# 2009B 萌芽的研究課題

# 報告書

奈良先端科学技術大学院大学 物質創成科学研究科 ナノ構造磁気科学講座 博士後期課程3年(実験時3年) 山岸 隆一郎 課題番号: 2009B1693 利用ビームライン: BL25SU

間接交換結合した Co/Ru 多層膜と垂直磁化 CoPt/Ru 多層膜の Ru スペーサー層の元素選択 的磁化過程

Element specific magnetization processes of Ru spacer layers in exchange coupled Co/Ru multilayers and perpendicularly magnetized CoPt/Ru multilayers

#### 研究の背景・目的

Ru スペーサー層を磁性層中に挿入することで、他の系と比べても強い反強磁性的間接交換結合が生じる事が知られているが、その磁気的結合機構の本質を理解する為に必要な Ru 層の磁気的状態など、未だ解明されていない部分は多い。

我々は、BL39XUにおいて Ru の K吸収端近傍のエネルギを持つ直線偏光 X 線を用いた 共鳴 X 線磁気反射率測定を行い、間接交換結合した Co/Ru 多層膜の磁化が飽和した状態に おいて、Co 層に隣接する非磁性 Ru スペーサー層の界面近傍に誘起磁気分極成分が生じる ことを発見した。しかし、Ru の K吸収端に相当する円偏光 X 線が未だに安定して得られ ていないことなどにより、元素選択的な磁気ヒステリシス測定が行えないため、誘起磁気 分極成分が磁性層の磁化に追随して変化するのか、磁性層磁化とは異なる挙動をとるのか は分かっていない、また、Ru 層に生じた誘起磁気分極成分の磁化の決定も行えていない。

そこで本研究では、非磁性 Ru 層の磁気状態に着目し、Ru の磁性を担うと予想される 4d 軌道に焦点をあてて Ru M<sub>2,3</sub>吸収端近傍(Ru M<sub>2</sub>:483.3 eV, M<sub>3</sub>:461.5 eV)のエネルギを持 つ軟 X 線を用いた XMCD 測定により、この系において非磁性 Ru スペーサー層に誘起され たきわめて微量な磁気分極成分の元素選択的磁化過程を観測し、得られた磁化過程から Ru 層の磁気的挙動を明らかにする。また、XMCD スペクトルから Ru 層に生じた誘起磁気分 極成分の磁化を求め、Ru 系間接交換結合の機構解明に寄与すると考えられる Ru 層の磁気 状態に関する情報を収集する。

# 測定試料

本測定で用いた試料は、スパッタ法を用いて Ta 層および Ru 層を Si 基板上に成膜後、これを下地層として、真空蒸着法により Co/Ru 多層膜を成膜することにより作製した。多層 膜部分の作製は、BL39XU での測定に使用した試料の作製条件に従った。測定に用いたそ れぞれの試料の略号と設計膜厚は以下のようになる。

Co(単層膜) :

Ru(5 Å)/Co(80 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si

Co10Ru10 多層膜:

- Ru(5 Å)/[Co(10 Å)/Ru(10 Å)]7/Co(10 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co10Ru50 多層膜:
- Ru(5 Å)/[Co(10 Å)/Ru(50 Å)]7/Co(10 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co25Ru10 多層膜:
- Ru(5 Å)/[Co(25 Å)/Ru(10 Å)]7/Co(25 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co25Ru14 多層膜:
- Ru(5 Å)/[Co(25 Å)/Ru(14 Å)]7/Co(25 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co25Ru18 多層膜:

Ru(5 Å)/[Co(25 Å)/Ru(18 Å)]7/Co(25 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si

Co25Ru22 多層膜:

Ru(5 Å)/[Co(25 Å)/Ru(22 Å)]7/Co(25 Å)/Ru(100Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co25Ru50 多層膜:

Ru(5 Å)/[Co(25 Å)/Ru(50 Å)]7/Co(25 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Co50Ru10 多層膜:

Ru(5 Å)/[Co(50 Å)/Ru(10 Å)]7/Co(50 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si Ru(単層膜):

Ru(5 Å)/Ru(100 Å)/Ru(200 Å)/Ta(500 Å)/Si

# 放射光実験

本測定は BL25SU の XMCD セットアップを用いて行った。測定は円偏光 X 線を試料表 面に対して 30 度の角度で入射し、1.9 T の外部磁場を印加して、全電子収量法を用いて以 下の手順で行った。円偏光ヘリシティは 1 Hz の周波数で切り替えた。

# <u>1.Ru M 吸収端近傍 XMCD スペクトル測定</u>

Co/Ru 多層膜試料を用い、Ru の M<sub>2,3</sub>吸収端近傍で入射円偏光軟 X 線のエネルギを変化 させることで、MCD プロファイル測定を行う。MCD プロファイルは、観測強度の積算を 行うため、それぞれの多層膜に対しては 3 回の繰り返し測定を行った。

