

Lorentz 顕微鏡法

Lorentz Microscopy

原 田 研

Ken Harada

日立製作所 研究開発グループ

要 旨 磁性体の磁気構造観察は、電子レンズの発する磁場が磁気構造に強く影響してしまうことなどから電子顕微鏡にとって扱いやすい対象ではなく、磁気シールドレンズなどを備えた一部の電子顕微鏡（Lorentz 顕微鏡）でのみ実施されることが多かった。しかし、最近、特別な装置を備えない汎用型の透過型電子顕微鏡においても Foucault 像観察が可能となる工夫がなされたり、小角回折法が見直されるなど、磁気構造観察法にも新しい展開が芽生え始めている。本稿では透過型電子顕微鏡を用いた磁性体の観察法として、Lorentz 顕微鏡法をその原理と、最近開発された手法を中心に紹介する。

キーワード：Lorentz 顕微鏡法、Fresnel 法、Foucault 法、磁性体、磁壁、磁区

1. はじめに

Lorentz 顕微鏡法^{1~4)}は、透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope (TEM)）を用いた一般的な磁性観察手法であり、電子線が磁性体を透過する間に受けるローレンツ（Lorentz）力による偏向を可視化する点を特徴としている。さらに、今日では磁場による偏向にとどまらず、電場による偏向も含め回折効果以外の偏向を可視化する手法として発展しており、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope (SEM)）を用いた反射法⁵⁾、走査透過型電子顕微鏡（Scanning Transmission Electron Microscope (STEM)）を用いた位相差コントラスト法（Differential Phase Contrast (DPC)）⁶⁾など、装置の特徴を活かした複数の手法が開発されている。また、電子線ホログラフィー⁷⁾や Coherent Foucault 法⁸⁾、強度輸送方程式（Transport Intensity Equation (TIE)）に基づく方法⁹⁾も、磁性観察が可能な透過型電子顕微鏡技法として発展している。

透過型電子顕微鏡を用いた磁性観察法には、(i)高い倍率、高い空間分解能で磁区、磁壁が直接観察できる、(ii)磁性体中の欠陥、不純物などが観察できる、(iii)磁場変化、温度変化など外部環境の変化の影響を動的に観察できる、などの特徴がある。そして、これらの特徴を1つの装置で実現できるところも特徴のひとつであり利点である。しかし、これら利点を享受するためには、さまざまな技術や工夫が必要となる。本稿では筆者が開発に携わっている新しい Lorentz 法を中心に、いくつかの応用結果についても紹介する。

2. Lorentz 顕微鏡法の主な観察手法

2.1 材料中の均一な電磁場による偏向

運動する荷電粒子（電荷： q 、速度： v ）が均一な電磁場（電場： E 、磁束密度： B ）から受ける力はローレンツ力 F であり、一般に式 (1) で表わされる。

$$F = q(E + v \times B) \quad (1)$$

誘電体あるいは磁性体などの材料中を透過する間に電子が受ける偏向作用も、均一な電磁場中での荷電粒子の運動と同様に取り扱うことが可能で、誘電体中では電場の方向への放物線運動、磁性体中では磁束の方向を軸とした円運動と考えればよい。例えば、厚さ t で磁束密度 B が均一な磁性体では、電子線が受ける偏向角度 θ_B は式 (2) で表わされる。

$$\theta_B = \frac{eBt}{m_e v} = \frac{e}{\sqrt{2m_e}} \frac{Bt}{\sqrt{V_0}} = \frac{e}{h} B \lambda t \quad (2)$$

ここで e は電子の電荷、 h は Planck 定数、 m_e は電子の質量、 V_0 は加速電圧、 λ は電子線の波長である。

式 (2) より、加速電圧が増すほど電子線が受ける偏向角度は小さくなるが、電子を波と捉えたときの波長も小さくなっているため、電子波の位相変化量は加速電圧には依存しない。

磁性体観察においては、電子光学機器が発生させる磁場が、磁気特性に影響を与えないよう配慮する必要がある。具体的には、①静電型レンズを用いる²⁾、②対物レンズをオフにする¹⁰⁾、③試料を空間磁場が十分に弱い位置に配置する（長焦点弱励磁レンズを用いる）¹¹⁾、④磁気シールドレンズを用いる^{12,13)} など、試料を磁場に浸漬させない工夫が採られているが、これらには透過型電子顕微鏡が得意とする高分解能観察

と両立しない装置構成を必要とする。

式 (2) に基づき電子線の受ける偏向角度 θ_B を見積ると、例えば、膜厚 100 nm のコバルト (Co) 薄膜を加速電圧 300 kV の電子線で観察する場合、 $\theta_B = 0.8 \times 10^{-4}$ rad となり Bragg 角よりも 2 桁も小さい。このように、試料を磁場中に浸漬させないで小さな偏向角度を受けた電子線分布を如何に可視化するかが、透過型電子顕微鏡の磁性観察光学系に共通する課題であり、これまでにいろいろな観察手法が考案されている。以下に主な手法を紹介する。

