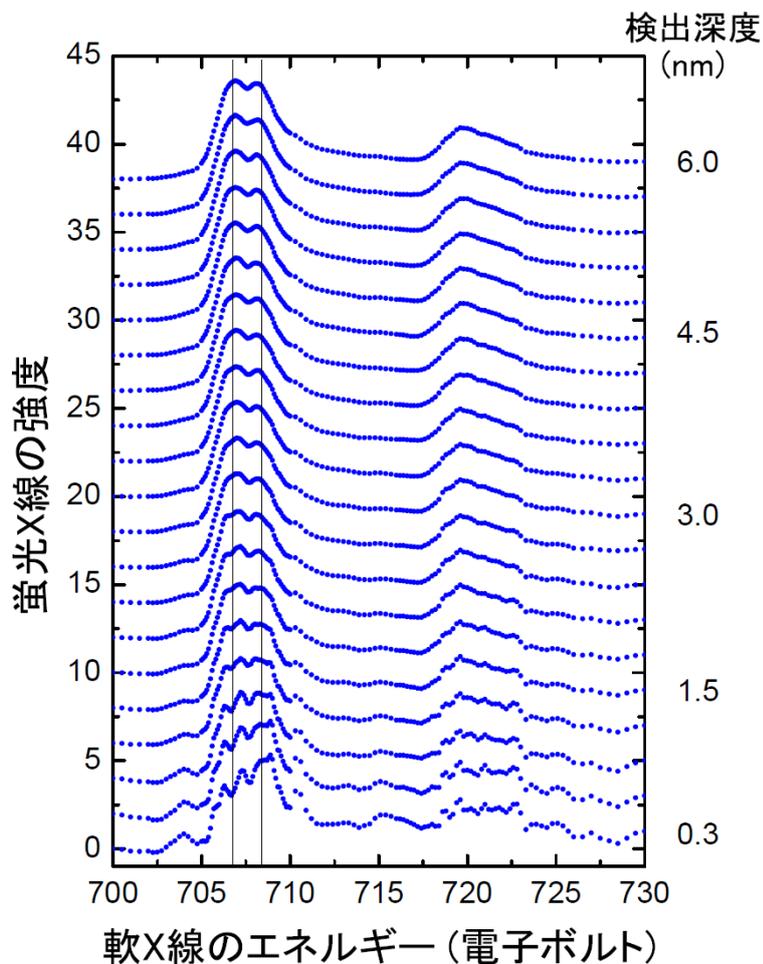


図 3:
4.3 nm の鉄・コバルト合金薄膜
に対して測定した蛍光 X 線検出
型の軟 X 線深さ分解 XAFS スペ
クトル

軟 X 線のエネルギー 707 電子ボルト
と 708 電子ボルト付近の 2 つのピー
クを比較すると、検出深度が浅く
なるほど高エネルギー側のピークが
強くなっていることが分かる

