

# 小型 Mott スピン分析器の SP-SEM への応用

## An Application of the Small Mott Spin Analyzer to the SP-SEM

倉岡義孝\*・末岡和久\*<sup>†</sup>・岩田達夫\*\*・武笠幸一\*<sup>††</sup>・相原龍三\*\*\*・早川和延\*\*\*\*<sup>††</sup>

\*北海道大学工学部, 札幌市北区北 13 条西 8 丁目 (☎060-8628)

\*\*北海道東海大学・\*\*\* (株) エイコー・エンジニアリング

\*\*\*\*北海道大学触媒化学研究センター

Y. Kuraoka,\* K. Sueoka,\*<sup>†</sup> T. Iwata,\*\* K. Mukasa,\*<sup>††</sup> R. Aihara,\*\*\* and K. Hayakawa\*\*\*\*<sup>††</sup>

\*Faculty of Engineering, Hokkaido Univ., Nishi 8-chome, Kita 13-jo, Kita-ku, Sapporo 060-8628

\*\*Hokkaido Tokai Univ., \*\*\*Eiko Engineering Co., Ltd., and \*\*\*\*CRC, Hokkaido Univ.

A spin-polarized scanning electron microscope (SP-SEM) with a retarding-type Mott analyzer was developed. For SP-SEM applications, we improved the figure of merit of the polarimeter, which had been developed in our laboratory, and employed a newly designed secondary electron collector. To avoid the magnetic stray field generated by the magnetic objective lens, a magnetic shield whose shape was designed by means of the finite element method was attached to the lens. Using the SP-SEM system, we observed spin-dependent SEM images of the domain structure of a single Fe crystal (001) surface, and typically observed spin polarization of secondary electrons of about  $\pm 14\%$ .

**Key words:** SP-SEM, electron spin polarization, Mott analyzer, magnetic shield, effective Sherman function

### 1. はじめに

ハードディスクに代表される磁気記録技術は高密度化・高速化の一途をたどっており, 20 Gbit/inch<sup>2</sup> の記録密度を達成するためにさまざまな記録媒体の開発や記録方式の研究が進められている。また媒体の磁気記録状態の評価, 磁気ヘッドに用いられる磁性体薄膜の磁区構造の観察は超高密度磁気記録技術開発には必要不可欠であり, そのための高分解能磁気構造計測技術開発が急務の課題となっている。そのために磁気力顕微鏡, ビッター SEM 法, 電子線トモグラフィ法, 電子線ホログラフィー顕微鏡, 走査型カー効果顕微鏡, スピン走査型電子顕微鏡 (Spin-polarized scanning electron microscope: SP-SEM) などが研究されている<sup>1)</sup>。著者らは磁気構造を原子分解能で観察可能なスピン偏極走査型トンネル顕微鏡 (Spin-polarized scanning tunneling microscope: SP-STM) 開発のための研究を行っており, これまでにスピンプローブ先端電子状態の評価を電界放射顕微鏡で行うために, 球状加速電極型 Mott 分析器を開発した<sup>2)</sup>。さらに, 装置の小型化と動作加速電圧の高電圧化を図るため, 電極および絶縁構造の検討により 20~60 kV 加速電圧領域で動作する小型 Mott 分析器の開発に成功している<sup>3)</sup>。この分析器は若干の改良を加えることにより SP-SEM への応用が可能である。SP-SEM を開発し, SP-STM と組み

合わせることで SP-STM 観察対象の試料表面の磁気構造評価ができる。記録および再生ヘッドの小型化, 媒体記録状態の高密度化を推進するためには, 高分解能の磁区観察装置の開発が必要であり, 著者らが開発した小型 Mott 分析器が SP-SEM へ応用可能であることを検証することは重要である。

本研究では, 小型 Mott 分析器を改良し新たに作製した 2 次電子コレクタと組み合わせ SP-SEM への応用を試みた。試作した SP-SEM により Fe 単結晶 (001) 表面の観察を行ったところ, スピン像が得られた。

### 2. SP-SEM の構造

本研究で試作した SP-SEM の基本構成図を Fig. 1 に示す。SP-SEM の設計に当たっては, 1 次電子照射系, 2 次電子収集系, 2 次電子分析系に分けて検討した。

