

SPring-8利用推進協議会 先端磁性材料研究会 第3回研究会
「パターン媒体の先端技術開発とナノ磁気イメージングからのアプローチ」

硬X線フーリエ変換ホログラフィー によるパターン媒体のイメージング

鈴木 基寛 (JASRI/SPring-8)

共同研究者

近藤裕治 (秋田県産業技術総合研究センター)

角田匡清, 磯上慎二 (東北大院工)

高橋信吾, 石尾俊二 (秋田大)

中村哲也 (JASRI/SPring-8)

淡路直樹, 野村健二 (富士通(株))

平成20年度科研費 (基盤研究 (C))

「放射光のコヒーレンスと偏光特性を活用した硬X線磁気ホログラフィー法の開発」

財団法人 村田学術振興財団 研究助成

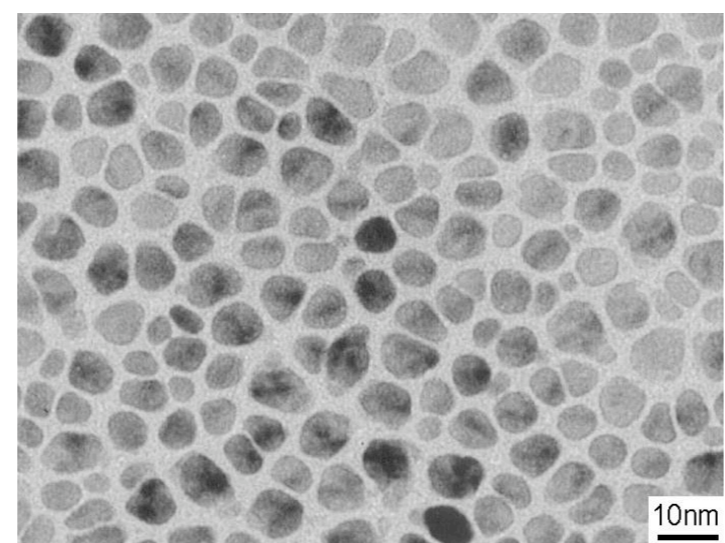
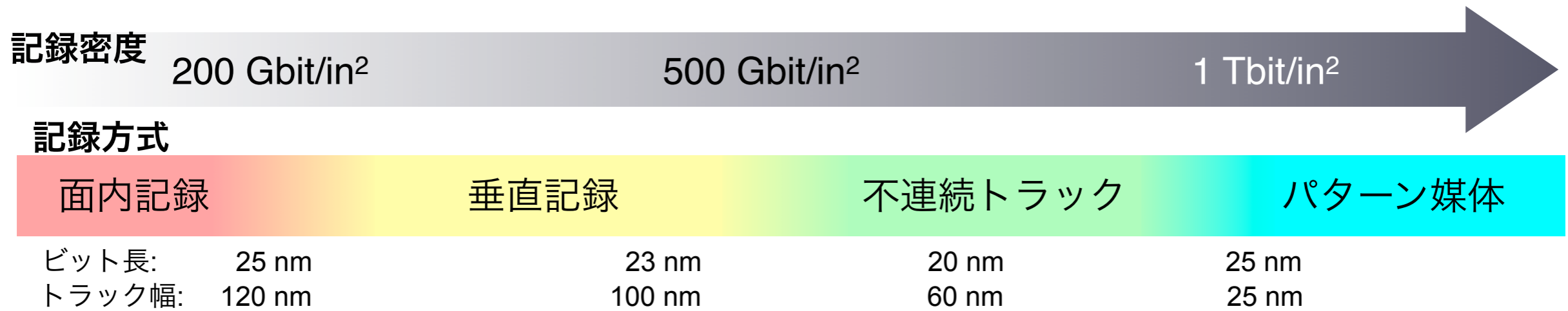
「硬X線磁気ホログラフィーイメージングによるナノ磁区構造の可視化」

講演内容

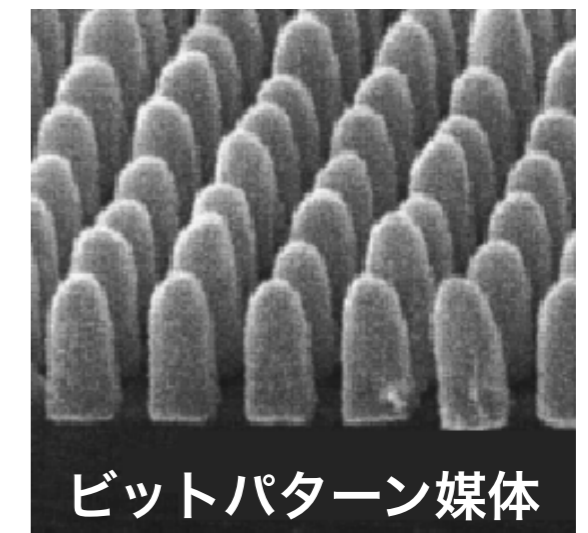
1. フーリエ変換ホログラフィー法とは
2. 硬X線ホログラフィー: 特色・何が難しいか
3. 電荷散乱ホログラフィー法の開発
4. 磁気ホログラフィー法 開発の現状
5. 今後の展開—XFELによる磁気デバイス解析に向けて

*XFEL: X線自由電子レーザー (X-ray Free Electron Laser)

背景: 磁気記録媒体の高密度化



グラニューラー媒体



ビットパターン媒体

磁気記録媒体は
連続膜 → ナノ構造へ

粒境界によるノイズの問題

$$1 \text{ Tbit/in}^2 = 25 \times 25 \text{ nm/bit} = 10^6 \text{ 原子/bit}$$

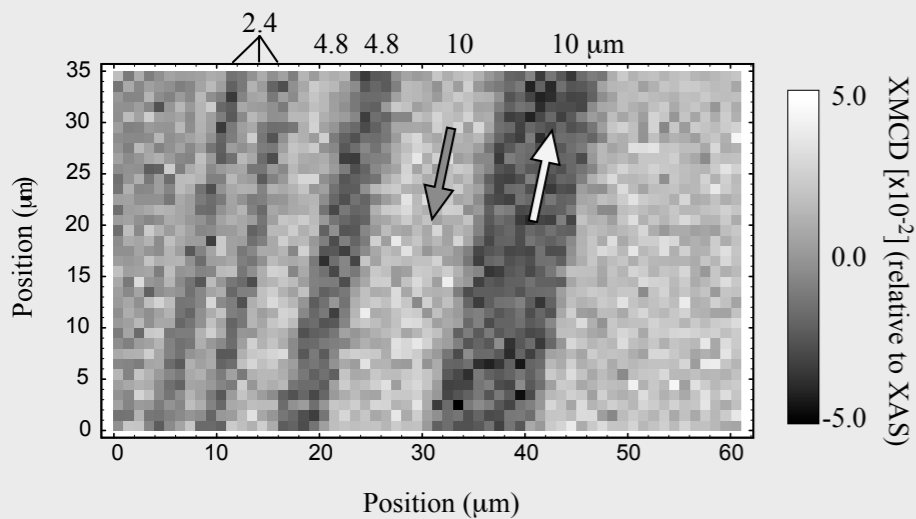
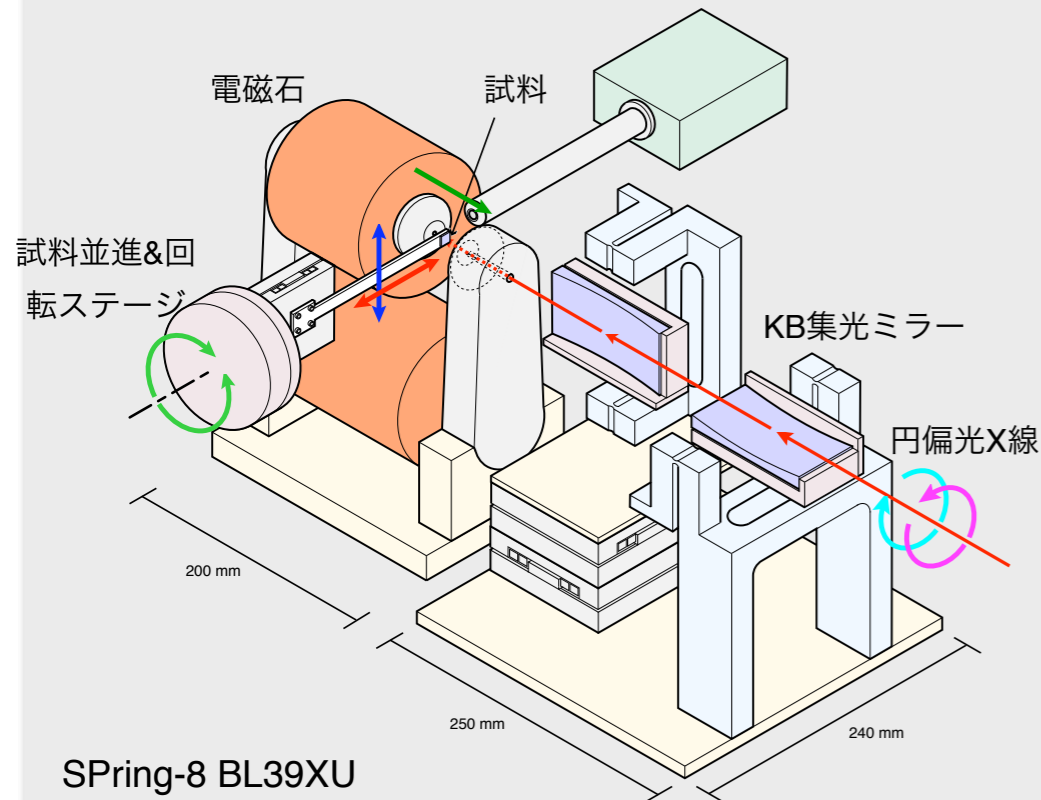
パターンニングによるダメージ?

ナノ磁性 = モルフォロジーと磁性

年表は東北大 角田氏から提供

従来のX線顕微鏡は？

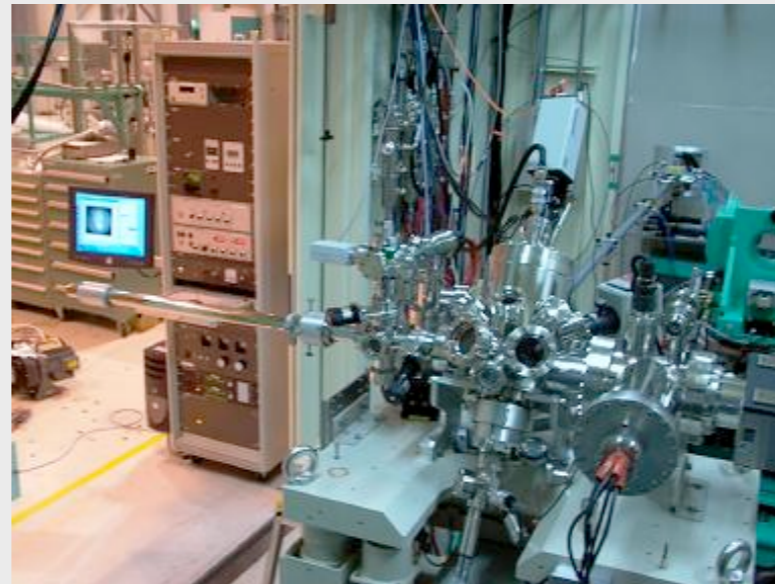
硬X線走査型MCD顕微鏡



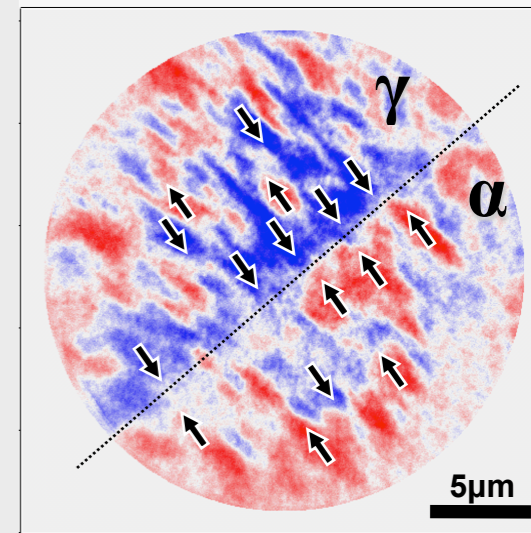
Takagaki, IPAP Conf. Series 7, 267 (2006).

- × 実用空間分解能: $\sim 1 \mu\text{m}$
- ◎ 検出深さ: \sim 数 μm
- ◎ 磁場中測定が可能

光電子顕微鏡 (PEEM)



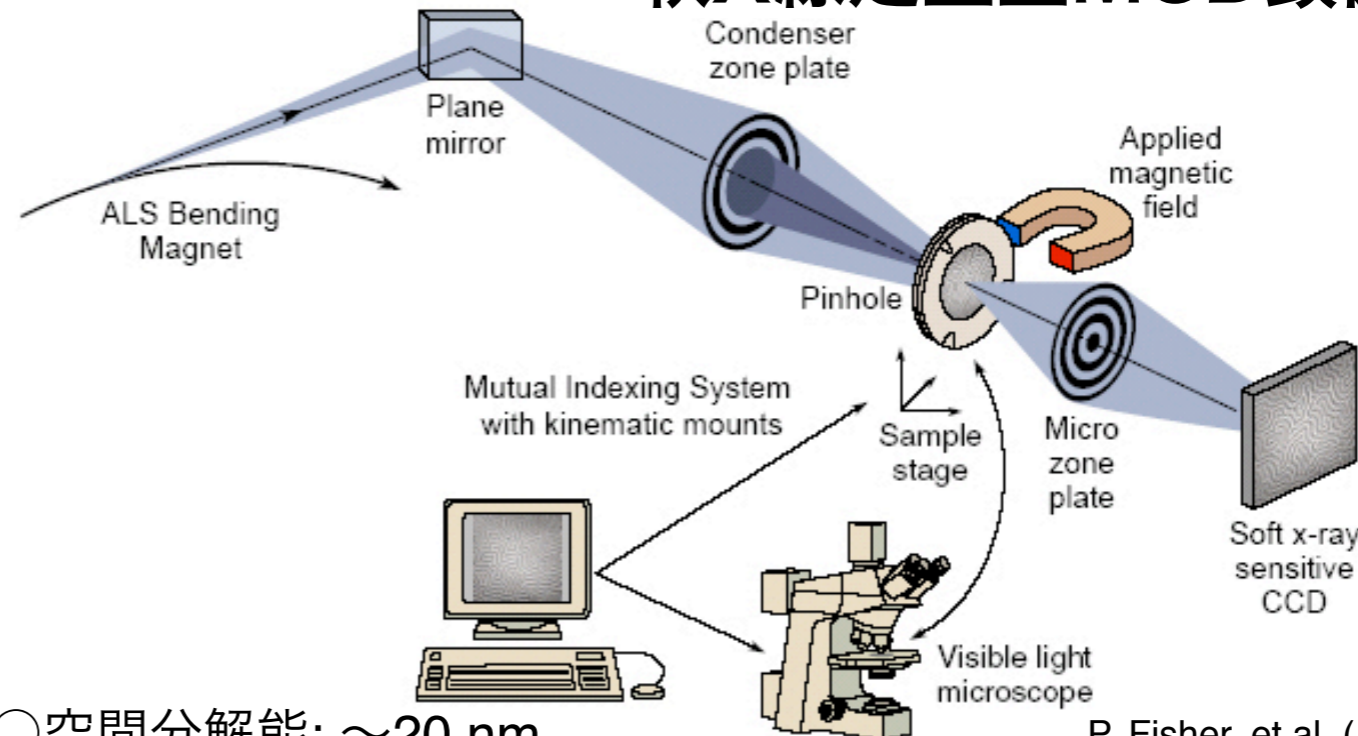
PEEM SPECTOR (ELMITEC)



Kotsugi, APEX 3, 013001 (2010).

- 空間分解能: $\sim 20 \text{ nm}$
- △ 検出深さ: 20 \sim 200 nm
- × 磁場中測定は不可

軟X線走査型MCD顕微鏡

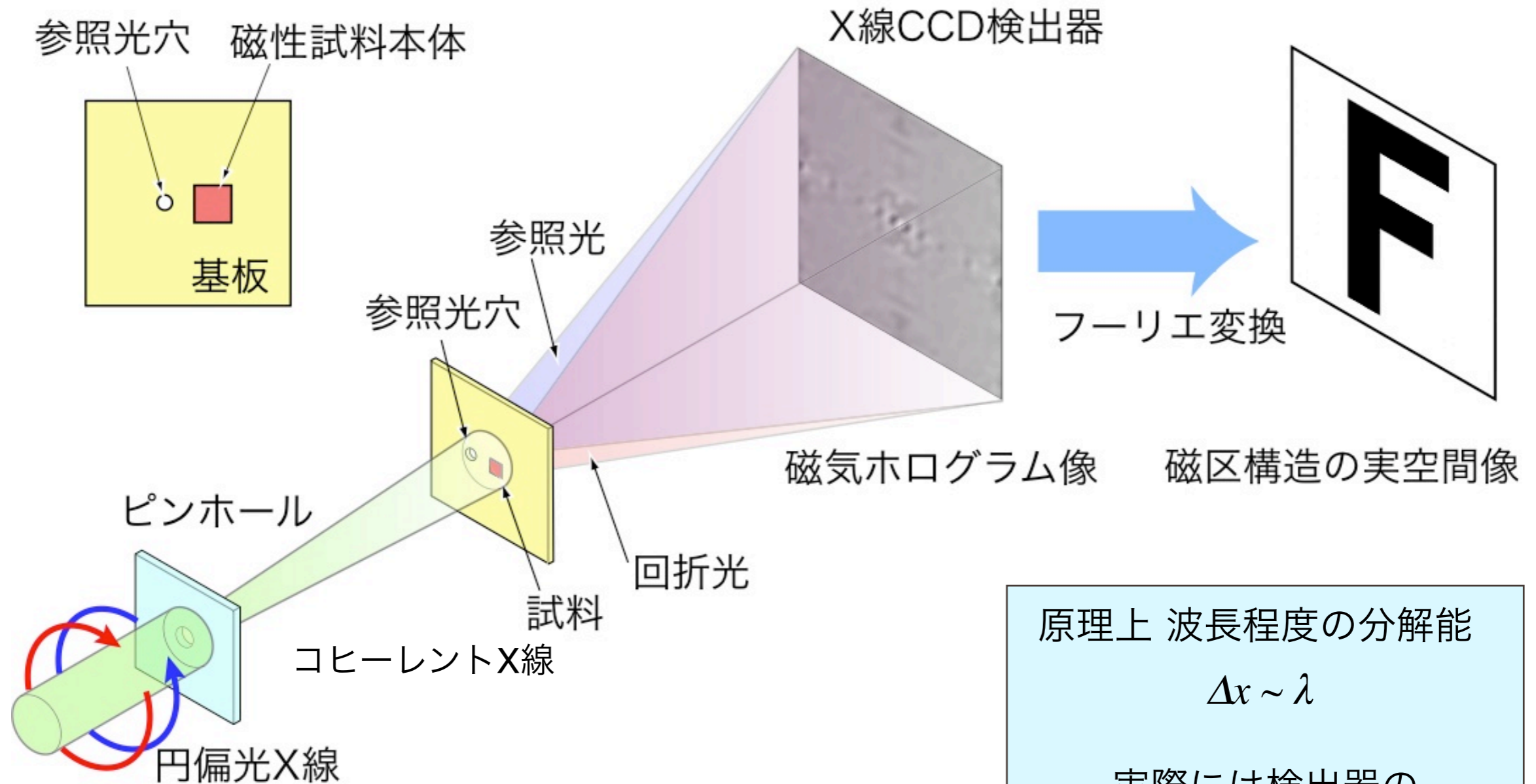


○空間分解能: $\sim 20 \text{ nm}$

P. Fisher, et al. (ALS Web)

△ 検出深さ: $\sim 100 \text{ nm}$ ◎ 磁場中測定が可能

フーリエ変換ホログラフィー法



- 試料回折光と参照光との干渉によるホログラム
- 左右円偏光による差分像 → 磁気イメージ

原理上 波長程度の分解能

$$\Delta x \sim \lambda$$

実際には検出器の
サイズと距離で決まる

$$\Delta x \sim \lambda z/a < 10 \text{ nm}$$

様々な波長域でホログラフィーは可能？

	波長 (nm)	浸透深さ	可干渉距離
可視光	~ 500	10 nm	~ mm*
UV, EUV	~ 50	10 nm	~ mm*
軟X線	~ 1	100 nm	~ 100 μm
硬X線	~ 0.1	10 μm	~ 10 μm
ガンマ線 (?)	< 0.01	> 1 mm	< 1 μm (?)

