

# 軟 X 線カメラを用いた蛍光収量型深さ分解 XMCD 法の開発 Development of Fluorescence yield mode depth resolved XMCD by means of soft x-ray camera

酒巻 真粧子<sup>1,2,\*</sup>, 雨宮 健太<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>放射光科学研究施設, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

<sup>2</sup>構造物性研究センター, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

Masako Sakamaki<sup>1,2,\*</sup> and Kenta Amemiya<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Photon Factory, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

<sup>2</sup>Condensed Matter Research Center, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

## 1 はじめに

一般に磁性体の磁化は磁場によって制御されるが、電流や電界によっても制御できる場合がある。特に電界を用いた技術は、低消費電力型の素子開発への応用から注目を集めている。筆者らは強誘電体を用いた強磁性体の制御に着目し、特に界面状態を調べることで、電界印加による磁気特性変化の機構を理解することを目的としている。典型的な強誘電体である BaTiO<sub>3</sub>(BTO)と強磁性体 Fe の接合を用いて、BTO の分極反転に伴う Fe の磁性変化の X 線磁気円二色性(XMCD)による観察を行った結果、界面に存在する数原子層程度の Fe 酸化物層が Fe の電界効果に大きく影響していることがわかってきた[1]。そこで本研究では、Fe の電界効果に対する界面状態の役割を明らかにする目的で、電界中における界面状態の観察を可能とする蛍光収量型深さ分解 XMCD 測定システムの開発を行った。電界中で蛍光 X 線を検出するために、従来の深さ分解法[2]を応用し、高感度かつ高位置分解能を有する軟 X 線 CCD カメラを真空チャンバー内に組み込むことで、ごく浅い出射角からのシグナルを効率的に取り込めるセットアップの構築を目指した。この検出システムを用い、状態の異なる界面酸化物を有する試料における Fe の界面状態の観察を行った。

## 2 実験

BTO(001) 基板上に wedge 状(0-3 nm)の酸化物を反応性蒸着によって作製し、その上に Fe 薄膜(2 nm)および Au キヤップ層を順次蒸着した。ここでは界面酸化物として NiO を持つ試料を用いた。サブ nm オーダーの深さ分解能を持つ蛍光 X 線検出システムの実現を目指し、約 13 μm 四方のピクセルを有する軟 X 線 CCD

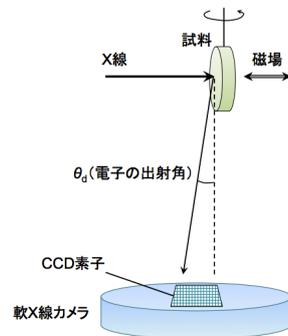


図 1 : 蛍光 X 線検出器システムの模式図。

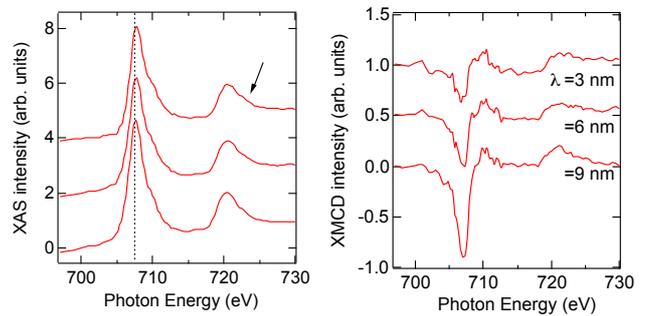


図 2 : Fe/NiO(0.75 nm)/BTO の Fe L 端 XAS (左) 及び XMCD (右) スペクトルの λ 依存性。

カメラを試料の約 20 mm 下に配置し、出射角約 30° の範囲においてシグナルを約 0.3°刻みで取り込めるような装置を作製した(図 1)。さらに永久磁石を試料周りに配置することで、磁場中測定が可能なセットアップに改良し、Fe および Ni L 端 XMCD スペクトル測定を行った。XMCD 測定は BL-7A および 16A にて行った。

