

Визуализация магнитных полей в растровом электронном микроскопе

© Д.А. Татарский,^{1,2} Е.В. Скороходов,¹ С.А. Гусев¹

¹ Институт физики микроструктур РАН,
603087 д. Афонино, Кстовский р-он, Нижегородская обл., Россия

² Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Лобачевского,
603950 Нижний Новгород, Россия
e-mail: tatarsky@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 12 апреля 2023 г.

В окончательной редакции 12 апреля 2023 г.

Принято к публикации 12 апреля 2023 г.

Продemonстрирована принципиальная возможность измерения распределений полей рассеяния магнитных объектов в растровом электронном микроскопе. Основная идея метода заключается в использовании держателя образцов для работы в режиме сканирующего просвечивающего микроскопа, дополнительно оснащенного квадратной дифракционной решеткой. Эта решетка, сформированная на основе металлической пленки, размещена на некотором расстоянии под магнитным образцом. Восстановление отклонений прошедших электронов методом анализа геометрической фазы по видимым искажениям дифракционной решетки позволила реконструировать распределение магнитного поля, создаваемое исследуемым образцом.

Ключевые слова: лоренцева электронная микроскопия, электронная голография, магнитное поле, магнитные наноструктуры.

DOI: 10.21883/JTF.2023.07.55762.81-23

Введение

Для получения изображений намагниченности и полей рассеяния, создаваемых нано- и микрообъектами, существует несколько микроскопических методов. Наиболее информативным способом количественных измерений магнитных состояний является электронная голография, применяемая при изучении наноструктур с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Метод основан на том, что изначально плоская электронная волна приобретает разную фазу вдоль своего фронта при прохождении через намагниченный образец или неоднородное магнитное поле из-за эффекта Ааронова–Бома [1,2]. При этом разделяют два основных метода: внеосевую (off-axis) голографию [3] и осевую (inline) голографию [4]. В первом методе фаза волновой функции прошедших через образец электронов определяется по интерферограмме с опорной когерентной плоской волной. Во втором методе фаза вычисляется решением обратной задачи с применением уравнения переноса интенсивности с использованием фокальных серий микрофотографий. К недостаткам внеосевой голографии можно отнести необходимость дополнительного оснащения просвечивающего электронного микроскопа электростатической бипризмой и малой областью зрения (до нескольких μm^2). Осевая голография лишена таких недостатков, но требует применения продвинутых математических методов и учета искажения микрофотографий в зависимости от степени дефокусировки [5]. Голографические методы электронной микроскопии обладают наилучшим пространственным разрешением, но

сложность их реализации часто заставляет использовать более простые методы лоренцевой микроскопии.

Недавно была предложена новая модификация метода лоренцевой микроскопии, которая может быть реализована в любом растровом электронном или ионном микроскопе [6]. Идея метода заключается в использовании в обычном растровом микроскопе держателя образцов, который позволяет регистрировать изображения в просвечивающем режиме, и дополнительно оснащен дифракционной решеткой, расположенной ниже образца. При этом визуализация электромагнитных полей заключается в измерении отклонений электронов с помощью регистрации искажений изображения дифракционной решетки. Заметим, что это не единственный вариант проведения измерений магнитных полей в РЭМ. Так, оснащение РЭМ многосекционным детектором позволяет измерять распределения магнитных полей методом дифференциального фазового контраста [7] в просвечивающем режиме работы. Дополнение же РЭМ детектором Мотта, который регистрирует спиновую поляризацию вторичных электронов, дает возможность исследования намагниченности поверхности магнитных материалов методом растровой электронной микроскопии с анализом поляризации (РЭМАП) [8,9]. К недостаткам обоих методов стоит отнести необходимость оснащения серийного РЭМ соответствующим типом дорогостоящего детектора, кроме того метод РЭМАП предъявляет высокие требования к качеству вакуума в камере микроскопа при проведении измерений [10]. Следует также отметить, что существует метод магнитно-силовой микроскопии, который, как и метод РЭМАП, позволяет оценивать

