

磁気構造観察用放射光光電子顕微鏡 (SR-PEEM) の開発

Development of a Synchrotron Radiation Photoelectron Emission Microscope (SR-PEEM) for Magnetic Imaging

木原隆幸・小野寛太・奥田太一*・原沢あゆみ*・尾嶋正治・横尾篤**・木下豊彦*

東京大学大学院工学系研究科、東京都文京区本郷 7-3-1 (〒113-8656)

*東京大学物性研究所、千葉県柏市柏の葉 5-1-5 (〒277-8581)

**NTT 物性科学基礎研究所、神奈川県厚木市森の里若宮 3-1 (〒243-0198)

T. Kihara, K. Ono, T. Okuda*, A. Harasawa*, M. Oshima, A. Yokoo**, and T. Kinoshita*

School of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113-8656

*Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, 5-1-5 Kashiwanoha, Kashiwa-shi, Chiba 277-8581

**NTT Basic Research Laboratories, 3-1 Wakamiya-Morinosato, Atsugi-shi, Kanagawa 243-0198

(2000年10月6日受理, 2001年1月24日採録)

The magnetic properties of thin films with reduced lateral dimension are significantly different from those of materials in the bulk state, and have provided a wealth of scientific interest and potential technological applications. It is therefore very important to study magnetism in microstructures or small magnetic domains, and one of the most powerful tools for investigating such magnetism is the photoelectron emission microscope with synchrotron radiation as its light source (SR-PEEM).

We report in this paper our set-up of a new SR-PEEM system, and present the preliminary results.

Key words: magnetism at small length scales, thin film, small magnetic domain, photoelectron emission microscope, synchrotron radiation

1. はじめに

磁気デバイスの微小化に伴い、磁性体微小領域の磁性を研究することが重要になってきている。例えば、磁気記録薄膜においては、記録密度の向上を目指してより小さな磁区を利用することが求められているが、そうした微小磁区の構造および磁化の安定性を研究するためにも、微小磁区を観察し且つ個々の磁区における磁気モーメントの情報(大きさ, 方向)を得ることが必要である。また、磁性体の微小化・薄膜化に伴って現れる磁気異方性も興味を引くところであり、中でもごく薄い Fe や Co 層を含む積層膜系 (Fe/Pt, Co/Pt) において垂直磁気異方性が実現することは高密度磁気記録薄膜への応用という観点からも非常に興味深い。このような磁気異方性の発現機構を解明・制御するためには、磁気異方性を担う軌道磁気モーメントの挙動を探ることが必要である。これに関しては、XMCD (X-ray magnetic circular dichroism) を利用した研究が有効であり、実際に多くの研究が行われてきた¹⁻³⁾。しかし、これらの方法では試料の磁化を飽和さ

せた状態でマクロスコピックに磁気モーメント(スピン及び軌道)を観測しており、微小磁区そのままの状態の磁気モーメントを観測することは出来ない。そこで、顕微鏡的手法により個々の磁区における局所的なスピンおよび軌道磁気モーメントを観測することが必要となる。

この有力な研究手法として、SR-PEEM が注目されている。SR-PEEM は次節に示す特徴をもつことから、表面磁性を研究する上で非常に有力な手法である。そこで我々は、KEK-PF (高エネルギー加速器研究機構放射光研究施設) において本装置の作製・評価を行ったので、それを報告する。