1 次電子照射系には (株) エイコー・エンジニアリング製電子銃 FE-3000 を使用し, 2 次電子分析系にはこれまでに開発した小型 Mott 分析器を改良したものを利用した。1 次電子照射系と 2 次電子収集分析系の光軸は最小で 45° になるようにし, 67.5°, 90° の角度にも設定できるように 2 次電子収集分析系の取り付けポートを設けた。また, 試料室は内面をニッケルメッキした超高真空用鉄製のチャンバを用い磁気遮蔽をした。試料室には SEM 像観察用のシンチレータと試料表面エッチング用 Ar<sup>+</sup> スパッタイオン銃を取り付けてある。

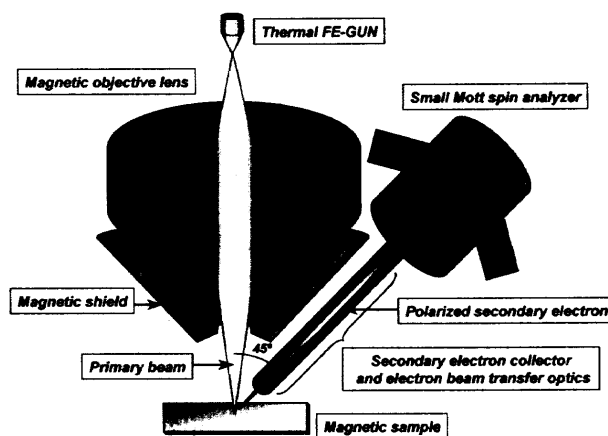


Fig. 1 Schematic illustration of magnetic observation using the SP-SEM.

<sup>†</sup> 科技団 さきがけ研究 21 (PRESTO, JST)

<sup>††</sup> 戦略的基礎研究 (CREST, JST)

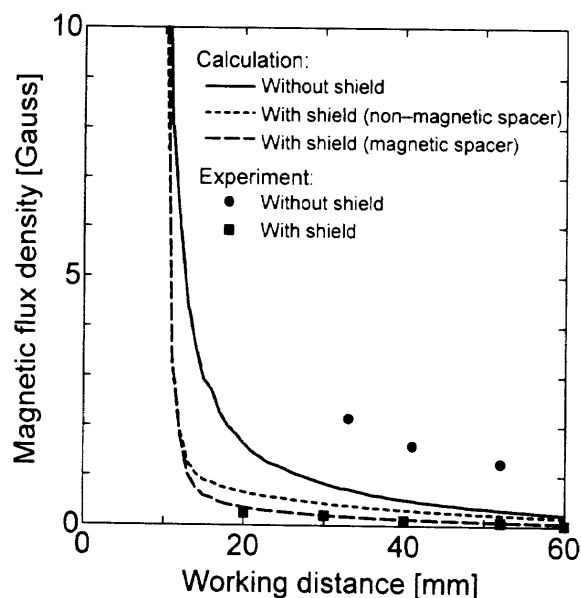


Fig. 2 Leakage magnetic flux density measured along the primary beam axis as a function of the working distance. The solid line, dotted line and dashed line show the results of numerical calculation without shield, with shield and a non-magnetic spacer, and with shield and a magnetic spacer, respectively. Filled circles show experimental values without shield, while filled squares show experimental values with shield. In latter case, the values with the non-magnetic spacer and with the magnetic spacer are the same.

## 2.1 1次電子照射系

スピン像取得時間はスピン分析器の装置性能指数 (figure of merit) と2次電子の電流量に依存する。そのため1次電子の電流量は多い方が良く、本装置では高分解能にて大電流が得られる ZrO/W ショットキー障壁型熱電界放射電子銃を使用した。また、対物レンズには静電型のものに比べ大きな電流が得られる磁界型レンズを採用した。加速電圧 30 kV、動作距離 (Working distance: WD) 40 mm で試料上のスポット径 15 nm, 1次電子電流量 1 nA が得られる。