*レーザーが利用可能

- 空間分解能：原理的には波長に比例→短波長ほど有利
- 厚い試料の観察→短波長ほど有利
- 空間コヒーレンス(可干渉距離)→短波長ほど短い

第3世代放射光源で~10 μm @ $\lambda=0.1$ nm

X線ホログラフィーの特徴

- **高空間分解能** (原理的には波長に比例)
- **厚い試料の観察、バルク敏感性**
 - 軟X線 ... 100 nm
 - 硬X線 10 μm
- **元素選択性**
 - 共鳴吸収端の利用
- **磁気イメージング**
 - 磁気円偏光二色性、共鳴吸収端の利用

硬X線ホログラフィーのメリット

- **バルク敏感性**

実デバイス試料の観察

表面保護層等の下に埋もれた磁性層

3次元観察 (CT)

- **試料環境の自由度**

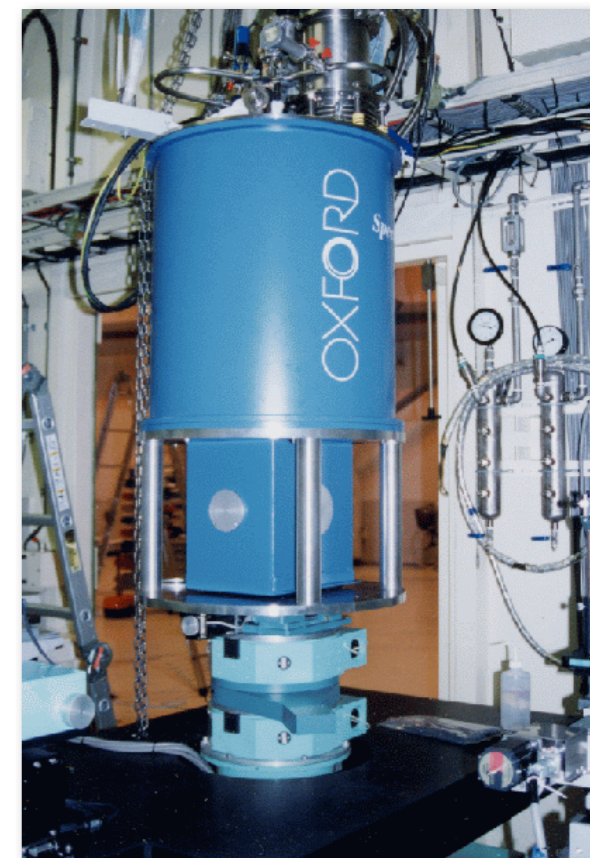
超高真空環境が不要

強磁場、パルス磁場、書き込み用レーザー等の導入

- **XFEL (X線自由電子レーザー) への展開**

2010年度完成、2011年度から稼働予定

最初のビームラインは硬X線用



10 T 超伝導マグネット

硬X線と軟X線ホログラフイーの比較

*[Co(0.4 nm)/Pt(1.1 nm)]₄₀ 多層膜 (厚さ 44 nm) に対する計算結果

元素吸収端	波長 (nm)	X線エネルギー (eV)	δ	β	吸収率 (%)	位相シフト (°)
Co L_3	1.59	778	2.1×10^{-3}	1.8×10^{-3}	63	20.9
Pt L_3	0.107	11564	1.5×10^{-5}	2.7×10^{-6}	1.4	2.2

物質との相互作用：硬X線 \ll 軟X線

- ・ ホログラフイー像のコントラスト低下
- ・ 十分な遮弊が得られない → 参照光源？

硬X線で解決すべき点

参照光用の穴の作製

- ・ 小さい穴径→高分解能
- ・ 硬X線→重元素、厚さ必要
- ・ 細く深く掘らなければ！

直径 10 nm × 深さ 1 μm = 1:100 !



細く深く掘られた井戸

透過率

Au ($Z = 79$)

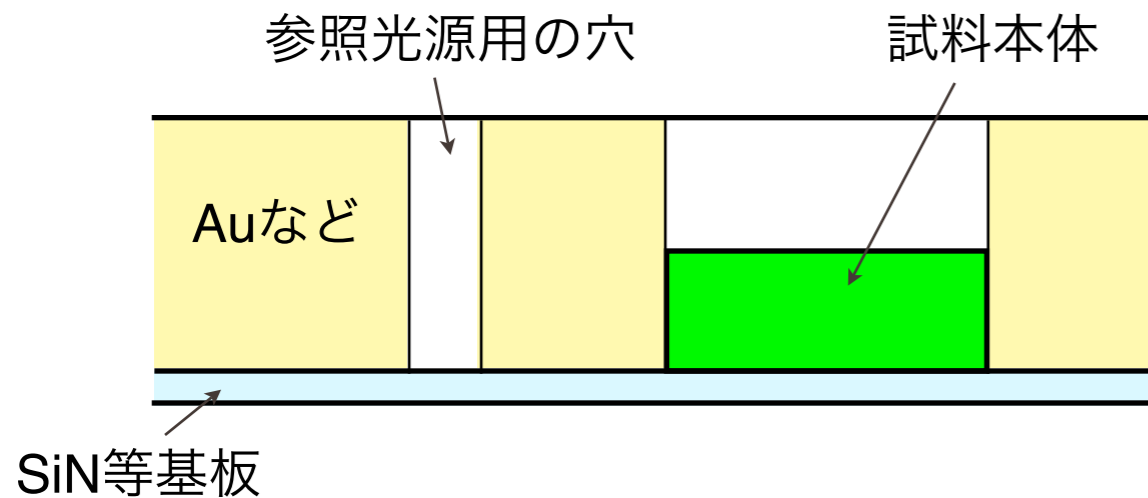
$T = 50\%$ ($t = 1\mu\text{m}$)@7 keV

$T = 80\%$ ($t = 1\mu\text{m}$)@10 keV

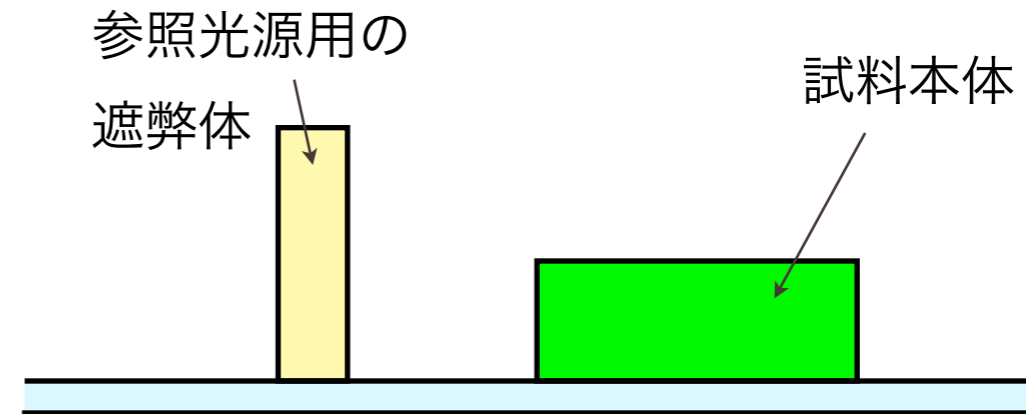
Auなど重金属膜でも完全な遮光は難しい

参照光源物体の検討

a. 穴を参照光源とする



b. 散乱体を参照光源とする

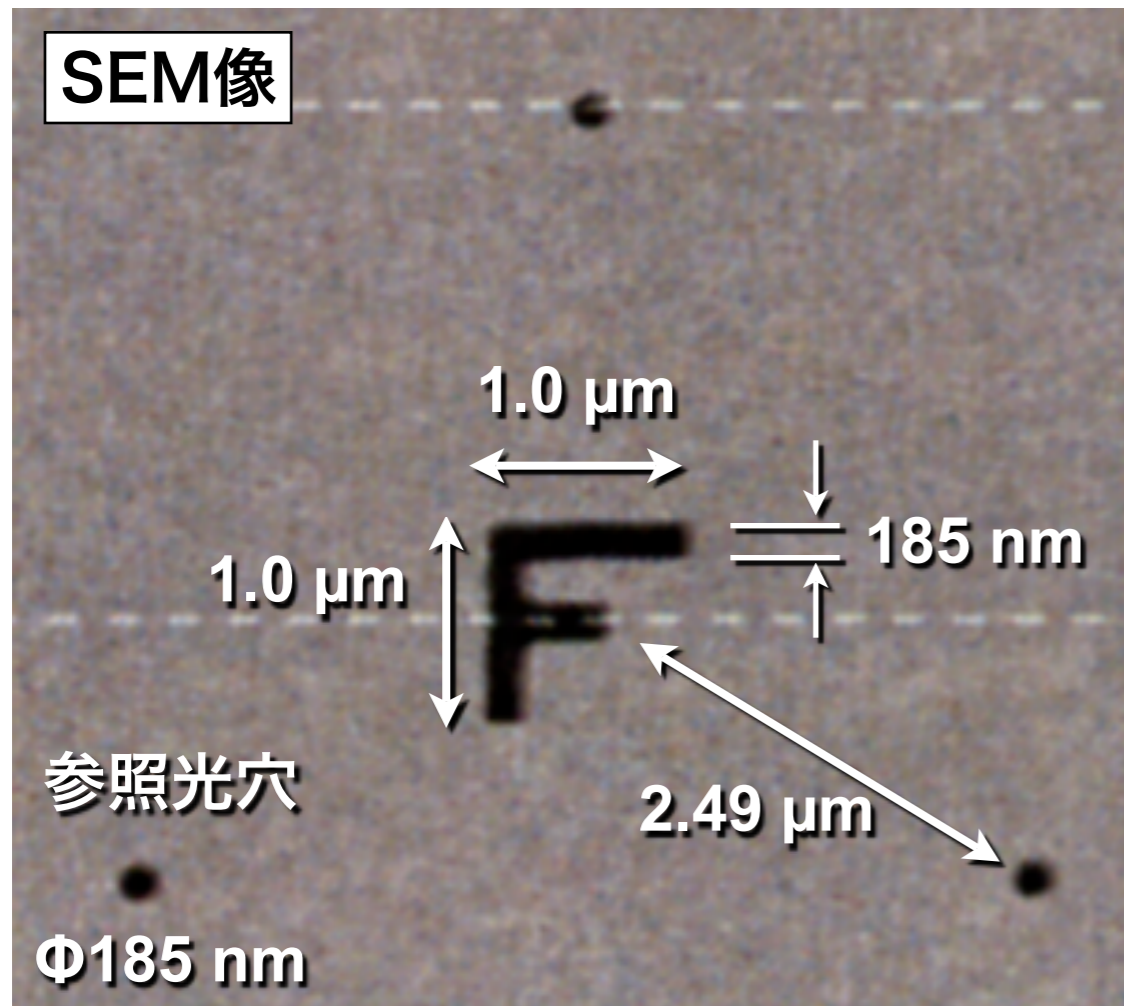


Q1. 穴 or 遮弊体？ ... バビネの定理

Q2. 半透明 (位相物体) でも機能するか？

“凹”試料 (穴を参照光源)

‘F’ パターン、参照光穴 3 個



膜: Ta (厚さ2.75 μm)

基板: SiC メンブレン (厚さ240 nm)

パターン加工: FIB (収束イオンビーム)

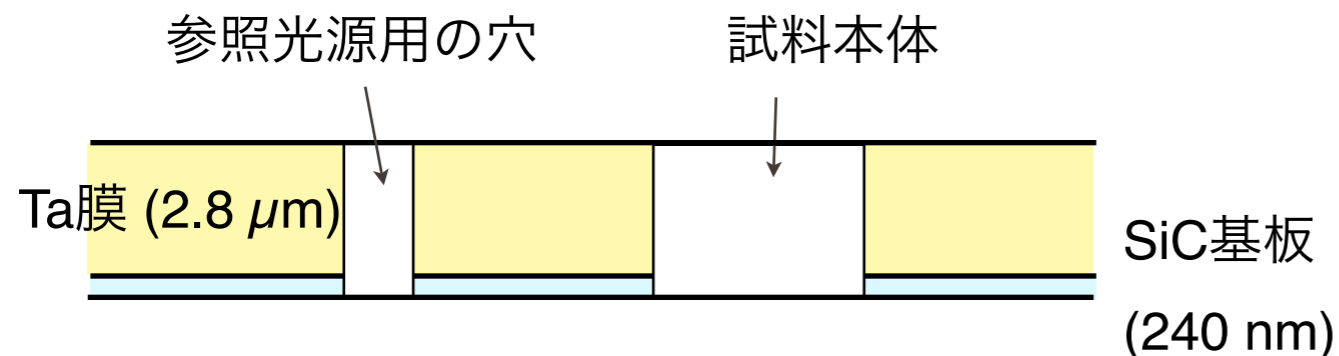
パターン幅: 185 nm

Ta膜の透過率

Ta ($Z = 73$)

$T = 9\%$ ($t = 2.75 \mu\text{m}$)@5 keV

$T = 34\%$ ($t = 2.75 \mu\text{m}$)@10 keV



試料作製:

NTT-ATナノファブリケーション株式会社
(フレネルゾーンプレートの実績)

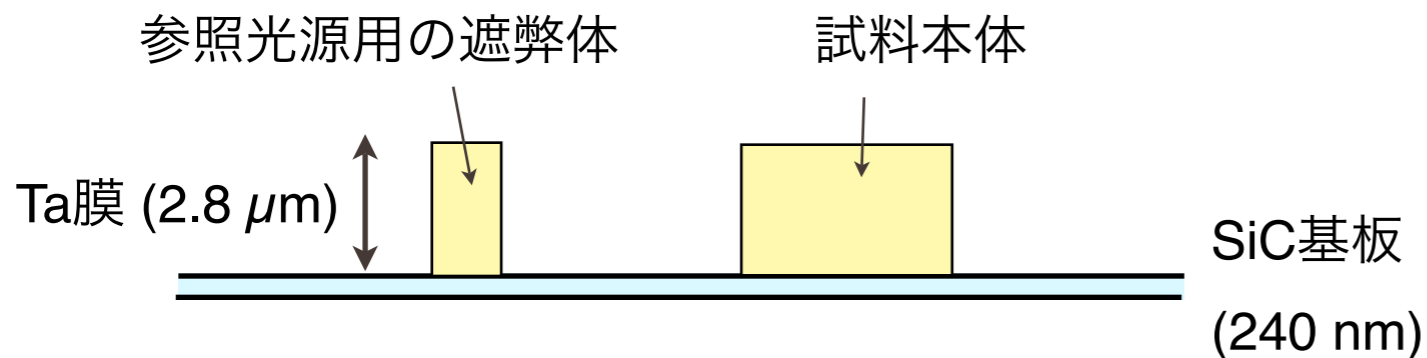
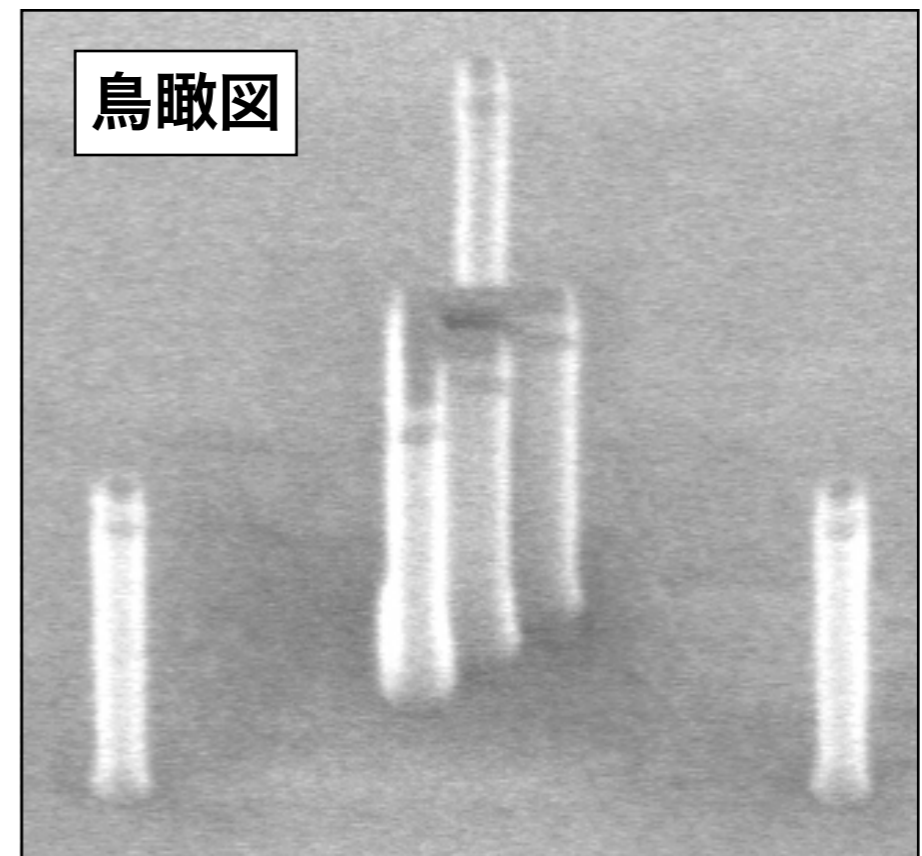
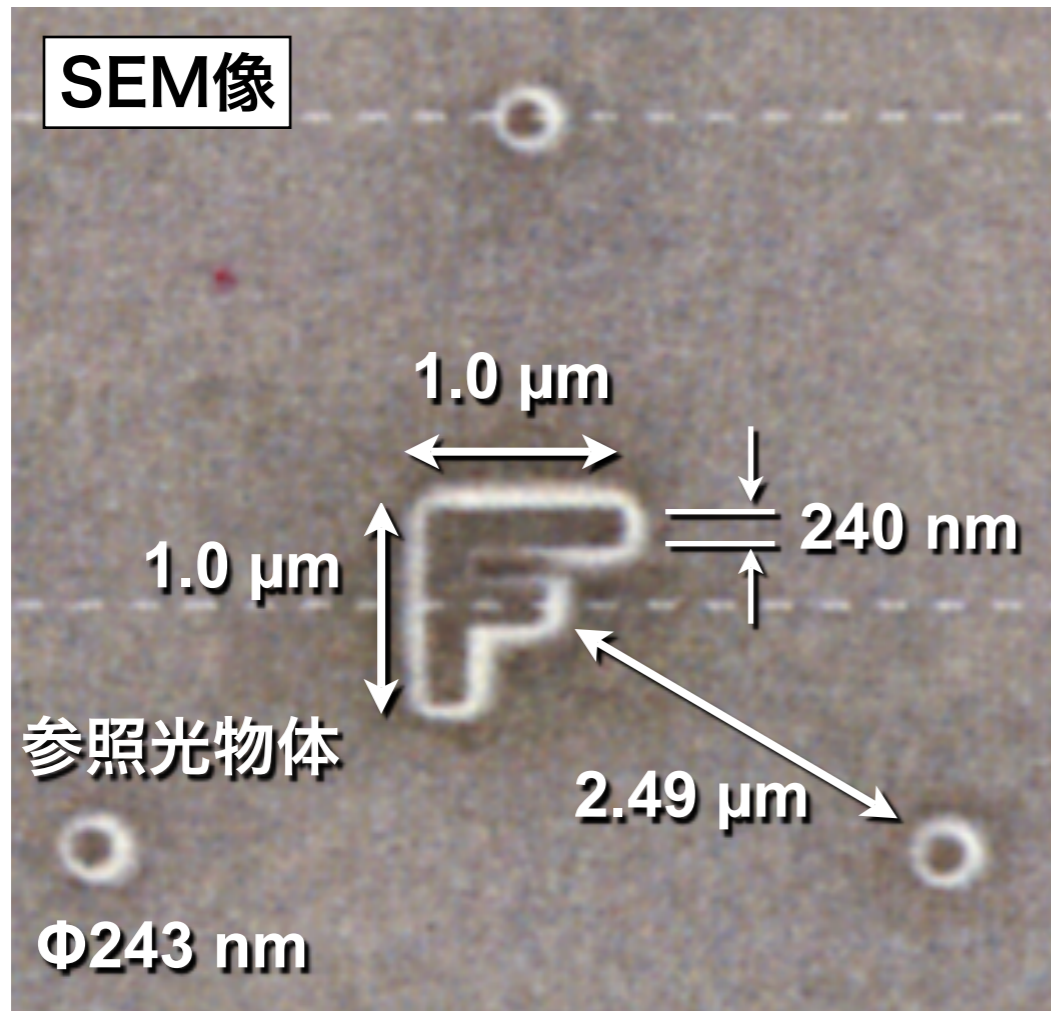
“凸”試料 (散乱体を参照光源)

‘F’ パターン、参照光物体 3 個

膜: Ta (2.75 μm)/SiC (240 nm)

パターン加工: FIBリソグラフィー

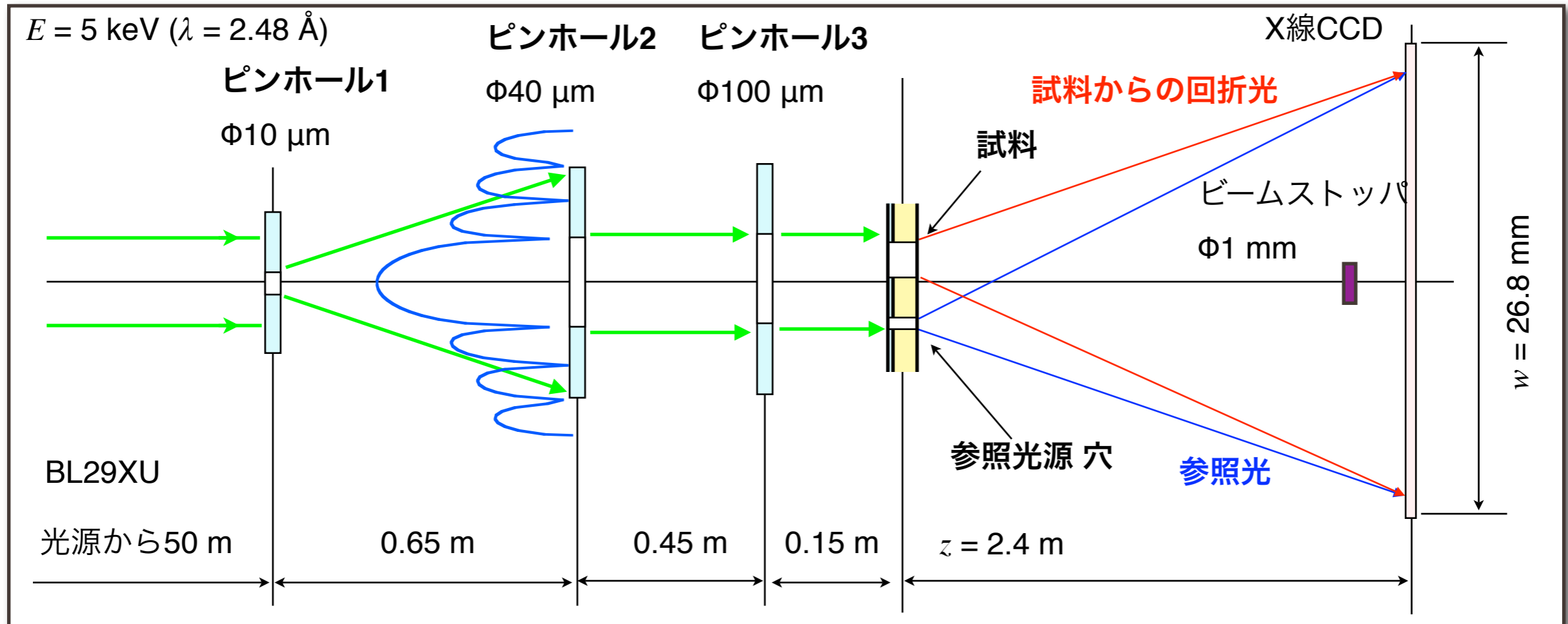
パターン幅: 240 nm



試料作製:

NTT-ATナノファブリケーション株式会社

実験配置



この配置での理論値

1. 空間分解能

$$\Delta x \geq \frac{\lambda z}{w/2} = 46 \text{ nm}$$

2. 観察可能な視野

$$x_{\text{max}} = \frac{\lambda z}{2p_x} = 15 \mu\text{m} \text{ 四方}$$

X線CCD:

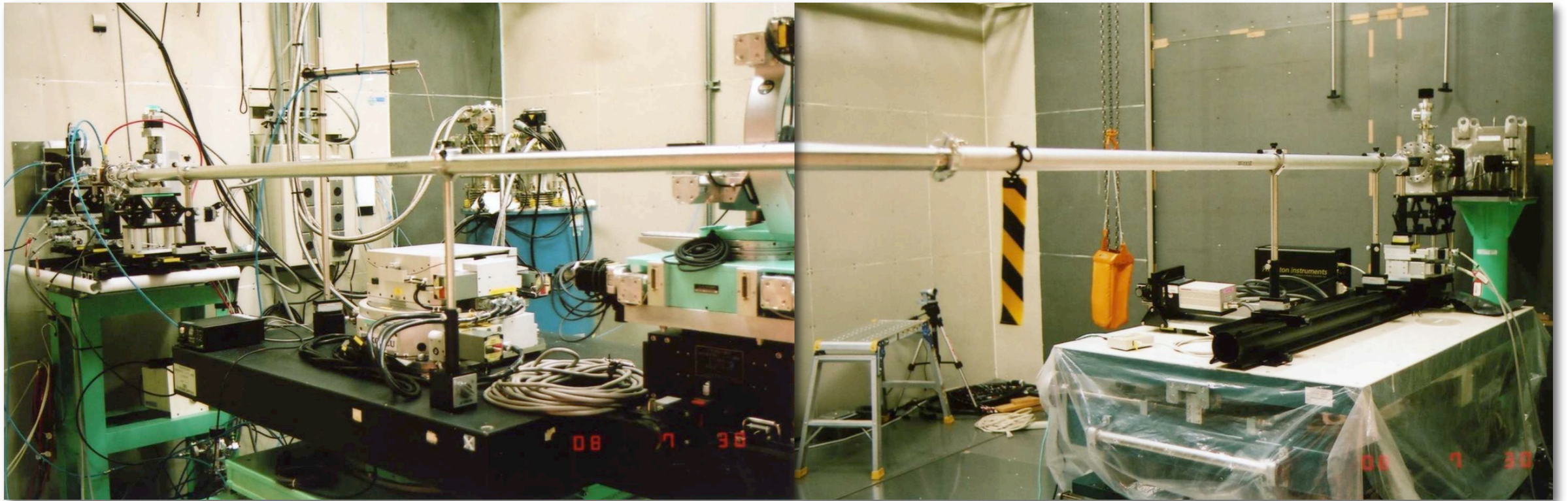
Princeton Instruments
PI-LCX-1300

素子面積: 26.8 x 26.0 mm

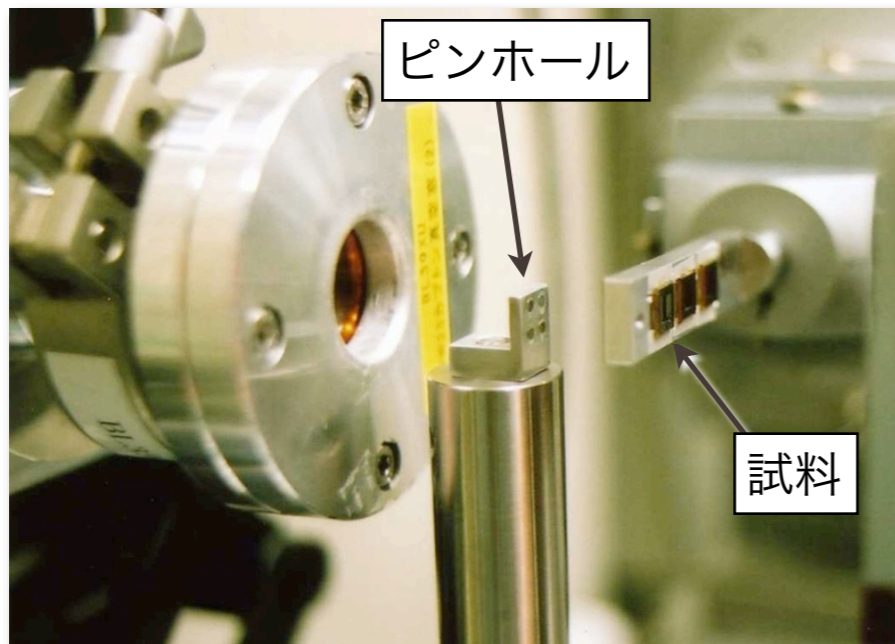
1340 x 1300ピクセル

ピクセルサイズ: $p_x = 20 \mu\text{m}$

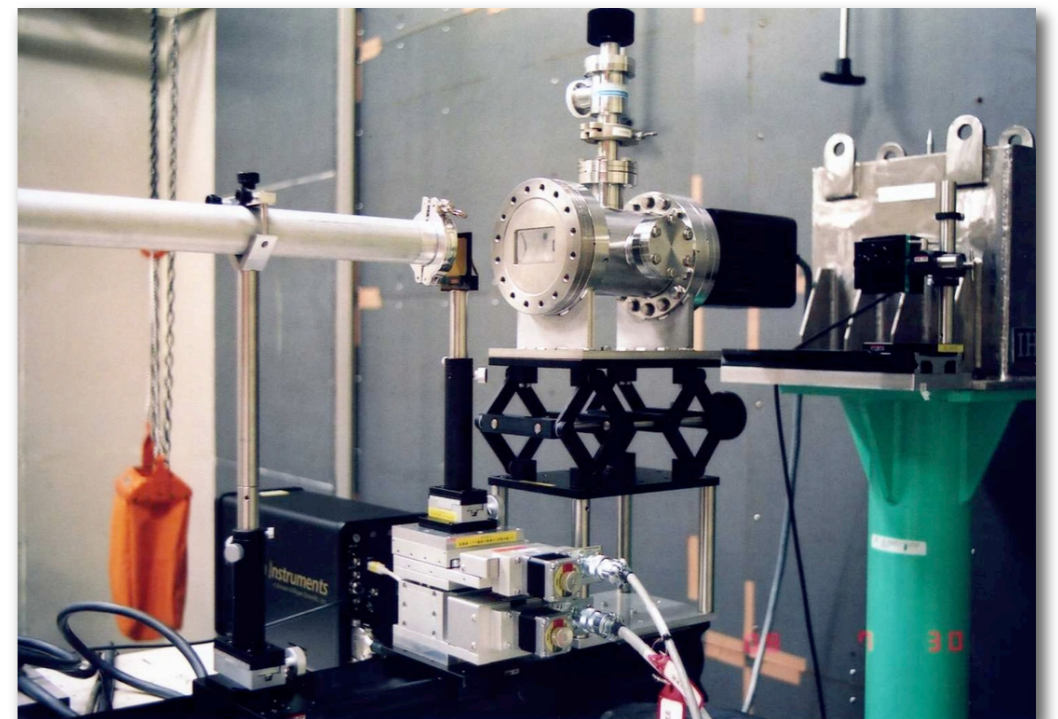
実験の様子



SPring-8 BL39XUビームライン

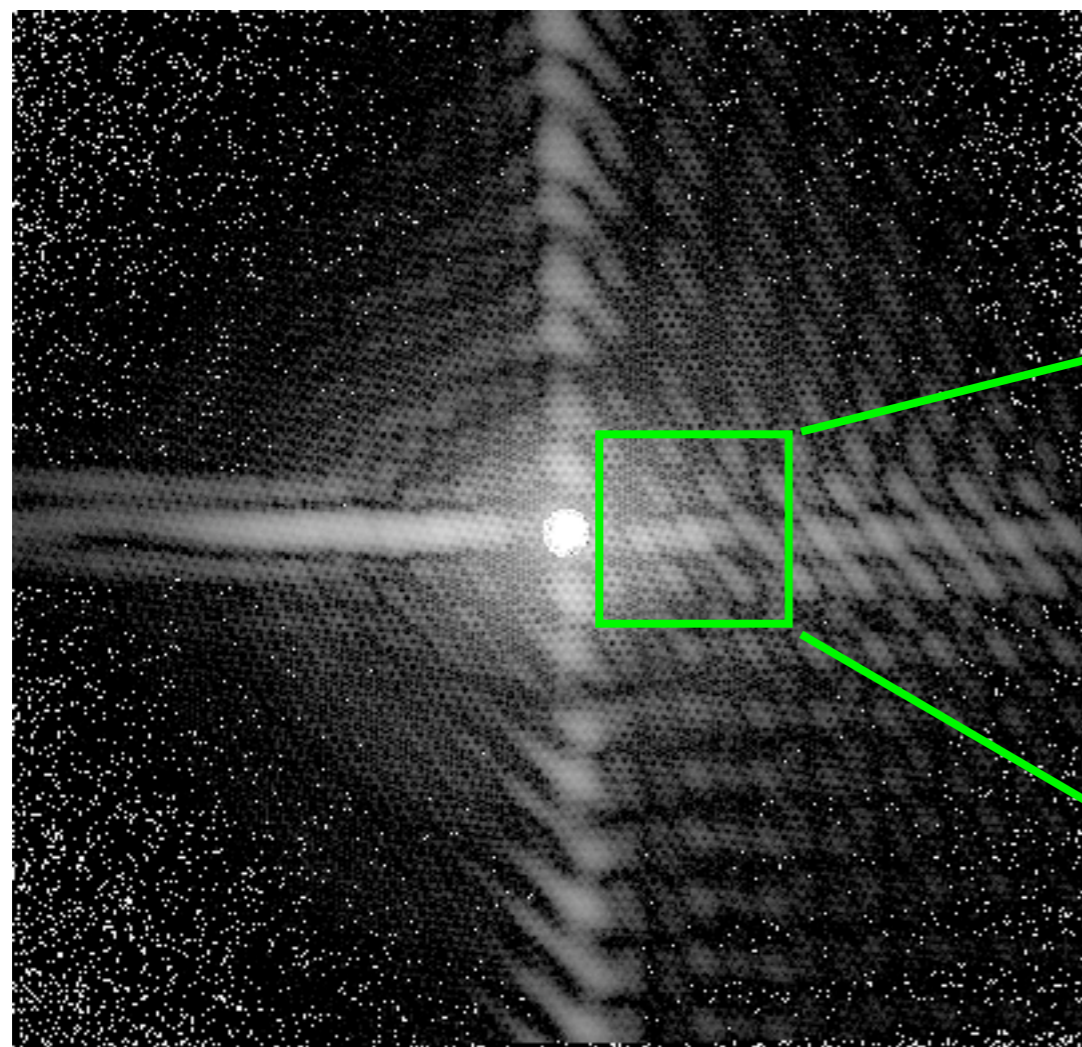


試料まわり



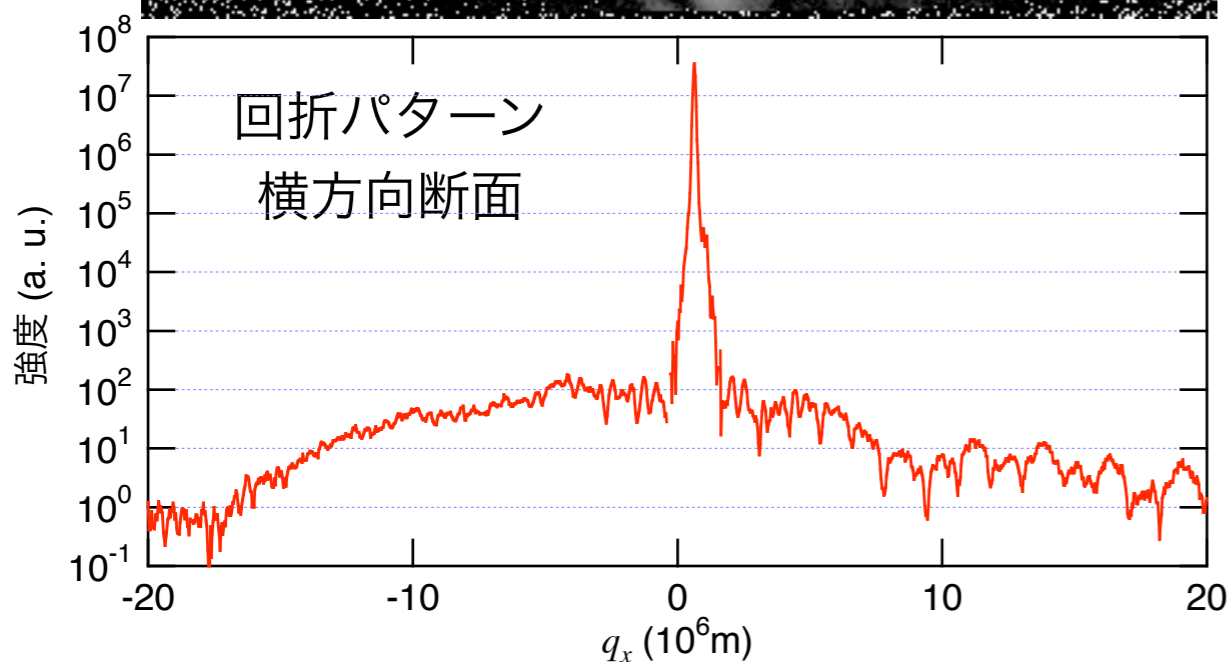
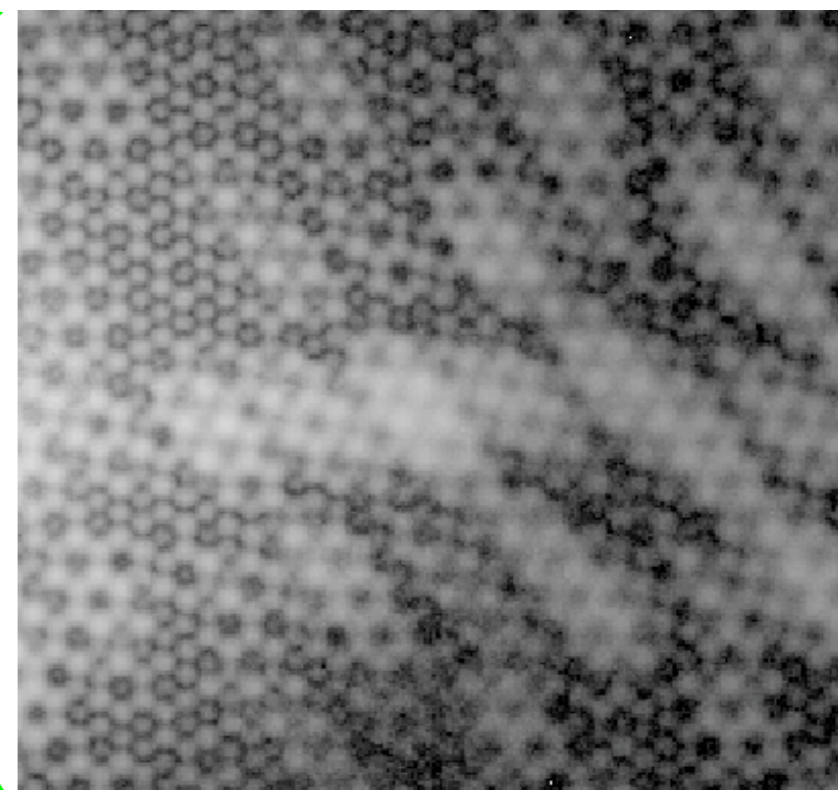
X線CCDとビームストッパ

ホログラフィーパターン (“穴”試料)



