

エネルギーフィルタを装備した電子顕微鏡による 薄膜磁性材料の元素分布像観察

Elemental Mapping of Magnetic Thin Films Using an Electron Microscope
Equipped with an Energy Filter

木本浩司*

Kôji Kimoto

屋久四男**

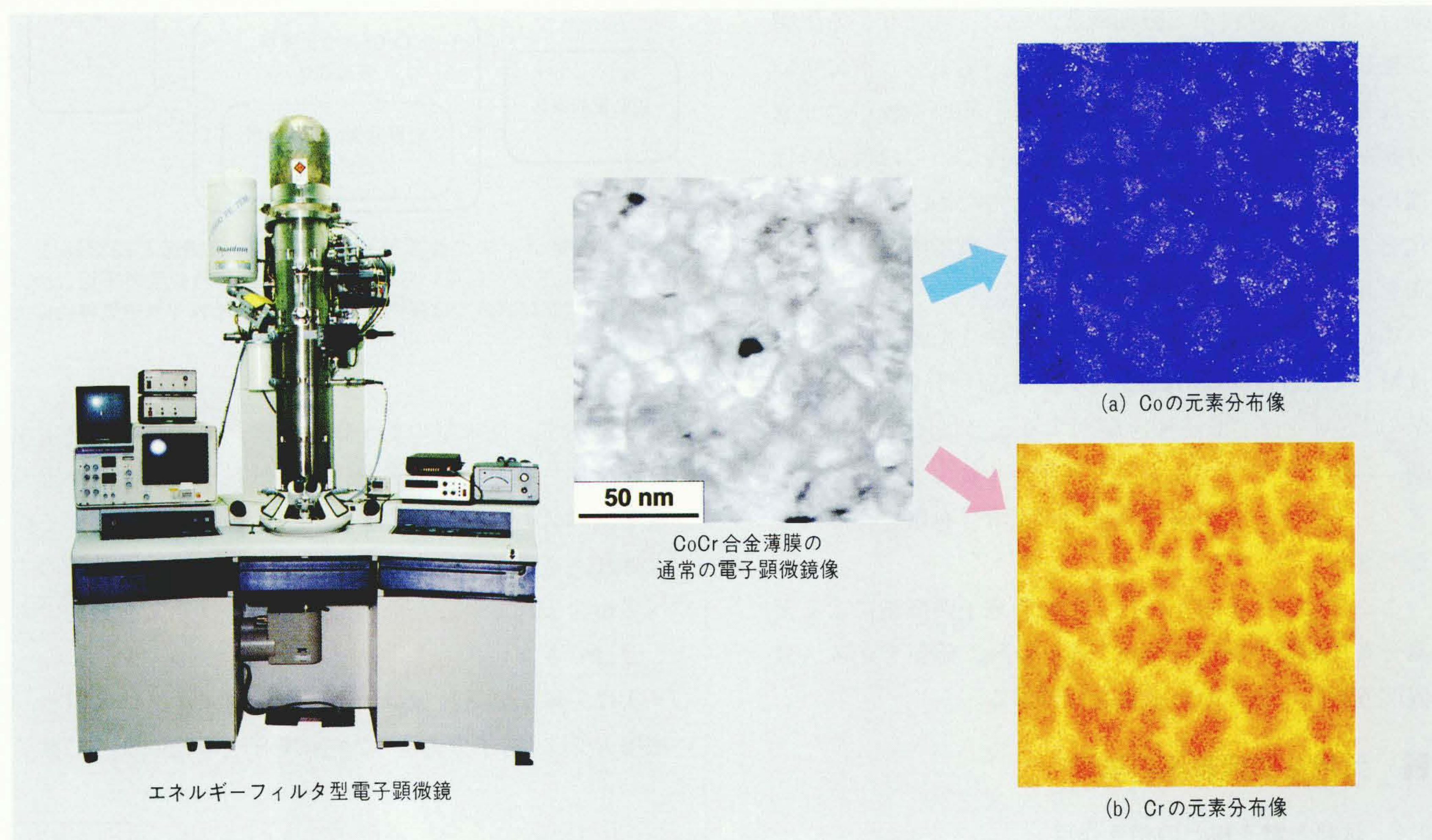
Yotsuo Yahisa

宇佐美勝久*

Katsuhisa Usami

成重真治***

Shinji Narishige



エネルギーフィルタを装備した電子顕微鏡による元素分布像観察

エネルギーフィルタによって選択した電子を観察することにより、通常の電子顕微鏡像からは得られなかった元素分布像{(a)と(b)}が可視化できる。

コンピュータ事業の基幹製品の一つである磁気ディスク装置は年率60%の勢いで高記録密度化が進められており、ビット長(1ビット当たりの長さ)はすでにサブマイクロメートル領域に達している。高記録密度化の進行に伴い、磁気ヘッドや記録媒体に用いられている薄膜材料中の微細構造が磁気特性に与える影響が無視できなくなっており、材料中の元素分布を高い空間分解能で評価解析する技術が切望されていた。

このようなニーズにこたえて、TEM(透過電子顕微鏡)とエネルギーフィルタとを組み合わせた装置

(以下、エネルギーフィルタ型電子顕微鏡と言う。)による、高分解能の元素分布像観察技術を開発した。高い輝度を持つ電界放出型電子顕微鏡の利点を生かし、約1 nmという高い空間分解能で1元素当たり数十秒で元素分布像を取得することができる。その結果、従来は識別することのできなかった多層膜や磁気記録媒体中の元素分布を明瞭(りょう)に観察することが可能となった。同技術は半導体材料や構造材料など他の材料開発の分野でも、広く役立つものと期待できる。

* 日立製作所 日立研究所

** 日立製作所 ストレージシステム事業部

*** 日立製作所 ストレージシステム事業部 工学博士

1 はじめに

