

全電子収量法と蛍光収量法による絶縁体中磁性材料の XMCD 計測

平野辰巳(5097)¹⁾、多田靖彦(13611)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⁾

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

情報化社会の進展に伴い、その膨大な情報の長期保存には、コンピュータ用磁気テープが利用されている。情報量の増大と共に、磁気テープの高記録密度化が必須であり、数テラバイトの磁気テープが研究、開発されている。記録密度の高い磁気テープに用いられる磁性体の開発課題は、1) 磁性粒子の超微粒子化、2) 高飽和磁化(M_S)、3) 高保磁力化(H_C)などである。現行製品では、メタル磁性体の針状方向を、テープの長手方向に配向させた形状異方性を用いて、高飽和磁化、高保磁力化を実現している。磁性体は絶縁体で、摺動特性に優れたバインダ中に分散されている。磁気テープの表面凹凸は、摺動特性、ノイズ成分に影響を与えられている。特に後者(ノイズ成分)を調査する場合、表面深さ数 nm の磁気特性(M_S 、 H_C 、角型比)と膜全体(50~200nm)の磁気特性との差異について評価する必要があり、従来手法では評価が困難である。そこで、本課題では磁気テープの表面および膜全体の磁化特性の差異評価を目的として、Co $L_{3,2}$ 吸収端における X 線磁気円二色性(XMCD)を測定した。深さによる磁気特性の差異について議論するため、深さ数 nm における磁気特性に敏感な全電子収量法計測(TEY)と、深さ約 100nm まで検出感度のある蛍光収量法計測(FY)を組み合わせた。

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)の磁気テープであり、表面抵抗が同程度で、かつ、Co 含有量が異なる試料(1)(表面抵抗:180M Ω)、試料(2)(120M 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を測定した。また、元素選択磁気ヒステリシス(ESMH)をCo L_3 吸収端におけるXMCD強度の磁場依存性として得た。一方、チェンバー内に組み込んだ CCD カメラを用いた FY 法による計測は、その測定環境が開発中の段階にある。したがって、今回は偏光反転法に依らない簡易的な方法を採用し、左回り円偏光に対する FY スペクトル若しくは MH ループを測定後、右回り円偏光でも同様に測定し、それらの差分から XMCD スペクトル、および、ESMHを得た。FY法においては、1) ペルチェ素子冷却軟 X 線 CCD 検出器の採用、2) 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法はメタル磁性層全体、TEY法はメタル磁性層の表面数 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法で各円偏光当り0.3秒、FY法で5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。XMCD(μ_m)は、

$$\mu_m = (\mu_+ - \mu_-) / w_{L3} \quad (1)$$

により得た。ここで、 μ_+ と μ_- は、それぞれ、左回りと右回り円偏光 X 線に対する吸収スペクトル(吸収端前のバックグランド差引後)である。また、 w_{L3} は、

$$\bar{\mu} = (\mu_+ + \mu_-) / 2 \quad (2)$$

で与えられる磁性に依らない平均的な吸収スペクトル($\bar{\mu}$)におけるCo L_3 吸収端での共鳴吸収ピーク高さを表す。 w_{L3} を用いた規格化により、 μ_m は近似的にCo単位原子数あたりの磁化として扱うことが可能となる。さらに、ESMHについても、同様の規格化を行った。

3. 実験結果

図1(A)に平均吸収量($\bar{\mu}$)のFY法/TEY法の比較を示す。試料(2)は、試料(1)と比較してCo

濃度が高い。TEY 法において、 $w_{L3}/w_{L2} \approx 2$ であるのに対して、FY 法においては、 $w_{L3}/w_{L2} \leq 2$ となっている。これは、入射X線および蛍光 X 線の膜内吸収(波長依存)によるものであり、一般に、自己吸収効果と呼ばれている。

図1(B)に XMCD(μ_m) の FY 法、TEY 法間での比較を示す。(1)式により XMCD は規格化されているため、FY 法/TEY 法とも L_3 端での XMCD 最大値は同程度の値となっている。即ち、両手法とも XMCD 規格化により、近似的ではあるが、その元素当たりの磁化量(XMCD 量)の比較が可能であることがわかる。

