

プロジェクト報告 構造機能先進材料デザイン研究拠点の形成

COE 若手研究員海外派遣制度事業報告

大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル科学専攻 白土 優

1. はじめに

1.1 海外派遣制度事業申請の目的

海外に出て勉強することは、私の中学生の頃からの希望であった。以前より研究室、大学という狭い世界、あるいは国に捕らわれることなく、広い世界を見て経験し、広い知見と経験を得たいという希望があった。このような経験は将来、研究者として成功するためには必要なことであると考えていた。しかし、これまで私のような博士課程の学生が、在学中に海外に出て勉強するという機会は非常に限られており、海外留学を希望しても実現できないというのが現状であった。今回、21世紀COEプログラム「構造・機能先進材料デザイン研究拠点の形成」の一環として、博士課程の学生を対称にCOE若手研究員海外派遣制度事業が実施されるのを聞き、希望に沿ったプログラムであり、申請させて頂いた。

1.2 アルゴンヌ国立研究所とDr. Bader's Group

私は現在、磁性薄膜に関する研究を行っており、特に磁気光学カー効果(Magneto-Optic Kerr Effect: MOKE)を用いた磁性体超薄膜の磁気特性についての研究を行なっている。この研究は、次世代高密度磁気記録媒体への利用を目指した基礎研究である。アメリカ合衆国、アルゴンヌ国立研究所、Dr. Sam BaderはMOKEを磁性体超薄膜の磁気特性の評価に利用することにいち早く着手し、MOKEが磁気特性評価法として利用できることを示した^[1]。Dr. Baderは、MOKE利用した表面磁性の分野を始め、磁性一般に関して現在も尚、世界を先導している研究者である。

この技術が確立されたことは、近年の磁性体超薄膜に関する研究が飛躍的な進歩を続けることのできている原因の一つであると考えている。中でも、Dr. Baderらが開発した超高真空中でMOKEを測定する技術(in-situ MOKE)は、磁性体超薄膜の磁気特性評価には非常に重要な技術である。しかし、この超高真空磁気光学効果測定は、日本国内では未だ実現できていない技術であり、今後の技術革新が待たれる状況にある。このような状況において、アルゴンヌ国立研究所にてin-situ MOKEを初めとする測定技術を勉強することは、今後の私の研究に非常に有益であると考え、アルゴンヌ国立研究所、Dr. Bader's Groupに滞在させていただくことを希望した。

また、Dr. Baderは、学術雑誌Journal of Magnetism and Magnetic MaterialsのEditorも務めておられ、MOKEに限らず磁性一般に対しても、非常に優れた研究者である。Dr. Baderのグループでは、磁気光学効果による表面磁性の研究のみならず、電子線リソグラフィーを用いた微細加工による

マイクロドット・ドットチェーン、交換スプリング磁石、強磁性体/反強磁性体界面での交換バイアス等に関する研究も行っており、磁性体について広い角度から研究を行なっている。このため、Dr. Baderグループでの滞在は、in-situ MOKEのみならず、磁性について広い角度から勉強することができると考えた。

2. アメリカ合衆国、アルゴンヌ国立研究所での生活

2.1 往路(2003年1月15日)

2003年1月15日、関西国際空港を発ち、サンフランシスコ国際空港を経由して、シカゴ、オヘア空港(図1)に到着した。私は海外渡航の経験が無かったため、シカゴに到着した時は、右も左も全く分からない様な状況であった。オヘア空港に到着し、アルゴンヌ国立研究所までは、Dr. Baderの秘書であるMs. Suzanne Marikが車を手配して下さっていたため、車で移動することができた。研究所についてみて改めて分かったことであるが、アメリカという国は、土地が広大であるためか、電車等の路線は限られており、車が無くても行動範囲が非常に限られる。今回も、オヘア空港からアルゴンヌ国立研究所までは電車で向かうことは不可能であった。アルゴンヌ国立研究所に到着したのは、1月15日の午後7時であった。



図1 シカゴ・オヘア空港の到着・出発ゲート。(ターミナル1)

2.2 セーフティーオリエンテーション(2003年1月21日)

