

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年8月2日(02.08.2018)



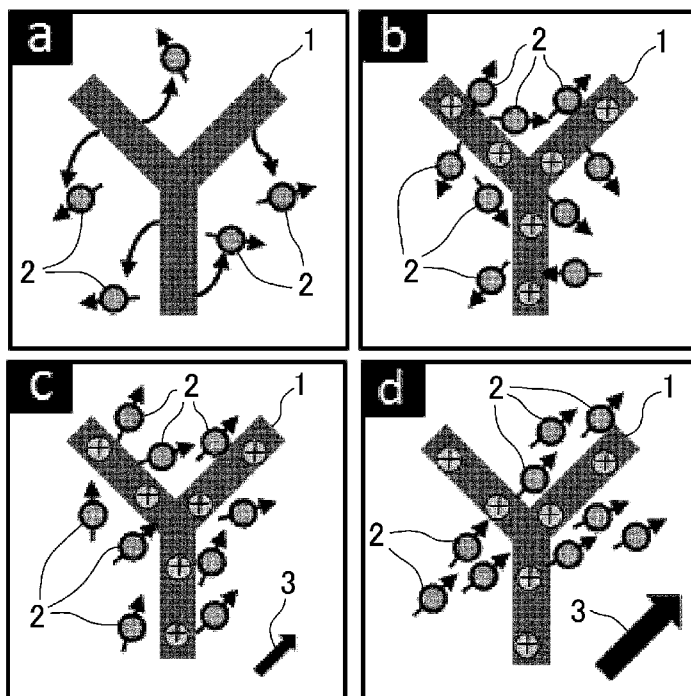
(10) 国際公開番号

WO 2018/139220 A1

- (51) 国際特許分類:
G03H 5/00 (2006.01) *G01N 23/2251* (2018.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/000663
- (22) 国際出願日: 2018年1月12日(12.01.2018)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2017-009909 2017年1月24日(24.01.2017) JP
- (71) 出願人: 国立大学法人東北大学 (TOHOKU UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 Miyagi (JP).
- (72) 発明者: 進藤 大輔 (SHINDO Daisuke); 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 佐藤 隆文 (SATO Takafumi); 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP).
- (74) 代理人: 須田 篤, 外 (SUDA Atsushi et al.); 〒9800021 宮城県仙台市青葉区中央二丁目1番30号 須田ビル5F Miyagi (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,

(54) Title: METHOD FOR CREATING ELECTRON-BEAM HOLOGRAM, MAGNETIC FIELD INFORMATION MEASUREMENT METHOD, AND MAGNETIC FIELD INFORMATION MEASURING DEVICE

(54) 発明の名称: 電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置



(57) Abstract: [Problem] To provide a method for creating an electron-beam hologram, a magnetic field information measurement method, and a magnetic field information measuring device that can make the effects of application of a magnetic field on electrons included in a sample surface and the sample visual and evaluate the same. [Solution] In a state where an electric field is applied to a sample 1 a first electron-beam hologram is created by interference of an object wave



HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

規則4.17に規定する申立て:

- 一 発明者である旨の申立て (規則 4.17(iv))

添付公開書類:

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

formed from an electron beam affected by the sample 1 and a reference wave formed from an electron beam not affected by the sample 1, and a first reconstructed phase image is created from that first electron-beam hologram. In addition, in a state where an electric field is not applied to the sample 1 a second electron-beam hologram is created by interference of an object wave formed from an electron beam affected by the sample 1 and a reference wave formed from an electron beam not affected by the sample 1, and a second reconstructed phase image is created from that second electron-beam hologram. Magnetic field information showing the effects of the magnetic field on the sample 1 is obtained on the basis of the difference between the first reconstructed phase image and the second reconstructed phase image.

(57) 要約: 【課題】磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を可視化して評価することができる電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を提供する。【解決手段】試料1に磁場を印加した状態で、試料1の影響を受けた電子線から成る物体波と、試料1の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第1の電子線ホログラムを作成し、その第1の電子線ホログラムから第1の位相再生像を作成する。また、試料1に磁場を印加しない状態で、試料1の影響を受けた電子線から成る物体波と、試料1の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第2の電子線ホログラムを作成し、その第2の電子線ホログラムから第2の位相再生像を作成する。第1の位相再生像と第2の位相再生像との差に基づいて、磁場が試料1に与えた影響を示す磁場情報を得る。

明 細 書

発明の名称：

電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 技術分野

[0001] 本発明は、電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置に関する。

背景技術

[0002] 従来、電子線ホログラフィーを用いて、各種物質内でのナノスケールでの電場や磁場の可視化が行われている（例えば、特許文献 1、非特許文献 1 または 2 参照）。具体的には、例えば、本発明者等により、フェライト磁石、Nd-Fe-B系磁石の試料内部での磁束分布や、トナー粒子の電荷分布が定量的に解析されている（例えば、特許文献 2 参照）。また、磁性物質から成る試料から外部に漏洩する磁場や、磁性物質の磁化分布を、電子線ホログラフィーで可視化する方法も開発されている（例えば、特許文献 3 または 4 参照）。

[0003] また、本発明者等により、電子線ホログラフィーを用いて、生体試料やエポキシ樹脂などの絶縁体の帯電現象を観察することにより、絶縁体の表面で電子が蓄積する様子が可視化されている。具体的には、電子線ホログラフィーによる電子線照射で、絶縁体から二次電子が放出され、その絶縁体が正に帯電する。ここで、電子線照射量を増大させると、帯電効果が顕著となるため、一旦放出された二次電子が絶縁体の表面に引き戻され、蓄積していく。この様子を、振幅再生像により、電子の移動に伴う電場の乱れとして検出し、可視化している（例えば、非特許文献 3 乃至 5 参照）。

[0004] なお、電子線ホログラフィーでも用いられる透過電子顕微鏡で、試料に磁場を印加可能な磁場印加装置として、大型化することなく磁場印加補正角を大きくとることができ、磁場印加の強度を大きくすることができる高性能の磁場印加装置が、本発明者等により開発されている（例えば、特許文献 5 参照）。また、透過電子顕微鏡内での磁性・伝導性・結晶学的微細構造の総合

的な評価を行うため、複数探針操作が可能な二探針ピエゾ駆動ホルダーが、本発明者等により開発されている（例えば、非特許文献6参照）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特許第2 9 6 6 4 7 4 号公報

特許文献2：特開2 0 0 8 - 2 1 6 2 6 号公報

特許文献3：特開2 0 0 3 - 2 4 8 9 1 0 号公報

特許文献4：特開2 0 0 3 - 2 7 0 3 1 2 号公報

特許文献5：特開2 0 0 7 - 8 0 7 2 4 号公報

非特許文献

[0006] 非特許文献1：進藤大輔、「透過電子顕微鏡 3. 電場・磁場可視化機能」、
まてりあ、2005年、第44巻、第11号、p.932-935

非特許文献2：藤田武志、「電子線ホログラフィーにおける解析手法の実際」、
まてりあ、2006年、第45巻、第7号、p.535-539

非特許文献3：東北大学プレスリリース、平成26年5月13日、「電子の蓄積とその集団的運動の可視化に世界に先駆けて成功 ―電子の動きに伴う電場の乱れを先端計測法で検出・追跡―」

非特許文献4：D. Shindo, et.al., “Electron Holographic Visualization of Collective Motion of Electrons Through Electric Field Variation”,
Microscopy and Microanalysis, 2014 August, Vol.20, Issue 4, p.1015-1021

非特許文献5：東北大学プレスリリース、平成28年6月7日、「微細加工した絶縁体表面で電子の蓄積の観察に成功 ―最先端電磁場計測法である電子線ホログラフィーで可視化―」

非特許文献6：川本直幸、外4名、「二探針ピエゾ駆動ホルダーを用いた導電性接着剤中の金属微粒子の電氣的評価」、日本金属学会誌、2006年、第70巻、第4号、p.384-388

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 特許文献 1 乃至 4 および非特許文献 1 乃至 5 に記載のように、電子線ホログラフィーにより、電場および磁場を可視化したり、帯電による電子の動きを可視化したりすることは行われてきたが、試料に印加した磁場が、試料表面や試料に含まれる電子に対してどのような影響を与えるかについては、未だ可視化して評価することができていないという課題があった。