図2(A)に ESMH ループの FY 法/TEY 法の比較を示す。ループの形状は、両計測ともほぼ同じで、計測法に差異がないことがわかった。試料(2)の保磁力は試料(1)に比べて 5%程度小さい。

図2(B)に試料(1)に対する試料(2)の L_3 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。試料(1)に対する試料(2)の元素量は FY 法で 56%、TEY 法で 78%増加しており、両者で異なっている。これは、a)メタル磁性層全体と表面領域における Co 分布の差異、b)Co 濃度の違いによる試料間における自己吸収効果の差異による説明が可能であるが、我々は自己吸収効果の見積もりから、特に後者の要因が支配的であると考えている。

一方、試料(1)に対する試料(2)の磁化量は、FY 法、TEY 法とも 26%程度減少している。これは、a)Co 元素当たりの磁化量はメタル磁性層全体と表面領域で同程度であること、b)試料(2)において磁性に寄与しない Co 元素の存在を示唆している。

FY 法と TEY 法を併用することにより、メタル磁性層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、バインダ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。

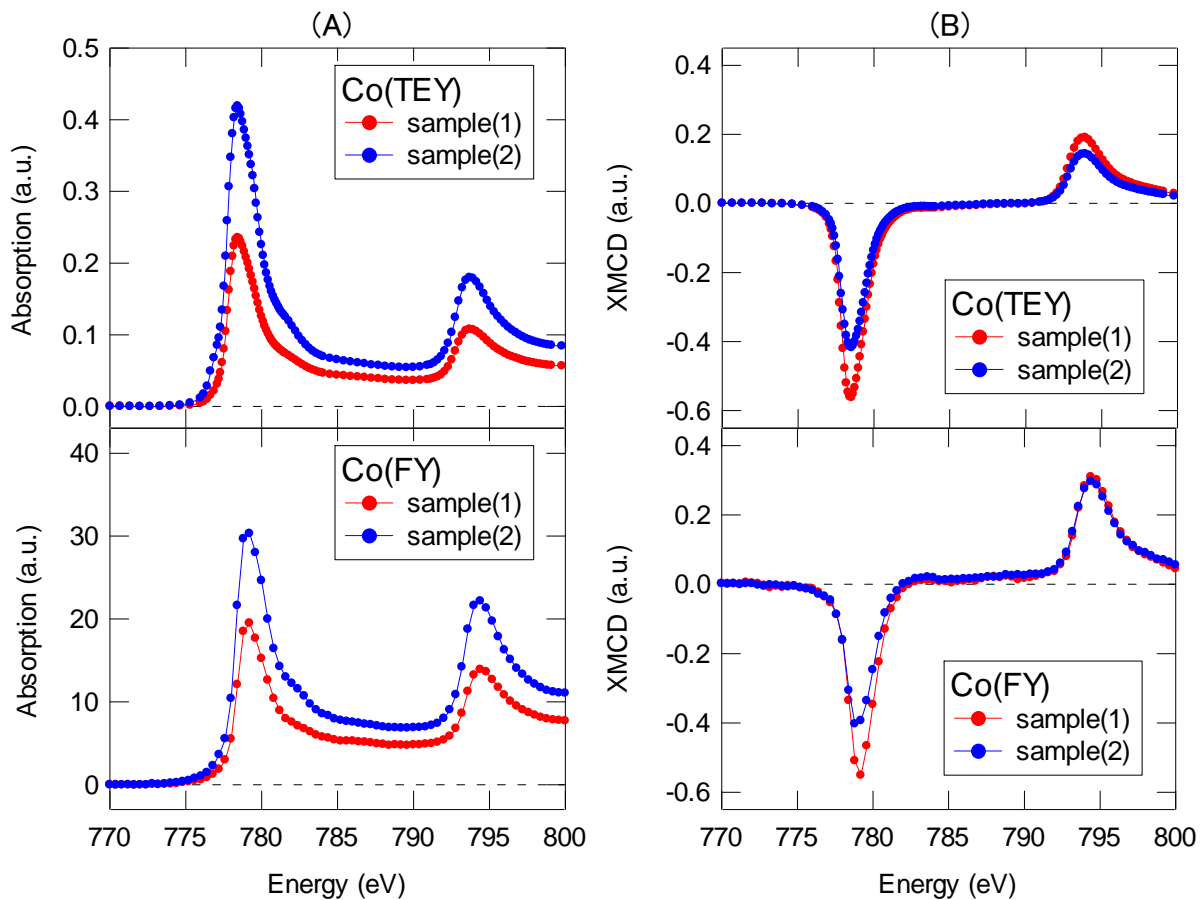


図1 Coの平均スペクトル(A)とXMCD(B)。上段はTEY法、下段はFY法。

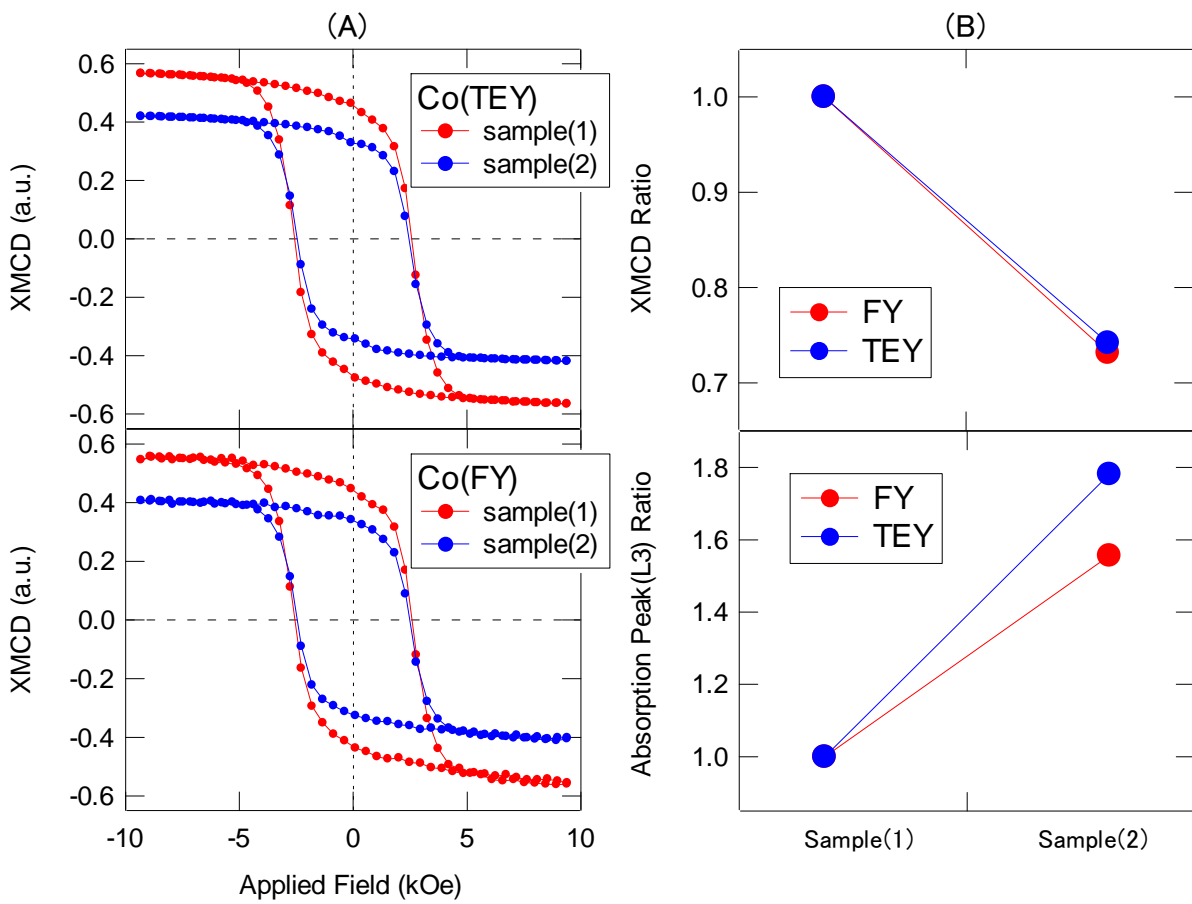


図2 CoのMHループ(A, 上段: TEY法、下段: FY法)と試料(1)に対する試料(2)のL3端吸収ピーク強度比およびXMCD比(B)