

SPring-8ワークショップ

「先端磁性材料」

2009年03月17日 @アジュール竹芝

SPring-8における磁性材料研究

JASRI/SPring-8 利用研究促進部門

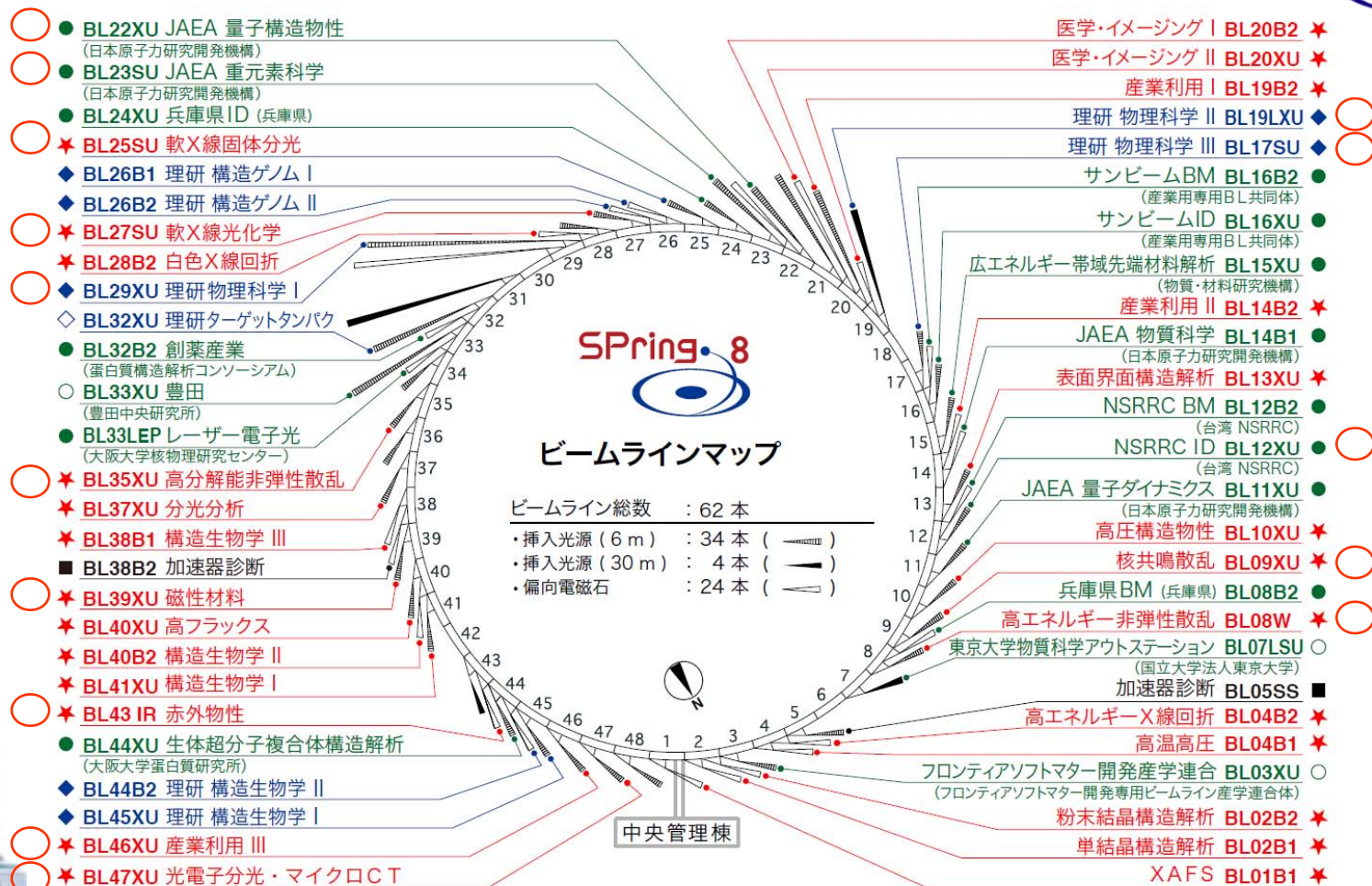
中村 哲也

1) SPring-8における磁性研究手法

2) X線磁気円二色性(XMCD)

(原理, 特徴, 取得情報, 研究例)

ビームラインマップ



区 分	ビームライン				合 計
	共 用	専 用	理 研	加速器診断	
稼働中	26	14	7	2	49
計画・調整 建設中	0	3	1	0	4
合 計	26	17	8	2	53

放射光、SPring-8の特徴



- 極めて明るい ● 細く絞られ、拡がりにくい ● 赤外線からX線までの広い波長範囲
- 自然に偏光している ● 短いパルス光の繰り返しである
- 放射光施設のなかで最も広いエネルギー(波長)範囲(0. 01eV~300keV)
- 真空紫外線からX線までの広い波長範囲(200~0. 01nm)
- 高いエネルギー(波長)分解能($10^{-4} \sim 10^{-9}$)
- 世界最高輝度(10^{21} (光子/秒 $\cdot$ mm 2 $\cdot$ mrad 2 $\cdot$ 0.1%b.w.))
- 偏光特性(直線偏光、円偏光、高速切り替え)
- パルス特性(パルス幅40ピコ秒、可変繰り返し)
- 空間的可干渉性(コヒーレンス)
- 高い電子ビーム安定性(水平面内 $\pm 4\mu\text{m}$ 、垂直面内 $\pm 3\mu\text{m}$)



SPring-8 WEB事例集



対象試料で検索する磁性材料研究例

http://www.spring8.or.jp/ja/users/new_user/database/solution_search/solution_search_by_samples/tab_search [Live Search]

ファイル(F) 編集(E) 表示(V) お気に入り(A) ツール(T) ヘルプ(H)

対象試料で検索する - SPring-8 Web Site

ホーム(M) フィード(J) 印刷(R)

SPring-8

大型放射光施設 (SPring-8) English お問い合わせ

ホーム ご利用の皆様へ サポート情報 施設概要・案内 ハイライト お知らせ キッズ

現在の場所: ホーム » ご利用の皆様へ » 初めてご利用をお考えの方へ » 利用事例データベースのご紹介 » 利用事例の検索 » 対象試料で検索する

試ナビゲーション

測定手法で検索する

対象試料で検索する

対象試料 得られる情報 測定手法 測定条件 エネルギー領域 ビームライン

フリーキーワード

検索 クリア

検索したいキーワードをチェックしてください。
同じタブ内のキーワードはOR検索、別のタブで指定したキーワードとはAND検索になります。

☐ 無機材料

☐ 金属・合金 ☐ 半導体 ☐ 超伝導体

☒ 磁性体 ☐ 誘電体・強誘電体 ☐ 絶縁体・セラミックス

☐ 結晶性固体 ☐ 非晶質・ガラス ☐ 液体・融体

☐ 鉱物・岩石 ☐ 準結晶 ☐ 薄膜(無機)

☐ 人工多層膜 ☐ ナノ材料ナノ構造

☐ 有機材料

☐ 低分子有機材料 ☐ 高分子有機材料 ☐ 結晶

☐ 溶液 ☐ 液晶 ☐ 脂質

☐ 膜

☐ 原子・分子・ラジカル

☐ 原子 ☐ イオン ☐ ラジカル

☐ 分子(中性) ☐ 分子(電離) ☐ 原子核

☐ 素粒子

☐ 生物・医学

☐ 生体(in vivo) ☐ 生体(in vitro) ☐ 生体組織・細胞系等

検索結果

51 個のアイテムが検索条件に該当しました

- [単結晶薄膜の基板結晶とのエピタキシー性の評価](#) ビームライン BL13XU(表面界面構造解析) 最終変更日 2006-03-30 11:39
- [Ba8Mn2Ge44中のMnの価数](#) ビームライン BL19B2(産業利用) 最終変更日 2006-03-30 13:34
- [非共鳴磁気散乱](#) ビームライン BL46XU(R&D) 最終変更日 2006-03-30 18:05
- [電子軌道の強制的秩序状態の観測](#) ビームライン BL46XU(R&D) 最終変更日 2006-03-30 18:07
- [状態選択XAFS分光](#) ビームライン BL39XU(磁性材料) 最終変更日 2006-03-30 20:32
- [共鳴非弾性X線散乱による電子励起の観測](#) ビームライン BL11XU(JAEA 量子ダイナミクス) 最終変更日 2006-03-30 11:26
- [PFY-XAFS\(Partial Fluorescence Yield XAFS: 部分蛍光収量法によるXAFS\)の多様な測定手法](#) ビームライン BL15XU(WEBRAM) 最終変更日 2006-03-30 13:09
- [パルス磁場を用いた強磁場下X線回折](#) ビームライン BL22XU(JAEA 量子構造物性) 最終変更日 2006-03-31 15:34
- [Mn3ZnOの磁気相転移に伴うMn 4p電子状態の変化の観測](#) ビームライン BL39XU(磁性材料) 最終変更日 2006-03-30 20:21
- [Ce化合物の磁気円二色性](#) ビームライン BL25SU(軟X線固体分光) 最終変更日 2006-03-31 14:12

