

局所磁化方向検出可能なカー効果顕微鏡の開発と空間磁場検出への応用

Development of Kerr Effect Microscope with Detection of Local Magnetization Direction and Its Application to Spatial Magnetic Field Detection

目黒 栄, 齊藤 伸

Sakae Meguro and Shin Saito

ネオアーク株式会社, 東北大学大学院工学研究科

要旨 一括撮像式カー効果顕微鏡は磁気カー効果による偏光変化を光強度変化に変換して磁性体の磁区を観察する装置である。その特長として、非接触・非侵襲、高磁場印加可能、動的磁化過程解析可能、広範な磁区寸法に対応可能という点が挙げられ、磁性体研究者に広く用いられている。カー効果顕微鏡の高性能化は、偏光の微小変化を空間的・時間的にいかに高分解能かつ高コントラストに検出するかという点に注力し進められてきた。また、高性能化の進展により高品位磁区像の取得が可能になったことから磁区観察のみならず、磁区内局所磁化方向の2次元および3次元検出への取り組みも行われてきた。本報ではこれらの観察技術を概説するとともに、顕微鏡拡大光学系を応用展開したセンチメートル寸法磁区の縮小光学系技術による観察や、磁気転写膜の磁気光学効果を用いた空間磁場イメージングの試みについても紹介する。

キーワード：磁気カー効果、磁区観察、磁化方向検出、プローバ、空間磁場検出

1. はじめに

近年、地球温暖化や資源・エネルギー問題により、総発電量の50%以上を消費するモーターや電力伝送に利用されている変圧器等のエネルギー関連デバイスの高効率化が急務となっている。また、情報通信技術の発展によるビッグデータの流通、高画質動画データ配信の普及等によりHDDやMRAMに代表される磁気ストレージデバイスの高記録密度化・低消費電力化の要求が高まっている。これらの磁気デバイスの特性向上には、デバイス内各場所での磁気特性がその性能を左右することから、磁性体の分域構造である磁区構造の観察や磁区内での磁化方向検出による磁化過程解析が非常に有効な分析手段である。解析の対象となる磁区サイズはデバイスによって様々であり、cmオーダーからサブ μm 以下と5桁以上の広範な範囲にわたっている。磁区観察手法としては、電子ビームを用いるローレンツTEM¹⁾やスピニングSEM²⁾、X線を用いるX-PEEM³⁾、磁気探針を用いるMFM⁴⁾、磁性コロイドの凝集を光学顕微鏡で観察するピッター法⁵⁾等が知られている。これらの手法に対し磁気光学効果のひとつである磁気カー効果（以下、カー効果と表記）を用いたカー効果顕微鏡は、非接触・非侵襲でありかつ、高磁場印加および様々な磁区寸法に対応可能という利点を有するため高性能化が進

められてきた^{6~9)}。偏光顕微鏡の一種であるカー効果顕微鏡の開発は、磁区サイズに適した光学系を構築しつつ、いかにして偏光の微小変化を空間的・時間的に高分解能かつ高コントラストに検出するかという技術探究に他ならない。本報ではカー効果の原理について触れた後、直線偏光を乱さない照明光学系および微小偏光変化を高感度に検出する技術を紹介するとともに、cm寸法の広視野磁区観察や空間磁場のイメージングへの応用展開についても紹介する。

2. カー効果を用いた磁区観察

カー効果は磁性体に光を入射すると反射光の強度や偏光が磁化の向きに応じて変化する現象であり、1876年にスコットランドの物理学者J. Kerrによって発見された。ここではカー効果を利用して磁区観察が可能となる原理について概説する。

