

## К ВОПРОСУ ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОГО НАБЛЮДЕНИЯ МАГНИТНОЙ СТРУКТУРЫ МЕТОДОМ СРЕЗА

Я. М. ПОГОСЯН, М. А. ЧАЛАБЯН, Д. ПЭЦОЛЬД, Т. А. ПОГОСЯН

В работе предложен метод нахождения направления векторов намагниченности в доменах при исследовании тонких пленок методом среза электронного пучка. Показано, что для однозначного воспроизведения сложной магнитной структуры в пленках достаточно получить лишь два снимка при разных направлениях подведения ножевой диафрагмы.

### 1. Введение

Для наблюдения магнитной структуры тонких ферромагнитных пленок в просвечивающем электронном микроскопе существуют два метода: метод расфокусирования [1] и метод среза пучка [2, 3]. Оба метода основаны на эффекте отклонения электронного пучка, вызванного силой Лоренца, которая возникает при прохождении электронов через ферромагнитный образец. Хотя оба метода были предложены почти одновременно, однако в силу ряда преимуществ (возможность непосредственного наблюдения структуры доменных границ, тонкой магнитной структуры и т. д.) метод расфокусирования нашел широкое применение при электронномикроскопических исследованиях тонких ферромагнитных пленок, тогда как метод среза пучка из-за некоторой ограниченности своих возможностей применяется редко. Между тем, метод среза может успешно применяться в таких исследованиях, где имеется необходимость одновременного наблюдения кристаллической и магнитной структур. При этом исключительно важен тот факт, что и магнитная и кристаллическая структуры наблюдаются в одинаковых режимах работы микроскопа, т. е. с одинаковыми разрешениями, что позволяет избежать всяких неточностей при установлении соответствия магнитной структуры данного участка с кристаллической структурой этого же участка. Однако установление магнитной конфигурации при исследовании пленок со сложной магнитной структурой методом среза пучка является весьма трудной задачей. В частности, при исследовании сложной магнитной структуры пленок железа полученные нами снимки, изображающие магнитную структуру выбранного участка пленки при разных положениях ножевой диафрагмы (рис. 1*b—e*), сильно отличаются друг от друга, затрудняя, тем самым, воспроизведение истинной магнитной структуры этого участка.

В имеющихся работах по объяснению контраста изображения, возникающего при наблюдении тонких ферромагнитных пленок методом среза пучка, вопрос об определении направления намагниченности либо не рассматривается, либо рассматривается для частных случаев (напр., [4]).

В настоящей работе разработана методика определения направления векторов намагниченности в доменах пленок со сложной магнитной структурой.