2. SR-PEEM の特徴

SR-PEEM の特徴を以下に記す。まず、SR-PEEM によって微小磁区構造観察が可能になる。ここで微小磁区構造観察によく用いられる MFM (磁気力顕微鏡) との比較を行うと、MFM では磁性体表面の漏れ磁界を感知するのに対し、SR-PEEM では磁気二色性を利用して、磁気モーメントの方向に応じた磁気コントラストを得ることにより試料の磁区を直接観察することが出来る⁴⁾。その空間分解能は MFM に匹敵し、原理的には約 20 nm を達成することが可能である。また MFM では軟磁性材料に対してはその磁区構造を変化させてしまう可能性があるのに対し、SR-PEEM ではその心配がない。更に、SR-PEEM を用いた磁区観察においては、①表面敏感である、②元素選択的観察が可能である、③リアルタイム観察が可能である、という利点が挙げられる。①の性質は観測する光電子の脱出深さに因るものであり、主に試料表面の数 Å ~ 数十 Å の情報が得られる。従って、このスケールの厚さを持つ磁性層からなる積層構造においては、②の元素選択的観察を行うことにより表面層とその下地層の間の磁気的相互作用(交換結合)をミクロスコピックに観察することが出来る⁵⁾。また、③のリアルタイム観察については、光源の光強度が強く試料から放出される光電子強度が十

分強い場合に限り可能である。

SR-PEEM のもう一つの大きな特徴は、磁区構造を観測するだけでなく、個々の磁区における磁気モーメントを定量的に評価することが出来る点である。これについては後述するが、本手法では顕微鏡的に微小領域の XMCD スペクトルをとることにより、微小領域におけるスピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントを分離して求めることが可能である。

3. SR-PEEM の原理

我々が用いる PEEM (光電子顕微鏡: Staib 社製 PEEM350) の概略を Fig. 1 に示す。光電子顕微鏡の対物レンズと試料の間には最大 15 kV の電圧をかけ、試料から放出される光電子 (二次電子) を顕微鏡内部に加速する。そうして取り込んだ光電子束を静電レンズで拡大し、その像を MCP で増幅して蛍光スクリーンに映し出す。スクリーンに映った光電子像は CCD カメラで撮影し記録する。光源として通常の水銀ランプを用いた場合は、試料表面の仕事関数に依存してコントラストが得られる。これに対して、光源として放射光を用いた場合、放射光のエネルギー可変性を利用することにより、特定元素の内殻吸収を促すことで元素選択的なコントラストを得ることが出来る。これは光吸収確率が試料からの放出二次電子強度に比例することによる。また、放射光の円偏光および直線偏光を用いて偏光依存性 (磁気二色性) を測定することにより、磁区の観察が可能となる。Fig. 2 にはその例として、Ni 試料における XMCD イメージング (円偏光を用いた磁気イメージング) を示した。図の(a)のように、円偏光をなるべく試料の磁化方向に平行 (反平行) に入射した場合、円偏光が右円偏光であるか左円偏光であるかによって、さらに試料の磁化の向きがそれに対して平行あるいは反平行かの違いによって光吸収度に差が現れ、図(b) のような吸収特性を示す。ここで大きな差が現れるエネルギー (L2, L3 吸収端) において光吸収度をイメージングすると、例えば右円偏光を用いた場合は図(c) のような磁気イメージを得ることが出来る。光電子顕微鏡においては、光吸収度に比例する放出光電子 (二次電子) 強度を観測することによって磁気イメージを得ることになる。

更に、PEEM では CCD カメラに写る光電子像の各ピクセルについての光電子強度を測定できるので、放射光円偏光を用いて各ピクセルごとの XMCD スペクトルを得ることが出来る。XMCD スペクトルは左右円偏光の光吸収度の差スペクトル ($\mu_+ - \mu_-$) であり、このスペクトルからスピン総和則および軌道総和則^{6,7)}によってスピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントを別々に求める事が出来る。従って、SR-PEEM を用いれば微小領域のスピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントを測定することが可能となる。このことは他の手法では行えないものであり、

