

論文の内容の要旨

論文題目 **Polarization-contrast Imaging with Hard X-rays**
(硬 X 線偏光コントラストイメージング)

氏名 佐藤公法

可視光領域において、物質と偏光の相互作用を利用したイメージング手法は、多結晶物質の結晶粒の観察、磁性体の磁区構造の観察などの手段として広く普及している。最近、軟 X 線領域では、X 線円二色性(XMCD)に光電子顕微鏡(PEEM)やフレネルゾーンプレートを組み合わせた偏光コントラストイメージングが報告されており、磁性マイクロ構造の研究などで世界的に注目されている。これに対して、硬 X 線領域での X 線偏光コントラストイメージングは未だ報告されていない。硬 X 線領域での偏光コントラストイメージングが軟 X 線領域に比べて困難である主な理由は、X 線二色性シグナルが軟 X 線領域に比べて約二桁小さいということが挙げられる。このため、試料の厚さ不均一を取り除いた X 線偏光コントラストを抽出することが困難になる。例えば、X 線直線二色性の場合、直線偏光に対して試料を回転させるような従来の方法では、当然、試料の厚さ不均一がある。また、試料と検出器を同期回転しても、入射 X 線ビームの強度不均一のために、結局厚さ不均一を取り除くことはできない。X 線円二色性については、電子ビームの軌道面の上下で得られる円偏光 X 線を用いる場合、ビーム強度不均一のために、試料の厚さ不均一を取り除くことはできない。このような問題を全て解消するために、2枚の透過型 X 線移相子を用いた偏光スイッチング光学素子と高分解能 CCD 型 X 線検出器を組み合わせた X 線偏光コントラストイメージング法の開発を行った。

X 線偏光コントラストイメージングの実験配置を図 1 に示す。X 線偏光スイッチング光学素子は、4 回のブラッグ反射を与えるシリコン 422 (コバルト K 吸収端)、または、シリコン 331 (鉄 K 吸収端) チャンネルカットの X 線偏光子、

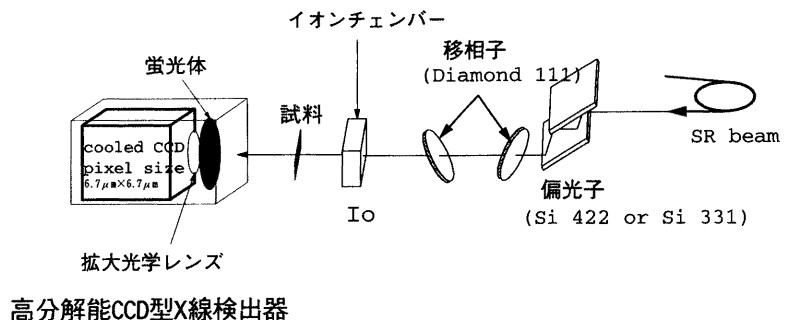


図 1 X 線偏光コントラストイメージングの実験配置

2枚のダイヤモンド111透過型X線移相子から成る。透過型X線移相子は、面方位<001>、厚さ約300 μmのダイヤモンド結晶である。移相子は、111反射を与え、散乱面が水平面から45°傾いている。白色の放射光ビームは、X線偏光子により単色化されかつ高度の水平直線偏光に変換される。このX線ビームは2枚の透過型X線移相子に入射し、そこで水平偏光と垂直偏光、または、右円偏光と左円偏光にスイッチングされる。ここで生成されるX線偏光の水平偏光度は99.99%、垂直偏光度は95%である。また、左右の円偏光度は95%以上と見積もられる。試料を透過したX線像は高分解能CCD型X線検出器で記録される。

我々は、まず、X線自然直線二色性(XNLD)イメージングを行った。試料は、hcpコバルト単結晶を用いた。この試料は厚さ12 μmの薄片で、異方軸であるc軸が薄片面内にある。始めに、コバルトK吸収端(7709 eV)近傍で、XNLDスペクトルを測定した。図2にXNLDスペクトル(実線)と吸収曲線(波線)を示す。測定されたXNLDスペクトルは、コバルトK吸収端(7709 eV)の高エネルギー側23 eVと29 eVでそれぞれマイナス3%、プラス3%のピークを示した。そこで、X線エネルギーをこの2つエネルギーに固定してイメージングの実験を行った。XNLDイメージングは、試料のhcpコバルト単結晶を3つに分割し、c軸が面内で水平軸からそれぞれ0°、45°、90°になるように回転して置き、それらがCCD型X線検出器の視野の中に入るように配置した(図3)。ここでは、この3つの領域をエリア1(90°)、エリア2(0°)、エリア3(45°)と呼ぶことにする。