[0008] 本発明は、このような課題に着目してなされたもので、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を可視化して評価することができる電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 上記目的を達成するために、本発明に係る電子線ホログラムの作成方法は、試料に磁場を印加した状態で、前記試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて電子線ホログラムを作成することを特徴とする。

[0010] 本発明に係る電子線ホログラムの作成方法は、試料に磁場を印加した状態で電子線ホログラムを作成するため、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与えた影響を含む電子線ホログラムを作成することができる。こうして作成された電子線ホログラムを利用することにより、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を可視化して評価することができる。試料に磁場を印加する際には、例えば、特許文献 5 の磁場印加装置を用いることができる。

[0011] 本発明に係る磁場情報測定方法は、試料に磁場を印加した状態で、前記試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第 1 の電子線ホログラムを作成し、その第 1 の電子線ホログラムから第 1 の位相再生像を作成する第 1 位相再生像作成工程と、前記試料に磁場を印加しない状態で、前記試料の影響を受けた電子

線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第2の電子線ホログラムを作成し、その第2の電子線ホログラムから第2の位相再生像を作成する第2位相再生像作成工程と、前記第1の位相再生像と前記第2の位相再生像との差に基づいて、前記磁場が前記試料に与えた影響を示す磁場情報を得る磁場情報取得工程とを、有することを特徴とする。

[0012] 本発明に係る磁場情報測定装置は、試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて電子線ホログラムを作成可能に設けられた電子線ホログラム作成手段と、前記試料に磁場を印加可能に設けられた磁場印加手段と、前記磁場印加手段により前記試料に磁場を印加した状態で、前記電子線ホログラム作成手段により作成された第1の電子線ホログラムから第1の位相再生像を作成し、前記試料に磁場を印加しない状態で、前記電子線ホログラム作成手段により作成された第2の電子線ホログラムから第2の位相再生像を作成し、前記第1の位相再生像と前記第2の位相再生像との差を求めて、前記磁場が前記試料に与えた影響を示す磁場情報を取得可能に設けられた磁場情報取得手段とを、有することを特徴とする。

[0013] 本発明に係る磁場情報測定装置は、本発明に係る磁場情報測定方法を好適に実施することができる。本発明に係る磁場情報測定方法は、例えば、以下の原理に基づいて、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を可視化することができる。まず、図1(a)に示すように、絶縁体など、電子線が照射されたとき二次電子 (secondary electrons) を放出する素材を含む試料1に対し、電子線ホログラムを作成するための電子線を照射すると、試料1から二次電子2が放出される。これにより、図1(b)に示すように、試料1が正に帯電し、その帯電効果により、放出された二次電子2が試料1の表面に引き戻されて、蓄積していく。

[0014] このとき、試料1に磁場が印加されていない場合には、図1(b)に示すように、二次電子2のスピンの(図中の矢印)はランダムに配置される。これ

に対し、試料 1 に比較的弱い磁場 3 を印加した場合には、図 1 (c) に示すように、二次電子 2 のスピンのランダムな状態から磁場 3 の印加方向に揃うように配列する。また、試料 1 に強い磁場 3 を印加した場合には、図 1 (d) に示すように、二次電子 2 のスピンの双極子相互作用を生じながら、磁場 3 の印加方向に揃うように配列する。

[0015] このことから、試料に磁場を印加した状態で作成された第 1 の位相再生像と、試料に磁場を印加しない状態で作成された第 2 の位相再生像との差を求めることにより、二次電子が物体波の電子線の位相に与えた影響のうち、スピンの磁場の印加方向に揃うことによる影響のみを抽出することができる。これにより、磁場の印加が二次電子に対して与える影響を、磁場情報として可視化することができる。また、可視化された磁場情報から、さらなる磁場情報として、二次電子により発生する磁束密度の相対的変化量を得ることもできる。

[0016] なお、図 1 では、試料が二次電子を放出する場合について例示しているが、試料が二次電子を放出しないものであっても、同様の原理に基づいて、磁場が試料自身や、試料に含まれる電子に与える影響を可視化することができる。また、こうして可視化された磁場情報に基づいて、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を評価することができる。

[0017] このように、本発明に係る磁場情報測定方法で、前記磁場情報取得工程は、前記磁場情報として、前記磁場が前記試料に含まれる電子に与えた影響を示す情報を得てもよい。また、本発明に係る磁場情報測定方法で、前記試料は、電子線が照射されたとき二次電子を放出する素材を含み、前記第 1 位相再生像作成工程および前記第 2 位相再生像作成工程は、電子線を前記試料に照射して前記試料から二次電子を放出させると共に、その試料を通過した電子線を前記物体波として、前記参照波と干渉させ、前記磁場情報取得工程は、前記磁場情報として、前記磁場が前記試料から放出された二次電子に与えた影響を示す情報を得てもよい。

[0018] また、本発明に係る磁場情報測定方法で、前記磁場情報取得工程は、前記

磁場情報として、前記試料に含まれる電子または前記試料から放出された二次電子のスピンの動きを示す情報を得てもよい。

[0019] なお、本発明に係る磁場情報測定方法で、電子線が照射されたとき、二次電子を放出する試料は、絶縁体から成っていることが好ましい。絶縁体は、例えば、生体材料や、エポキシ樹脂、石英ガラス、誘電体などの無機材料である。また、試料に磁場を印加する際には、例えば、特許文献5の磁場印加装置を用いることができる。

発明の効果

[0020] 本発明によれば、磁場の印加が試料表面や試料に含まれる電子に対して与える影響を可視化して評価することができる電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]本発明に係る磁場情報測定方法の原理を示す（a）電子線の照射により、試料から二次電子が放出される様子、（b）試料が正に帯電し、二次電子が試料の表面に蓄積する様子、（c）二次電子のスピンの弱い磁場の印加方向に揃うように配列する様子、（d）二次電子のスピンの強い磁場の印加方向に揃うように配列する様子を示す模式図である。

[図2]本発明の実施の形態の磁場情報測定装置を示す斜視図である。

[図3]本発明の実施の形態の磁場情報測定方法を示すフローチャートである。

[図4]本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を用いた試験で使用した、（a）透過型電子顕微鏡用のグリッド、（b）試料の配置を示す、（a）の一つの孔の拡大図である。

[図5]本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を用いた試験による、図4（b）に示した試料1の先端からの距離ごとの、（a） -4 mT （テスラ）の磁場を印加したときの位相再生像、磁場を印加しないとき（ 0 mT ）の位相再生像、 $+4\text{ mT}$ の磁場を印加したときの位相再生像、（b） -4 mT の磁場を印加したときの各位相再生像と磁場を印加しないときの位相再生像との差、および、 $+4\text{ mT}$ の磁場を印加したときの各位相

再生像と磁場を印加しないときの位相再生像との差を示す位相差像である。

[図6]本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置により観察を行う、スピン注入の原理を示す（a）電子線の照射により、試料から二次電子が放出される様子、（b）試料が正に帯電し、二次電子が試料の表面に蓄積する様子、（c）二次電子のスピンが磁場の印加方向に揃うように配列する様子、（d）スピンが揃った二次電子を、半導体や磁性体に注入する様子を示す模式図である。

[図7]本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を用いた試験による、（a）0 mT（磁場なし）、（b）1.0 mT、（c）2.0 mT、（d）3.0 mT、（e）4.0 mT、（f）5.0 mT、（g）6.0 mTの磁場を印加したときの位相再生像、（h）（a）～（g）と同じ配置での試料の透過型電子顕微鏡写真である。

[図8]（a）～（g）は、それぞれ図7（a）～（g）の位相再生像から、磁場を印加しないときの位相再生像（図7（a）の位相再生像）を差し引いて求めた、3倍増幅時の位相再生像である。

[図9]図8（b）～（g）の位相再生像から求めた、印加磁場と磁束密度の相対的变化量との関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0022] 以下、図面に基づいて、本発明の実施の形態について説明する。

図2乃至図9は、本発明の実施の形態の電子線ホログラムの作成方法、磁場情報測定方法および磁場情報測定装置を示している。

図2に示すように、本発明の実施の形態の磁場情報測定装置10は、電子線ホログラム作成手段11と磁場印加手段12と磁場情報取得手段13とを有している。

[0023] 電子線ホログラム作成手段11は、300 kV電子顕微鏡を利用した電子線ホログラフィー装置から成り、電子線源21とコンデンサレンズ22と対物レンズ23とバイプリズム24とを有している。電子線源21は、電子線を照射可能に設けられている。コンデンサレンズ22は、電子線源21から