回折パターン
濃淡はログスケール
 $E = 5 \text{ keV } (\lambda = 2.48 \text{ \AA})$

蜂の巣状の干渉縞



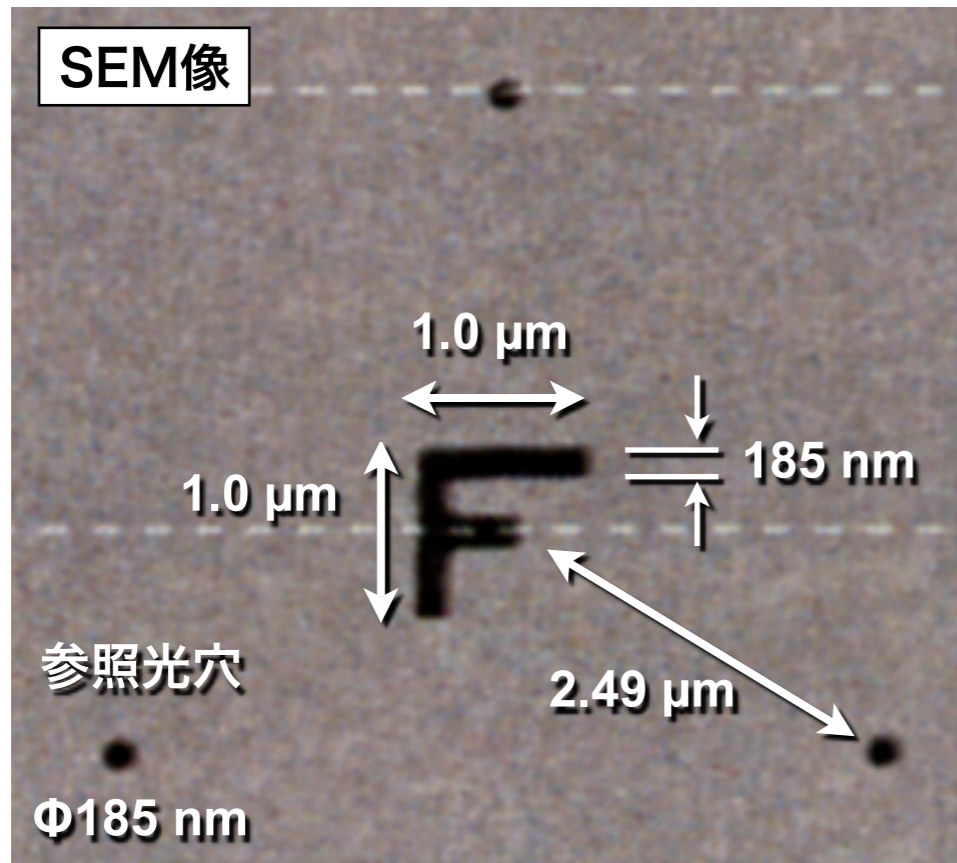
蜂の巣状の干渉縞 → 試料-参照光穴の干渉

多段階露出 → ダイナミックレンジ8桁

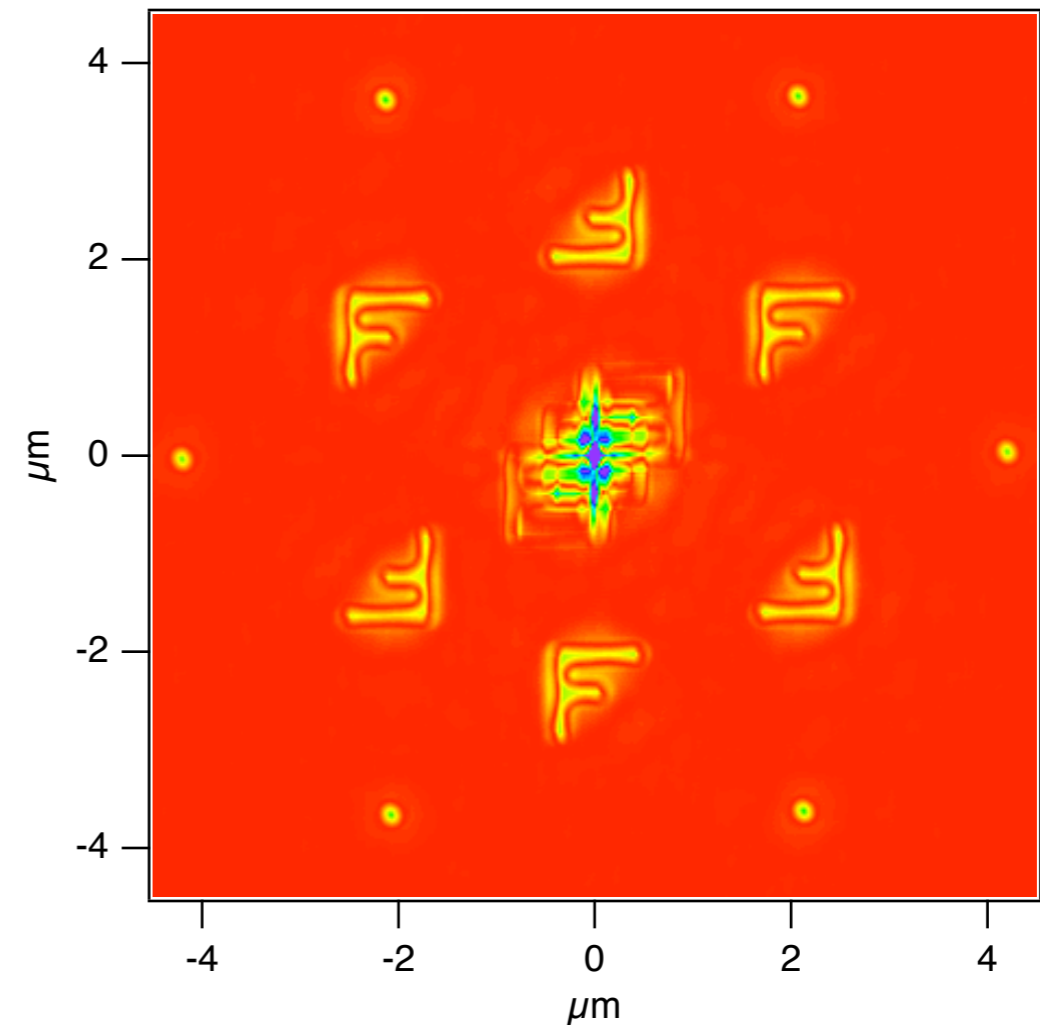
中心部に強いダイレクトビーム
干渉縞強度はその5桁落ち

フーリエ変換による再生像

試料SEM像



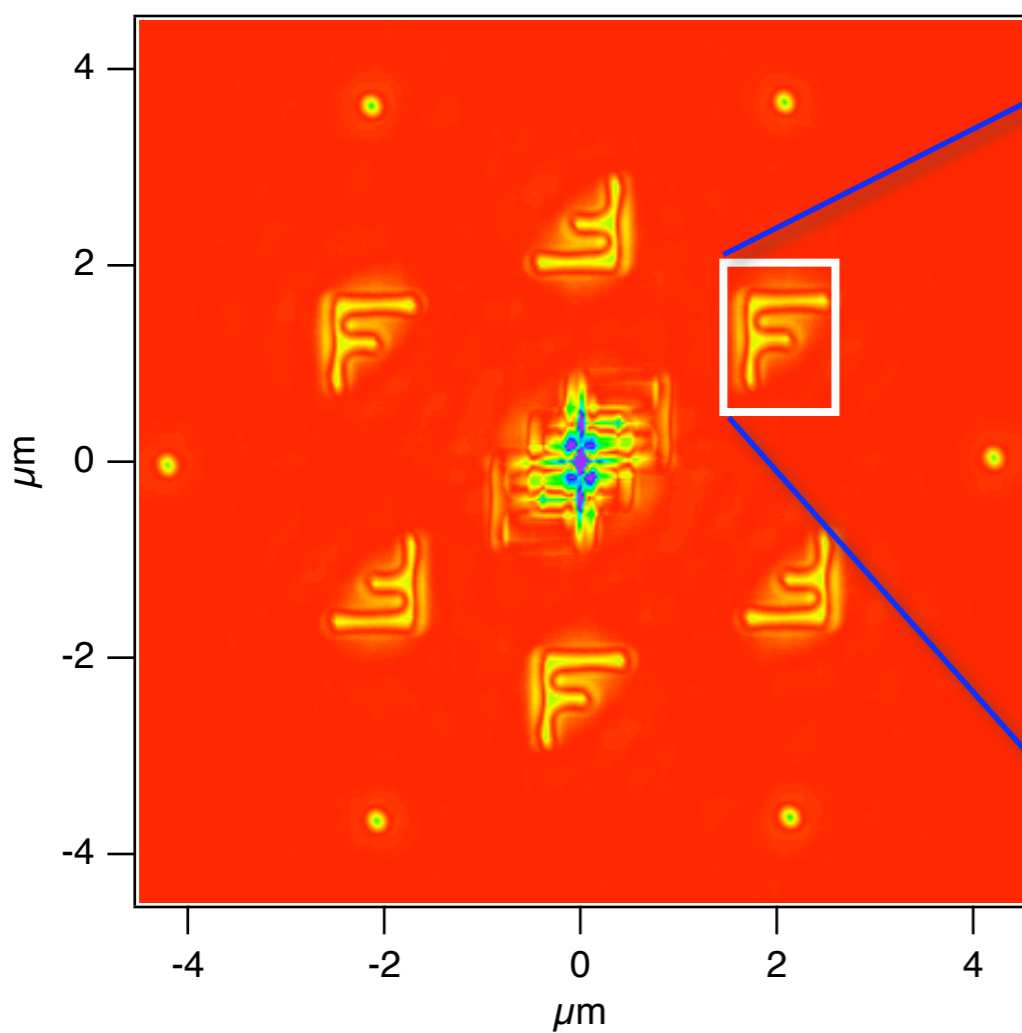
フーリエ変換像



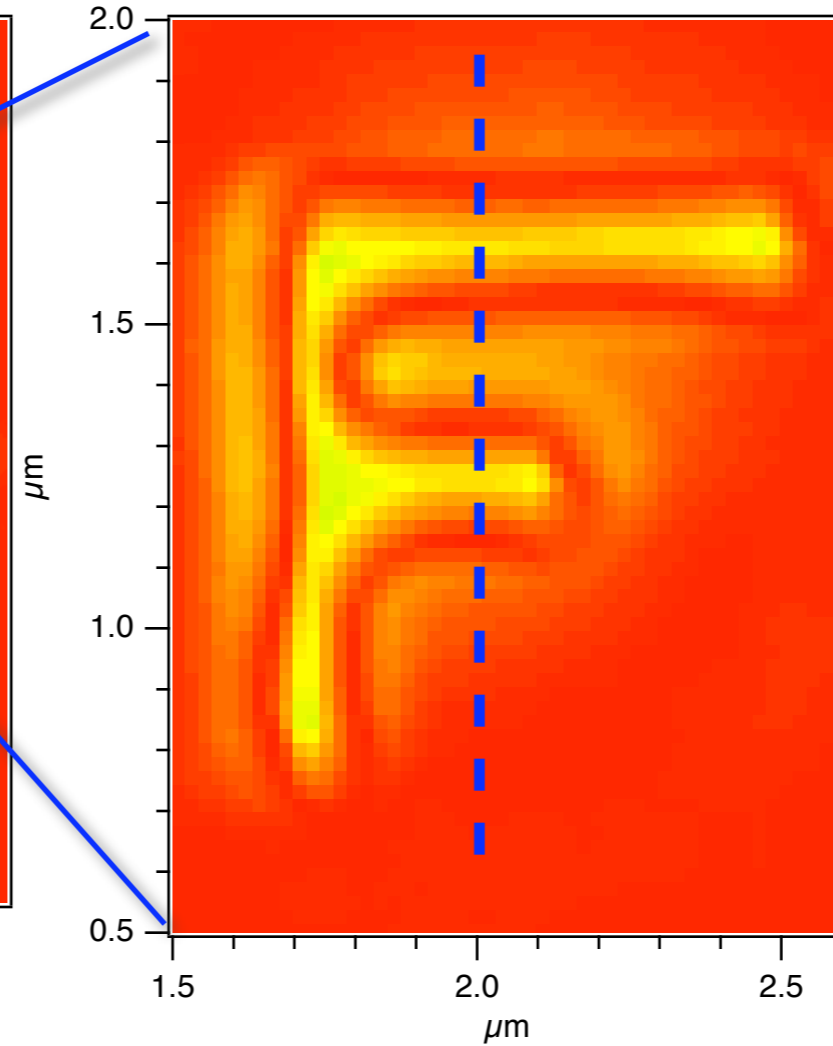
- 'F'パターンの形状を再現 (幅 185 nm)
 - 多重像の記録 (複数の参照光源)
- (回折パターンを中心部をマスクして解析)

再生像の分解能

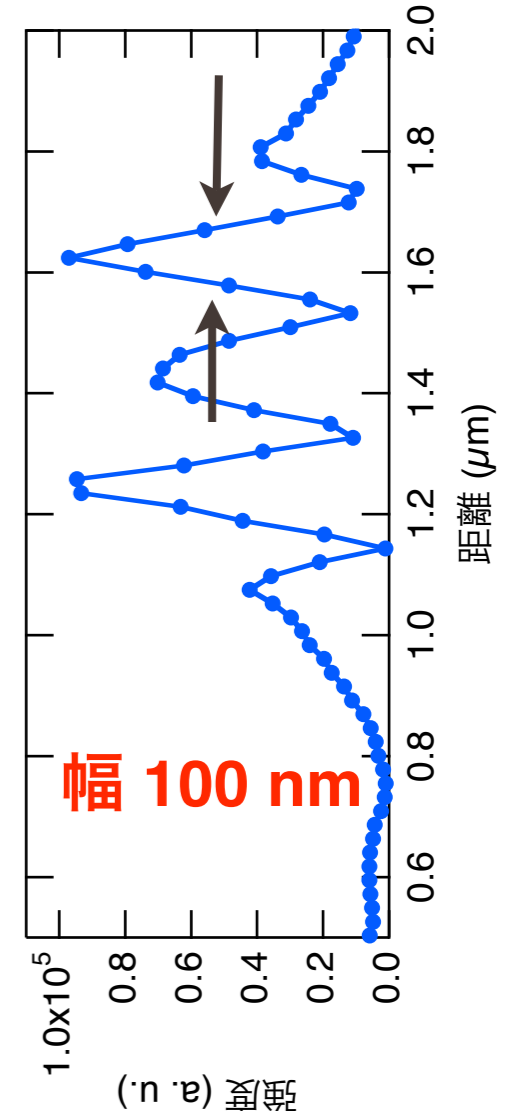
フーリエ変換像



フーリエ変換像 (拡大)



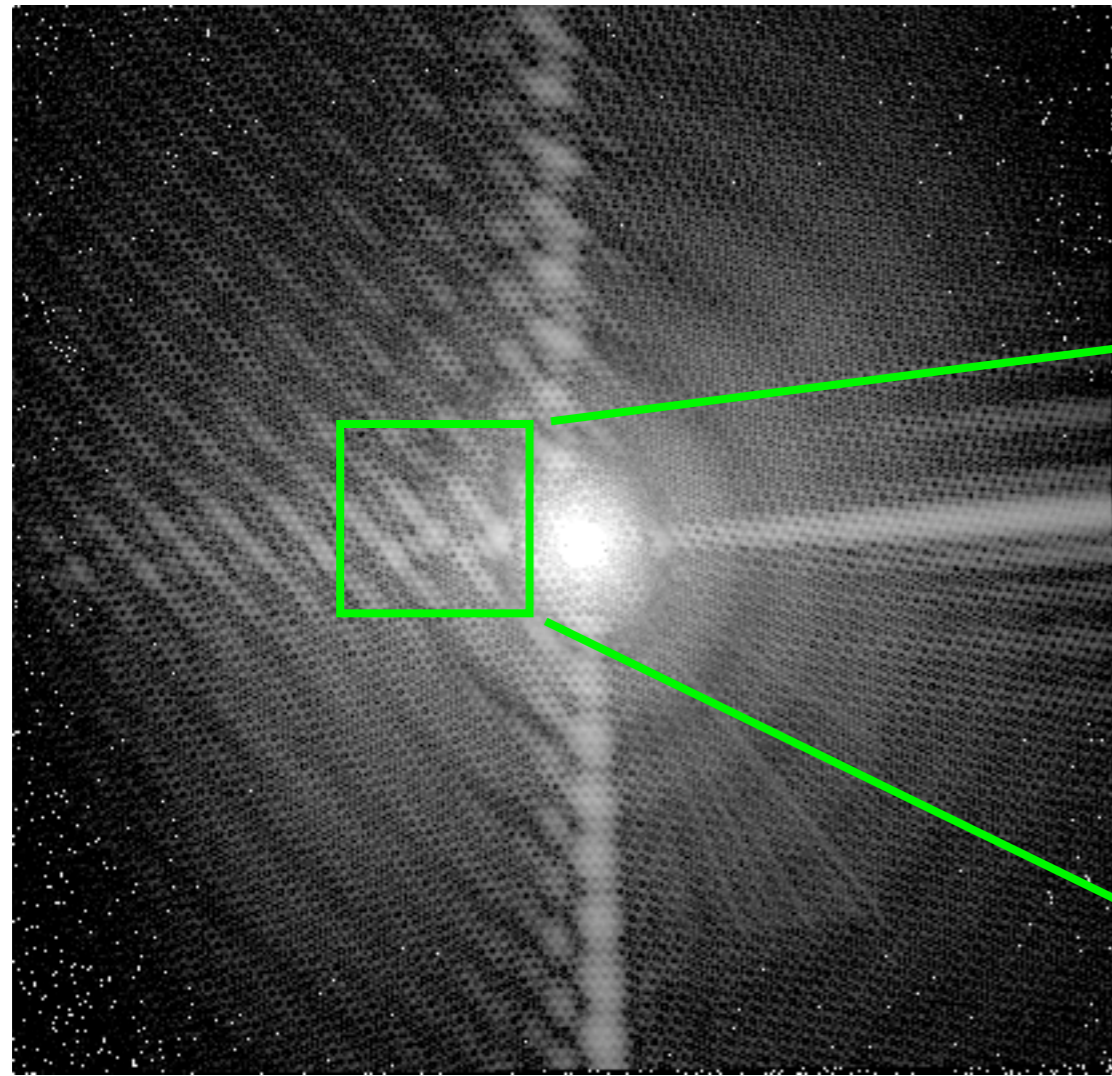
断面図



SEMで見積もった線幅：185 nm

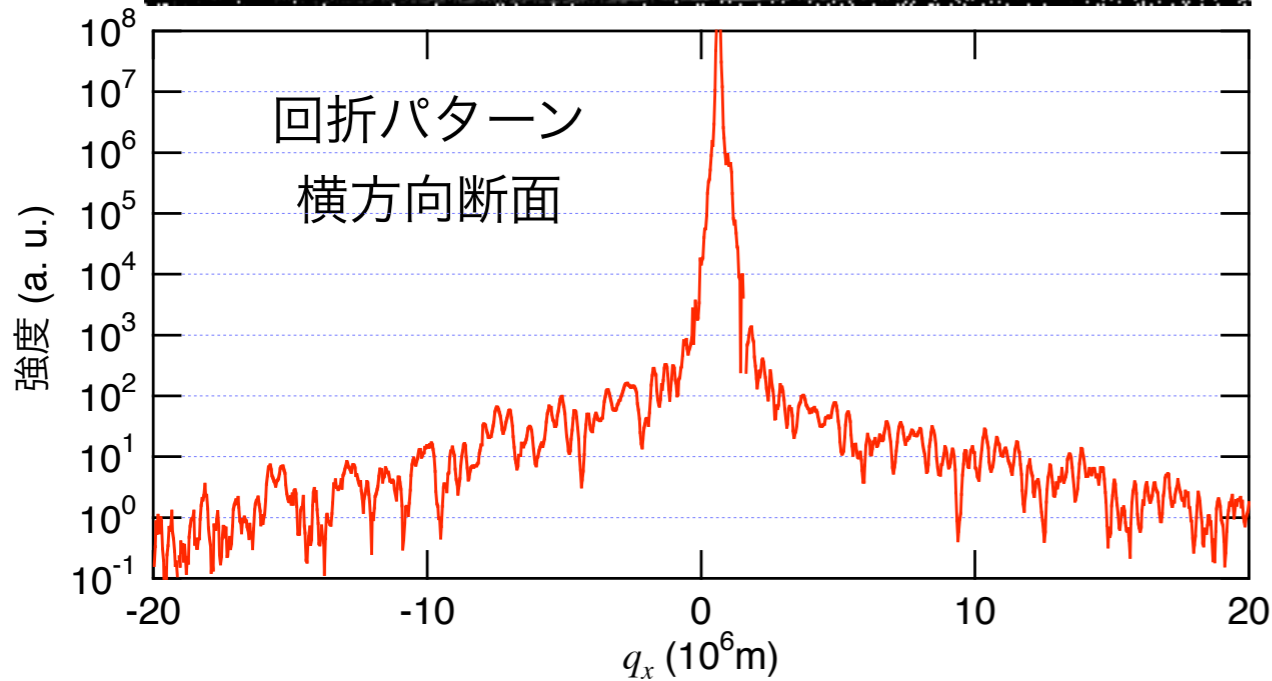
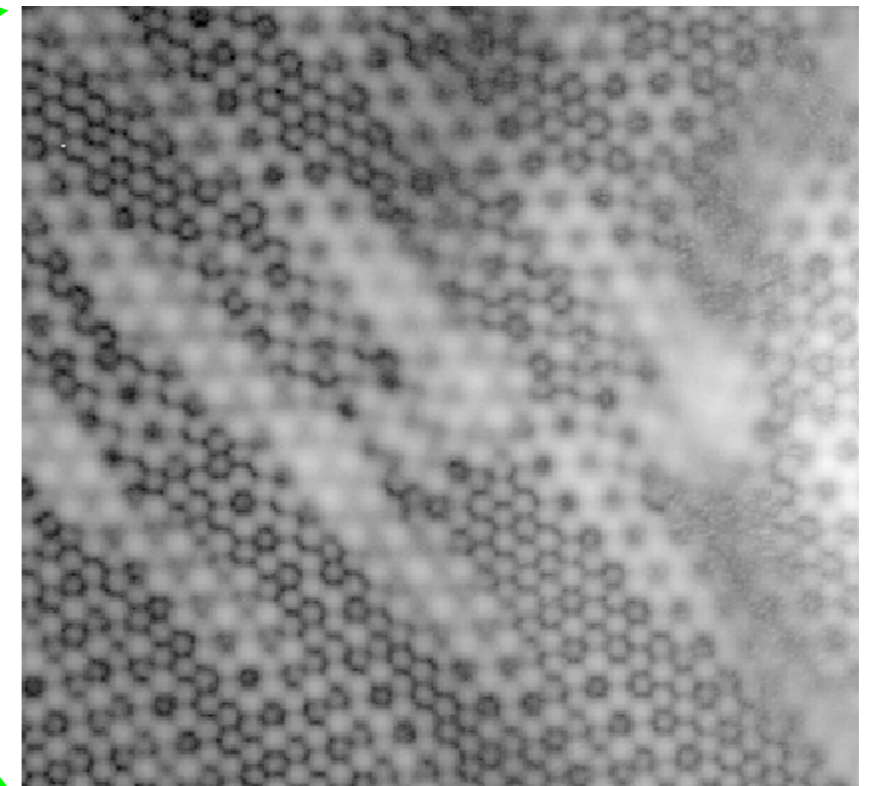
フリッジは q_x の測定範囲 $< 20 \text{ } (\mu\text{m}^{-1})$ によるものか

ホログラフィーパターン (凸試料)