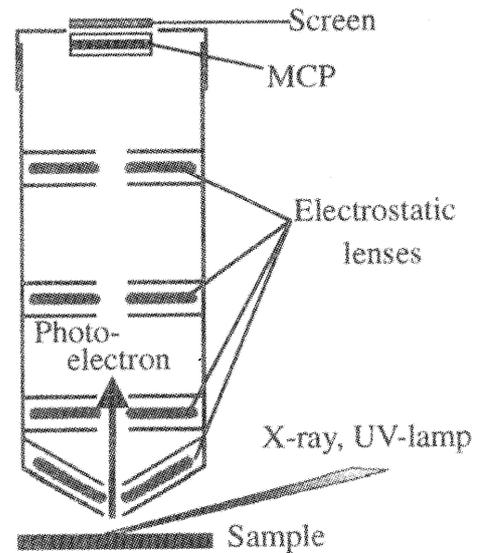


Fig. 1 Schematic view of a PEEM.

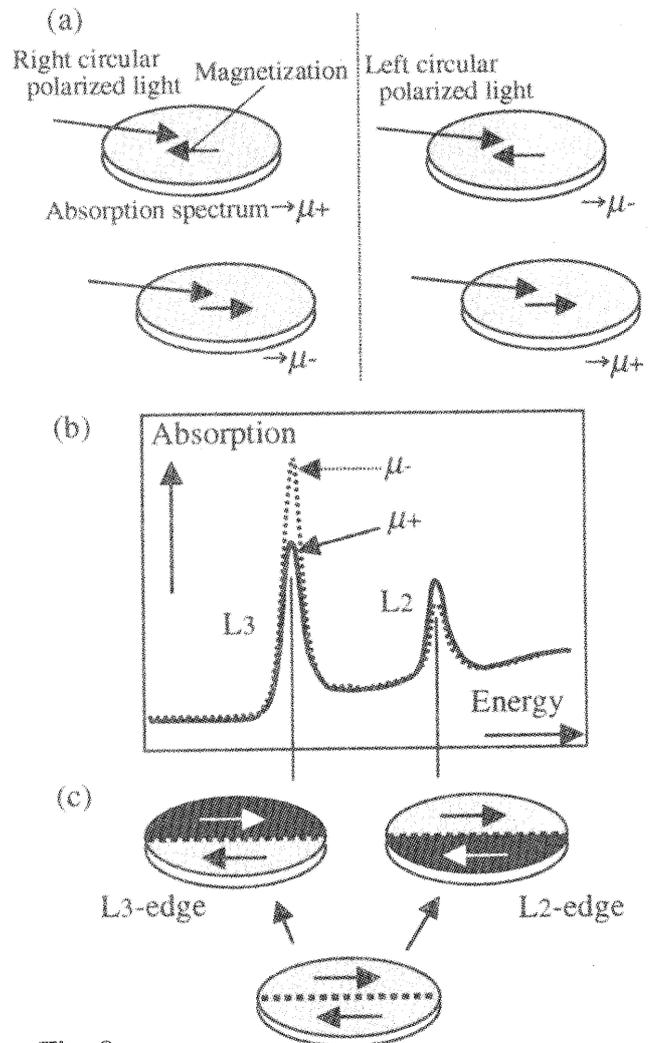


Fig. 2
(a) Configuration of XMCD imaging (Ni film).
(b) Absorption spectrum for Ni L-edge.
(c) Magnetic contrast obtained at each energy.
(right circular polarized light)

SR-PEEM の大きな特長といえる。

4. SR-PEEM システム

Fig. 3 に SR-PEEM システムの全体図を示す。本システム的设计・製作に当たり、次の事を重視した。

まず、軟 X 線を用いること、および清浄表面の分析を行うことの 2 つを満足するため、分析系の超高真空を実現することを目指した。そのために分析室には排気速度 140 L/s のイオンポンプを外径 152 mm の大口径の配管で繋いだ。これにより 1×10^{-10} Torr 以下の超高真空での観測を実現した。