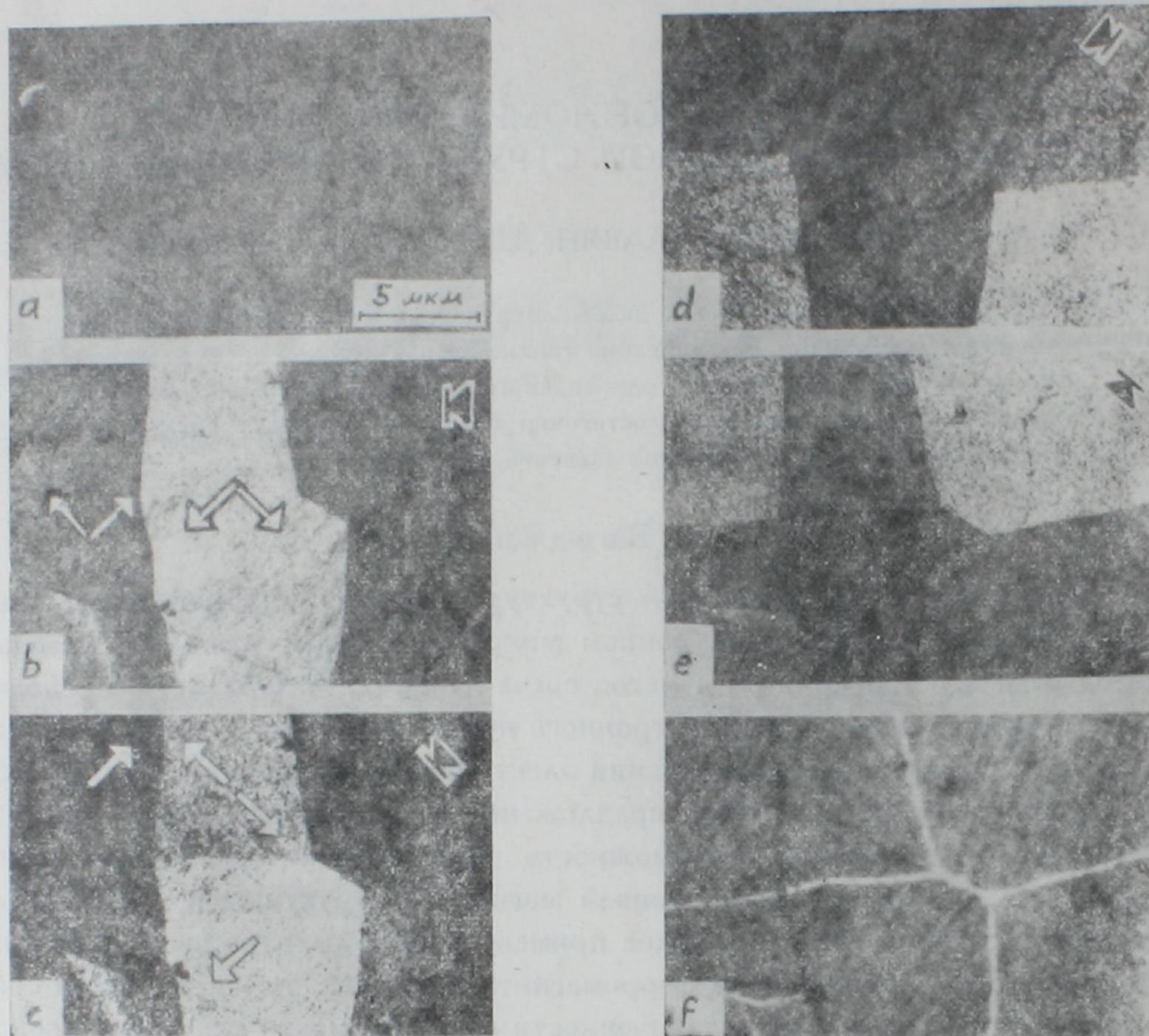


Рис. 1. Микроснимки, полученные с одного и того же участка пленки железа: *a* — апертурная диафрагма сцентрирована, *b—e* — электронный пучок срезан смещенной апертурной диафрагмой, *f* — изображение в режиме расфокусирования. На рис. *b—e* сплошными стрелками указано направление подведения ножа, на рис. *b, c* светлыми стрелками указаны направления векторов намагниченности, рассчитанные по формуле (8).

## 2. Контраст изображения в методе среза электронного пучка (приближение геометрической оптики\*)

Как известно, при наблюдении тонких пленок в просвечивающем электронном микроскопе электронный пучок, проходя через образец, рассеивается и при выходе из образца распространяется внутри конуса с углом раскрытия  $\lambda/\omega$  и с вершиной в точке выхода из нижней поверхности образца *P*, рис. 2*a* ( $\omega$  — размер кристаллитов образца, рассматриваемых как сферы,  $\lambda$  — длина волны электронного пучка). Под действием силы Лоренца электроны отклоняются и ось конуса наклоняется в направлении, перпендикулярном к вектору намагниченности наблюдаемой области пленки, на угол

\* Применение представлений волновой оптики, несомненно, является более строгим подходом. Однако геометрическая оптика вполне применима, если  $4\pi It\Delta x \gg h/2e$  [5], где  $\Delta x$  — минимальный размер классически разрешаемых областей ( $h$  — постоянная Планка). При исследовании доменной структуры обычных ферромагнитных пленок это условие выполняется.

$$\beta = \frac{4\pi e}{mv} It, \quad (1)$$

где  $I$  — величина вектора намагниченности,  $t$  — толщина пленки,  $e$  и  $m$  — заряд и масса электрона, а  $v$  — скорость. Проходя через магнитное поле объективной линзы, электроны собираются и в сфокусированном режиме конус сходится в точке на плоскости  $P'$ , где изображается точка выхода электронов из образца.

