最近の研究

放射光を用いた鉄ロジウム合金の

イオンビーム照射誘起構造・磁気変態の研究

岩 瀬 彰 宏* 松 井 利 之**

1. はじめに

Fe-50%Rh 金属間化合物(FeRh 合金)は、室温より少し上 の温度で、結晶構造(B2構造)を変えずに低温相である反強 磁性から高温相の強磁性へと1次相転移するという特異な 磁気特性を持つことから、近年、熱アシスト型記憶媒体、ス ピンバルブデバイスへの応用などで関心を持たれている物質 である. 我々は, この物質を数 keV から数 GeV のエネルギ ーを持つイオンビームで照射することにより格子の乱れ(格 子欠陥)が導入され、それによって室温以下の磁性が熱的安 定相である反強磁性から強磁性に変態したり、さらに照射を 続けることによって、結晶構造が本来のB2構造からA1(不 規則 FCC 型)構造に変態し、それに伴って磁化も消失に向 かうこと、さらには、これらイオンビーム照射効果が、高温 熱処理により回復することなどを報告してきた. また最近で は、これら FeRh 合金の磁性に対するイオンビーム照射効果 をより詳細に調べるため、高エネルギー加速器研究機構放射 光施設(KEK-PF)や SPring-8 における放射光を用いた研究 を進めている.本稿では,放射光を用いた X線吸収微細構 造(EXAFS), 軟X線磁気円二色性(XMCD),磁気コンプト ン散乱(MCP),光電子顕微鏡(PEEM)の各測定法によって 得られた結果を紹介する.なお,FeRh 合金の構造や磁性に 関する一般的な論文, SQUID 磁束計や陽電子消滅測定によ る FeRh 合金のイオンビーム照射効果に関する我々の研究結 果や、この記事に記した放射光実験以前に行った放射光実験 の結果(EXAFS,硬X線MCD),磁気力顕微鏡による磁気 パターニングの観察については、2011年の「まてりあ」の 記事(文献(1))およびその引用文献を参照されたい.

2. EXAFS 法を用いた鉄ロジウム合金のイオンビー ム誘起構造変態の評価

FeRh 合金は、約 1300 K 以下において原子配列が規則的 な B2 型結晶構造をとる. このような規則的な原子配列がイ オンビーム照射によってどう変化するかを特定の原子位置か ら見るには EXAFS 法が有効である.本測定では、鉄原子 の周辺の局所原子配列を見るため、KEK-PF の BL27B に おいて Fe-K 吸収端(7.11 keV)における EXAFS スペクトル を測定した⁽²⁾.図1(a)は、未照射 FeRh の EXAFS フーリ エ変換スペクトル(EXAFS-FT スペクトル)、図1(b),1(c) は、それぞれ、10 MeV ヨウ素イオンを5×10¹²/cm²、1× 10¹⁴/cm² 照射した FeRh バルク試料の EXAFS-FT スペク トルである.比較のため、図1(b),(c)には未照射試料のデ ータも同時にプロットしてある.図1(a)では、B2 構造にお ける鉄原子の最近接原子のロジウム原子に相当する大きなピ



* 大阪府立大学教授;大学院工学研究科マテリアル工学分野(〒599-8531 堺市中区学園町 1-1)

** 大阪府立大学教授;21世紀科学研究機構;大学院工学研究科

Study on Energetic Ion Beam Irradiation Induced Magnetism and Lattice Structure by Using Synchrotron Radiation X-ray; Akihiro Iwase and Toshiyuki Matsui (*Department of Materials Science, Osaka Prefecture University, Sakai. **Research Organization for the 21 Century, Osaka Prefecture University, Sakai.)

Keywords: synchrotron radiation, EXAFS, XMCD, PEEM, MCP, FeRh, ion beam irradiation effects, micro beam, magnetism, lattice structure 2015年4月30日受理[doi:10.2320/materia.54.390]

