

蛍光 X 線収量法による磁気デバイスの XMCD/ESMH 計測法の開発

平野辰巳(5097)¹⁾、宮田一司(20399)²⁾、橋本一慶(21303)³⁾、
中村哲也(3439)⁴⁾、大沢仁志(2025)⁴⁾、松下智裕(1154)⁴⁾

¹⁾(株)日立製作所、²⁾日立マクセル(株)、³⁾茨城大学、⁴⁾JASRI

1. 緒言

X 線磁気円二色性法(XMCD)及び元素選択磁気ヒステリシス法(ESMH)による、各磁性元素毎の磁化量や磁気ループ計測は、磁気材料や磁気デバイスの開発に必要な手法となっている。Fe、CoのXMCDを測定する軟X線領域では、通常全電子収量法(TEY)が用いられている。TEY法は、X線照射により試料表面から放出された光電子量に対応して GND 電位から試料に流れ込む電子量を測定する手法であるが、1)絶縁体中での磁性材料への適用が難、2)測定領域が表面数 nm と限定されるために、実デバイス構造への適用制限、3)外部磁場に対する TEY 出力信号の強い依存性などの計測課題がある[1]。

一方、情報化社会の進展に伴い、コンピュータ用磁気テープやハードディスク(HDD)などの磁気デバイスの高記録密度化が不可欠な状況にある。記録密度の向上には、新規磁性材料の開発、磁性粒子の微粒子化、積層磁性膜界面での磁気構造制御などが必須で、XMCD/ESMH による磁気構造評価は有益な知見となる一方、実デバイス評価として上記計測課題が顕在化してきている。本報告では、絶縁体で摺動特性に優れたバイнда中に分散された磁気テープのメタル磁性体への適用を目指し、蛍光X線収量法(FY)によるXMCD/ESMH計測法の開発とTEY法との比較を目的とした。

2. 実験方法

試料は、磁性層(Fe、Co メタル磁性体、0.1 μ m)/下地層/ベースフィルム(6 μ m)/バックコート層(0.5 μ m)の磁気テープで、磁性量やバイнда量が異なる試料 1(表面抵抗:4M Ω)、試料 2(600M Ω)である。測定には、BL25SU の軟 X 線 MCD 装置を用いた。TEY法では、2台の挿入光源からの左回り/右回りの円偏光 X 線を切

り替える偏光反転法(1Hz)を利用して、XMCD/ESMHを測定した。FY法では、試料からの蛍光 X 線を測定チェンバー内に組み込んだ CCD カメラで検出し、左回り円偏光状態でのスペクトル若しくは MH ループを測定後、右回り円偏光状態でも同様に測定した。FY法においては、1)ペルチェ素子による CCD 素子冷却(-60 $^{\circ}$ C)、2)ペルチェ素子の空冷、3)測定チェンバーの遮光などにより高 S/N 化と安定した測定を実現した。信号検出法の違いから、FY法はメタル磁性体全体、TEY法はメタル磁性体の表面数 nm 領域の磁気構造を反映している。1点当りの積算時間は、TEY法で各円偏光当たり 0.3 秒、FY法で 5~10 秒とした。また、試料表面と外部磁場および入射 X 線のなす角度は、20 度および 30 度とした。左回り/右回り円偏光 X 線の試料による吸収スペクトルを各々、 $\mu(+)$ 、 $\mu(-)$ として、

$$XMCD = \frac{\mu(+)-\mu(-)}{\text{平均スペクトルのL3端最大値}} \quad (1)$$

により XMCD を計算した。ここで、 μ は吸収端前のバックグラウンドを差し引いたスペクトルである。また、ESMH は XMCD 最大となる L3 端の値で規格化した。

3. 実験結果

図1(A)に Co の平均スペクトルの FY 法/TEY 法の比較を示す。FY法では、試料間に差異がない一方、TEY法では、表面抵抗の違いにより吸収端での吸収量が大きく異なっている。表面抵抗が 2 桁大きい試料(2)では、GND 電位から試料に流れ込む電子量が少なくなるため、その吸収量が見かけ上小さくなる。また、TEY法において、L3 端及び L2 端吸収量はほぼ 2:1 の比であるのに対して、FY法において、L3 端吸収量は L2 端に比べて相対的に小さくなっている。これは、入射 X 線および蛍光 X 線の膜内吸

収(波長依存)によるものである。

図1(B)に Co-XMCD の FY 法/TEY 法の比較を示す。(1)式により XMCD は規格化されているため、FY 法/TEY 法とも L3 端での XMCD 最大値は同程度の値となっている。即ち、TEY 法においても XMCD 規格化により、その磁化量(XMCD 量)の比較が可能であることがわかる。FY 法(メタル磁性体全体に対応)において試料(2)の磁化量は試料(1)に比べて 26%程度大きい。