Как вытекает из очевидных геометрических соображений, при этом

$$\rho' = M_0 \rho, \quad \alpha' = \alpha + \pi, \quad (2)$$

где  $(\rho, \alpha)$  и  $(\rho', \alpha')$  — соответственно полярные координаты точки на нижней поверхности образца  $P$  и ее изображения на плоскости  $P'$ , а  $M_0 = f/(R - f)$  — увеличение объективной линзы ( $f$  — фокусное расстояние объективной линзы,  $R$  и  $R'$  — расстояния плоскостей  $P$  и  $P'$  от средней плоскости объектива  $O$ , рис. 2а). Далее, в задней фокальной плоскости объективной линзы сходящийся конус распространения электронов имеет сечение с площадью  $S_0$  и диаметром  $\Delta r = (\lambda/\omega)f$  (дифракционный рефлекс), центр которого смещен на расстояние  $r = \beta f$  в направлении силы Лоренца, перпендикулярном вектору намагниченности  $\vec{I}$  (рис. 2).

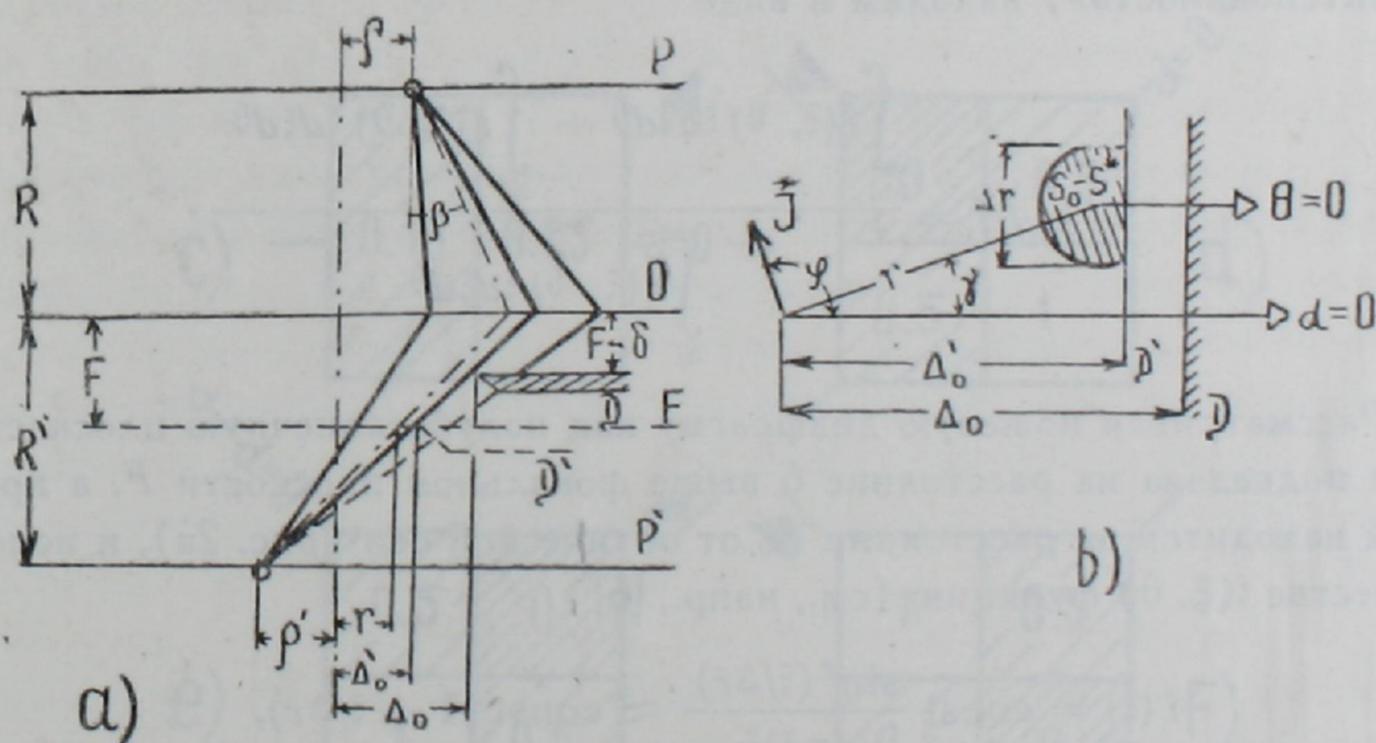


Рис. 2. К расчету контраста изображения в методе среза пучка: а — ход электронов от нижней поверхности образца до плоскости (первого) изображения, б — вид сверху на заднюю фокальную плоскость объективной линзы.  $P$  — нижняя поверхность образца,  $P'$  — плоскость изображения,  $O$  — средняя плоскость объективной линзы,  $F$  — задняя фокальная плоскость ее,  $\vec{I}$  — направление вектора намагниченности в наблюдаемой области пленки.

Если электроны, проходящие от нижней поверхности образца до плоскости изображения, не задерживаются апертурной диафрагмой\* или каким-либо другим препятствием, то интенсивность в точке изображения  $(\rho', \alpha')$  равняется интенсивности в точке  $(\rho, \alpha)$ , т. е. интенсивности  $I_0$ , обусловленной лишь кристаллической структурой образца. Однако, если близко к оптической оси подведена ножевая заслонка, то на картину накладывается также изображение магнитной структуры, так как в этом случае ножом задерживается определенная доля электронов. При фиксированном положении заслонки доля этих электронов определяется направлением и углом наклона конуса распространения электронов, т. е. направлением и величиной