ークが観測される. 照射量が 5×10¹²/cm²の場合(図1(b)) は、スペクトルの形状は照射前と類似しているが強度が大き く低下する.これは、B2構造における鉄原子周辺の原子配 列がイオン照射によって乱れたことを意味しており、それに よって強磁性が発現することが SQUID 測定により分かっ た. なぜ原子配列の乱れによって反強磁性状態が強磁性に転 移するのかは、本研究での一番重要なポイントの一つである と思われるが、そのメカニズムに関しては、まだ十分に解明 していない.しかし、FeRhの一次磁気相転移にともなう強 磁性相の出現には、スピン揺らぎがその要因であるとの解釈 がなされている.従って、イオン照射により誘起された強磁 性についても、原子配列の乱れに伴って生ずる電子系の揺ら ぎが強磁性相を安定化させると解釈することが今のところ妥 当である.また照射量が多い場合は、EXAFS-FT スペクト ル(図1(c))は,鉄原子とロジウム原子がFCC格子上に不規 則に配列するA1構造に対応することがFEFFシミュレー ションにより分かった. A1 構造をとる FeRh 合金は非磁性 であることがわかっているので,照射量を多くした場合,磁 化が減少、消失することは、照射による結晶構造変態によっ て説明できる.

軟 X 線 MCD による FeRh 合金のイオンビーム照 射誘起磁性の評価

軟 X 線 MCD は,円偏光放射光を用いた X 線吸収分光測 定であり,磁性体による X 線の吸収強度が偏光の向きに依 存することを利用した磁性測定法である.軟 X 線 MCD は,ある元素の吸収端近傍における測定を行うことにより, その元素由来の磁性を評価できること,さらに総和則(sum rule)を用いてスペクトルを解析することにより,磁性の起 源を,軌道磁気モーメントとスピン磁気モーメントに分離し て評価できるなど,SQUID 磁束計による測定と比べて,磁 性の詳細が議論できる特徴を持つ.そこで,イオンビームに よって FeRh 合金に誘起された磁性の軟 X 線 MCD 測定を 実施した⁽³⁾.

測定に用いた試料はイオンビームスパッタ法によって MgO単結晶基板上に作成した厚さ約80nmのFeRh薄膜試 料である.試料は,まず10MeVのヨウ素イオンを用いて 照射し,その後,SPring-8のBL25SUにおいて軟X線 MCDスペクトルを測定した.放射光のエネルギーは鉄の L2,L3吸収端近傍,入射方向は試料表面に対し30度,印加 磁場はビームの入射方向に1.9T,測定温度は20Kであっ た.X線吸収は,試料から放出される2次電子収量を測定 すること(全電子収量法)で評価した.図2に,測定された軟 X線MCDスペクトルを示す.未照射試料においてもMCD シグナルが観測されるが,これは,作成した薄膜に若干の格 子の乱れが存在し,それによって発現した強磁性を捉えたも のと考えられる.1×10¹³/cm²までの照射量では,軟X線 MCDスペクトルに大きな変化は認められないが,照射量が 2×10¹³/cm²になると,強磁性に伴う大きな強度の軟X線 MCD スペクトルが観測された. さらに照射量を多くする と、軟X線MCDスペクトルはほとんど観察されなくな り, 試料が非磁性になったことを示す. 比較のため, SQUID 磁束計を用いて同一試料について印加磁場-6T~6 T, 測定温度 20 K における磁化-磁場(M-H)カーブを測定 した.その結果を図3に示す.SQUID 測定において得られ た磁気モーメントも、照射量の増加とともに増大し、照射量 の大きな領域では減少して0に近づく.図2で示された軟 X線 MCD スペクトルを,総和則を用いて解析した結果を図 4に示す.総和則によって評価されたスピン磁気モーメン ト、軌道磁気モーメントはヨウ素イオンの照射量の増加とと もに増加するが、照射によって発現する磁気モーメントで は、スピン由来の磁気モーメントが支配的であることがわか る.次に,軟X線 MCDから求めた総磁気モーメントと, SQUID 磁束計で得られた磁気モーメント(図3)を同じく図 4にプロットして両者を比較する.図からわかるように, SQUID 磁束計で測定した磁気モーメントのほうが、軟 X 線 MCD スペクトルから評価した磁気モーメントよりもかなり 大きい. つまり, 異なる2つの方法では, 観測している磁







図3 10 MeV ヨウ素イオン照射した FeRh 薄膜におけ る磁場-磁化(M-H)曲線(SQUID 磁束計による測 定).



図4 10 MeV ヨウ素イオン照射した FeRh 薄膜におけ る照射誘起強磁性の磁気総和則に基づく解析結 果.