1 | 2 | 3 | 4 ... 6 | 次の 10 アイテム »

SPring-8 ならでは 初心者向け New Hot オススメ

最終変更日 2005-12-06 14:59

「測定準備に必要なおおよその時間」
「研究例のデータを取るのにかったシフト数」
「測定の難易度」
「データ解析の難易度」

SPring-8における磁性材料研究



X線～磁性電子間の直接的相互作用を利用（偏光を利用）

X線磁気円二色性実験



磁気分極

X線磁気回折実験



磁気構造

X線磁気コンプトン散乱実験



磁気分極（運動量空間）

核磁気共鳴実験



核スピン

構造・電子状態からの磁性へのアプローチ

X線回折実験



結晶構造

EXAFS実験



原子配列

(角度分解)光電子分光実験



バンド構造

非弾性散乱実験



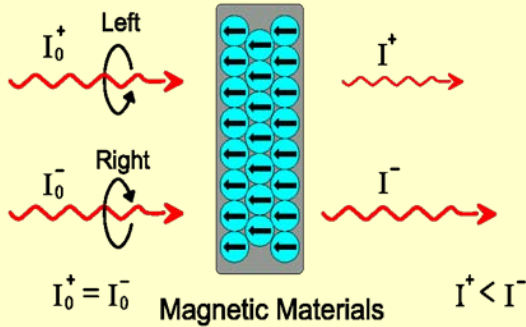
フォノン分散



X線磁気円二色性(XMCD)

X-ray Magnetic Circular Dichroism

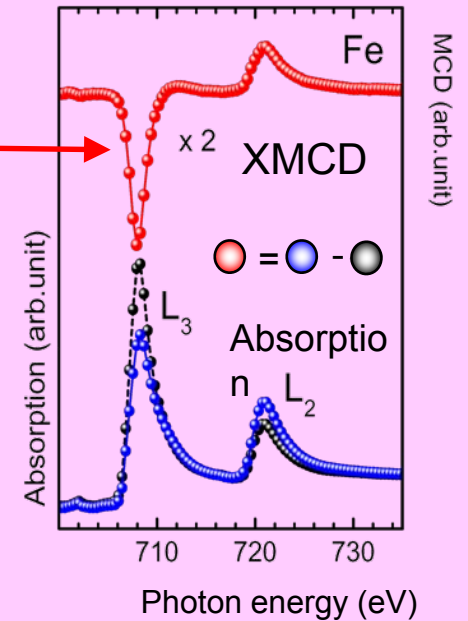
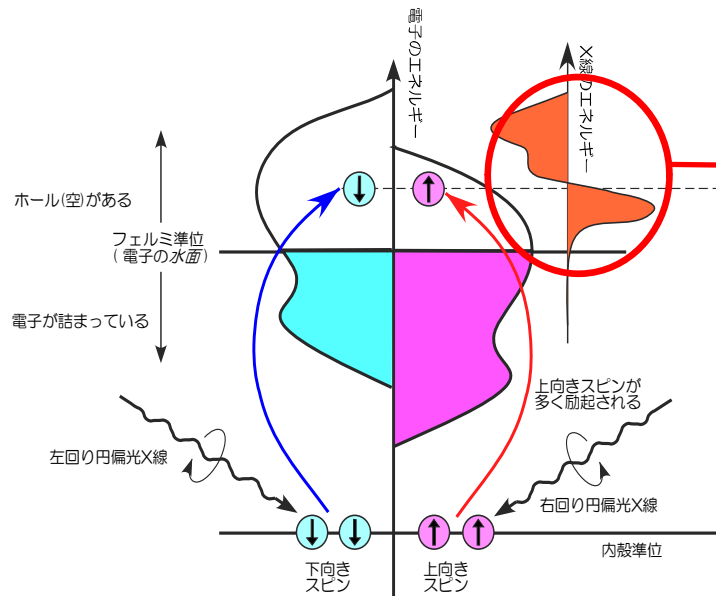
Circularly Polarized X-rays



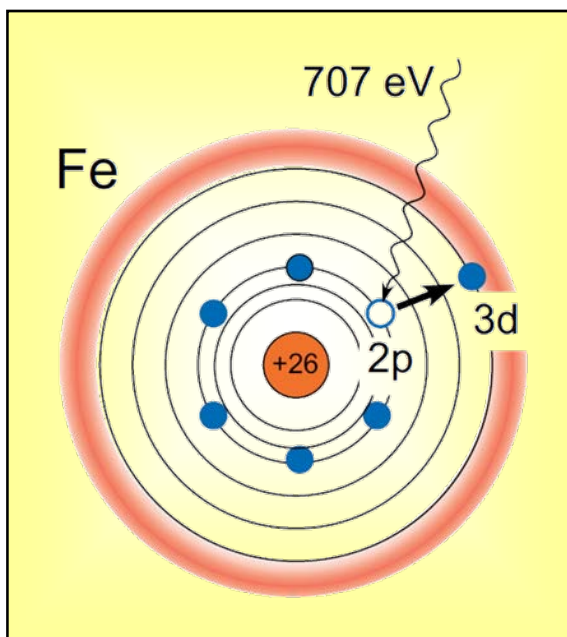
Difference of Absorption

$$\Delta\mu_{MCD}(E) = \mu^+(E) - \mu^-(E)$$

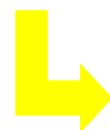
XMCD



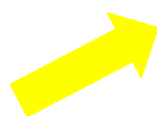
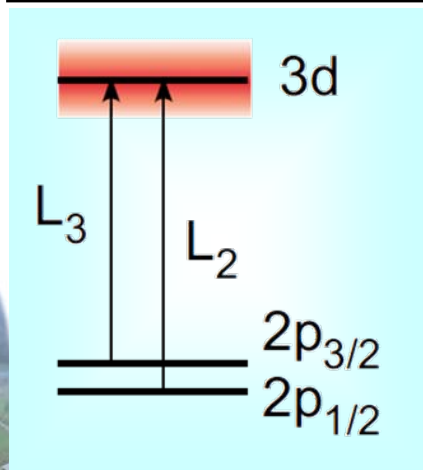
X線による共鳴内殻励起 (例: Fe L吸収端)