回折パターン
濃淡はログスケール
 $E = 5 \text{ keV } (\lambda = 2.48 \text{ \AA})$

蜂の巣状の干渉縞



蜂の巣状の干渉縞 → 試料-参照光穴の干渉

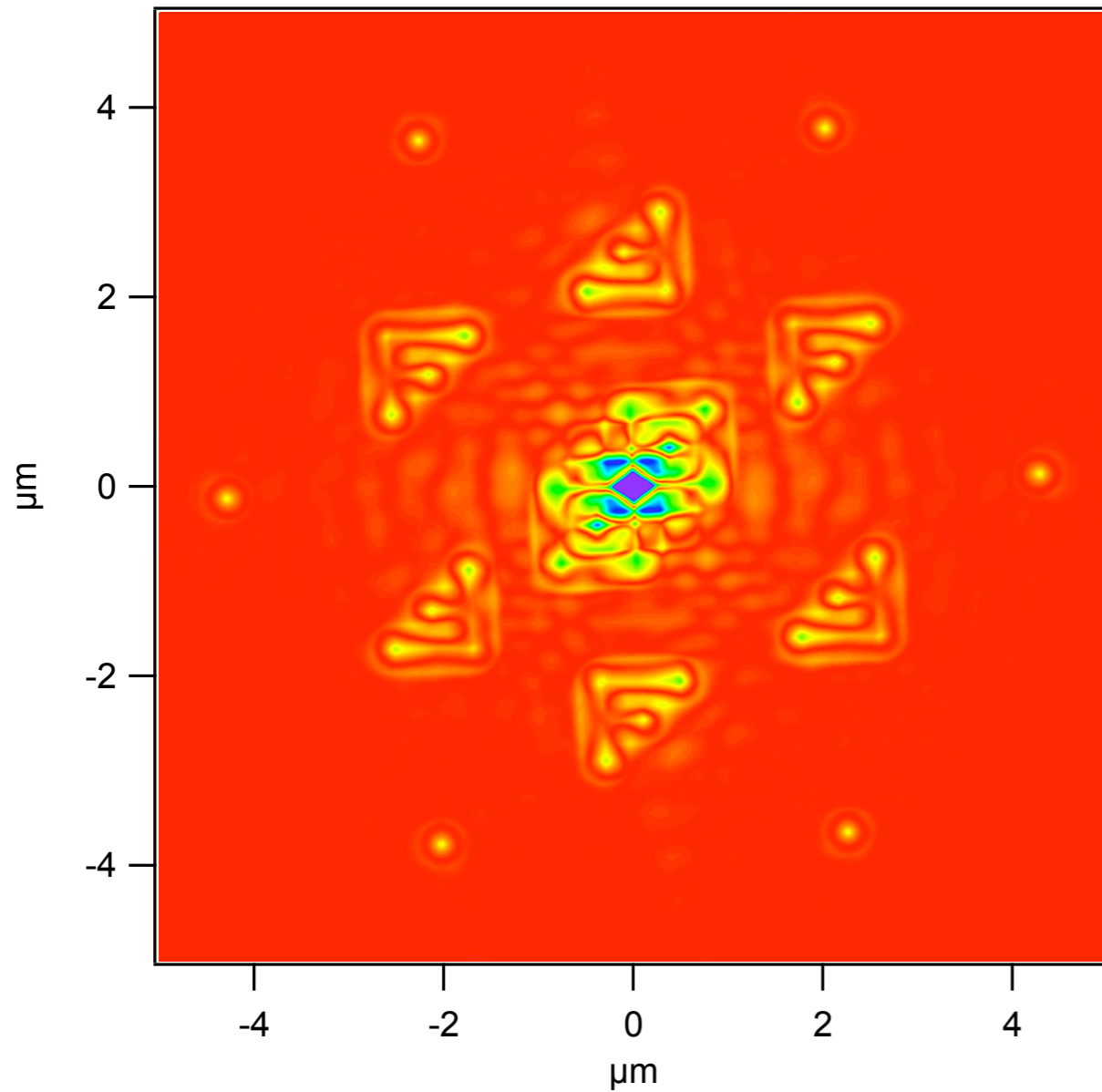
多段階露出 → ダイナミックレンジ8桁

中心部に強いダイレクトビーム
干渉縞強度はその5桁落ち

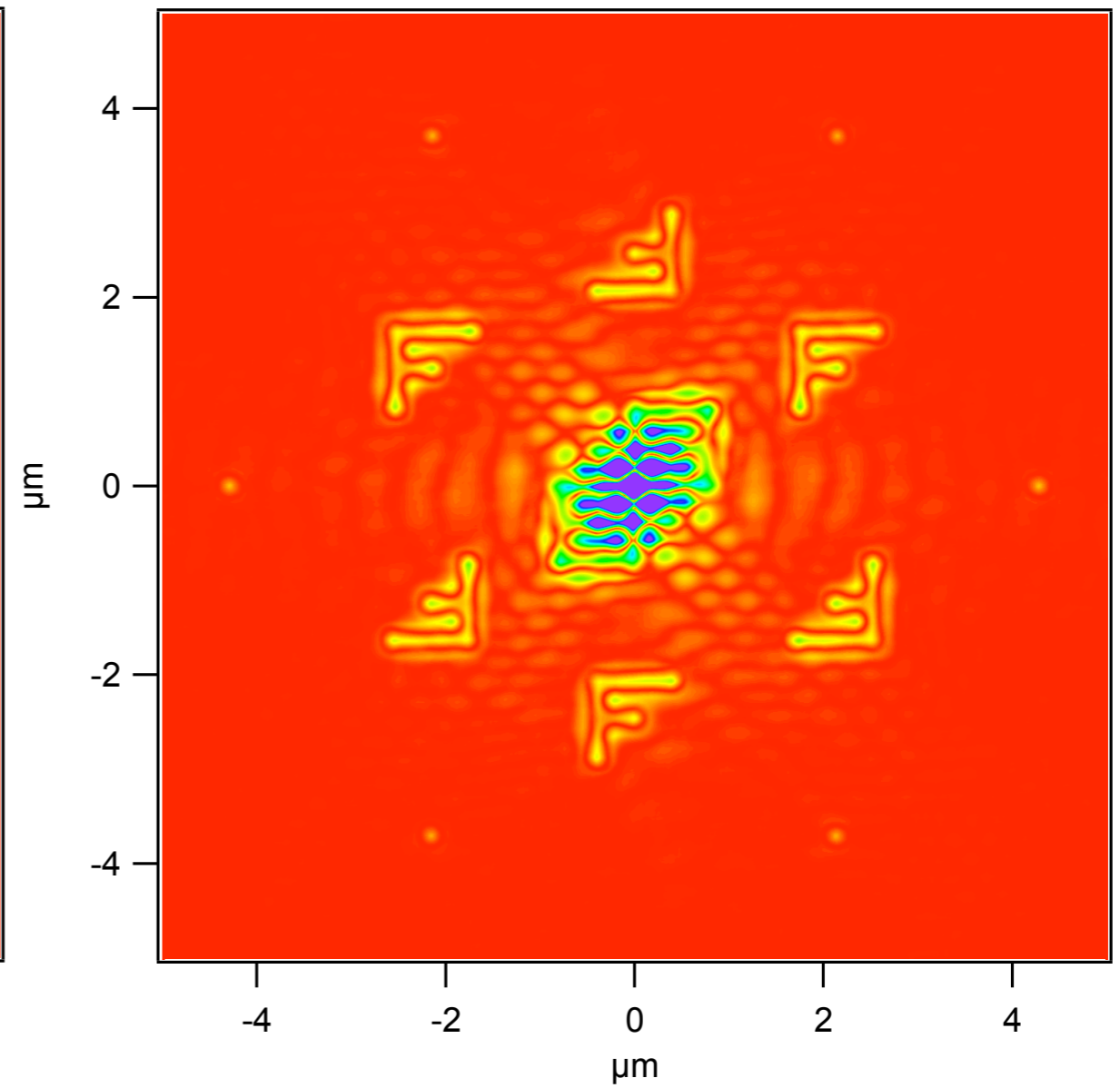
フーリエ変換による再生像

“凸” 試料

“穴” 試料



線幅240 nm

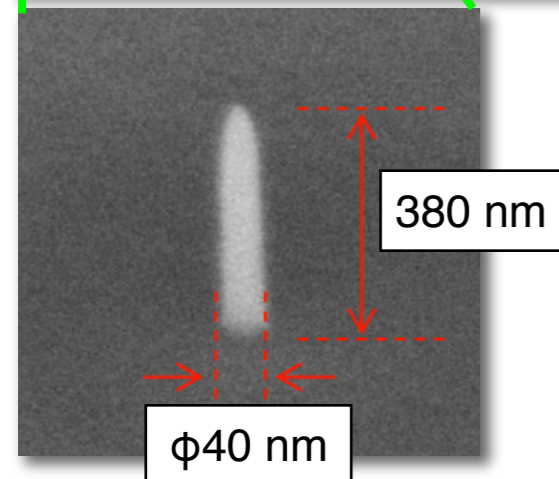
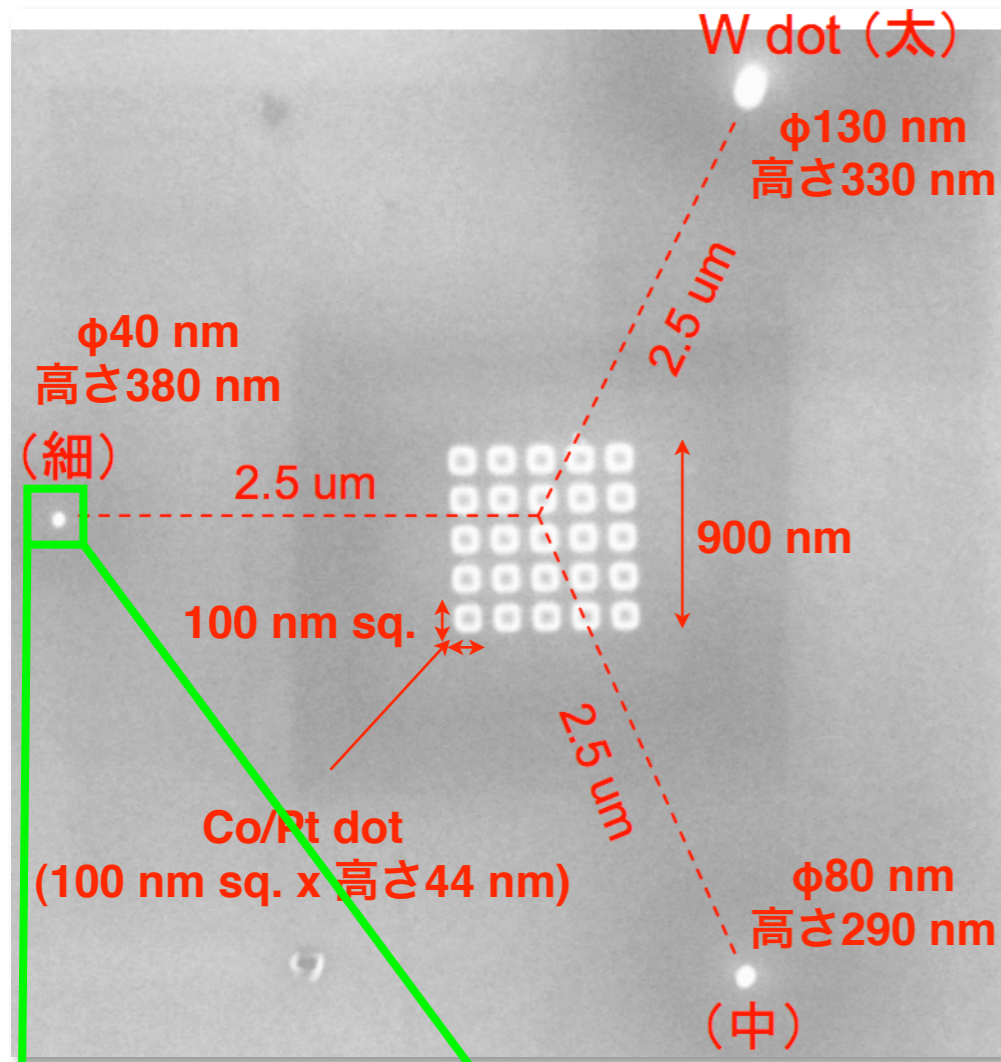


線幅185 nm

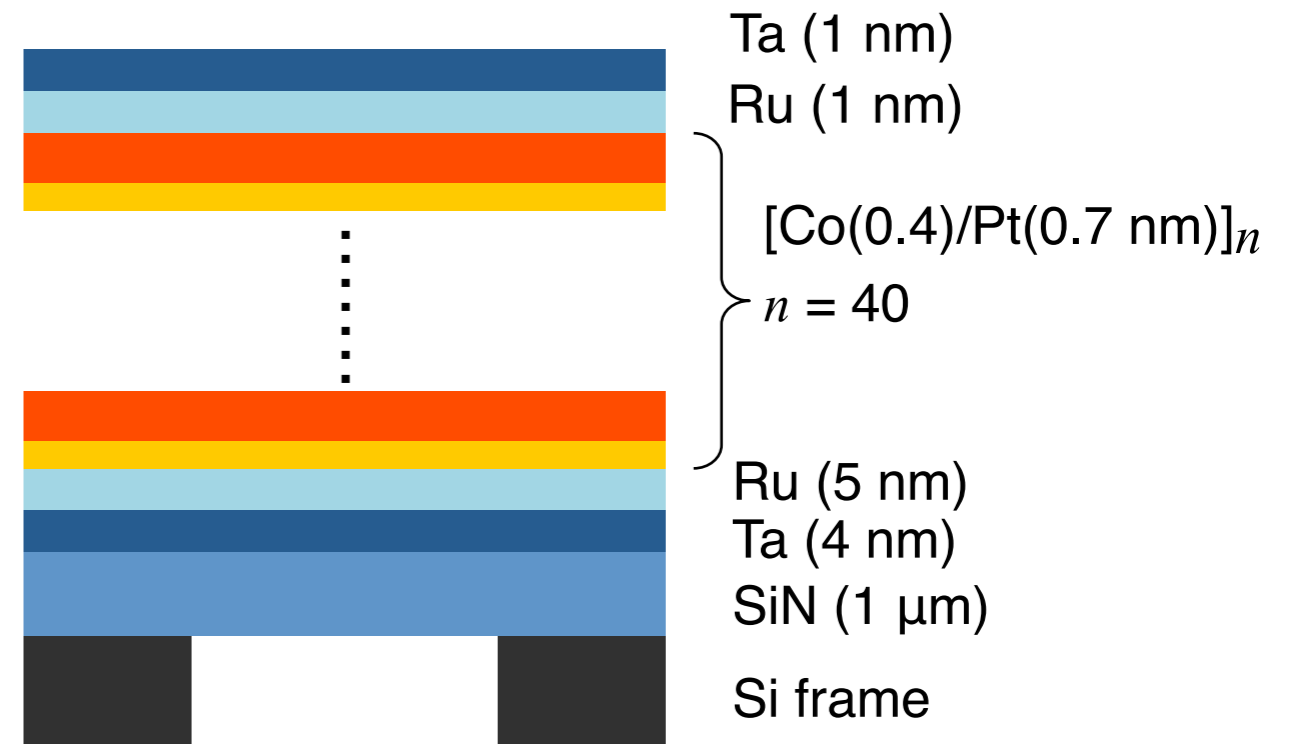
散乱体を参照光源として使用可能

硬X線磁気ホログラフィー用試料

(a) SEM 像



(b) 膜構造



Co/Pt 多層膜 ($n = 40$, 厚さ 44 nm)

$1 \mu\text{m}$ 厚 Si_3N_4 メンブレン上に成膜

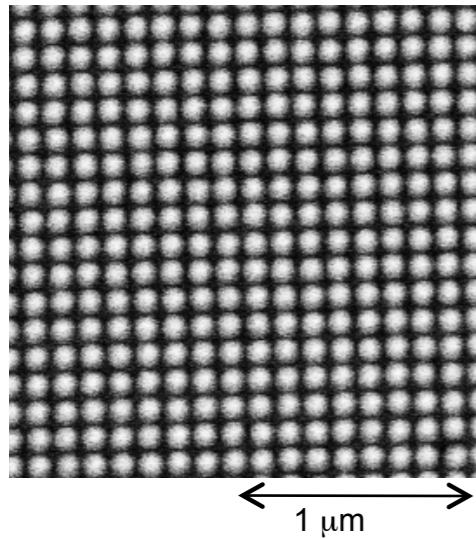
参照光源物体: 高アスペクト比のW製ピラー
電子ビームアシスト-CVD法で形成

ドットの磁化過程での磁気イメージング

磁性膜構成: $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}/\text{Au}/\text{Ti}$

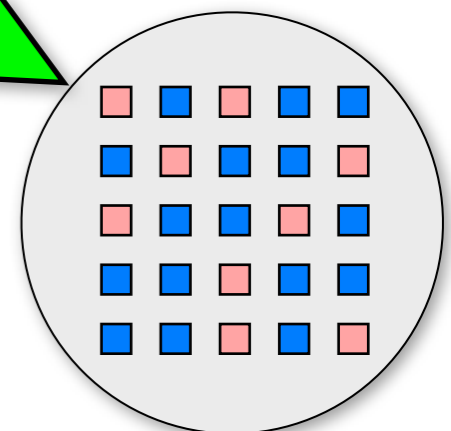
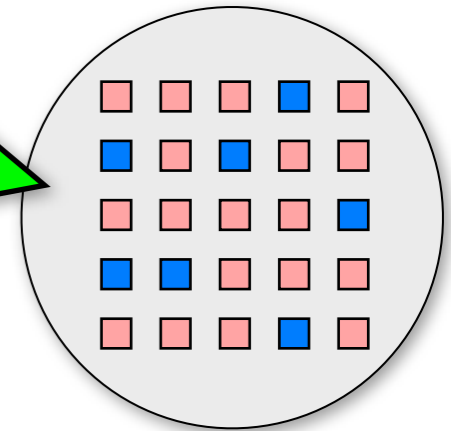
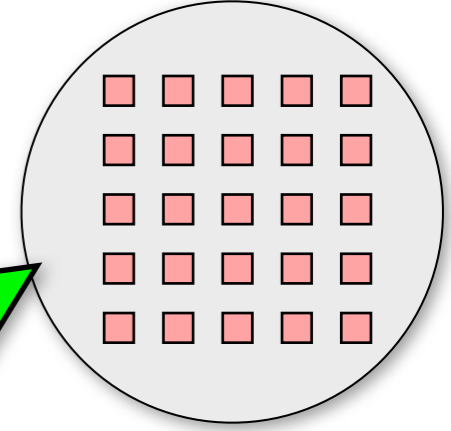
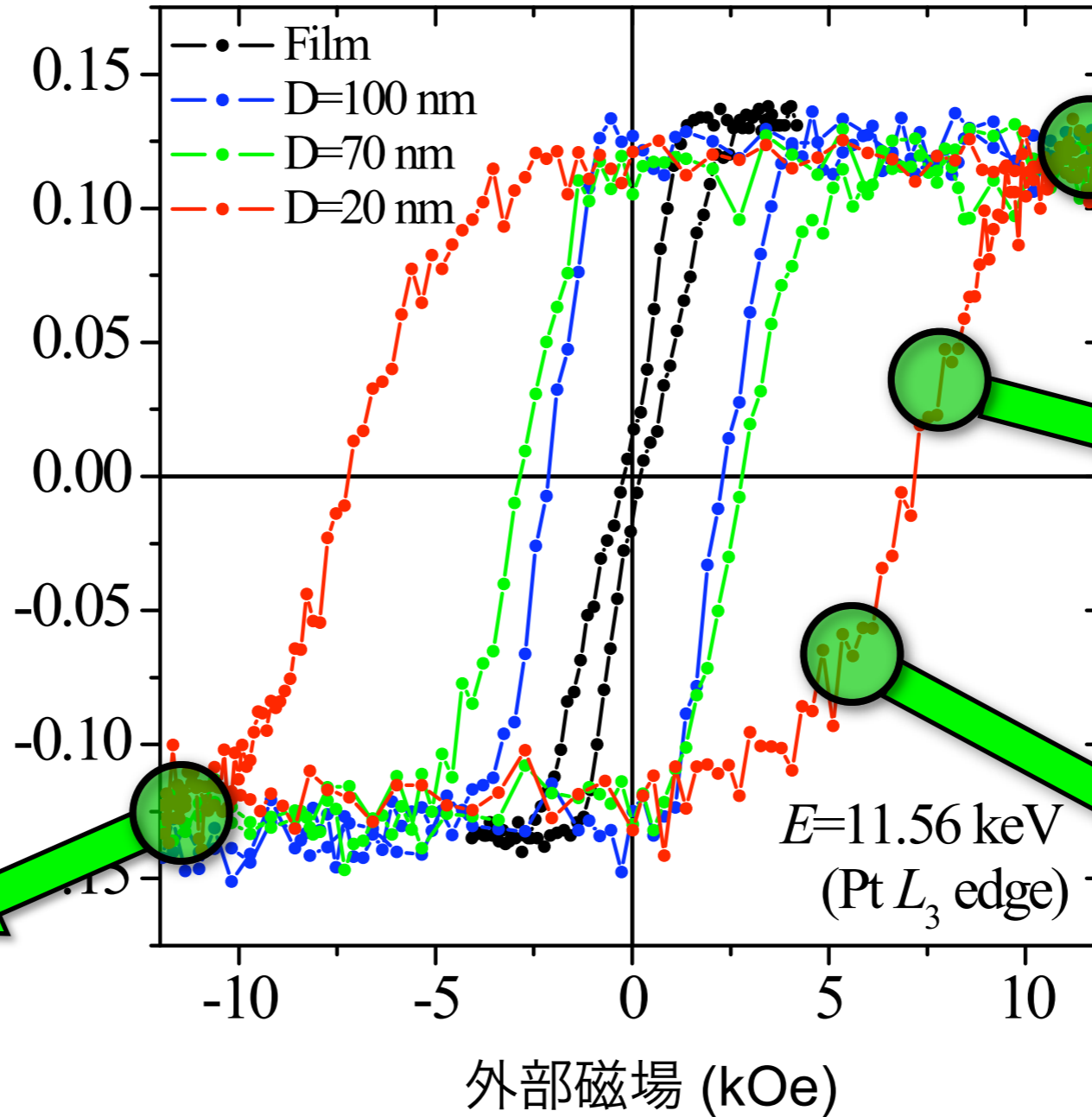
ドット径: 100, 70, 20 nm

ピッチ: 100 nm



20 nm径ドット

XMCD (任意目盛)



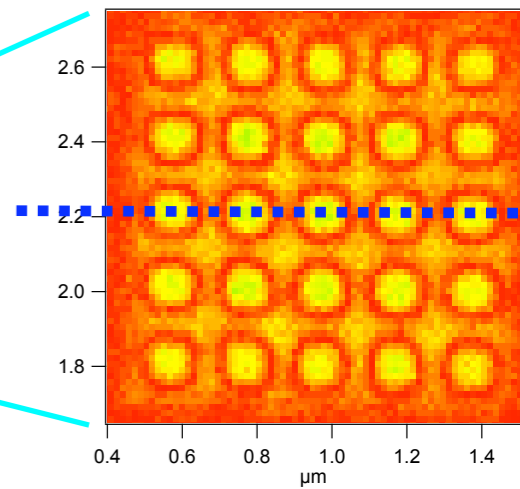
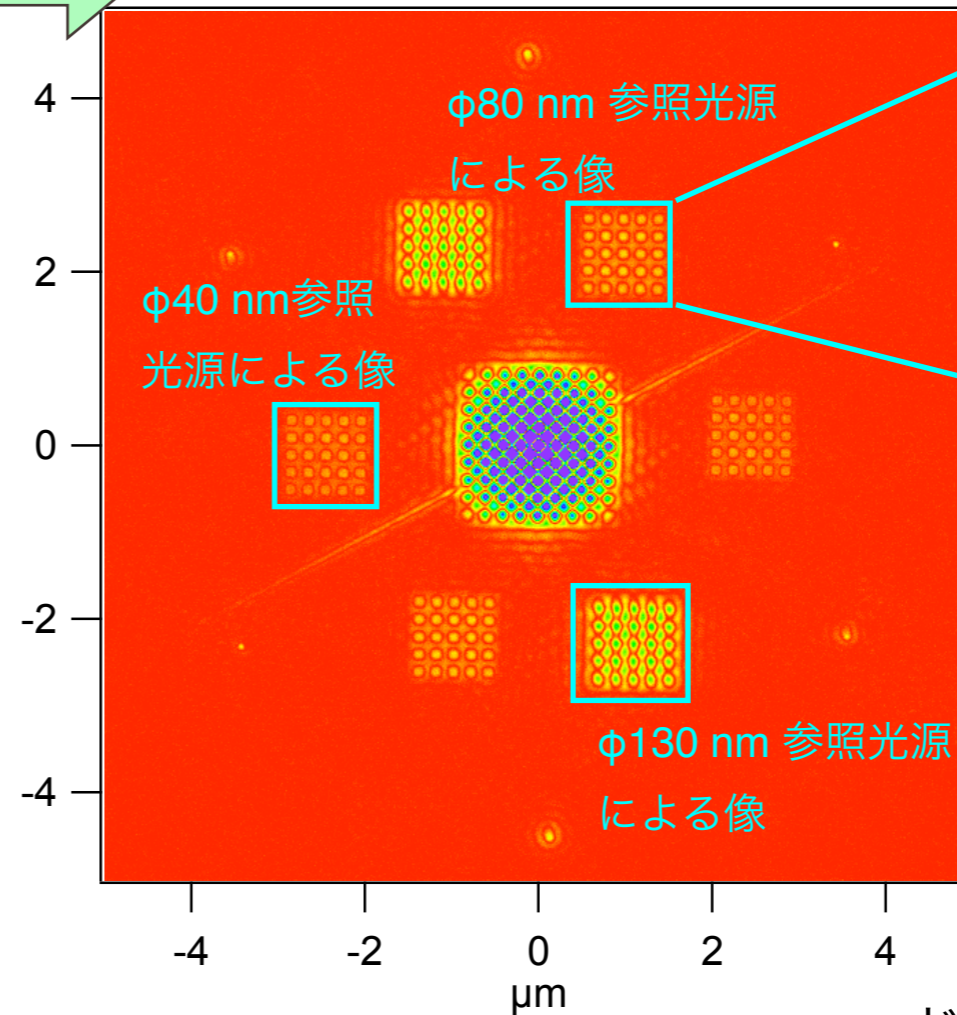
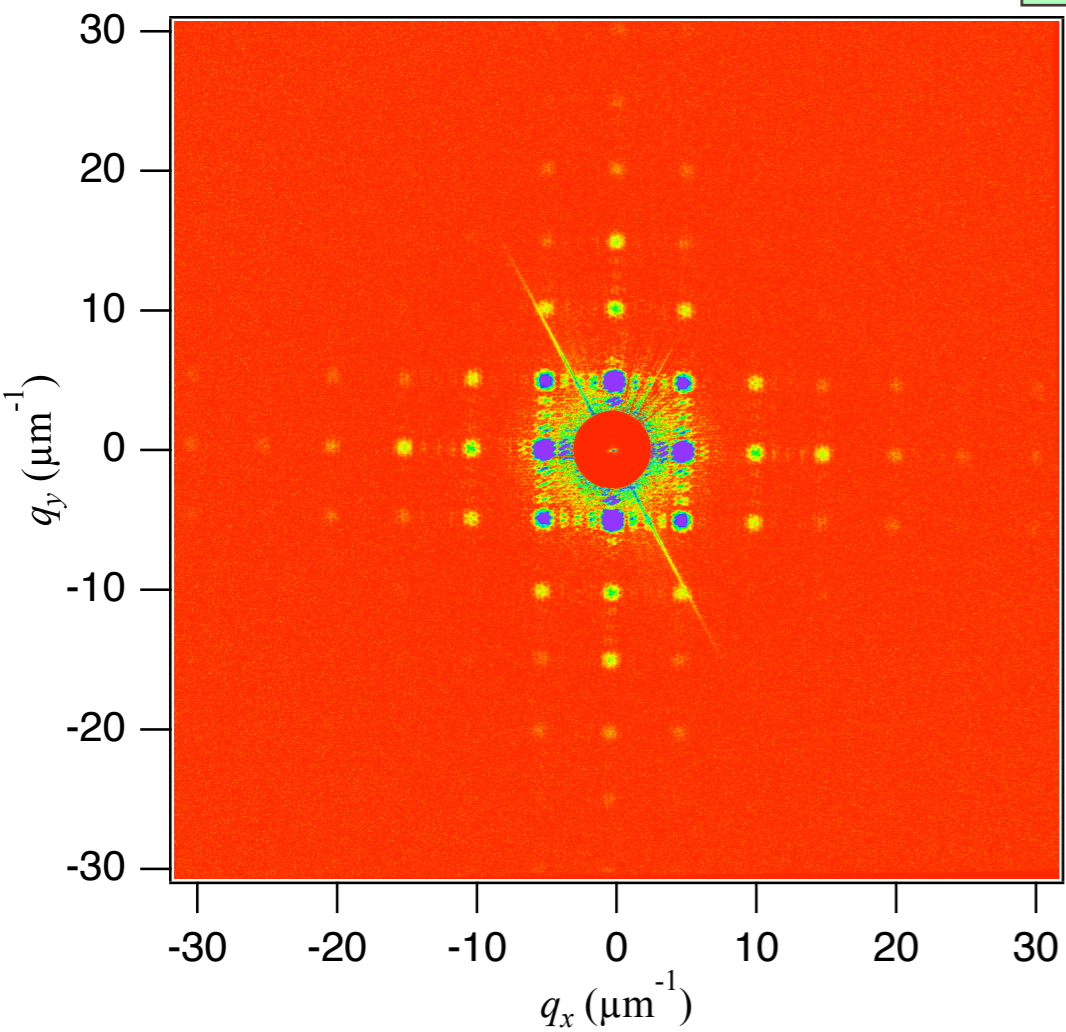
ビットパターン媒体の磁化反転過程に関する情報
 スイッチング磁場分散 (SFD) との関係