気モーメントの値が異なる. SQUID 磁束計では, 試料全体 のすべての磁気モーメントを測定するのに対して, 軟X線 MCDでは、試料の極表面において、しかも特定の原子(今 の場合,鉄原子)に由来する磁気モーメントを選択的に測定 している.従って、2つの方法で測定した磁気モーメントの 値が異なることの原因は主に2つ考えられる.1つは,照射 によって誘起される磁化のかなりの部分がロジウム原子に由 来するものということである.もう1つは、試料全体の磁 化に比べて照射面近傍の磁化が小さいということである.し かし、未照射試料が室温以上で示す強磁性におけるロジウム 原子の寄与は鉄原子の3分の1程度であるので、イオン照 射によっても,特にロジウム原子の磁気モーメントが鉄原子 よりも大きく発現することは考えにくい.従って,この結果 は、照射面と試料内部、あるいは、MgO 基板と試料との界 面において大きさの異なる磁化が発現していることを意味し ていると思われるが、さらなる考察が必要である.また、前 にも述べたが、軟X線 MCD 測定の特徴は、その結果から 軌道磁気モーメントとスピン磁気モーメントを分離して定量 的に議論できることである.従って,照射量の関数としてス ピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントの比率がどう変化 するかという議論は非常に重要であり、軟 X線 MCD を用 いてこそ得られる結果であるが、現状ではデータ数も少な く、照射量による両者の比率の変化についてはまだ議論でき ない段階である. 今後, さらに詳しい結果を得て, この点に 関してもぜひ考察したいと考えている.

イオンビーム照射による試料表面での強磁性発現について は,KEK-PFのBL16Aにおいても軟X線MCD測定を行 い,その現象を確認している.特にBL16Aでは,装置に付 属しているスパッタ用のイオンガンを用いて1-3keVのAr イオン照射を行い,照射効果を「その場」で軟X線MCD 測定によって評価する実験も行った⁽⁴⁾.Arイオン照射時間 の増加とともに軟X線MCD信号は大きくなり強磁性発現 が示されたが,さらに長時間照射をすると,軟X線MCD 信号は減少した.

磁気コンプトン散乱プロファイル(MCP)を用いた FeRh バルク合金のイオンビーム誘起磁性の評価

上で述べたように、軟X線 MCD法は、試料の極表面の 磁性状態を詳細に評価する方法として有効である.一方、バ ルク試料の磁性を評価する方法として、高エネルギー円偏光 X線を用いた磁気コンプトン散乱法がある.物質中に入射 したX線が物質中の電子で散乱されたとき、一部の散乱X 線のエネルギーが入射X線のエネルギーより低くなる現象 は、よく知られたコンプトン散乱である.一方、円偏光X 線を用いたコンプトン散乱を測定することにより、物質中の 磁性電子の運動量密度を測定することにより、物質中の 磁性電子の運動量空間で積分することにより、スピン磁気 モーメントを評価できる.そこで、FeRh バルク合金のイオ ンビーム照射誘起磁性を、磁気コンプトン散乱法を用いて評 価した⁽⁵⁾.

本測定に用いた試料は厚さ 0.5 mm のバルク FeRh 試料で ある.照射に用いたイオンは 200 MeV Xe イオンである. このイオンの FeRh 合金における飛程(レンジ)は 9.7 μ m で あるので,照射効果も試料表面から 9.7 μ m までしか現れな い.そこで,照射効果を受ける体積を増やすために,試料の 両面を Xe イオンで照射し,さらに同じ照射量(1×10¹³/ cm²,5×10¹³/cm²,あるいは 1×10¹⁴/cm²)の照射をした試 料を数枚重ねることによって,コンプトン散乱の強度を上げ ることとした.重ねた試料は,SPring-8 BL08W の真空チ ェンバー内コールドヘッドに取り付け,50 K における磁気 コンプトンプロファイル(MCP)を測定した.用いた円偏光 X 線のエネルギーは 182 keV,散乱角は178.5°であった.散 乱 X 線は多素子 Ge ディテクターにより検出した.印加磁場 は 2.5 T, -2.5 T であった.比較のために,未照射の FeRh バルク試料および純鉄の MCP も測定した.