2.2 Fresnel 法

図 1 に Lorentz 法の 1 つである Fresnel 法で磁性材料を観察する際の光学系と、各々の Fresnel 像を例示する。180° 反転磁区構造を有する均一な厚さの磁性材料を試料とし、平行入射した電子線が、図面上左右に同じ角度ずつ偏向を受ける様子を示している。偏向を受けた電子線は試料下方に十分な距離だけ伝播すると、投影面 (図中赤色の一点鎖線で示した対物レンズの物面) 上において磁壁に該当する位置で互いに重なりあう状況と、逆に互いに離れる状況が発生する。この投影面上での電子線の粗密を結像するのが Fresnel 法である。磁壁を構成する磁区の方位に依存してコントラストが反転する。この投影面については、試料の下側 (図 1 (a): オーバーフォーカス (過焦点) 条件) の場合と、上側 (図 1 (b): アンダーフォーカス (不足焦点) 条件) の両方の場合が構築可能であり、フォーカスの過不足が反転すると、図 1 (a), (b) に示すごとく磁壁のコントラストも反転する。Fresnel 像における磁壁のコントラストの大きさは、デフォーカス量と電子線が受ける偏向の大きさに依存し、強磁性材料などで電子線が大きく偏向される場合には数百 nm 程度のデフォーカス量で十分なコントラストが得られるが、小さな偏向しか与えない観察対象の場合には、数百 nm ものデフォーカス量が必要となる場合もある。

Fresnel 法は、光学系のフォーカスをはずすだけでコントラストが得られるため簡便で、最も多用されている観察手法

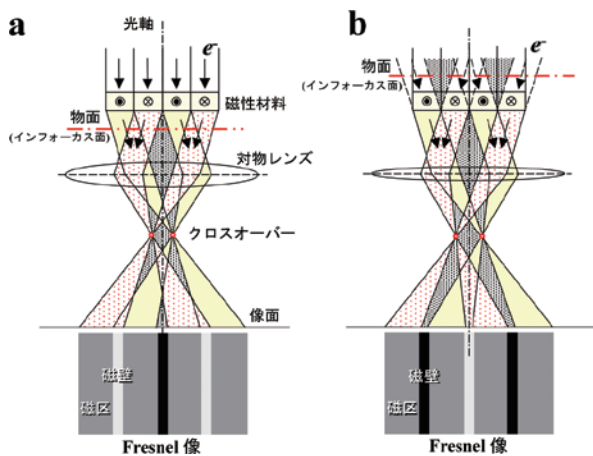


図 1 Fresnel 法の光学系

(a) オーバーフォーカス条件, (b) アンダーフォーカス条件

である。例えば、磁区の核生成¹⁴⁾ や超伝導体中の磁束量子の空間分布の動的観察^{15,16)} などにも用いられている。

2.3 Foucault 法

図 2 は、Foucault 法による磁区構造観察の際の光学系である。図 1 と同様に均一な膜厚の 180° 反転磁区構造を有する試料を透過した電子線は、それぞれの磁区で互いに逆方向に偏向を受け、対物レンズの後焦点面 (厳密には光源の像面) で、偏向角度に応じた位置にクロスオーバー (光源の像) を結ぶ。Foucault 法はこの位置に対物絞り (角度制限絞り) を挿入し、観察したい磁区からの電子線のみを選択し結像させる方法である。例えば図 2 (a) では、紙面表向きに磁化を持つ磁区を透過し紙面右方向に偏向された電子線を選択した例であり、図 2 (b) は逆方向に偏向された電子線を選択した例である。いずれにしても、選択した磁区が明、選択しなかった磁区が暗のコントラストで観察され、図 2 の場合、磁区構造がストライプ状の Foucault 像として可視化される。

Foucault 法ではインフォーカスで試料像が観察されるため高分解能観察が期待されるが、軸非対称に対物絞りを挿入した場合にはコントラストの成因には検討が必要となる、あるいは孔径の小さな対物絞りを使用した場合には得られる空間分解能は回折収差により制限されるなど、必ずしも高分解能は得られない。さらに Foucault 法でのコントラストの成因は、観察しない磁区を透過した電子線の遮蔽によるものであり、『情報の一部を捨てる』ことによって得られている。そのため、例えば、結晶粒界など複数の磁区に渡った対象を観察する場合には、対物絞りを調整し直して逆コントラストの Foucault 像を別途観察するか、対物絞りを光軸から外して通常の電子顕微鏡像を観察しておく必要があった。すなわち複数回の観察が必要で、動的観察や実時間観察などには不適當な観察法であった。しかし、Twin Foucault 法¹⁷⁾ や Lens-less Foucault 法¹⁸⁾ が開発され、これら課題のいくつかは解決されている。これらの手法については後述する。

