ローレンツ顕微鏡と垂直磁化膜

Lorentz Microscopy of Magnetic Thin Films with Perpendicular Anisotropy

塚原園子 電子技術総合研究所

Sonoko Tsukahara Electrotechnical Laboratory

Contrasts of magnetic domain and domain wall images in Lorentz micrographs are reviewed for both films magnetized parallel and perpendicular to the film plane, and typical images are shown.

Various types of stripe domains are noticed in connection with the magnetization change in neighbouring two domains. It is common to the films with perpendicular anisotropy that a domain with parallel in-plane magnetization can be divided into many stripe domains in which only the perpendicular components of magnetization change signs.

Frequently takes place the interchange of domain walls and domains with perpendicular component of magnetization, which is characteristic to the domain structure of thin films.

1. はじめに

透過電子顕微鏡による磁区観察は、Hale ら¹⁾ および Boersch ら²⁾によって1959年に報告されたのが最初である。続いて、同じ著者らにより、幾何光学的扱い^{3,4)} および波動光学的扱い⁵⁾で磁気的な像の強度分布などの解析が示された。強磁性体膜が電子線に及ぼすローレンツ力に基づく形像の原理はこれらに明らかであり、電子顕微鏡による磁区観察法はローレンツ顕微鏡法と呼ばれている。

その後20年間の電子顕微鏡の性能向上に伴って、これを利用するローレンツ顕微鏡で検出される現象の幅も広がってきた。超高圧顕微鏡の一般化によって非常に厚い膜の磁区の透過観察⁶⁾も可能となった。電界放射形の干渉性のよい電子線源が開発されて、電子線ホログラフィを応用した磁区観察が試みられている⁷⁾。また、走査型電子顕微鏡の利用法が広まり背面散乱電子および二次電子に作用するローレンツ力により形像される磁区の観察も行なわれるようになった⁸⁾。したがって、広義のローレンツ顕微鏡には種々の方法が含まれることになるが、それぞれの形像および対象とする試料に関しては独自の考察が必要である。本誌においても別に展望が示されて

いるから、ここでは熱陰極放射電子線を用いる通常の透過電子顕微鏡に限って述べることにする。

磁区観察の条件を変えるためには、鏡体内の試料観察位置における磁場を零にする、面内方向の直流磁場を印加する⁹⁾、パルス状の垂直磁場を印加する¹⁰⁾、温度変化⁹⁾、動的観察のためにストロボ電顕とする^{11,12)}など種々の工夫がこらされてきた。これらの結果、理論的に予想されていた磁区構造の確認、ビッター法や磁気光学的方法で知られている磁区・磁壁の微細構造の決定、ローレンツ顕微鏡で発見された構造などを含めて明らかになったことは少なくない。

磁区観察法として、ローレンツ顕微鏡を他の方法に比べての長所は、最も分解能が高く高倍率が可能であり、磁化の大きさを直接反映する定量性があり、試料の結晶構造や状態と一対一対応させることができ、時間遅れの少ない動的観察ができるなどである。

磁性材料の応用の多くが磁区構造とその制御に直接・間接に関係していることを考えると、垂直磁化膜に限らず、新しく問題とされる材料の磁区観察と解釈にはローレンツ顕微鏡は欠かせない方法と云えよう。新しい物質・状態で観察された磁区像も既知の構造である場合も少なくない。得られる像を判断する手がかりのために、今までどのようなローレンツ顕微鏡像がどのような磁区・磁壁構造と解釈されてきたかを整理してみる。

2. ローレンツ顕微鏡

磁束密度 $\mathbf{B}$ の中で速度 $\mathbf{v}$ で移動する電子線に作用するローレンツ力 $\mathbf{F}$ は

$$\mathbf{F} = -e\mathbf{v} \times \mathbf{B} \quad (1)$$

図1
y方向に磁化した膜による電子線の偏向。
Deflection of electron beam by a thin film magnetized in y direction.