測定結果を図5に示す.図は、磁気モーメントを電子の運 動量成分 pzの関数としてプロットしたものである. MCPの データを p_zに対して積分することにより, 試料中に誘起さ れたスピン磁気モーメントの値を求めることができる. それ によると、200 MeVのXeイオンを1×10¹³/cm² 照射する ことによって誘起されるスピン磁気モーメントは1.2µB/ f.u, 照射量が5×1013/cm2の場合の誘起磁気モーメントは 2.9µ_B/f.u となった. なお,純鉄の磁気モーメントは 2.2µ_B/ f.u である. これらスピン磁気モーメントのXe イオン照射 量依存性を表したグラフが図6である.図6には、SQUID 磁束計により求めた磁気モーメントをもプロットした. SQUID 磁束計では、スピン磁気モーメントと軌道磁気モー メントを合わせた総磁気モーメントが求まるが、この値と MCP から求めたスピン磁気モーメントの値がほぼ一致する ことから、イオン照射によって誘起されるモーメントの大部 分はスピン磁気モーメントであると結論できる.これは,軟 X線 MCD によって求めた結果と一致する.最後に、イオン 照射した FeRh バルク試料の MCP と純鉄の MCP を比較す



図5 200 MeV Xe イオン照射した FeRh バルク試料に おける磁気コンプトンプロファイル.



図6 磁気コンプトン散乱(MCP)および SQUID 磁束 計により求めた FeRh の磁気モーメントの 200 MeV Xe イオン照射量依存性.

ることにする.図7から、イオン照射したFeRh合金の MCPは、純鉄のMCPよりも若干分布が狭いことがわかる.これは、磁性に寄与するd電子の局在状態が両者において異なることを示すものであり、照射したFeRhバルク試料では、鉄の3d電子だけでなくロジウムの4d電子も磁気モーメントに寄与していることを示唆するものである.また、 $p_z = 0$ 近傍のMCPも純鉄とイオン照射したFeRhバルク試料では異なるが、この差を議論するためには、非局在s電子、 p電子の磁性への寄与も考慮する必要があると思われる.

5. 重イオンマイクロビーム,集束イオンビームを用 いて作製した鉄ロジウム表面の磁気微小構造の PEEMによる観察

軟 X 線 MCD の結果が示すように,重イオンビーム照射 により FeRh 合金表面に強磁性が発現する.また,この現象



図7 Xe イオン照射した FeRh(照射量 5×10¹³/cm²)と 純鉄の磁気コンプトン散乱プロファイルの比較.

は、イオンが照射される領域にのみ生ずると考えられること から、重イオンマイクロビームを用いた FeRh 合金表面の微 小磁気構造の作成を試みた. MgO 基板上にスパッタした厚 さ約 80 nm の FeRh 薄膜試料を、スリットや4 重極レンズ でマイクロメートルスケールに調整した 10 MeV エネルギ ーのヨウ素イオンマイクロビームで照射し、SPring-8 BL25SU において試料表面における磁性を PEEM によって 観察した⁽⁶⁾. さらに、集束イオンビーム装置(FIB)からの集 束 Ga イオンを用いて照射した FeRh 薄膜試料においても PEEM 観察を行った⁽⁷⁾.

図8は、2µm×4µmの形状の10MeVヨウ素イオンマイ クロビームをスキャンして, 10 µm×10 µm 領域に 10 µm 間隔で FeRh 薄膜上に照射したときの PEEM 像を示す.な お, 試料には MgO 基板の[001]方向に沿った磁場を NdFeB 永久磁石によって付加し、その後磁石を除いた状態、すなわ ち残留磁化状態で PEEM 測定をしている.図8において, 円偏光放射光の方向は、MgO 基板の[100]方向と平行であ る. ヨウ素イオンマイクロビームによって照射された10 μm×10μmの領域が明るい像として観察されている. ま た、この照射領域、および未照射領域において鉄L3吸収端 (707 eV)のエネルギーの放射光による XANES, 軟 X 線 MCD 測定の結果を図9に示す.照射領域では,右偏光X線 と左偏光 X 線の吸収が異なり、XMCD シグナルが明確に観 測されている. それに対し、未照射領域では XMCD 信号は 殆ど観測されない. 以上の実験結果から, ヨウ素イオンマイ クロビームによって照射された 10 µm×10 µm の微小領域 において強磁性が誘起されていることが明確になった.次 に、マイクロビームによって誘起された微小強磁性領域の磁 化方向を見るために、試料を回転して放射光の入射方向と MgO 基板の「001] 方向の角度を変えて PEEM 観察を行っ た. その結果を図10に示す. この実験には, 10 MeV ヨウ素 イオンマイクロビームを用いて幅, 10 µm で MgO 基板 [001] 方向に延びるストライプ形状の微小磁気構造を用い



図8 10 MeV ヨウ素イオンマイクロビームで10 µm× 10 µm の領域を照射した FeRh 試料の XMCD-PEEM 像.