2.1 カー効果の種類

カー効果は入射光に対する磁性体の磁化方向の組み合わせによって図1に示すように三種類に分類できる^{10,11)}。(a)縦カー効果：磁性体に直線偏光を入射角 ϕ ($\phi > 0$)で入射した場合に入射光の進行方向面内成分と同じ方向の面内磁化 M_x により反射光の偏光回転 θ_x や楕円化が生じる現象。(b)極カー効果：磁性体に光が入射した場合に面直方向を向いている磁化 M_z により反射光の偏光回転 θ_z や楕円化が生じる現象。(c)横カー効果：磁性体に直線偏光を入射角 ϕ ($\phi > 0$)で入射した場合に入射光の進行方向と直交する方向の面内磁化 M_y により反射率 R_y が変化する現象。これらのうち(c)の横カー効果は反射率変化が小さいため、面内磁化による磁

〒192-0015 東京都八王子市中野町2062-21

TEL: 042-627-7211; FAX: 042-627-7673

E-mail: meguro@neoark.co.jp

2017年8月30日受付, 2017年11月7日受理

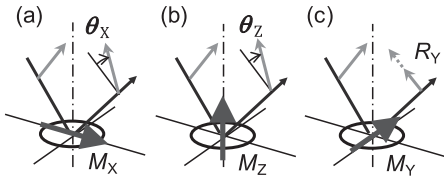


図1 カー効果の種類. (a) 縦カー効果, (b) 極カー効果, (c) 横カー効果.

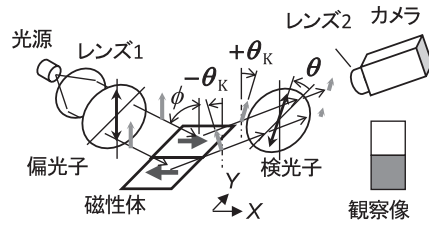


図2 縦カー効果による磁区観察の原理.

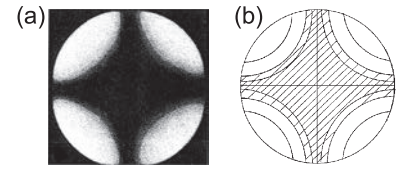


図3 対物レンズのコノスコープ像¹³⁾. (a) 観察画像, (b) 計算値.

区構造の観察には縦カー効果が、面直磁化による磁区構造の観察には極カー効果が用いられる。

2.2 磁区コントラストの発現原理

図2に縦カー効果による面内磁区観察の原理図を示す。+X方向および-X方向を向いた磁化を持つ磁区に直線偏光を入射した場合、それぞれからの反射光の偏光は縦カー効果により $+\theta_K$ および $-\theta_K$ 回転する。ここに入射偏光に対し消光点から θ_K よりもわずかに大きい角度 θ だけ回転させた検光子を挿入する。+X方向磁化/-X方向磁化を持つ磁区からの反射光は、それぞれ光が透過する/透過しない方向に偏光が回転しているため、検光子を通して観察すると磁化方向により明るさの異なる磁区像が観察される。この時 θ_K は入射角 ϕ の正弦に比例するため、 ϕ を大きくすることが磁区像のコントラストを大きくすることにつながる。一般に縦カー効果では磁化方向と光の進行方向とを一致させることができないため、 θ_K は数十~数百ミリ度と非常に小さい。これが面内磁区観察には偏光特性の良い光学系と微小偏光変化の高感度な検出が必須となる理由である。以下では、縦カー効果顕微鏡の高性能化について焦点を絞り紹介する。

3. カー効果顕微鏡による μm 寸法磁区の観察技術^{7~10,12)}

カー効果顕微鏡は、集光した光スポットからのカー効果を二次元マッピングする走査型と均一照明した視野からのカー効果像を一度に撮影する一括撮像型に分類される¹²⁾。ここでは迅速・簡便に磁区観察が可能である一括撮像型の観察技術について紹介する。

