

## 軟 X 線フーリエ変換ホログラフィーによる垂直磁化膜 磁気ドメインのその場観察

### In-situ observation of magnetic domain in perpendicular anisotropic film by soft X-ray Fourier transform holography

淡路 直樹<sup>a</sup>, 野村 健二<sup>a</sup>, 土井 修一<sup>a</sup>, 磯上 慎二<sup>b</sup>, 角田 匡清<sup>b</sup>, 鈴木 基寛<sup>c</sup>, 中村 哲也<sup>c</sup>  
Naoki Awaji<sup>a</sup>, Kenji Nomura<sup>a</sup>, Shuuichi Doi<sup>a</sup>, Shinji Isogami<sup>b</sup>, Masakiyo Tsunoda<sup>b</sup>,  
Motohiro Suzuki<sup>c</sup>, Tetsuya Nakamura<sup>c</sup>

<sup>a</sup>富士通 (株), <sup>b</sup>東北大学, <sup>c</sup>(財) 高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>Fujitsu Ltd., <sup>b</sup>Tohoku University, <sup>c</sup>JASRI/SPring-8

ナノマテリアルのイメージング技術として、フーリエ変換ホログラフィー法を開発している。今回、この技術を磁気ドメインの試料温度依存性のその場観察へ適用することを試みた。さらに、従来のマスク・試料一体型方式の難点を克服するため、新しいマスク分離方式を開発した。その結果、磁気ドメインの広域イメージングに成功した。

キーワード： 軟 X 線、ホログラフィー、XMCD、磁気ドメイン、イメージング、その場観察

#### 背景と研究目的：

X 線フーリエ変換ホログラフィー法 (XFTH) は、X 線の干渉を利用したナノ領域のイメージング技術であり、試料イメージが、散乱 X 線強度を逆フーリエ変換することにより、任意性なしに二次元的に得られる。レンズのない比較的単純な装置構成であり、試料周りにスペースが取りやすいことや、X 線や試料の走査の必要がないワンショット測定であることから、外場環境下の材料構造のその場観察や、デバイスが動作中の高速な時間変化を調べることに適している。そのため、ナノ構造の評価技術として、放射光や X 線自由電子レーザー (XFEL) への展開が期待されている。2004 年に Eisebitt 達は、垂直磁化膜の測定に XFTH 法を適用し、円偏光軟 X 線による円二色性効果および、X 線吸収膜上に試料照射窓と参照 X 線用微小孔を形成したホログラフィーマスク部と、測定試料を同じメンブレン上に形成した一体型試料を用いることで、磁気ドメインのイメージングに成功した。[1] 我々は、これまでに軟 X 線ビームライン 25SU において、Eisebitt の方法を基礎とした Co/Pt 垂直磁化膜の磁気ドメイン観察を行い、空間分解能 42nm を得ている。今回の実験の前半では、我々はこの技術の応用を目指し、加熱による磁気ドメインの変化のその場観察実験を行った。

一方、Eisebitt の方法を種々の試料に適用する場合の問題点は、この方法では (1) 一体型試料を準備するためには、各試料ごとに参照光用の微小穴加工や観察領域の窓加工など微細加工が必要、(2) 分析の視野がホログラフィーマスクの窓サイズである 2 $\mu$ m 程度に制限されること及び、(3) 試料中の分析位置を移動・選択することができないことである。これらの改善のため、我々はホログラフィーマスク部と試料部を分離し、精密ピエゾステージにより相互に移動できるマスク・試料分離方式を開発した。この方式では、視野の拡大や測定位置の選択ができるとともに、ホログラフィーマスクは再利用でき、試料の作製も容易になる。今回の実験の後半では、この方式による Co/Pt 垂直磁化膜の広領域測定を試みた。

#### 実験 1：垂直磁化膜の加熱中その場測定

前半の加熱実験のために、図 1 に示す真空チェンバーを用意し、セラミックヒーターにより試料温度を変えながら磁気ドメインを観察できるようにした。図 2 は、各温度に 1 時間保持した後の磁気ドメインを観察したものである。350 $^{\circ}$ C まではドメインパターンの変化は見られず、400 $^{\circ}$ C 付近から変化が見えはじめ、550 $^{\circ}$ C においてパターンは大きく変化した。この変化は温度を室温付近まで下げても不可逆だったことから、ネール温度による相転移ではなく、Co と Pt 層の熱拡散