 図9 図8に示された照射領域および未照射領域の FeL3吸収端近傍の、X線吸収プロファイル (XAS)とXMCDシグナル.

た. 放射光の入射方向と MgO[001]方向が平行の場合が一 番明るい PEEM 像が得られ,両者の角度が大きくなるにつ れて像は暗くなり,角度80度の時が像は一番暗くなる. PEEM シグナルの大きさは試料の残留磁化の放射光方向成 分と対応することから,この実験結果から,照射領域の残留 磁化の大部分は, MgO 基板[001]方向と平行であることが わかる.

マイクロメーターサイズの微小領域のイオン照射誘起磁化 状態については、30 keV の Ga 集束ビームを用いた実験に おいても確認されている.図11は、Ga イオンを 30 µm×30 µm の領域に照射したときの PEEM 像を示す.図11(a)は、



 図10 10 MeV ヨウ素イオンマイクロビーム照射により 作製した FeRh 膜表面の微細磁気ストライプパ ターンに関する XMCD 像の放射光入射方向依存 性:(a)0°,(b)22.5°,(c)45°,(d)80°(いずれ も放射光入射方向が MgO 基板[001]方向となす 角度).



図11 30 keV ガリウム集束イオンビーム照射により作成した,FeRh 薄膜試料表面の30 μm×30 μm 微小磁気ドットパターンのPEEM 観察像の照射量依存性(a):1×10¹² cm⁻² 照射後,磁場をかけずにPEEM 観察,(b):1×10¹² cm⁻² 照射後,磁場をかけたのち PEEM 観察した結果,(c):同1×10¹³ cm⁻²,(d):(c)で示した試料において,放射光入射方向を45度回転させたときのPEEM像、白色の矢印が,測定前にかけた磁場の方向.hvと書いた矢印はX線入射方向.

照射量が1×10¹²/cm²で,PEEM 観察前に磁場を印加しな かった試料,図11(b)は,同じく照射量1×10¹²/cm²で観察 前に MgO 基板[001]方向に磁場を印加した試料,そして, 図11(c)は,照射量1×10¹³/cm²で磁場を印加した試料に対 する PEEM 像である.放射光は,MgO 基板[001]と平行に 入射した.前もって磁場を印加しない場合は照射領域が明確 に見えない.それに対して,磁場を印加した試料では,照射 領域が明確に観察されている.しかし,イオンビーム照射量 の少ない場合は,よく見ると PEEM 像にムラがみられる (図11(b)).これは,磁化方向が放射光の入射方向に対して 揃っていないことを示唆する.それに対してイオンビームの



図12 30 keV ガリウム集束イオンビーム照射により作成した微小磁気ドットパターンのドットサイズ依存性: (a) 30 µm×30 µm, (b) 10 µm×10 µm, (c) 5 µm×5 µm.

照射量を多くすると、照射領域の PEEM 像の輝度は一様と なり、これは、照射領域内で磁化の向きがほぼ一定になって いる, すなわち, 30 µm×30 µm の微小磁化領域は単磁区構 造であることがわかる.この単磁区の磁化方向を確認するた めに、磁場印加方向を放射光の入射方向に対して45度回転 した場合の PEEM 像(図11(d))と図11(c)を比較する.磁場 印加方向と放射光の入射方向が平行の場合のほうが PEEM 像の輝度が大きい. これは、微小磁化領域は、磁化方向が磁 場印加方向の単磁区であることを確認する結果であり、前に 述べた10 MeV ヨウ素のマイクロビーム照射の結果(図10) と一致する.図12は、微小磁化領域のサイズを30 µm×30 μm, 10 μm×10 μm, 5 μm×5 μm と変化させ, それに対して PEEM 像がどのように変化するかを示したものである. Ga イオンの照射量はどれも同じく1×10¹³/cm²である.いずれ のサイズの場合も、微小領域は一様な輝度であり、単磁区構 造であることを示しているが、輝度は領域のサイズに依存し ており、サイズが小さくなるにつれて PEEM の輝度は低下 する. 照射によって誘起された微小強磁性領域の周辺は反強 磁性状態であることから、このサイズ効果には、照射領域と 未照射領域の界面における強磁性・反強磁性間の交換相互作 用が重要な役割を演じていると思われる. 照射領域のサイズ をさらに広く変化させて磁区構造がどう変化するかを見る実 験を現在実施中である.