3.1 偏光顕微鏡の光学設計概念

前述したようにカー効果顕微鏡は磁性体試料での反射の際の偏光変化を画像として得る光学顕微鏡であるから、偏光顕微鏡の一種に分類される。したがって偏光像の品位を決める対物レンズの偏光特性は、カー効果顕微鏡の光学設計の際にもっとも考慮すべき素子特性である。図3に対物レンズの(a)コノスコープ像¹³⁾、すなわち偏光方向を直交させた偏光板の間に対物レンズを挿入し、対物レンズの入射瞳を観察した像と(b)透過像の強度計算の結果を示す。(a)中で白い部分は対物レンズにより偏光状態が変化して光が検光子を透過している部位、黒い部分は偏光変化が無く消光している部位を表している。高消光領域は入射瞳中心から左右方向および上下方向に伸び、アステロイド状の図形の内側に存在することがわかる。一般に顕微鏡対物レンズは曲率の小さい複数のレ

ンズを組み合わせられて構成されているから、対物レンズの全面にわたって直線偏光を通過させる場合、レンズ面の入射位置によって入射面および入射角が異なる。したがって入射面に平行なP偏光と垂直なS偏光の成分比やそれらの透過率が入射位置に依存して異なることとなる。このことが対物レンズの透過部位に依存した偏光の回転および楕円化をもたらし、検光子通過後の消光比のムラになるのである。

3.2 照明光学系

視野内で同一磁化方向を有する磁区内各所のカー効果による偏光回転角を等しくするためには入射角 ϕ を等しくしなければならない。すなわち観察視野内全域を一定入射角で照明する必要がある。そこで、ケーラー照明法を応用して一定入射角照明を実現する方法が考案されている(図4)⁶⁾。図4(a)に示した一般的なケーラー照明法では、光源の像を対物レンズの像側焦点位置に結像させ、光源の各点から発する光がすべて試料に平行に照射されることにより均一な照明を実現している。一方で試料上の一点から見れば、これは対物レンズ全面から様々な入射角の照明を受けることと等価である。特に逆方向の照明光によるカー効果による偏光回転角は逆向きであり検出光の強度変化を相殺するから避けなければならない。図4(b)は考案された照明法であり、光源からの光を平行に試料に照射するケーラー照明法の原理を活用しつつ、開口絞りを小さくすることにより対物レンズ像側焦点位置の光源像を極小化し、点光源に近づけることで、視野内全域における可能な限り同一な入射角での照明を実現している。

対物レンズへの入射光の落射には、全反射により直線偏光を保持したまま光路を90度折り返すことが可能なペレーク

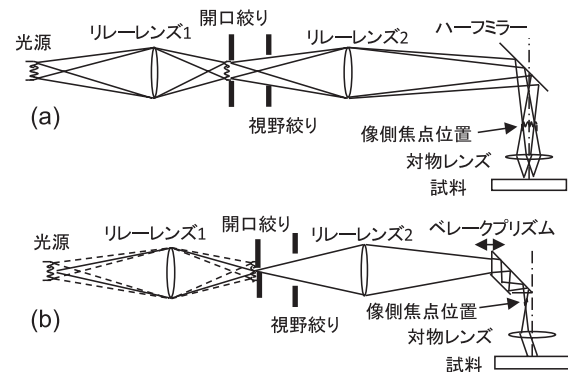


図4 照明光学系の光路図。(a) 一般的なケーラー照明, (b) Kerr 顕微鏡における均一入射角照明.

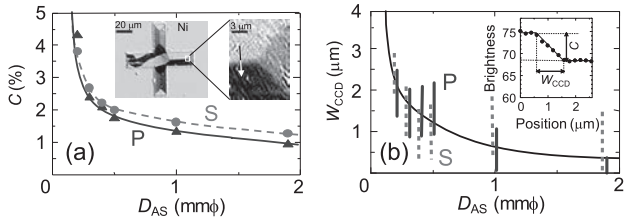


図5 コントラストおよび空間分解能の開口絞り径 D_{AS} 依存性⁸⁾. (a) コントラスト, (b) 空間分解能.