で表わされる。 c は光速、 e は電子の電荷である。 図1のように電子線の入射方向を z 軸、試料膜面を xy 面にとる直交座標を用いると、厚さ t で y 方向磁化成分 M_y を持つ膜を通過した波長 λ の電子線がローレンツ力によって z 軸から x 方向へ傾く角度 ϕ_x は

$$\phi_x = \frac{e\lambda}{ch} 4\pi M_y \cdot t \quad (2)$$

と書ける。ここで h はプランクの定数である。

y 軸に平行に磁化した幅 D の磁区が、幅 d の 180° 磁壁をはさんで並んでいる膜に入射した平行電子線の軌跡を、模式的に図2に示す。磁区を通過後の電子線は左または右へそれぞれ ϕ_x だけ偏向して2平行電子線に分かれ、対物レンズによってその後焦点面へ集光される。後焦点面には膜の結晶面でブラッグ反射した電子線により回折像が形成されるが、(000) 点および各回折点の各々がさらに磁区による分離を示す。これらを偏向図形と呼ぶことにするが、特に(000) 偏向図形は透過電子に含まれる磁気的情報の全体を示すもので、これより磁区像を得る。偏向図形を数的に処理すれば、面内磁化の大きさや分散や磁壁構造などが決められるはずである。

図2に示すような位置で偏向図形の一部のみを絞り板で切り取って焦点の合った像をつくると、これに対応する磁化成分を持つ部分のみが明るいような、磁区にコントラストのついた像が得られる。実験的には難しい点があるので、この手法はあまり実用されていない。

偏向図形全体を使って膜面から l だけずれた位置の像をつくると、磁壁の位置に明または暗のコントラストの

ついた焦点ずらしの収束像および発散像が得られる。入射電子線強度を I_0 とすると、膜面から上下に l だけずれた面で磁壁の位置では幅 $d \pm 2\phi l$ の部分だけその強度が0または $2I_0$ となって、強度 I_0 の周囲に対して暗または明のコントラストが観察される。ただし、電子線の位相が揃っている場合には、重なった電子線間の干渉が生じるので、収束像は一様強度ではなくて干渉縞になる。

このとき像面において像中心は磁壁の中心と一対一で対応するが、その幅は磁壁幅ではなくて l の選び方で任意に変えられる量である。しかし、 $d \pm 2\phi l \gtrsim D$ であるような大きい l に対しては電子線間の重複・相殺が複雑になり、像と磁壁位置との対応もコントラストの様子も一義的に解釈できなくなる。後述する幅の狭い縞状磁区の場合などは特に紛らわしいので、 $d \pm 2\phi l \ll D$ の条件で観察することが必要である。

上では磁区部分を通る電子線の幾何学的重なりの中に磁気的像のコントラストの原因を求めた。これに磁壁部分を通る電子線による寄与分を加えたものが実際に得られる像である。磁壁の構造によりその中で磁化方向の変化の仕方が異なるが、これを適当な関数で近似できると扱いが容易になる。磁壁の幅方向 (x 方向) の像の強度分布に注目するときには、一次元磁壁模型では磁化の y 方向成分の変化分のみを考えればよくて、その強度分布は

$$\begin{aligned} I(x) &= I_0(1 + lk \cdot dM_y/dx)^{-1} \\ &= I_0(1 + l \cdot d\phi_x/dx)^{-1} \end{aligned} \quad (3)$$

で与えられる。ただし、 $k \equiv 4\pi(e\lambda/ch)t$ 。たとえば、 180° ネール磁壁において磁壁の中心0から左右へ x の位置での磁化の y 成分が $\pm \tan^{-1}x/d$ で近似できると¹³⁾、 l を大きくとった時、その収束像の強度は中央部に比べて両端部で極めて強くなることが計算される。

偏向図形の強度は各偏向角度に対応する磁化方向を持つ部分の面積に比例した分布を示す。磁壁幅は磁区幅より桁違いに小さく、さらにその中で偏向角が分布しているから、磁壁による偏向図形の強度は極く微弱である。原理的には偏向図形の強度分布を解析すれば一次元的磁壁構造が求まるはずである。

以上の原理に対応させた実例を示す。(001) 面を持つ

図2

ローレンツ顕微鏡による面内磁区像のコントラスト。

Formation of magnetic contrast by Lorentz microscopy of in-plane domains.

- Traces of electron beams after passing through domains magnetized parallel to y axis.
- Intensity distribution of electron beam depends on the distance l from the film plane, defocusing length.

図3 回折像と偏向図形。

Diffraction pattern and deflection pattern.

- Splitting of (000) spot and (110) spot of an iron film with (001) plane due to deflection by four directions of magnetization.
- Deflection pattern of the same film shows four spots due to magnetic domains and streaks due to 180° and 90° walls.