軽イオンマイクロビームによる様々な微小磁気パ ターンの作製と PEEM による観察

以上に述べた実験結果から,FeRh 合金のイオンビーム照 射誘起強磁性の発現は照射領域のみにおいて現れ,これを利 用してマイクロメータースケールの微小な強磁性領域を作製 できることがわかった.また,照射量を多くすると,結晶構 造が A1 構造に変態し非磁性状態に移行することも,第1章, 2章で述べたように,EXAFS や SQUID 磁束計による測定 などからわかっている.そこで,2 MeV のエネルギーを持 つ軽イオン(H,He)マイクロビームを用いて,様々な微小磁 気パターンの作製を行い,PEEM を用いて観察した⁽⁸⁾.ヨ ウ素イオンなどの重イオンマイクロビームや,FIB からの 集束 Ga イオンビームでも微小磁気パターンの作製が可能で



図13 2 MeV H イオンビーム照射により作成した,各 種形状の磁気パターンの PEEM 観察結果.

あることを示してきた.しかし,集束 Ga イオンビームはエ ネルギーが小さいため,試料表面に Ga イオンが蓄積し,そ れが結晶構造や磁気的性質に影響を与える懸念がある.また, MeV 領域の重イオンビームは、少ない照射量で大きな照射 効果を与えることができるという利点はあるが、イオン源の 複雑さなどから若干ビーム電流が不安定である.それに対し て、1-2 MeV の H, He イオンマイクロビームは、飛程が大 きく試料表面にイオンが蓄積しないこと、長時間安定したビ ームが得られることなどの利点を持つため、微小磁気パター ンの作製には適していると考えられる.

図13に、2 MeV の H イオンマイクロビームを用いて FeRh 合金表面に作製した様々な強磁性パターンの PEEM 像を示す.図13(a)は、1.4 µm×1.5 µm の大きさのマイクロ ビームを 10 µm 間隔で照射した試料の PEEM 像である.確 かにマイクロビームと同じ大きさの領域の輝度が高く、この 領域が強磁性になっていることがわかる.また、図13(b) は、マイクロビームを縦方向、横方向にスキャンして描いた ストライプ状の強磁性パターン、図13(c)は、幅 1.5 µm の 「FeRh」という強磁性領域でできた文字を書いた試料の PEEM 像である.2 MeV He イオンマイクロビームを用い ても同様の微小磁気パターニングが可能であることも確認し た.

次に、イオン照射量の増加による微小領域の磁性の変化を PEEMによって観測した結果について報告する.図14(a) は、同じ視野内に、2 MeV の H イオンマイクロビームを2 ×10¹⁶/cm²から2×10¹⁸/cm²の照射量で照射して作製した 10 µm×10 µm の微小磁気パターンの PEEM 像である. 照 射量が小さい場合の PEEM 像は暗く,照射量の増加に伴っ て明るさは増し、2×1017/cm2の照射量の時もっとも明るく なる.これは,照射量(あるいはイオンビームによる付与エ ネルギー)の増加に伴って、微小領域の磁化が増加している ことを意味する. さらに照射量を増加させると, 逆に PEEM 像は暗くなっていく.これは,照射によって微小領 域の磁化が減少していることを示すものである. 同様の結果 は2MeV He イオン照射の場合においても得られている(図 14(b)). これらの結果から、マイクロメータースケールの 領域におけるイオンビーム誘起強磁性のイオン照射量依存性 は,SQUID 磁東計や XMCD 測定によって広い領域で得ら れた結果と同じであることがわかる.このように,軽イオン マイクロビームのエネルギーや照射量を変えることによっ



図14 2 MeV H (a) および 2 MeV He (b) イオンビー ム照射により作成した 10 µm × 10 µm 微小磁気 ドットパターンのイオン照射量依存性.