照射された電子線を通し、平行束にするよう設けられている。対物レンズ 23 は、所定の間隔をあけてコンデンサレンズ 22 と平行に配置され、コンデンサレンズ 22 を通過した電子線の平行束を集束するよう設けられている。

[0024] バイプリズム 24 は、導電膜を蒸着した石英ガラスワイヤ 24 a と 1 対の接地電極 24 b とを有している。石英ガラスワイヤ 24 a は、対物レンズ 23 で集束された後の電子線束の中心を通して横切るよう配置されている。石英ガラスワイヤ 24 a は、電界が印加されたり、接地されたりするよう構成されている。各接地電極 24 b は、石英ガラスワイヤ 24 a に平行かつ間に石英ガラスワイヤ 24 a を挟むよう、互いに対向して配置されている。各接地電極 24 b は、石英ガラスワイヤ 24 a に発生する電界を整えるよう構成されている。

[0025] このような構成により、電子線ホログラム作成手段 11 は、電子線源 21 から照射された電子線をコンデンサレンズ 22 で平行束にし、その一部が試料 1 に照射されて試料 1 の影響を受けた物体波 (Object wave) となり、試料 1 の影響を受けない参照波 (Reference wave) とともに対物レンズ 23 で集束された後、バイプリズム 24 に入り、物体波と参照波とを干渉させることにより干渉縞 (電子線ホログラム ; Hologram) を作成するようになっている。

[0026] 電子線ホログラム作成手段 11 は、例えば、得られた電子線ホログラムを、デジタルの画像データに変換し、磁場情報取得手段 13 に送るようになっている。

磁場印加手段 12 は、電子線が照射される試料 1 に、磁場を印加可能に設けられている。磁場印加手段 12 は、例えば、特許文献 5 の磁場印加装置から成っている。

[0027] 磁場情報取得手段 13 は、コンピュータから成り、電子線ホログラム作成手段 11 で作成された電子線ホログラムの画像データを取得し、様々な解析処理を行うよう構成されている。磁場情報取得手段 13 は、電子線ホログラムの画像データをフーリエ変換し、干渉縞に記録された電磁場の情報を抽出

して画像化した位相再成像を得るよう構成されている。

[0028] 磁場情報測定装置 10 は、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法を好適に実施することができる。すなわち、図 3 に示すように、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法は、まず、磁場印加手段 12 で試料 1 に磁場を印加し（ステップ 31）、その状態で、電子線ホログラム作成手段 11 により、試料 1 の影響を受けた電子線から成る物体波と、試料 1 の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第 1 の電子線ホログラムを作成し（ステップ 32）、磁場情報取得手段 13 により、第 1 の電子線ホログラムから第 1 の位相再生像を作成する（ステップ 33）。

[0029] 次に、同様にして、試料 1 に磁場を印加しない状態で、電子線ホログラム作成手段 11 により、試料 1 の影響を受けた電子線から成る物体波と、試料 1 の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第 2 の電子線ホログラムを作成し（ステップ 34）、磁場情報取得手段 13 により、第 2 の電子線ホログラムから第 2 の位相再生像を作成する（ステップ 35）。さらに、磁場情報取得手段 13 により、作成された第 1 の位相再生像と第 2 の位相再生像との差を求め（ステップ 36）、その差に基づいて、磁場が試料 1 に与えた影響を示す磁場情報を得る（ステップ 37）。

[0030] このように、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 によれば、試料 1 に磁場を印加した状態で電子線ホログラムを作成するため、磁場の印加が試料 1 の表面や試料 1 に含まれる電子に対して与えた影響を含む電子線ホログラムを作成することができる。また、試料 1 に磁場を印加した状態で作成された第 1 の位相再生像と、試料 1 に磁場を印加しない状態で作成された第 2 の位相再生像との差を求めることにより、磁場の印加が試料 1 の表面や試料 1 に含まれる電子に対して与える影響のみを抽出して可視化することができる。また、こうして可視化された磁場情報に基づいて、磁場の印加が試料 1 の表面や試料 1 に含まれる電子に対して与える影響を評価することができる。

実施例 1

[0031] 本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 を用いて、磁場が試料 1 に与える影響を示す磁場情報を得る試験を行った。試料 1 として、電子線が照射されたとき二次電子を放出する、エポキシ樹脂から成る絶縁体を用いた。試験では、まず、図 4 に示すように、直径 3 mm の孔を、所定の間隔で縦方向および横方向に多数並べて成る透過型電子顕微鏡用のグリッドを用い、多数の孔のうちの一つに、直径 1 μ m のエポキシ樹脂製の棒状の試料 1 の先端を配置した。

[0032] 次に、図 2 に示す磁場情報測定装置 10 を用いて、その試料 1 の先端に対して電子線を照射して電子線ホログラムを取得し、位相再生像を作成した。得られた位相再生像を図 5 (a) に示す。図 5 (a) には、図 4 (b) に示した試料 1 の先端からの距離ごとに、 -4 mT の磁場を印加したときの位相再生像（第 1 の位相再生像）、磁場を印加しないとき（0 mT）の位相再生像（第 2 の位相再生像）、 $+4$ mT の磁場を印加したときの位相再生像（第 1 の位相再生像）を示す。また、図 5 (a) には、磁場を印加したときの磁場印加方向を、矢印で示す。

[0033] こうして得られた各位相再生像について、試料（エポキシ）1 の先端からの距離ごとに、 -4 mT の磁場を印加したときの各位相再生像（第 1 の位相再生像）と磁場を印加しないときの位相再生像（第 2 の位相再生像）との差（ -4 mT - 0 mT）、および、 $+4$ mT の磁場を印加したときの各位相再生像（第 1 の位相再生像）と磁場を印加しないときの位相再生像（第 2 の位相再生像）との差（ $+4$ mT - 0 mT）を求め、図 5 (b) に示す。また、図 5 (b) には、磁場を印加したときの磁場印加方向を、矢印で示す。図 5 (b) に示すように、磁場印加方向に沿って伸びる模様が確認された。

[0034] 図 5 (b) に示す結果は、図 1 に示す原理から、エポキシ樹脂から成る試料 1 から放出された二次電子のスピンの、双極子相互作用を生じながら磁場の印加方向に揃うように配列する様子を、磁束として直接観察したものと考えられる。このように、本試験では、磁場情報として、試料 1 から放出された二次電子のスピンの動きを示す情報が得られており、本発明の実施の形態

の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 によれば、磁場の印加が二次電子に対して与える影響を可視化して評価することができるといえる。

実施例 2

[0035] 本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 を用いて、磁場の印加方向に配列したスピンを有する電子を、半導体や磁性体に注入する、いわゆるスピン注入を観察するための試験を行った。観察を行うスピン注入の原理を、図 6 に示す。図 6 (a) に示すように、試料 1 として、電子線が照射されたとき二次電子を放出する絶縁体を用い、FIB (集束イオンビーム) 加工により、試料 1 の先端部を、凹部 1a を有するフック状に形成しておく。フック形状にすることにより、その凹部 1a にスピンを集中させやすくすることができ、スピン注入を行いやすくすることができる。

[0036] 図 6 (a) に示すように、試料 1 に対し、電子線ホログラムを作成するための電子線を照射すると、試料 1 から二次電子 2 が放出される。これにより、図 6 (b) に示すように、試料 1 が正に帯電し、その帯電効果により、放出された二次電子 2 が試料 1 の表面に引き戻されて、蓄積していく。このとき、試料 1 に磁場が印加されていない場合には、図 6 (b) に示すように、二次電子 2 のスピン (図中の矢印) はランダムに配置される。試料 1 に磁場 3 を印加すると、図 6 (c) に示すように、二次電子 2 のスピンのランダムな状態から磁場 3 の印加方向に揃うように配列する。このとき、特に試料 1 の凹部 1a に、スピンの揃った二次電子 2 が集中していく。また、試料 1 の表面に、電子による不均一な磁場分布が形成され、二次電子 2 のスピンによる双極子相互作用等が生じる。この状態で、半導体や磁性体を試料 1 の凹部 1a に近づけることにより、図 6 (d) に示すように、スピンの揃った二次電子 2 を、半導体や磁性体に注入することができる。

