

走査電子顕微鏡による強磁性体材料の 表面磁区構造観察

赤嶺大志*

1. はじめに

強磁性体材料の磁気特性は磁区構造⁽¹⁾と強い関連があり、外部磁場や温度変化に伴う磁区構造変化の直接観察へのニーズが高まっている。現在、代表的な磁区構造観察法としては、磁気力顕微鏡法(MFM)、磁気光学 Kerr 顕微鏡法、ローレンツ透過電子顕微鏡法、電子線ホログラフィー法、スピン偏極走査電子顕微鏡(SEM)などが知られている⁽²⁾。また、通常のSEMによる磁区構造観察法は、従来から Type I および Type II 法として知られてきた⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。以下では、本稿に関連する Type I 法について述べる。

Type I 法は SEM において放出される電子のうち、主に 2 次電子と試料表面近傍における漏洩磁界との相互作用を利用した観察法である。したがって、試料表面に磁極が現れる条件において主に適用される。ここでは、例として 1 軸磁気異方性を有する強磁性材料の磁化容易軸に垂直な面、すなわち迷路磁区⁽¹⁾の観察を想定して話を進める。従来の Type I 法では通常の 2 次電子検出器である E-T 検出器(ETD: Everheart-Thornely detector)⁽⁶⁾が用いられてきた。図 1 (a)に示すように ETD は光軸から傾斜した位置に配置されているため、ローレンツ力による 2 次電子の偏向方向によって収率が変化する。2 次電子は試料面法線方向に最も多く放出されるため、磁界の面内成分が大きくなる磁壁近傍においてローレンツ力が有効に作用し、磁壁コントラストが現れる。ただし、偏向方向が 2 次電子の放出点と ETD を結ぶ方向に対して、平行である場合には明瞭な収率変化が生じるが、垂直である場合には収率変化が乏しく明瞭なコントラストが形成されない(厳密な方向依存性は電磁界の分布に依存

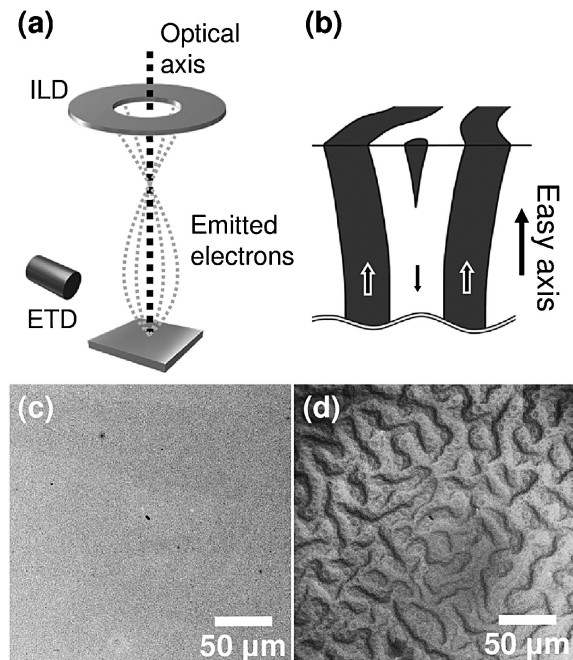


図 1 (a) 検出器と試料の位置関係の模式図。(b) 180°磁区の表面近傍における分岐。(c) 表面起伏像と(d) ILD で取得した磁区構造の SEM 像。原論文⁽⁷⁾より一部改変して転載(licensed under CC BY 4.0: <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)。

する)。このことは、Type I 法では原理的に全ての磁壁を描写することが困難であることを示している。また、漏洩磁界は磁壁幅よりも通常広く分布しており、磁気偏向が広範にわたって生じるためシャープなコントラストが得られず、Type I 法の空間分解能を制限する一因となっている。

* 九州大学総合理工学研究院物質科学部門；助教(〒816-0811 春日市春日公園 6-1)
SEM Observations for Surface Magnetic Domains of Ferromagnetic Materials; Hiroshi Akamine*(Department of Advanced Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga)
Keywords: scanning electron microscopy, ferromagnetic materials, magnetic domains
2017年12月20日受理[doi:10.2320/materia.57.106]

本稿では、このような問題に対し、近年導入されるようになった環状のインレンズ型検出器(ILD: inlens detector) (本稿では、鏡筒内に配置されるタイプの検出器をインレンズ型と呼称するものとする)を用いることで、従来の Type I 法よりも良好な磁区コントラストが得られることについて述べる⁽⁷⁾。

2. ILD を用いた Fe-Pt 合金の表面磁区構造観察

図 1(c), (d)に Fe-40 at% Pt 単結晶の *c* 面を表面起伏像および ILD を用いて取得した磁区構造像を示す。同合金は $L1_0$ 型の規則構造 ($c/a < 1$) をとり、*c* 軸方向に大きな 1 軸磁気異方性を有する⁽⁸⁾。試料表面は機械研磨と Ar イオンミリングによって仕上げた。図 1(d)を見ると、全体にわたって