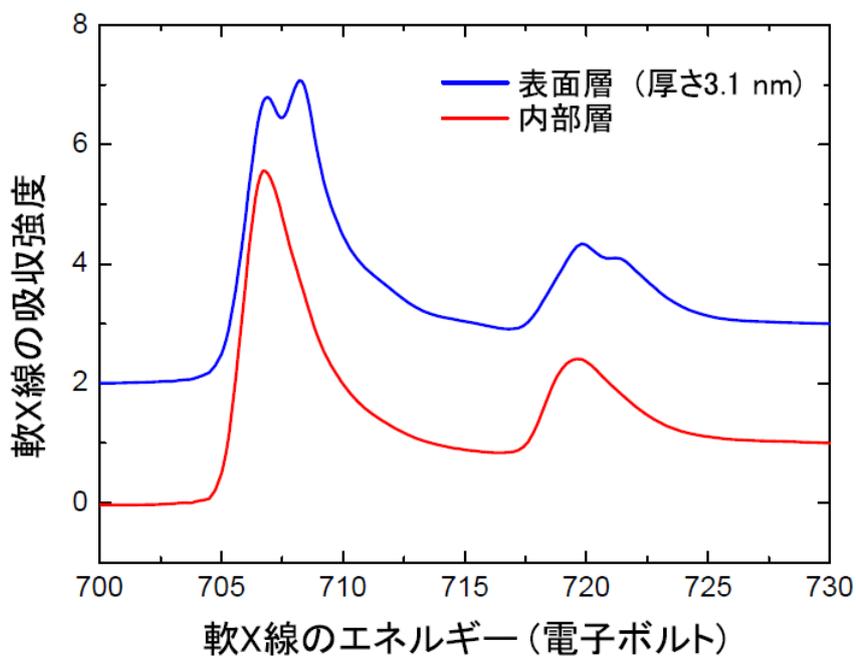


図 4: 解析によって得られた鉄・コバルト薄膜の
表面層と内部層に対する XAFS スペクトル

表面から 3.1 nm 程度までの表面層は酸化されているが、
それより深い層はほとんど酸化されていないことが分かる

【用語解説】

*1. 軟X線深さ分解X線吸収分光法（軟X線深さ分解XAFS法）

○軟X線

波長1～10 nm、エネルギー100～1000電子ボルト程度の、比較的エネルギーの低いX線。波長0.2 nm程度以下、エネルギー5000電子ボルト程度以上の硬X線と比べて、鉄やコバルトのような金属の化学・磁気状態に敏感なこと、物質中でより短い距離で減衰することが特徴です。この特徴によって、高い深さ分解能で化学・磁気状態を調べることができます。

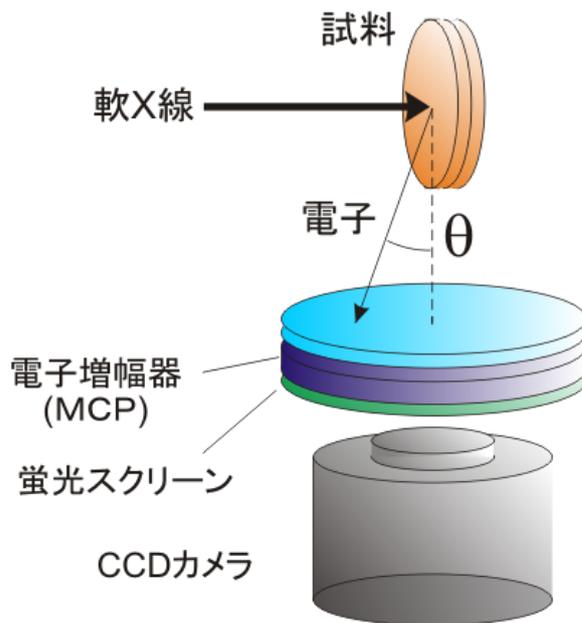
○X線吸収分光法（XAFS法）

物質によるX線の吸収の度合いが、X線のエネルギーによってどのように変わるか（スペクトル）を測定する手法。図3のように横軸にエネルギー、縦軸に吸収強度などを取り、スペクトルの形からそれぞれの元素の化学状態や磁気状態を知ることができます。**X-ray absorption fine structure**の頭文字をとってXAFS（ザフス）と呼ばれます。

○軟X線深さ分解XAFS法（軟X線深さ分解XAFS法）

通常、軟X線を用いたXAFS測定では、軟X線が吸収された際に発生する電子線を検出しますが、深さ分解XAFS法では、電子線を飛び出す方向ごとに分けて検出します（図5(a)）。角度が小さく電子の進む方向が薄膜の表面すれすれに近いほど、長い距離を通り抜けないと外に飛び出せないで、より浅いところで起こった軟X線の吸収を反映していることとなります（図5(b)）。様々な検出深度のXAFSスペクトルを解析することで、ナノメートルスケールで表面や界面の化学状態や磁気状態を観察することができます。