[0037] 図 6 に示す原理に従い、図 2 に示す磁場情報測定装置 10 を用いて、試料 1 の先端に電子線を照射して電子線ホログラムを取得し、位相再生像を作成した。試験では、絶縁体の試料 1 として、マイカ (雲母) を用いた。得られた位相再生像を図 7 および図 8 に示す。図 7 (a) ~ (g) にはそれぞれ、

0 m T（磁場なし）、1. 0 m T、2. 0 m T、3. 0 m T、4. 0 m T、5. 0 m T、6. 0 m Tの磁場3を印加したときの位相再生像を示す。磁場3の印加方向は、図7（d）に示している。また、図7（h）には、図7（a）～（g）と同じ配置での、試料1の透過型電子顕微鏡写真を示す。なお、図7（b）～（g）が磁場3を印加した第1の位相再生像となり、図7（a）が磁場3を印加しないときの第2の位相再生像となる。

[0038] また、図8（a）～（g）にはそれぞれ、図7（a）～（g）の位相再生像から、磁場3を印加しないときの位相再生像（図7（a）の第2の位相再生像）を差し引いて求めた、3倍増幅時の位相再生像を示す。磁場3の印加方向は、図8（d）に示している。

[0039] 図7（a）～（g）に示すように、試料1の凹部1 aでは、帯電が強くなっていることが確認できる。また、図8（b）～（g）に示すように、印加磁場の増大に伴い、試料1の凹部1 aの近傍（図8（b）の矢印Aで示す付近）で、二次電子の集中に伴い、電場が変化している様子が確認できる。なお、凹部1 a以外の領域（例えば、図8（b）の矢印Bで示す付近）では、印加磁場の増大に伴い、磁束密度の相対的变化が検出されている。

[0040] この状態で、帯電した絶縁体試料に近づけることにより、スピンの揃った二次電子を、半導体や磁性体に注入することができる。スピンの揃った二次電子が半導体や磁性体に注入された様子は、非特許文献6に示す二探針ピエゾ駆動ホルダー等により観察することができる。この試験結果から、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置10により、スピン注入を直接観察できるようになると考えられる。

[0041] 次に、図3のフローチャートに従い、図8（b）～（g）に示す位相再生像から、図8（b）の絶縁体試料近傍（矢印Bで示す付近）での、二次電子による磁束密度の相対的变化量を求めた。磁束密度の相対的变化量 B （T）は、位相再生像の干渉縞の間隔を l （m）、試料1の平均的な厚みを t （m）、磁束を Φ （Wb）とすると、

$$\Phi = l \times t \times B = h / e = 4.1 \times 10^{-15} \text{ (Wb)}$$

から、

$$B = 4.1 \times 10^{-15} / (l \times t \times n) \quad (1)$$

となる。ここで、 h はプランク定数、 e は素電荷、 n は位相増幅値である。

[0042] 図8(b)～(g)から、印加磁場が1.0 mT、2.0 mT、3.0 mT、4.0 mT、5.0 mT、6.0 mTのときの干渉縞の間隔 l は、それぞれ2.0 μ m、1.9 μ m、1.8 μ m、1.6 μ m、1.3 μ m、1.0 μ mであることが確認できる。これらの干渉縞の間隔 l から、試料1の平均的な厚み t が1.0 μ m～4.0 μ mのときの印加磁場と磁束密度の相対的变化量 B との関係を、(1)式を用いて求め、図9に示す。ここで、 $n = 3$ である。

[0043] 図9に示すように、試料1の平均的な厚み t に関わらず、印加磁場が増加するに従って、二次電子による磁束密度の相対的变化量 B も増加することが確認された。例えば、試料1の平均的な厚みが3.0 μ mの場合、印加磁場が+1.0 mTのとき(図8(b)に対応)、矢印Bで示す付近の磁束密度の相対的变化量 B は、約0.23 mTとなる。印加磁場を大きくすると、干渉縞の間隔 l が狭くなると共に、磁束密度の相対的变化量 B が徐々に増加し、印加磁場が+3.0 mTのとき(図8(d)に対応)、矢印Bで示す付近の磁束密度の相対的变化量 B は、約0.28 mTとなる。さらに印加磁場を増加させると、磁束密度の相対的变化量 B は急峻に増加し、印加磁場が+6.0 mTのとき(図8(g)に対応)、矢印Bで示す付近の磁束密度の相対的变化量 B は、約0.46 mTとなる。

[0044] このように、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置10によれば、試料表面近傍での電子(二次電子)のスピンの分布を直接観察することができると共に、その電子により発生する磁束密度の相対的变化量も求めることができる。これに対し、従来のスピン偏極走査型顕微鏡(スピン偏極STM)やスピン偏極走査トンネル顕微鏡(SP-STM)、磁気カー(Kerr)効果を利用した測定では、試料表面の磁区や磁区構造を観察することができ、磁気力顕微鏡(MFM)では、試料表面近傍の漏洩

磁場を観察することができるが、試料表面近傍での電子（二次電子）のスピンの分布を直接観察することはできない。また、本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 では、従来のスピン偏極走査型顕微鏡や磁気力顕微鏡、磁気カー（K e r r）効果を利用した測定では得ることができない、1 nm 以下の分解能を実現することができる。

[0045] 本発明の実施の形態の磁場情報測定方法および磁場情報測定装置 10 によれば、外部磁場を印加してナノスケールからミクロンスケールでの電子の挙動を追跡し、電子の蓄積やスピンの流れを可視化して評価することが可能になる。これにより、電子と物質との相互作用に関する基礎的知見が得られ、磁気センサや磁気抵抗メモリ（MRAM）、スピン注入メモリ（STT-RAM）などの、電子のスピンを利用したスピントロニクスデバイスの開発に大きく貢献することができる。また、分解能が高いため、原子レベルでの極微小領域での磁気現象の解明に寄与することができる。さらに、絶縁体である生体材料にも応用できることから、核磁気共鳴画像法（MRI）を用いた、生体組織や細胞の磁氣的性質と生理機能との関係の解明などにも寄与することができる。

符号の説明

- [0046]
- 1 試料
 - 2 二次電子
 - 3 磁場
 - 10 磁場情報測定装置
 - 11 電子線ホログラム作成手段
 - 21 電子線源
 - 22 コンデンサレンズ
 - 23 対物レンズ
 - 24 バイプリズム
 - 24 a 石英ガラスワイヤ
 - 24 b 接地電極

1 2 磁場印加手段

1 3 磁場情報取得手段

請求の範囲

[請求項1] 試料に磁場を印加した状態で、前記試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて電子線ホログラムを作成することを特徴とする電子線ホログラムの作成方法。

[請求項2] 試料に磁場を印加した状態で、前記試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第1の電子線ホログラムを作成し、その第1の電子線ホログラムから第1の位相再生像を作成する第1位相再生像作成工程と、

 前記試料に磁場を印加しない状態で、前記試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて第2の電子線ホログラムを作成し、その第2の電子線ホログラムから第2の位相再生像を作成する第2位相再生像作成工程と、

 前記第1の位相再生像と前記第2の位相再生像との差に基づいて、前記磁場が前記試料に与えた影響を示す磁場情報を得る磁場情報取得工程とを、

 有することを特徴とする磁場情報測定方法。

[請求項3] 前記磁場情報取得工程は、前記磁場情報として、前記磁場が前記試料に含まれる電子に与えた影響を示す情報を得ることを特徴とする請求項2記載の磁場情報測定方法。

[請求項4] 前記試料は、電子線が照射されたとき二次電子を放出する素材を含み、

 前記第1位相再生像作成工程および前記第2位相再生像作成工程は、電子線を前記試料に照射して前記試料から二次電子を放出させると共に、その試料を通過した電子線を前記物体波として、前記参照波と干渉させ、

 前記磁場情報取得工程は、前記磁場情報として、前記磁場が前記試

料から放出された二次電子に与えた影響を示す情報を得ることを特徴とする請求項 2 記載の磁場情報測定方法。

[請求項5] 前記試料は絶縁体から成ることを特徴とする請求項 4 記載の磁場情報測定方法。

[請求項6] 前記磁場情報取得工程は、前記磁場情報として、前記試料に含まれる電子または前記試料から放出された二次電子のスピン動きを示す情報を得ることを特徴とする請求項 3 乃至 5 のいずれか 1 項に記載の磁場情報測定方法。

