



2 軸 360° 回転試料ホルダを用いた 3 次元磁場トモグラフィー

Three-Dimensional Magnetic Field Tomography Using a Dual-Axis 360° Rotation Specimen Holder

常田 り子, 鹿島 秀夫, 原田 研, 岩根 智広,
池田 正樹, 菅原 昭, 高口 雅成
Ruriko Tsuneta, Hideo Kashima, Ken Harada, Tomohiro Iwane,
Masaki Ikeda, Akira Sugawara and Masanari Koguchi

(株)日立製作所中央研究所

要 旨 3次元磁場トモグラフィーの精度向上のためにμビラー用2軸360°回転試料ホルダを開発した。磁場の2成分は2つの回転シリーズ像から各々再構成し、残り1成分はMaxwell方程式を用いて計算する。しかし薄膜用試料ホルダでは投影角度制限のある2成分しか再構成できない。本試料ホルダでは投影角度制限の無い2成分が再構成でき、残り1成分の精度が大幅に向上する。このことを既知の磁場分布を持つ試料で検証した。

キーワード：磁場トモグラフィー、2軸360°回転試料ホルダ、μビラー試料、投影角度制限、電子線ホログラフィー

1. はじめに

磁性材料はモーター、インバータ、発電機、HDDなど、社会インフラのキーデバイスに用いられる重要材料である。機能発現機構解明と高性能化のためのナノ構造制御を進めるために、高分解能かつ高精度な磁性計測が求められる。磁場や磁性を高分解能で観察する技術の1つに、電子線トモグラフィーを応用した磁場トモグラフィーがある。磁場トモグラフィーは1990年代から研究されており、1軸回転シリーズ像から試料外部の漏れ磁場を再構成する方法¹⁾や、2軸回転シリーズ像から試料内外の磁場を再構成する方法^{2~4)}が提案されている。2軸回転シリーズ像を用いる方法では、磁場の2成分は2つの回転シリーズ像から各々再構成し、残り1成分はMaxwell方程式を用いて計算する。ただし従来の薄膜試料用試料ホルダでは投影角度制限の影響のある2成分しか再構成できない。そこで今回、投影角度範囲制限の無い2軸回転シリーズ像が得られる試料ホルダを新たに開発した。

本報では試料内外の磁場を2軸回転シリーズ磁場投影像か

ら再構成する方法を説明した後、開発した試料ホルダを用いて既知の磁場分布を再構成した結果を報告する。そして投影角度範囲±60°の2軸回転シリーズ像から再構成した結果と比較し、2軸360°回転シリーズ像撮影の効果を検証する。

2. 実験方法

2.1 2軸回転シリーズ像を用いた磁場トモグラフィー

一般的な電子線トモグラフィーでは試料の電子線散乱乱能、すなわち組成情報を再構成する。組成情報はスカラー量であるのに対し、磁場はベクトル場である点が大きな違いである。ここではスカラー量の投影とベクトル場の投影の違いを述べた後、2軸回転シリーズ投影像を用いた磁場の再構成について説明する。

まず、装置に固定した座標系をXYZ、試料に固定した座標系をxyzとする。電子線入射方向をZ方向、試料ホルダの回転軸をY方向に設定する。スカラー量の場合、試料中のある画素(Voxel)の強度 $I(x,y,z)$ はどの方向から投影しても同じ強度 I で投影される(図1(a))。一方ベクトル場の場合、投影方向によって投影強度が変化する。ここで、試料のy方向を装置のY方向と平行に設定する。回転軸と直交する $B_x(x,y,z)$ と $B_z(x,y,z)$ は、試料を回転させると入射電子線とベクトル成分とのなす角が変化し、回転角度 θ に応じた強度 $B_x \cdot \cos\theta - B_z \cdot \sin\theta$ で投影される(図1(c))。 B_x と B_z が混在した投影強度しか得られないので、y軸回りの回転シリーズ像の逆投影で B_x や B_z を再構成することはできない。一方、回転軸と平行な $B_y(x,y,z)$ は、試料を回転させても入射電子線と直交するので同じ強度 B_y で投影される(図1(b))。すなわち、y軸回りの回転シリーズ投影像の逆投影で再構成できるのは B_y のみである。