コンピュータ事業の基幹製品の一つである磁気ディスク装置は年率60%の勢いで高記録密度化が進められており、ビット長はすでにサブマイクロメートル領域に達している。これらの装置は磁気ヘッドや磁気記録媒体などの部位に薄膜材料が用いられているが、高記録密度化の進行に伴い、材料中の微細構造が磁気特性に与える影響が無視できなくなってきた。例えば、磁気ヘッドに用いられる多層膜や磁気記録媒体の場合、膜厚や膜中の元素分布が、出力やノイズなどの磁気特性ひいては製品の性能に大きく影響する(図1参照)。そのため、高記録密度化をさらに推進するためには、材料の微細構造や元素分布を評価解析する技術が必要である。

これら材料開発分野からのニーズにこたえる評価解析技術として、分解能の観点からはTEMが有効である。従来のTEMでは、原子種を識別することは困難であったが、エネルギーフィルタと組み合わせることにより、ナノメートルオーダーの高い分解能で元素分布像を得ることができる。

ここでは、エネルギーフィルタ型電子顕微鏡による元素分布像観察の原理について述べた後、磁気ディスク装置関連材料に適用した結果を報告する。

2 元素分布像観察の原理

2.1 試料と電子線との相互作用

電子線と試料との相互作用を図2に模式的に示す。試料に入射した電子線は、元素とさまざまな相互作用したのち透過電子として観察される。透過電子の中には、試料内部でわずかにエネルギーを損失した電子(ロス電子)とエネルギーを失わない電子(ゼロロス電子)とがある。ロス電子の中でも試料の構成元素の内殻(コア)電子を励起した電子はコアロス電子と呼ばれ、失ったエネルギーは元素固有の値を持つことが知られている。したがって、透過電子から所望の元素のコアロス電子だけを選択して結像することにより、その元素の分布像が観察できる。この相互作用は原子レベルであることから、元素分布像の分解能もほぼそれと同レベルであり、きわめて高い。しかしその一方、コアロス電子の強度はたいへん弱いいため、入射電子線を従来よりも100倍以上高い密度で照射する必要がある。