намагниченности в наблюдаемой области ферромагнитной пленки. С другой стороны, для данной доменной конфигурации она определяется направлением подведения ножа и расстоянием его края от оптической оси. Очевидно, в этом случае интенсивность в точке изображения  $(\rho', \alpha')$  определяется, кроме исходной «кристаллической интенсивности»  $I_0$ , также долей задержанных ножом электронов, т. е. разностью

$$\int_{S_1} i(\xi, \theta) \xi d\xi d\theta - \int_{S^*} i(\xi, \theta) \xi d\xi d\theta,$$

где  $S^*$  — площадь дифракционного рефлекса, прикрытая «тенью» заслонки  $D'$  (см. рис. 2), а  $i(\xi, \theta)$  — распределение электронов вокруг центра дифракционного рефлекса. Таким образом, если  $I$  — общая интенсивность в точке  $(\rho', \alpha')$  изображения, то относительную интенсивность  $I/I_0$  («магнитная интенсивность») находим в виде

$$I/I_0 = \frac{\int_{S_1} i(\xi, \theta) \xi d\xi d\theta - \int_{S^*} i(\xi, \theta) \xi d\xi d\theta}{\int_{S_0} i(\xi, \theta) \xi d\xi d\theta}. \quad (3)$$

Рассматривая ножевую диафрагму как полубесконечную плоскость, которая подведена на расстояние  $\delta$  выше фокальной плоскости  $F$ , а край которой находится на расстоянии  $\Delta_0$  от оптической оси (рис. 2а), и используя в качестве  $i(\xi, \theta)$  функцию (см., напр., [6])

$$i(\xi) = \text{const} \frac{\sin^2(\xi/\Delta r)}{(\pi \xi)^2} \approx \text{const} (1 - \xi/\Delta r), \quad (4)$$

$$0 \leq \xi/\Delta r \leq 1,$$

после интегрирования (3) и последующей линейной аппроксимации результата получаем

\* Задержка пучка нулевого порядка исключена при обычном сцентрированном положении апертурной диафрагмы, так как для обычных ферромагнитных пленок  $\beta$  составляет лишь  $\sim 10^{-4}$  рад.

$$I/I_0 = \begin{cases} 1 & \text{при } \Delta'_0 > r \cos \gamma + \Delta r \\ \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \frac{\Delta'_0}{\Delta r} - \frac{1}{2} \frac{r}{\Delta r} \cos \gamma & \text{в промежуточной области} \\ 0 & \text{при } \Delta'_0 < r \cos \gamma - \Delta r. \end{cases} \quad (5)$$