## 3 結果および考察

図 2 に Fe/NiO(0.75 nm)/BTO の Fe L 端 X 線吸収(XAS)及び XMCD スペクトルの検出深度(λ)依存性を示す。小さいλのものほど表面付近からのシグナルをより多く含む。XAS は金属 Fe と酸化物成分を含む形状を示し、λが小さくなるほど L<sub>3</sub> 端のピークは高エネルギー側にシフトし、また矢印で示すような酸化物由来成分が多く見られた。また XMCD 強度に関しては、λが小さくなるほど弱くなることから、表面付近で酸化されることによって、Fe の磁化が弱くなったと考えられ

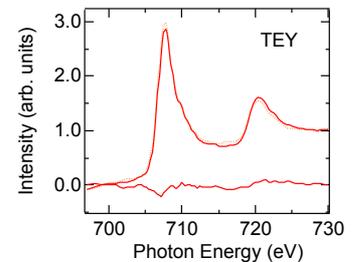


図 3 : TEY で測定した Fe L 端 XAS 及び XMCD スペクトル。

る。全電子収量(TEY)法で測定した XMCD スペクトル (図 3) と比較すると、 $\lambda=3$  nm のそれとよく似た形状を示し、強度も同程度であった。TEY 法の典型的な  $\lambda$  は約 3 nm であることから、本手法と整合的な結果が得られた。

続いて図 4 に Ni L 端 XAS 及び XMCD スペクトルを示す。XAS を比較すると、 $\lambda$  が小さくなるほど金属 Ni の特徴に似た形状を示し、Fe とは逆に  $\lambda$  が大きくなるほど  $L_3$ 、 $L_2$  端ともに高エネルギー側にシフトする傾向が見られた。一方 XMCD に関しては、 $\lambda$  が小さくなるほど強度が増す傾向が見られた。このことは、Fe/NiO 界面に Ni の強磁性成分が存在することを示しており、界面における酸化還元反応によって、反強磁性 NiO が強磁性 Ni に変化したと考えられる。

#### 4 まとめ

本研究では、電界中における界面状態の観察を可能とする蛍光収量型深さ分解 XMCD 測定システムの開発を行った。典型的な強誘電体である BTO と強磁性体 Fe の接合界面に NiO を挿入し、Fe と Ni の深さ分解 XMCD 測定を行ったところ、表面付近で Fe の磁化が減少し、Fe/NiO 界面では Ni の強磁性成分が存在することがわかった。本測定によって、数 nm の深さ分解能での界面観察が可能なが示された。今後は試料に数 kV/cm 程度の電界を印加した状態で深さ分解測定を行い、電界によって界面酸化物の電子状態や磁気モーメントがどのように変化しているか、詳細な観察を行う予定である。

#### 参考文献

- [1] M. Sakamaki and K. Amemiya, *e-J. Surf. Sci. Nanotech.* **13**, 139 (2015).  
 [2] K. Amemiya, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **14**, 10477 (2012).

\* masako.sakamaki@kek.jp

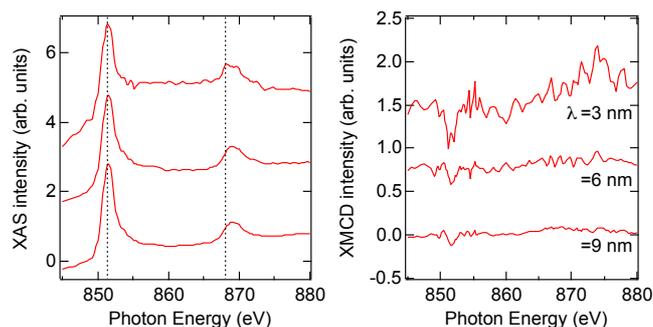


図 4 : Fe/NiO(0.75 nm)/BTO の Ni L 端 XAS (左) 及び XMCD (右) スペクトルの  $\lambda$  依存性。