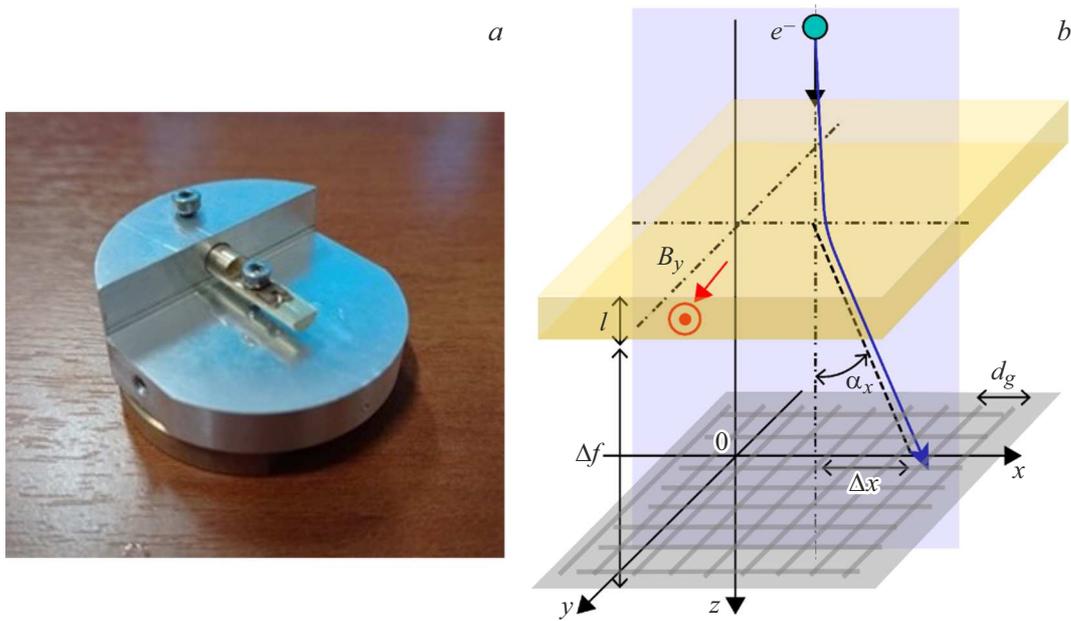


Рис. 1. *a* — держатель образцов для растрового электронного микроскопа, позволяющий работать с образцом „на просвет“; *b* — схематичное изображение изменение траектории электронов под действием силы Лоренца в магнитном поле.

распределения намагниченности в тонких ферромагнитных пленках [11]. При этом метод магнитно-силовой микроскопии, как правило, дает только качественную информацию о полях рассеяния над образцом, количественные же измерения требуют дополнительных трудоемких калибровок каждого используемого зонда магнитно-силового микроскопа [12–14].

В настоящей работе демонстрируется возможность определить конфигурацию магнитного поля вокруг намагниченной иглы методом растрового электронного картирования. Как будет показано, этот метод является не только легко реализуемым на любом серийном РЭМ, но и дает количественную информацию о распределении магнитных полей.

1. Образцы и методы

В настоящей работе использовался растровый электронный микроскоп Supra 50 VP (Carl Zeiss, Jena), для которого был изготовлен держатель образцов (рис. 1, *a*). Под образцом на некотором расстоянии на плоской поверхности держателя располагалась дифракционная решетка с квадратными ячейками и периодом $6\ \mu\text{m}$. Ширина полос решетки составляла $3\ \mu\text{m}$. Дифракционная решетка была изготовлена из золотой пленки толщиной $30\ \text{nm}$ на подложке из кремния методом лазерной оптической литографии с использованием лазерного генератора микроизображений mPG101.

При прохождении пучка электронов в неоднородном магнитном поле, создаваемом образцом, под действием силы Лоренца происходит их отклонение от прямолинейной траектории, вследствие чего возникает искаже-

ние в изображении дифракционной решетки (рис. 1, *b*). Эти изображения регистрировались с помощью детектора вторичных электронов Эверхарта–Торнли. Основным требованием для наблюдения искажений в изображении дифракционной решетки является достаточная глубина фокуса. Необходимо, чтобы глубина фокуса была сравнима с расстоянием от объекта до дифракционной решетки. В этом случае и в области поля рассеяния образца, и в области дифракционной решетки пучок электронов остается коллимированным. На эксперименте для выполнения этого условия использовалась наименьшая $10\ \mu\text{m}$ апертура и большое рабочее расстояние ($12\text{--}20\ \text{mm}$).