	L ₃ -edge	L ₂ -edge
Fe	707 eV	720 eV
Co	778 eV	793 eV
Ni	853 eV	870 eV



励起に必要なエネルギーは元素によって異なる。



遷移の終状態電子殻の情報を与える

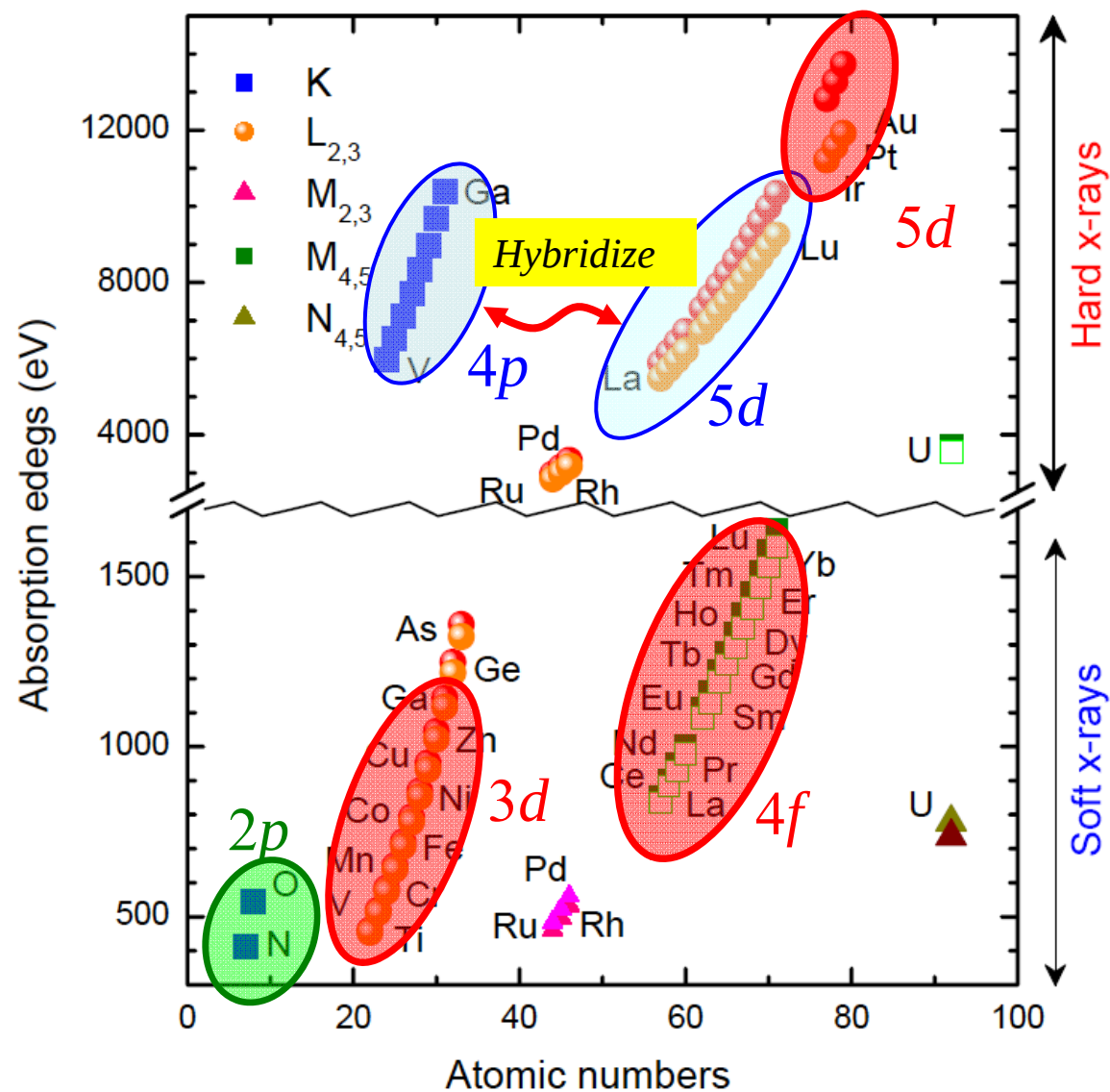
元素選択性

電子殻選択性

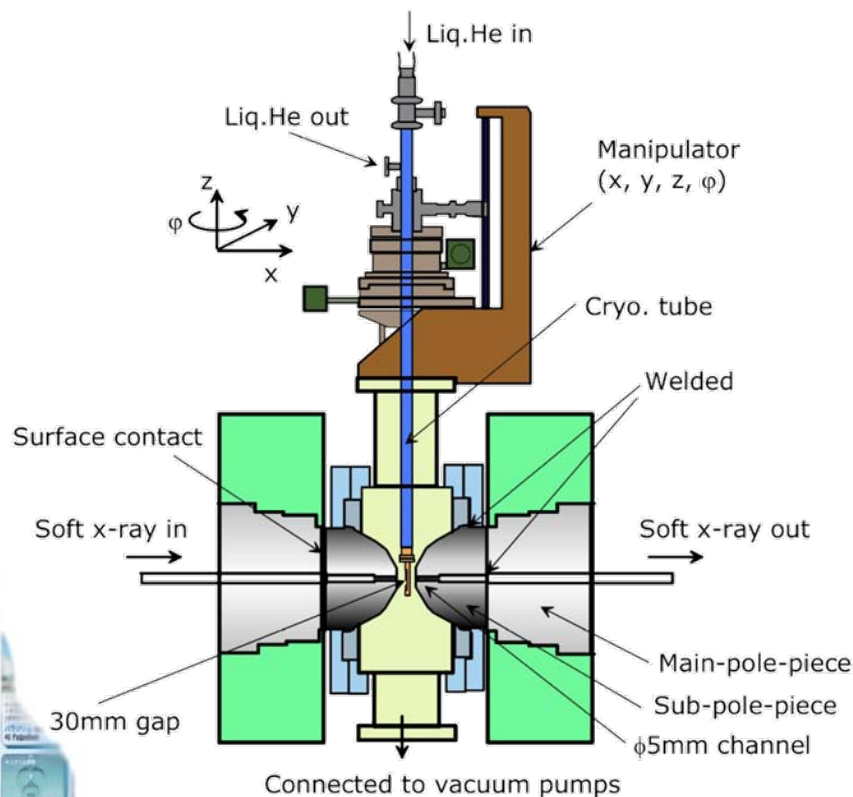
※ 3d電子は遷移金属の磁性の担い手

軟X線MCDと硬X線MCD (特徴が異なる)

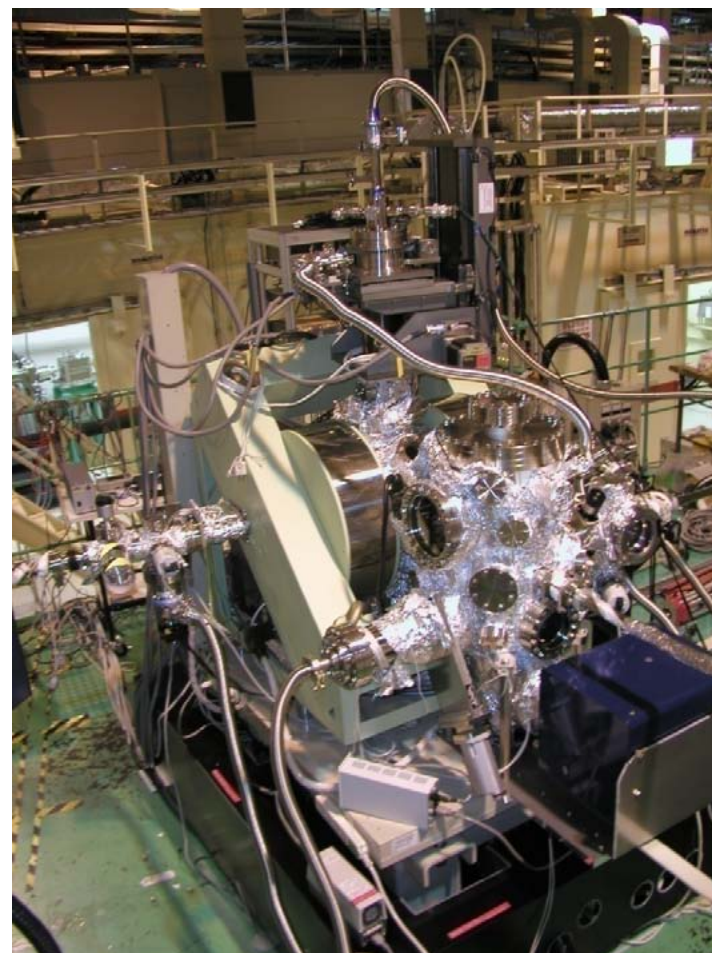
軟X線MCD	硬X線MCD
$E < 2 \text{ keV}$	$E > 5 \text{ keV}$
表面敏感	バルク敏感
超高真空	常圧雰囲気 高圧実験 ($P > 30 \text{ GPa}$)