電荷ホログラフイー像

ホログラム

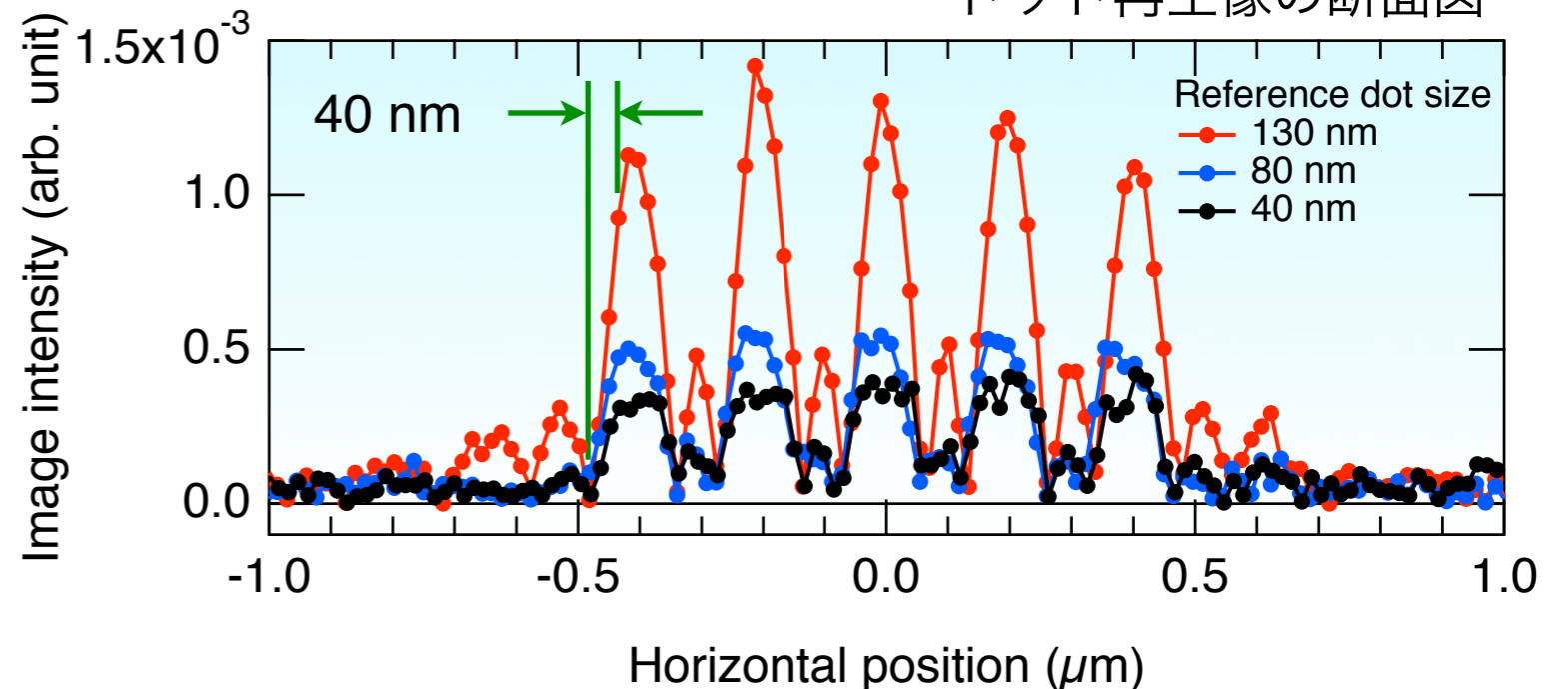


フーリエ変換像



拡大図:
φ80 nm 参照光源によるドット再生像

ドット再生像の断面図

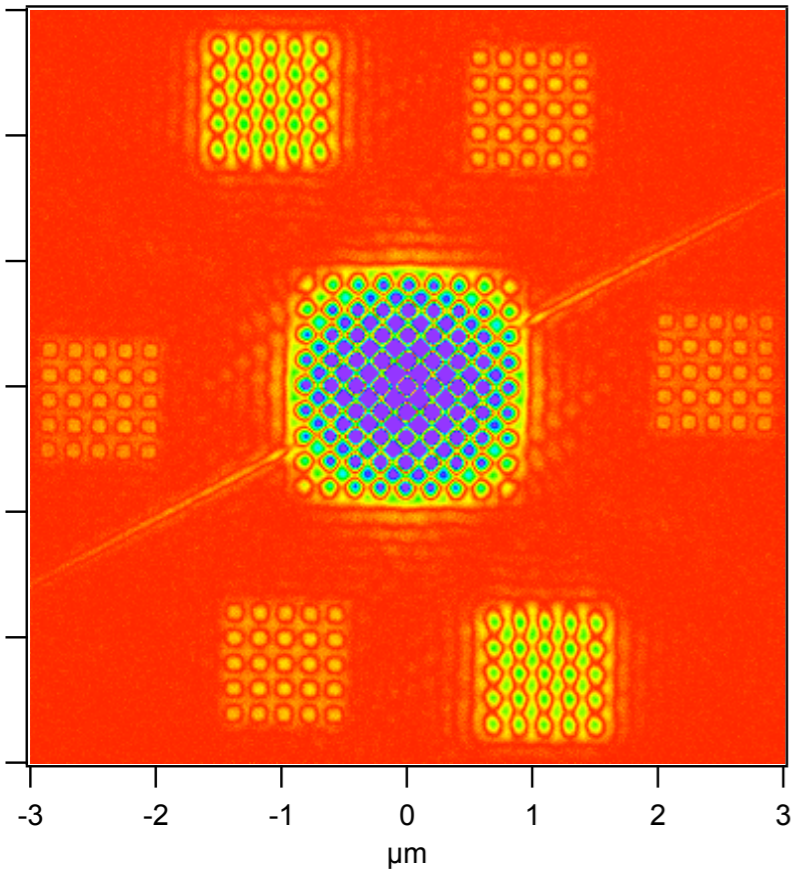


- Pt L_3 吸収端:
X線エネルギー 11.562 keV ($\lambda = 0.107$ nm)
- 右回り円偏光
- 試料-CCD距離: 3.95 m
- 試料は交流消磁

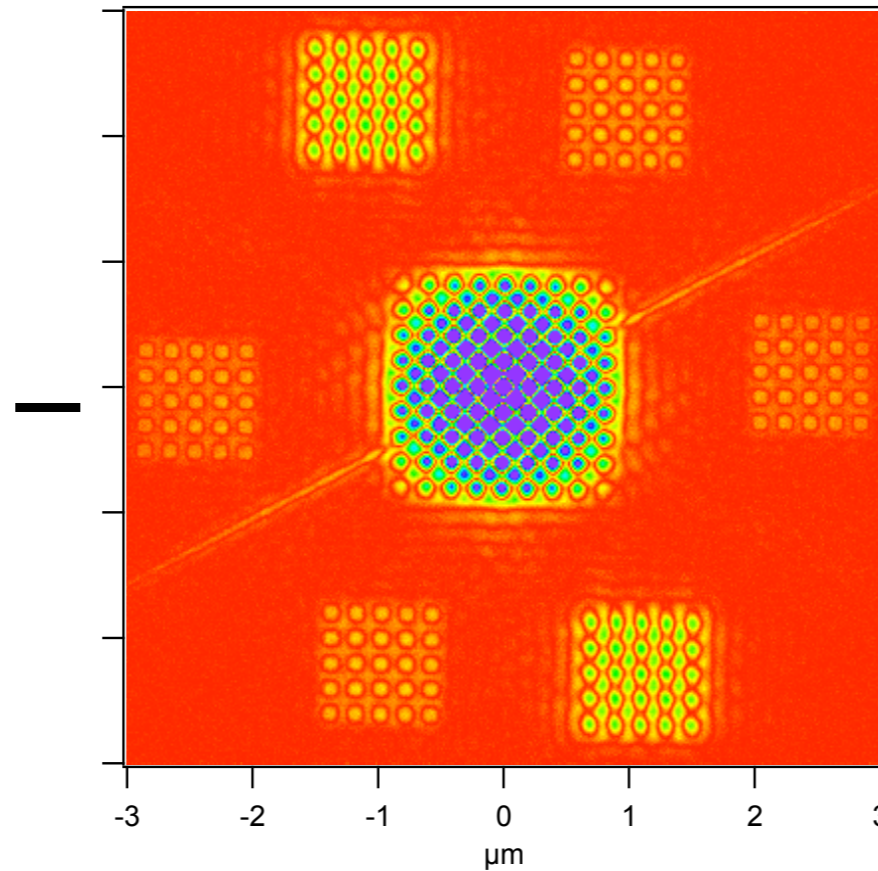
磁気ホログラフィー像

左右円偏光に対する電荷像の差分@Pt L₃吸収端

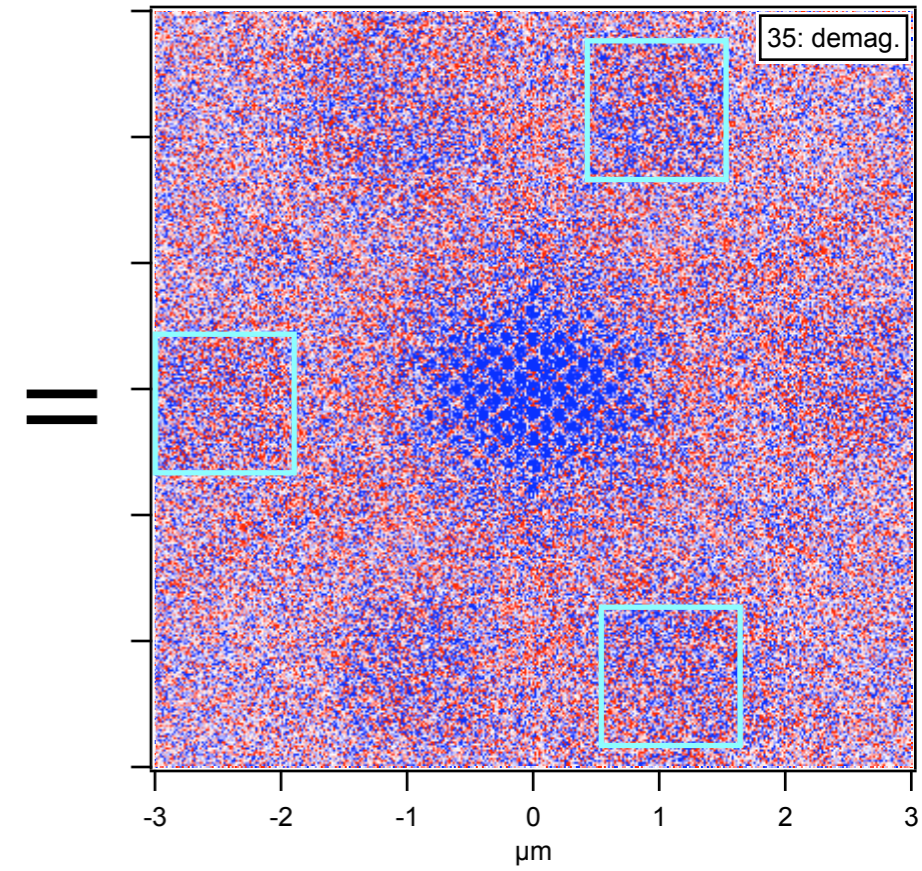
右回り円偏光



左回り円偏光



差分 (磁気像)