# <u>2.Ru M 吸収端 XMCD ヒステリシス測定</u>

1.の操作で観測した、吸収端近傍で MCD 強度が大きく表れるエネルギの円偏光軟 X 線に エネルギを固定して外部磁場を変化させることで、それぞれの試料に対して Ru 層に生じた 誘起磁気分極成分の MCD ヒステリシス測定を行った。

#### **Ru**の磁化

放射光実験で得られた結果にデータ処理したものを以下に示す。

<u>1.XMCD スペクトルのデータ処理</u>

通常の XMCD 測定では、十分に強い観測強度が得られる元素の測定を行うため、複数回 測定による観測強度の積算処理を行うことは稀である。しかし、今回行った Ru の M吸収 端近傍における観測強度は極めて微弱であったため、積算処理に注意を払う必要がある。

その一例を示す。Fig. 1. に Co10Ru10 多層膜を用い、試料位置を固定して外部磁場を X 線の入射方向上流から下流に印加して 3 回測定を繰り返した XAS プロファイルの結果を示 している。磁場の印加方向が同じ場合でも、測定毎に XAS 強度が異なっていることが分か る。これは、極めて弱い磁化を観測する際に全電子収量法を用いると、測定の対象である 2 次電子が外部磁場により受ける影響を無視することができないことなどが原因であると考 えられる。その示唆は、Fig. 2. に示した磁場の印加方向を変えた場合の測定結果からも明 らかである。本来ならば、上流から下流に磁場を印加して右円偏光を入射した場合の XAS プロファイルと、下流から上流に磁場を印加して左円偏光を入射した場合の XAS プロファ イルは同値でなければならない。Fig. 2.では R1 と R1'および、L1 と L1'とおいた組み合わ せがこれに相当するが、今回の測定ではこれらの観測強度もそれぞれ異なる値を示す。こ のような観測強度の変化は強磁性体である Co などではほぼ問題になっていないが、観測強 度の弱い非磁性 Ru の MCD 測定においては無視できない誤差の原因となりうる。

特に、本測定では右円偏光による観測強度から左円偏光による観測強度を引く通常の MCD 測定でも行われるデータ処理をした際のベースラインのシフトが、観測によって得ら れた強度と同じ桁数の領域となるため、通常の方法で積算を行うと測定毎に寄与が異なり、 強度の平均を正確に取ることができない。そこで本解析では、測定毎のデータの寄与がな るべく等しくなるように観測強度の積算を行った。

# <u>2.RuM吸収端近傍における XMCD スペクトル</u>

Fig. 3. から Fig. 7.に、現在適用しているデータ処理方法で積算を行ったそれぞれの試料の XMCD 測定結果を示す。それぞれの測定結果からは、Co 層膜厚や Ru 層膜厚の違いによって異なる結合状態になることにより、異なる MCD 強度を示していることが分かる。これらの結果や、Ru の単層膜では MCD 強度が表れないことから、Ru 層に誘起された磁気分極成分の磁化観測に成功したものと考えられる。

しかし、全ての MCD プロファイルは本来 0 であるべきベースラインからシフトしてい る。総和側を用いて磁化を決定するためには、MCD プロファイルがベースライン上に存在 している必要がある。ベースラインシフトの桁数が観測強度よりも明らかに低い場合は、 このシフトをノイズとして無視することができるが、本測定では観測強度がシフトと同じ 桁数の強度域に埋もれているため、無視することはできない。ベースラインを引くことで シフトのみを打ち消すことはできるが、恣意性が入ることは否めない。恣意性を減らすた めにはシフト量を定量的に評価しなければならないが、未だその効果的手法が得られてい ない。そのため、総和則を適用した磁化の決定は行えていないのが現状である。

# 3.Ru 層に生じた誘起磁気分極成分の元素選択的磁化過程

Fig. 8. および、Fig. 9. にそれぞれの試料に対して、M2および M3吸収端近傍における XAS プロファイルの極大を示すエネルギの円偏光 X 線を用いて MCD プロファイル測定を 行った結果を簡単に示す。残念ながら本測定では、2 次電子に対する外部磁場の影響など、 不可避のノイズに MCD 観測強度が埋もれてしまい、Ru 層に生じた誘起磁気分極成分によ る元素選択的磁化過程のみを表す MCD ヒステリシスを得ることができなかった。

#### 結論

本測定では、Ru層を介して間接交換結合を示す Co/Ru 多層膜における Ru層の誘起磁気 分極成分の磁化観測を試みた。測定の結果、Ruに生じた誘起磁気分極成分の MCD 強度を 観測することに成功したが、その元素選択的磁化過程を得ることはできなかった。

また、ノイズに関する定量的な評価が行えていないため、総和則を適用した Ru 誘起磁気 分極成分の磁化決定は行えていない。



Fig. 1.Co10Ru10 多層膜の XAS 測定結果



Energy [eV] Fig. 5. Co50Ru10 多層膜の MCD プロファイル



Fig. 2.Co10Ru10 多層膜の XAS 測定結果





Fig. 7. Ru 単層膜の MCD プロファイル



Fig. 9. Co10Ru50 多層膜の各吸収端における MCD ヒステリシス (a) M<sub>2</sub>端, (b) M<sub>3</sub>端