図4

パーマロイ膜の枕木磁壁の収束像。

Convergent images of a cross-tie wall in a permalloy film. Difference in width of the two images comes mainly from the defocusing length l . Superposed contrast due to Néel wall is also visible at large l .

エピタクシャル成長鉄膜の(110) 回折点と(000) の偏向図形を図3(a)に示す。膜の小穴部分から電子線の真の中心位置の目印が得られるが、膜面内にある4つの容易方向に磁化した磁区による分裂がみられる。同じ膜について180°および90°ブロッホ磁壁の寄与する直線部分がみえるよう拡大してこれを図3(b)に示す。図4には面内磁化パーマロイ膜の枕木磁壁部を焦点ずらし量を変えて示す。 l を大きくすると収束像・発散像ともにその幅が増すこと、ネール磁壁の収束像では l が大きいと両端が中央部より明るいことがみえる。磁壁構造が像面で明瞭に識別される他の例としては、図5に示すように、二次元的スピン分布構造(b)に対応して磁壁幅に沿って非対称なコントラストを示す180°磁壁¹⁴⁾(a)、三次元的に形成されている90°磁壁(d)によって磁壁に沿って像の幅とコントラストが変化している場合¹⁵⁾(c)などもある。180°磁壁の

図5

磁壁構造を反映した(001)鉄膜の像コントラスト。

Image contrasts reflecting wall structures of an iron film with (001) plane. Two dimensional spin distribution of 180° wall as b) results in asymmetric contrast as a). Three dimensional 90° wall as d) produces modulation in wall image as c).

図6

パーマロイ膜の180°磁壁位置に生じた干渉縞。

Interference fringes in a convergent image of 180° wall in a permalloy film.

収束像における干渉縞の例を図6に示す。

ここで各定数に数値を代入して量的な見積りをしておく。電子線の加速電圧を100 kV, 厚さ1000 Åの鉄膜の場合を勘定すると、(2)式において $M_y = 1713 \text{ G}$, $\lambda = 3.7 \times 10^{-10} \text{ cm}$, $t = 10^{-5} \text{ cm}$ であるから, $\phi_x = 1.9 \times 10^{-4}$ となる。同じ条件で鉄の(110)の回折角 2θ は 1.8×10^{-2} であるから、偏向角はこれより2桁小さいことになる。したがって、対物絞りで回折点を隠して明視野像をつくるのに比べて偏向図形の一部を切り取って磁区の明暗像を出すことは難しいわけである。偏向図形の分解能、したがって

磁気的コントラストを識別できる限界を決めるのは入射電子線の平行度であるが、普通の電子顕微鏡ではこれは 10^{-6} 程度にできる。電圧を100 kVに固定すると鉄膜であれば5 Å程度まで、厚さ1000 Åとすると磁化の下限として10 G程度まで180°磁壁が分解できることになる。磁区構造としてはもっと角度の小さい磁化方向変化を含むから、磁区観察の可能な磁化の限界は100 G程度かも知れない。薄い膜では電圧を下げた波長を大きくすることができるし、散乱による平行度低下は小さいから、より感度のよい観察ができる。

観察可能な膜厚の上限は電子線の透過度に依存するから、加速電圧と膜に含まれる元素の種類や膜の構造・状態で異なる。実験的には、エピタクシャル成長させた鉄膜の場合、1000 kVの超高圧電子顕微鏡を用いたら厚さ8000 Åでも磁区観察ができた⁶⁾。稀土類のような重い金属を含み、非晶質であったりすると、観察できる厚さの上限はこれよりかなり小さくなる。

3. 垂直磁化膜のローレンツ顕微鏡

面内磁化膜の磁壁部分が寄与する像コントラストが観察されるように、磁区が電子線の偏向に寄与しない垂直磁化膜の磁区像は面内磁化成分を含む磁壁像としてローレンツ顕微鏡で観察できる。

