

平成 27 年 6 月 18 日現在

機関番号：84502

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25790094

研究課題名(和文) ナノスケール磁気機能解明のための高速走査軟X線磁気顕微鏡の開発

研究課題名(英文) Development of fast scanning soft X-ray microscopy for investigating the magnetic state

研究代表者

小谷 佳範 (KOTANI, Yoshinori)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・技師

研究者番号：10596464

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：永久磁石材料やスピントロニクス材料をはじめとする機能磁性材料を対象にナノスケールの磁気解析手法を確立することは極めて重要な課題となっている。そこで本研究課題では元素選択的かつ局所的に磁気状態を調べることが可能な軟X線走査型顕微鏡を開発した。フレネルゾーンプレート集光システムによって約100 nmの集光ビームが得られ、高い空間分解能で吸収イメージング測定および磁気円二色性イメージング測定が可能となった。画像取得の高速化に取り組み、測定時間の低減を図った。また、外場環境試験を経て、高い空間分解能で永久磁石材料破断面の磁区観察に成功した。

研究成果の概要(英文)： We have developed a scanning soft X-ray microscope for study of element-specific and local magnetic state. Fresnel zone plate optics is used to focus a circular polarized beam into a 100 nm beam spot. Using the focused beam, soft X-ray absorption contrast and X-ray circular dichroism imaging could be performed. Additionally, we have reduced total measurement time. Magnetic domains of fractured permanent magnet surfaces could be clearly observed.

研究分野：量子ビーム科学

キーワード：軟X線顕微鏡 ナノ集光 画像信号処理 X線吸収分光

### 1. 研究開始当初の背景

X線磁気円二色性(XMCD)測定は、物質の磁気状態を得る強力な手法である。また近年、微細な磁区構造観察や磁壁観察の需要が高まり、フレネルゾーンプレート集光を利用した局所磁性の研究が進んでいる。アメリカの放射光施設(ALS)では軟X線集光ビームを用いたXMCDイメージングが盛んであり、スピントロニクス材料や永久磁石材料の磁性研究で成果を挙げている。一方で、SPring-8では、軟X線走査型顕微鏡を導入する計画を進めていたが、実験時間の短縮と、超高真空かつ強磁場環境での試料変位の問題が想定され、これらを解決する piezo-actuator 走査技術、高速画像取得技術の確立が必要な状況にあった。

### 2. 研究の目的

走査型軟X線顕微鏡は、試料位置を走査しながら局所的な電子・磁気状態を観察する手法である。高効率なイメージング実験を遂行するために高速 piezo-actuator 走査とドリフト補正技術を応用した計測システムの開発と、強磁場環境下における永久磁石材料の元素別磁区観察に応用するための技術開発を行う。

### 3. 研究の方法

ナノスケール解析のためには、低振動な実験環境と、発散角を抑え高い縮小比で集光できるビームライン性能が必要である。さらに、XMCD測定をするためには入射光のヘリシティ反転が必須となる。このような性能を備えた大型放射光施設 SPring-8 BL25SU に軟X線走査型顕微鏡の実験ステーションを設け、装置の組み立て、集光評価、評価用試料を用いたイメージング測定、および焼結磁石材料を対象とした元素別磁区観察を行った。

### 4. 研究成果

(1)走査型X線顕微鏡計測システムの開発

走査型X線顕微鏡のハードウェア(チャンパー、架台、マニピュレータ、piezo-actuator等)は別途整備され、SPring-8 BL25SU B ブランチの光軸上に設置された。図1に走査型X線顕微鏡の外観図を示す。