そこで2軸回転機構を用い、y軸回りの回転シリーズ投影像から B_y を、x軸回りの回転シリーズ投影像から B_x を再構成し、残りの B_z は磁場の特性であるMaxwell方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて B_x と B_y から計算するという方法が提案されていた³⁾。しかしTEM/STEMで一般に用いられる薄膜試料を用いた場合、 B_x と B_y には投影角度制限によるアーティファクト、すなわち $\text{div}\mathbf{B} = 0$ とならない成分が混入するため、 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて B_z を計算することが非常に困難であった。そこで我々は、次節で示す試料ホルダを開発した。

2.2 磁場トモグラフィー用試料ホルダ

ここでは以前に開発した1軸360°回転試料ホルダ⁶⁾を説明した後、今回磁場トモグラフィー用に開発した2軸360°

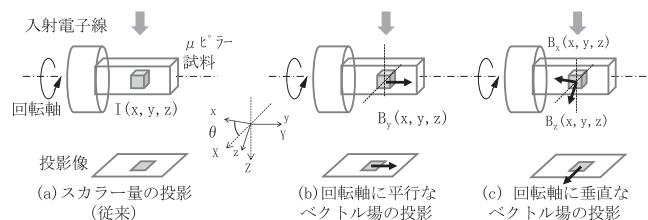


図1 スカラー量の投影とベクトル場の投影

〒350-0395 埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地
2013年9月3日受付

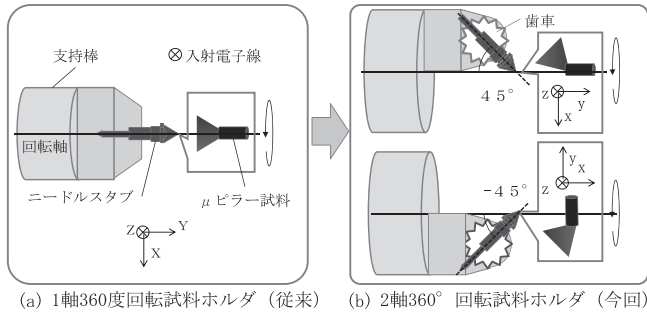


図2 試料ホルダ先端部の基本構造

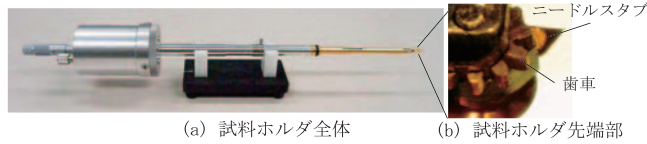


図3 試料ホルダの外観写真

回転試料ホルダを説明する。

投影角度制限によるアーティファクトの無い再構成像を得るために、FIBで試料を μ ピラー状に加工することを考案し、それを観察するための1軸360度回転試料ホルダを開発した⁶⁾。その基本構成を図2(a)に示す。 μ ピラー加工試料を取り付けたニードルスタブを支持棒先端に装着し、支持棒をY軸回りに360°回転させて投影像を撮影する。今回の試料ホルダ(図2(b))では、先端部にY軸と直交する軸回りに回転する歯車を設け、この歯車にニードルスタブを装着する。ここでは簡単のために、点線で示したニードルスタブ長軸と μ ピラーy軸のなす角を45°にして説明する。歯車を回転させてニードルスタブ長軸と支持棒の回転軸(Y軸)のなす角を45°に設定すると、 μ ピラーy軸が支持棒の回転軸と平行になる。この状態で支持棒を回転させると μ ピラーy軸回りの回転シリーズ像が得られる。ニードルスタブ長軸と支持棒の回転軸(Y軸)のなす角を-45°に設定すると、 μ ピラーx軸が支持棒の回転軸と平行になる。この状態で支持棒を回転させると μ ピラーx軸回りの回転シリーズ像が得られ、2軸回転シリーズ像となる。図3に開発した試料ホルダの外観写真を示す。歯車にニードルスタブ差し込み治具が装着されており、これにニードルスタブを差し込んで使用する。