Здесь  $\Delta'_0$  — расстояние «тени»  $D'$  края заслонки  $D$  на фокальной плоскости  $F$  от оптической оси (рис. 2), для которого из простых геометрических соображений следует выражение

$$\Delta'_0 = \frac{M_0}{1+x} \rho \cos \alpha + \frac{x}{1+x} \Delta_0 \quad \left( x = \frac{M_0^2}{M_0 + 1} \frac{R}{\delta} \right), \quad (6)$$

причем, для определенности, ножевая полубесконечная плоскость подведена таким образом, что внутренняя нормаль к ее краю совпадает с осью  $\alpha=0$ .

В качестве примера на рис. 3с—f приведены рассчитанные изображения модельной конфигурации типа шахматной доски, рис. 3b (стрелками

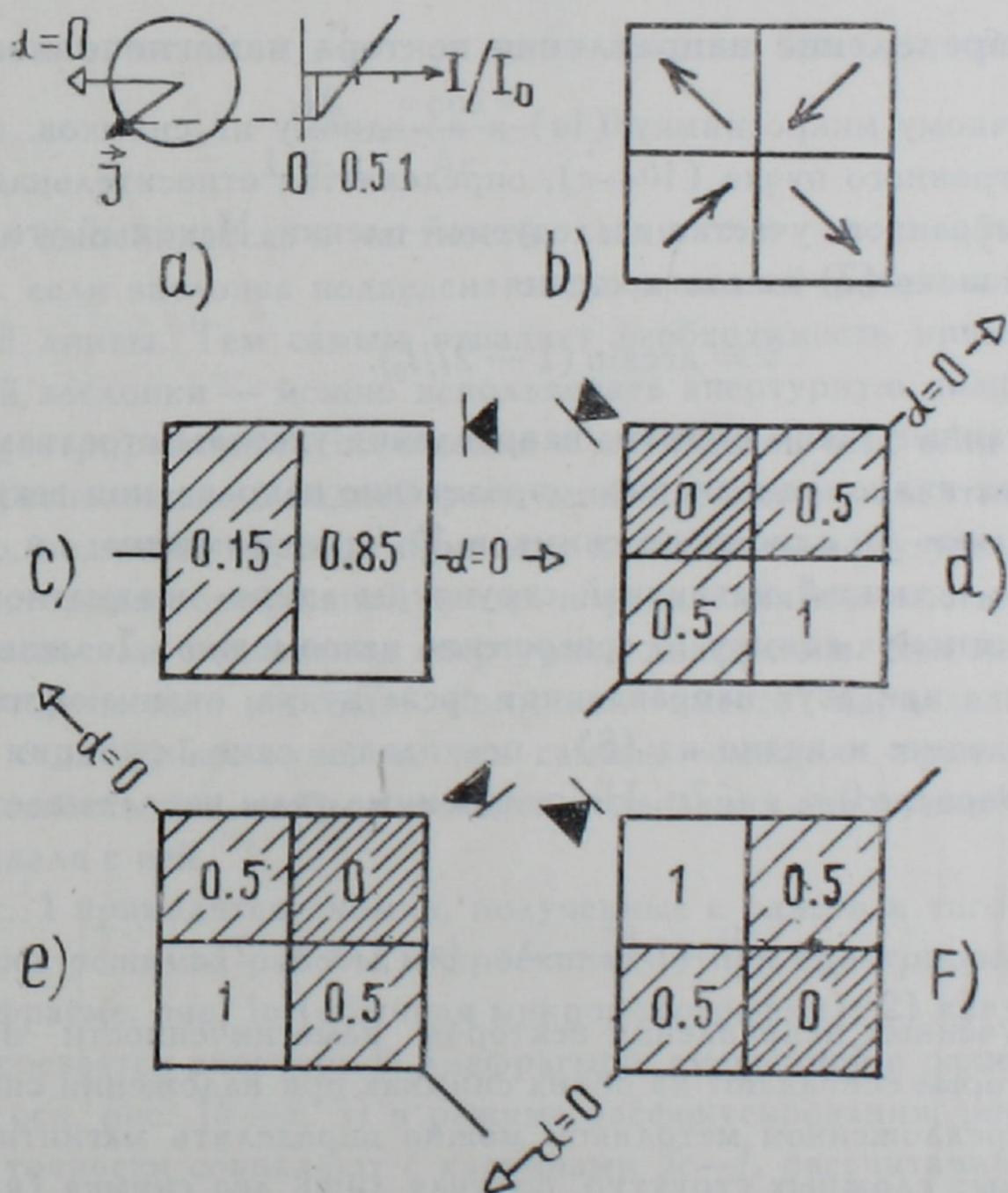


Рис. 3. Контраст изображения в методе среза пучка: а — графическое изображение соотношения (7), б — модельная магнитная структура типа шахматной доски, с—f — ее изображения при подведении ножевой диафрагмы с разных сторон (причем  $\delta, \Delta_0 = 0$ ). Сплошными стрелками указано направление среза, цифрами обозначены величины относительной интенсивности  $I/I_0$  в данной области.

указано направление вектора намагниченности в доменах). Разным картинам соответствуют разные направления подведения ножевой заслонки. Относительная интенсивность рассчитана согласно (5) для случая  $r \approx \Delta r^*$ , т. е. с помощью выражения

$$I/I_0 = \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos \gamma = \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \sin \varphi, \quad (7)$$

графически изображенного на рис. 3а. Здесь  $\varphi$  — направление вектора намагниченности в данном домене относительно внутренней нормали к краю ножа  $\alpha=0$  (см. рис. 2b), а  $\gamma = \varphi - \pi/2$  — соответствующее направление силы Лоренца. Как видно, в разных случаях подведения ножевой заслонки могут проявляться «двухконтрастные» (рис. 3с), «трехконтрастные» (рис. 3d—f) и, в наиболее общем случае, «четырёхконтрастные» картины. Интересная особенность состоит в том, что общая контрастность «двухконтрастных» картин ( $0,85 - 0,15 = 0,7$ ) меньше, чем на «трехконтрастных» картинах ( $1,0 - 0 = 1,0$ ).