完全な垂直磁化膜では磁壁のみが磁気的コントラスト

の原因となり、磁壁の構造・極性が像に直接影響するので、電子線の偏向方向が90°異なるネール磁壁とブロッホ磁壁を分けて考えねばならない。

図7に幅 D の磁区と幅 d のブロッホ磁壁が縞状に並んでいる場合に得られる像のコントラストを、 l を変えて模型的に示す。一枚の磁壁に注目すると、その像は面内磁化膜の場合と全く異なる。すなわち、膜面より l だけ下へ焦点を合わせた時、磁壁部分を通じた電子線による欠落および重複によって、磁壁幅と等しい明暗の帯が ϕl だけ離れた対となって現われる。また、暗帯は常に磁壁の位置に固定されるが、これに対して明帯が左右のいずれにくるかは磁壁の極性によって決まり、磁区の磁化方向とは無関係である。偏向量 ϕl に比べて磁区幅が充分大きい場合、磁区の形は磁壁像から一義的にわかる。磁区幅の狭い場合は両側の磁壁の極性の組合せによって像のコントラストも周期も変化することがある。ブロッホ線を含まないブロッホ磁壁で囲まれたバブル磁区はその断面をみると両側の磁壁の極性が異なる場合であり、磁区径が小さいと同心円状に現われる明暗の帯の内側がつながって、明または暗の円形の像となる。

磁壁がネール型であると電子線の偏向が磁壁の長手方向に沿って生ずるため、閉じたバブル磁区や長く伸びた縞状磁区を同一極性の磁壁が囲む限り磁気的コントラストが現われない。極性の交代やブロッホ磁壁との混合状態がある時、その交代部で偏向の効果が観察される。模型的なコントラストの一例を磁壁幅と偏向角の割合を変えて平面図で図8に示す。

磁壁の種類によらずに1枚の磁壁による偏向図形は中心より最大 ϕ まで続いた直線となり、多数の磁壁または閉じた磁壁を含めば中心を径2 ϕ で量状に囲む図形になるはずである。しかし磁区分がすべて中心に集

図7
ローレンツ顕微鏡による垂直磁化膜のブロッホ磁壁像コントラスト。

Formation of magnetic contrast by Lorentz microscopy of Bloch wall in a film magnetized perpendicular to the film plane.

- a) Traces of electron beams after passing through Bloch walls.
- b) Intensity distribution of electron beam at three different defocusing lengths.

図8 垂直磁化膜におけるブロッホ磁壁とネール磁壁の交代部分で生ずる像.

Plane figures of image contrast around junctions of Bloch wall and Néel wall at different defocusing lengths.

図9

膜面に垂直に磁化した Gd-Co 非晶質膜の磁区模様.

Domain pattern of an amorphous Gd-Co film magnetized perpendicular to the film plane. Different appearances in two images are due

to different defocusing lengths. (The sputtered Gd-Co film is kindly provided by Dr. M. Ohkoshi of Hiroshima University.)

まり、その強度が大きいから、極めて観察し難い。

図9には垂直に磁化した Gd-Co 非晶質膜の磁区像を示す。lの値を大きく変えた割には、図7のような像の差がみられないのは、磁壁の幅が広いことと磁化が小さいせいである。磁区によるコントラストが主な面内磁化膜と違って、垂直磁化膜では磁壁構造が直接コントラストに現われるから、膜の状態による像の変化が大きい。

4. 縞状磁区と垂直成分を含む膜

上では完全な面内磁化膜および完全な垂直磁化膜の膜面に垂直に電子線が入射する場合をみた。一般に、薄膜は電子線に対して完全な水平面を保つことが難しく、微視的には傾いていることが多い。また、磁化方向が膜面に対して傾いている場合も多い。したがって、実際に得られる像のコントラストには図4や図9に示したもののほか単純ではなく、まだ解釈のついていないものも含まれる。磁化方向が規則的に変化する典型的な磁区構造であり、頻繁に観察される縞状磁区に限って、以下でもう少し細かく触れる。

磁化の面内成分および垂直成分が方向を変えて縞状の構造をつくる組合せとして、図10に示すような場合が考えられる。この中で(b)は膜の磁区構造として安定に存在しないし、(e)は縞状磁区と云うよりも面内磁化リップルとして考察されてきたモデルである。他の4種類を縞状磁区と呼んでよいかと思われる。

図10 薄膜における一次元縞状磁区モデル.

One dimensional models of stripe domains in thin film. Four of the six supposed distributions of magnetization, a), c), d) and f), can be observed as stripe domains.

図11 ニッケル多結晶膜の縞状磁区.

Stripe domains of a polycrystalline nickel film. The model f) in Fig. 10 corresponds to this case.

Both stripe domains due to variation of perpendicular component of magnetization and domains of in-plane component of magnetization are visible. 180° walls of the latter are marked by arrows.