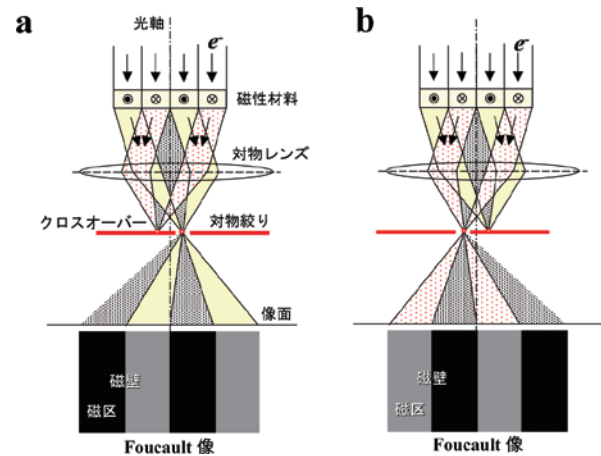


図 2 Foucault 法の光学系

(a) 右偏向電子線による結像, (b) 左偏向電子線による結像

3. 最近の新しい手法とその結果

3.1 Lens-less Foucault 法

3.1.1 Lens-less Foucault 法の光学系

Lens-less Foucault 法¹⁸⁾は、小角電子回折パターン¹⁹⁾の観察と1つの小角回折スポットを結像できる手法であるが、磁気シールドレンズを備えない通常の電子顕微鏡を磁性観察に利用する手法として開発されたため、通常位置(対物レンズポールピース内)に試料を配置するとともに対物レンズをオフにした状態で使用することが前提とされている。図3にその光学系を示す。対物レンズをオフにした状態で、照射光学系により、制限視野絞りの位置とクロスオーバーの位置を一致させる点に特徴がある。この状態では、制限視野絞りの位置が試料にとっての逆空間となり回折パターンが形成される。すなわち、制限視野絞りを対物絞りのごとく角度制限絞りとして利用することが可能となる。

試料のFoucault像を観察する際は、図3(a)に示すごとく対物レンズより下方の結像レンズを弱励磁とし試料の像を結像する。この結像レンズの作用は、試料に対して縮小結像である。そのため、光学系としての最大倍率は1万倍程度となる。

制限視野絞りを角度制限絞りとして電子回折パターン中の適切な位置に配置するためには、大カメラ長で電子回折パターンを観察する必要がある。図3(b)にLens-less Foucault法での回折パターン観察光学系を示す。図3(a)の試料像観察時と比較して、結像レンズを強く励磁し、制限視野絞りを位置を拡大して後段の結像系に伝播する光学系である。試料位置から制限視野絞り位置までの距離が、直接伝播によるカメラ長で、通常の透過型電子顕微鏡でおよそ100~200mmである。このカメラ長を後段の結像系によってさらに拡大し、kmオーダーの大カメラ長を得ることが可能である。

Lens-less Foucault 法¹⁸⁾では、照射光学系を結像作用に用いたため、試料への照射領域の調整自由度が制限される欠点

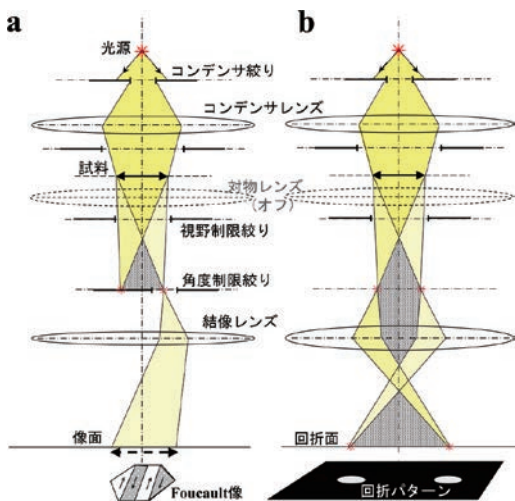


図3 Lens-less Foucault 法の光学系

(a) Foucault 像観察光学系, (b) 小角回折パターン観察光学系

があるが、これにはコンデンサ絞りを照射領域制限絞りとして利用する、あるいは対物絞りを視野制限絞りとして緩用する、などの対策が採られている。

3.1.2 90°/180° 磁区構造の観察

マンガン酸化物 ($\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$ (LSMO))¹⁹⁾の観察例を示す。この元素組成比では室温で磁性が発現されており、結晶の双晶面が磁壁となることが知られている。図4(a)は90°/180°磁区構造のFresnel像、および、図4(b)は(a)の観察領域から得られた小角電子回折パターンである。厳密には、図4(b)は回折パターン(diffraction)ではなく試料内の磁化による偏向を観察した偏向パターン(deflection)である。図4(a)のFresnel像による磁壁の白、黒の線状コントラストの分布、および図4(b)で回折(偏向)スポットが正方形の4つに分離していることから、90°/180°磁区構造であることが確認される。各々の磁区の磁化方向を図4(a)中に矢印で示した。矢印の色は、次の図5の色と対応付けている。

図5に図4(a)と同じ場所を含む広範囲のLens-less Foucault像の観察結果を示す。これは4つの回折(偏向)スポットからそれぞれ4枚のFoucault像を記録した後、色分けして1枚の画像に合成した処理像である。磁化の方向とその磁区(磁化の方位)との関係を色スケールに現わしている。それぞれの回折(偏向)スポットとFoucault像観察時に取り込んだ回折パターンの範囲を挿入図に示す。