による変化と考えられる。この実験では、加熱により試料位置が僅かに変化したため、各測定の前に試料位置の微調整を行ったが、測定中は試料を走査する必要が無いため、高温状態でも明瞭な磁気ドメインが観察できることを確認した。

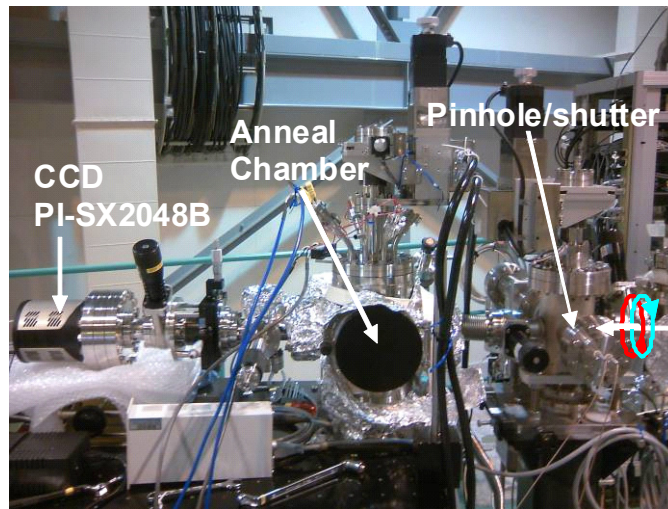


図 1. BL25SU に設置した試料加熱チェンバーおよび周辺部

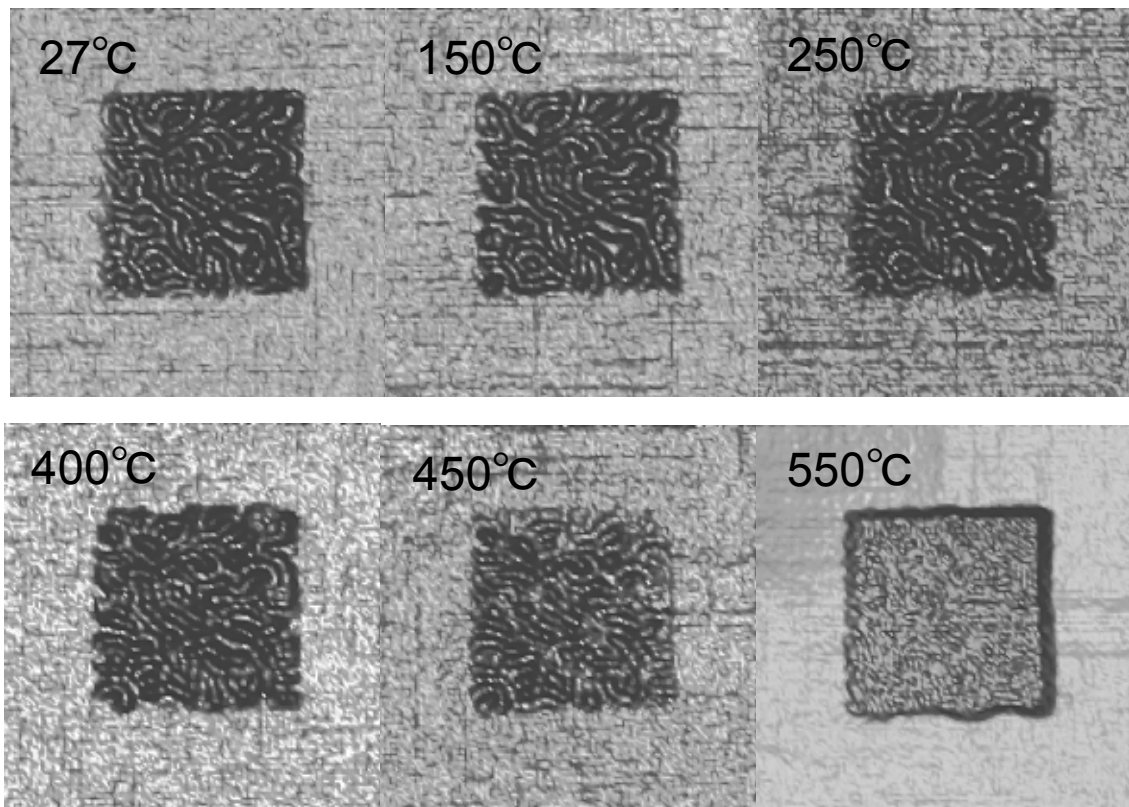


図 2. Co/Pt 垂直磁化膜の磁気ドメインの温度による構造変化。400°Cより低い温度ではドメインの変化は見られなかった。一方、550°Cにおいて、ドメイン構造は大きく変化した。

## 実験 2：磁気ドメインの広領域イメージング

後半の実験においては、従来の一体型試料を、ホログラフィーマスク部と、別の膜上に Co/Pt 垂直磁性膜を形成した試料部に分離し、ピエゾステージ上に設置することにより、ホログラフィーマスクと試料を相対的に移動させる手法について検討した。図 3 はその概念図である。図 4 は実験の構成であり、真空チャンバー内にピエゾ xy ステージを設置し、試料を移動できる構成にした。また、マスクと試料間のギャップ長について検討を行った結果、両者を接触する条件にすると、マスク・試料一体型と同じ解析法が適用でき、外部振動からの影響も小さいことが分かった。この条件で Co/Pt 垂直磁性膜の広域磁気ドメイン測定を行った。図 5 はピエゾステージにより試料を約  $1\mu\text{m}$  ずつ平行に移動しながら測定を行ったイメージを 7 点連結したもので、イメージ領域を  $8\mu\text{m}$  に拡張するのに成功した。この分離方式では、イメージを連結させることにより視野領域の制限は無くなり、X 線マスクも再利用することができる。これらの成果は、論文[2]および国際学会[3], [4]において報告を行った。

