

平成 17 年 11 月 日
東北大学多元物質科学研究所

先端ホログラフィー電顕による構造・磁性・導電性のナノエリア解析法の開発

1. 概要

世界最高水準の磁気イメージング分解能を有するホログラフィー電子顕微鏡内で、二本の探針を独立駆動できる新しいシステムを構築し、ナノエリアの結晶構造、磁束分布、導電性を同時に総合評価できる新技術を開発しました。

ナノスケールでの多元的解析が不可欠となる、ナノコンポジット材料（異なる物質を組合せて特異な性質を引き出す）や異なる自由度（スピン、電荷）の相関を利用するスピントロニクス素子などの新規物質への広範な応用が期待できる。例えば、より高性能で小型のモータや磁気ヘッドの開発が可能となり、これにより携帯電話やPCなどの性能の格段の向上が図れる。

2. 新技術の紹介

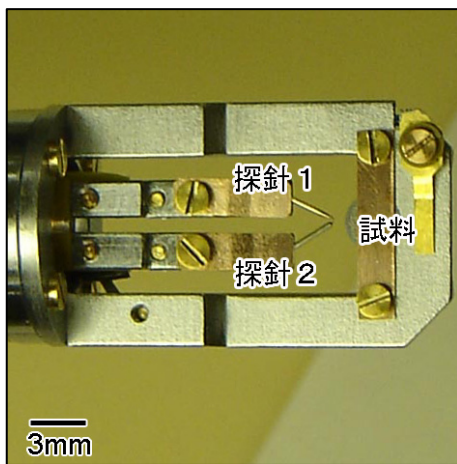
東北大学多元物質科学研究所の進藤大輔教授の研究室では電子線ホログラフィーとその周辺技術に関する技術開発を進めており、これまでに磁性体の磁束分布をナノスケールの分解能で観察できる新型対物レンズや、磁化と格子欠陥の関わりを評価できる動的観察技術（電子顕微鏡内での磁場印加システム等）の開発を行ってきました。これらの技術を用いた研究成果はNatureやPhysical Review Lettersなどの主要な学術誌で報告されている他、平成17年9月には、日本金属学会の論文賞を受賞しております。

今回、これまで評価の対象にしてきた“結晶構造”と“磁性”に加えて、物質の性質を特徴づけるもう一つの主要因子である“導電性”を、透過電子顕微鏡の中でその場計測できる新しい技術を開発しました。電気的な計測を行うためには、一般に二本以上の電極（今の場合は金属製の微小探針）を試料に接触させる必要がありますが、汎用の透過電子顕微鏡と異なり、ホログラフィー電顕の対物レンズは磁気シールドが施されているため、探針を導入する十分なスペースがありません。この問題を解決するために、唯一対物レンズへの挿入が可能な試料ホルダーへ二本の微小探針を導入し、それらをピエゾ素子を利用して独立三次元駆動できる新しいシステムを試作しました（図1）。これらの探針は、電子顕微鏡で観察している領域の任意の場所へ移動でき、所望の二点間（例えば界面を挟んだ二点間など）の電気抵抗を計測できます。

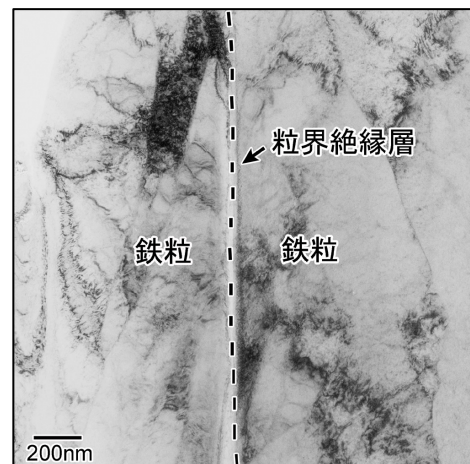
上記のシステムを用いた構造・磁性・導電性の総合評価の例を図2～4に示します。試料は（株）豊田中央研究所との包括的共同研究で解析を進めた鉄系圧粉磁心です。この材料は熱処理条件等により抵抗率が大きく変化する点が問題視されていたが、その原因として鉄粒の間に存在する粒界絶縁層（図2）の形態変化やその化学的変質（金属イオンの固溶による絶縁層自身の抵抗率変化）等の要因が考えられていました。電