### 3. Определение направления вектора намагниченности

По обычному микроснимку (1a) и по одному из снимков, полученных срезом электронного пучка (1b—e), определяется относительная интенсивность  $I/I_0$  выбранного участка исследуемой пленки. Искомый угол  $\varphi$  рассчитывается согласно (7) из соотношения

$$\varphi = \arcsin(1 - 2I/I_0). \quad (8)$$

Рассчитанные таким образом направления указаны стрелками на снимках 1b, c. Как видно, однозначное определение направления вектора намагниченности лишь по одному из снимков 1b—c невозможно: в частности, установление истинной магнитной структуры типа шахматной доски по «двухконтрастному» снимку 1b совершенно невозможно. Должны быть сняты два снимка при двух направлениях среза пучка, отличающихся на угол  $\Delta\varphi = \pi$ . Последнее и видно из (8), поскольку сама функция  $\sin$  двузначна в интервале  $0 \leq \varphi \leq 2\pi$ . На полученные углы накладывается очевидное условие

$$\varphi \equiv \varphi_{\alpha}^{(1)} = \varphi_{\beta}^{(2)} - \Delta\varphi \quad (\alpha, \beta = 1, 2), \quad (9)$$

т. е. из полученных направлений векторов намагниченности выбираются лишь те, которые совпадают на обоих снимках при наложении снимков друг на друга. Предложенной методикой можно определять магнитную конфигурацию самых сложных структур, получая лишь два снимка (кроме обычного микроснимка), что и является главным преимуществом данного метода по сравнению с другими (см., напр., [4]).

\* Такое приближение естественно, так как для обычно рассматриваемых пленок размер кристаллитов  $\approx 400 \text{ \AA}$ , следовательно, при  $\lambda \approx 5 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}$   $\lambda/w \approx \beta$ .