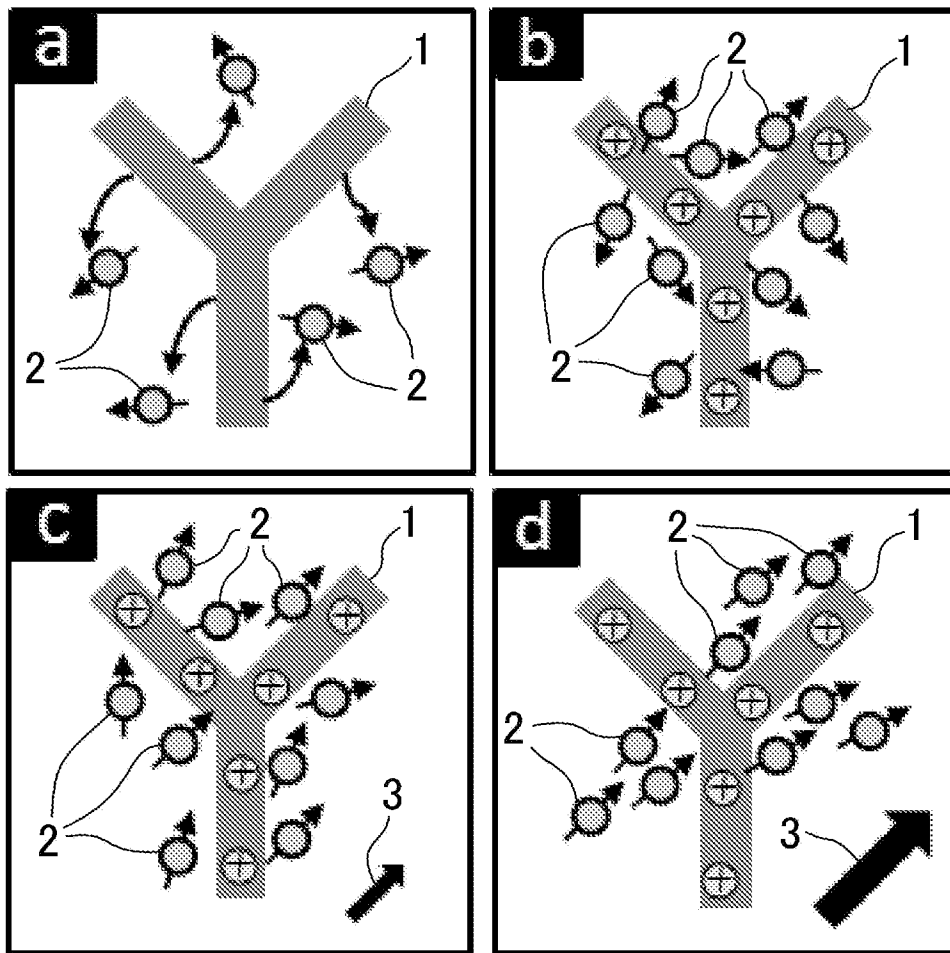
[請求項7] 試料の影響を受けた電子線から成る物体波と、前記試料の影響を受けない電子線から成る参照波とを干渉させて電子線ホログラムを作成可能に設けられた電子線ホログラム作成手段と、

前記試料に磁場を印加可能に設けられた磁場印加手段と、

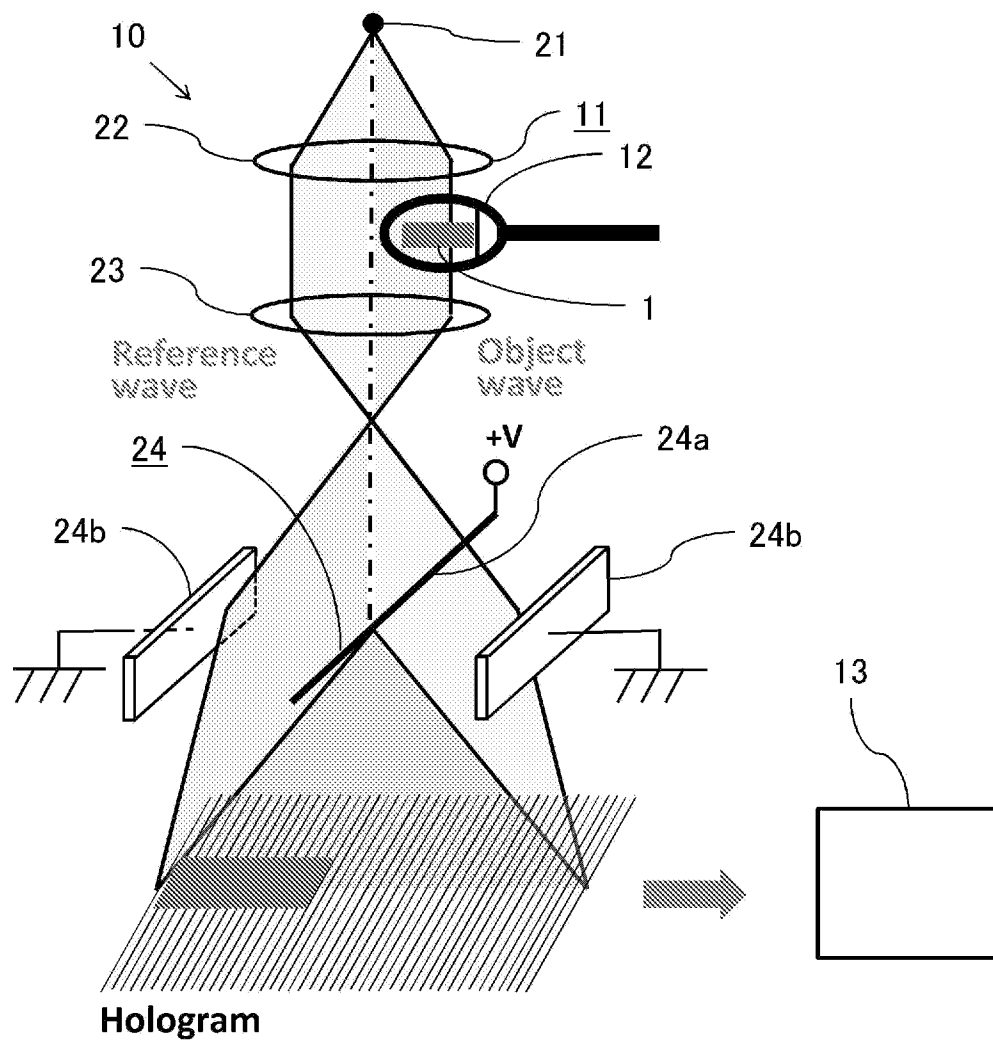
前記磁場印加手段により前記試料に磁場を印加した状態で、前記電子線ホログラム作成手段により作成された第 1 の電子線ホログラムから第 1 の位相再生像を作成し、前記試料に磁場を印加しない状態で、前記電子線ホログラム作成手段により作成された第 2 の電子線ホログラムから第 2 の位相再生像を作成し、前記第 1 の位相再生像と前記第 2 の位相再生像との差を求めて、前記磁場が前記試料に与えた影響を示す磁場情報を取得可能に設けられた磁場情報取得手段とを、