2.2 装置の概要

エネルギーフィルタ型電子顕微鏡の装置の模式図を

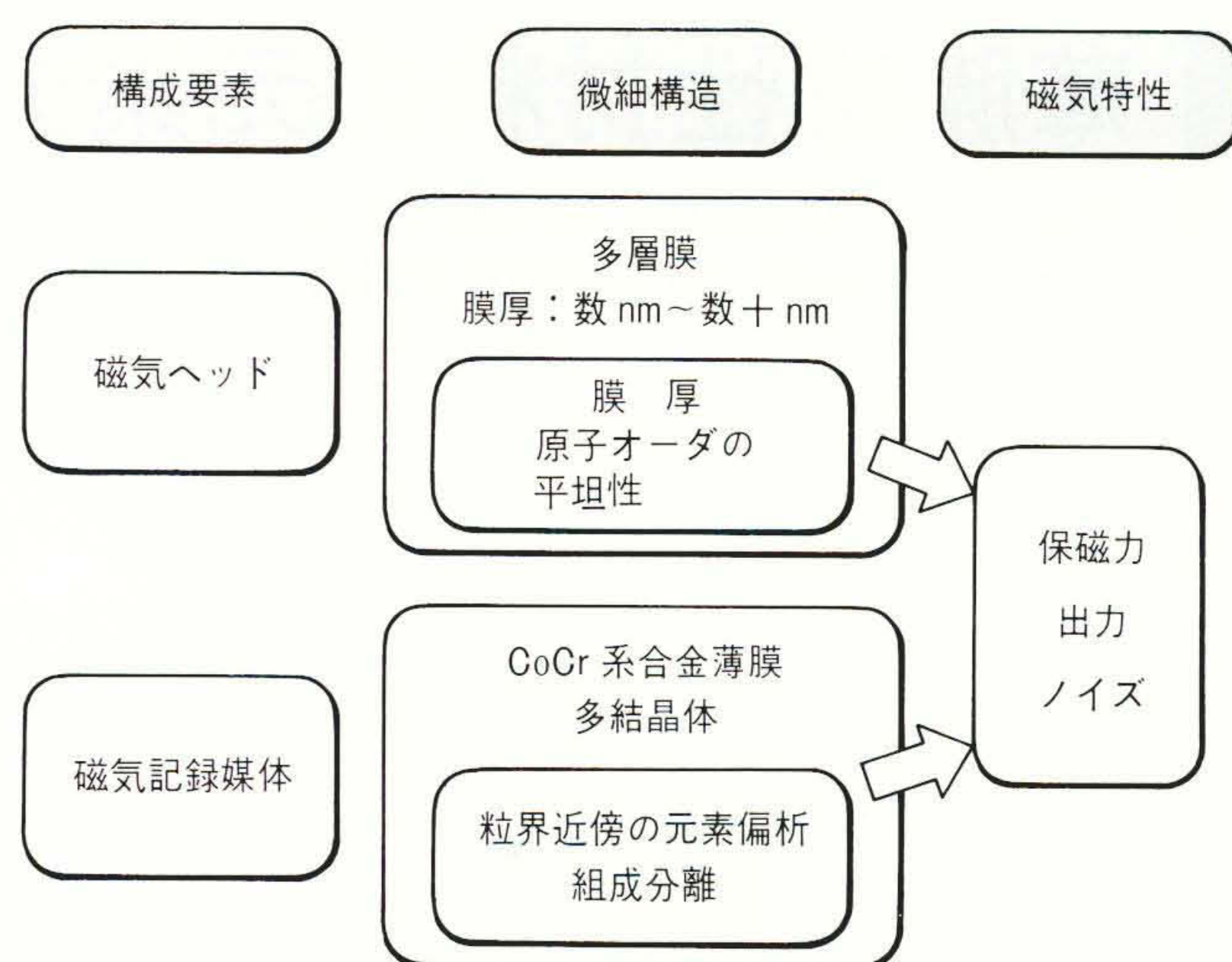


図1 磁気ディスク装置関連の材料の微細構造と磁気特性

磁気ヘッドなどに用いられる多層膜では膜厚や膜の平坦(たん)性が、磁気記録媒体では膜中の元素偏析が、それぞれ磁気特性に大きく影響する。

図3に示す。従来型の電子顕微鏡に、エネルギーフィルタが付加された全体構成を持つ。試料から出射した透過電子は、対物レンズなどによって最大100万倍程度まで拡大され、電子顕微鏡像となる。この像には透過電子のすべてが含まれているため、このままでは元素を識別することはできない。