アルゴンヌでの生活が始まって6日目の1月21日、セーフティーオリエンテーションに出席した。このオリエンテーションは、新しくアルゴンヌ国立研究所で研究を行なう研究者や学生に対して、毎週火曜日に行なわれている。そこで、実験に用いる薬品の取り扱いやコンピュータウイルスに対す

る対策等の研究活動に対する規約は言うまでも無く、研究所内での自動車の運転、Tornado Shelter とよばれる竜巻にたいする避難所、研究所内に住む野生動物（図 2）の保護等、研究所内での日常生活に至るまでの全ての制限、規約が説明された。そこで、最も印象に残ったことは、研究所に出入りする際のセキュリティについてである。2001 年 9 月 11 日の事件依頼、アルゴン国立研究所でもセキュリティが強化され、研究所に入る際（自動車による入所、徒歩による入所に関係なく）には、パスカード（もちろんパスカードの発行にも審査がある。）と本人であることを証明する写真つきの証明書が必要であった。滞在中の 2 月 7 日にテロリズムに対する危険度が上げられて以降は、パスカードと証明書のみでなく荷物まで検査するほど、セキュリティは強化された。建物内に入る際にも電子線を保持している建物に入る際は、夜 7 時以降は研究所内の研究者であっても、特別のオリエンテーションを受けたオペレーター以外は建物内に入ることも許されなかった。



図 2
アルゴン国立研究所内にすむ白鹿。

2.3 グループミーティングと私の研究発表 (2003 年 2 月 4 日)

Dr. Bader グループでは、1 ヶ月に一度、グループミーティングが行なわれる。グループミーティングは、大学で行なわれている中間発表会のように、数日を使って全員が研究成果を報告するというのではなく、月に 1 人、1 時間で講演を行い、それに対するディスカッションという形式で行なわれている。このような形式は、グループメンバーに学生がいない、グループメンバーの人数が非常に少ない（Dr. Bader のグループは全員で 12 人である。）ということによって実現できるように感じた。個々の研究者の成果報告は、建物内の壁にポスターを展示することで行なわれている。このポスターは定期的に更新されているようであった。また、後述するが、研究所内で行なわれるセミナーにおいても、研究成果を発表する機会がある。

1 月の講演は 1 月 16 日に行なわれ、Dr. Frank Fradin による量子ドットへのスピン注入と ESR-STM に関する講演であった。学会発表のように、一通りの講演を終えた後に質問

というのではなく、講演の途中でも、「Excuse me.」という声があがり、ディスカッションが始まる。もちろん、自分の研究テーマでは無い人たちもディスカッションに参加して討論する。1 月のグループディスカッションの最後に、私の簡単な自己紹介の場を頂いた。

2 月のグループミーティングは私に時間を頂き、4 年生から現在まで行ってきた研究結果を“Magnetic properties of Fe thin films grown on Al₂O₃ (0001) inclined substrates” というタイトルで発表を行なわせて頂いた。私の英語での表現能力が不十分であるにもかかわらず、数多くの質問を頂き、有益なディスカッションをいただいた。発表終了後、「Nice presentation.」や「Nice talk.」というお声を頂き、誠に感謝している。特に、Dr. Bader からは「Very nice, beautiful research.」という感想を頂いた。

2.4 グループメンバーとのディスカッション

グループミーティングでのディスカッションとは別に、Dr. Dongqi Li, Dr. Valentyn Novosad, Dr. Ruihua Cheng とは 1 対 1 でのディスカッションの時間を頂いた。具体的なディスカッション内容は割愛させて頂くが、言うまでも無く非常に有益なディスカッションであった。Dr. Li のとディスカッションでは「Quite interesting.」と言って頂き、非常に嬉しく思う。研究内容、論文投稿に加え、実験方法等についても、今後もコンタクトを続けたいかというお言葉も頂いた。どの方にも共通していえることは、私が学生であるためか、今後どのような研究を、どのような方法で行なっていくかについて、多くの時間を割いてディスカッションをして下さった。