図4(b)の回折(偏向)スポット間の直線状のストリークは、

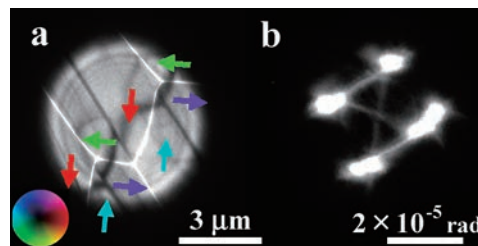


図4 90°/180° 磁区構造の観察結果

(a) Fresnel 像, (b) 小角電子回折パターン

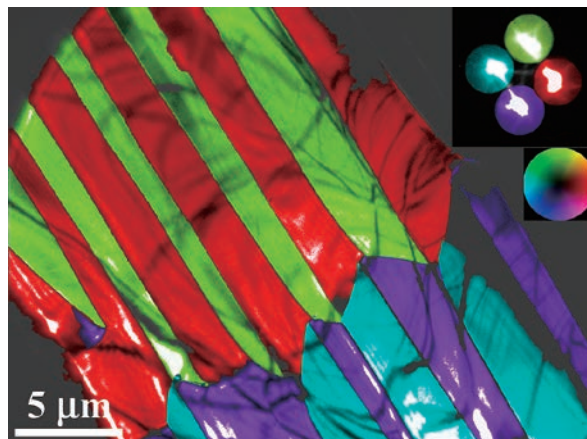


図5 90°/180° 磁区構造の Lens-less Foucault 像

4枚のFoucault像の合成像。(挿入図: 合成回折パターン)

Bloch 磁壁を反映したものである。一方、一部に観察される曲線状のストリークは、試料薄膜面内の磁化の回転を反映したものと考えられ、磁壁の一部が Néel 磁壁に類似の回転構造をとっていることが推定される。また、左上から右下の回折スポット間には明確なストリークが観察されないが、これは該当する磁壁が存在しないことによる。

3.1.3 磁壁の観察

図 6 に $90^\circ/180^\circ$ 磁区構造での Fresnel 像観察結果を示す。試料は前節と同じマンガン酸化物 (LSMO) である。図 6 (b) はインフォーカス像で、図中の黒線は等傾角干渉縞である。等傾角干渉縞の断裂部 (図中右上から左下にかけて 4 本の直線) は、双晶境界である。図 6 (a), (c) は同領域の Fresnel 像で、(a) がアンダーフォーカス像、(c) がオーバーフォーカス像である。図中央部のジグザグ線が 180° 磁壁、左右の水平方向が 90° 磁壁である。 90° 磁壁が双晶境界とほぼ一致していることがわかる。

図 7 に図 6 で観察した $90^\circ/180^\circ$ 磁壁の Foucault 像と小角回折パターンを示す²⁰⁾。図 7 (a) は磁区構造からの偏向スポットを除外して結像した Lens-less Foucault 像で、図 7 (a) 右下に挿入された回折パターンのうち、円で囲まれた領域を取り込んで結像された像である。すなわち、磁壁のみを結像している。図 7 (b) は、回折パターン中央部 (原点) を通るクロスしたストリークのみを選択結像した Foucault 像である。結像に用いたストリークは、光軸 (原点) を通るストリークで

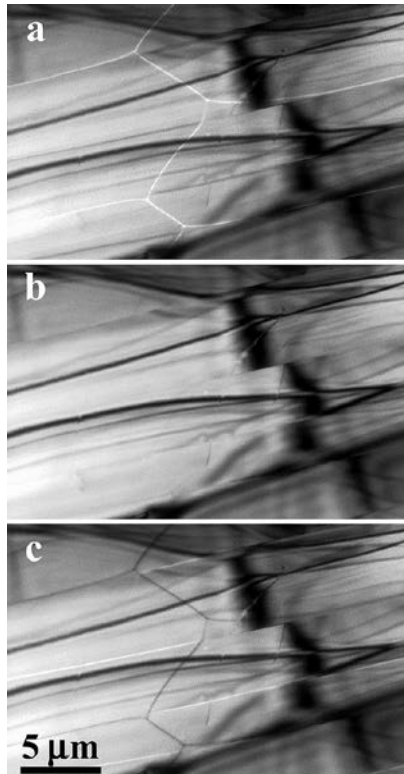


図 6 $90^\circ/180^\circ$ 磁区構造の Fresnel 像

(a) アンダーフォーカス像, (b) インフォーカス像, (c) オーバーフォーカス像

あり、直交する 180° 磁壁による回折パターンである。すなわち、Foucault 像の中央部のジグザグ状の磁壁に対応している。図 7 (c) は右側回折スポットを縦に結ぶストリーク (光軸 (原点) を通らない) による Foucault 像で、図 7 中左側の 90° 磁壁に対応している。同様に図 7 (d) は、左側回折スポットを同じく縦に結ぶストリークによる Foucault 像で、図 7 中右側の 90° 磁壁に対応している。

図 7 の磁壁の Foucault 像と図 6 (a), (b) の Fresnel 像での磁壁の白黒の線状コントラストは形状がよく一致しており、磁壁でも Foucault 像観察が可能であることがわかる。また、 180° 磁壁のジグザグ線の上から 2 つ目の角部は、双晶境界から位置がずれているが、その様子も磁壁の Foucault 像と Fresnel 像共によく一致している。すなわち、Lens-less Foucault 法によれば、磁壁のみを結像することも可能であることがわかる。