画像演算により、試料の厚さムラを相殺して得られたXNLDに起因する偏光コントラスト像を図4(a): 23 eV、(b): 29 eV)に示す。コバルトK吸収端(7709 eV)から23 eV高いエネルギーでは、エリア1、2、3はそれぞれ、白、黒、グレーを示した。これは、透過X線の強度がエリア1で最も高く、エリア2で最も低いということを表している。それぞれのエリアの画素値の平均値からXNLDの大きさを計算すると、エリア1、2、3でそれぞれ0.027、-0.023、-0.013であった。コバルトK吸収端(7709 eV)から29 eV高いエネルギーでのコントラストは、エリア3では変わらず、エリア1とエリア2で反転した。この時、各エリアの画素値の平均値から求めたXNLDの値は、エリア1、2、3でそれぞれ-0.020、0.024、-0.010である。これらの値は、XNLDスペクトルの値とほぼ一致している。従って、これらのコントラストは、c軸の配向、つまり、hcpコバルト単結晶のXNLDに起因していると結論づけることができる。

次に、X線磁気円二色性(XMCD)イメージングを行った。試料は、厚さ4 μmのhcpコバルト多結晶を用いた。まず始めに、我々は、コバルトK吸収端(7709 eV)近傍で、XMCDスペクトルを

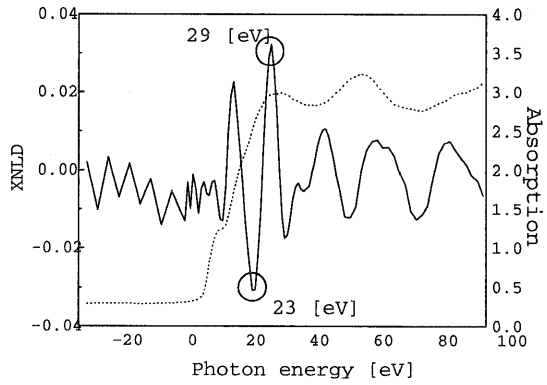


図2 XNLD スペクトル($\Delta E = E - 7709$ eV)

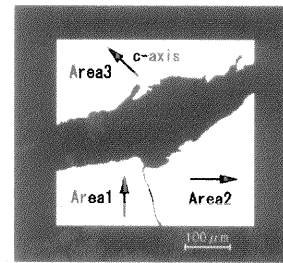
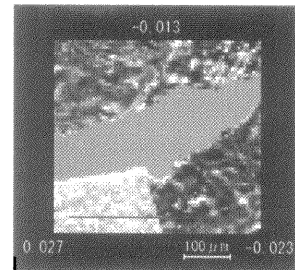
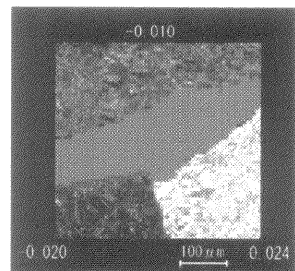


図3 XNLD イメージング試料



(a)



(b)

図4 XNLD イメージ

測定した。試料は、793 gauss の磁場の中に入射 X 線の方向から 45°傾けて配置し、2 本の X 線磁気円二色性スペクトルを磁場の方向を逆転させて測定した。図5に XMCD スペクトル(実線)と吸収曲線(波線)を示す。得られた XMCD スペクトルは、コバルト K 吸収端(7709 eV)から 10 eV 高いエネルギーと 32 eV 高いエネルギーで $\pm 0.3\%$ 、 $\pm 0.2\%$ のピークを示した。

MCD イメージング実験では、試料を二つに分割し、円偏光 X 線のスピンの方向が、試料の磁化方向に対してそれぞれ平行・反平行となるように磁場 (793gauss) の中に配置し、二つの試料を透過した偏光 X 線が CCD 型 X 線検出器の視野中にはいるように配置した(図 6)。磁場の方向は、試料の表面とそれぞれ+45°、-45°をなしている。