2.5 実験見学

滞在中、多くの実験装置を見せていただき、実際に実験も見せていただいた。以下にこれらの内容を報告する。

2.5.1 in-situ MOKE を備えた多機能チャンバー

今回の渡航目的の一つである、in-situ MOKE の見学については、それを備えた多機能チャンバーを見せていただいた。このチャンバーには、蒸着源としての E-beam Evaporator が 6 源、表面観察装置として LEED と RHEED、基板及び、薄膜の化学的清浄度測定装置として AES、磁気特性評価に MOKE、基板処理のための Ar スパッタイオンガンが備え付けられている。チャンバーは通常 1×10^{-10} Torr の超高真空に保たれている。試料温度のコントロールには E-beam Heating を用いており、最大 1300 まで加熱することができる。また、液体ヘリウムで冷却することにより、約 50K まで冷却することもできる。in-situ MOKE は、真空中に備え付けられた超伝導マグネット（最大磁場 2T）内部で試料を回転させることにより、磁場を試料面内にかかる縦カー効果のみでなく、試料面に垂直に磁場を印加する極カー効果の測定も可能であるように設計されている。この多機能チャンバーの注目すべき点は、上記のような多種の装置を備えているにもかかわらず、装置全体の大きさは非常に小さく、各測定や基板処理、薄膜作成のために試料を移動させる必要がほとんど

無い(試料の移動は、上下移動と回転のみで全ての測定、基板処理、薄膜作製が可能である)、という点にある。しかし、この多機能チャンパーにも欠点がなく無いわけではなく、改良の余地があるように感じた。この装置を実際に見学したことは、今後の私の研究にも大きな影響を与えたと考えている。この経験を生かすことで、実験装置の改良、多機能チャンパーの作製の際には、私の装置の利点、問題点、Dr.Bader グループの装置の利点、問題点を踏まえた装置開発を行なうことができると考えている。また、実験装置の見学のみならず、実際に実験を見学させて頂く機会も頂いた。この際に、基板の清浄化、表面観察手法等の実験にノウハウに関する点にまで、お教えいただき、また、私の実験方法に関して有益なディスカッションを頂いた。

in-situ MOKE を備えた多機能チャンパーは2台目のチャンパーを作成中であった。2台目の装置は、蒸着源としてマグネトロンスパッタリング装置、表面観察装置として、温度可変走査型トンネル顕微鏡 (Variable Temperature Scanning Tunneling Microscopy : VT-STM) を備えた現行のマルチチャンパーに in-situ MOKE を新たに装備する。私の滞在中に、真空中に内蔵するマグネットが完成し、チャンパーの完成は間近であるように思われた。

2.5.2 分子線エピタキシー法による薄膜作成

磁性体薄膜の蒸着に MBE 法を用いた製膜を見学することもできた。現在、私は同じ方法を用いて磁性体超薄膜を作製していることもあり、有益なディスカッションを行なうことが出来た。私の装置は Dr. Bader グループの装置と比較しても遜色は無く、自信をつけることが出来た。しかし、実験手法、システム等で参考になる部分は多くあり、今後、装置改良を行なう際には参考になると考えている。特に、システムとして、電子銃を用いた蒸着の際に用いるフィードバックシステムは、私が利用しているシステムとは異なる手法を用いており、大変参考になった。

2.5.3 電子線リソグラフィーによる微細加工

リングドット、リングドットチェーンの作製は電子線リソグラフィーによる微細加工で行なわれていた。この装置で私が驚いたのは、描画にかかる時間の早さである。私の知識では、ドットの微細加工には数十時間を要する。しかし、この装置では数十分で描画が完了する。CAD による設計も見学させていただいたが、ドットの数が少ない、電子線のドーズ量が少ないといったことは特に感じなかった。しかし、現在 Dr. Bader のグループでは、さらに精度を要する微細加工技術を必要とする実験を始めており(さらに小さな系についての研究を始めているわけではない)微細加工装置の位置決め、加工精度に改良を加える必要があると考えている。Dr.Valentyn Novosad がおっしゃるには、Dr. Novosad が始めた前述の精度を要する微細加工には、微細加工装置の位置決め技術に加えて、レジストと現像液の選択、レジストの塗布方法、現像方法、リフトオフ方法も非常に重要であるとのこ