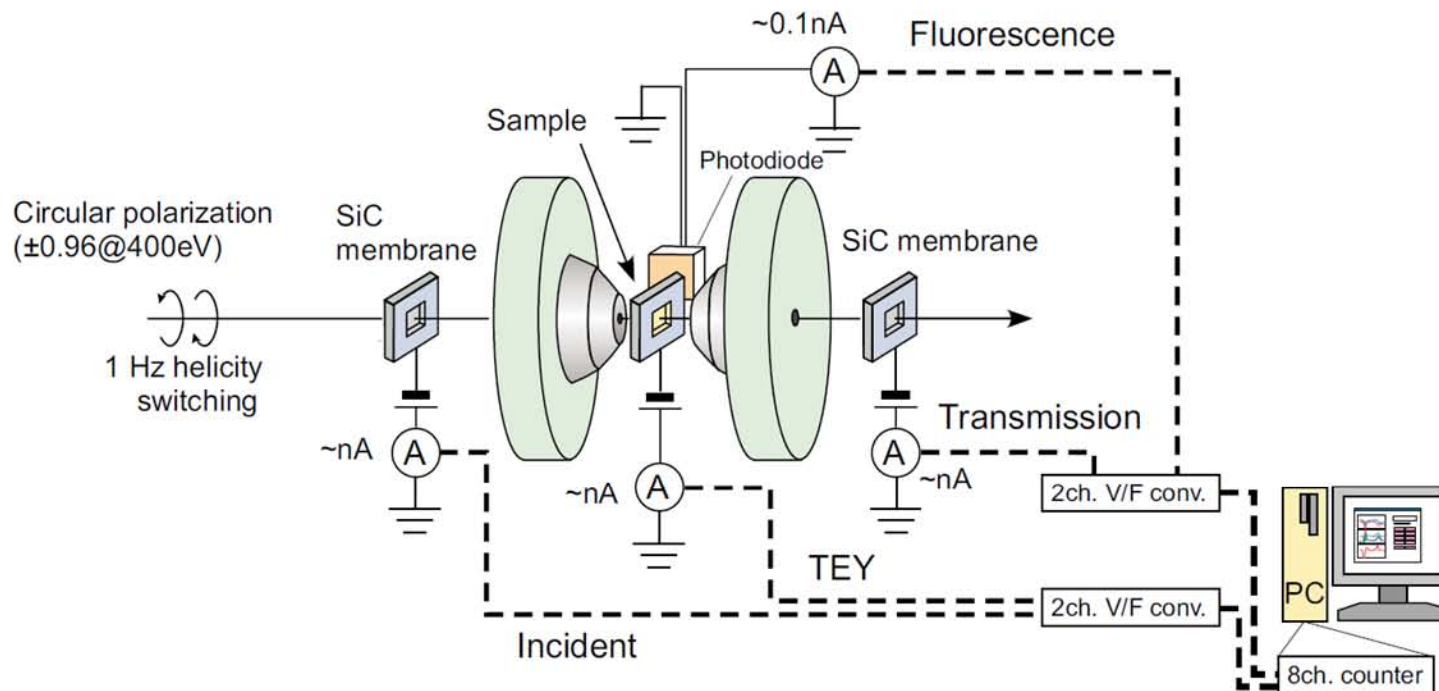
軟X線MCD測定装置



Magnetic field : $-1.9 \text{ T} - +1.9 \text{ T}$
 Beam size : $0.7\text{mm}^V \times 0.4\text{mm}^H$
 Cooling insert : $16\text{K} \sim 300 \text{ K}$
 Heating insert : $120\text{K} \sim 700 \text{ K}$



Measurement chamber ($5 \sim 20 \times 10^{-8} \text{ Pa}$)
 Preparation chamber ($3 \sim 10 \times 10^{-8} \text{ Pa}$)
 Ion sputter gun, LEED, Electron bombard, Q-mass
 Load lock chamber ($3 \sim 20 \times 10^{-6} \text{ Pa}$)



3ch.MCD同時計測システム。軟X線が透過可能な厚さ ($t < \sim 100$ nm) の導電性試料であれば全電子収量法 (TEY) と透過法によって、それぞれ、薄膜表面 (界面) の磁気情報と膜厚方向を平均化したバルク的な磁気情報が同時に得られる。この方法は、磁気ヘッド素子用の磁気多層膜の XMCD 研究に活かされている。さらに、フォトダイオードによる全蛍光収量や正バイアス印加によって光電子引き込むタイプの TEY も選択的に組み合わせて利用している。

XMCDから得る情報(磁気モーメント)

(例)

Ta 1 nm
Ru 1 nm
Co ₇₀ Fe ₃₀ 3 nm
Mn ₇₅ Ir ₂₅ 7.5 nm
Ru 4 nm
Ta 2 nm
SiN membrane 150 nm

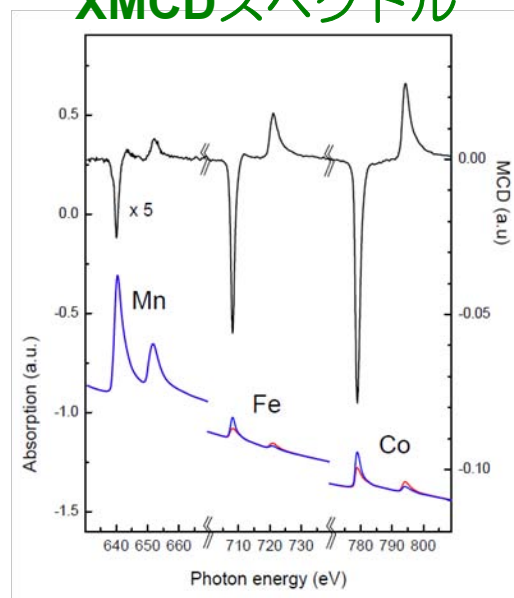
強磁性層

反強磁性層

- 3d 軌道のホール数
- 磁気双極子遷移行列要素の期待値: $\langle T_z \rangle$

XMCD実験以外の情報

XMCDスペクトル



磁気光学総和則による
磁気モーメントの導出

$$\mu_{orb} = -\frac{2}{3} n_h \left(\frac{I_{L3} + I_{L2}}{W_{L3} + W_{L2}} \right)$$

$$\mu_{spin} = -n_h \left(\frac{I_{L3} - 2I_{L2}}{W_{L3} + W_{L2}} \right) \times \left(1 + \frac{7\langle T_z \rangle}{2\langle S_z \rangle} \right)^{-1}$$

軌道磁気モーメント = ○○ μ_B

スピン磁気モーメント = ▲▲ μ_B

交換結合磁気多層膜

※(東北大学 角田准教授提供)

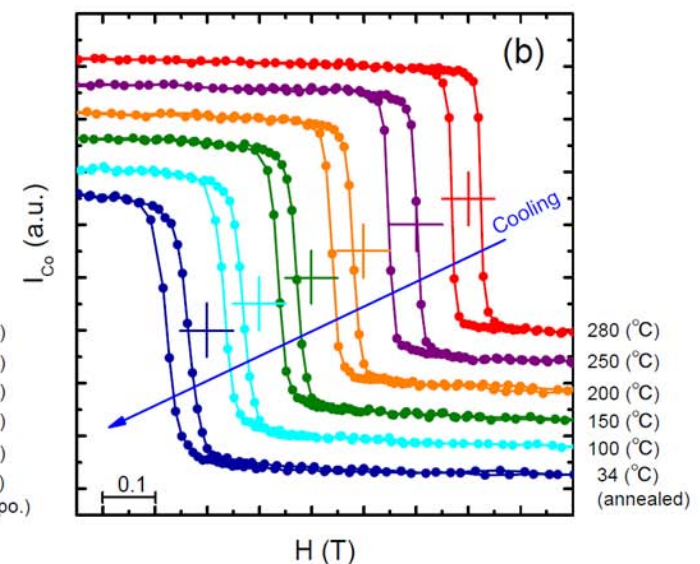
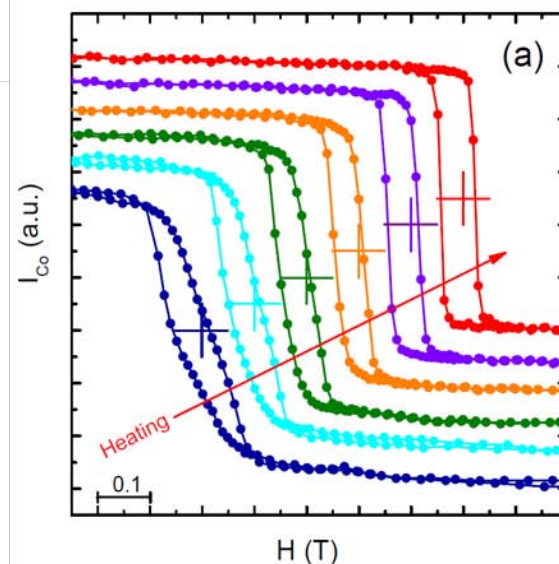
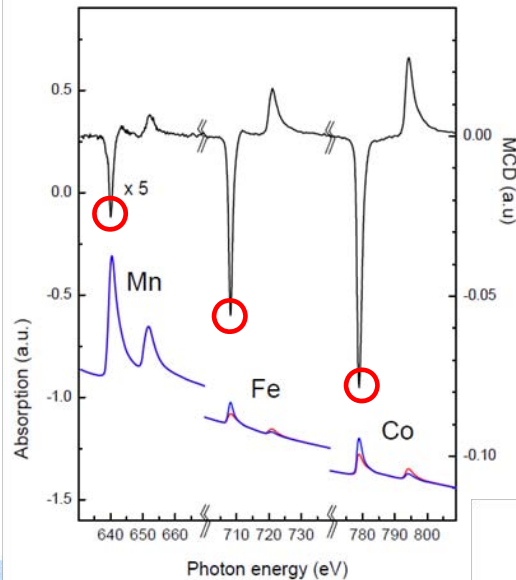
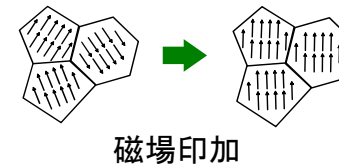
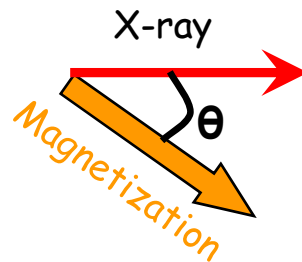