有することを特徴とする磁場情報測定装置。

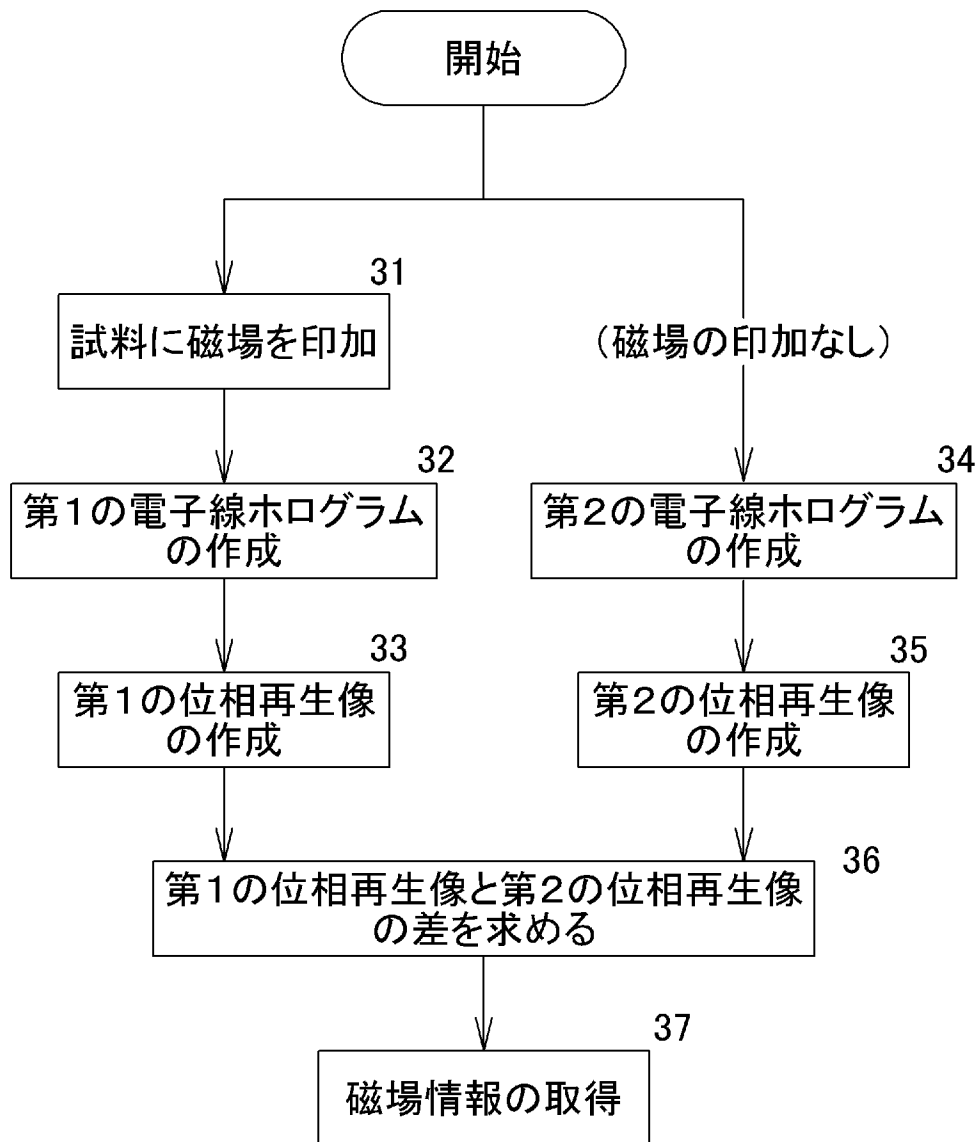
[図1]



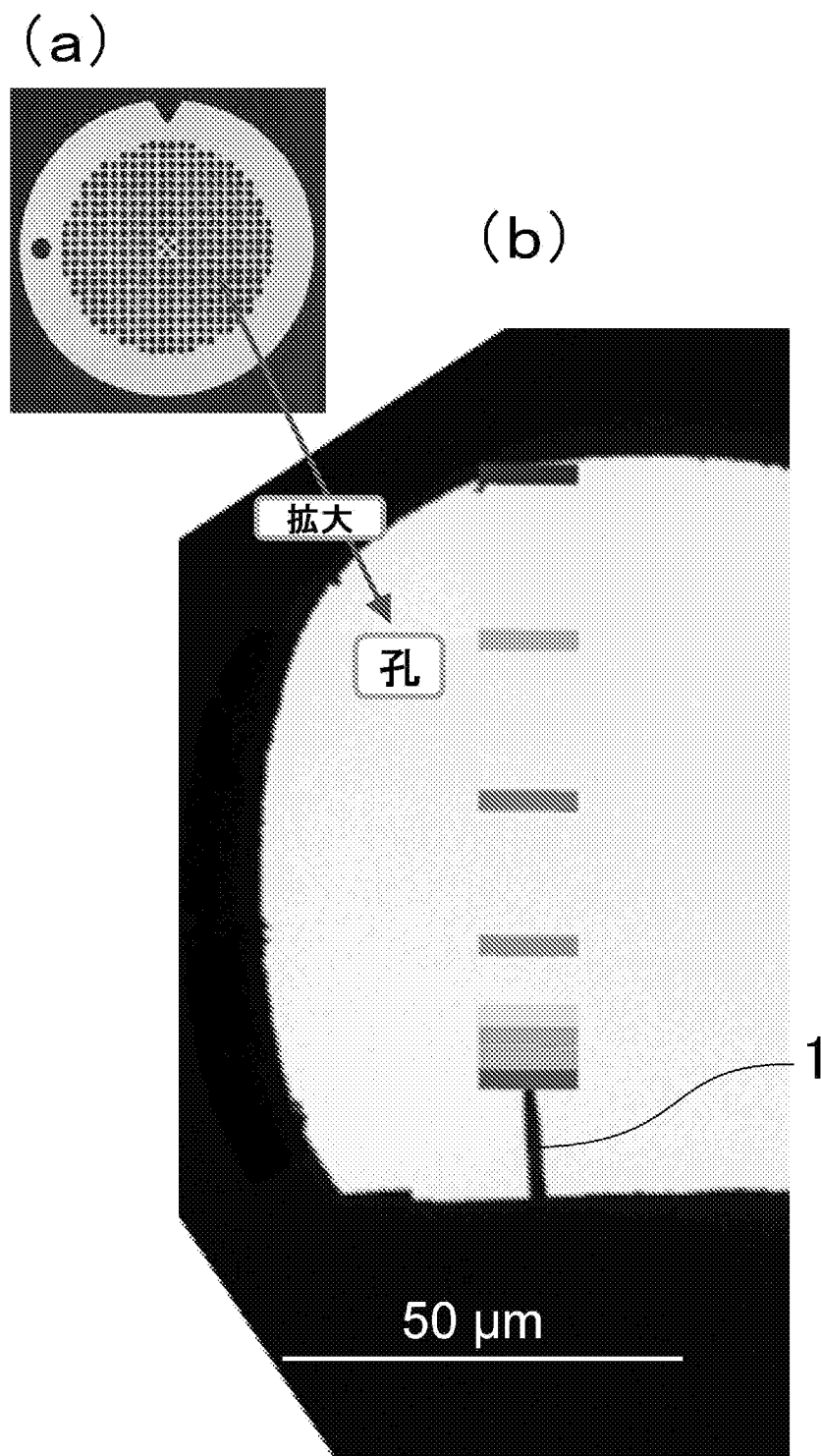
[図2]



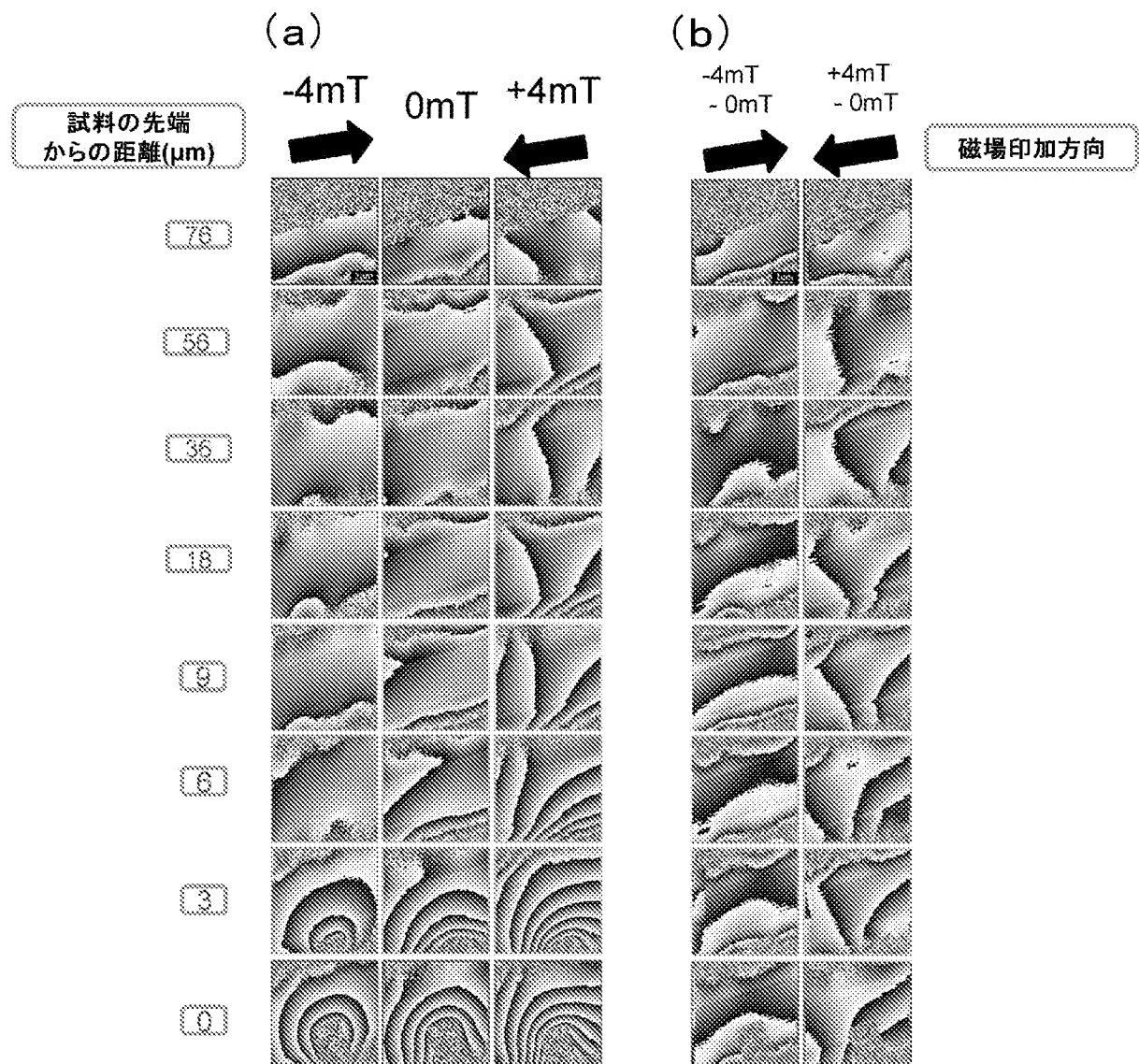
[図3]