プリズム¹³⁾が用いられている. 実際の装置では, ベレークプリズムを入射光の光軸方向に移動させる機構を設けることにより, 入射瞳径の異なる様々な倍率の対物レンズに対しても最適入射位置による照明を可能としている. 図5に, 最適な開口絞り径 D_{AS} を探るため, D_{AS} に対する(a)コントラスト C および(b)空間分解能 W_{CCD} の関係を測定した結果を示す. ここで C は磁化が逆方向を向いている磁区間の輝度差, W_{CCD} はそれらの磁区間の輝度遷移幅である. 磁区観察で最も重要な C は D_{AS} を0.3 mm以下に縮小することで急激に向上していることがわかる. 実用に際しては, D_{AS} はコントラストと空間分解能とのバランスが良い条件(例えば $D_{AS} = 0.3$ mm)に設定されている.

3.3 結像光学系

高いコントラストの磁区像を得るためには高い消光比の偏光光学系を構築する必要がある. 特に結像光学系には検光子として高透過率かつ高消光比特性を具備する複屈折プリズム製偏光素子を用いることが近道であり, グラントムソンプリズム等が用いられる. 一般に複屈折プリズム製偏光素子は光路長が長いので, 光学系内への配置には結像特性に対する配慮が必要である. また消光特性を担保するためには, 偏光素子への入射角を一定とすることも重要である. そこで結像光学系には, 対物レンズ-結像レンズ間が平行光となる無限遠補正光学系を採用し, 平行光路部に検光子を配置している.

3.4 画像取得法

2.2項で述べたようにカー効果顕微鏡における磁区間の輝度差は極めて小さく, 表面形状や傷, 汚れ等による部位毎の輝度差に埋もれてしまう場合がある. そこで磁区像を得る際には, 磁化の向きに依存しない輝度差情報を極力排除して磁区情報を強調するため, 試料全体の磁化が一方向に揃っている磁化飽和像と観察像との差分像を取得する飽和像差分法が適用されている(図6)¹⁴⁾. 図6(a)はゼロ磁場下での観察像, (b)は600 Oeを図中左向きに印加して得た飽和像, (c)は(a)と(b)の差分像である. 尚差分像は, 本稿印刷時に明暗の差が明瞭に表示されるように, 差分情報を輝度調整して示した.(a)の観察画像では判別できない三種類の明るさの磁区が存在が(c)の差分像では明瞭に判別可能となっている.

3.5 磁場印加時の観察技術

カー効果顕微鏡では磁場印加観察が可能であるが, 磁場印加に付随して画像の平均輝度が増加したり, 差分像の輝度分散が増加したりするといった問題が生じることが知られてお

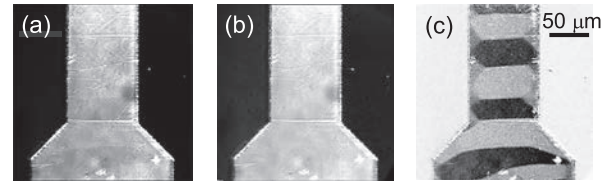


図6 NiFe 薄膜パターンの飽和像差分法による磁区観察結果. (a) 無磁界時の観察像, (b) 飽和磁界印加画像, (c) 差分像.

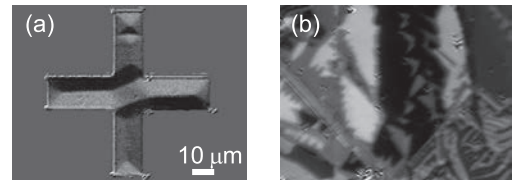


図7 Kerr 顕微鏡による磁区観察例. (a) NiFe 薄膜パターン, (b) 方向性電磁鋼板.