しかし、磁界型対物レンズを用いると漏洩磁場による試料磁化状態への影響、2次電子のスピンベクトルの回転が懸念される。WD を長くすると漏洩磁場の影響は小さくなるが、分解能が悪くなる。本研究では磁気シールドを設置し、短いWDでも漏洩磁場が小さくなるようにした。シールド効果については有限要素法によるシミュレーションを行った。Fig. 2 に計算結果および測定結果を示す。対物レンズとパーマロイ製磁気シールドを非磁性スペーサで接続することにより、WD=40 mm での漏洩磁場を地磁気 (0.3 Gauss) 程度に抑えられ、さらにスペーサに磁性体を使用することによりシールド効果が大きくなることがわかった。計算によると磁性体スペーサを使用すると WD=20 mm 程度でも地磁気程度の漏洩磁場に抑えることができる。実際の電子銃について光軸上の磁束密度を測定したところ、シールドなしでは WD=40 mm で 1.5 Gauss 程度漏洩磁場があるのに対し、非磁性スペーサのシールドを用いると 0.2 Gauss まで減少した。実験値と計算値に隔たりがある

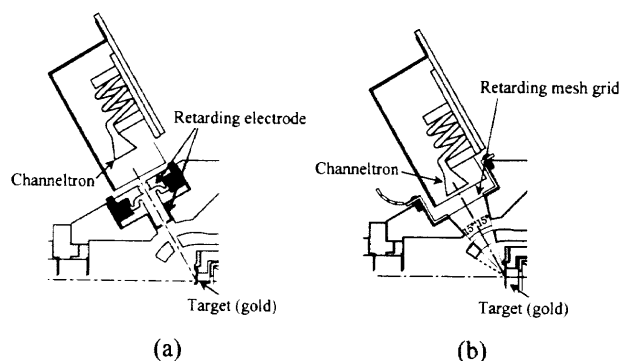


Fig. 3 Improvement of scattering electron detectors. Electrode structure of (a) our conventional Mott detector and (b) the improved detector.

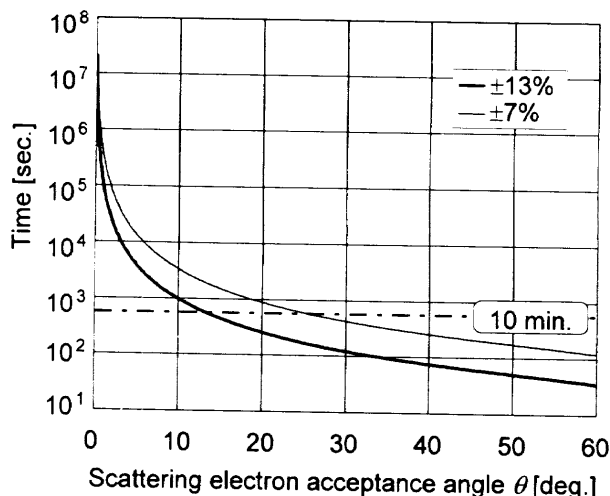
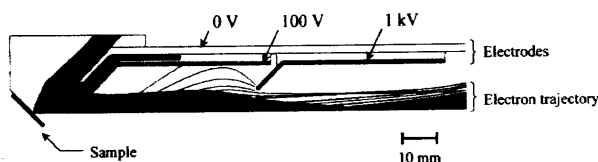


Fig. 4 Measurement time needed to obtain a single-frame spin image plotted as a function of the acceptance angle. The bold line shows the time taken to identify  $\pm 13\%$  spin-polarized regions, and the narrow line shows the time taken to identify  $\pm 7\%$  polarization difference.

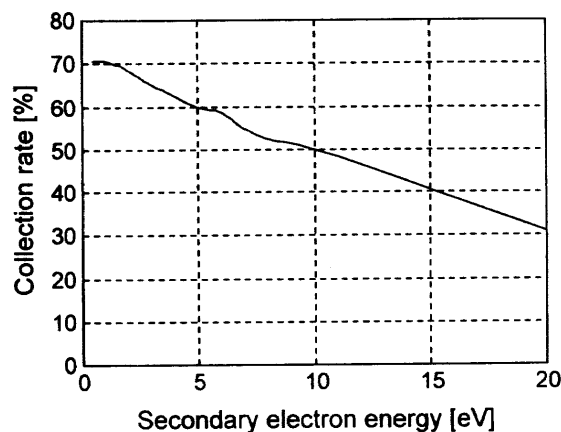
が、シールド効果の傾向についてはシミュレーション結果より予測できる。本研究での測定は非磁性スペーサのシールドを用いて行ったが、さらにシールド効果が必要であれば、磁性スペーサの利用が有効である。