2.3 観察試料と撮影条件

今回、既知の磁場分布を持つ試料として、Si熱酸化ウエハ上に成膜された $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ をFIB(日立ハイテクノロジーズ製FB-2100)にて直径 ~ 90 nmの μ ピラーに加工した試料を用いた。加工試料のSTEM像を図4(a)に示す。FeCoの下にFIB加工にて非磁性層(W)を作成することで、図4(c)に示すような、棒磁石による磁場分布が形成される。棒磁石上部のzx断面では、磁場成分 B_x は上下対称な分布、磁場成分 B_y はy軸回りに回転対称な分布を示し、磁場成分 B_z は磁場成分 B_x をy軸回りに90°回転させた分布となると想定される。

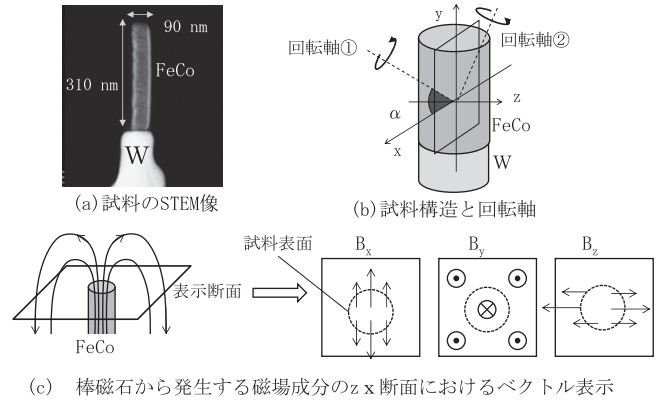


図4 観察試料

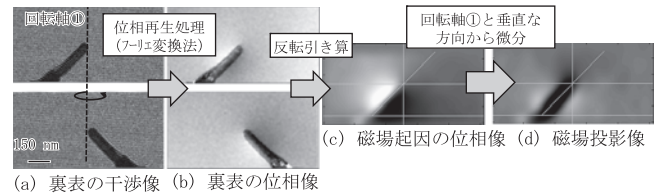


図5 表裏の干渉像から計算された磁場投影像

この試料の、図4(b)に示す回転軸①及び②まわりの回転シリーズ像を撮影する。回転軸①と回転軸②はxy平面で互いに直交する方向に設定した。歯車を回転させて試料の回転軸①を支持棒の回転軸Yと平行に設定し、回転シリーズ像①を撮影する。本棒磁石では微細な磁場分布を形成しないことを事前に確認し、角度ステップは10°とし、0°から350°まで撮影した。回転シリーズ像①を撮影した後、歯車を回転させて試料の回転軸②を支持棒の回転軸Yと平行に設定し、回転シリーズ像②を撮影する。回転シリーズ像は、2段電子線バイプリズム干渉光学系⁷⁾を搭載した300 kV冷陰極電界放出形透過電子顕微鏡(日立ハイテクノロジーズ製H-9000FE)で回転シリーズ干渉像として撮影した。

3. 結果と考察

3.1 2軸360°回転シリーズ像を用いた磁場再構成

ここでは2つの360°回転シリーズ像から磁場分布を再構成した結果を報告する。

まず、回転軸①と平行な磁場成分 B_1 を再構成する。回転シリーズ干渉像を μ ピラーの頂点、すなわち μ ピラー上面の左右中心が画像の中心になるようにアライメントした後、各干渉像から各磁場投影像を計算した。図5に磁場投影像の計算例を示す。まず、投影角度 θ の干渉像(図5(a))からフーリエ変換法で位相像(図5(b))を計算した。計算された位相像には電位による位相変化と磁場による位相変化が混在しているので、投影角度 $\theta + 180^\circ$ の位相像を反転し、投影角度 θ の位相像から引き算することで、電位による位相成分を除き、磁場起因の位相像(図5(c))を作成した³⁾。磁場起因の位相像を回転軸①と直交する成分で微分すること