4—a. 面内磁化膜の縞状磁区

一軸異方性を持つ面内磁化膜では密度の高い縞状磁区は安定でないが、困難軸に平行な磁場で消磁すると容易軸に平行な縞状磁区ができる。異方性の分散の大きい膜および保磁力の大きい膜で幅の狭い縞状磁区が形成され易いが、磁区幅は必ずしも一定ではない。

4—b. 垂直磁化膜の縞状磁区

飽和磁化 M_s の膜は面内に容易方向を持つ $2\pi M_s^2$ の形状異方性を示すが、何らかの原因でこれより大きい垂直異方性 K_1 が存在すれば垂直磁化膜が実現する。垂直磁化膜では、膜定数によって定まる幅の縞状磁区が安定に形成される。

垂直磁化膜の縞状磁区とバブル磁区としてはコバルト単結晶の c 面のローレンツ顕微鏡観察が報告された¹⁶⁾のをはじめとして、同様に c 軸を結晶異方性の容易軸とするマグネトブランバイト単結晶の c 面¹⁷⁾、Gd-Co-Au 非晶質膜¹⁰⁾などにおける縞状磁区とバブル磁区の形成過程も明らかにされた。これらの完全な垂直磁化膜では、消磁状態での縞状磁区が垂直磁場でバブル磁区へ変化し、バブル磁区格子がつくられる様子などが、第3節で述べた典型的コントラストで観察されている。バブル磁区の動特性から理論的・実験的にその存在が検討されていた磁壁中のブロッホ線の存在も、ローレンツ顕微鏡で明示された¹⁶⁾。

実用バブル材料の LPE ガーネット膜は GGG 基板と

図12 垂直および面内両磁化成分を持つ膜の縞状磁区とバブル磁区。
Stripe domains and bubble domains in films with both in-plane and perpendicular components of magnetization.
a) A polycrystalline nickel film.
b) An amorphous Gd-Co film under the influence of perpendicular magnetic field of objective lens.
(The sputtered Gd-Co film is kindly provided by Dr. M. Ohkoshi of Hiroshima University)

一体となっているままではローレンツ顕微鏡で観察できない。基板より剥いで充分薄くしたガーネット膜が垂直磁化を保持しているとするれば、通常用いられている組成の $4\pi M_s$ は100から500 G程度である¹⁸⁾から、これは第2節で検討した磁氣的分解の限界近い値であって、この方法で磁区観察できる場合もあり得る。

4—c. 垂直磁化成分のみが反平行な縞状磁区

形状異方性より小さい垂直異方性を持つ膜では磁化が膜に対して傾く。こうした膜では面内磁化方向が揃った磁区の中がさらに細分されて、図10(f)のように垂直磁化成分のみが反平行な縞状磁区ができる。

この形の縞状磁区はパーマロイなどの異常膜¹⁹⁾に特徴的な構造としてビッター法観察によって発見され^{20,21)}、続いてローレンツ顕微鏡でも確認された²²⁾。類似の構造はスパッタリングで製作された Gd-Co-Mo や Gd-Co-Au 非晶質膜²³⁾や蒸着した Gd-Fe 非晶質膜など種々の稀土類-遷移金属合金非晶質膜で観察されている。形状異方性と垂直異方性の大きさの割合に応じて磁化の傾き角は変わり、最大 90°の垂直磁化膜まであらゆる角度をとれる。

図11に多結晶ニッケル膜の縞状磁区像を示す。この像の縞状コントラストは原理的に垂直磁化膜の場合と同様であるが、一様な面内磁化成分の分だけコントラストは弱い。複数の縞状磁区をその中に含む面内磁区の境界も共存する。図11(a)で矢印で示した強度の大きい白と黒の像が面内磁区の180°磁壁位置に対応している。

面内磁区内部での縞状磁区も垂直磁場の印加によってバブル磁区になる。図12に多結晶ニッケル膜にみられるこの型の縞状磁区とバブル磁区の混合状態(a)および Gd-Co 非晶質膜の同様な状態(b)を示す。

4—d. 磁化が反平行な斜め蒸着膜の縞状磁区

膜面に対しては斜め方向で磁区間では互いに反平行に磁化した図10(d)のような縞状磁区構造がある。この型の縞状磁区は比較的高い入射角の斜め蒸着膜に特徴的である²⁵⁾。膜全体が縞状磁区になり得るが、磁化状態によっ

図13 斜め蒸着パーマロイ膜における縞状磁区と面内磁区との共存。
Coexistence of stripe domains and large domains in an oblique incidence permalloy film.

The stripe domains have the structure of the type c) in Fig. 10.

