

# 磁衬度的高压扫描电子显微镜观测<sup>1)</sup>

志水隆一

(日本大阪大学应用物理系)

在磁性材料的研究中,磁畴的电镜观测是人们很感兴趣的问题<sup>[1]</sup>.

利用扫描电镜可以观测到磁性材料的两种磁衬度(图1). 第一种磁衬度首先由 Joy 和 Jakubovics 利用二次电子信号观测到<sup>[2]</sup>. 引起这种磁衬度的原因是磁性材料存在着漏磁场. 漏磁场引起试样表面发射的二次电子轨道的改变, 由于从磁性相反的磁畴中探测到二次电子的效率不同, 从而引起磁衬度. 由单轴各向异性的磁性材料(如钴和磁泡材料)可得到这种磁衬度[见图1(a)].

第二种磁衬度首先由 Philibert 和 Tixier<sup>[3]</sup> 利用试样电流得到. 以后, 更多的研究工作者用背散射电子观测到这种磁衬度. 这种磁衬度产生的原因是磁化强度相反的磁畴对背散射电子运动的轨迹有不同的影响. 如图1(b)所示, 当入射电子进入饱和磁矩  $M_s$ , 方向垂直纸面向

磁衬度. Fathers 等人首先从理论上解释了这种磁衬度<sup>[4]</sup>. 我们利用高压扫描电镜(电压范围: 100—200kV) 较好地观测了这种磁衬度, 并使可观察的  $4\pi M_s$  从 20,000 G (Fe 或 Fe-Si) 降低到 4800G, 以至可以在软磁材料和具有玻璃复层的磁性材料中观测到这种磁衬度<sup>[5]</sup>, 通过蒙特卡罗计算表明, 这种磁衬度随着加速电压而增加<sup>[5,6]</sup>.

我们设计了用于磁衬度观测的二次电子探测室, 它安装在 JEOL 公司生产的 JSEM-200 扫描电镜上作为附件, 用它成功地观测了 Mn-Zn 铁磁体(用于录象机磁头的软磁材料)<sup>[7]</sup>. 样品台安装在探测室的上部, 通过操纵杆可使试样绕其表面法线轴旋转. 试样粘在样品台上, 其下方为 1000 匝磁线圈. 样品台的顶部安装着掺锂固体硅探测器, 尺寸为  $3 \times 5 \text{mm}^2$ , 用于探测背散射电子信号. 它的位置易于改变, 以得到适当的出射角.

图2是在 200 kV 扫描电镜中分别用二次电子和背散射电子观测 Mn-Zn 铁氧体表面的例子. 由图2可见, 试样表面足够平坦, 由二次电子象(a)很难观察到表面形貌引起的衬度; 另一方面, 由背散射电子象(b)中可以看出磁性相反的磁畴具有明显不同的衬度(第二种磁衬度). 此外还可以看到裂痕作为亮线(图中左侧)出现, 它可能是由于抛光引起的.

图3表明绕试样表面法线轴旋转时磁衬度的变化. 当磁化强度  $M_s$  和入射面(电子束和表面法线决定的面)垂直时, 相反磁化的磁畴间衬度最大[见图3(a)]. 当旋转  $90^\circ$  时, 图3(a)中观测到的磁衬度在图3(b)中消失了. 这与下面要讨论的有关第二种磁衬度的理论是一致

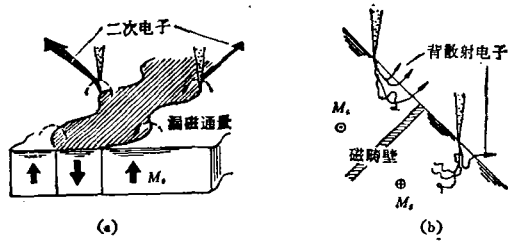


图1 扫描电镜观测到的两种磁畴衬度的机制

(a) 第一种磁衬度: 单轴各向异性材料为钴 ( $4\pi M_s \sim 17600 \text{G}$ )、SmCo 合金 ( $4\pi M_s \sim 12000 \text{G}$ )、磁泡材料 ( $4\pi M_s < 5000 \text{G}$ );

(b) 第二种磁衬度: 立方各向异性材料为 Fe 或 Fe-Si ( $4\pi M_s \sim 20000 \text{G}$ )、MnZn 铁氧体 ( $4\pi M_s \sim 5000 \text{G}$ )、磁性金属玻璃 ( $4\pi M_s \sim 5000 \text{G}$ ) (单轴材料也可能有这种衬度)

外的磁畴后, 洛仑兹力使背散射电子折向表面, 引起较多的背散射电子; 当电子进入磁矩相反的磁畴后, 洛仑兹力产生相反的效应使背散射电子减少, 于是在不同的磁畴中显示出不同的

1) 本文是志水隆一博士在北京举行的讲座的部分内容, 由北京大学物理系张人信整理, 未经演讲人审阅.