次に、高い空間分解能を達成することを目指した。我々が用いる PEEM では電子レンズの収差による限界空間分解能は数十 nm 以下であるが、このオーダーの空間分解能を達成するためには試料および装置周辺の振動を抑える必要がある。ここで振動の原因として挙げられるのは排気ポンプが発生する振動と実験ホール床の振動であるが、本システムでは分析中に使用する排気ポンプを振動を生じないイオンポンプのみとし、さらに装置全体を一つの大型空気ばね式防振台（ヘルツ工業株式会社製）に搭載することによりこれらに対処した。またこれとは別に、空間分解能の低下に寄与するものとして磁場の影響を考慮する必要がある。試料表面から放出される光電子（二次電子）は非常に低速であるため試料表面の磁界の影響を受け易く、これが像の歪みの原因になる。そこで本システムでは試料周辺の磁場を最少にするように努めた。例えば磁場の発生源として一番強力なのがイオンポンプの磁石であり、これは試料位置から約 1 m 離すことによりその影響を小さくした。そしてこれらの結果、次節に示すように、200 nm 以下の空間分解能を達成することを確認している。

更に本システムでは、KEK-PF の放射光に対し、円偏光を用いた XMCD 配置はもとより、直線偏光を用いた場合に XMLD (X-ray magnetic linear dichroism) および T-MOKE (Transverse magneto-optic Kerr effect) の磁気二色性の配置 (Fig. 4) を両方実現できるように設計した。KEK-PF のビームラインで得られる直線偏光の振動面は水平面内のみであるため、通常は XMLD 配置に対応させると T-MOKE 配置 (軟 X 線領域) を実現することが出来ない。これに対して本システムでは、マニピレータと PEEM を含む分析系全体を放射光軸を軸にして 90 度回転することにより、両配置を実現可能にした。これらの偏光依存実験が可能であることは、磁区構造の研究のみならず、種々の試料の電子状態測定にも威力を発揮する。なお、Fig. 2 および 4 に示す各々の配置は次のような特徴をもつ。

前節で説明した円偏光を用いた XMCD 配置 (Fig. 2) では、円偏光の進行方向に平行な磁化 $\langle M \rangle$ に比例した磁気コントラストが得られ、強磁性体を観測することが出来るのに対し、直線偏光を用いた XMLD 配置 (Fig. 4(a)) で

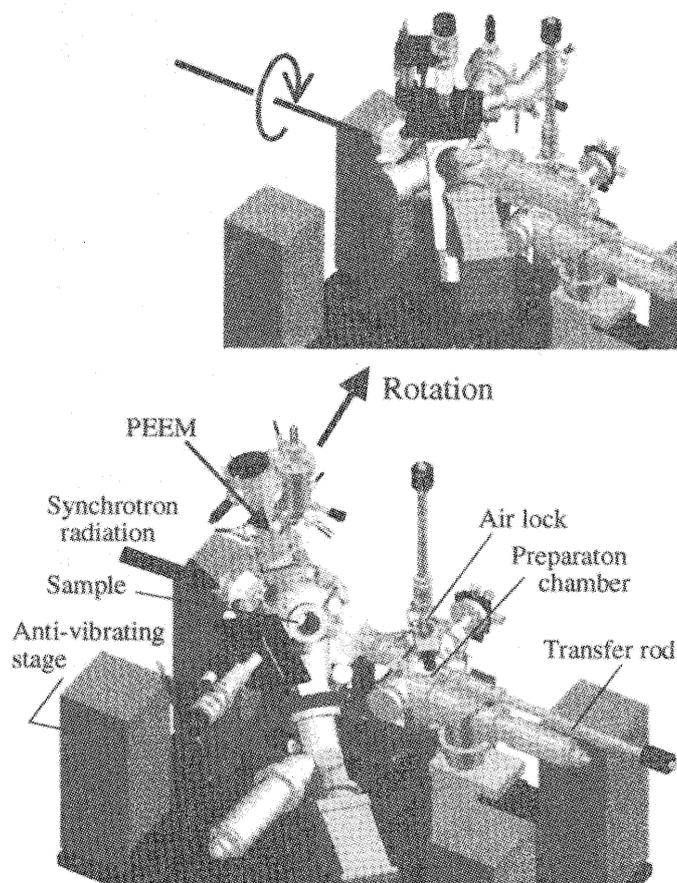


Fig. 3 Schematic view of the SR-PEEM system. The upper picture corresponds to the T-MOKE configuration.