で、回転軸①と平行な磁場成分 B_1 の磁場投影像 (図 5 (d)) が得られる²⁾。こうして計算された磁場成分 B_1 の回転シリーズ磁場投影像①を逆投影することで、磁場成分 B_1 の 3 次元分布を再構成した。

同じ手順で回転軸②と平行な磁場成分 B_2 の 3 次元分布を再構成し、次式を用いて磁場成分 B_1 と磁場成分 B_2 から μ ピラー試料の x 軸方向の磁場成分 B_x と y 方向の磁場成分 B_y に座標変換した。

$$\begin{bmatrix} B_x \\ B_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\alpha & -\sin\alpha \\ \sin\alpha & \cos\alpha \end{bmatrix} \begin{bmatrix} B_1 \\ B_2 \end{bmatrix} \quad (1)$$

角度 α は x 軸と回転軸①のなす角を示す (図 4 (a) 参照)。この計算を全ての xy 断面について行い、磁場成分 B_x と B_y の 3 次元分布を計算した。

次に、磁場成分 B_x と B_y から Maxwell 方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて磁場成分 B_z を計算した。各 xy 断面において B_x を x 微分して dB_x/dx を、 B_y を y 微分して dB_y/dy を計算し、 $dB_z/dz = -dB_x/dx - dB_y/dy$ の 3 次元分布を計算した。この dB_z/dz を z 積算して B_z を求めた。この計算は各 zx 断面について行った。図 6 に μ ピラー上部の zx 断面における計算結果を示す。図 6 (a) は回転シリーズ像から計算された磁場成分 B_x と B_y であり、図 6 (b) は磁場成分 B_x と B_y から Maxwell 方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて計算された磁場成分 B_z である。磁場成分 B_x は上下対称な、磁場成分 B_y は y 軸回りに回転対称な分布になっており、棒磁石から発生する磁場分布 (図 4 (c) 参照) とほぼ一致していることが分かる。磁場成分 B_x と B_y から Maxwell 方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて計算された磁場成分 B_z も左右対称な分布になっており、棒磁石から発生する磁場分布とほぼ一致していることが分かる。

3.2 投影角度制限のある 2 軸回転シリーズ像を用いた磁場再構成

ここでは薄膜試料を用いた時の一般的な投影角度範囲である $\pm 60^\circ$ の 2 軸回転シリーズ像から再構成した結果と比較し、2 軸 360° 回転シリーズ像撮影の効果を検証する。

図 6 で使用した 2 軸 360° 回転シリーズ像から投影角度範囲 $\pm 60^\circ$ の画像を抽出し、前節と同じ手順で再構成した。図 7 に μ ピラー上部の zx 断面 (図 6 と同じ断面) の計算結果を示す。回転シリーズ像から再構成される磁場成分 B_1 、 B_2 には、矢印で示す様な、投影角度制限による放射状のアーティファクトが観察され、 B_1 と B_2 を座標変換して計算され