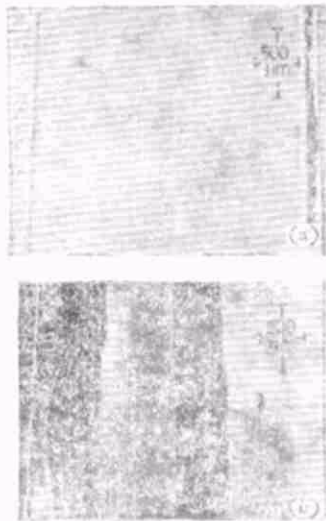


图2 Mn-Zn 铁磁体的磁畴观测(加速电压200kV, 束流~10nA, 试样倾角45°)  
(a) 二次电子象; (b) 背散射电子象(箭头所指方向为磁化方向)

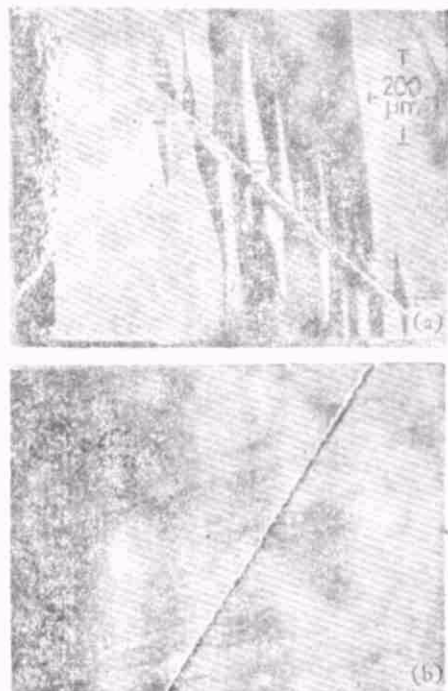


图3 试样绕表面法线旋转时第二种磁衬度的变化 (Mn-Zn 铁磁体, 加速电压200kV, 束流~10nA, 试样倾角45°)  
(a) 最大衬度; (b) 最小衬度

的。值得注意的是有另一种磁畴界处的线状衬度显露出来<sup>[8]</sup>。下面我们也将讨论。

图4表明第二种磁衬度对于加速电压的依物理

赖关系<sup>[8]</sup>。由图4可见,这种磁衬度随加速电压的降低而降低,与理论上的预言是一致的。但即使加速电压降到50kV,还是可以看到Mn-Zn铁磁体的磁衬度。

另外,对于表面有约6μm厚的玻璃复层的Fe-3%Si试样,Yamamoto等<sup>[9]</sup>得到了它的磁衬度象(加速电压为150—200kV)。用其它技术很难观测到这种情况下的磁衬度。

通常用硅固体探测器对于能量较高的背散射电子有较高的增益,这样就很难建立磁衬度与背散射电子数之间的关系。Yamamoto等对



图4 磁衬度随加速电压 $E_0$ 的变化(Mn-Zn铁磁体, 束流~10nA, 试样倾角45°)

(a)  $E_0 = 200\text{kV}$ ; (b)  $E_0 = 100\text{kV}$ ; (c)  $E_0 = 50\text{kV}$

Fe-Si 试样利用法拉第杯监测背散射电子<sup>[10]</sup>,从而能够定量地比较实验和理论的结果。图 5 是利用此法测得的不同加速电压下的磁衬度。图 6 是加速电压为 200kV 下入射角分别为 45° 和 60° 时对于不同出射角的磁衬度。经验上预料,当出射角等于入射角时 (M 位置) 应有最佳的衬度。但这里的实验结果表明,最佳出射角大于入射角,这对于磁畴观测是十分有用的。