り, 対策が必要である. まず平均輝度の増加に関しては, 磁場印加機構からの漏洩磁場による対物レンズでのファラデー回転に起因している¹⁵⁾. この解決には対物レンズでの回転角を補償するためにファラデーセルにより逆方向の回転角を与えて磁区観察への影響を排除する. 尚, この漏洩磁場起因のファラデー回転は, 磁場印加機構として空芯コイルを用いる場合は試料への印加磁場に比例するが, 鉄芯入りの電磁石を用いる場合には鉄芯の飽和現象により試料への印加磁場とは非線形になることに注意を要する. 次に差分像の輝度分散の増加については, 電荷結合素子(CCD)カメラの画素ごとの感度特性および視野内各所の照明光量の相違が要因であり, 画像の位置ずれ補正後に行う差分法により異なる画素の輝度の差をとることで顕在化してしまうことが判明している. 解決のために, 遮光状態を撮像したダークフレーム(Dark flame: DF)画像および均一反射率試料を撮像したフラットフレーム(Flat flame: FF)画像を用いて, 画素ごとの輝度-アナログ・デジタル変換値特性を均一にする手法(DF/FF補正法)が考案されている¹⁶⁾. このようにして高性能化したカー効果顕微鏡を用いたゼロ磁場状態における磁区観察例を図7に示す. 図7(a)はパターン化されたNiFe薄膜の, (b)は表面を研磨した無方向性電磁鋼板の磁区像である.(b)の右下では幅1 μm程度の磁区が観察できておりμmオーダーの空間分解能による高コントラスト磁区像が得られていることがわかる.

3.6 磁化方向検出法

カー効果顕微鏡では磁区構造のみならず磁区内の局所的な磁化方向も検出可能である. まず, 磁化が面直成分を持たず面内のみ配向している場合の二次元磁化方向検出については, 図8に示すようにテレセントリック光学系を応用し, 直交するXおよびYの2方向から観察することによって実現される^{7~9,17)}. 磁化のX成分およびY成分はそれぞれの方向における+および一方向の飽和像の輝度を用いて導出する. 図9にX方向の印加磁場を増減した場合のNiFe薄膜円形パターンの磁区構造および磁化方向変化の観察結果を示す⁷⁾.

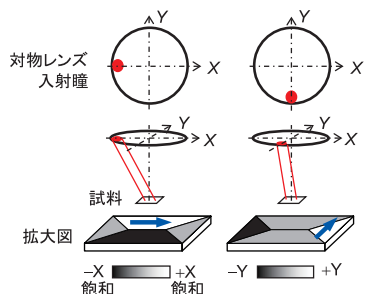


図8 二次元磁化方向検出の原理⁷⁾.

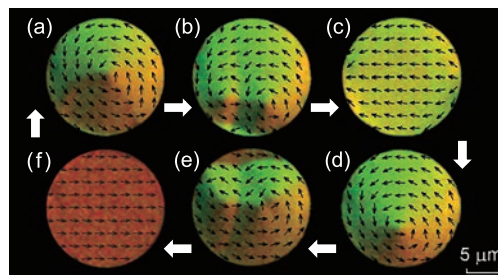


図9 NiFe 薄膜円形パターンの磁化方向検出例⁷⁾. 印加磁界 (a) 0, (b) -15, (c) -100, (d) -15, (e) +15, (f) +100 Oe.

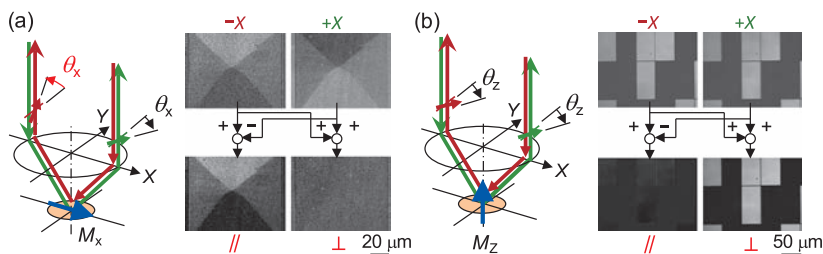


図10 面内/面直磁化成分の分離結果¹⁸⁾. (a) 面内磁化膜 (NiFe 薄膜), (b) 面直磁化膜 (GdFeCo 薄膜) の観察および演算画像.