次に、電子顕微鏡像はエネルギーフィルタに入射し、磁場セクタ(電子分光器)でエネルギーの差によって電子

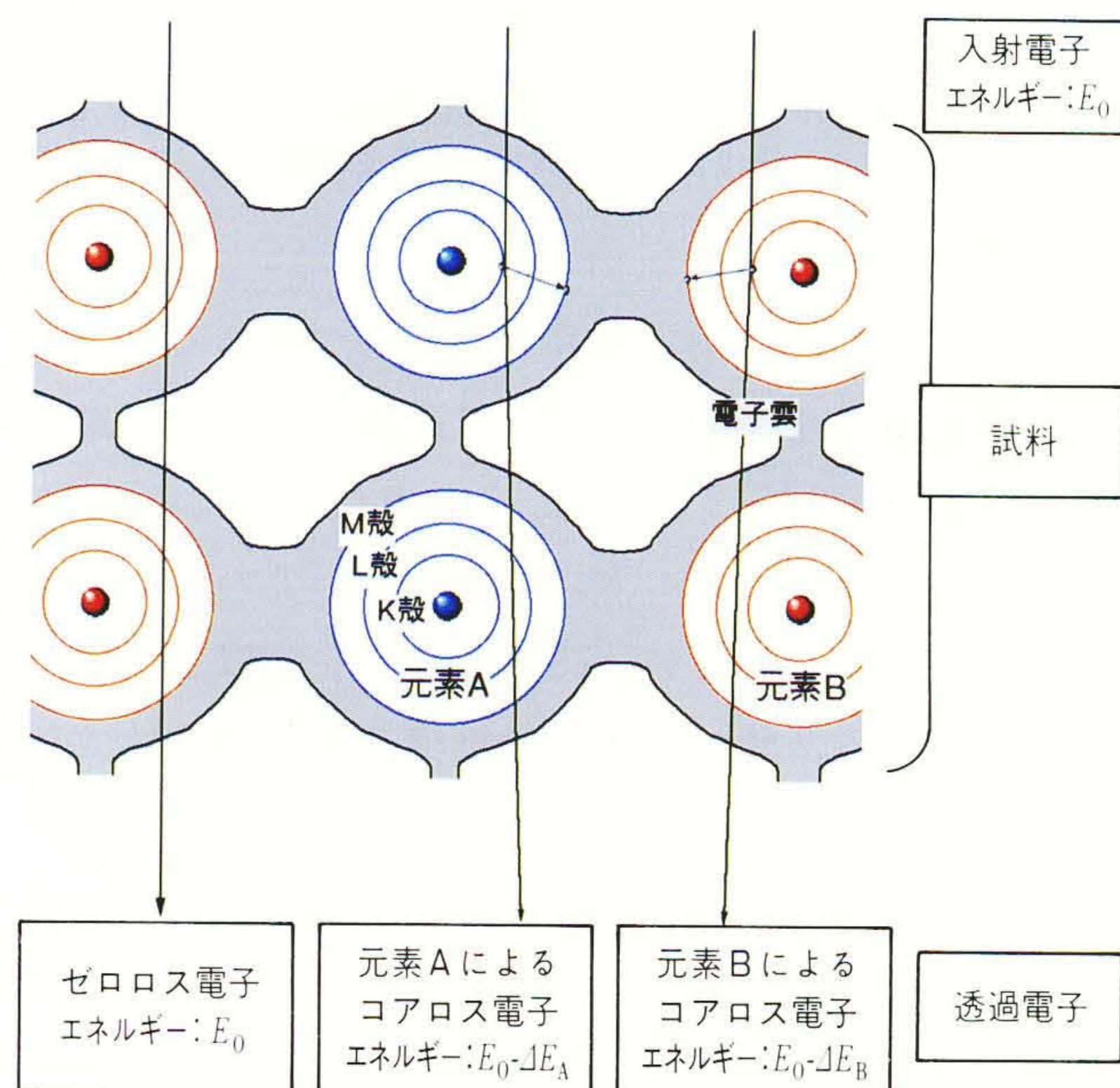


図2 試料と電子線との相互作用の模式図

入射電子の一部は内殻(コア)電子を励起し、エネルギーの一部を失ったコアロス電子となる。エネルギー損失量 ΔE_A および ΔE_B は元素固有の値を持つ。

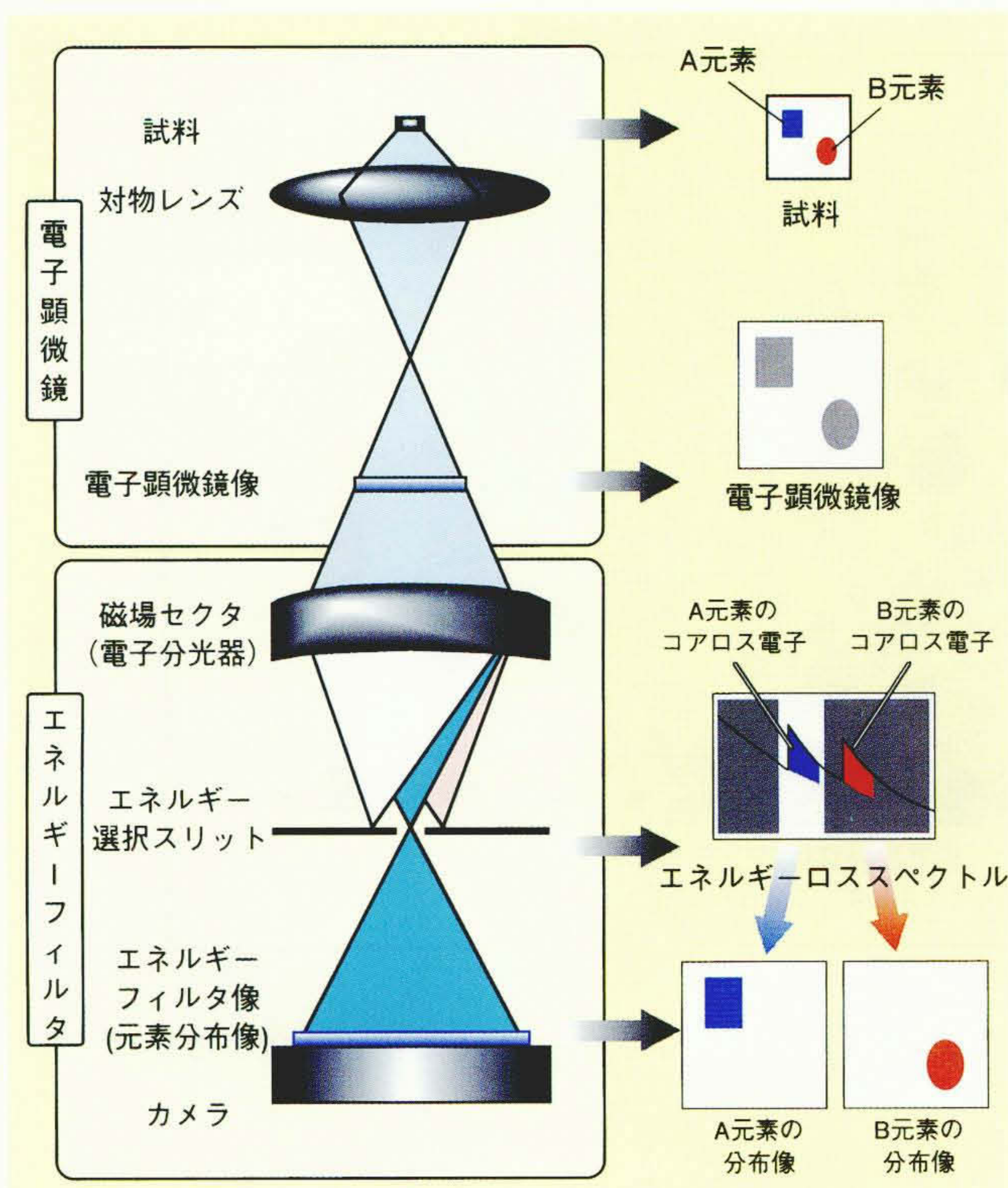


図3 エネルギーフィルタ型電子顕微鏡の模式図

電子分光器で透過電子がエネルギーの差によって振り分けられる。目的とする元素のコアロス電子がエネルギースリットで選択され、元素分布像がカメラによって検出される。

が振り分けられ、エネルギーロススペクトルが形成される。ここで、エネルギー選択スリットにより、目的とする元素のコアロス電子を選択する。その結果、選択されたコアロス電子による像、すなわち元素分布像をカメラで撮影することができる。選択するコアロス電子を変