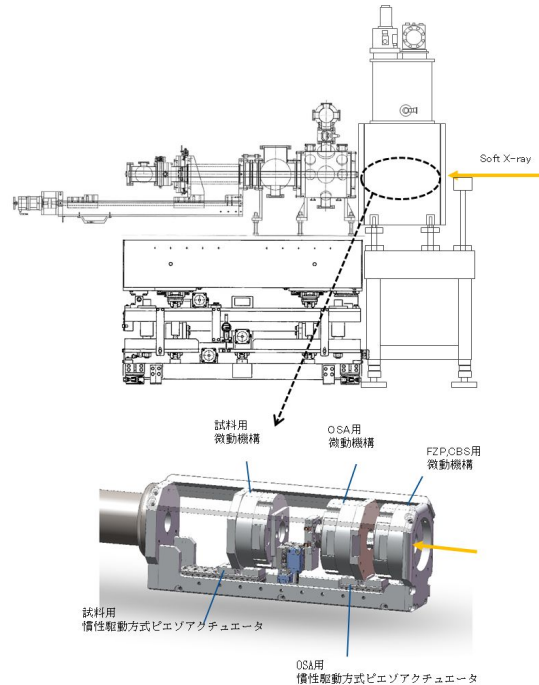


図1. 走査型軟X線顕微鏡の装置外観図(上)と超高真空、強磁場中に搬送される piezo-actuator 類(下)。

集光光学系はフレネルゾーンプレート(FZP)、センタービームストッパー(CBS)および回折次数制限アパチャー(OSA)から構成される。仮想光源である出射スリットから集光光学系までの距離は約 12.2 m である。FZP-CBS ユニットの架台の puls motor とマニピュレータを用いて、光軸上に位置を合わせた。0次光および高次回折光を遮断するため OSA の穴径を 50  $\mu\text{m}$  とし、piezo-actuator で位置を合わせた。また、試料位置は慣性駆動方式の粗動機構と、直流電圧方式の微動機構を組み合わせ、位置調整とイメージングのためのスキニングを行った。これら puls motor (合計 6 軸)、piezo-actuator (合計 10 軸)の走査ソフトウェアを作成した。図2に計測システムの模式図を示

す。全電子収量法によって軟X線吸収強度を計測する。

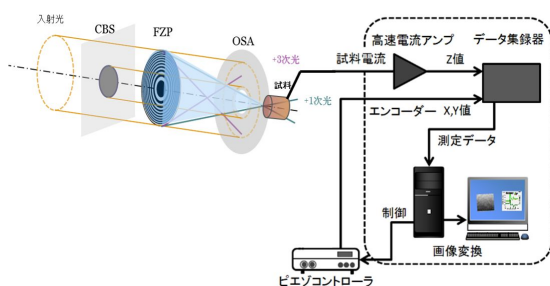


図 2. 開発した計測システムの概略図。点線内が本研究課題で整備した機器。

次に、放射光強度と計測系の信号雑音比の関係からデータ積算時間と走査速度の検討をおこない、高速データ収録の開発に着手した。 piezoelectric actuator を実際にステップ 100 nm で 30  $\mu\text{m}$  の範囲を走査し、1 ピクセルあたりのサンプリング時間を変化させ、試料のダークカレントの標準偏差を評価した (図 3 参照)。信号の増幅には KEITHLEY428 カレントアンプ (フィルター無し、Gain=10<sup>9</sup> V/A) を、データ取得には NI USB-6363 データ収録器を用いた。

永久磁石を試料としたとき、ナノ集光条件下でのドレインカレントは数 10 pA である。よって、軟 X 線吸収コントラスト像を得るにはサンプリング時間は 1 ms まで短時間化が可能であることが判明した。なお、軟 X 線吸収コントラストの差分である MCD コントラストを得るにはノイズレベルが 0.1 pA 以下の条件で計測しなければならずサンプリング時間は 10 倍以上を要する。また、piezoelectric actuator は PID パラメータを適切に設定することで、単調な駆動が可能となり連続スキャン時でも等間隔データの取得が可能となった。不等間隔データに対する補間処理のソフトウェアは別途作成済みであり、入射光エネルギー変化、磁場変化あるいは温度変化

といった三次元測定ニーズに応じて実装する予定である。

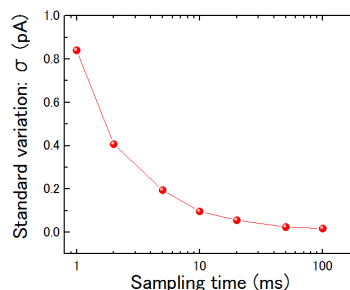


図 3. 当計測システムにおけるノイズ評価の結果。1 ピクセルあたりのサンプリング時間に対するノイズの標準偏差の関係を示す。

### (2) 空間分解能評価

直流電圧方式の piezoelectric actuator の位置精度は 1~3 nm と非常に高いため、軟 X 線吸収コントラスト像観察時の空間分解能はビームサイズでほぼ決定される。走査型電子顕微鏡用グリッド試料および薄膜パターン試料を用い、ナイフエッジ法による集光ビームサイズ評価を行った。評価の結果、垂直方向  $98 \pm 2$  nm、水平方向  $93 \pm 1$  nm のビームサイズが得られており、目標とする 100 nm 以下の空間分解能を達成することができた。