XMCDから得る情報(元素選択磁気ヒステリシス)

磁化回転に対して

$$I_{XMCD} \propto MP_c \cos \theta$$

MCD強度は磁気モーメントとX線波数ベクトルの間の角度 (θ) の余弦に比例

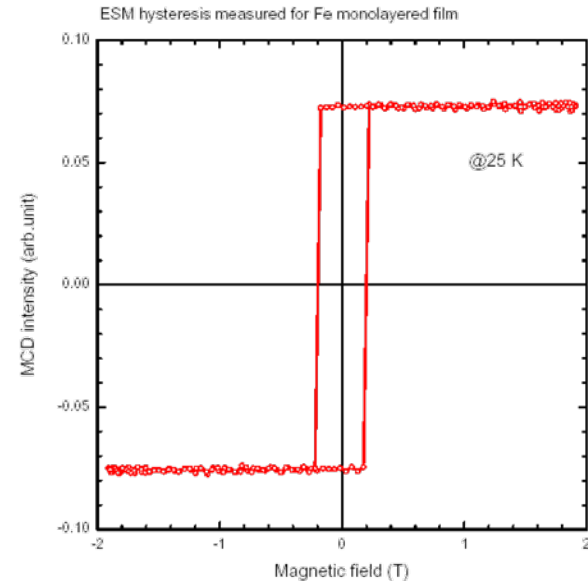
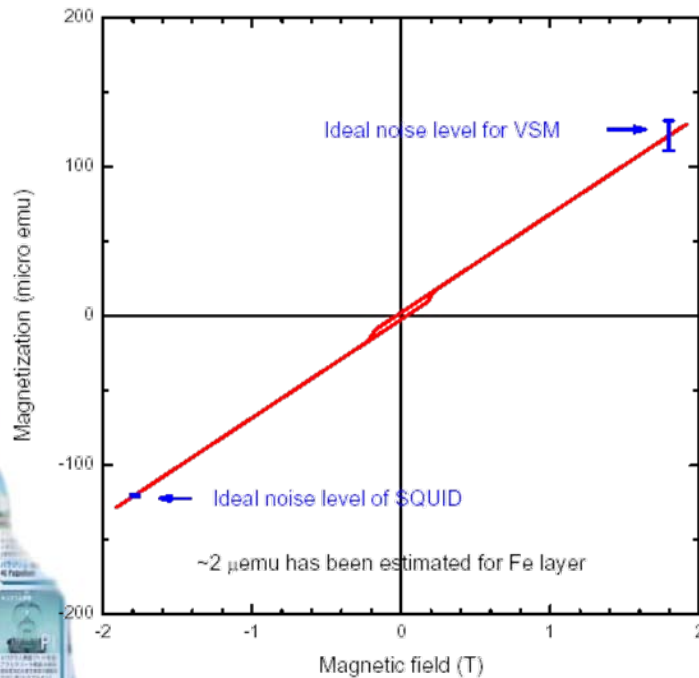


(測定例) Coだけの磁気ヒステリシス曲線の温度変化



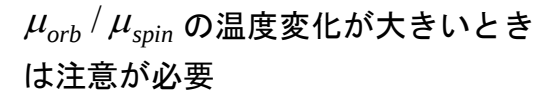
基板の影響を受けない磁化測定

Expected magnetization for
monolayered Fe on SiO_2 substrate (0.2nm^2)
1/3 magnetic moments has been assumed for Fe



XMCDによる
元素選択磁気ヒステリシス曲線

一般の磁化測定(基板が反磁性)

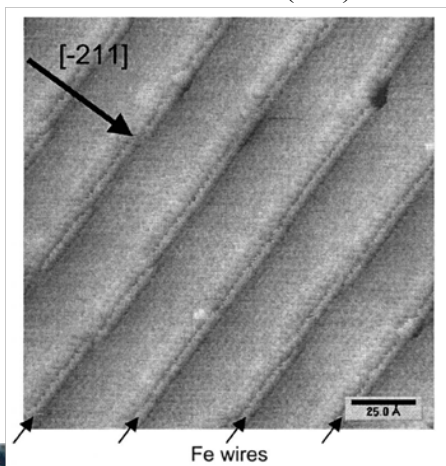

$$\begin{aligned}\mu_{orb} &= -\frac{2}{3}n_h\left(\frac{I_{L3}+I_{L2}}{W_{L3}+W_{L2}}\right) \\ \mu_{spin} &= -n_h\left(\frac{I_{L3}-2I_{L2}}{W_{L3}+W_{L2}}\right)\times\left(1+\frac{7\langle T_z\rangle}{2\langle S_z\rangle}\right)^{-1}\end{aligned}$$


(測定例) CoとMnの $L_{2,3}$ 吸収端におけるXMCD強度の温度変化

Atomic wire on Au(788)

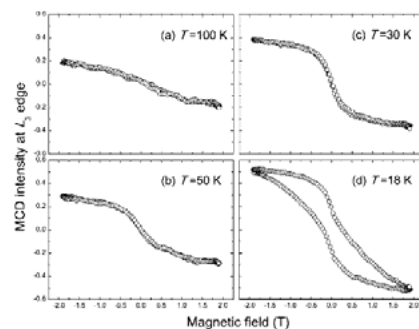
STM image

0.04 ML Fe on Au(455)



S. Shiraki et al., *PRL*. 92 (2004) 96102.

H.Fujisawa et. al, *PHYSICAL REVIEW B* 75, 245423 (2007)

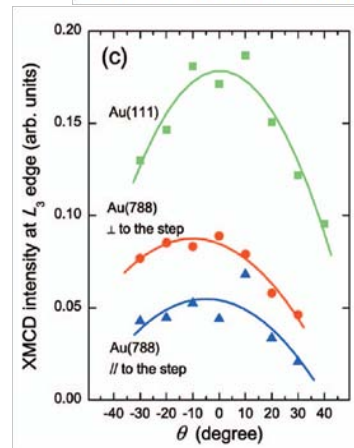
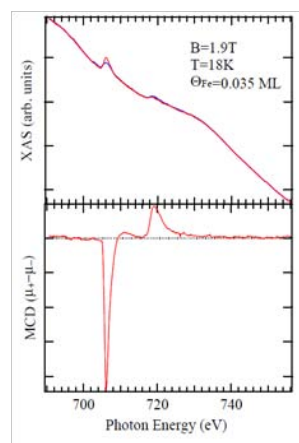


← Magnetic Hysteresis

Coverages vs. $R (=m_{\text{orb}}/m_{\text{eff-spin}})$ values determined by the integration of the MCD intensities at L_2 and L_3 edges

Coverage (ML)	R
0.25	0.094
0.70	0.070
1.25	0.062

Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena 144–147 (2005) 519–523



↑ Ratio of M_L and M_S

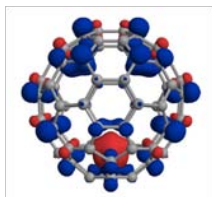
← Magnetic anisotropy

Au(111)から数度傾斜してカットした 基板Au(788)上に蒸着にてFeナノワイヤーを作製することができる。約0.07MLの薄膜に相当するほど希薄であり、通常の磁化測定を行っても基板の反磁性が支配的となり有意な測定は困難。また、表面のFeは極端に酸化されやすいので、UHV内のin-situ測定に限定される。XMCDで初めて磁化評価が可能になった。

希土類内包フラーレンとピーポッドの磁性

希土類内包フラーレンは、希土類金属を含む炭素棒を電極にアーク放電して生成させる。このとき、希土類内包フラーレンは確率的に生成するものであって、大半はグラファイトや希土類を内包しないフラーレンなどの目的外生成物である。したがって、これを液体クロマトグラフィーによって単離精製するが、その結果得られる試料は極微量である。XMCDでは極微量(μg)以下の試料も測定可能である。

R.Kitaura *et. al*, PHYSICAL REVIEW B 76, 172409 (2007)



Gd@C₈₂

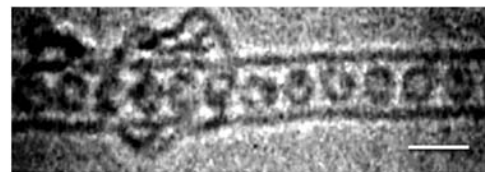
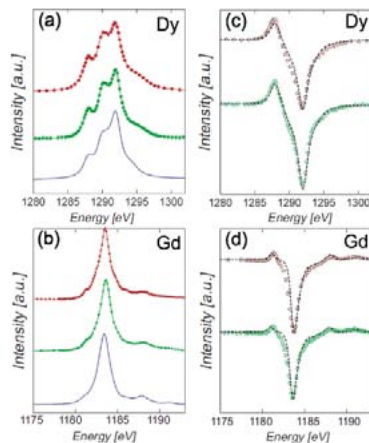