図9 (a) のゼロ磁場および (d) の +15 Oe 磁場印加下では、ボルテックスと呼ばれる磁化が環流した磁区構造が観測されており、磁場印加によって複数の磁区が現れ ((b), (e)), さらに磁場を大きくすると磁場印加方向に磁化が飽和した単磁区状態となること ((c), (f)) がわかる. 次に、三次元の磁化方向検出について原理を説明する (図10). 図3 (a), (b) で述べたように斜め入射カー効果では縦カー効果と極カー効果が発現するため、磁化が面内と面直の間方向を向いている場合これらの効果が重畳してしまう. 各成分を分離検出するためには工夫が必要となる. 例えば、逆方向から斜め入射を行った場合、図10に示すように面内磁化ではカー回転が反転し面直磁化では反転しない. この性質を利用すれば、順方向/逆方向の斜め入射により得られる2枚の差分像をさらに減算および加算処理すれば、磁化の面内成分画像と面直成分画像とを分離できることがわかる (図10). これを面内の直交方向にも拡張すれば3次元の磁化検出が可能となる¹⁸⁾.

3.7 時間分解観察法

一括撮像型のカー効果顕微鏡はストロボ法を用いることにより、動的な磁区観察に容易に展開できる. すなわちイメージインテンシファイア (I.I.) のゲートシャッターやパルス光源を、繰り返し現れる磁区像のタイミングに同期させて CCD カメラに複数回結像させることにより、CCD カメラの一般的な撮像速度 (毎秒 30 フレーム程度) を圧倒的に超える高速磁化過程の検出が可能となる. 原理的にはゲート時間 0.2 ナノ秒の I.I. やパルス幅数百フェムト秒のパルスレーザを用いることで、サブナノ秒以下の時間分解観察が可能である. 図11はベクトル磁区観察装置に I.I. を組み合わせ、ゲー

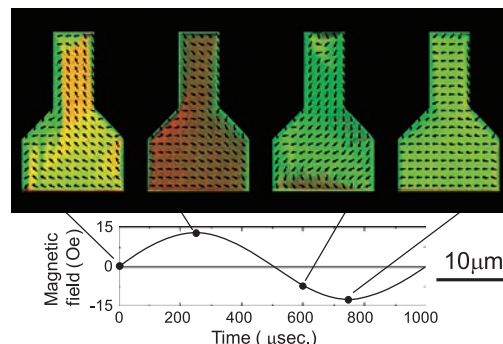


図11 NiFe 薄膜パターンの時間分解磁区観察結果⁸⁾.

ト機能を利用して周波数 1 kHz, 26 Oe_{pp} の交流磁場を紙面左右方向に印加した際の NiFe 薄膜楔パターン磁区構造を観察した例である¹⁹⁾. このように実用デバイスが想定されている場合には、実働周波数での磁区構造観察も可能である.

4. カー効果顕微鏡技術の応用

4.1 プロローバ装置との組み合わせによる磁化過程解析

電流および電圧によって磁化反転や磁化の歳差運動を誘起する近年のスピンロニクスデバイスの開発では、プロローバ装置を用いてナノドットおよび細線状に加工した薄膜磁性体試料への電気信号の入出力が行われている. しかしながら、一般にプロローバ装置により得られる局所領域からの電気信号は信号雑音比が低く、得られた信号が真に試料の磁化応答に由来するのか判断が困難である. そこでプロローバと磁区観察および磁化過程解析機能とを組み合わせることを想定したカー効果顕微鏡ユニットが開発されている. このユニットでは光源には白色 LED を、偏光素子には偏光板を採用し、装置の小型・軽量化を図っている. 図12にプロローバ装置に本ユニットを組み込んだ一例を示す²⁰⁾. プロローバ装置の機能を損なうことなく磁区観察を可能としている.

