
RESEARCH FOUNDATION
FOR MATERIALS SCIENCE

材料科学研究助成
研究成果報告

第 31 集

平成 30 年 6 月

公益財団法人 日立金属・材料科学財団

2018/07/23

目 次

*所属名等は応募時
(報告書提出時)

1. 【一般助成制度】

<金属材料部門>

「ハイブリッドチタン材料の組織形成過程と変形挙動の解明」

立命館大学 理工学部 機械工学科 助教 川畑(旧姓 太田) 美絵 . . . 1

「Ti-Nb-Ta-Zr-X ハイエントロピー铸造合金における固溶体相形成
メカニズムの解明」

大阪大学 超高压電子顕微鏡センター 准教授 永瀬 丈嗣 . . . 7

<材料物性部門>

「トポロジカル絶縁体中転位の金属的電気伝導の実験的検証および評価方法
の構築」

東京大学 生産技術研究所 物質環境系部門 講師 徳本 有紀 . . . 13

「1次元ナノワイヤー熱電変換素子による巨大ゼーベック効果の実証」

埼玉大学 大学院理工学研究科 環境システム工学系専攻 准教授 長谷川 靖洋
. . . 19

「原子欠陥制御による電界駆動 Fe/MgO 磁気デバイスの創成」

千葉大学 大学院融合科学研究科 ナノサイエンス専攻 准教授 山田 豊和 . . . 24
(報告書提出時) 大学院工学研究院 先進理化学専攻

「Ca系フェライト磁石母材の単結晶育成と基礎物性評価」

東京大学 大学院工学研究科 材料工学専攻 助教 和氣 剛 . . . 28

<無機セラミックス材料部門>

「白金ナノ構造の分子レベル制御による光応答型環境触媒モジュールの開発」

静岡大学 理学部 化学科 准教授 加藤 知香 . . . 32

2018/07/23

原子欠陥制御による電界駆動 Fe/MgO 磁気デバイスの創成

千葉大学 大学院融合科学研究科 ナノサイエンス専攻
(報告書提出時) 大学院工学研究院 先進理化学専攻
准教授 山田 豊和

1. 背景

磁界を磁石にかけることでNS極を反転できる。磁界を発生させるために微小なコイルに電流を流すと熱が発生し、これが電力消費となる。世界規模の情報端末の普及と、IoT社会発展により、ますますの電力消費が想定される。一方、もし電界で磁気特性が制御できれば、情報記録処理での熱発生に伴う電力損失はなくなる。結果として電界駆動磁気デバイスは世界規模での省電力化に大きく貢献する。一般に、電界を磁石にかけても何も変化しない。しかし、極めて薄い磁性薄膜では、電界が金属内にも影響を与え、結果として電界で磁気特性が変化することが分かってきた。

本研究で我々は、現在市販のパソコン等の情報記憶素子に使われている Fe/MgO 系に注目する。電界を印加した際の磁気特性の変化と制御が重要な課題である。我々は、原子分解能で試料表面を観察できる走査トンネル顕微鏡 (STM) のエキスパートである。2000年より研究開発を行ってきている。現在、千葉大学において5台の STM 装置が稼働している。STM の利点として、表面形状観察と同時に、各原子位置での電子状態も計測できる。我々の2010年から2016年の STM 研究で、2原子層厚さの Fe 薄膜であれば、電界が侵入し鉄原子の層間距離を極性により伸ばしたり近づけたりできることがわかってきた。また、Fe(001)表面に MgO 膜を製膜すると、Fe(001)表面が活性であるため想定外の鉄酸化物が作成されることも判明した。そこで、あえて規則的な Fe(001)-p(1x1)O 酸素単原子層でコートすることで [Jpn. J. Appl. Phys., 55, 08NB14 (2016)]、鉄の活性を抑え、MgO 単原子絶縁膜を形成できることが分かった [執筆中]。

2. 研究開発内容

我々が2017年度に取り組んだのは、Fe/MgO 膜中の欠陥位置と欠陥のない平坦な位置での磁気ヒステリシス曲線の測定である。異なる電界下で磁気ヒステリシス曲線の変化を計測することを目指した。高精度な STM 計測を行いながら磁場をかけるためには、STM 周りに超伝導コイルを設置するしかない。市販の超伝導コイル付超高真空 STM 装置は約2-3億円である。そのため超伝導コイルを自作した。合計7個を作成した。1個は断線により使用できなかった。1個の超伝導コイルを、千葉大学にて使用している1台目の超高真空・極低温 STM 装置に取り付けた。超伝導コイル内にすっぽり STM 本体が入るようにボビン設計を行った。なお、STM 本体が超伝導コイルボビンと