Видимое искажение дифракционной решетки оценивалось методом анализа геометрической фазы [15,16]. Математически этот метод заключается в том, что искажения дифракционной решетки рассчитываются из максимумов фурье-образа исходного изображения. Фазой в этом случае называется отличие решетки от идеальной периодической структуры.

Предположим, что сила Лоренца действует на электрон со стороны однородного магнитного поля, локализованного в некотором слое, толщиной l (рис. 1, *b*). Угол отклонения α легко оценить

$$\alpha = \frac{e}{h} B_{\parallel} l \lambda,$$

где e — заряд электрона, h — постоянная Планка, λ — длина волны электронов, B_{\parallel} — величина магнитной индукции. Выразим из данной формулы магнитную индукцию, а угол α оценим из искажения дифракционной

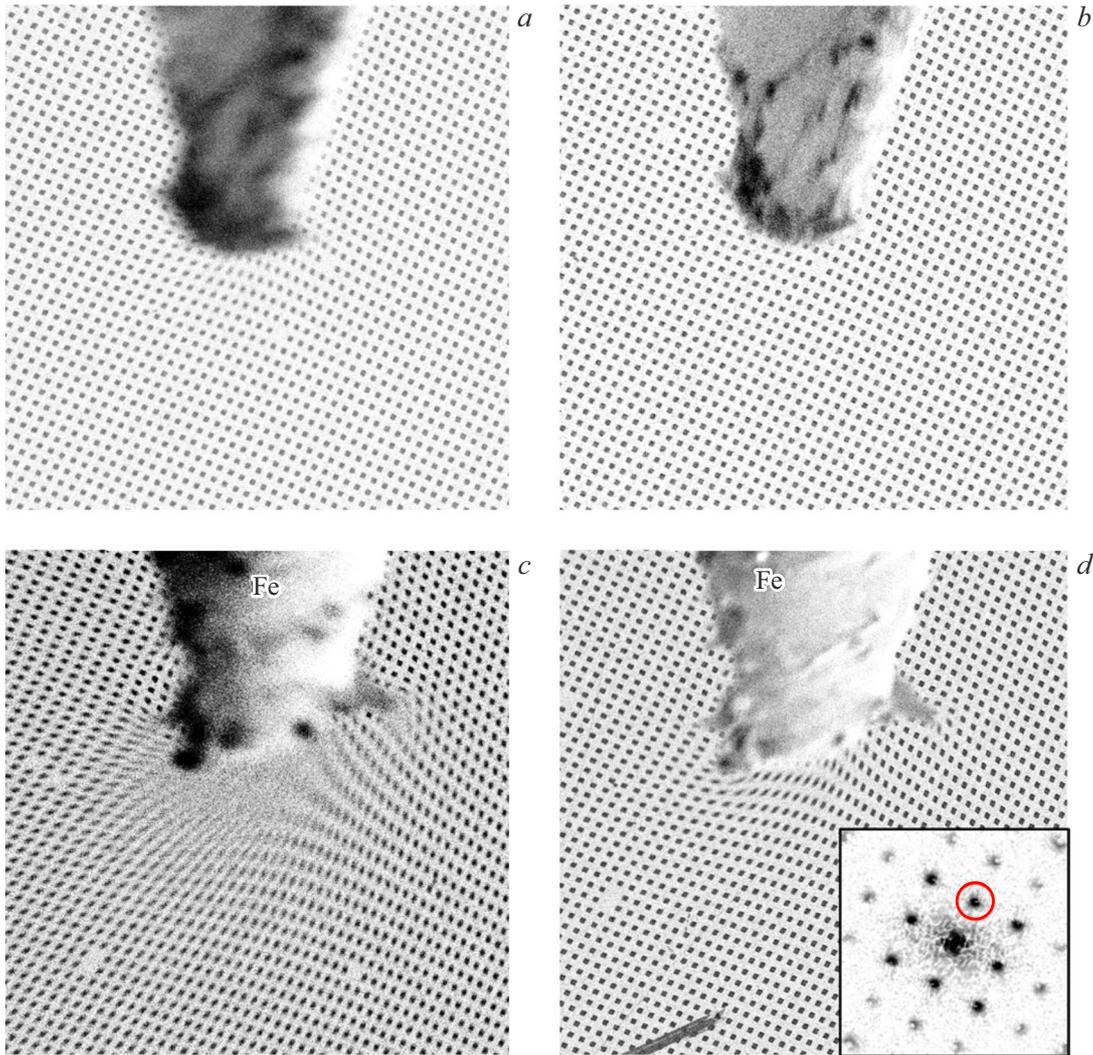


Рис. 2. Искажение дифракционной решетки вокруг ферромагнитных игл (*a, b*). Игла с малым магнитным моментом при ускоряющих напряжениях 2 и 10 kV (*c, d*). Игла с большим магнитным моментом при ускоряющих напряжениях 2 и 10 kV. Размер каждого кадра $250 \times 250 \mu\text{m}$. На вставке приведен пример фурье-образа изображения и отмечен рефлекс, использовавшийся для реконструкции фазы.

решетки

$$B_{\parallel}(x, y) = \frac{h}{e} \frac{1}{\lambda} \frac{d_g}{\Delta f} \frac{\varphi(x, y)}{2\pi},$$