#### 4. Наблюдение магнитной структуры методом среза пучка в электронном микроскопе

В электронном микроскопе исследовались ферромагнитные пленки железа, полученные методом вакуумного эпитаксиального осаждения на сколе каменной соли, которые обладают сложной магнитной структурой типа шахматной доски (см. рис. 3b). Исследования проводились на микроскопе типа JEM-100U, который снабжен держателем образца, позволяющим поднимать образец до 1 см выше своего нормального положения. Подобный режим наблюдения ферромагнитных пленок диктуется тем, что из-за малого лоренцова угла  $\beta$  при обычном фокусном расстоянии  $f \leq 3$  мм отход электронного пучка  $r = \beta \cdot f$  от оптической оси недостаточен для разрешения магнитной структуры.

Так как в (5) входит параметр  $\Delta'_0$ , зависящий, согласно (6), от координат  $\rho$  и  $\alpha$ , контраст изображения зависит не только от магнитной конфигурации, но и от местонахождения домена относительно оптической оси микроскопа. Чтобы избежать этого, целесообразно работать в режиме, для которого

$$\frac{M_0}{1 + \kappa} \frac{\rho \cos \alpha}{\Delta r} \rightarrow 0. \quad (10)$$

Это условие выполняется, в частности, если  $\kappa \rightarrow \infty$  и, следовательно,  $\delta \rightarrow 0$ , т. е. если заслонка подведена точно к задней фокальной плоскости объективной линзы. Тем самым отпадает необходимость применения особой ножевой заслонки — можно использовать апертурную диафрагму, смещая ее из центрированного положения к оптической оси, если апертурная диафрагма расположена в задней фокальной плоскости объективной линзы.

Однако, поднятие образца приводит к значительному увеличению фокусного расстояния объективной линзы и фокальная плоскость уже не совпадает с плоскостью подведения апертурной диафрагмы. Как можно видеть из рис. 4, этого можно избежать, применяя вместо параллельного пучка электронов сходящийся пучок и, тем самым, «смещая» эффективную фокальную плоскость так, чтобы плоскость подведения апертурной диафрагмы снова совпадала с ней.

На рис. 1 приводятся снимки, полученные с одного и того же участка пленки в трех режимах работы микроскопа: 1) при сцентрированной апертурной диафрагме, рис. 1a (обычная микрофотография); 2) когда электронный пучок срезается апертурной диафрагмой, смещенной с разных сторон к оптической оси, рис. 1b—e; 3) в режиме расфокусирования, рис. 1f. Снимки 1b—e в точности совпадают с картинами 3c—f, рассчитанными для модельной структуры 3b. Наблюдается также предсказанное отличие в общей контрастности между «двухконтрастным» и «трехконтрастным» снимками.

В заключение отметим, что рис. 1 отчетливо демонстрирует преимущество снимков, полученных методом среза, перед снимками, полученными методом расфокусирования: в то время, как на снимке 1f проявляются лишь доменные стенки и рябь намагниченности, снимки 1b—e содержат да-