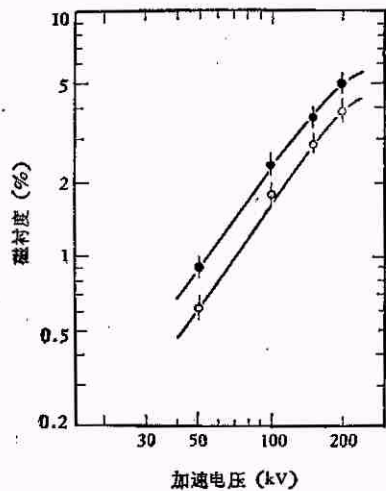


图 5 Fe-3%Si 试样的磁衬度与加速电压的函数关系 [入射角 45°, 出射角分别为 45° (○) 和 60° (●)]

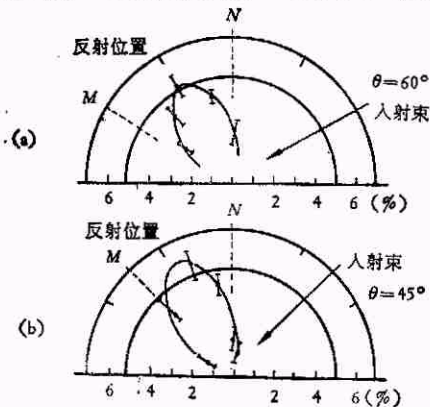


图 6 Fe-3%Si 试样的磁衬度与出射角的函数关系 (加速电压 200kV)  
(a) 入射角  $\theta = 60^\circ$ ; (b)  $\theta = 45^\circ$

图 7 是 Fe-3%Si 试样在 200kV 下的磁衬度象。图 7(a) 的不同磁畴的磁衬度十分明显,但试样旋转 90° 后[见图 7(b)],不同磁畴的磁衬度基本上消失了。如上所述,这是由于在图

7(b) 中的实验条件下,磁矩相反的磁畴引起了同样的背散射电子数的改变。但是在图 7(b)中可以看到磁畴界处有线状磁衬度(为亮线或暗线)。

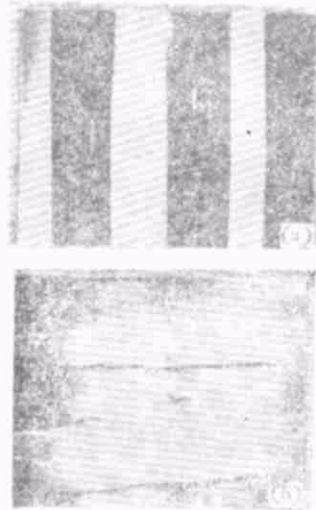


图 7 Fe-3%Si 试样的磁衬度象 (加速电压 200kV)  
(a) 观察到的不同磁畴的最大磁衬度;  
(b) 旋转 90° 后,磁衬度基本消失,但在畴界出现白或黑的线状衬度

下面谈谈我们对线状磁衬度的解释(图 8)。图 8 中  $\eta$  代表背散射系数。在这种情形下 [相当于图 3(b) 的情形],在磁畴内部虽然磁矩相反,但是如图 8 中的 (a) 和 (b) 所示,磁矩的洛伦兹力引起的电子轨道的偏转并不造成背散射电子总数有什么不同,因此没有磁衬度。对于磁畴界处,如图 8 中的 (c) 和 (d) 所示,电子轨道的偏转会引起背散射电子的增加或减少(取决于两边磁畴的磁化方向),从而引起线状磁衬度。蒙特卡罗计算的结果支持了这一解释。

图 9 给出电子背散射系数  $\eta$  随入射束中心离磁畴界距离的变化。线状衬度随加速电压的增高而变宽,表明背散射电子在试样中的扩散变宽。由此可以估计第二种磁衬度象的分辨本领。

在加速电压较低时,一些高饱和磁矩材料的磁衬度有较高的分辨率。图 10 是 45 kV 加速电压下在 Fe-Si 单晶中观察到的磁衬度。随着放大倍数的增大,明显地看到一部分磁畴界