4.2 縮小光学系による広視野磁区観察と空間磁場イメージングの試み

エネルギー関連デバイスに実用されるアモルファス箔帯や珪素鋼板においては、磁区サイズが cm オーダーと大きい場合があり、顕微鏡の拡大光学系では磁区が視野内に取まらない. そこで拡大光学系で確立した磁区観察技術を縮小光学系に応用し、長焦点レンズとメニスカスレンズとを組み合わせ

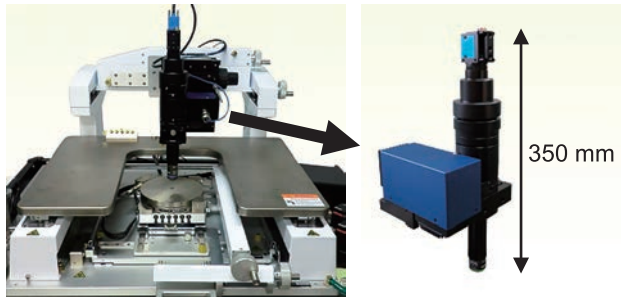


図 12 プローパー装置設置状態の小型磁区観察装置。

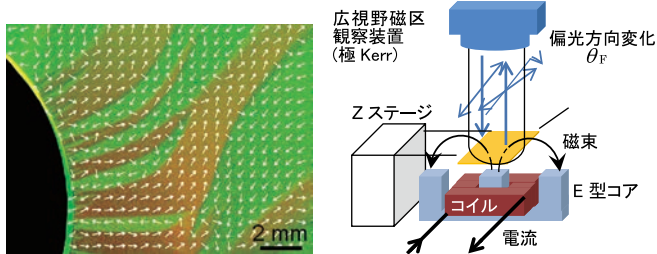


図 13 FeCoTaZr 薄膜の広視野磁区観察装置による磁区像²¹⁾。

図 14 磁気転写膜を用いた空間磁場検出の原理²²⁾。

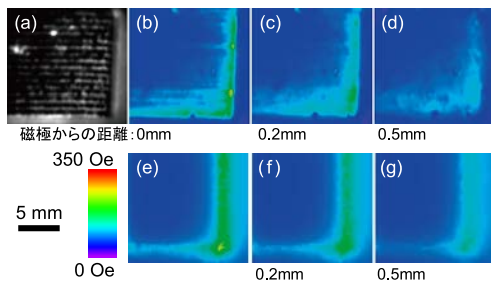


図 15 磁気転写膜を用いた空間磁場検出結果²²⁾。(a) 表面観察像, (b)~(d) 測定結果, (e)~(g) シミュレーション結果。

て各種収差を低減した対物レンズを用いることにより、視野内全域での合焦および低歪み性能を確保した広視野磁区観察装置が開発されている¹⁷⁾。図 13 にガラスディスク基板上に成膜した FeTaN 軟磁性薄膜の観察例を示す²¹⁾。1.0 × 1.4 cm の広い観察視野に亘って磁区観察ができており、加えて同一磁区内の局所磁化方向も検出できていることがわかる。

ここまでは磁性材料の磁区観察技術を述べてきた。磁性材料は磁場に対して特有の応答を示す。それでは磁場のイメージングは、磁場と線形な応答を示す磁性体試料を準備して試料の局所磁化方向を一括撮像により検出すれば実現できるのではないだろうか？このような着想から磁気転写膜を用いた空間磁場のイメージングを試みた。図 14 に広視野磁区観察技術を適用した空間磁場イメージングの原理図を示す²²⁾。磁気転写膜の各所では、E 型コアからの漏洩磁場の空間分布に応じて偏光の回転が生じる。これをこれまで述べてきた評価技術により観察するのである。図 15 に励磁状態の E 型コア端面付近の空間磁場分布観察結果 (b-d) およびシミュレ-