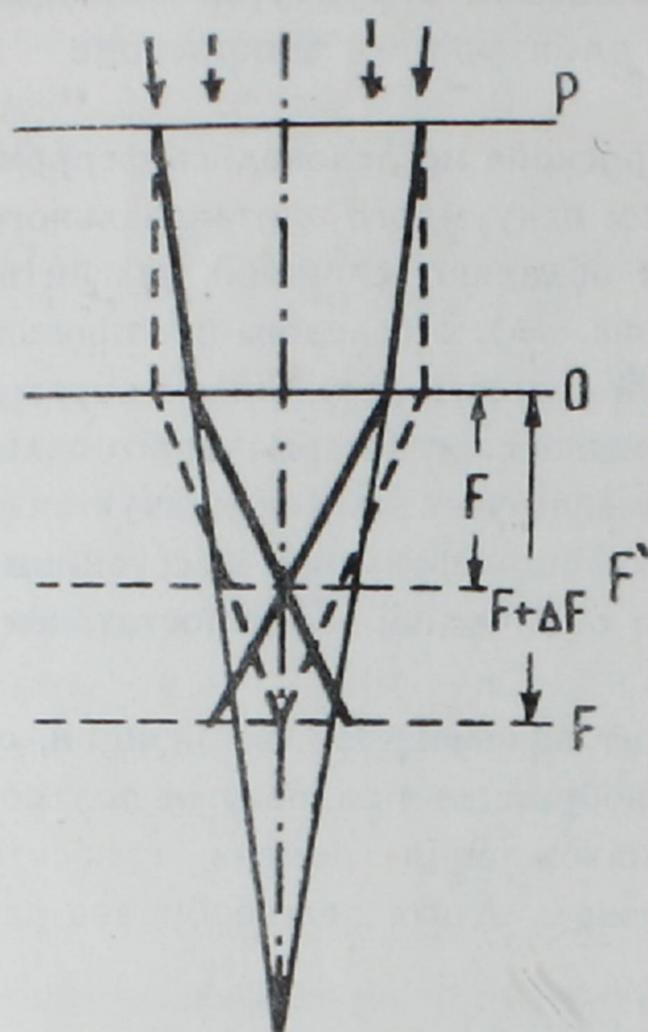


Рис. 4. «Смещение» задней фокальной плоскости объективной линзы при использовании сходящегося электронного пучка. Пунктирные линии соответствуют параллельному пучку электронов, сплошные—сходящемуся.

же самые мелкие кристаллические включения, которые видны на обычном микроснимке (рис. 1а). Благодаря этому метод среза электронного пучка становится предпочтительным в таких исследованиях, где имеется необходимость одновременного изучения кристаллической и магнитной структур тонких ферромагнитных пленок.

Ереванский государственный университет

Поступила 12.X.1974

#### Л И Т Е Р А Т У Р А

1. H. W. Fuller, M. E. Hale. J. Appl. Phys., 31, 238 (1960).
2. H. W. Fuller, M. E. Hale. J. Appl. Phys., 31, 1699 (1960).
3. H. Boersch, H. Reith. Paper 16 Meeting of the German [Electron Microscope Society, Freiburg, October 21, 1959.
4. D. H. Warrington et al. Phil. Mag., 1, 1783 (1962).
5. P. J. Grundly, R. S. Tebble. Adv. Phys., 17, 153 (1968).
6. P. B. Hirsch et al. Electron Microscopy of Thin Kristalls, London, 1965.

ԷԼԵԿՏՐՈՆԱՅԻՆ ՄԻԿՐՈՍԿՈՊՈՒՄ ՓՈՒՆՁԸ ԿՏՐԵԼՈՒ ՄԵԹՈՂՈՎ  
ՄԱԳՆԵՍԱԿԱՆ ԿԱՌՈՒՑՎԱԾՔԸ ԴԻՏԵԼՈՒ ՄԱՍԻՆ

ՅԱ. Մ. ՊՈՂՈՍՅԱՆ, Մ. Ա. ՉԱԼԱԲՅԱՆ, Գ. ՊԵՏՈՂԳ, Թ. Ա. ՊՈՂՈՍՅԱՆ

Աշխատանքում առաջարկված է բարակ ֆերրոմագնիսական թաղանթների դոմենների մագնիսացման վեկտորի ուղղությունները գտնելու մեթոդ, որը հիմնված է էլեկտրոնային փունջը

կտրելու մեթոդով ստացված դոմենային կառուցվածքի պատկերի կոնտրաստի հաշվարկի վրա: Ցույց է տրված, որ բարդ մագնիսական կառուցվածքի դեպքում մագնիսացման վեկտորի ուղղությունները գտնելու համար բավական է միայն ունենալ երկու նկար, որոնք ստացված են երկու տարբեր ուղղություններով էլեկտրոնային փունջը կտրելու միջոցով:

## ON THE ELECTRON MICROSCOPIC OBSERVATION OF MAGNETIC STRUCTURE BY MEANS OF IN-FOCUS METHOD

Ya. M. POGOSYAN, M. A. CHALABYAN, D. PETZOLD, T. A. POGOSYAN

A method of the obtaining the directions of the magnetization vector in domains of thin ferromagnetic films is suggested. It is based on the calculation of the contrast of a domain-structure pattern obtained by means of in-focus method. It is shown that in the case of complex magnetic structure two patterns in two different directions are sufficient to find the direction of the vector.