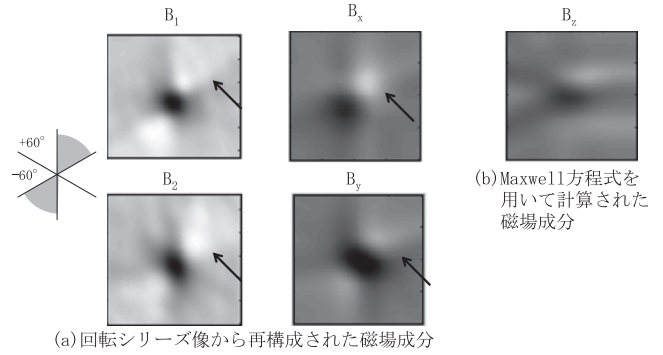


図 7 投影角度範囲 $\pm 60^\circ$ の 2 軸回転シリーズ像から計算された磁場成分の zx 断面表示

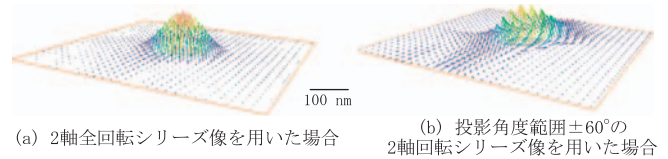


図 8 磁場分布計算結果のベクトル表示

る B_x 、 B_y にも類似の放射状のアーティファクトが観察される。座標変換ではエラーの増幅はほとんど発生せず、投影角度制限によるアーティファクトがそのまま反映されている。次に、 B_x と B_y から Maxwell 方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて計算された B_z をみると、想定される磁場分布、すなわち図 6 (b) の B_z とは異なる磁場分布になることが分かる。投影角度制限によるアーティファクトが微分・積分で増幅されている。投影角度制限によるアーティファクトを含む磁場成分 B_x と B_y から Maxwell 方程式 $\text{div}\mathbf{B} = 0$ を用いて B_z を計算することは非常に困難であることが分かる。

図 8 に 2 軸 360° 回転シリーズ像から計算された磁場分布と、投影角度範囲 $\pm 60^\circ$ の 2 軸回転シリーズ像から計算された磁場分布のベクトル表示を示す。2 軸 360° 回転シリーズ像から計算された磁場分布では想定される磁場分布とほぼ同じ分布になるが、投影角度範囲 $\pm 60^\circ$ の 2 軸回転シリーズ像から計算された磁場分布では想定される磁場分布とは異なっていることが明確である。

4. まとめ

試料内外の磁場の再構成精度を向上させるために μ ピラー試料用 2 軸 360° 回転試料ホルダを開発した。本試料ホルダを用いることで、投影角度制限の無い 2 成分が再構成でき、残り 1 成分の精度が大幅に向上することを、既知の磁場分布を持つ試料で実証した。なお、 μ ピラー加工試料を用いることの欠点として、再構成領域が非常に狭くなる点があげられる。 μ ピラー直径の大きい試料も観察できるよう、加速電圧 1 MV 以上の超高圧透過電子顕微鏡による撮影が望まれる。

文 献

- 1) Shinada, H., Fukuhara, S., Seitou, S., Todokoro, H., Otomo, S.,

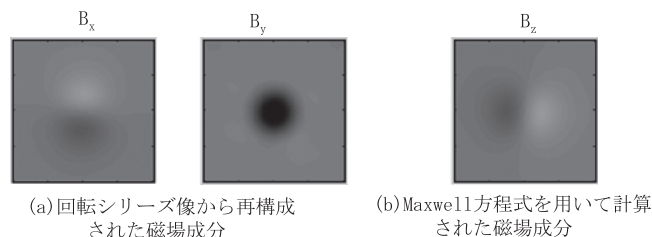


図 6 2 軸全回転シリーズ像から計算された磁場成分の zx 断面表示

- Takano, H. and Shiiki, K.: *IEEE Trans. Magn.*, **28**, 1017–1023 (1992)
- 2) Lai, G., Hirayama, T., Fukuhara, A., Ishizuka, K., Tanji, T. and Tonomura, A.: *J. Appl. Phys.*, **75**, 4593–4598 (1994)
 - 3) Phatak, C., Beleggia, M. and De Graef, M.: *Ultramicroscopy*, **108**, 503–513 (2008)
 - 4) Phatak, C., Humphrey, E., De Graef, M. and Petford-Long, A.K.: *Microsc Microanal*, **15** (Suppl 2), 134–135 (2009)
 - 5) Kawasea, N., Katoa, M., Nishiokab, H. and Jinnai, H.: *Ultramicroscopy*, **107**, 8–15 (2007)
 - 6) Koguchi, M., Kakibayashi, H., Tsuneta, R., Yamaoka, M., Niino, T., Tanaka, N., Kase, K. and Iwaki, M.: *J. Electron. Microscopy*, Vol.50, No.3, 235–241 (2001)
 - 7) Harada, K., Tonomura, A., Togawa, Y., Akashi, T. and Matsuda, T.: *Appl. Phys. Lett.*, **84**, 3229–3231 (2004)