更すれば、同一領域の他の元素分布像が取得できる。

これらの観察では、エネルギーフィルタの性能もさることながら、電子顕微鏡自体の性能が元素分布像の空間分解能を左右する。高分解能な元素分布像の観察のためには、輝度の高い電子顕微鏡を利用して十分な強度を得るとともに、収差係数の小さな対物レンズを使用する必要がある。そのため、高い輝度を持つ電界放出型の電子顕微鏡(HITACHI “HF-2000”, 点分解能0.23 nm)とエネルギーフィルタとを併用することにより、高分解能でかつ十分な強度で元素分布像を観察することができるようにした。

3 適用例

3.1 多層膜の膜厚および平坦性評価

磁気ヘッドなどに用いられる多層膜に適用した観察例を図4に示す。NiとFeからなる合金(パーマロイ)の間にきわめて膜厚の薄いCr層を積み重ねた多層膜を断面から観察した。磁気材料として用いられる多層膜は一般にCr, Co, Feといった原子番号の近い金属の組合せとなっている。そのため従来の電子顕微鏡像では、積み重ねられた各層を識別することが困難であった。一方、エネルギーフィルタ型電子顕微鏡によって得られた元素分布像では、Cr層だけが明るく明瞭に観察されている。最も薄い約1 nm(5, 6原子層に相当)のCr層も明瞭に観察されており、ナノメートルオーダーの空間分解能を持つことがわかる。観察された試料の膜厚は、他の手法による平均膜厚の計測結果と一致しており、さらにこの像から多層



図4 多層膜の元素分布像観察

(b)のゼロロス像では4層のNiFeと3層のCrとはほぼ同じコントラストを示すが、(c)のCrの分布像ではこれらを明瞭に識別することができる。この元素分布像から、各層の膜厚や平坦性を把握することができる。