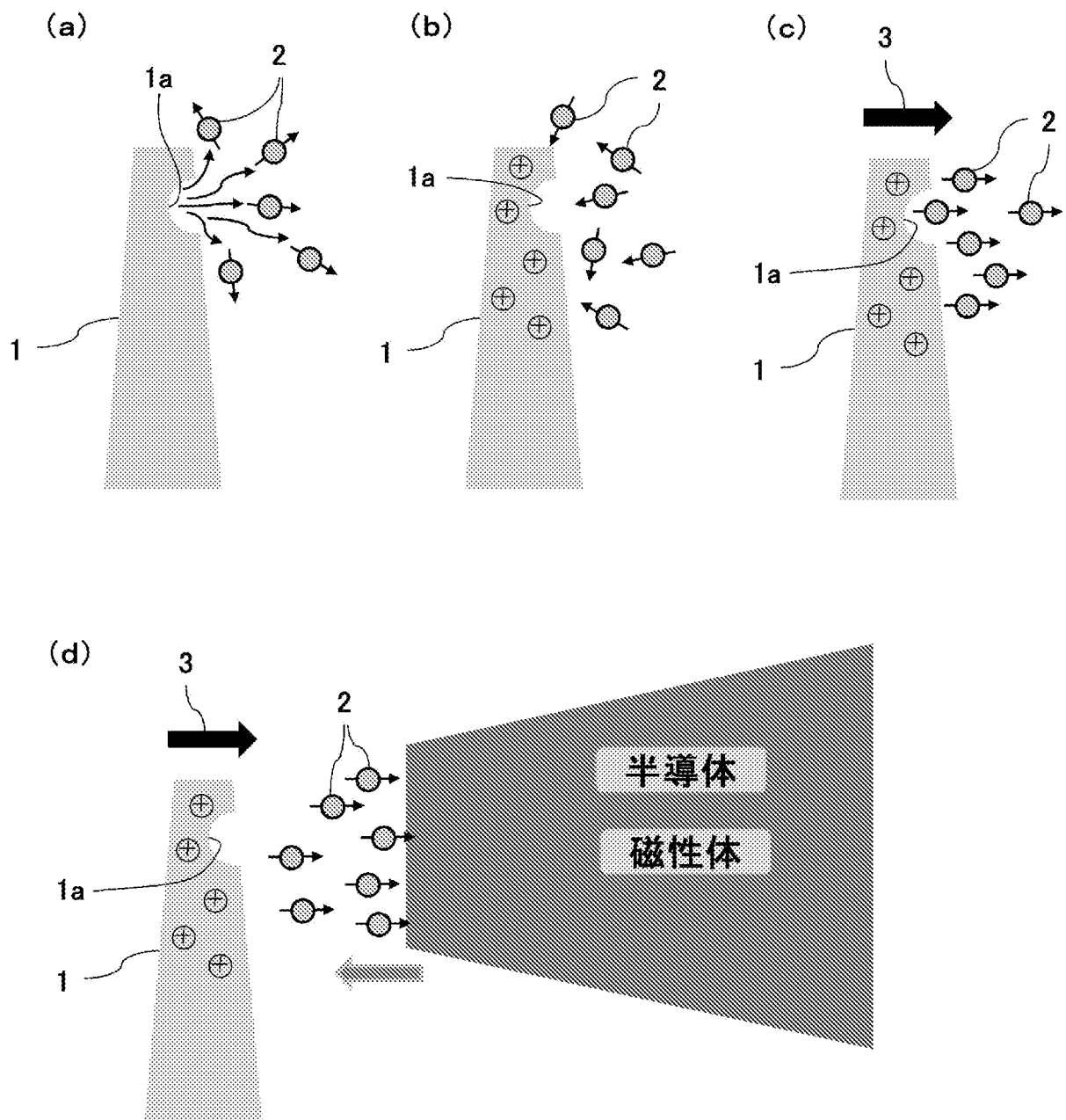
[図4]



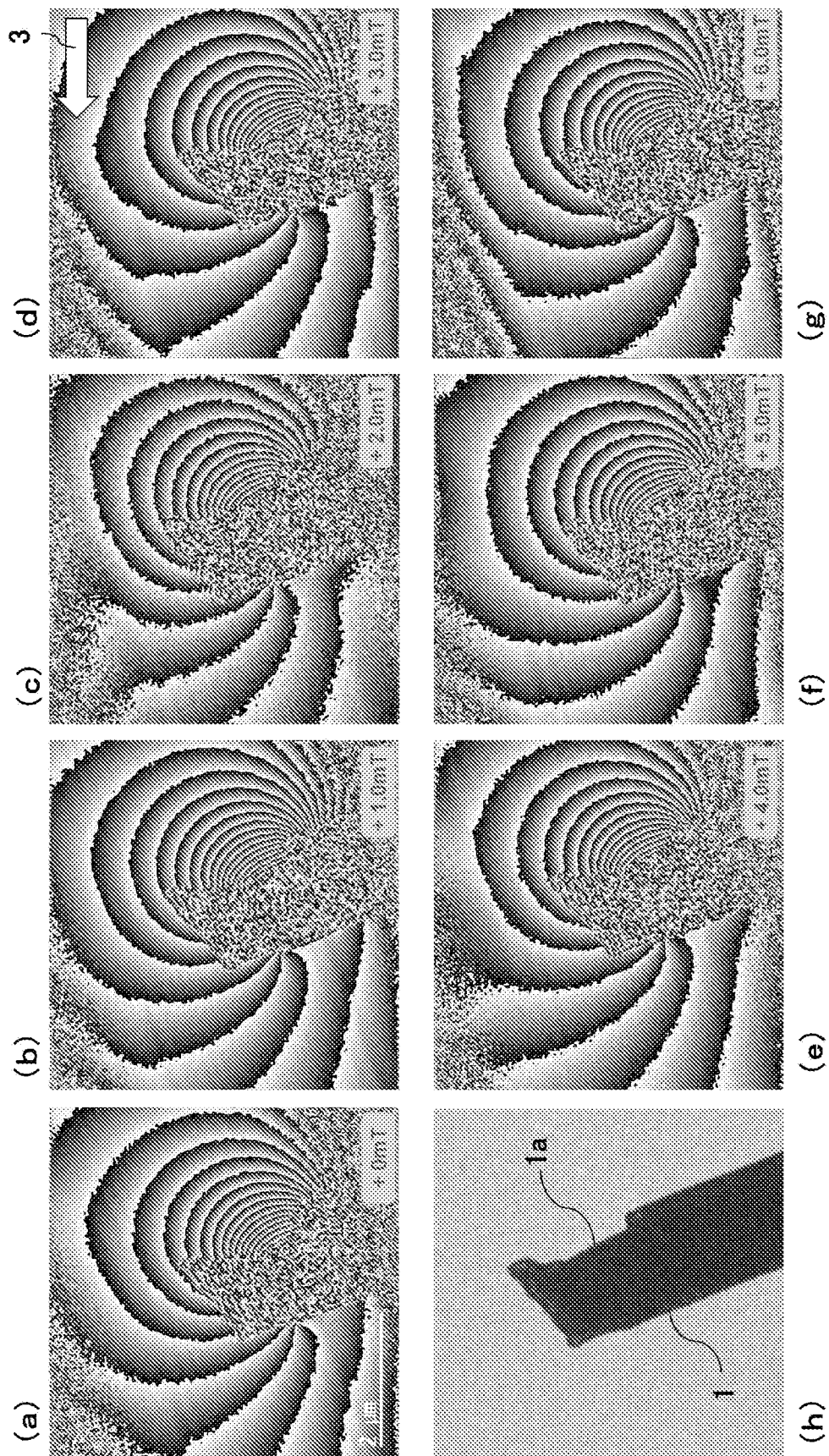
[図5]