このように Lens-less Foucault 法は、Foucault 像と小角回折パターンの両方を観察することが可能だけでなく、狭角

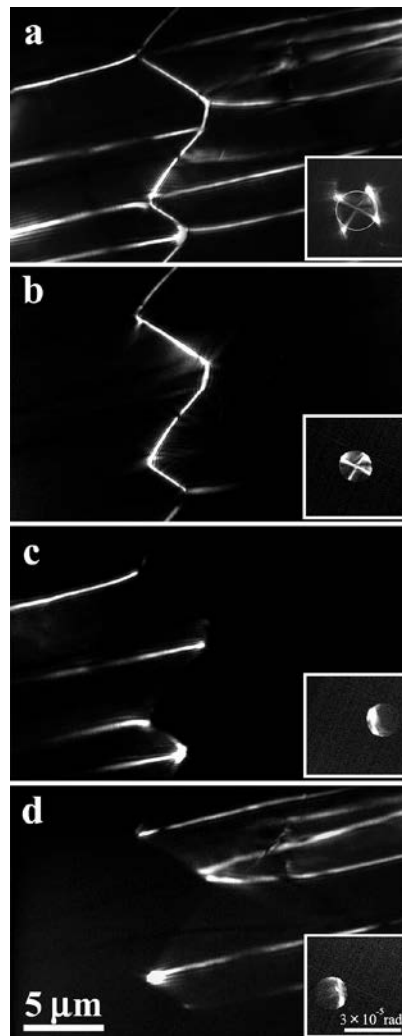


図 7 $90^\circ/180^\circ$ 磁壁の Foucault 像

(a) 全磁壁, (b) 180° 磁壁, (c) 90° 磁壁 (左側) の Foucault 像, (d) 90° 磁壁 (右側). 挿入図はそれぞれの回折パターン

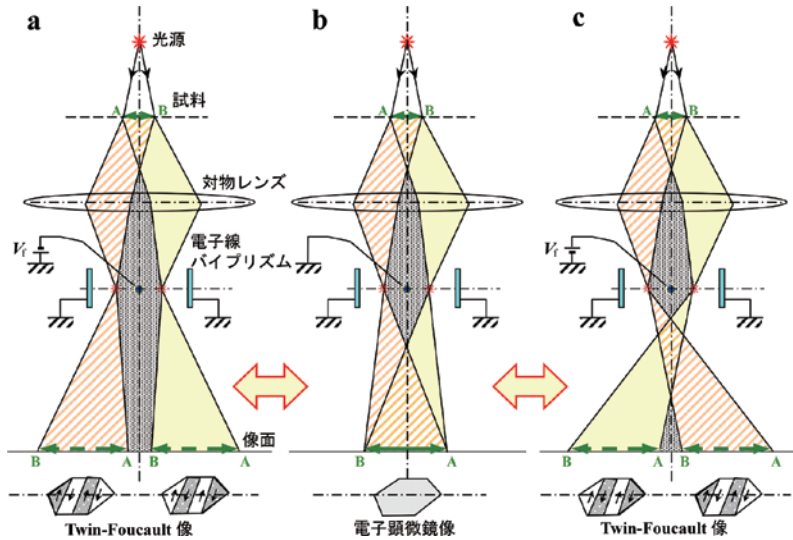


図8 Twin Foucault 法の光学系
(a) $V_f < 0$ V, (b) $V_f = 0$ V, (c) $V_f > 0$ V

度域に限定した偏向電子線の結像により、磁壁の直接観察が可能な光学系である。Fresnel 法では得られない角度と位置の対応関係を像として観察できることが特徴である。

3.2 Twin Foucault 法

Foucault 法でのコントラストの成因は、観察しない磁区を透過した電子線の遮蔽によるが、対物絞りによる既偏向電子線の取舍選択ではなく、電子線バイプリズムを用いた既偏向電子線の過偏向、または不足偏向による分別結像を実施するのが、次に紹介する Twin Foucault 法である¹⁷⁾。

3.2.1 Twin Foucault 法の光学系

図8に Twin Foucault 法の光学系を示す。図では簡略化のため照射光学系、拡大結像系は省略している。光源から放出され、試料の所定の領域を照射した電子線は、試料内の反転磁区構造などにより方向の異なる2つの方位に偏向され、対物レンズの下側に2つの分離された光源の像(クロスオーバー)を結ぶ。そして、クロスオーバーの近傍に配された電子線バイプリズムにより電子線は改めて偏向を受け、それぞれの偏向方向に応じた試料の像を個別に結ぶ。図8(a)は電子線バイプリズムに負の電圧を印加($V_f < 0$ V)し、両クロスオーバーからの電子線が互いに重ならないように偏向(不足偏向)している。一方、図8(c)は電子線バイプリズムに正の電圧を印加($V_f > 0$ V)し、両クロスオーバーからの電子線が像面に伝播・結像するまでに交差を完了する様に偏向(過偏向)を与えている。近軸近似の範囲内では、図8(a)と図8(c)では、得られる2つの像は位置の左右が入れ替わるだけで同じ結果を得る。図8(b)は電子線バイプリズムへの印加電圧をゼロとした場合($V_f = 0$ V)で、通常の電子顕微鏡像もフォーカスを外した Fresnel 像の観察も可能である。

電子線バイプリズムの挿入位置は、両クロスオーバーの間の電子線の陰の空間であればどこでもよい。電子顕微鏡の機械的構成などを勘案して、電子線バイプリズムの設置位置を

定めれば良い。一般に陰の空間サイズは試料像の拡大とともに逆に縮小されていくので、例えば図8に示したように、クロスオーバー近傍が妥当と考えられる。

Twin Foucault 法における電子線バイプリズムは、電子線ホログラフィーなど干渉法とは異なり、2方向の電子線を空間的に分離し、2つの像をそれぞれ個別に結像する目的で使用される。したがって、本観察法は電子線の可干渉性には依存しない。