図15 2 MeV H イオンビーム照射により作成した磁気 ドットパターンの PEEM 像輝度における照射量 ならびに熱処理温度依存性.

て、マイクロメートルスケールの任意の形状で、しかもいろ いろな磁化の大きさを持った強磁性パターンを FeRh 表面上 に作成できることがわかった.

最後に、マイクロビームによって作成した微小磁気パター ンが、照射後の熱処理によってどう変化するかを示す.図 14(a)で示した試料を423 Kから573 Kの温度で熱処理し、 各温度での熱処理のたびに PEEM 像を観測した.PEEM 像 の輝度を熱処理温度の関数としてプロットしたのが図15であ る.PEEM 像の輝度は磁化の大きさに対応するものであ る.照射量が2×10¹⁶/cm²と少ないときは、照射によって発 現する磁化は比較的低温(423 K)での熱処理で消滅し,もと の反強磁性状態に回復する.最大磁化が発現する照射量2× 10¹⁷/cm²の場合は,熱処理温度の増加とともに磁化は減少 するものの,573 K での熱処理でもまだ磁化は大きく残って いる.これらの現象は,SQUID 磁束計による測定でも見ら れた傾向であり,強磁性発現の原因であった格子の乱れが熱 処理によって回復し,磁性も本来の反強磁性状態に戻ってい くと考えられる.それに対して,照射量が2×10¹⁸/cm²の場 合は,熱処理温度の増加に伴い,磁化が増加する傾向がみら れる.これは,照射量が大きいときに試料の結晶構造の1 部がA1 に変化したために消失した磁化が,熱処理による B2 構造への回復によって強磁性へと変化したことによる.

7. まとめ

放射光によるいろいろな実験手段を用いることにより,イ オンビーム照射によって FeRh 中に誘起される結晶構造や磁 性の詳細が明らかになってきた.特に,マイクロイオンビー ムを用いることにより,FeRh 表面に,いろいろな形状と磁 化の大きさを持つマイクロメータースケールの2次元微小 磁気パターンが制御よく形成できることが放射光 PEEM 観 察によって明確になったのは大きな成果である.(なお,マ イクロメータースケールの微小磁化領域の磁区構造に関して は,最近,SPring-8 BL17SU における高分解能 PEEM 測 定を用いて詳細な観察を進めているところである.)

これら2次元磁性改質と、イオンのエネルギーを変える ことによる試料の深さ方向の磁性の制御を組み合わせること によって,磁性の3次元微小構造の作成も可能であると思 われる.これはトップダウン方式による磁性デバイスの開発 に応用できる技術として期待される. すでに, 高エネルギー のHイオンを照射した試料を,試料表面の磁性を測定する XMCD と試料全体の磁性を測定する SQUID 磁東計の結果 を比較することによって, FeRh の深い位置にのみ強磁性層 が誘起されていることを示唆する実験結果が得られてい る⁽⁹⁾. また, Au 原子が3個集まったクラスターイオンの照 射により、Au 単原子イオン照射よりも大きな磁化が試料表 面に誘起される結果もXMCD 測定により得られてい る⁽¹⁰⁾.この結果は、イオン照射によって誘起される磁化 が、イオンビームによって試料に付与されるエネルギーのみ では記述できないことをしめす大変興味ある結果である.こ のように、放射光を用いた FeRh 合金の照射効果の研究は、 イオンビームで物質の性質を改質・制御し、それを放射光で 評価するという,まさに量子ビーム融合研究の1つであ る. 今後, FeRh 合金にとどまらず, いろいろな金属材料, セラミックス材料におけるイオンビーム照射効果を放射光測 定で明らかにすることにより、イオンビームと物質との相互 作用の基礎過程を明らかにするとともに、イオンビームを用 いた材料プロセシング技術の開発へと繋げていきたいと考え ている.