## 2.2 スピン分析器

これまでに開発した小型 Mott 分析器は非弾性散乱電子阻止能を良くするために小さい開口の阻止電極を用いた。これは、当初計画していた実験系では比較的安定な電界放射電子の測定を想定していたためであり、装置性能指数が  $8.3 \times 10^{-7}$  とかなり小さいものとなっていた。そのため、スピン像取得時間に実用上の制約のある SP-SEM への応用には不向きである。そこで Fig. 3 に示したように散乱電子検出器部分の開口を広げ、メッシュグリッドを採用する改良を行った。改良に当たり有限差分法による電界・電子軌道シミュレーションにより分析器加速電極全体の構造最適化を行った。装置性能指数の計算に必要な散乱電子分析効率を表す実効 Sherman 関数は、T. J. Gayらの阻止電極型 Mott 分析器の測定結果<sup>4)</sup>に著者らが提案した散乱モデル<sup>5)</sup>を適用した数値計算より見積った。次に、SP-



(a)



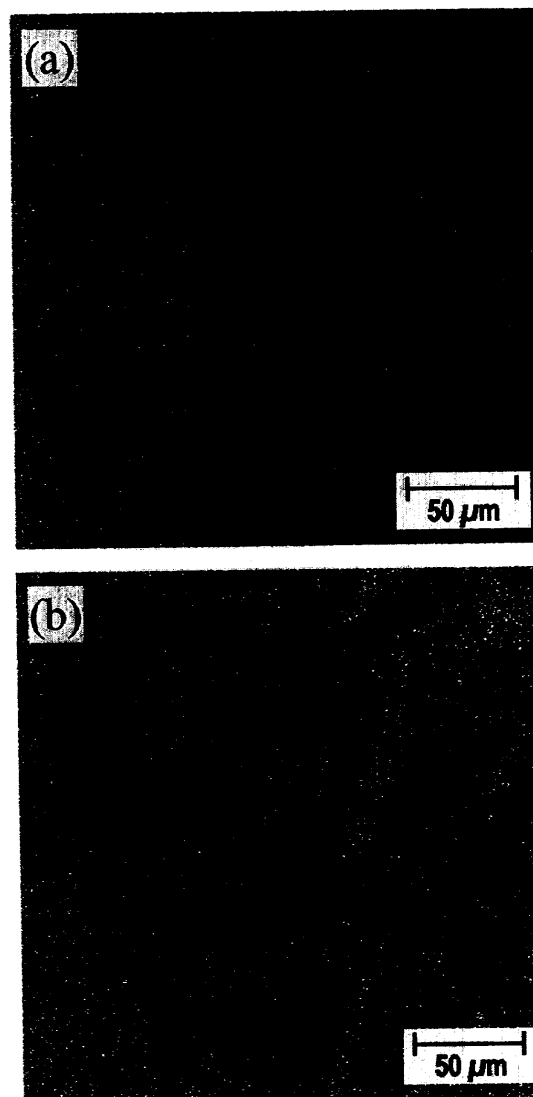
(b)

**Fig. 5** (a) Calculated electron trajectories in the newly designed secondary electron collector. Incident electrons are assumed to have an energy of 4 eV. (b) Characteristics of the secondary electron collector. The collection rates of secondary electrons are plotted as a function of the electrons' incident energy.

SEM の装置性能に対する開口角の影響を調べるために、スピン像の取得時間と開口角の関係について検討した。1 画像当たり 256 ピクセル×256 ラインの分解能をもち、 $\pm 13\%$  および  $\pm 7\%$  の偏極度の識別が可能なスピン像<sup>6)</sup>を得るために必要な時間を計算したところ Fig. 4 のようになった。この時間の算出には文献 6) の式 (10) を用いた。この結果より設計時の開口角を  $15^\circ$  とした。なお、加速電圧が 20 kV、散乱ターゲットとして膜厚 100 Å の Au 薄膜を仮定して計算を行った。以上の計算により、改良型小型 Mott 分析器の装置性能指数は弾性散乱電子のみを考慮した下限値として  $2 \times 10^{-5}$  程度と見積られた。一方、非弾性散乱電子を考慮すると性能指数は大きくなる。実際、この改良型小型 Mott 分析器にて性能指数を測定したところ、メッシュグリッドと Mott 分析器外部電極の電位差を  $\Delta E$  としたとき、非弾性散乱電子をほぼ阻止する条件である  $\Delta E = 0$  eV にて  $4 \times 10^{-5}$ 、 $\Delta E = 200$  eV にて  $2 \times 10^{-4}$  となった。