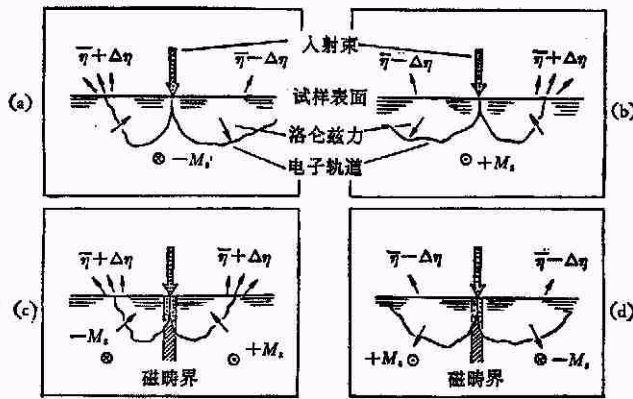


图8 磁畴界线状磁衬度的解释示意图

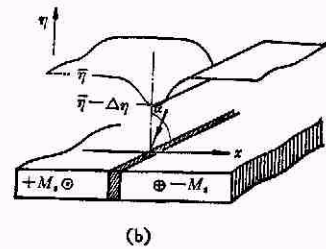
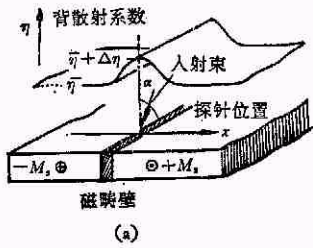


图9 入射束越过磁畴界时电子背散射系数变化示意图 (在最小衬度条件下,在畴界处形成白/黑线状磁衬度)

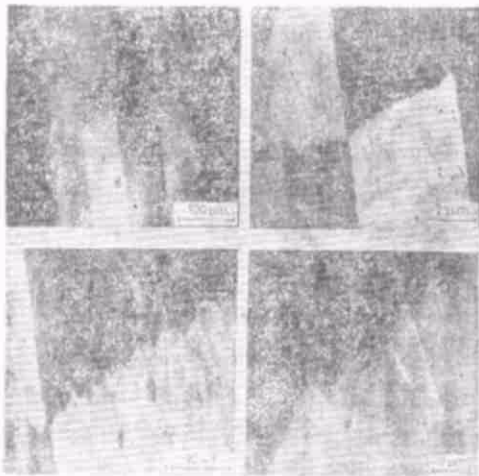


图10 45kV加速电压下观察到Fe-Si单晶磁畴界呈锯齿状

呈相当规则的锯齿状。

最后谈谈磁衬度的动态观测问题,图11即是一个例子。图11表示随着励磁电流的安匝数发生变化(在每幅照片的左下方标明),Fe-Si试样的磁衬度也随之变化。图中的亮区与暗区分别相应于磁矩相反的磁畴。由图11可以清楚地看到一些磁畴很容易长大。例如,当励磁电流为0安匝(A·T)时,图中部的一个黑色磁畴很小。起初,当励磁电流增加时,在右侧磁畴基本不变的情况下,它迅速地

长大。到14安匝以后,它与右侧的黑色磁畴在一起长大。达到34安匝时,图中的大部分区域都是黑色磁畴。最后,当励磁电流又变为0安匝时,磁畴并不回复到开始的状态。由图11还可以看到长大中的磁畴始终保持着锯齿状的畴界。

在扫描电镜上通常使用频闪技术,Plows和Nixon观测了微电路电压分布的动态响应<sup>[11]</sup>,McDonald等观测了强磁场中磁畴在体效应振荡器上的运动<sup>[12]</sup>。但是由于信号太弱,扫描电镜上不能用这一技术观测通常的磁畴运动。我们在高压扫描电镜上(100—200kV)用频闪技术进行了磁畴的动态观测<sup>[13]</sup>。测量时,将试样置于1000匝磁线圈硅钢芯的敞开端之上,选用1kHz的正弦型励磁电流,就能够观测磁衬度对于励磁电流的相角变化的动态响应。高压扫描电镜的频闪技术可以用于软磁材料及玻璃复层的硅钢等的动态观测。目前它已用于录象机磁头的质量控制。

最近,Tsuno等<sup>[13]</sup>改进了电镜中的电子束会聚系统以减小束斑,在120kV加速电压下观察到表面未加处理的Fe-8%Si-12%B非晶带材料的锯齿状磁畴界,其间距约为1.9μm。