図2(A)に Co-MH ループの FY 法/TEY 法の比較を示す。ループの形状は、両計測、両試料ともほぼ同じであるが、TEY 法は FY 法に比べて S/N が高い。TEY 法において外部磁場 0kOe 近傍におけるループ異常は、外部磁場に対する TEY 出力信号の強い依存性によるもので、表面抵抗の高い試料(2)において顕著である。TEY 法(メタル磁性体の表面数 nm 領域に対応)において、試料(1)の保磁力は試料(2)に比べて 5%大きい。

図2(B)に試料(1)に対する試料(2)の L3 端吸収ピーク強度比(元素量に対応)および XMCD 比(磁化量に対応)の比較を示す。FY 法において試料(1)に対する試料(2)の元素量は 3%増加しているのに対し、TEY 法では 34%も減少している。これは、TEY 法では表面抵抗に吸収量が強く依存するため、表面抵抗が 2 桁高い試料(2)では、見かけ上元素量が小さくなる。試料(1)に対する試料(2)の磁化量は、FY 法で 26%、TEY 法で 7%増加している。これは、磁化量がメタル磁性体全体と表面領域で異なっていることを示唆している。

FY 法と TEY 法を併用することにより、メタル磁性体全体と表面領域の磁化量の評価が可能となり、プロセス、磁性量、バイнда量の差異によるメタル磁性体の磁性評価およびその開発に有益な知見が得られると考えられる。

[1] 中村哲也、まぐね、1 (2006) 108.