画像演算により、試料の厚さムラを相殺した後の XMCD 偏光コントラストを図7に示す。イメージングは、磁気円二色性の値が最大 (+0.3%) を示しているコバルト K 吸収端 (7709 eV) から 10 eV 高いエネルギー(a)、同じエネルギーで磁場の方向を反転させた状態(b)、X 線磁気円二色性の符号が反転する値 (+0.2%) を示すコバルト K 吸収端から 32eV 高いエネルギー(c)で行った。(a)における画像には、ふたつのエリアにコントラストが見られる。このコントラストは、磁場の方向の反転により反転した(b)。さらに、エネルギーを変化させることによって再びコントラストが反転した(c)。従って、これらのコントラストは、磁化方向、つまり、hcp コバルト多結晶の XMCD に起因していると結論づけることができる。画像中に示している数値は、CCD 型 X 線検出器で得られた画像の強度データから求めた X 線磁気円二色性の値で、スペクトロスコピーによる値とほぼ一致していることがわかる。

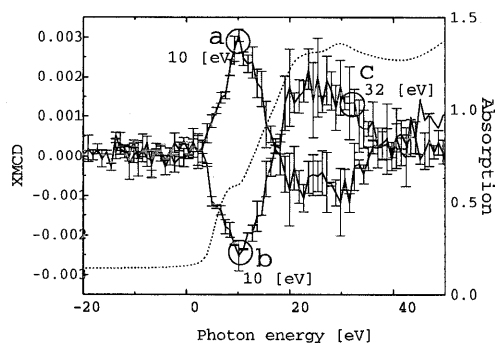


図5 XMCD スペクトル($\Delta E = E - 7709$ eV)

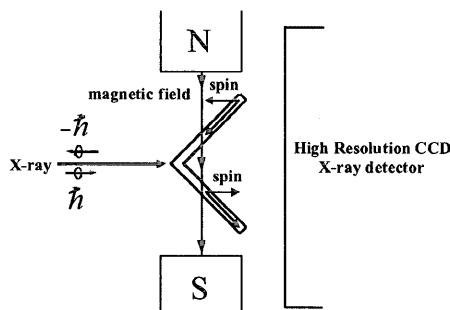


図6 XMCD イメージング実験配置

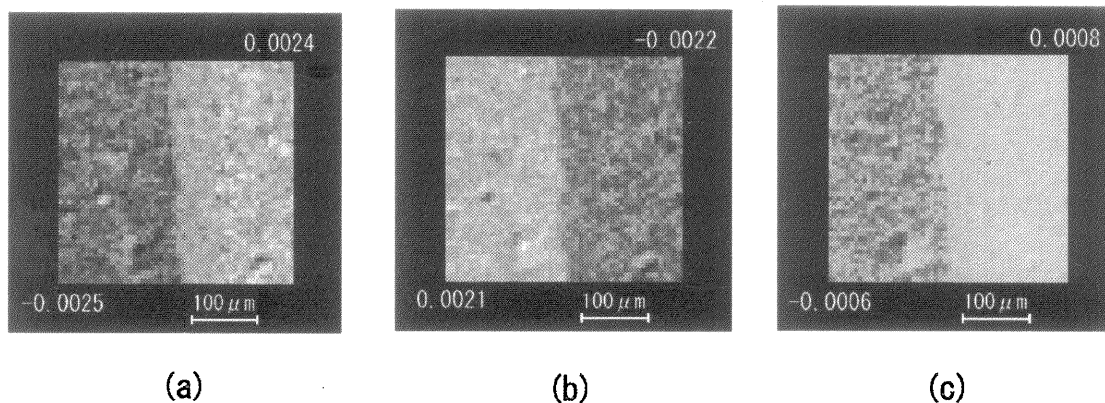


図7 XMCD イメージ

次に、X 線磁気直線二色性(XMLD) イメージングを行った。試料は、MP(Metal Particulate)塗布型磁気テープを用いた。磁性層厚は 3.5 μm で、鉄の針状磁性粉、アルミナ、研磨剤、バインダーなどから成る。我々は先ず、一方向に一様磁化した試料について、鉄 K 吸収端(7111 eV) 近傍で、XMLD スペクトルの測定を行った。試料を 90°回転させて 2 本の XMLD スペクトルが得