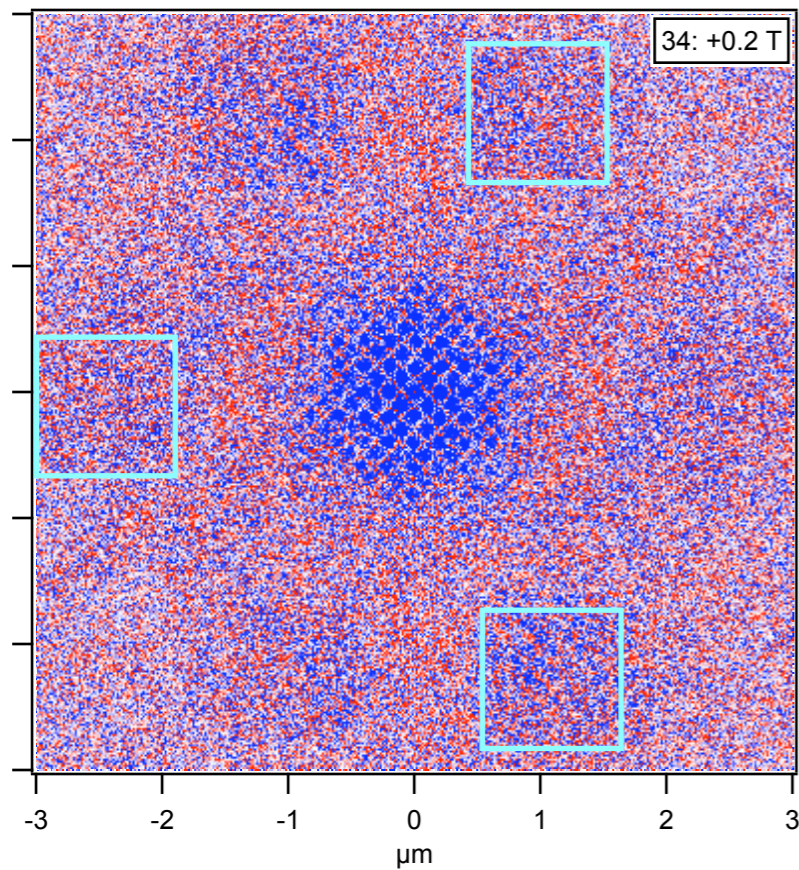
*試料は消磁状態

磁気ドット位置に、なんらかの磁気的信号

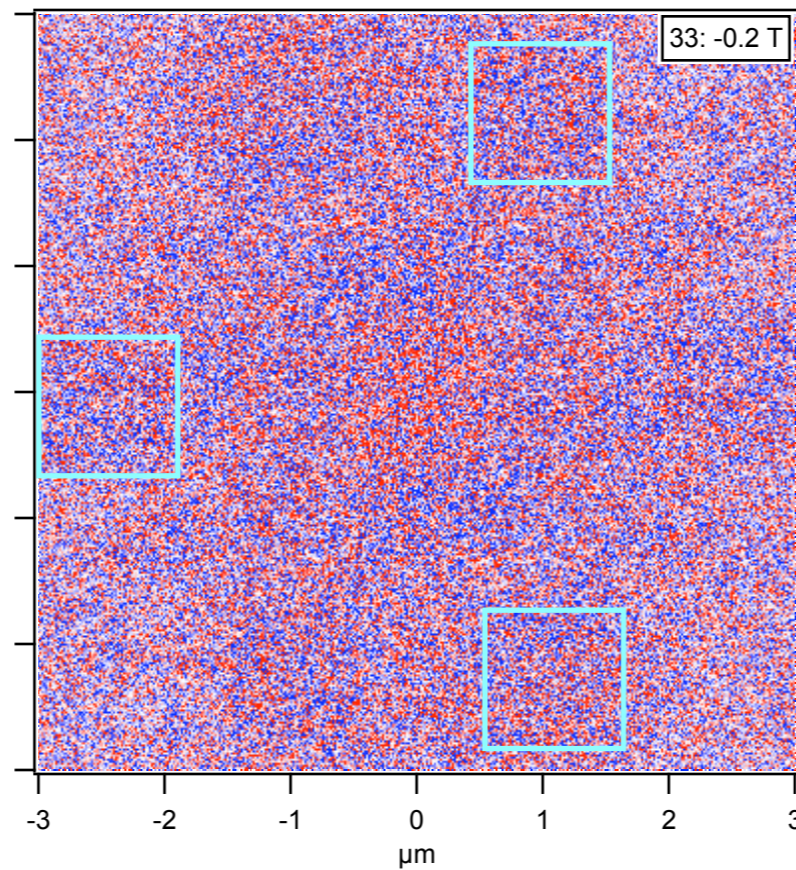
磁気ホログラフィー像

左右円偏光に対する電荷像の差分

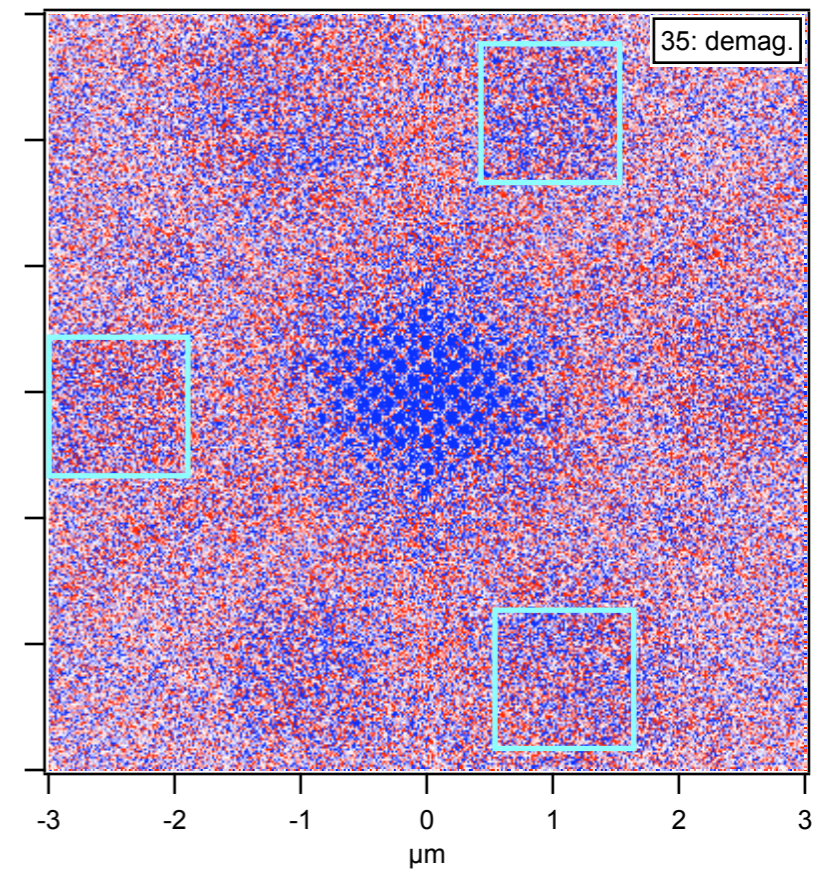
(a) $H = +0.2$ T



(b) $H = -0.2$ T



(c) 消磁状態

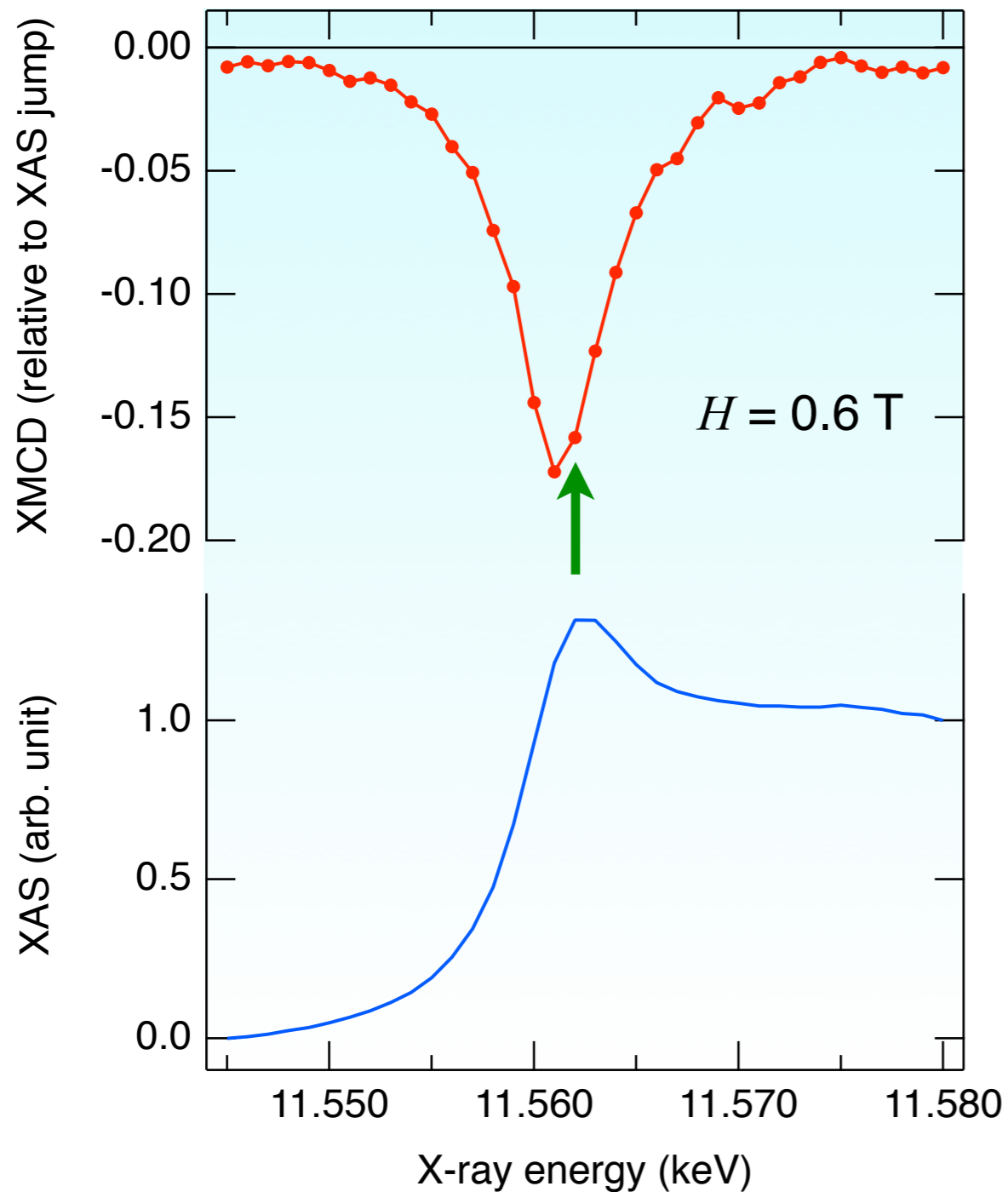


試料の磁区変化に対応した磁気像の変化を観測

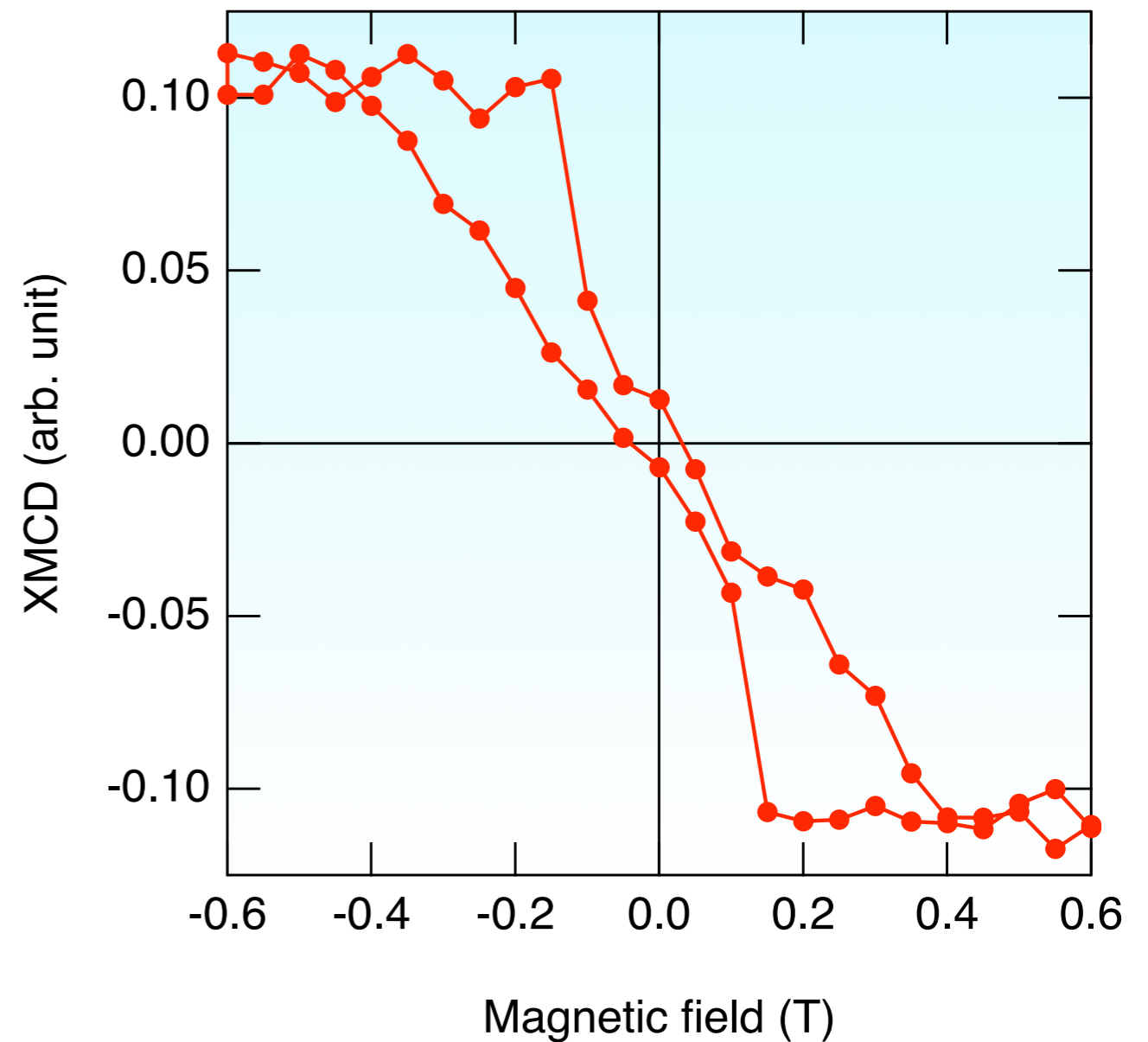
磁気コントラスト \doteq S/N比

XMCDおよび元素別磁化曲線 (Co/Pt連続膜)

XMCDスペクトル (Pt L₃端)

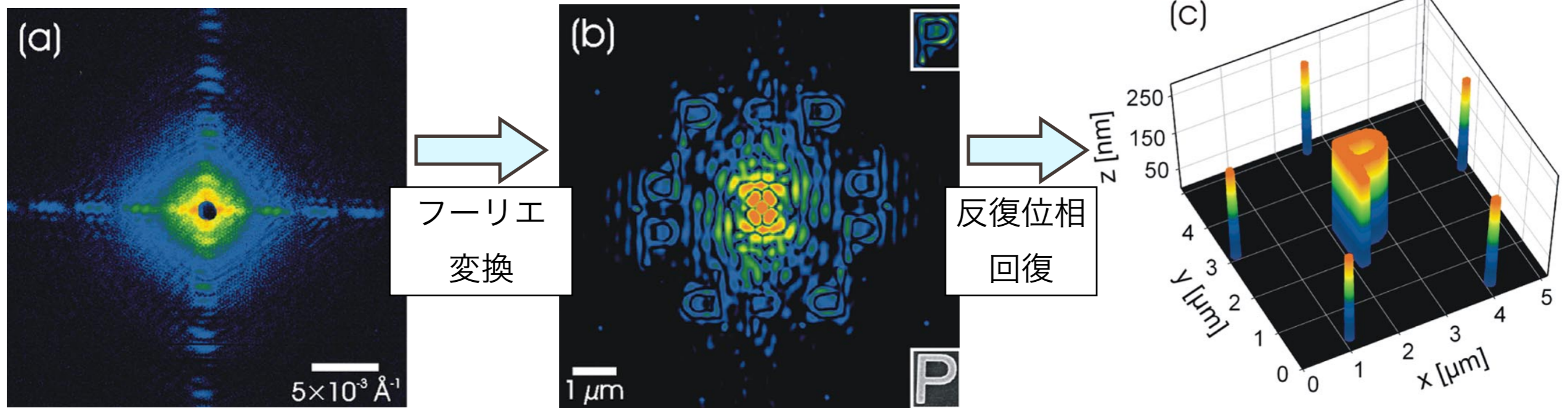


元素別磁化曲線 (Pt)



反復位相回復法との組み合わせ

硬X線ホログラフィー + 反復位相回復による像再生



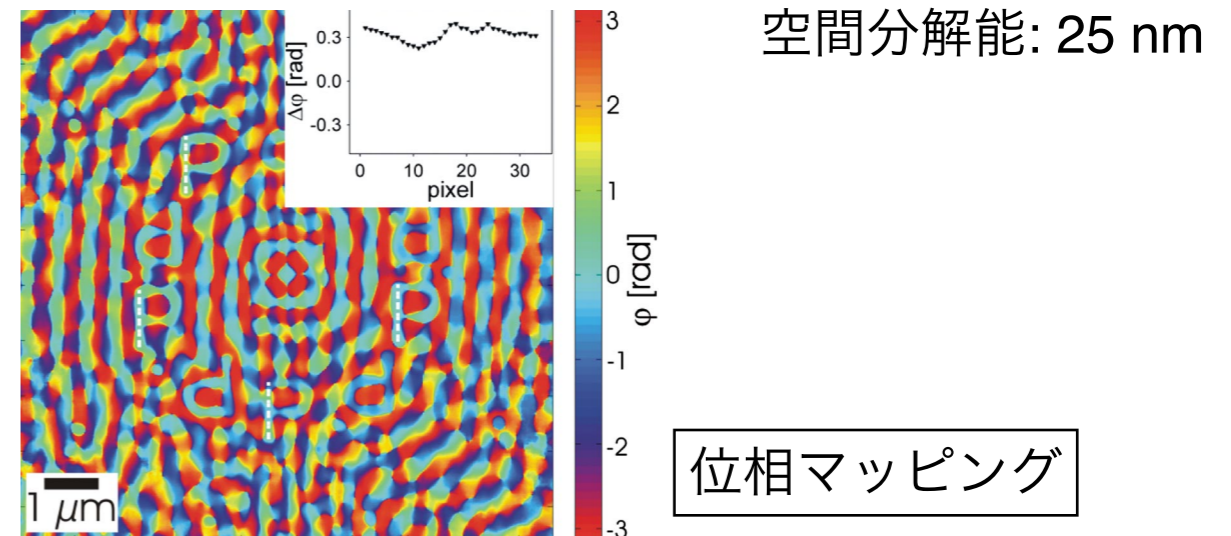
ホログラム像

波長: 1.55 Å (8 keV)

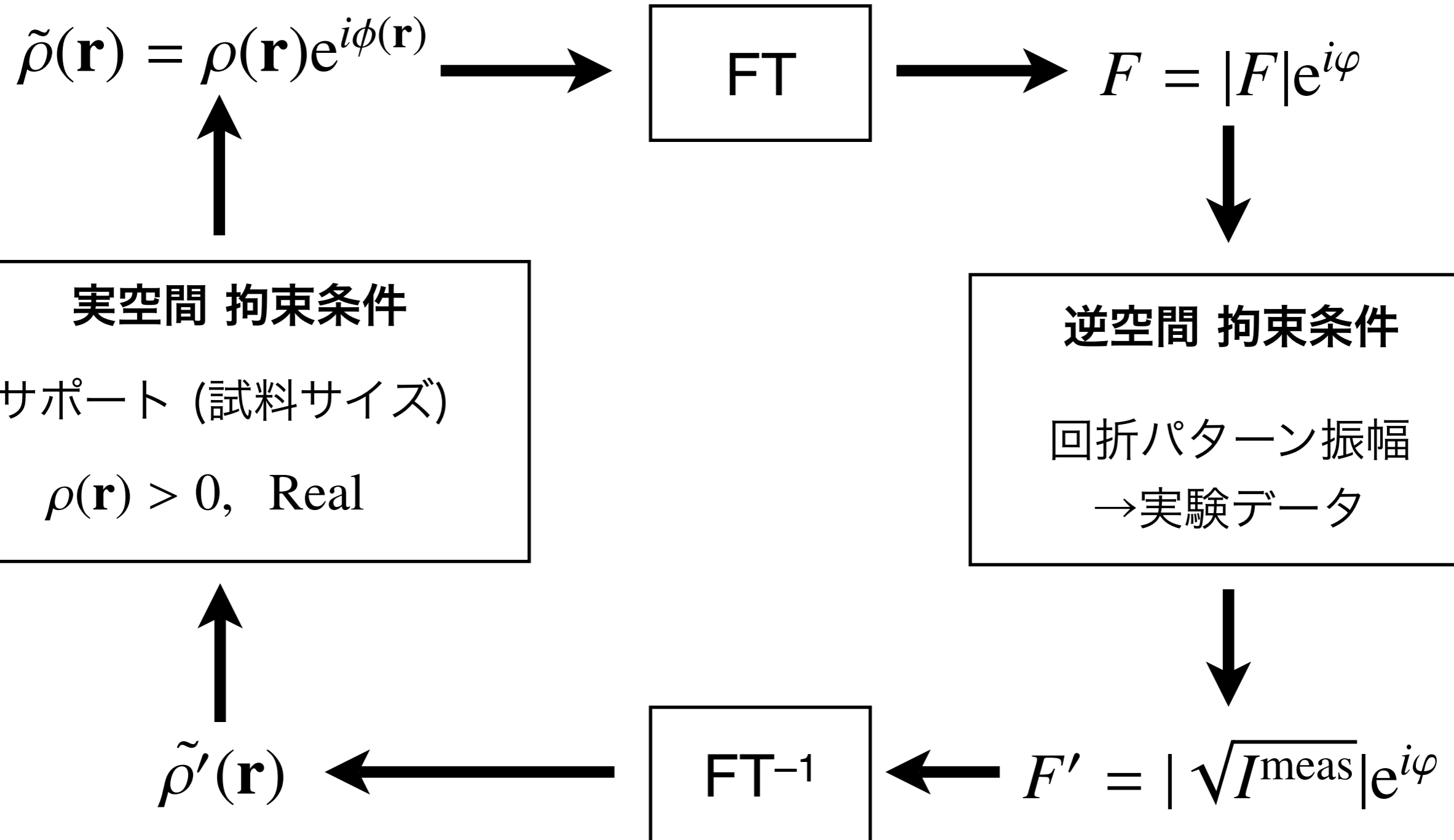
試料: "P" 型パターン、幅200 nm

参照光物体: Au ドット175 nm径 × 5個

@ESRF ID10C



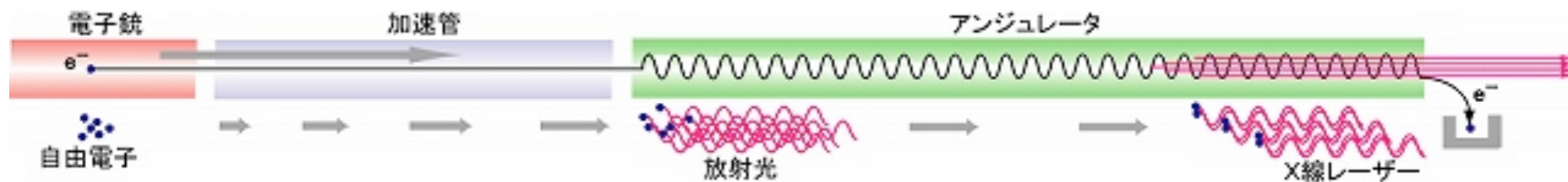
通常の位相回復アルゴリズム (ER/HIO)



XFEL (X線自由電子レーザー)



SPring-8キャンパスに建設中のXFEL施設 (2010年度完成予定)



- ・ X線領域 ($\lambda = 0.1 \text{ nm}$) のレーザー光源
- ・ 非常に高い瞬間輝度 (SPring-8の10億倍)
- ・ 超短パルス ($\sim 10 \text{ fs}$)
- ・ コヒーレンス特性