### 2.3 2 次電子コレクタ

2 次電子コレクタは 1 次電子線に対して  $45^\circ$ ,  $67.5^\circ$ , および  $90^\circ$  の位置に配置する。また、1 次電子線および試料との位置関係の機械的な制約から、2 次電子コレクタ先端部と試料表面との距離は最小で 12 mm とした。引き込み電極部は 100 V の引き込み電界発生部と 1 kV の電子輸送電極部の 2 段構成とした。コレクタの後段には二つの電極を交互に 5 個並べた 250 mm のドリフト空間を設け、前段で 1 kV まで加速された電子を効率よく Mott 分析器入射孔へ輸送する。2 次電子コレクタの設計には Mott 分析器の電極設計のときと同じシミュ

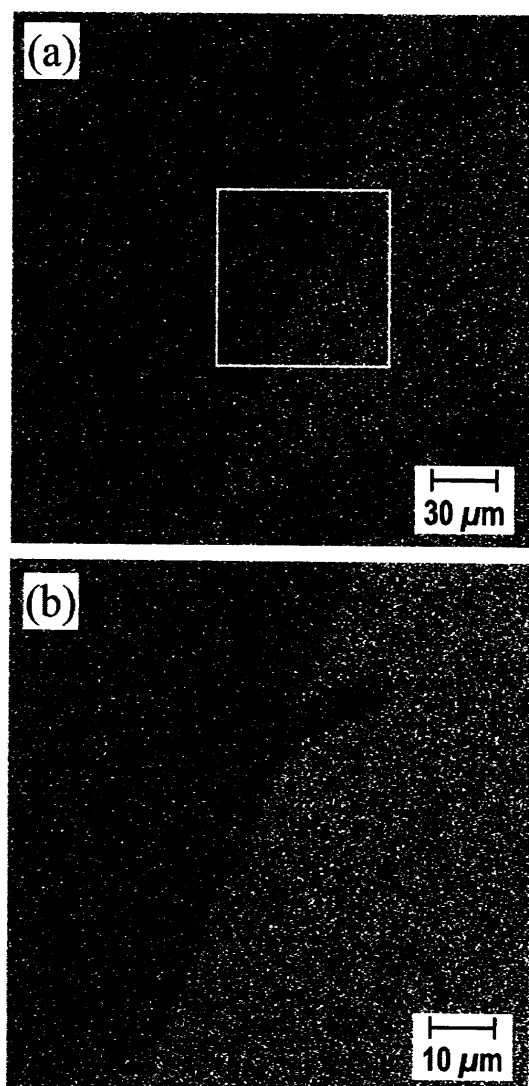


**Fig. 6** Spin-dependent and spin-independent SEM images. (a) Spin-independent image calculated as  $N_L + N_R$ . (b) Spin-dependent image obtained after calculation of  $(N_L - N_R) / (N_L + N_R)$ .

レータを用いて構造および電極電位の最適化を行った。Fig. 5(a) に最適化した 2 次電子コレクタ前段部のシミュレーション結果を示す。図に示した電子軌道は試料より 4 eV のエネルギーをもった 2 次電子が 1 次電子線に対し余弦分布で放射されると仮定した。また 2 次電子のエネルギーを 0~20 eV まで変えて軌道シミュレーションを行い、収集効率を求めた結果を Fig. 5(b) に示す。10 eV 以下の 2 次電子については 50% 程度の収集効率となる。しかし、Ni 試料からの 2 次電子は 10 eV 以下のエネルギー領域に偏っており、スピン偏極度もその領域で大きくなること<sup>7)</sup>から、この収集特性は SP-SEM に適しているといえる。

### 3. 実験結果

試作した SP-SEM の動作確認のために Fe 単結晶 (001) 面観察を行った。試料は市販の単結晶 (MaTecK GmbH, purity 3N8) を用い、表面をイオン電流 350 nA で 15 分間  $\text{Ar}^+$  ス



**Fig. 7** Spin-dependent images of an Fe(001) surface: (a) white frame and (b) partially magnified image. The calculated asymmetry of the dark and bright regions is about 4.1%, which corresponds to  $\pm 14\%$  spin polarization.