где d_g — шаг дифракционной решетки, Δf — величина дефокусировки, которая здесь равна расстоянию между образцом и дифракционной решеткой. Легко оценить величину потока магнитного поля между соседними линиями постоянной фазы $\varphi(x, y) = \text{const}$. Достаточно умножить $B_{\parallel}(x, y)$ на „элементарную“ площадку $d_g l$:

$$\Phi = \frac{d_g^2}{\lambda \Delta f} \Phi_0,$$

где $\Phi_0 = h/e$ — квант магнитного потока. Для экспериментов были подготовлены два образца — две однородно намагниченные иглы из ферромагнитного материала. Измерения проводились при различных ускоряющих напряжениях.

2. Результаты и обсуждение

На рис. 2 приведены микрофотографии дифракционной решетки во вторичных электронах при прохождении первичного электронного пучка в окрестности двух ферромагнитных игл с малым и большим магнитными моментами. Микрофотографии были получены при двух значениях ускоряющего напряжения — 2 и 10 kV.

Величина дефокусировки определялась по разнице между двумя рабочими расстояниями РЭМ, когда при получении изображений точная фокусировка проводилась либо на кончик иглы, либо на дифракционную решетку. Для обеих игл эта величина составила $\Delta f = 1.2 \text{ mm}$, что дает следующую величину потока $\Phi = 1094\Phi_0$ и $2439\Phi_0$ при разности фаз 2π для ускоряющих напряжений 2 и 10 kV соответственно. Реконструкция пространственного распределения фазы иска-