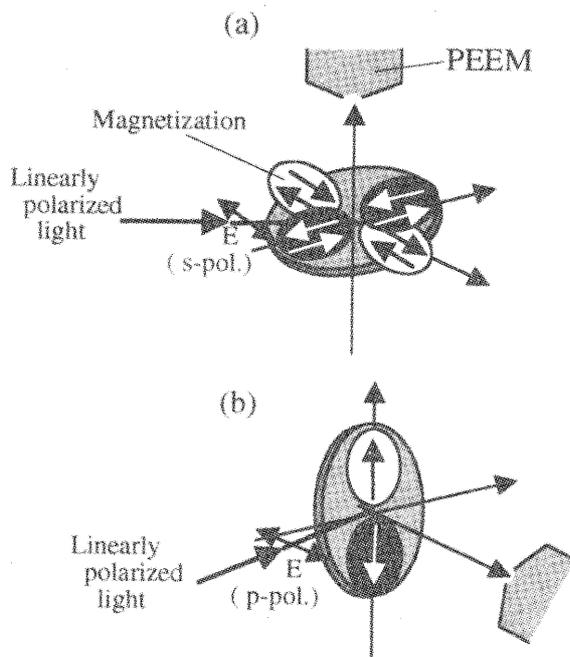


Fig. 4 Configurations for linearly magnetic dichroisms. (a) XMLD. (b) T-MOKE.

はシグナルは $\langle M \rangle$ に比例し^{8),9)}, 図のように光進行方向平行方向と垂直方向の磁化を分離して観測できる. この手法では反強磁性体の磁化配向を観測できるという利点があり, 本手法によって NiO や LaFeO₃ の研究^{5),10)}が行われている. そして, 軟 X 線領域における T-MOKE の配置(Fig. 4(b))では, シグナルは光入射角度に依存し, 図のように光進行方向に垂直方向の磁化を分離することが出来る¹¹⁾. 本手法では, 強磁性体の観測が可能であるほか, 単結晶薄膜における磁気二色性の光偏光面依存性を研究することも可能となる.

我々はまず, 円偏光を用いた XMCD による微小磁性体の磁気イメージングを予定している.

5. 空間分解能評価

Fig. 5 に本光電子顕微鏡で撮影した光電子像を示す. 試料は電子線リソグラフィとそれに続くリフトオフ法により作製した Si 基板上的 Ni 細線である. Fig. 5 の像は, 光源として高圧水銀ランプ (~数 eV) を用いているため, 観測しているのは試料表面の仕事関数の差であり, 表面が酸化された Si 基板より仕事関数が小さい Ni (~5.2eV) から多くの光電子が放出されていることを示す. 撮像時間は CCD カメラの 1 フレーム (33 msec) である. ここで図中 A のラインプロファイルから見積もった像の空間分解能 (エッジの立ち上がりの 16-84% 区間の距離) は約 200 nm であった. この空間分解能については現在試料表面の電界が不均一であることが影響していることが考えられ