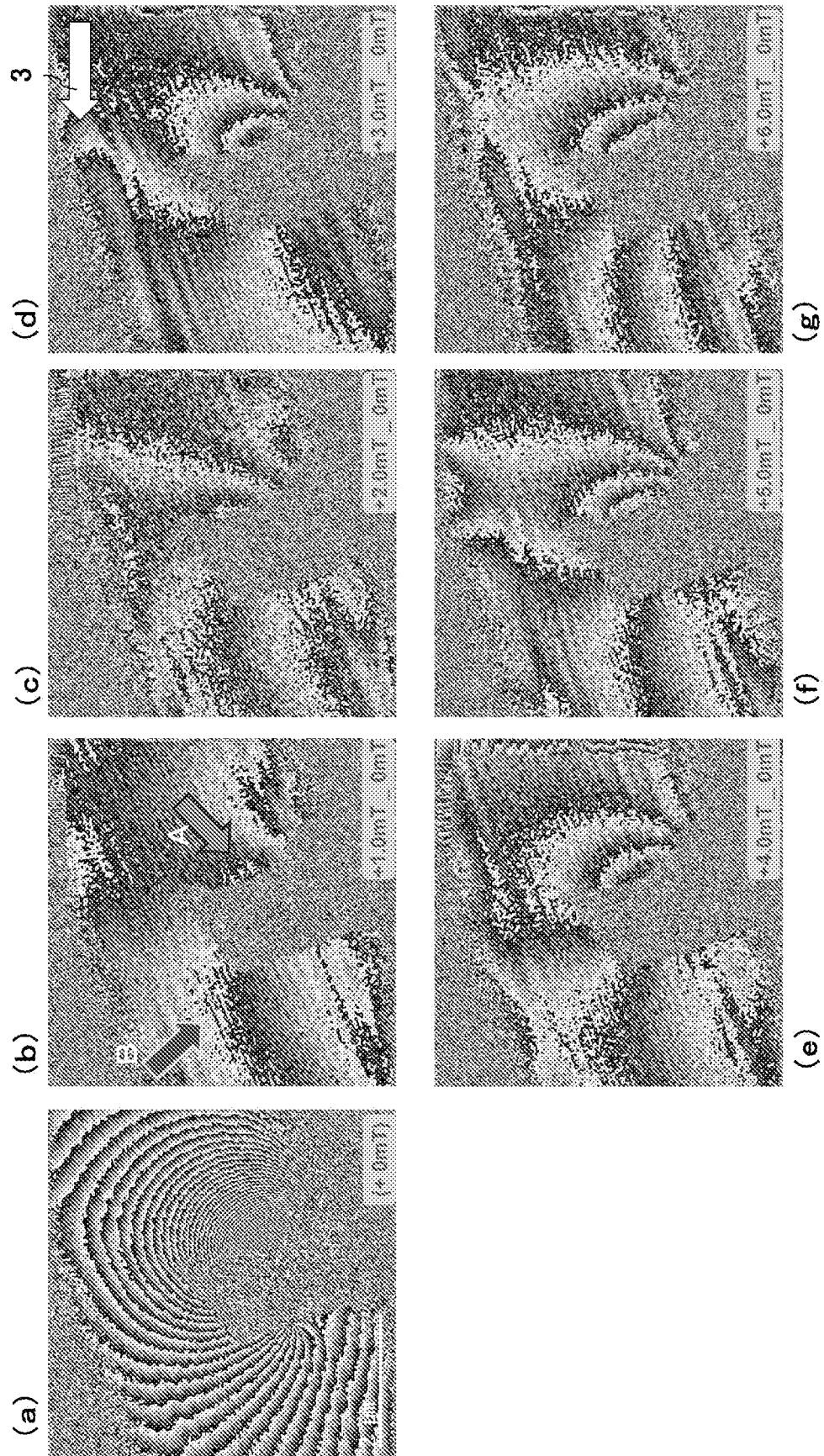
[図6]



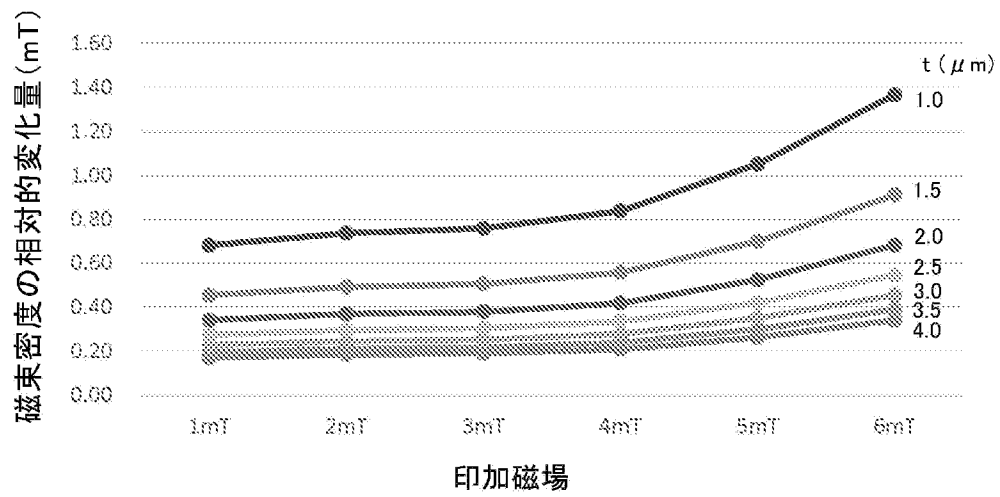
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/000663

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G03H5/00 (2006.01) i, G01N23/2251 (2018.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. G03H5/00, G01N23/2251, H01J37/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2010-133741 A (FUJITSU LTD.) 17 June 2010, paragraphs [0036]-[0040], [0043], fig. 10 (Family: none)	1, 2, 7 3-6
X A	JP 2005-332772 A (TOHOKU UNIVERSITY) 02 December 2005, claims 1, 2 & US 2005/0274889 A1, claims 1, 2 & EP 1598848 A2	1 2-7
A	JP 4-206132 A (HITACHI, LTD.) 28 July 1992 & US 5298747 A	1-7
A	JP 2002-117800 A (JEOL LTD.) 19 April 2002 & US 2002/0084412 A1	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.	☐ See patent family annex.
---	---

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
22 March 2018 (22.03.2018)

Date of mailing of the international search report
03 April 2018 (03.04.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G03H5/00(2006.01)i, G01N23/2251(2018.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G03H5/00, G01N23/2251, H01J37/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 2010-133741 A (富士通株式会社) 2010.06.17, [0036] - [0040] [0043]、図10（ファミリーなし）	1, 2, 7 3-6
X A	JP 2005-332772 A (国立大学法人東北大学) 2005.12.02, [請求項1] [請求項2] & US 2005/0274889 A1, Claim1, Claim2 & EP 1598848 A2	1 2-7
A	JP 4-206132 A (株式会社日立製作所) 1992.07.28, & US 5298747 A	1-7

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22.03.2018

国際調査報告の発送日

03.04.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

立澤 正樹

2W

9809

電話番号 03-3581-1101 内線 3258

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2002-117800 A (日本電子株式会社) 2002.04.19, & US 2002/0084412 A1	1-7