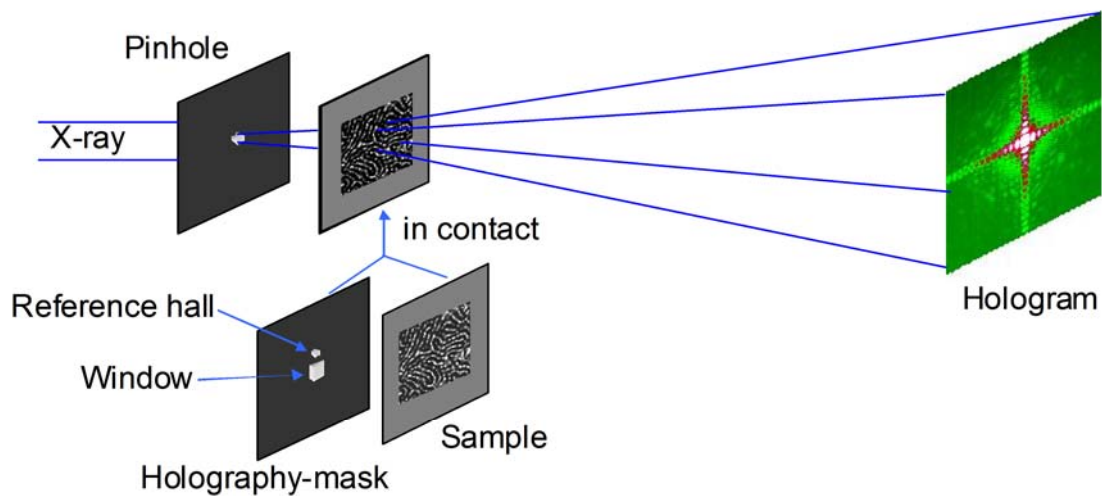


図 3. マスク・試料分離型 XFTH の概念図。マスクとサンプルは密着させている。

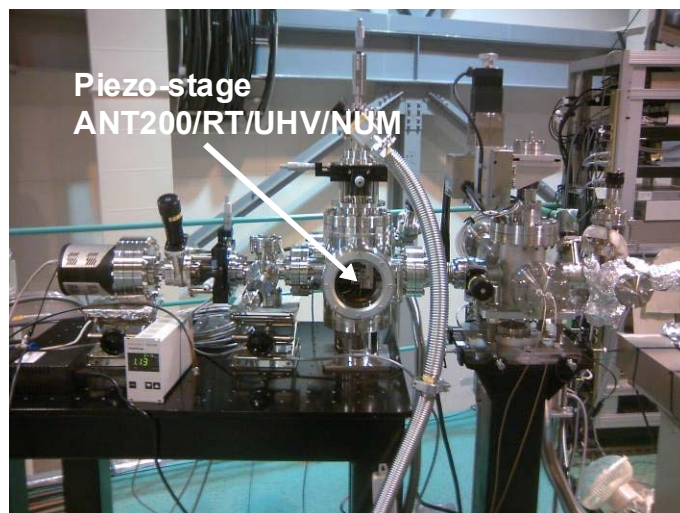


図 4. マスク・試料分離型 XFTH 実験の配置。試料はピエゾ x-y ステージによりビームに対して  $10\text{nm}$  の精度で動かすことができる。

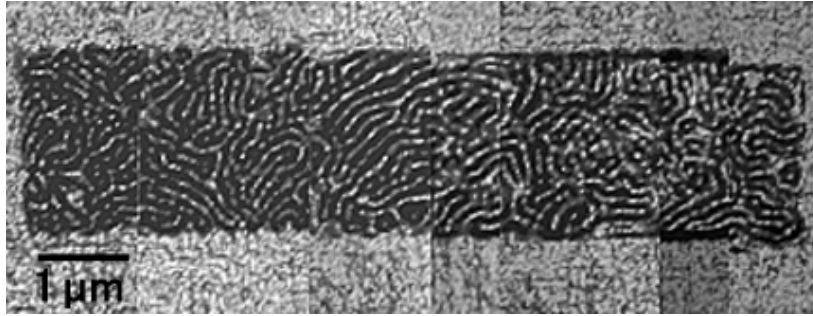


図 5. Co/Pt 垂直磁化膜・磁気ドメインの 8 $\mu\text{m}$  領域のイメージング。一測定 2 $\mu\text{m}$  角のイメージを 7 枚連結させた。

#### 結果および考察：

試料加熱中のその場測定については、試料を高温に加熱中においても XFTH により磁気ドメインのイメージングが問題なく行えることが実証できた。この結果は、この手法においてはマイクロビーム走査方式のようなサンプルのスキャンは必要なく振動にも強い為に、高温中においても良好なイメージが得られたと考えられる。

一方、広領域イメージングについては、分離したマスクと試料を接触させる方式により、一体型と同様なイメージ再生が可能となり、さらに試料を移動させることにより分析位置が変えられ、イメージを連結させることにより、広領域のイメージングが可能であることが確認できた。この方法は、硬 X 線ビームライン 16XU においても適用しており、空間分解能 75nm で Cu 配線のイメージングに成功した[5]ことから、この方法が X 線のエネルギーに依らず、有効な技術であることが実証することができた。

#### 今後の課題：

この手法は X 線の干渉性を利用しているため、フルコヒーレントである X 線自由電子レーザー光源を利用すると、ワンショット測定や時分割測定などにおいて多くのメリットが期待できる。その一方で、強力な X 線レーザーが試料に与える影響の調査等も必要であろう。また、イメージングの空間分解能に関しては、ホログラフーマスクの作製技術の向上や、測定データに位相回復法等の後処理を行うことにより更に向上できる可能性がある。

#### 謝辞：

実験の遂行におきましては、実験装置の準備やセッティングの変更などにつきまして、中村様、東山様をはじめとして、JASRI の皆様には多くの支援をいただきました。ここに感謝いたします。

#### 参考文献：

- [1] S. Eisebitt et. Al., Nature (London) **432**, 885 (2004).
- [2] N. Awaji et. al., Appl. Phys. Express, **3**, 085201 (2010).
- [3] N. Awaji et. al., Synchrotron Radiation in Material Science (SRMS), LT4, Oxford, 13 July 2010
- [4] K. Nomura et. al., X-ray Microscopy (XRM), Thurs-P035, Chicago, 19 Aug 2010
- [5] 淡路、SPRING-8 利用報告書、2010A5110