X線の干渉性を用いたイメージングにより、ps \sim fsの物理化学現象を観察

ブラッグ反射配置での回折磁気スペックルの計測

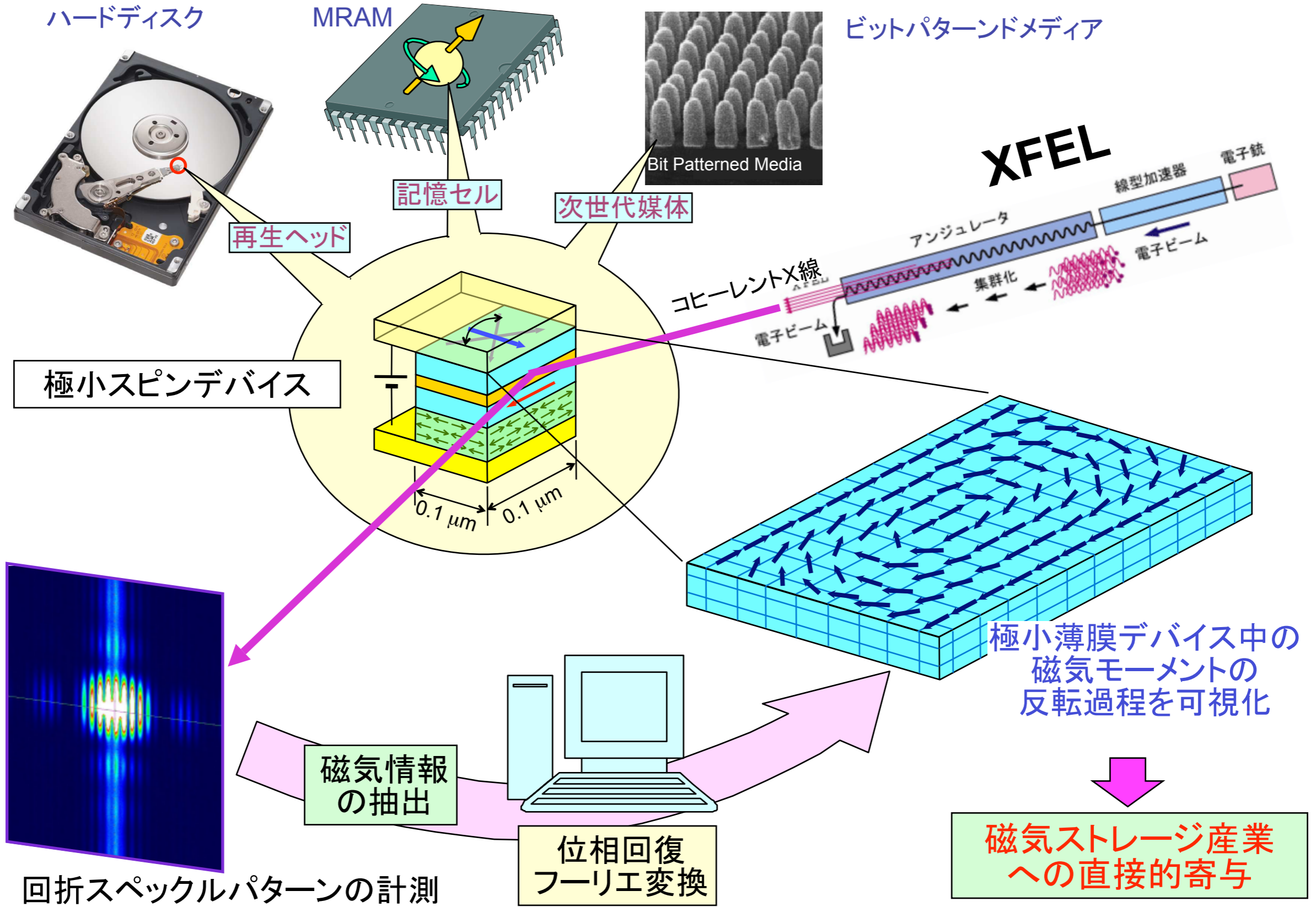
ブラッグ回折スポットに現れるコヒーレント散乱パターン

偏光+共鳴→磁気回折スペックル→磁区の可視化

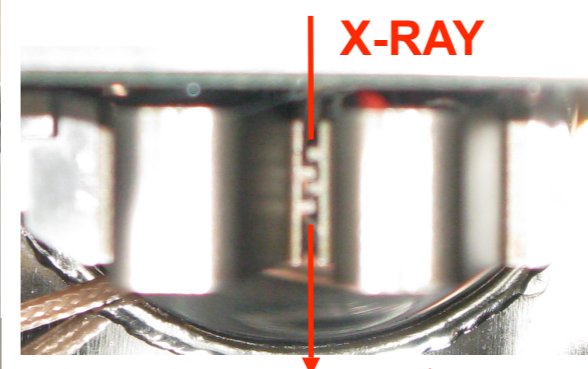
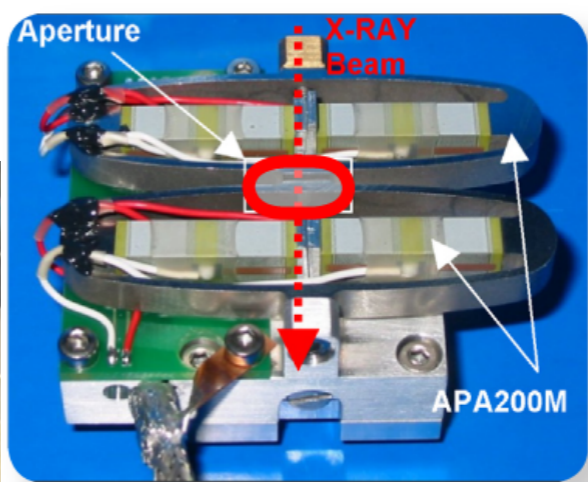
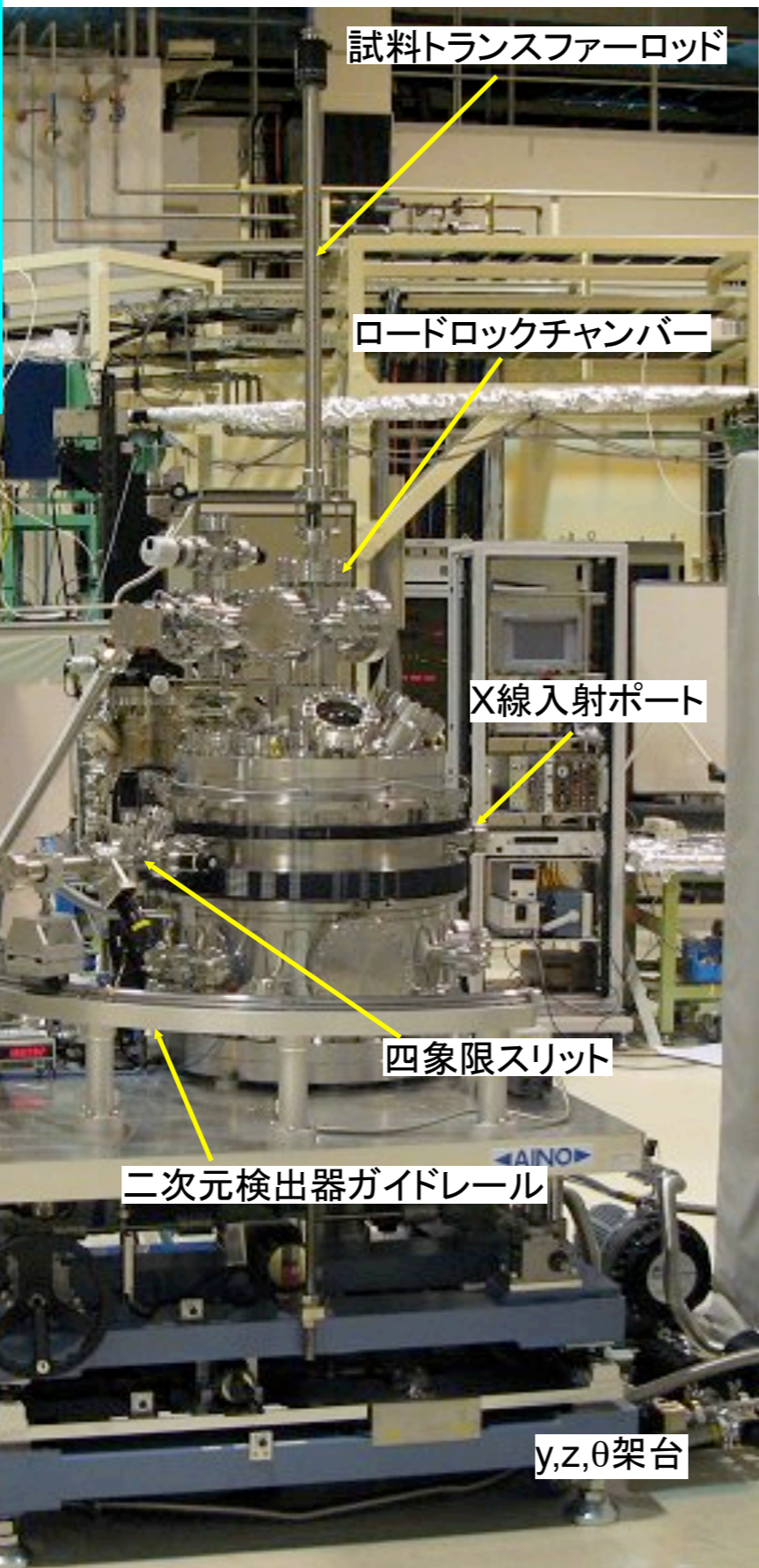
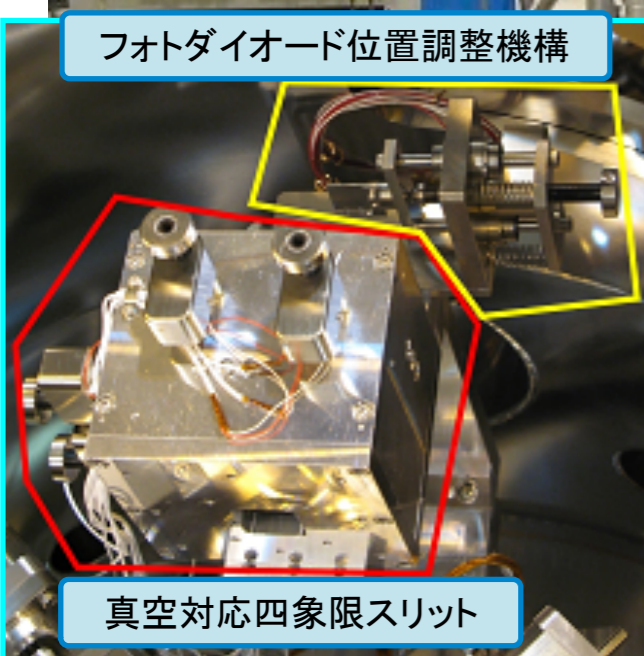
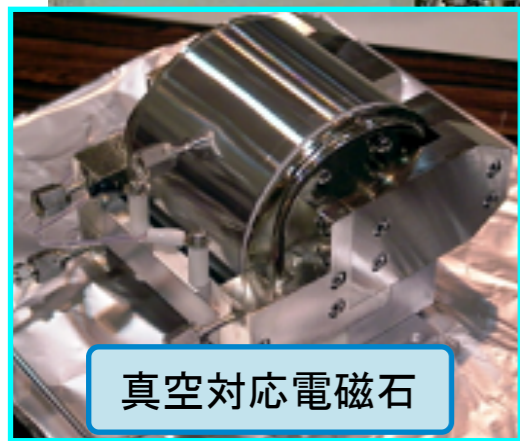
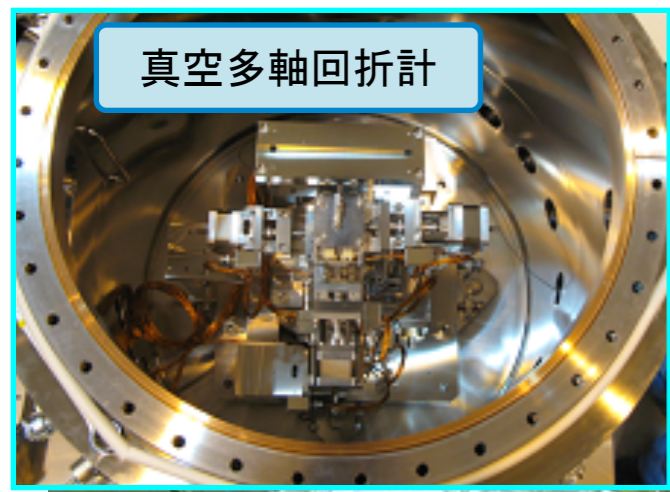
角田 (東北大)

淡路 (富士通)

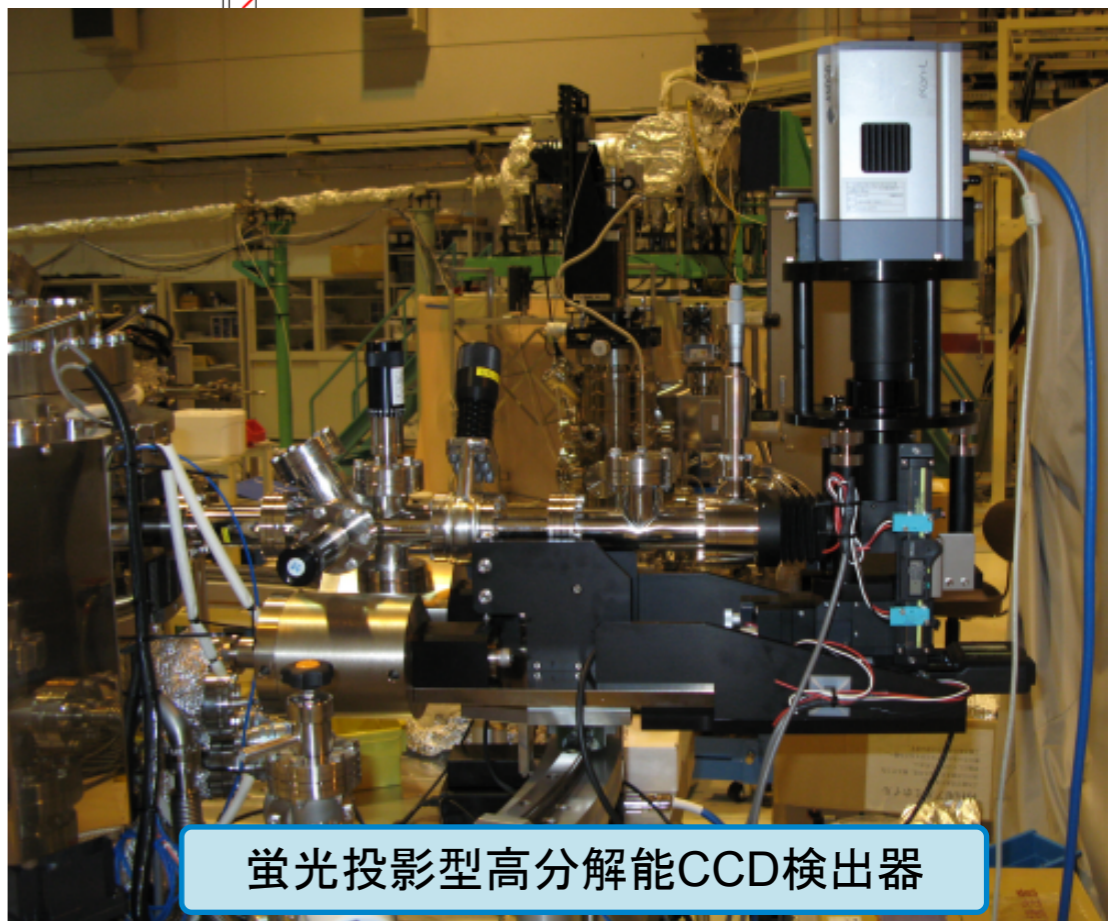
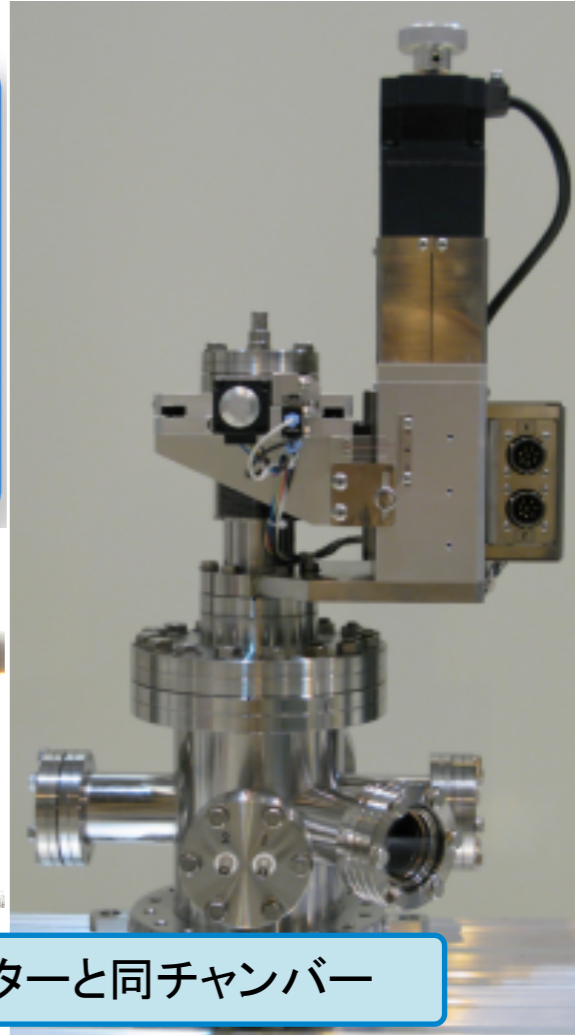
中村、鈴木 (JASRI)



回折スペックル計測装置の整備状況

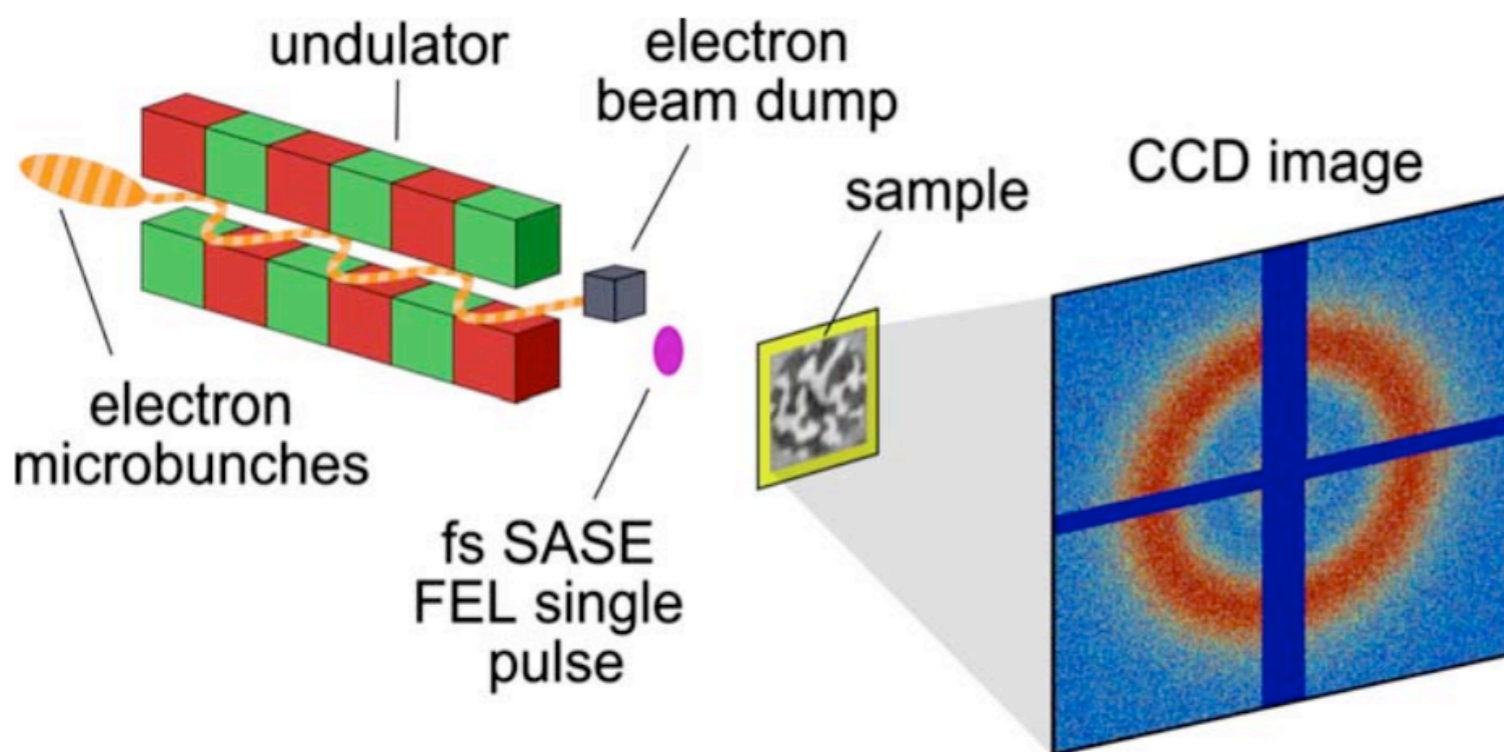


高速ピエゾシャッターと同チャンバー

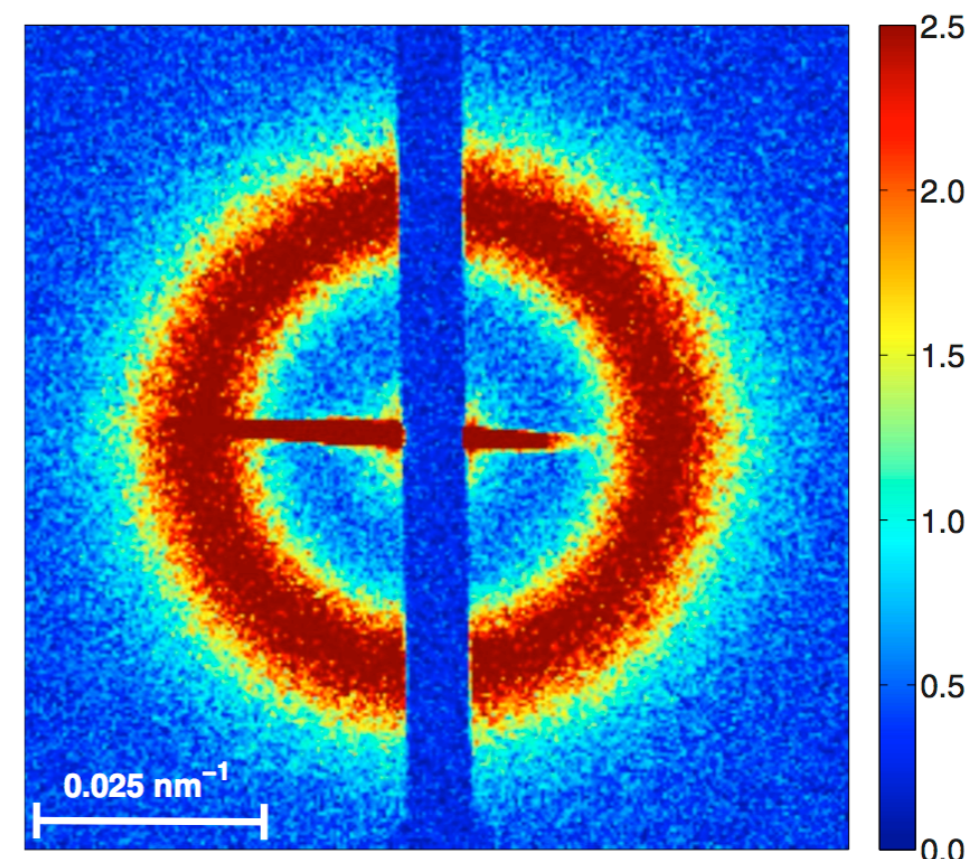


Single-pulse magnetic scattering by EUV-FEL

実験配置 (FLASH@DESY, ドイツ)

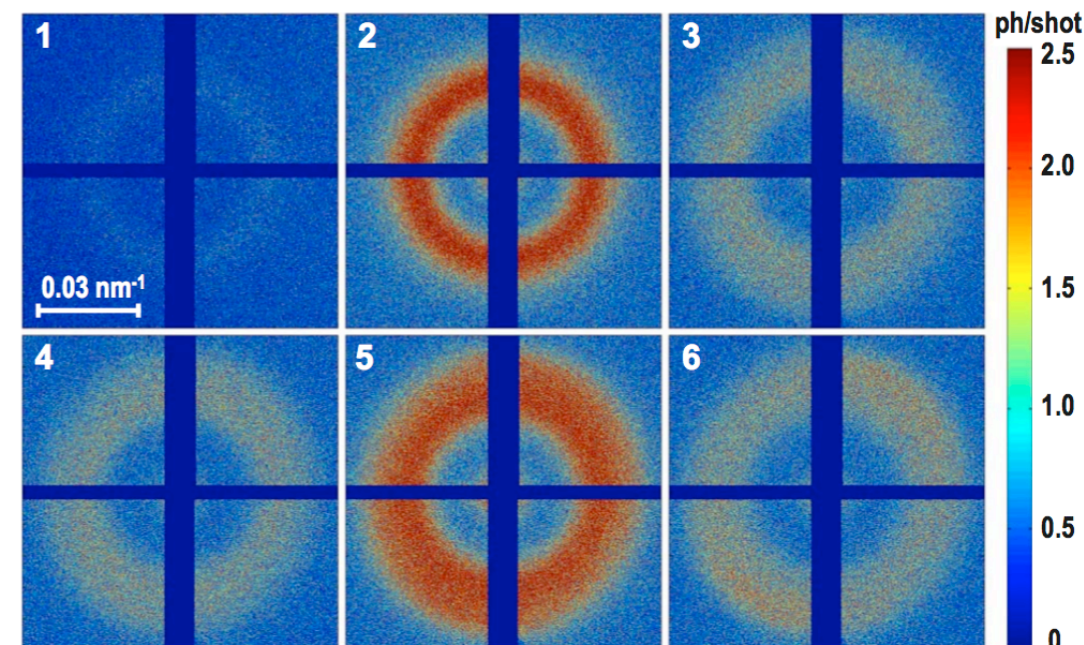


ワンショットFELパルスによる磁気散乱パターン



Co M_{2,3} edge ($h\nu = 59$ eV, $\lambda = 20.8$ nm)

パルス幅 30 fs, 2×10^{11} photons/pulse



まとめ

- **硬X線レンズレスホログラフィー法を開発**

- **散乱体を参照光源に用いる方法が有効**

Wドット:電子ビームアシスト-CVD法で形成

- **厚さ44 nm のCo/Pt磁性膜の電荷イメージング**

空間分解能 40 nm

- **磁気ホログラフィーイメージング**

→S/N比のさらなる改善へ

- **XFELへの展開**

回折磁気スペックル法

ps～fs領域での磁気ダイナミクスの観察