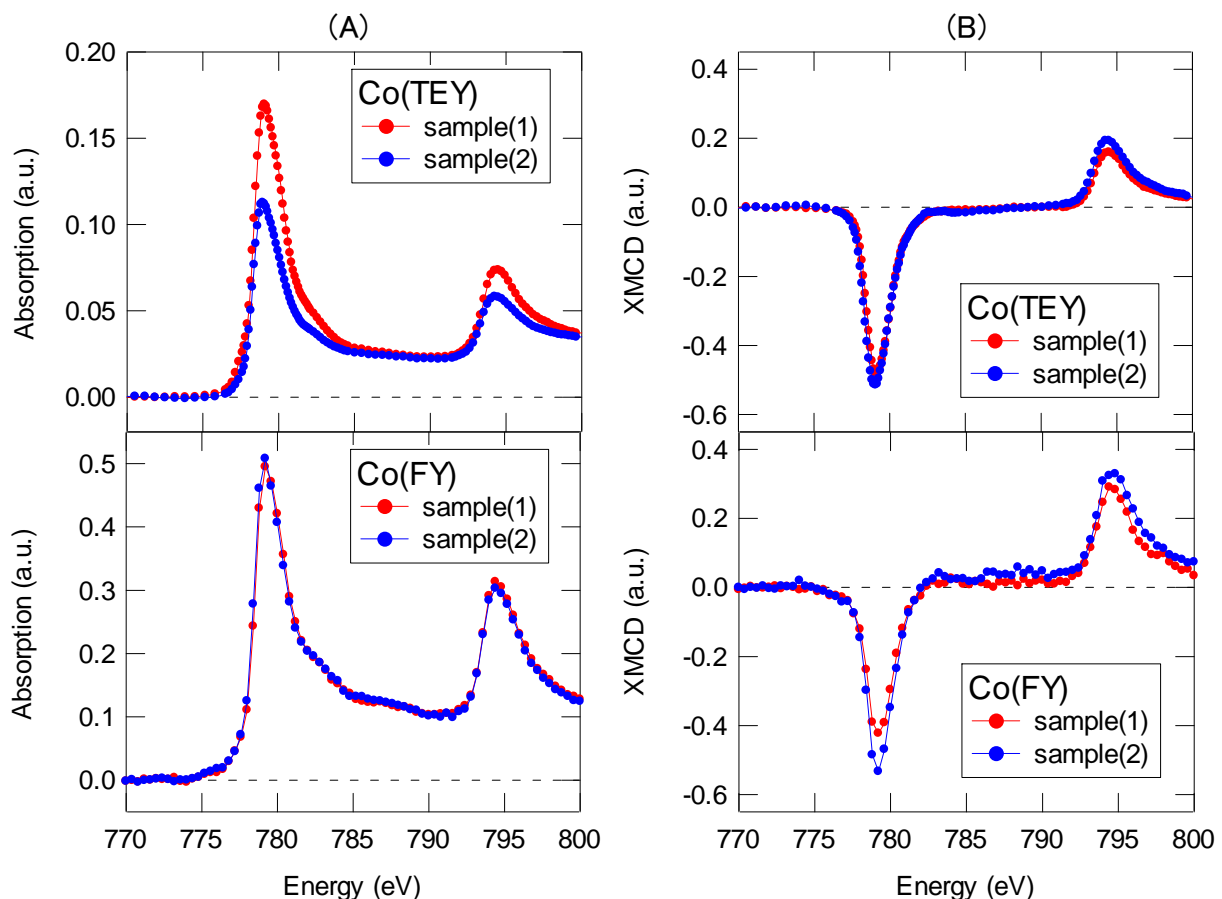


図1 Coの平均スペクトル(A)とXMCD(B)。上段はTEY法、下段はFY法。

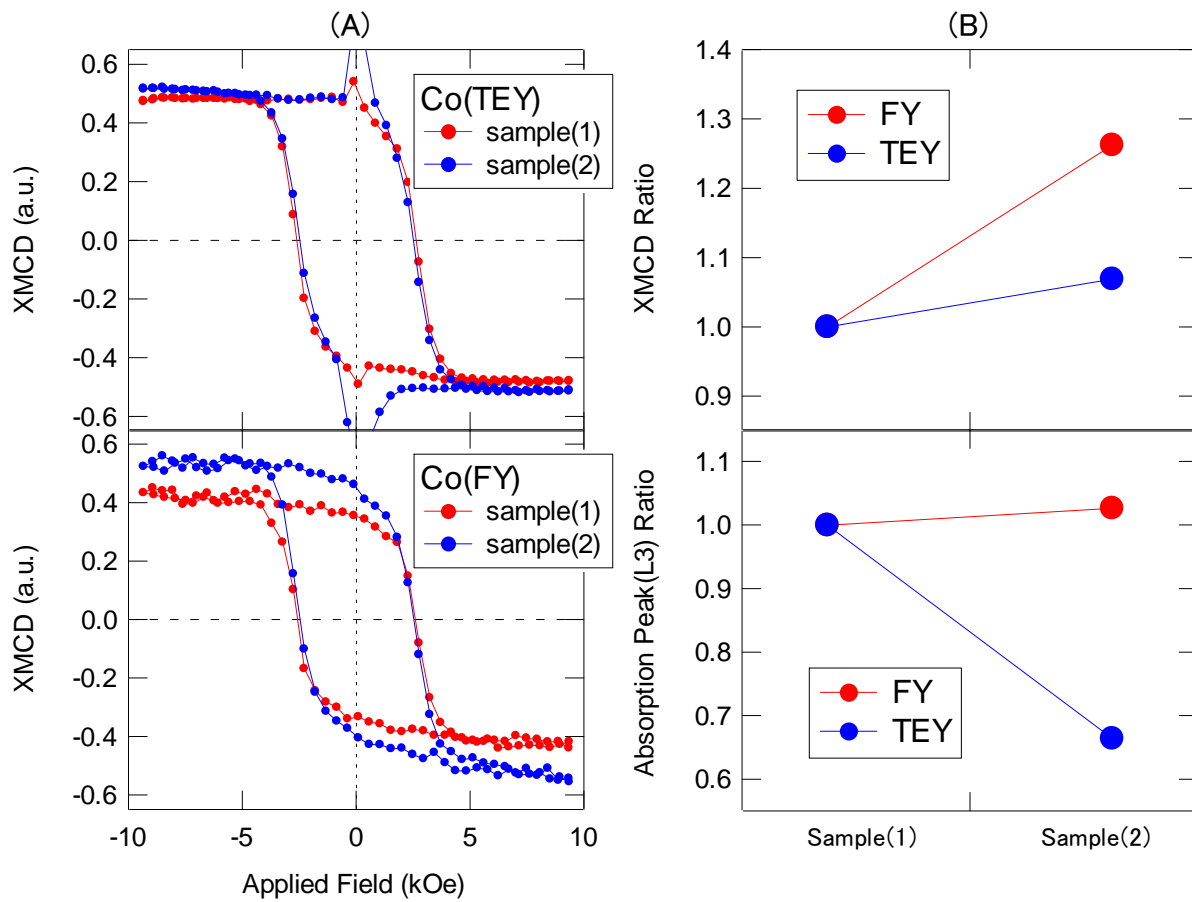


図2 CoのMHループ(A,上段:TEY法、下段:FY法)と試料(1)に対する試料(2)のL3端吸収ピーク強度比およびXMCD比(B)