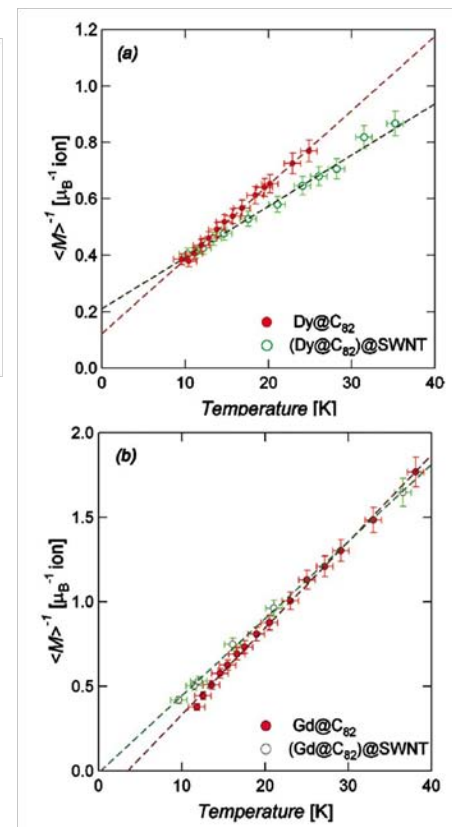
FIG. 1. A HRTEM image of (Gd@C₈₂)@SWNT. The scale bar is approximately 2 nm.



ピーポッド

XMCDスペクトル

FIG. 3. (Color online) Theoretical and observed isotropic XAS and SXMCD spectra of Dy@C₈₂, (Dy@C₈₂)@SWNT, Gd@C₈₂, and (Gd@C₈₂)@SWNT. [(a) and (b)] Theoretical XAS spectra (solid line), and observed XAS spectra of metallofullerenes (upper solid circle) and nanopeapods (lower solid circle). [(c) and (d)] Theoretical SXMCD spectra (dotted line), and observed SXMCD spectra of metallofullerenes (upper open circle) and nanopeapods (lower open circle).



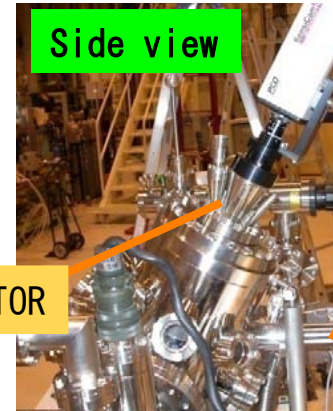
PEEMSPECTOR system=>BL25SU at SPring-8

PEEMSPECTOR
(Elmitec GmbH)



Spatial resolution ≤ 35 nm

Side view



light inlet

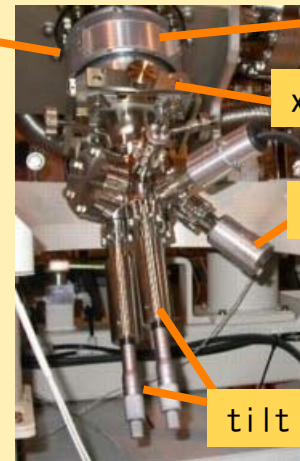
SR light

SR light

30°

sample

manipulator



z

x & y

θ

tilt (x & y)

Front view

sample
load lock

CCD camera

PEEMSPECTOR

Quartz micro-balance

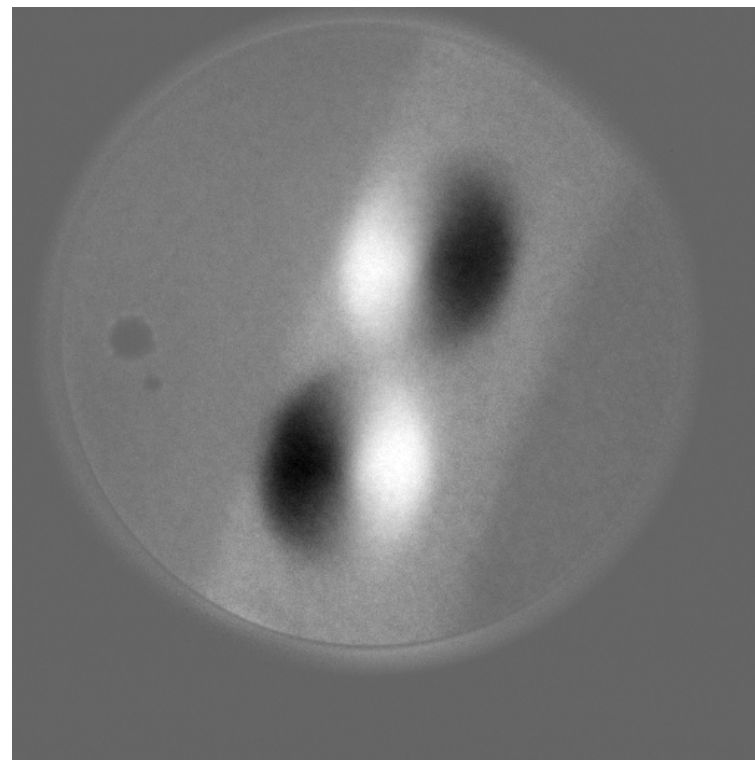
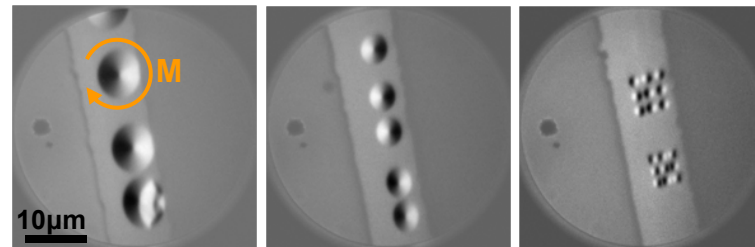
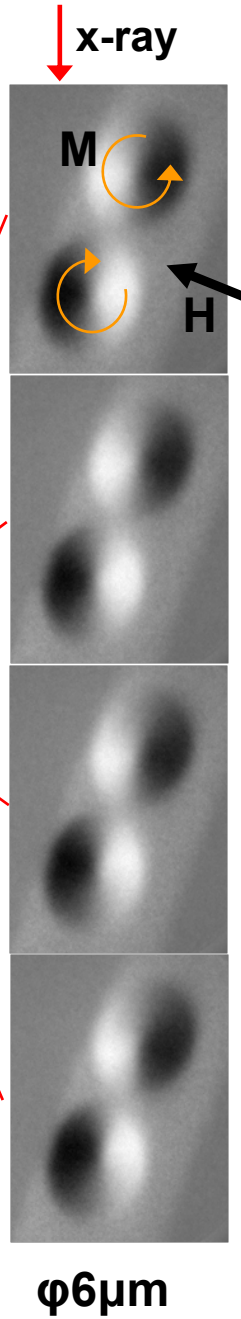
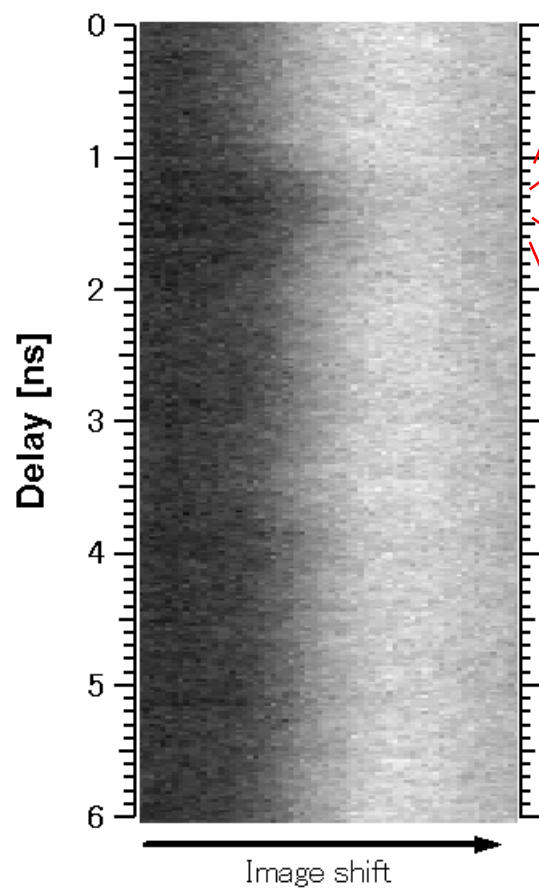
RHEED screen