ーション結果 (e-g) を示す²²⁾。実際の磁場分布は絶対値を含めてシミュレーション結果と良い一致を示しており、着想の妥当性を示している。磁場に対する偏光回転角の大きさは磁気転写膜の材料に依存するため、計測する磁場の大きさによって適切な転写膜を選定することにより分解能やダイナミックレンジの確保が可能となる。また、ストロボ法の導入により時間分解観察も可能である²³⁾。

おわりに

一括撮像型カー効果顕微鏡について、高明暗比化・高空間分解能化・高時間分解能化を図る観察技術を概説した。また、応用として他の装置に組み込み可能な小型・軽量の磁区観察ユニット、縮小光学系による cm サイズの広視野磁区観察、磁気転写膜を用いた空間磁場イメージングについても紹介した。紙面の都合で詳細は割愛したが、輝度情報を用いた局所領域の磁気履歴曲線の検出⁷⁾、偏光顕微鏡としての装置性能の評価方法の提案²⁴⁾も行われている。これらのカー効果顕微鏡にて確立している技術が、今後の磁性材料研究・磁性デバイス開発の一助となれば幸いである。

文 献

- 1) Hale, M.E., et al.: *J. Appl. Phys.*, **30**, 789–790 (1959)
- 2) Koike, K., et al.: *Appl. Phys. Lett.*, **45**, 585–586 (1984)
- 3) Stohr, J., et al.: *Science*, **259**, 658–661 (1993)
- 4) Martin, Y., et al.: *Appl. Phys. Lett.*, **50**, 1455–1457 (1987)
- 5) Bitter, F.: *Phys. Rev.*, **38**, 1903–1905 (1931)
- 6) 目黒 栄, 他: 第 28 回日本応用磁気学会学術講演会概要集, 24aF-9 (2004)
- 7) 斉藤 伸, 他: 日本応用磁気学会 第 155 回研究会資料, 1–6 (2007)
- 8) 目黒 栄, 他: 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-13, 124–130 (2013)
- 9) 目黒 栄, 他: 日本磁気学会 第 204 回研究会/第 27 回日本磁気学会光機能磁性デバイス・材料専門研究会資料, 9–12 (2015)
- 10) Hubert, A., et al.: *Magnetic Domains*, Springer-Verlag, Berlin, (1998)
- 11) 佐藤勝昭: 光と磁気 (改訂版), 朝倉書店, 東京, (2001)
- 12) 赤羽浩一, 他: 日本応用磁気学会誌, **29**, No. 8, 779–784 (2005)
- 13) Pillar, H.: *Microscope photometry*, Springer-Verlag, Berlin, (1977)
- 14) Shirai, K., et al.: *J. Appl. Phys.*, **53**, 11, 8380–8382 (1982)
- 15) 目黒 栄, 他: 第 37 回日本磁気学会学術講演会概要集, 3pF-3 (2013)
- 16) 目黒 栄, 他: 第 29 回日本応用磁気学会学術講演会概要集, 22pB-5 (2005)
- 17) Meguro, S., et al.: *AIP Adv.*, **6**, No. 5, 056504 (2016)
- 18) Meguro, S., et al.: *J. J. Appl. Phys.*, **55**, No. 7S3, 07MF04 (2016)
- 19) 目黒 栄, 他: 第 32 回日本磁気学会学術講演会概要集, 14p1PS-90 (E) (2008)
- 20) 小田切雄介, 他: まぐね, **12**, No. 4, 197 (2017)
- 21) 目黒 栄, 他: 信学技報, MR2010-16 (2010-7), 25–28 (2010)
- 22) Meguro, S., et al.: 2nd ICAUMS, 2pPS-105 (2012)
- 23) Meguro, S., et al.: MORIS2013, Tu-03-04 (2013)
- 24) 目黒 栄, 他: 第 30 回日本応用磁気学会学術講演会概要集, 11pB-2 (2006)