总之,高压扫描电镜的磁畴观测是一种很有用的新技术,有关的新的研究成果已经引起世界各国(如美国)的重视。

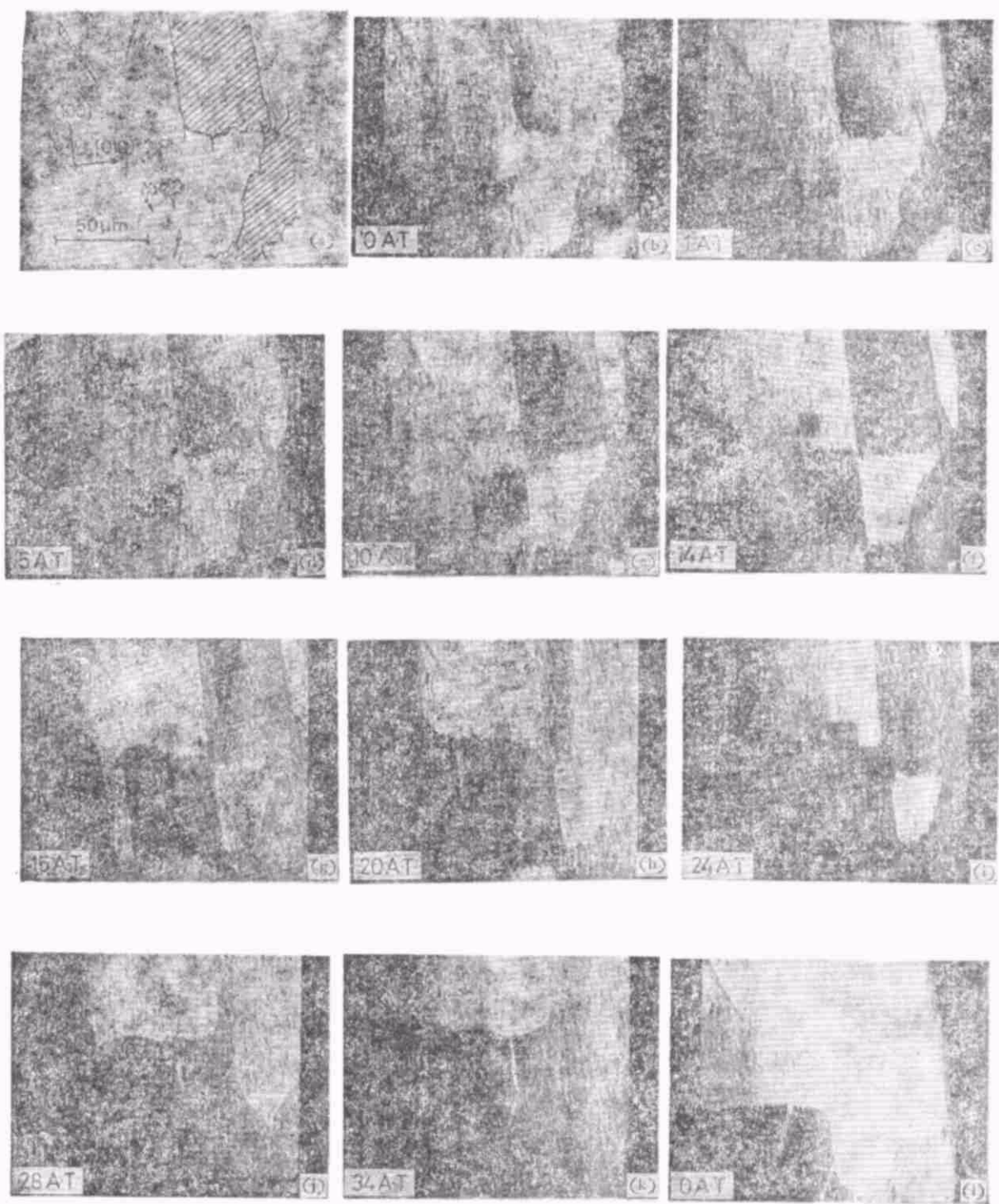


图 11 Fe-Si 试样的磁衬度对于励磁电流安匝数变化的动态响应(高压扫描电镜下观测)