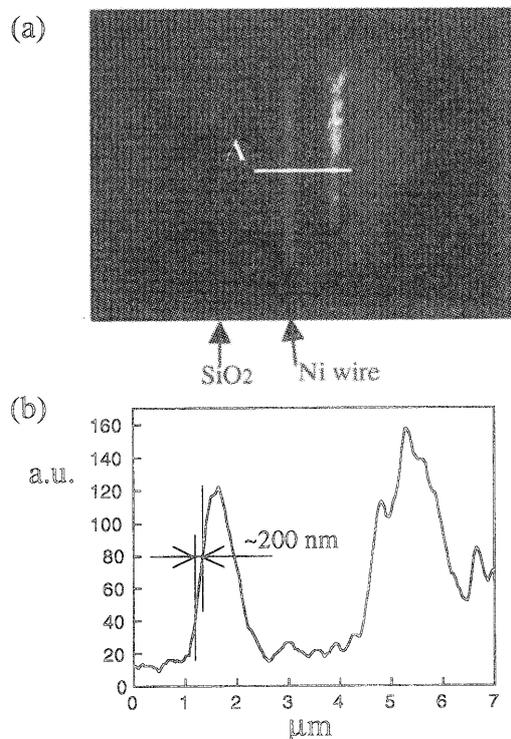


Fig. 5 (a) Photoelectron image of a Ni submicron wire. (b) Line profile of A shown in (a).

る. そこで, 今後は試料表面の電界均一性を向上したなるべく大きく平坦な試料を用い, また撮像のため込みを行うことにより空間分解能を向上させることを目指している.

6. まとめ

我々は微小領域表面磁性を研究する上で非常に有力な手段である SR-PEEM 装置を設計・製作した. 本装置は現時点で 200 nm の空間分解能を達成することを確認したが, これに関しては今後さらに装置の調整を行い向上させたい. そして近々, 実際に放射光円偏光を用いて磁性ドットアレイの磁気イメージングを行うことを予定している.

謝 辞

本研究において光電子顕微鏡装置のセットアップおよび調整に大変お力添えいただいた Staib 社 Senftinger 博士と伯東株式会社 金子氏に深く感謝致します.

文 献

- 1) G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, R. Zeller, R. Frahm and G. Materlik : *Phys. Rev. Lett.*, **58**, 737 (1987).
- 2) C. T. Chen, F. Sette, Y. Ma and S. Modesti : *Phys. Rev. B*, **42**, 7262 (1990).
- 3) N. Nakajima, T. Koide, T. Shidara, H. Miyauchi, H. Fukutani, A. Fujimori, K. Iio, T. Katayama, M. Nyvlt and Y. Suzuki : *Phys. Rev. Lett.*, **23**, 5229 (1998).
- 4) J. Stöhr, Y. Wu, B. D. Hermsmeier, M. G. Samant, G. R. Harp, S. Koranda, D. Dunham and B. P. Tonner : *Science*, **259**, 658 (1993).
- 5) F. Nolting, A. Scholl, J. Stöhr, J. W. Seo, J. Fompeyrine, H. Siegart, J.-P. Locquet, S. Anders, J. Lüning, E. E. Fullerton, M. F. Toney, M. R. Scheinfein and H. A. Padmore : *Nature*, **405**, 767 (2000).
- 6) B. T. Thole, P. Carra, F. Sette and G. van der Laan : *Phys. Rev. Lett.*, **68**, 1943 (1992).
- 7) P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli and X. Wang : *Phys. Rev. Lett.*, **70**, 694 (1993).
- 8) B. T. Thole, G. van der Laan and G. A. Sawatzky : *Phys. Rev. Lett.*, **55**, 2086 (1985).
- 9) D. Alders, L. H. Tjeng, F. C. Voogt, T. Himba, G. A. Sawatzky, C. T. Chen, J. Vogel, M. Sacchi and S. Iacobucci : *Phys. Rev. B*, **57**, 11623 (1998).
- 10) J. Stöhr, A. School, T. J. Regan, S. Anders, J. Lüning, M. R. Scheinfein, H. A. Padmore and R. L. White : *Phys. Rev. Lett.*, **83**, 1862 (1999).
- 11) F. U. Hillebrecht, T. Kinoshita, D. Spanke, J. Dresselhaus, Ch. Roth, H. B. Rose and E. Kisker : *Phys. Rev. Lett.*, **75**, 2224 (1995).