られた。図 8 に XMLD スペクトル(実線)と吸収曲線(波線)を示す。得られた XMLD スペクトルは、鉄 K 吸収端(7111 eV)から 15 eV 高いエネルギー(a)と 22 eV 高いエネルギー(b)で $\pm 0.06\%$ のピークを示した。イメージングに用いた試料は、上で述べた一様磁化試料に磁化方向がそれぞれ 90 deg. の角度をなす磁区構造を記録したものをを用いた。図 9 に XMLD イメージングに用いた試料を示す。

画像演算により、試料の厚さムラを相殺した後の XMLD 偏光コントラストを図 10 に示す。イメージングは、XMLD の値が最小(-0.06%)を示している鉄 K 吸収端(7111 eV)から 15 eV 高いエネルギー(a)、XMLD の符が反転する値(+0.06%)を示す鉄 K 吸収端から 22 eV 高いエネルギー(b)で行った。図 10(a)の画像には、明らかに記録された磁区構造のコントラストが見られる。このコントラストは、エネルギーを変化させることによって反転した図 10 (b)。従って、これらのコントラストは、磁化方向、つまり、磁気テープの XMLD に起因していると結論づけることができる。画像中に示している数値は、CCD 型 X 線検出器で得られた画像の強度データから求めた XMLD の値で、スペクトロスコピーによる値とほぼ一致していることがわかる。

本研究で行ったイメージングは、XNLD、XMCD、XMLD について、それぞれ 3%、0.3%と 0.08%、0.06% の非常に小さい X 線二色性のシグナルを定量的に可視化できたことに相当する。このような硬 X 線領域における偏光コントラストイメージングの手法は、軟 X 線領域と同様に元素選択的な測定が可能であるばかりでなく、高い透過能力を利用して表面でなくバルク元素についての情報を得ることができる。従って、トモグラフィーの技術を取り入れれば、3次元空間での偏光に敏感な物質の研究を行うことも可能になる。将来の展望として、先ずフレネルゾーンプレートを導入して、空間分解能 0.15 μm で X 線偏光コントラストの顕微像の観察を行うというのを考えている。さらに、トモグラフィーの手法を取り入れた 3次元空間での X 線偏光コントラストの観察も考えている。

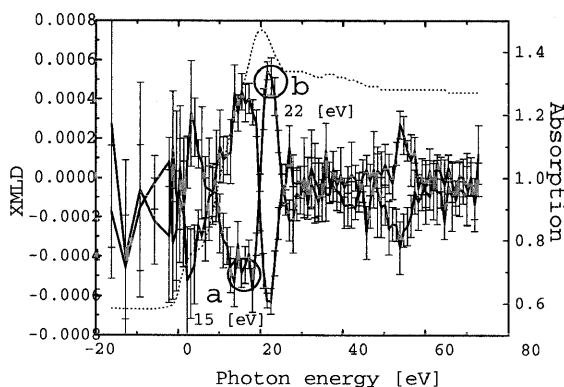


図 8 XMLD スペクトル($\Delta E = E - 7111 \text{ eV}$)

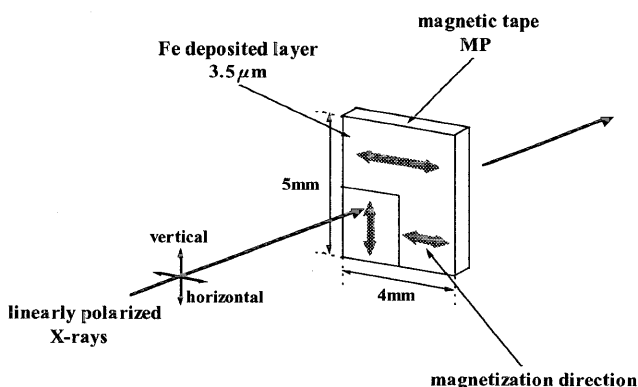
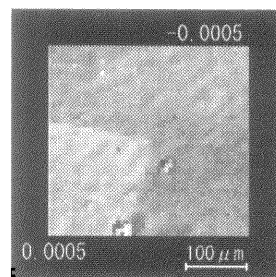
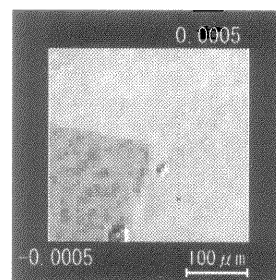


図 9 XMLD イメージング試料



(a)



(b)

図 10 XMLD イメージ