パッタをした後、 $900^{\circ}\text{C}$  で約 10 分間アニールした。観察は室温で行った。また、Mott 分析器の加速電圧は 40 kV、1 次電子銃の加速電圧は 20 kV、試料上での 1 次電子電流は 5 nA であった。また、観察中の試料チャンバ内の真空度は  $6 \times 10^{-9}$  Torr であった。

左右散乱電子検出にはセラトロン ((株)村田製作所製: EMS-6081B) を使用し、出力パルスはブリアンプとリニアアンプで増幅した。パルス信号はシングルチャンネルアナライザを通し、スキャン信号と同期させ PC/AT 互換機でカウント、データ処理をした。Fe 表面のスピンの像観察時の平均パルスカウント数は左右両チャンネルで  $2.2 \times 10^4$  cps であった。

左右検出器での電子カウント数を  $N_L$ ,  $N_R$  としたとき、 $(N_L$

$+N_R)$  を画像化したものを Fig. 6(a) に示す。これは 2 次電子コレクタを通過した後、Mott 分析器へ輸送された電子数に比例し、シンチレータによる通常の SEM 像と一致した。Fig. 6 (b) は同一データを使用してスピン依存式  $A = (N_L - N_R) / (N_L + N_R)$  の演算結果を像にしたものである。Fig. 6(b) では明瞭なコントラスト差が見られ、スピン依存像が得られた。また、測定点数は 510 ピクセル  $\times$  510 ラインで画像取得に要した時間は約 11 分であった。

Fig. 6 と別の箇所を測定した画像を Fig. 7(a), (b) に示す。(a) の白枠部を 3 倍に拡大したものが (b) である。試料表面のスピン偏極度を計算するため白黒 2 領域について各電子カウント数を総計したところ、非対称度  $A = 4.1\%$  となり、計算により見積った  $S_{\text{eff}}$  を用いると検出された 2 次電子のスピン偏極度は、 $-14.1\%$ 、黒領域で  $+14.1\%$  であり、これまでに報告されているスピン偏極度とはほぼ等しい結果が得られた。Fig. 6, 7 はグレイスケール 256 階調にてカウント数の演算結果を表現した。

#### 4. ま と め

小型 Mott 分析器を応用した SP-SEM の設計試作を行い、Fe(001) 面のスピン像を得た。今回は電子検出器のうち 1 対のみを使用した。Mott 分析器には 2 対の検出器を装備しており、試料の面内磁化ベクトル測定が可能である。また、1 次電子照射系調整の問題により分解能の評価には至らなかったが、1 次電子の性能から期待される分解能は約 20 nm である。今後、分解能の評価を行い、磁気ヘッド材料、媒体の表面観察を行い、完成度を高めていく予定である。

**謝 辞** 本装置は科学技術振興事業団、新技術コンセプト・モデル化推進事業により試作した。また、電子銃磁界レンズ漏洩磁場計算および磁気シールドの接続方法について貴重な意見を戴いた新潟工科大学の金井 靖助教授に感謝致します。

#### 文 献

- 1) 表面科学, **13**, 502-563 (1992).
- 2) 佐々木 誠, 杉下博一, 浜中一郎, 佐々木 泰, 末岡和久, 岩田達夫, 安達 洋, 早川和延, 武笠幸一: 日本応用磁気学会誌, **18**, 257 (1994).
- 3) 倉岡義孝, 佐々木 誠, 末岡和久, 岩田達夫, 安達 洋, 早川和延, 武笠幸一: 第 19 回日本応用磁気学会学術講演会 (1995).
- 4) T. J. Gay, M. A. Khakoo, J. A. Brand, J. E. Furst, W. V. Meyer, W. M. K. P. Wijayarathna, and F. B. Dunning: *Rev. Sci. Instrum.*, **63**, 114 (1992).
- 5) 倉岡義孝, 佐々木 誠, 末岡和久, 岩田達夫, 安達 洋, 早川和延, 武笠幸一: 第 56 回日本応用物理学会学術講演会, p. 523 (1995).
- 6) K. Koike and K. Hayakawa: *J. Appl. Phys.*, **57**, 4244 (1985).
- 7) H. Hopster, R. Raue, E. Kisker, G. Güntherodt, and M. Campagna: *Phys. Rev. Lett.*, **50**, 70 (1983).

1997 年 10 月 29 日受理, 1998 年 2 月 2 日採録