### (3) 試料ドリフト評価

マニピュレータの先端に取り付けた試料がドリフトすると取得画像に走査方向のラインが発生し情報の損失が起こる。そこで試料ドリフトの原因と変位量の評価を行った。その結果、周囲の環境に由来する振動がマニピュレータと試料ロッドを伝わって約 250 nm (FWHM) の不規則な試料ドリフトを生じさせていることが判明した。これまで独立に支持されていた集光光学系と試料走査ステージを、共にマニピュレータに保持する機構とすることで (図 1(下)参照)、集光ビームに対する相対的な試料ドリフト量を検出感度以

下の数 nm に抑制できることを確認した。

#### (4) 低温測定試験

低温環境下での動作確認と、温度変化に対する試料ドリフト量を評価する目的で試料冷却試験を実施した。試料温度は 100 K まで低下したものの、ピエゾアクチュエータに内蔵されているエンコーダの可動温度域を下回り走査不能となる問題点が明らかになった。これを解決するために試料側は動かさず、集光光学系側を光強度が変わらない範囲内で走査し、二次元スキニングを可能にした。

一方、温度変化による試料ドリフトは面直方向に対して顕著であり、1 K の温度変化に対しても焦点深度(3~5  $\mu\text{m}$ )を逸脱するほどであった。試料ロッドやピエゾアクチュエータが冷却されない構造を検討するとともに、フォーカス位置のフィードバック機能を実装する必要がある。

#### (5) 強磁場印加試験

最大印加磁場が 8T の超伝導マグネットを用いて、強磁場中での駆動試験を行った。いずれのピエゾ素子・エンコーダも正常に動作することを確認した。また、強磁場印加による変位を評価したところ入射光と集光光学系の相対位置で 800  $\mu\text{m}$  (垂直方向) 集光光学系と試料の相対位置は 5  $\mu\text{m}$  (垂直・水平方向) の変位をもたらすことが分かった。ピエゾアクチュエータは非磁性材料で製作されているが、これらを締結するビス類は SUS304 であることに原因があると考えられる。静磁場で測定する場合には位置補正を行い、磁場変化と同期した位置フィードバックは今後の課題とする。

#### (6) 永久磁石の元素別磁区観察

Nd-Fe-B 系永久磁石破断面の元素別磁区観察を実施した。図 4 は Fe  $L_3$  吸収端エネルギーでの軟 X 線吸収コントラスト像である。走

査間隔は 100 nm、1 ピクセルあたり 100 ms の積算を行った。図 4 において紙面垂直方向が容易磁化軸と一致し、明部は Fe の含有量の多い領域を示す。結晶粒の形状と結晶粒表面に現れる明瞭なメイズパターンの観察に成功した。このパターンは熱消磁状態で安定となる磁区に相当する。

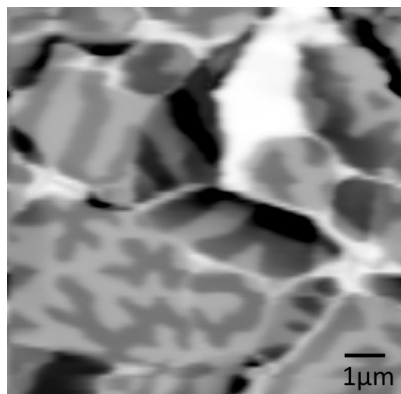


図 4. 永久磁石破断面の熱消磁状態における円偏光軟 X 線吸収コントラスト像。

入射光エネルギーは Fe  $L_3$  吸収端(約 708 eV)である。試料は日立金属株式会社から提供頂いた。

以上のように、本開発によって軟 X 線走査型顕微鏡計測システムの構築と外場環境実験を経て、ナノスケールの磁性研究に重要な役割を果たす円偏光軟 X 線吸収コントラスト像、および XMCD イメージング像を高精度かつ高効率で得ることに成功した。永久磁石破断面の観察から見て取れるように、結晶粒サイズ(数  $\mu\text{m}$ )程度の凹凸であれば焦点深度の深い本計測手法によって深部に渡り明瞭に観察が可能である。磁気力顕微鏡や光電子顕微鏡では必ずしも得意ではなかった凹凸面や傾斜面の磁気解析ツールとしても利用が期待できる。

#### 5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 1 件)

小谷佳範、尾上聡、中野佑太、白土優、中村哲也、“ナノスケール磁気機能解明のための軟 X 線走査型顕微鏡の開発”  
第 28 回日本放射光学会年会・放射光科学合

同シンポジウム、2015年1月11日、立命館  
大学(滋賀県草津市)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小谷 佳範 (KOTANI Yoshinori)

公益財団法人高輝度光科学研究センタ  
ー・利用研究促進部門・技師

研究者番号：10596464