3.2.2 Twin Foucault 法による 180° 磁区構造の観察

図9に180°反転磁区構造の小角回折パターン(106 K)を示す。試料は先の実験と同種のマンガン酸化物 $\text{La}_{0.825}\text{Sr}_{0.175}\text{MnO}_3$ を用いた。本試料は190 K以下で常磁性から強磁性へ相転移し、強磁性相では180°反転磁区構造をとることが知られている²¹⁾。図9では回折(偏向)スポットがストリークを引きながら2つに分離しており、磁区境界が Bloch 磁壁となっていることがわかる。分離したスポット間の中央部の縦方向の黒い帯が、挿入された電子線バイプリズムのフィラメント電極の像である。

図10は電子線バイプリズムへの印加電圧を変化させたときの試料の像である。それぞれの印加電圧 V_f は、図10(a) -100 V, (b) -50 V, (c) 0 V, (d) +50 V, (e) +100 V である。図10(a), (c), (e) がそれぞれ図8(a), (b), (c) の光学系に対応している。図10(a), (e) の左右の Foucault 像では縦

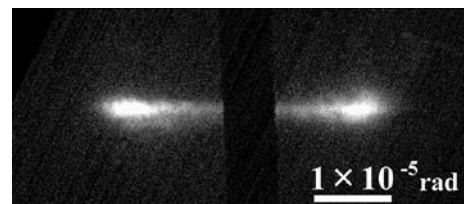


図9 LSMO の 180° 磁区構造の電子回折パターン

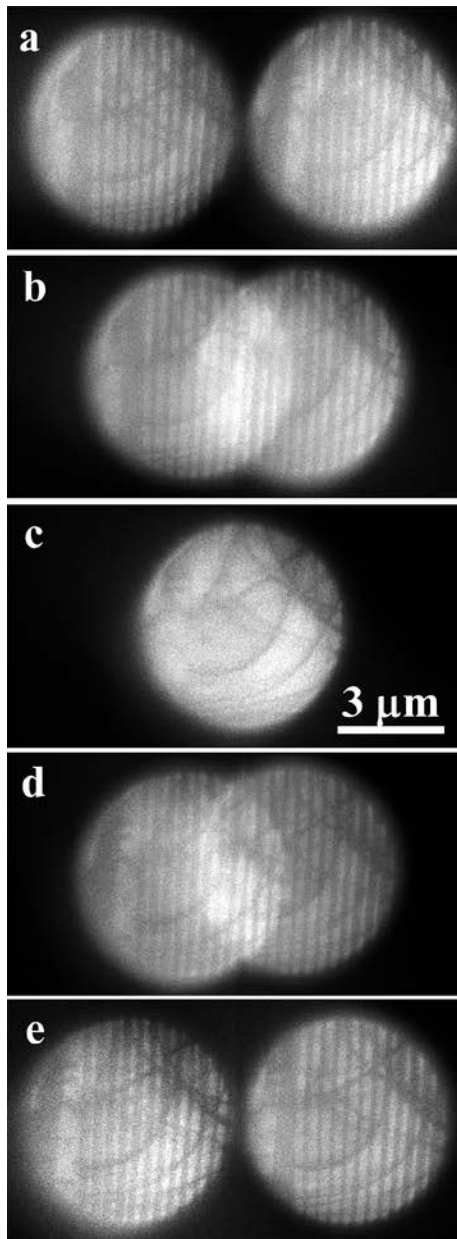


図10 バイプリズム印加電圧 V_f による Foucault 像の変遷
(a) $V_f = -100$ V, (b) -50 V, (c) 0 V, (d) $+50$ V, (e) $+100$ V

方向のストライプ状のコントラストが反転していることから、ストライプが磁区構造によるものであること、図10(c)より曲線状の縞模様が等傾角干渉縞などのコントラストであることがわかる。図10(c)の電子顕微鏡像が、フィラメント電極への電圧の印加に伴って、それぞれの磁区を透過した電子線による Foucault 像に変化していく様子がわかる。2つの Foucault 像を分離するために印加しなければならない電圧 V_f は観察領域の大きさに依存しており、観察したい領域が十分に分離されるだけの電圧を印加できればよい。印加電圧が正負どちらの電圧でもよいことは、図10(a)と(e)で、左右の Foucault 像が入れ替わっているだけであることから明らかである。

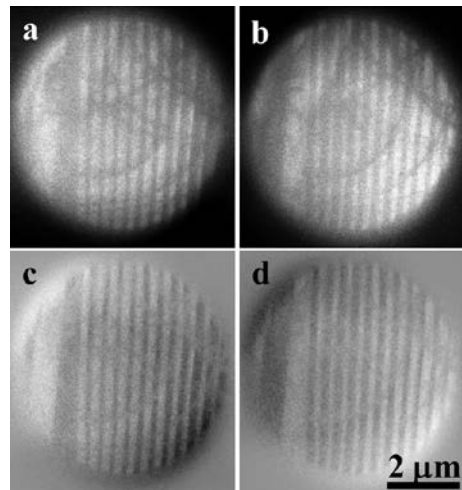


図11 Twin Foucault 像からの磁区構造抽出例
(a) Foucault 像 (図11(a)左), (b) Foucault 像 (図11(a)右),
(c) 減算処理像 (a-b), (d) 減算処理像 (b-a)

