

# 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<sup>(1)</sup>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

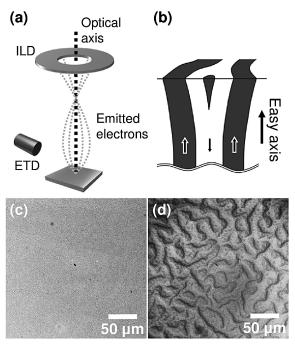


図1 (a) 検出器と試料の位置関係の模式図. (b) 180°磁区の表面近傍における分岐. (c) 表面起伏像と(d) ILD で取得した磁区構造の SEM 像. 原論文(7)より一部改変して転載(licensed under CC BY 4.0: https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

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。

106 新進気鋭

<sup>\*</sup> 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

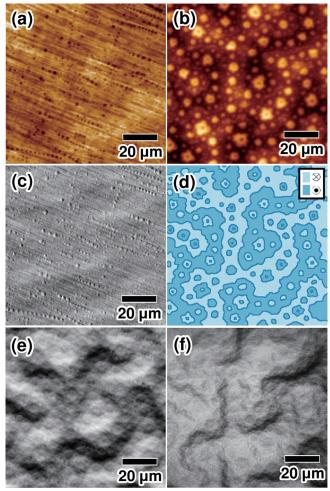


図2 MFM により取得した(a) 表面起伏像と(b) 磁区構造像。(c) SEM-ETD(コレクター電圧: -50 V)で取得した表面起伏像。(d) (b)に基づく表面磁区構造の模式図。色の違いは磁化方向の違いを示す。(e) SEM-ETD(コレクター電圧: 300 V)で取得した Type I 磁区コントラスト。(f) SEM-ILD で取得した磁区構造像。原論文(7)より一部改変して転載(licensed under CC BY 4.0: https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)。

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  $n^{(3),(4)}$ ,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 $\theta$ と方位角 $\varphi$ 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を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  $z=10~\mu m$  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 $(\theta, \varphi)$ の組に対応している。まず、 2次電子エネルギーが50eVと比較的高エネルギーな場合, 偏向量は非常に小さく、磁界無しの分布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

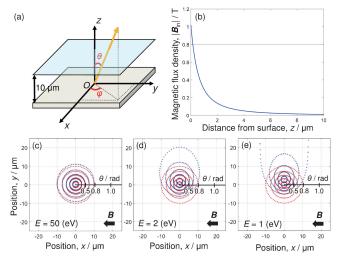


図3 (a) 2 次電子の射出角の定義と測定面. (b) 漏洩 磁束密度の絶対値のz 依存性. 射出エネルギーを (c) 50 eV, (d) 2 eV, および(e) 1 eV にした場合の z=10  $\mu$ m 平面に到達した時点における 2 次電子の分布. 赤点は磁界無し, 青点は磁界有りの場合の結果を示す. 磁界はx 負方向に印加されている.

た 2 次電子は ILD において検出されない。したがって,これらの結果は,面内方向の漏洩磁界が存在する場合,主に低エネルギー 2 次電子に関して収率が低下することを示唆している。実際に,図 2(f) を見ると任意の方向の磁壁が暗線で現れており,2 次電子収率が低くなっていることが確認できる。

# 4. 強磁性材料の多元的組織解析への展開

ILD を用いた SEM による磁区構造観察の最大のメリット は、簡便さと多様な情報を切り分けて一度に取得できること である.ここでは例として,図 4 (a)の模式図に対応した複 数の方位バリアントを含む CoPt 合金の SEM 観察結果を図 4(b)-(d)に示す. 図 4(b)は ILD を用いて取得した磁区構造 像であり、全Xバリアントの領域にわたって迷路状の磁区 構造が明瞭に観察される. 図4(c)は鏡筒下端に配置された 環状の反射電子検出器で得たチャネリングコントラスト像で あり、バリアント間の結晶方位の違いをよく表している. さ らに、図4(d)はETDで取得した表面起伏像であり、他の 検出器では見られなかったイオンミリングによる起伏を映し 出している. このように、本手法では磁区構造・結晶方位・ 表面起伏などの情報を切り分けて同時に取得することが可能 であり,複雑な強磁性材料の組織解析に有効であると考えら れる. また, エネルギー分散型 X 線分析(EDS)による組成 分析や電子後方散乱回折法(EBSD)による結晶方位解析など の定量分析も同一の SEM 内において実行可能である.

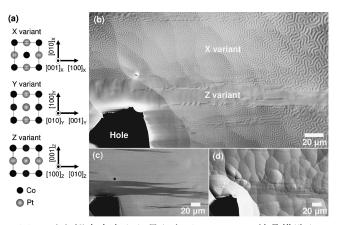


図4 (a) 観察方向から見た各バリアントの結晶構造と 磁化容易軸. (b) ILD で取得した磁区構造像. (c) 環状の反射電子検出器で取得した電子チャネ リングコントラスト像. (d) ETD で取得した表面起伏像. 原論文(で)より一部改変して転載 (licensed under CC BY 4.0:

https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

### 5. ま と め

本稿では、ILDを用いたSEMによる磁区構造観察法について述べた.ILDを用いることで、従来のETDを用いたType I 法よりも明瞭な磁区コントラストを得ることができる。本手法は多様な情報を切り分けて一度に取得できるメリットがある。今後、観察条件の最適化や検出系の改良により、磁区構造を含む多元的組織解析および外場下でのその場観察などへの展開が期待される。

#### 文献

- (1) A. Hubert and R. Schafer: Magnetic Domains, 2nd Edition, Springer, (1998).
- (2)日本磁気学会編:磁気イメージングハンドブック,共立出版,(2010).
- (3)日本顕微鏡学会関東支部編:新·走査電子顕微鏡,共立出版,(2011).
- (4) L. Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd Edition, Springer (1985).
- ( 5 ) G. A. Jones: J. Magn. Magn. Mater.,  $\boldsymbol{8}(1978)$  , 263--285 .
- (6) T. E. Everhart and R. F. M. Thornley: J. Sci. Instrum., 37 (1960), 246.
- (7) H. Akamine, S. Okumura, S. Farjami, Y. Murakami and M. Nishida: Sci. Rep., 6(2016), 37265(1)-37265(8).
- (8) N. I. Vlasova, G. S. Kandaurova and N. N. Schegoleva: J. Magn. Magn. Mater., 222 (2000), 138–158.



赤嶺大志

2016年4月 現職 専門分野:電子顕微鏡,機能性合金

②主に電子顕微鏡を用いた機能性合金の組織解析に従

\*\*\*\*\*\*

108 新進気鋭