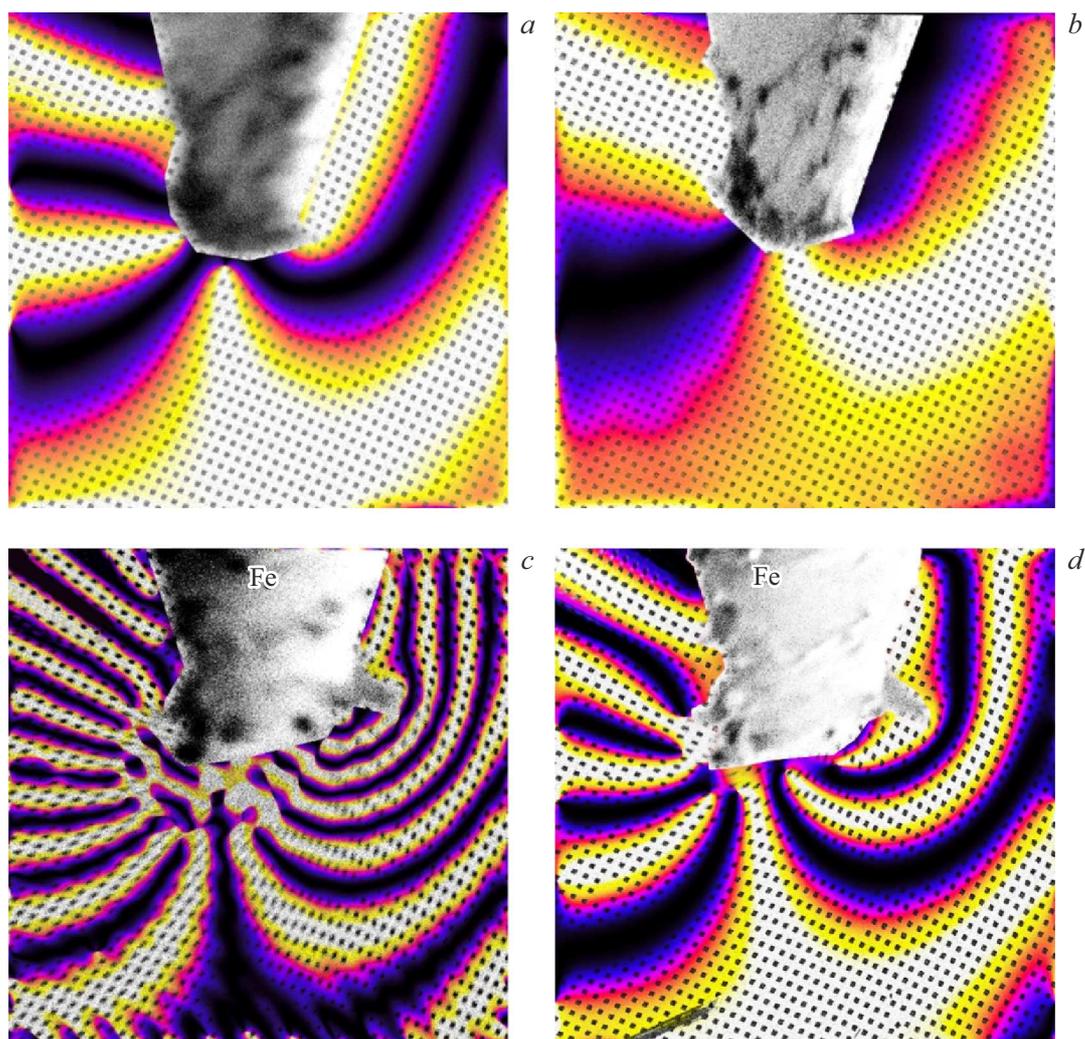


Рис. 3. Распределение фазы искажений дифракционной решетки с наложением на исходную микрофотографию. *a, b* — образец с малым магнитным моментом при ускоряющих напряжениях 2 и 10 кВ; *c, d* — образец с большим магнитным моментом при ускоряющих напряжениях 2 и 10 кВ. Размер каждого кадра $250 \times 250 \mu\text{m}$.

жений изображения проводилась в программном пакете Gatan Microscopy Suite 3.5.0 с помощью специального скрипта [17]. Во всех случаях для анализа геометрической фазы использовался рефлекс (010) фурье-образов микрофотографий (вставка на рис. 2). Результаты реконструкции приведены на рис. 3.

При уменьшении ускоряющего напряжения плотность линий с разностью фаз должна увеличиваться примерно в $2439/1094 \approx 2.2$ раз. Легко видеть, что такое соответствие есть между парами рис. 3, *a, b* и *c, d*. По плотности линий постоянной фазы также можно оценить разницу магнитных моментов между двумя иглами. В нашем эксперименте отношение магнитных моментов образцов с малой и большой намагниченностью составляет примерно от 3 до 4.

Для измерения магнитных полей рассеяния острия магнитно-силового зонда или, например, магнитных скирмионов или вихрей в паттернированных наноструктурах, требуется регистрация единиц квантов магнит-

ного потока [18–20]. Легко провести оценку, что если уменьшить период дифракционной решетки в 10 раз, это даст $\Phi = 11\Phi_0$ для ускоряющего напряжения в 2 кВ, и позволит проводить количественные измерения магнитных полей в наноструктурах. Кроме того, если рассматривать распределения намагниченности в паттернированных наноструктурах, не имеющих полей рассеяния, становится возможным измерение величины намагниченности. Например, магнитостатическое поле магнитного вихря в тонком диске является локализованным вблизи его ядра (центра). Следовательно, оценивая указанным методом отклонение электронов ближе к краю диска, мы фактически проведем измерения намагниченности. Действительно в этом случае толщина слоя, в котором локализовано магнитное поле совпадает с толщиной магнитной пленки и можно перейти от потока магнитного поля непосредственно к величине магнитной индукции и намагниченности.