本研究で紹介した研究の一部は、科学研究費補助金、若狭

湾エネルギー研究センター共同研究費を用いて実施されまし た. 若狭湾エネルギー研究センターとの共同実験では、同研 究センター・石神龍哉氏にご協力いただきました. SPring-8の軟X線 MCD 測定, PEEM 観察では, 高輝度光科学研 究センター(JASRI)・中村哲也氏,大河内拓雄氏,小嗣真人 氏,木下豊彦氏に,同じくSPring-8の磁気コンプトン散乱 実験では、JASRI・櫻井吉晴氏、伊藤真義氏にお世話になり ました. KEK-PF における軟 X 線 MCD 測定では, KEK・ 雨宮健太氏,酒巻真粧子氏の,同じくKEK-PFにおける EXAFS 測定では,原子力機構・岡本芳浩氏,和泉寿範氏, KEK・宇佐美徳子氏のご協力を得ました. さらに本研究の 一部は日本原子力研究開発機構との共同研究制度ならびに施 設供用制度を用いて実施されたものです. マイクロビーム照 射, クラスタービーム照射を含む高エネルギーイオン照射実 験は、原子力機構高崎量子応用研究所のシングルエンド加速 器、タンデム加速器、および原子力機構原子力科学研究所 (茨城県東海村)のタンデム加速器を用いて,原子力機構・斎 藤勇一氏,石川法人氏,神谷富裕氏,佐藤隆博氏,江夏昌志 氏,高野勝昌氏のご協力のもと,実施されました.さらに深 部磁性改質に用いた高エネルギーH, He イオン照射は, 住 重試験検査株式会社・坂根仁氏,鵜野浩行氏のご協力によ り,同社 サイクロトロン加速器を用いて実施しました. 関 係者の皆様に深く感謝します。また、本研究に携わった歴代 の大阪府立大学大学院生・福住正文氏、圖子善大氏、藤田直 樹氏,小杉晋也氏,愛甲一馬氏,唐木淳志氏,小出哲也氏に 感謝します.

文 献

- (1) 岩瀬彰宏,松井利之,堀 史説:まてりあ,50(2011),247-253.
- (2) S. Kosugi, N. Fujita, T. Matsui, F. Hori, Y. Saitoh, N. Ishikawa, Y. Okamoto and A. Iwase: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, **269**(2011), 869–872.

- (3) K. Aikoh, A. Tohki, S. Okuda, Y. Saitoh, T. Kamiya, T. Nakamura, T. Kinoshita, A. Iwase and T. Matsui: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, **314**(2013), 99–102.
- (4) T. Matsui, K. Aikoh, M. Sakamaki, K. Amemiya and A. Iwase: Nucl. Instrum. Methods, B(2015), to be published.
- (5) S. Kosugi, T. Matsui, N. Ishikawa, M. Itou, Y. Sakurai, K. Aikoh, K. Shimizu, Y. Tahara, F. Hori and A. Iwase: J. Appl. Phys., **109** (2011), 07B737.
- (6) K. Aikoh, A. Tohki, T. Matsui, A. Iwase, T. Satoh, K. Takano, M. Kohka, Y. Saitoh, T. Kamiya, T. Ohkochi, M. Kotsugi, T. Nakamura and T. Kinoshita: J. Synchrotron Rad., 19(2012), 223–226.
- (7) A. Tohki, K. Aikoh, R. Shinoda, T. Ohkochi, M. Kotsugi, T. Nakamura, T. Kinoshita, A. Iwase and T. Matsui: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, **302**(2013), 51–54.
- (8) T. Koide, T. Satoh, M. Kohka, Y. Saitoh, T. Kamiya, T. Ohkochi, M. Kotsugi, T. Kinoshita, T. Nakamura, A. Iwase and T. Matsui: Jpn. J. Appl. Phys., 53 (2014), 05FC06.
- (9) T. Koide, H. Uno, H. Sakane, M. Sakamaki, K. Amemiya, A. Iwase and T. Matsui: J. Appl. Phys., 117 (2015), 17E503.
- (10) T. Koide, Y. Saitoh, M. Sakamaki, K. Amemiya, A. Iwase and T. Matsui: J. Appl. Phys., 115(2014), 17B722.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★ 岩瀨彰宏

1978年3月 東京大学大学院工学系研究科(物理工学専攻)博士課程中途退学

1978年4月 特殊法人 日本原子力研究所 入所

- (1993年-1994年 米国アルゴンス国立研究所 研究員)
- 2003年3月 日本原子力研究所 退所

2003年4月 大阪府立大学 先端科学研究所 教授

- 2005年4月 現職
- 専門分野:放射線物性学,格子欠陥学

◎放射線と物質の相互作用,各種高エネルギービーム(電子,イオン,ガンマ 線,X線)を用いた材料改質,材料評価などの研究に従事.



岩瀬彰宏

松井利之