とであった。

レジストの塗布及び電子線を照射したレジストの現像は、クリーンルーム内 (Clean Level 1000) で行なわれており、このクリーンルームもオリエンテーションを受けた一部の研究者しか入ることは出来ない(クリーンルームに入るためのパスカードがある)ように管理されていた。

2.5.4 横カー効果測定装置とラマン散乱

リングドット、リングドットチェーンの磁気光学効果曲線測定(磁化曲線に相当)は、横カー効果で行なわれていた。この装置は、ラマン散乱を同時に測定できるシステムになっている。また、横カー効果、ラマン散乱共に、測定環境は真空中での測定ではなく、大気中での測定であるが、リングドット、ドットチェーンの磁化曲線の測定には、真空中測定は必要ではないため、真空中での測定の際に犠牲にしている測定技術を完全に補償した装置となっていた。この装置では、カー効果測定に必要なレーザーの反射光は試料からの鏡面反射のみでなく、リングドット、リングドットチェーンからの規則配列を反映した散乱光による磁気光学効果の測定も行えるように、設計されている。散乱光からの磁気光学効果測定により、さらに詳細な磁気特性の評価が可能である。また、この装置に用いられているレーザー(He-Ne レーザー)は強度可変で(ラマン散乱測定時に必要である)、種々の光子エネルギーに対する磁気光学効果を測定することも出来る。残念ながら滞在中にラマン散乱の実験は行なわれておらず、実験を見学することは出来なかった。この横カー効果・ラマン散乱測定装置と 2.5.1 節に述べた多機能チャンパーは全て自作の装置であった。自作の装置であるため、測定原理の勉強・理解には非常に有効であり、この装置を通じて磁気光学効果測定に対する理解を深めることができた。

2.5.5 原子間力顕微鏡、磁気力顕微鏡観察

試料の表面構造観察には、Digital Instruments 社製大気中原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy : AFM) を用いていた。このような走査型プローブ顕微鏡は、私も実験経験のある装置であるため、実験手法、システムともに理解できる部分も多く、また、参考になる点も多くあった。原子間力顕微鏡の実験、観察像を見せていただいたが、観察技術に特に大きな差があるとは感じなかった。しかし、原子間力顕微鏡などの走査型プローブ顕微鏡は、そのデータの解釈が非常に難しいことが知られている。実験データの見方、データに対する解析方法等、教わる点は数多く、非常に勉強になった。

また、この原子間力顕微鏡は、プローブに用いるカンチレバーとして磁性体を用いることにより、磁気力顕微鏡 (Magnetic Force Microscopy : MFM) を利用することもできる。この磁気力顕微鏡は、無磁場下での測定はもちろん、磁場下での測定も可能である。一般に、磁場下での MFM 測定は、カンチレバーの磁化状態を変化させない磁場領域で、試料の磁化状態を変化させる必要があり、非常に難しい実験

である。実際に、磁場中 MFM の実験を経験したのは今回が初めてであったため、その実験手法を教わることができたのは良い経験であった。今後、磁場下での MFM 測定装置の開発を手掛ける予定であるため、この経験も有益であった。

この装置は大気中測定ということもあり、製膜後のその場観察は不可能であるが、前述の微細加工によって作製したマイクロドット、ドットチェーンの磁化状態の観察には十分な装置であった。しかし、原子間力顕微鏡による表面構造の観察は、超高真空中でのその場観察が必要であるようにも感じた。

2.5.6 スパッタリング法による薄膜作製

私の滞在中に、新たにマグネトロンスパッタリング装置が導入された。蒸着源は 5 源備え付けられていた。この装置は非常に機能的に設計されており、試料をロードロックシステムに挿入する以外は、全てコンピュータ制御されている。特に、私の知識ではスパッタリング中の Ar 圧の調整は、製膜前の Ar ガス流量で制御するのであるが、この装置はガス流量の制御に加えて、蒸着時の真空ポンプの排気速度をフィードバック回路内に組み込むことで、スパッタガス圧の制御を可能にしていた。システム等の制御系は複雑であるように感じたが、チャンバーの構造自体は非常にシンプルであるため、真空装置内での機械的なトラブルはほとんどおこらないように感じられた。