図10(a), (e)の左右の Foucault 像は、全く同じ入射電子線による全く同時結像の2枚の画像である。しかも、この2枚の Foucault 像で、電子線の偏向に関しては試料の観察範囲の全情報を網羅できている。したがって従来の Foucault 法では困難であった、視野の全範囲の観察と動的/実時間観察の両立が可能である。このように Twin Foucault 法では、1つの入射電子線により同時結像された、異なる情報を持った対画像を得ることができる。これは新しい概念である。

さらにこの全く同一条件の2枚の画像を減算処理することによって、差分像として磁区コントラストのみの抽出が可能である。図11(a), (b)はそれぞれ図10(a)の左右の Foucault 像である。この2枚の画像間の減算処理を行った。図11(c)は図11(a)から(b)を減算した画像(差分像)、図11(d)は図11(b)から(a)を減算した画像(差分像)である。減算後の画像の強度ゼロが中間調となる様に全体の表示の際の明るさを調整している。図11(c)も(d)も、試料が固有に持つ欠陥や背景の等傾角干渉縞が除去され、磁区によるストライプ状のコントラストのみが強調された画像となっている。図11(c)と(d)とではコントラストが反転していることから、隣り合うストライプ構造が互いに逆向きの磁化を持つ磁区であることがわかる。以上のように、Twin Foucault 法では同一条件で記録された2枚の画像に簡単な処理を施すだけで、目的の磁区構造を低ノイズで高精度に観察することが可能である。

本手法では、差分像だけでなく合算像についても簡単な処理が可能である。図は省略するが、図10(a)の左右の Foucault 像の合算像は図10(c)の電子顕微鏡像とよく一致することを確認している¹⁷⁾。すなわち、本手法では図10(a)または(e)の Twin Foucault 像を1枚のみ記録しておけば、改めて電子顕微鏡像を撮影する必要はない。これは全偏向方向の情報を得ている利点によるもので、実験の効率化だけでなく、同一性・同時性に於いて優れていることを示している。

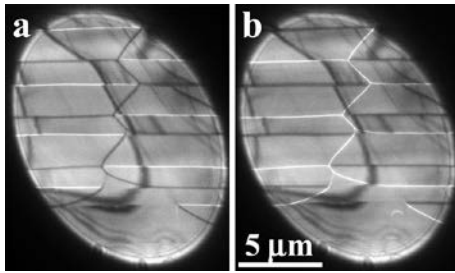


図 12 LSMO の 90°/180° 磁区構造の Fresnel 像
(a) アンダーフォーカス像, (b) オーバーフォーカス像

3.2.3 90°/180° 磁区構造の観察

Twin Foucault 法の別の応用例として、90°/180° 磁区構造の観察結果を紹介する²²⁾。試料は図 5 で紹介したマンガン酸化物 ($\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$ (LSMO))¹⁹⁾ である。

図 12 は、90°/180° 磁区の Fresnel 像である。図 12 (a) がアンダーフォーカス像、(b) がオーバーフォーカス像である。各々の図中横方向の直線が 90° 磁壁であり、図中央部のジグザグの縦線 ((a) 黒線, (b) 白線) が 180° 磁壁である。図の中央部の上下に伸びる緩やかに曲がった黒い帯状のコントラストは等傾角干渉縞であり、90° 磁壁で等傾角干渉縞がずれていることから、90° 磁壁と双晶境界とが一致していることがわかる。

図 13 に Twin Foucault 像と小角電子回折パターン (挿入図) を示す。90°/180° 磁区構造は、互いに直交する 4 方向の磁区から構成されるため、小角電子回折パターンでは 4 つの偏向スポットが得られる。光軸 (回折パターンの中心) を挟んで縦のストリーク (上下のスポット間) が 90° 磁壁、光軸を通りクロスしている弱いストリークが 180° 磁壁に対応する小角回折パターンである。この回折パターンのスポット位置が正方形からわずかにずれているが、これは結像レンズ系の残留歪によるものと推定している。また、回折パターンの左

下スポットが強く励起されているが、これは入射電子線と試料の結晶方位の関係によるものと推定している。

90°/180° 磁区構造は、基本的に 4 つのスポットから成る回折パターンであるため、電子線バイプリズムのフィラメント電極の挿入方向・挿入位置にも複数通りの組み合わせが可能となる。さらに、2 つの電子線バイプリズムを用いることにより、原理的に 4 スポットまで個別に分離観察可能であることを確認している。

図 13 (a) の挿入図は、電子線バイプリズムのフィラメント電極を挿入した回折パターンで、図中水平方向にある黒い帯が、フィラメント電極の像である。図 13 (a) はフィラメント電極に -200 V の電位を印加した時の Twin Foucault 像で、90° 磁壁ごとにコントラストが反転している。

図 13 (b) の挿入図は回折パターン中の 4 つスポットのうち一つだけを分離する様に、フィラメント電極を光軸を軸に約 75° 回転させて挿入した際の回折パターンである。1 つのスポットを分離する関係上、電子線バイプリズムは光軸から少しずらして挿入されている。図 13 (b) は、フィラメント電極への印加電圧 -140 V の時の Twin Foucault 像である。右上の Foucault 像は、該当する 1 つの磁区のみを観察できている。左下の Foucault 像は、3 つの磁区から構成されるため、図 13 (b) では若干のアンダーフォーカスを与えて、3 つの磁区内の磁壁を可視化している。