Выводы

В работе продемонстрирована принципиальная возможность построения пространственного распределения магнитных полей рассеяния у ферромагнитных образцов с помощью стандартного растрового электронного микроскопа без покупки дополнительного дорогостоящего оборудования, например, многосекторного детектора прошедших электронов. Эти измерения основаны на анализе искажений изображения периодической решетки, которые вызваны отклонениями электронных пучков под действием силы Лоренца. Показано, что в подобных экспериментах возможны измерения полей вплоть до десятков квантов магнитного потока. Отметим, что данный метод дает количественные оценки магнитного поля и может быть использован не только для визуализации распределения магнитного поля, но и определения значений намагниченности тонких пленок и наноструктур. Поскольку электронные пучки могут изменять свои траектории и в электрических полях, аналогичная методика применима и для диагностики этих полей, создаваемых электрическими зарядами, что было продемонстрировано в работе [6]. Таким образом, изложенный способ может послужить полноценной заменой дорогостоящих стандартных голографических методов электронной микроскопии.

Благодарности

Авторы благодарят И.Ю. Пашенькина и Д.В. Братанич за полезные обсуждения. В работе использовано оборудование ЦКП „Физика и технология микро- и наноструктур“ (ИФМ РАН).

Финансирование работы

Работа поддержана грантом РФФИ № 21-72-10176.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Y. Aharonov, D. Bohm. *Phys. Rev. B*, **115**, 485 (1959).
- [2] A. Tonomura, N. Osakabe, T. Matsuda, T. Kawasaki, J. Endo, S. Yano, H. Yamada. *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 792 (1986).
- [3] T. Tanigaki, K. Harada, Y. Murakami, K. Niitsu, T. Akashi, Y. Takahashi, A. Sugawara, D. Shindo. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **49**, 244001 (2016).
- [4] A. Kohn, A. Habibi, M. Mayo. *Ultramicroscopy*, **160**, 44 (2016).
- [5] M. Huang, A. Eljarrat, C. Koch. *Ultramicroscopy*, **231**, 113264 (2021).
- [6] K. Harada, K. Shimada, Y. Takashi. *Microscopy*, **71**, 93 (2022).
- [7] J.N. Chapman, I.R. McFadyen, S. McVitie. *IEEE Transactions on Magnetics*, **26**, 1506 (1990).
- [8] M.R. Scheinfein, J. Unguris, M.H. Kelley, D.T. Pierce, R.J. Celotta. *Rev. Scientific Instruments*, **61**, 2501 (1990).
- [9] T. Kohashi, K. Koike. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **40**, L1264 (2001).
- [10] С.А. Гусев, В.Н. Петров, Е.В. Скороходов. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, **7**, 40 (2010).
- [11] В.Л. Миронов. *Основы сканирующей зондовой микроскопии* (ИФМ РАН, Нижний Новгород, 2004).
- [12] L. Kong, St.Y. Chou, *J. Appl. Phys.*, **81**, 5026 (1997).
- [13] P.J.A. van Schendel, H.J. Hug, B. Stiefel, S. Martin, H.-J. Güntherodt. *J. Appl. Phys.*, **88**, 435 (2000).
- [14] D. Nečas, P. Klapetek, V. Neu, M. Havlíček, R. Puttock, O. Kazakova, X. Hu, L. Zajíčková. *Scientific Reports*, **9**, 3880 (2019).
- [15] M.J. Hÿtch, E. Snoeck, R. Kilaas. *Ultramicroscopy*, **74**, 131 (1998).
- [16] J.L. Rouvière, E. Sarigiannidou. *Ultramicroscopy*, **106**, 1 (2005).
- [17] К.-Н. Kim. *Appl. Micro.*, **45**, 101 (2015).
- [18] V. Panchal, H. Corte-León, B. Gribkov, L.A. Rodriguez, E. Snoeck, A. Manzin, E. Simonetto, S. Vock, V. Neu, O. Kazakova, *Scientific Reports*, **7**, 7224 (2017).
- [19] V. Boureau, M. Stano, J.-L. Rouviere, J.-Ch. Toussaint, O. Fruchart, D. Cooper. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **54**, 085001 (2021).
- [20] H.S. Park, X. Yu, Sh. Aizawa, T. Tanigaki, T. Akashi, Y. Takahashi, T. Matsuda, N. Kanazawa, Y. Onose, D. Shindo, A. Tonomura, Y. Tokura. *Nature Nanotech.*, **9**, 337 (2014).