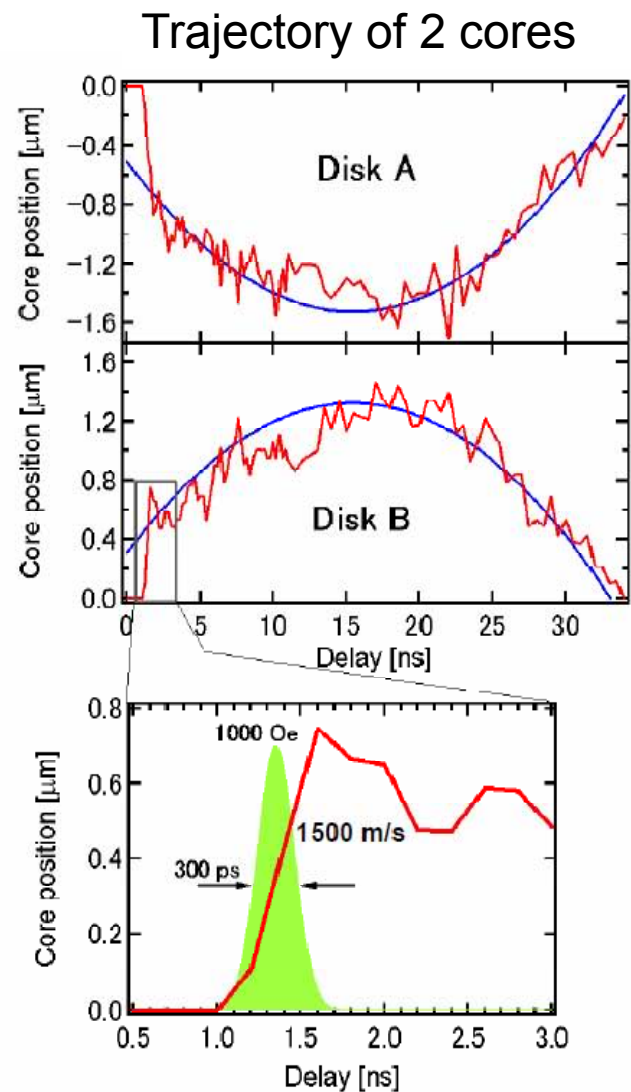
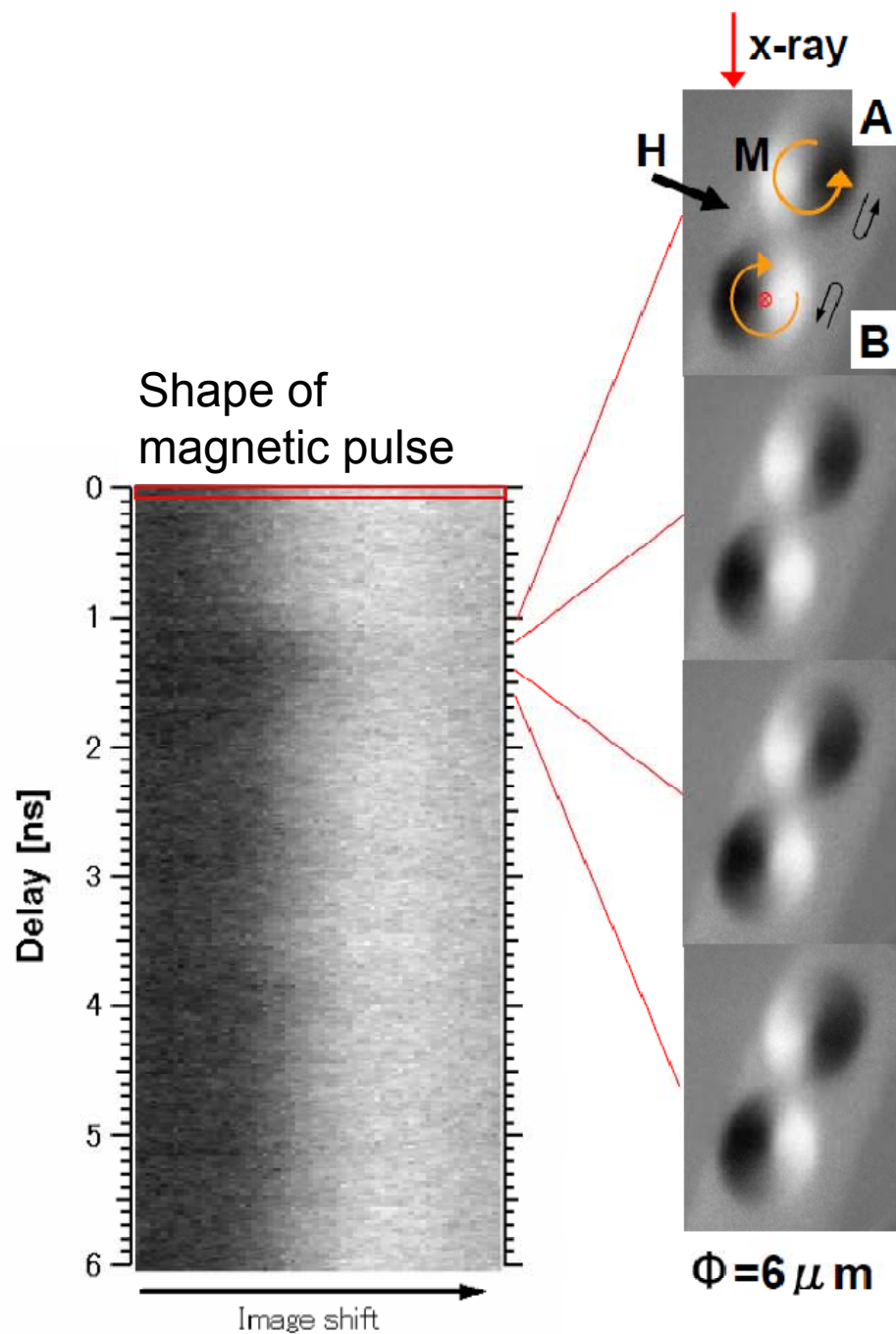
evaporator

XZ stage
(moved by pulse motors)