- a) Coexistence of in-plane domains and stripe domains.
- b) Transformation from Bloch walls with different polarities into stripe domains.

ては縞状磁区の集合体と、縞に直交する方向に磁化した縞のない大きい磁区とが共存する。それぞれの磁区は斜め蒸着膜に存在する2種類の異方性と現象的に対応している。縞は蒸着の入射方向に平行な異方性により形成される。磁区幅は1000~3500 Åの間で膜組成、入射角、膜厚などに依存するが同一膜内では一定である²⁴⁾。

図13(a)にパーマロイ膜の縞状磁区と面内磁化膜の共存する例を示す。また、縞状磁区の形成の初期段階を示すのが図13(b)で、ブロッホ磁壁の極性反転部分が拡大して縞状磁区に移っていく様子がわかる。磁区間での磁化変化が180°であり、像コントラストは大きいので4-cの場合と区別して強い縞状磁区と呼ぶ人もいる²⁵⁾。同一視野で焦点ずらし量を変えた一連の像を検討してこの縞状磁区の磁壁に微細な構造のあることがわかったが、これについては別にまとめるので、ここでは詳細を省く²⁶⁾。

5. ま と め

バルクの磁性体の分域構造として磁区・磁壁の概念が導入されて、これが永く使われている。面内磁化膜のローレンツ顕微鏡によって、磁区内部の面内磁化リップルの存在は疑いようがなくなり、また、枕木磁壁のように磁化変化が磁区内を含めて広い部分で行なわれていることがわかると、微視的には磁区と磁壁の概念上の区別が崩れてきた。垂直磁化膜においても、ガーネット厚膜に形成されるミクロン以上の大きいバブル磁区や縞状磁区は磁壁部分と確然と区別される領域である。しかし、ここでみたような垂直磁化成分を持つ薄膜においては、磁区の寸法が数100 Å程度まで小さくなる場合があり、磁壁幅が増加し、磁化の分散が増して二次元的磁化リップルが増すなどの要因が重なっていることが多い。垂直磁化膜の縞状磁区を区切るブロッホ磁壁が、面内磁化成分を持つ縞状磁区へ連続的に変化することは、非晶質膜でし

ばしば観察される。斜め蒸着膜では、図13(b)にみられるように磁壁から縞状磁区へと拡大している。このように磁区と磁壁が区別し難くなり、各々の状態をどう呼んで記述するかが研究者によって異なることもあるのが現状である。大切なことは、ローレンツ顕微鏡によって微視的な磁化分布が観察されるのであるから、磁区・磁壁の既成概念にとらわれずにその状態を認識することであろう。

垂直・面内両磁化成分を持つ膜では、微視的には垂直成分と面内成分がいわば独自の波長と方向を持ったリップル状磁化方向変化を示す。より大きいスケールでみれば磁区状にまとまった領域も形成されているので、どの構造に注目するかによって像が変わることに注意する必要がある。焦点ずらし量の加減と電子線に対して意識的に膜を傾けることを組み合わせると、観察したい構造を選んで像にすることができる。

ローレンツ顕微鏡は長年行なわれてきた方法であるが、その応用の対象には常に新しい材料がある。最近研究が盛んである希土類金属-遷移金属系非晶質膜に限っていても、この方法がもっと広く活用されてよい。ピッター法観察によると、スパッタリング法で製作したGd-Co-MoやDy-Fe非晶質膜の垂直磁区構造はLPEガーネット膜に比べると極めて複雑である²⁷⁾。微細構造を直接的に解釈するためにはローレンツ顕微鏡によらねばならないと考えている。また、非晶質状態の希土類金属のスピ分布およびこれと結合した鉄などのスピ分布は単純なフェリ磁性では表わされないことが指摘されている²⁸⁾が、それを反映する磁区・磁壁構造の実験的検討にもこの方法は有力な武器であろう。

すでに片付いたと思われる問題でも、ここで斜め蒸着膜と異常パーマロイ膜（ニッケルを含む）の磁区構造について触れたが、垂直磁化成分に関連して見直すべき微細構造が残されているように思われる。

本稿でその有効性について述べる余裕がなかったが、細かい構造のより鮮明な像を得るためにも、また厚い膜で新しい構造を調べるためにも、超高圧電子顕微鏡は極めて有力である。超高圧電子顕微鏡によるローレンツ顕微鏡がもっと盛んに行なわれることを期待する。