2.6 セミナー

アルゴン国立研究所、Material Science Division では、多い時で週に 3 回セミナーが行なわれる。このセミナーは Division 単位で行なわれており、研究所外から講演者を招くことも、研究所内の研究者が講演を行なうこともある。このセミナーもグループミーティング同様、1 時間で講演とディスカッションが行なわれる。私は、Si 上での Ge island の FIB による核形成サイト制御に関するセミナーと電子線リソグラフィに関するセミナーに参加した。私の研究分野である磁性とは直接関係する分野ではないが、他分野の研究についての話を聞くことは、新鮮であり、新しい知識を得ることが出来た。また、グループミーティングのみでなく、大きなセミナーに参加できたことは良い経験になった。

これらのセミナーのなかでも、ナノランチセミナーという昼食をとりながら講演を聴き、ディスカッションという日本には無い形式のセミナーがある。このナノランチセミナーは、数週間に一度、行なわれているもので、多くの研究者と交流を深める良い機会になるように感じた。私が参加したナノランチセミナーは強誘電体薄膜の構造と物性、その微細加工による物性制御についての講演であった。

セミナー・グループディスカッションに参加して、改めて感じたことであるが、外国の研究者の方々は、ディスカッション等のディベートに対して非常に活発である。これまで私が経験してきた、日本での講演会、学会、あるいは、大学での講義と比較すると、その重要性が非常に良く分かる。この

ような、ディスカッションに対する積極性は、研究に対する積極性の現れであるため、大いに見習うべき点であるように思う。実際に、この雰囲気を感じ、経験したことは、私の今後の研究、ミーティングでの積極性に大きな影響を与えると考えている。

2.7 帰路 (2003 年 2 月 14 日)

2 月 14 日の早朝、Dr. Valentyn Novosad にオヘア空港までお送りいただいた。午前 8 時にシカゴ・オヘア空港を出発し、サンフランシスコ国際空港を経由して、関西国際空港に到着したのは、日本時間の翌日、2 月 15 日の夕方であった。2 月 7 日にテロリズムに対する危険度が上げられたためか、オヘア空港でのセキュリティーチェックは非常に厳しく、一人 20~25 分を要していた。サンフランシスコでのトランジットが約 1 時間と非常に短時間であったためか、帰路は非常に短時間に感じられた。

尚、今回の渡航は、一ヶ月という短期間であったため、実際に実験データを示すことは非常に困難であることをお断りいたします。また、研究所のセキュリティーの問題で、責任者の許可無しに研究所内にある研究設備、建物の写真を撮影すること、このような報告書に掲載することが禁じられているため、実験装置の写真を添付できないことをお断り致します。

3. 終わりに

本海外渡航は、in-situ MOKE という未だ日本国内では、行なわれていない測定技術の習得とその後の測定技術の確立を主な主眼としている。この技術の確立は、微小磁性体の磁気特性評価、物理現象の解明に大きな進展をもたらすと期待される。今後は、in-situ MOKE を備えた多機能チャンバーの開発に取り組み、微小磁性体の磁気特性についてより効率の良い実験手法を開発し、研究を推進する予定である。また、今後、Dr. Bader グループとの共同研究を通じて、同グループとの連携を図り、私の研究をさらに充実させることを考えている。

謝辞

私の渡航に関して、喜んで送り出してくださった大阪大学・山本雅彦教授、山本研究室の皆様は厚く感謝いたします。また、一ヶ月間の滞在を快く受け入れ、数々のおもてなしを頂きましたアルゴン国立研究所、Materials Science Division, Dr. Sam Bader, Magnetic Film Group の皆様は厚く感謝いたします。特に、Dr. Valentyn Novosad には滞在中のあらゆることに関してお世話を頂きました。心より厚く感謝いたします。

文献

- [1] E. R. Moog and S. D. Bader, Superlattices and Microstructures, Vol. 1 (1985), 543