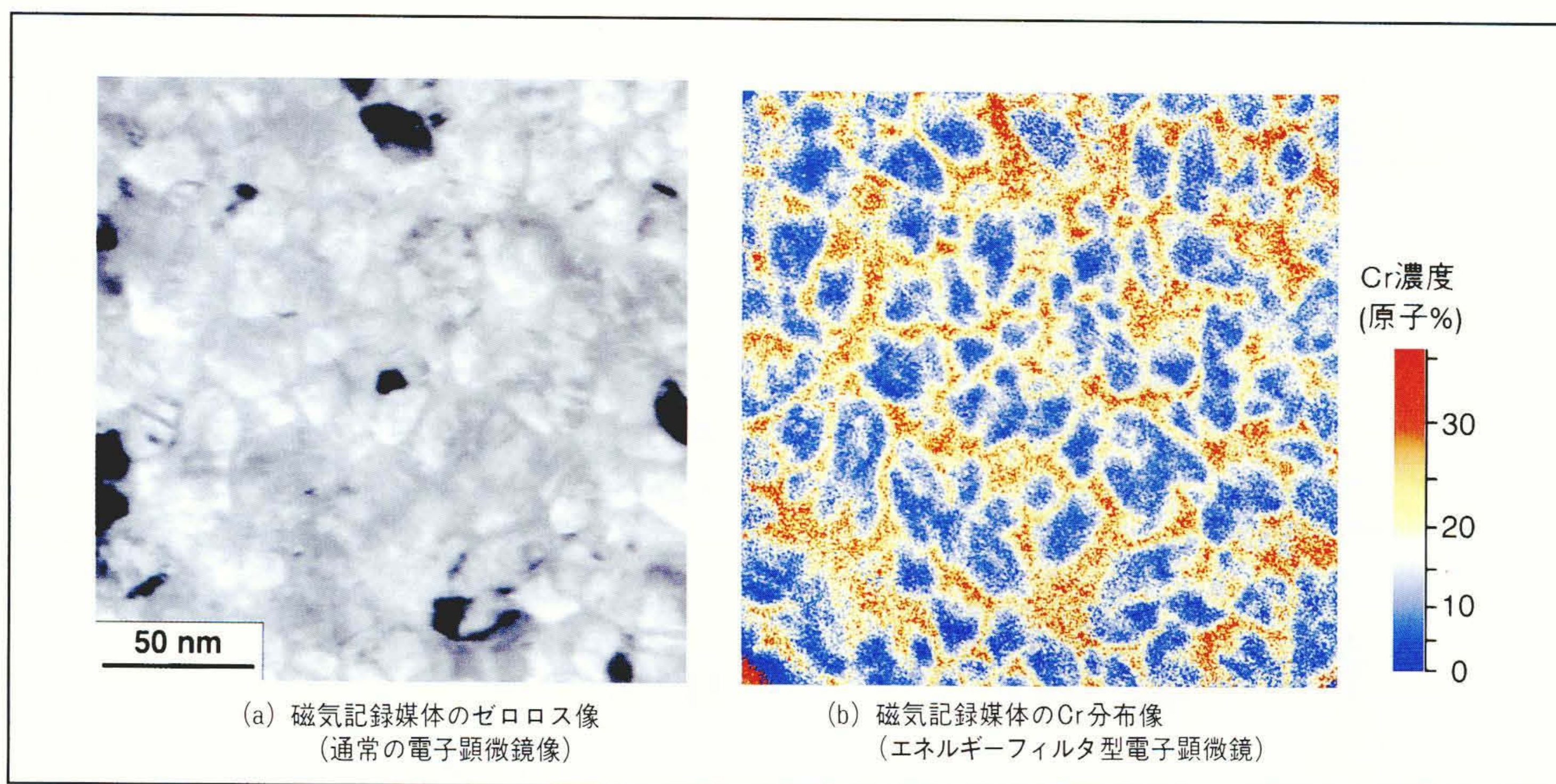


図5 磁気記録媒体の元素分布像観察

(b)のCrの分布像からは、粒界にCrが偏析しており、その濃度は25原子%でネットワーク状になっていることが把握できる。

膜の各層が原子レベルで平坦であることもわかった。

3.2 磁気記録媒体の元素偏析の評価

磁気記録媒体として用いられるCoCrTa合金に適用した結果を図5に示す。膜の平均組成はCo78原子%, Cr17原子%, Ta5原子%である。通常の電子顕微鏡像では粒径が数十ナノメートルの多結晶体であることがわかるが、この場合も多層膜同様に元素分布はこの像からは得られない。エネルギーフィルタ型電子顕微鏡を用いて、Taは含有量が少ないことから均一であると見なし、同一視野のCr分布像を定量観察した。これは得られた画像データを計算機上で処理し、疑似カラー化したものである。Crの平均組成を白色にし、この値よりもCrが多い部分を黄色から赤色の暖色系に、少ない部分を青色の寒色系に彩色した。膜内では明瞭な組成分離が起こっており、Crは粒界に偏析していることがわかる。磁気特性との比較から、この粒界近傍にネットワーク状に張り巡らされたCr偏析により、磁気記録媒体のノイズが低減されていることなどがわかってきている。

4 おわりに

エネルギーフィルタ型電子顕微鏡による元素分布像観察技術を開発し、磁気ディスク装置に用いられる薄膜材料へ適用した。輝度の高い電界放出型電子顕微鏡とエネルギーフィルタとを組み合わせることにより、通常の電子顕微鏡像では識別することのできない元素分布像を、約1 nmという高い空間分解能で得ることができる。その結果、高記録密度化を進めていくうえで重要開発項目となる磁気ヘッド用の多層膜や磁気記録媒体などの元素分布像が明瞭に観察できるようになってきた。得られた結果は、これら薄膜材料の成膜プロセスの最適化や次世代製品開発に関する重要な知見を与えると思われる。

エネルギーフィルタ型電子顕微鏡による元素分布像評価技術は、磁気ディスク装置関連の材料だけでなく、半導体材料や構造材料などに広く適用することができる。今後、材料開発を進めていくうえでの基盤技術として適用範囲を広げるとともに、電子顕微鏡製品として新たに発展させていく考えである。

参考文献

- 1) 木本, 外: イメージングフィルタによる元素分布像観察, 電子顕微鏡, 第30巻, 2号(1995)
- 2) K. Kimoto, et al.: Japanese Journal of Applied Physics, 34, L352-L354(1995)
- 3) 田谷, 外: γ 型フィルタ-TEMの試作, 日本電子顕微鏡学会, 第51回学術講演会予稿集, p.34(1995)