〔参考文献〕

- 1) M. E. Hale, H. W. Fuller and H. Rubinstein: J. Appl. Phys. **30**, 789 (1959).
- 2) H. Boersch and H. Raith: Naturwissenschaften **46**, 574 (1959).
- 3) H. W. Fuller and M. E. Hale: J. Appl. Phys. **31**, 238 (1960).
- 4) H. Boersch, H. Raith and D. Wohlleben: Z. Physik. **159**, 388 (1960).
- 5) H. Boersch, H. Hamisch, D. Wohlleben and K. Grohmann: Z. Physik **159**, 397 (1960).
- 6) 塚原園子, 田岡忠美, 西沢久雄, 前田正博: 第2回応用磁気学術講演会予稿集 p. 89 (1970).
- 7) A. Tonomura, M. Matsuda, J. Endo, T. Arie and K. Mihama: Phys. Rev. Lett. **44**, 1430 (1980).
- 8) J. Philibert and R. Tixier: Micron **1**, 174 (1969).
- 9) S. Tsukahara and H. Kawakatsu: J. Phys. Soc. Japan **21**, 2551 (1966).
- 10) P. Chaudhari and S. R. Herd: IBM J. Res. Develop. **20**, 102 (1976).
- 11) V. I. Petrov, G. V. Spivak, and O. P. Pavluchenko: Proc. VI Internat. Congr. Electron Microscopy, Kyoto, **Vol. 1**, 615 (1966).
- 12) O. Bostanjoglo and Th. Rosin: phys. stat. sol. (a) **57**, 561 (1980).
- 13) 川勝久三: 金属物理 **10**, 37 (1964).
- 14) S. Tsukahara and H. Kawakatsu: J. Phys. Soc. Japan **32**, 1493 (1972).
- 15) S. Tsukahara and H. Kawakatsu: J. Phys. Soc. Japan **32**, 72 (1972).
- 16) P. J. Grundy, D. C. Hothersall, G. A. Jones, B. K. Middleton and R. S. Tebble: AIP Conf. Proc. No. 5, 155 (1971).
- 17) P. J. Grundy and S. R. Herd: phys. stat. sol. (a) **20**, 295 (1973).
- 18) E. P. Wohlfarth: Magnetic Bubbles, North-Holland pub. Co. 1975.
- 19) 谷口 哲, 藤原英夫, 杉田 恒: 日本物理学会誌 **23**, 363 (1968).
- 20) R. J. Spain: Appl. Phys. Letters **3**, 208 (1963).
- 21) N. Saito, H. Fujiwara and Y. Sugita: J. Phys. Soc. Japan **19**, 421 (1964).
- 22) T. Koikeda, K. Suzuki and S. Chikazumi: Appl. Phys. Letters **4**, 160 (1964).
- 23) S. R. Herd: phys. stat. sol. (a) **38**, 305 (1976).
- 24) S. Tsukahara: J. Phys. Soc. Japan **28**, 62 (1970).
- 25) I. B. Puchalska: phys. stat. sol. (a) **8**, 499 (1971).
- 26) 塚原園子: 日本応用磁気学会誌に準備中.
- 27) 塚原園子, 片山利一, 田中敏雄, 国分明男, 対馬立郎: 日本応用磁気学会第11回研究会資料 p. 9 (1969).
- 28) J. M. D. Coey: J. Appl. Phys. **49**, 1640 (1978).

展望

SEM による一方向性珪素鋼板の 磁区模様の観察

Observation of Magnetic Domain Patterns in Grain-Oriented
3 % Silicon-Iron using High Voltage SEM

山本孝明, 野沢忠生, 松尾征夫 新日鉄・生産技術研究所・電磁材料研究センター
Takaaki Yamamoto, Tadao Nozawa and Yukio Matsuo
Electrical Steel Research Center, Process Technology R. & D. Laboratories,
Nippon Steel Corporation

Domain observation is indispensable for studying the loss mechanism of grain-oriented 3% silicon-iron. The losses of this material are affected considerably by the conditions of steel surface, especially surface coating. The direct observation of domain patterns without surface polishing or removing of surface coating is necessary for studying the real magnetization process of this material.

The domain observation method using SEM with a backscattered electron image is useful for studying the behavior of grain-oriented 3% silicon-iron, especially at high accelerating voltage where the coating can be penetrated to reveal the magnetic domain structure beneath. Dynamic domain patterns can be observed by SEM, also.