## 参 考 文 献

- [1] R. Shimizu (志水隆一), *Technology Reports of the Osaka University*, 27(1977), No. 1343, p. 91.
- [2] D. C. Joy and J. P. Jakubovics, *Phil. Mag.*, 17(1968), 61.
- [3] J. Philibert and R. Tixier, *Micron.*, 1(1969), 174.
- [4] D. J. Fathers, J. P. Jakubovics and D. C. Joy, *Phil. Mag.*, 27(1973), 765.
- [5] T. Ikuta and R. Shimizu, *Phys. Stat. Sol.* (2), 23(1974), 605.
- [6] D. E. Newbury, H. Yakowitz and R. O. Myklebust, *Appl. Phys. Lett.* 23(1973), 488.
- [7] R. Shimizu, T. Ikuta, T. Yamamoto, M. Kinoshita and T. Murayama, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 6(1974), K87.
- [8] R. Shimizu, T. Ikuta, M. Kinoshita, T. Murayama, H. Nishizawa and T. Y. amamoto, *Japan J. Appl. Phys.*, 15(1976), 967.
- [9] T. Yamamoto, K. Tsuno and H. Nishizawa, *Proc. 33 Annual Meeting, Electron Micros. Soc. America* (ed. G. W. Bailey, 1975), p. 32.
- [10] T. Yamamoto, H. Nishizawa and K. Tsuno, *J. Phys. D.*, 8(1975), L113.
- [11] G. S. Plows and W. C. Nixon, *J. Sci. Instrum.*, 45(1968), 595.
- [12] N. C. McDonald, G. Y. Robinson and R. M. White, *J. Appl. Phys.*, 40(1969), 4516.
- [13] K. Tsuno et al., *Japan J. Appl. Phys.*, 20(1981), 1467.

## 热透镜光谱技术及其应用

李 长 江

(北京化工学院)

热透镜光谱技术是七十年代出现并发展起来的一种新的激光光谱技术。主要用于气体、液体的微弱吸收的测量和分子弛豫过程的研究<sup>[1]</sup>。它与激光光声光谱技术<sup>[2]</sup>一样也是一种高灵敏度的热-光光谱方法。这种方法的依据是热透镜效应。

热透镜效应首先为 J. R. Whinnery 等人于 1964 年观察到<sup>[3]</sup>。他们把有机液体放在氦氖激光器的谐振腔中,研究它们的喇曼光谱时发现,由于样品的加入,激光束发生散焦或浮散现象;使得激光模式变化,功率不稳,出现时间常数为秒级的弛豫型振荡。进一步的研究说明,这种现象是由于样品吸收部分激光的热效应所引起的<sup>[4-6]</sup>。

将一束激光调谐在待测分子的一个吸收频率上,则一些分子因吸收激光而跃迁到某个受激能态,再经过无辐射跃迁把全部或部分激发能转换为分子的平动(转动)能。平动能的增加将使介质温度升高。激光光束具有高斯型光强分布,且在介质的热传导比弛豫速度慢得多时,介质中温度的径向分布不均匀,并导致折射率梯度的存在。一般介质折射率的温度系数为负,因此介质相当于一个凹透镜。这种现象称

物理

为热透镜效应。这可由激光光束或与其同轴入射的另一束探测光束强度的变化来观测。

利用热透镜效应的光谱技术有两种:一种是激励和探测均用同一束连续激光的单光束法<sup>[5,6]</sup>;另一种是激励用调制的连续激光<sup>[7]</sup>,或脉冲激光<sup>[8]</sup>,而探测用另一束连续激光的双光束法。其中双光束法在多光子吸收和激发态的弛豫过程的研究中更为有用。

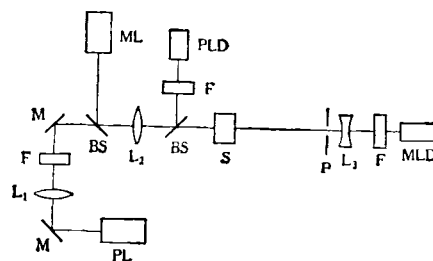


图 1 双光束热透镜实验装置

PL 为激励激光; ML 为探测激光; PLD 为激励激光检测器; MLD 为探测激光检测器; M 为反射镜; L<sub>1</sub> 为准直透镜; L<sub>2</sub> 为会聚透镜; L<sub>3</sub> 为发散透镜; F 为滤光片; BS 为分束器; S 为样品; P 为小孔

图 1 为应用脉冲激光作激励光束的双光束热透镜实验装置。激励激光与探测激光同轴入射,并用透镜聚焦到样品上。在样品池的后面放一小孔(直径约 1 毫米)。检测探测光通过小