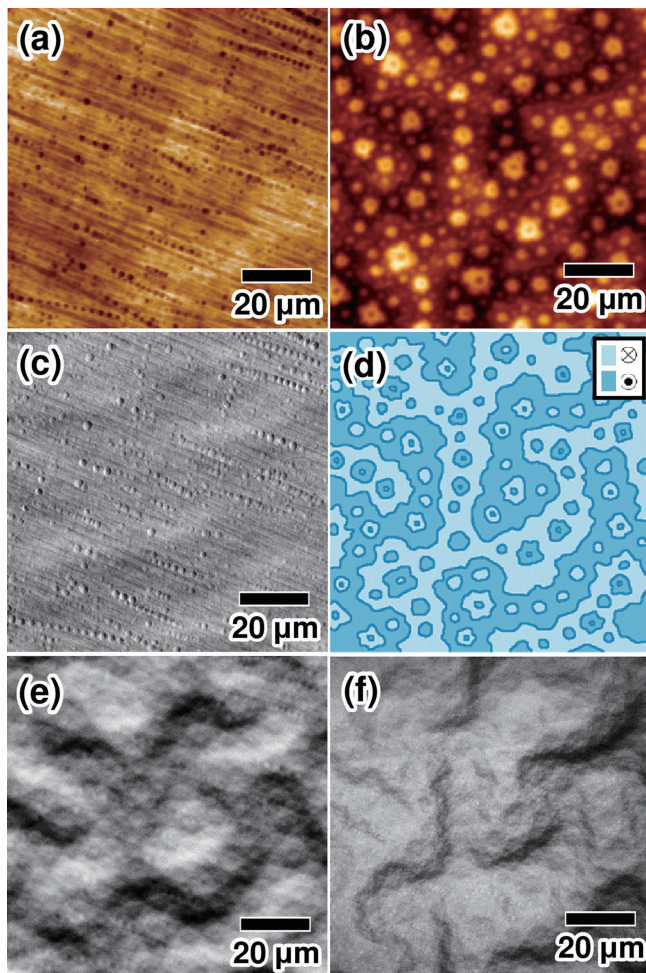


図 2 MFM により取得した (a) 表面起伏像と (b) 磁区構造像。 (c) SEM-ETD (コレクター電圧: -50 V) で取得した表面起伏像。 (d) (b) に基づく表面磁区構造の模式図。色の違いは磁化方向の違いを示す。 (e) SEM-ETD (コレクター電圧: 300 V) で取得した Type I 磁区コントラスト。 (f) SEM-ILD で取得した磁区構造像。原論文⁽⁷⁾より一部改変して転載 (licensed under CC BY 4.0: <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)。

迷路状の磁区構造が明瞭に観察されている。点状の閉じた領域は表面近傍で生じる 180° 磁区の分岐構造⁽¹⁾ (図 1(b)) を反映している。次に、ILD により得られたコントラストと実際の磁区構造の対応を取るため、MFM 像との比較を行った。図 2 (a), (b) に MFM で取得した表面起伏像と磁区構造像をそれぞれ示す。試料はおおむね平滑であるが、わずかに機械研磨と Ar イオンミリングによる表面起伏が見られた。図 2(b) に基づく表面磁区構造の模式図を図 2(d) に記した。図 2(c), (e), (f) には SEM で取得した ETD 像 (コレクター電圧: -50 V), ETD 像 (コレクター電圧: +250 V), ILD 像をそれぞれ示す。コレクター電圧を負に設定した ETD 像では、反射電子の照明効果によって表面起伏がよく観察され^{(3),(4)}、図 2(a) と比較すると同一視野であることが確認できる。一方、コレクター電圧を正に設定した ETD 像では、2 次電子が効率よく収集されるため、磁気偏向による Type I コントラストが現れている。磁区構造の模式図 (図 2(d)) と比較すると、Type I コントラストでは水平方向の磁壁が暗線・輝線によって現れているが、実際の磁壁幅よりも広く、また鉛直方向の磁壁はほとんど描出されていない。また、図 2(c) に見られる表面起伏コントラストが多く重畳していることがわかる。他方、ILD で取得した像 (図 2(f)) では全方位の磁壁が比較的よく描出されており、コントラストも磁壁位置近傍にシャープに現れている。さらに、表面起伏コントラストがほとんど重畳しておらず、磁気的な情報のみをよく抽出している。

以上のように、ILD を用いることで ETD の Type I コントラストに比較して良好な磁区構造像を得ることが可能である。次に、ILD 像における磁区コントラスト形成原理に関して、電子軌道計算を用いて考察した結果について述べる。

3. ILD 像における磁区コントラスト形成に関する考察

図 3 に 2 次電子の軌道計算の結果を示す。試料表面の 1 点より射出する 2 次電子を考え、試料上方の漏洩磁界中における空間軌道について計算を行った。2 次電子の射出方向は、図 3(a) に示す光軸からの脱出角 θ と方位角 ϕ について一定間隔で与えた。試料上方の磁界は *x* 負方向とし、その大きさは CoPt 合金に対する数値計算の結果⁽⁷⁾ より図 3(b) のように試料表面からの距離 *z* に関する減衰関数として定義した。これらの条件下で計算した 2 次電子軌道の $z = 10 \mu\text{m}$ 平面における分布を求めた結果を図 3(c)-(e) に示す。図中で赤点は磁界無しの場合、青点は磁界有りの場合の結果であり、各点はそれぞれ異なる (θ, ϕ) の組に対応している。まず、2 次電子エネルギーが 50 eV と比較的高エネルギーな場合、偏向量は非常に小さく、磁界無しの場合と比較して大きな差異は見られなかった。一方、2 eV や 1 eV のような低エネルギーの場合には 2 次電子分布は楕円状に伸びており、大きな偏向を受けていることが分かる。本装置において、ILD は比較的直上方向に射出された光軸寄りの 2 次電子を主に検出する⁽⁷⁾ ことから、磁気偏向によって光軸から大きく逸れ