2018/07/23

接触すると振動がはいるため接触しないように配慮した。STM測定中、STM本体はパネで吊り下げられている。パネを吊り下げた位置(約 20mm 落下)で、超伝導コイル内中心付近にくるように設計、調整した。試料の面直方向に磁場がかかるようにした。Fe/MgO系にトライする前に、同じFe(001)基板にMn超薄膜を成長させ、あえて解開180度磁化反転磁区を作成した。バルクのCr棒をエッチングしてスピン偏極STM探針とした。Crは反強磁性であるため外磁場印加に対して応答しない。磁場印加によりFe基板の磁化が反転すれば、Mn膜磁化も反転する。これからMn膜およびFe基板の保磁力が得られると考えた。Mn膜の磁気像を計測しながら磁場を変化させた。磁気コントラストの差分をプロットすることでSTM磁気ヒステリシス曲線となる。Fig. 1bに結果を示す。±400 mT印加したが、レマネンス曲線になり飽和しなかった。原因は、我々のFe(001)単結晶基板はウィスカ形状を有するため(Fig. 1aに今回の測定

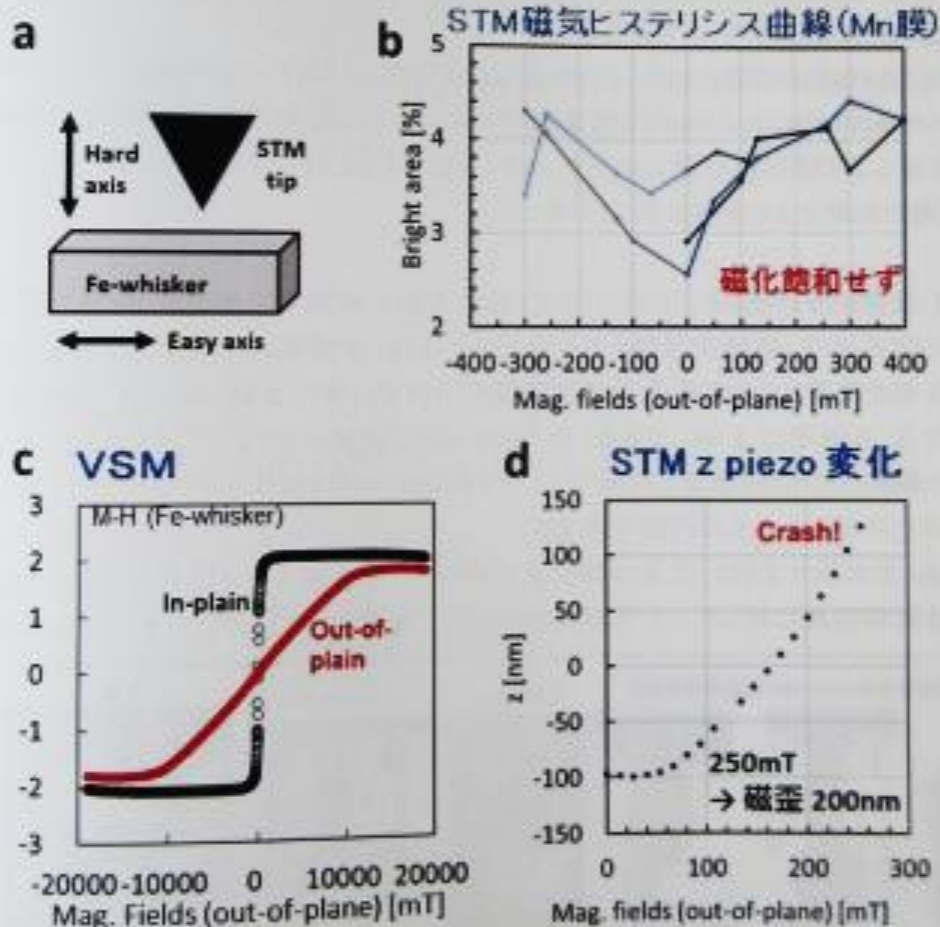


Figure 1 STM 磁気ヒステリシス曲線。(a)Fe ウィスカの STM 計測時のモデル図。(b)Fe(001)ウィスカ上に製膜した Mn 膜上の磁区より得たスピンコントラストの面直磁場依存性。(c)VSM 結果。(d)磁歪による Fe ウィスカ膨張。