air dumper

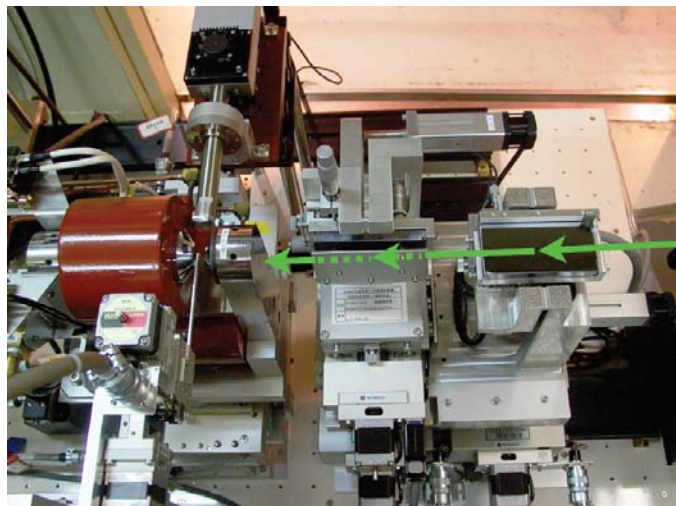
Results @E-mode





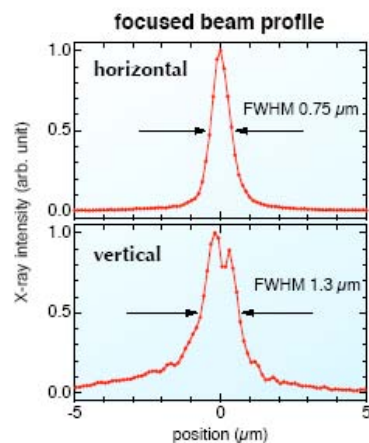
硬X線MCD測定設備@BL39XU

マイクロビームXMCD



AIT 田口様 ご講演

ビームサイズ $\sim 1\mu\text{m}$

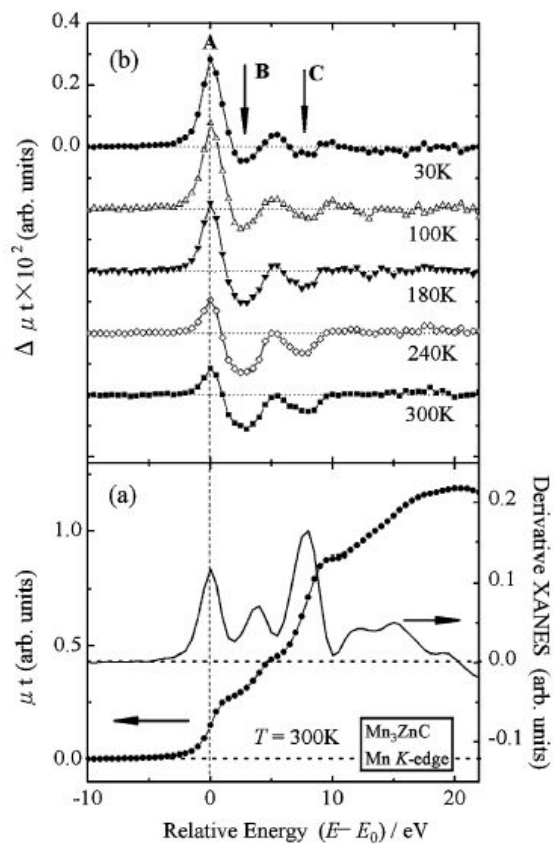


10 テスラ超伝導磁石

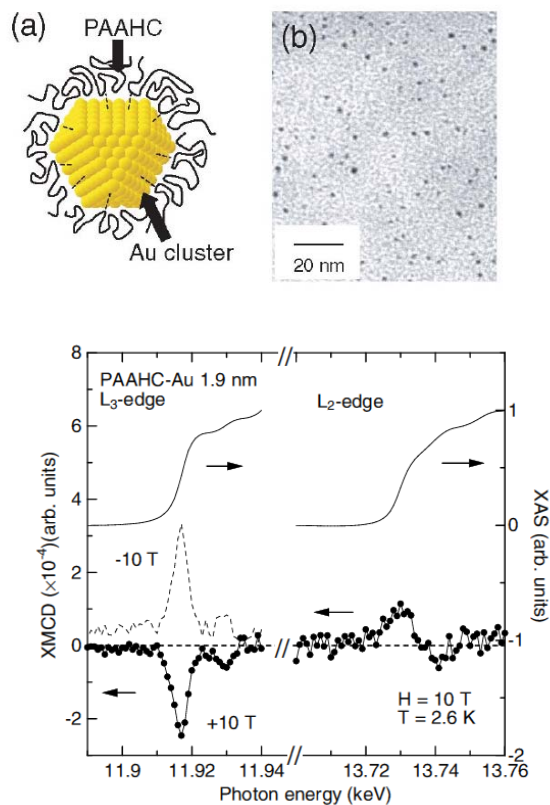


硬X線MCDならではの実験

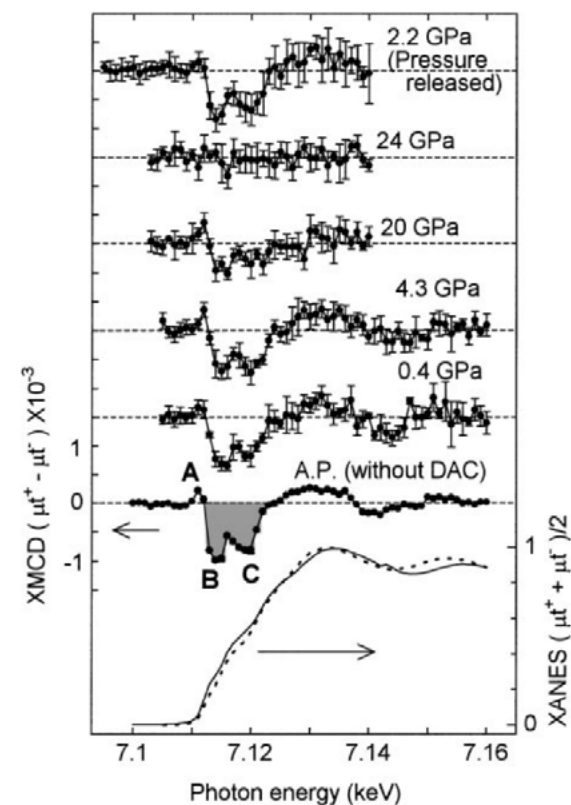
伝導バンドの磁性



Auの磁性



高圧下の磁性



R. Yamamoto *et. al*, PRL 93, 116801 (2004)

N. Ishimatsu *et. al*, JPSJ 72, 2372 (2003)

H. Maruyama *et. al*, Physica B 351, 328-332 (2004)

微少領域のXMCD測定(マイクロビーム)

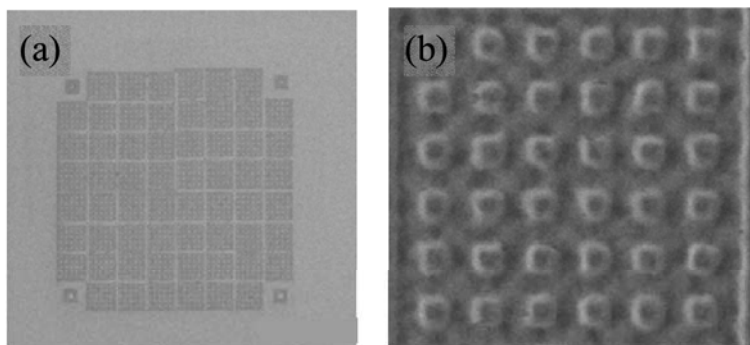


Fig. 2. Scanning ion microscope images of a magnetic dot array with dot size of 100 nm and space of 100 nm: (a) whole dot array ($8 \times 8 \mu\text{m}^2$), (b) a part of the dot array ($1 \times 1 \mu\text{m}^2$).

膜構成: $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ (15 nm)/Au/Ti/glass
ドットサイズ: 100 nm

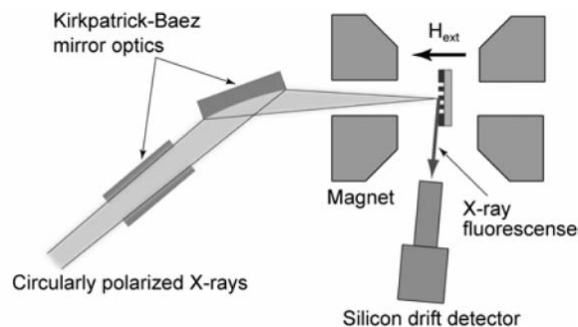


Fig. 1. Schematic view of micro-XMCD measurement.

Y.Kondo et. al, J. Mag. Mag. Matt 320, 3157 (2008).

硬X線MCD @ BL39XU

Pt L_3 吸収端でのESMH

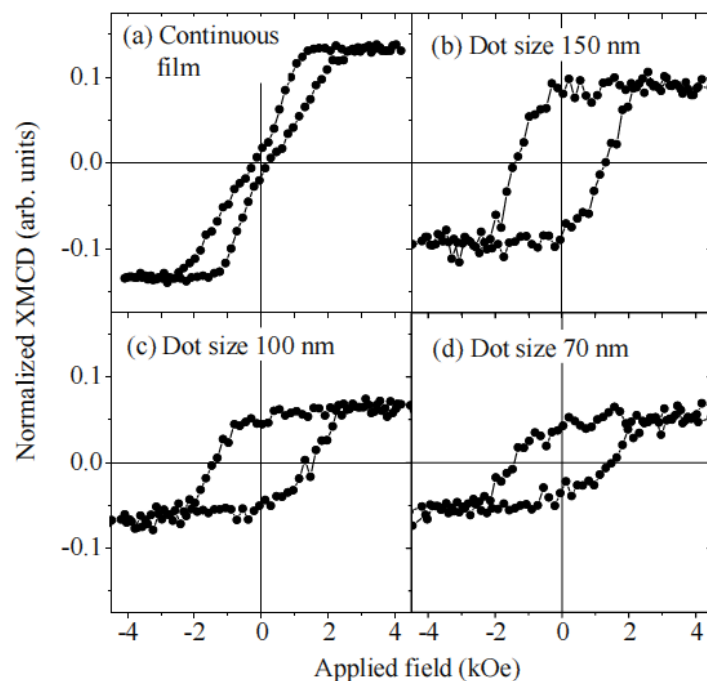


Fig. 3. ESMH curves at Pt L_3 edge of continuous film (a) and magnetic dot arrays with various dot size (b~d) by Ga ions with energy of 30 keV.

Summary

XMCDは、磁気光学効果を利用した磁気評価技術であり、以下の特徴を備える。

吸収係数スペクトルを測定する簡便な実験



磁化測定に元素コントラストを付加した情報

磁気モーメントの 定量評価

元素毎の磁気ヒステリシス曲線

元素毎の熱磁化曲線

元素毎の磁気ドメイン

(PEEM, マイクロビーム走査)

基板の影響を受けない磁化測定ができます

(放射光実験のなかでも)特に簡単実験できるように整備されています