以上の様に Twin Foucault 法では、全く同一の入射条件で同時に 2 枚の Foucault 像が得られていること、対物絞りを用いないため比較的高い空間分解能で磁区を観察できていること、磁区コントラストのみを可視化できること、電子線バイプリズムへの印加電圧のコントロールだけで光学系を修正することなく、Foucault 像と通常の電子顕微鏡像を得られること、Fresnel 法にも適用できることなど、従来の Lorentz 顕微鏡法には無い利点を有している。

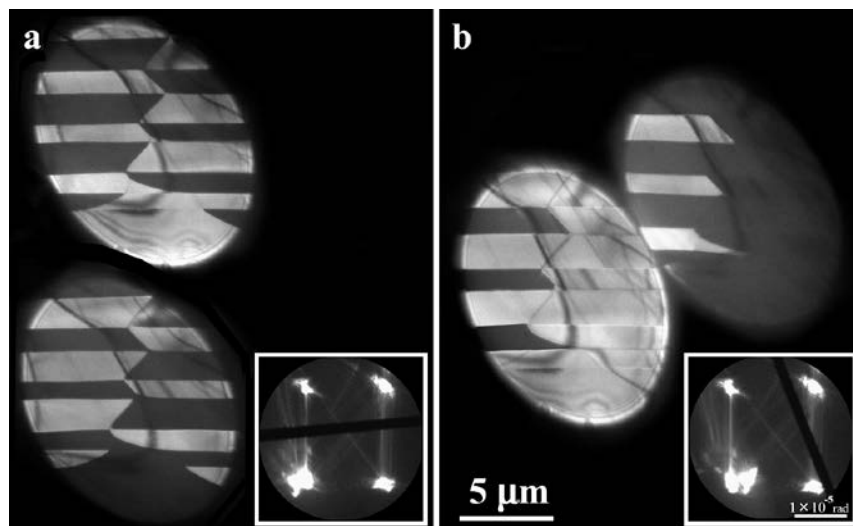


図 13 LSMO の 90°/180° 磁区構造の Twin-Foucault 像
(a) 2 偏向スポットずつ分離, (b) 1 偏向スポットのみ分離

4. おわりに

Lorentz 顕微鏡法は、透過型電子顕微鏡を用いた古い磁性観察技法と考えられている。しかし、小角回折法が見直されていること²³⁾や、本稿で紹介した Foucault 法にも新しい観察手法が開発されていること^{17,18)}、そして急速に発展している走査透過型電子顕微鏡に関する技術(特に検出器関連技術)には磁性観察法への展開が可能なものが少なくないことなど、透過型電子顕微鏡を用いた磁性観察法にも新しい展開が芽生え始めている。一般に新しい技術は、観察対象や観察手法に新しい世界を拓いてくれる。今後、Lorentz 法にも飛躍的な技術進歩が期待される。

謝 辞

本研究で使用したマンガン酸化物 (LSMO) 試料は、大阪府立大学の森茂生先生にご提供いただきました。感謝申し上げます。

文 献

1) Hale, M.E. *et al.*: *J. Appl. Phys.*, **30**, 789 (1959)

2) Fuller, H.W. and Hale, M.E.: *J. Appl. Phys.*, **31**, 1699 (1960)
3) Chapman, J.N.: *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **17**, 623 (1984)
4) 原田 研 : 電子顕微鏡, **35**, 62 (2000)
5) Ikuta, T. and Shimizu, R.: *Phys. Stat. Sol.*, **23**, 605 (1974)
6) Chapman, J.N. *et al.*: *Ultramicroscopy*, **3**, 203 (1978)
7) Tonomura, A.: *Electron Holography*, 2nd ed., Springer, Heidelberg, Germany (1999)
8) Chapman, J.N. *et al.*: *J. Appl. Phys.*, **76**, 5349 (1994)
9) Ishizuka, K. and Allman, B.: *J. Electron Microsc.*, **54**, 191 (2005)
10) Matsuda, T. *et al.*: *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 2519 (1989)
11) Dooly, J. and De Graef, M.: *Ultramicroscopy*, **67**, 113 (1997)
12) Shirota, K. *et al.*: *J. Electron Microsc.*, **25**, 303 (1976)
13) Hirayama, T. *et al.*: *Appl. Phys. Lett.*, **63**, 418 (1993)
14) Murakami, Y. *et al.*: *Nature Nanotech.*, **5**, 37 (2010)
15) Harada, K. *et al.*: *Nature*, **360**, 51 (1992)
16) Harada, K.: *Microscopy*, **62**(S1), S03 (2013)
17) Harada, K.: *App. Phys. Lett.*, **100**, 061901 (2012)
18) Taniguchi, Y. *et al.*: *App. Phys. Lett.*, **101**, 093101 (2012)
19) Mori, S. *et al.*: *J. Electron Microsc.*, **54**(S1) i65 (2005)
20) Taniguchi, Y. *et al.*: *Microsc. Microanal.*, **21**, 282 (2014)
21) 森 茂生 : 電子顕微鏡, **37**, 56 (2002)
22) 原田 研 : *J. Vac. Soc. Jpn.* (真空学会誌), **57**, 348 (2014)
23) Takayanagi, K. *et al.*: *J. Electron Microsc.*, **61**, 401 (2012)