2018/07/23

モデル図を示す)長軸方向に強い形状異方性をもつ。我々はウイスカ単結晶(直方体)の側面を STM 観察していたため、ウイスカにとっては磁化困難軸に磁場をかけてしまった。驚くことに、鉄であっても別途行った Fe ウイスカ単結晶の VSM(振動試料型磁力計)計測(Fig. 1c)より、磁化困難軸方向に磁化を飽和させるには約 1000 mT が必要であることが分かった。

STM でも 1000 mT まで磁場を印加すればよいのだが、別の問題が発生した。STM は、極めて感度のよい距離検出センサーである。その結果、鉄基板に磁場を印加していくと、鉄単結晶自体の磁歪を検出することとなった。我々の STM 装置では、圧電素子の伸縮で探針試料間距離約 1nm を保持している。圧電素子は最大±200nm まで伸縮できる。50mT までは問題なく磁場を印加できた。しかし、50mT を超えると磁歪により、鉄の歪が生じてきた(Fig. 1d)。約 250 mT 印加したところで、ピエゾ素子の伸縮限界 200nm に達し、探針が鉄にクラッシュしてしまった。そのため、1000 mT 磁場印加は不可能であった。少なくとも±50mT 以内であれば磁気ヒステリシス計測は可能であることが判明した。

一方で、面内磁場に関しては、1台目の STM 装置には新たな超伝導コイルを取り付けるスペースがなかった。やむなく超高真空チャンバーの外側の大气から鉄心入り銅コイルを作成し STM 試料位置に約±2 mT 印加できるようにした。しかし 10 分以上の連続通電で加熱により被覆がとけてしまった。

STM 測定を行いながら、同時に面直・面内方向に磁場を印加できる機構の開発を、2 台目の超高真空・極低温 STM で行ってきた(Fig. 2 参照)。7 個作製した超伝導コイルの 5 個を使用した。面直 Z 方向に磁場を印加する用に 2 個、面内 X 方向用に 2 個、面内 Y 方向用に 1 個、である。全てのコイルは液体ヘリウムクライオスタット底から伸ばした銅柱にしっかり固定し冷却する。コイルのサイズは液体ヘリウムクライオスタット底につけた冷却シールドの内径で決まる。

Figure 2 に示すように、Z 方向用に大きめのコイル 2 個をヘルムホルツ型に配置した(STM 試料位置に対して、上下対称となるように配置)。X 方向用の 2 つの面内磁場



2018/07/23

用コイルは、上下の2つのZコイルの間隙にヘルムホルツ型に配置した。2つのXコイルの中間地点にSTM試料がくる。STMへの試料出し入れは、Figure 2の紙面垂直方向から行うため、Y軸方向には1個のコイルしか設置できなかった。

2017年度、超伝導コイル5個を配置後に、液体ヘリウムシールドをはめた。ところが90%挿入したところで、超伝導コイル下部からわずかに突き出たネジ頭が、冷却シールド内部につきだしたビス固定用ネジと衝突してしまい、冷却シールドが取り付けられなくなった。これらの1mmレベルの干渉は、CAD上では発見できなかった。現在、一時中断し、干渉しないための新たな部品を設計・発注している。

3. 今後

3年計画の1年目を(公財)日立金属・材料科学財団に助成頂いた。超伝導コイルを使用したSTM磁気ヒステリシス曲線計測は初めての試みであった。テストとしてのMn膜上の磁気ヒステリシス曲線計測はできたが、磁歪や形状異方性など、ケアしなくてはならない様々な課題も浮き彫りとなった。失敗を踏まえて、新たな超伝導コイル機構の開発を行っている。今後も、この新たな超伝導コイルシステムの立ち上げを実施し、Fe/MgO界面での原子欠陥位置のSTM磁気ヒステリシス曲線計測を目指す。

2018/07/23