(a) 測定のセットアップ



(b) 深さ分解XAFSの原理

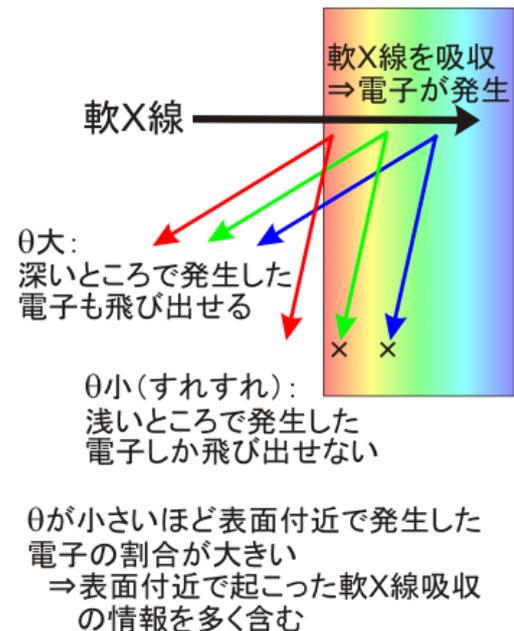


図5: 軟X線深さ分解XAFS法のセットアップと原理

*2. 蛍光X線

X線が物質に吸収されると、原子核に近い電子の軌道に空きができます。空いた軌道には、原子核から遠いところにある電子が移ってきますが、この際に電子の持つエネルギーを大きく下げる必要があります。余ったエネルギーは電子線またはX線として放出され、この際に放出される電子をオージェ電子、X線を蛍光X線と呼びます。

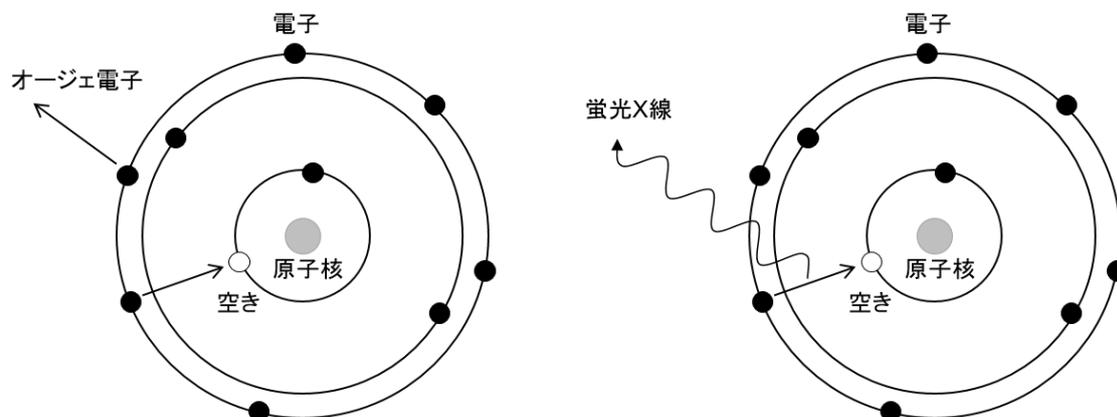


図 6: オージェ電子と蛍光 X 線

*3. X線や中性子の反射率測定

X線や中性子線が物質によって反射される割合（反射率）が、波長や入射する角度によってどのように変化するかを観測する手法。物質を構成する元素やその密度が、深さ方向にどのように分布しているかを反映しています。

【お問い合わせ先】

< 研究内容に関すること >

大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構

物質構造科学研究所 助教 酒巻 真粧子

Tel: 029-864-5200 内線4948

Fax: 029-864-2801

e-mail:masako.sakamaki@kek.jp

< 報道担当 >

大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構

広報室長 引野 肇

Tel: 029-879-6046

Fax: 029-879-6049

e-mail:press@kek.jp