子線ホログラフィー等による磁区構造観察 (図3) からは、この粒界絶縁層は磁壁移動に対するピン止め効果を示すことが明らかになりました (磁氣的性質の解明)。これに加えて、今回開発した2探針ピエゾ駆動ホルダーにより、粒界絶縁層近傍の抵抗を直接評価することが可能になりました。図4に示す通り、絶縁層の抵抗値は $10^7 \cdot$ 以上と、鉄粒の抵抗 ($3 \cdot$ 以下) と比べて桁違いに大きいです。これらの評価を通して、鉄系圧粉磁心の抵抗率変化は、絶縁層の化学的変質ではなく、その形態変化 (絶縁層の収縮によって鉄粒が直接接触するなど) に大きく依存することが実証されると共に、本材料の構造・磁性・導電性に関する情報を総合的に得ることができました。なお、本紙で紹介した2探針ピエゾ駆動ホルダーは、日本電子 (株) との共同研究を通して開発を行っているものであります。

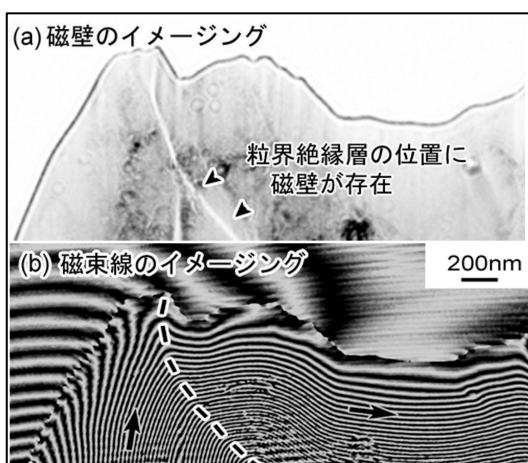
上記の手法は単なる局所領域の抵抗測定に留まらず、ナノ領域への高密度電流印加による磁化分布やマイクロ相分離の操作など、物質科学の基礎・応用研究に広く利用できるものと期待されております。



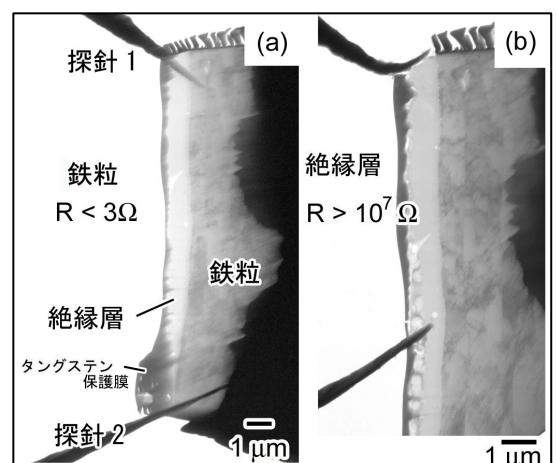
(図1) 2探針ピエゾ駆動ホルダーの外観。二本の探針に対する独立三次元駆動が可能。



(図2) 鉄系圧粉心における絶縁粒界層近傍の透過電子顕微鏡写真。挿入図は圧粉成形前の鉄粒で、リン酸塩系絶縁被膜をコートしたものの。



(図3) (a)絶縁粒界層に位置する磁壁を示すローレンツ顕微鏡像。(b)同視野の磁束分布を示すホログラムの位相再生像。黒線と矢印は磁束線とその方向を表す。点線は粒界絶縁層の位置。



(図4) 透過電子顕微鏡内でのナノ領域の抵抗測定例。(a)は鉄粒部分の抵抗、(b)は絶縁層の抵抗を評価したもの。

問い合わせ先

東北大学 多元物質科学研究所

進藤 大輔 教授

TEL 217-5170

e-mail : shindo@tagen.tohoku.ac.jp

村上 恭和 講師

TEL 217-5169

e-mail : murakami@tagen.tohoku.ac.jp