

平成21年 6月 2日現在

研究種目：基盤研究（A）
研究期間：2006～2008
課題番号：18201016
研究課題名（和文） 磁場印加ローレンツ力顕微鏡の研究開発
研究課題名（英文） Study of Scanning Lorentz Force Microscopy
研究代表者
真島 豊（MAJIMA YUTAKA）
東京工業大学・大学院理工学研究科・准教授
研究者番号：40293071

研究成果の概要：

本研究では、走査プローブを用いた磁気分布観察手法として、研究代表者が考案した走査型ローレンツ力顕微鏡において、その磁気分布像の水平分解能を数十ナノメートル程度に向上させた。さらに試料に対して水平2軸方向に磁場を印加する磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡を新たに構築し、磁場中における磁気記録媒体ならびに磁気記録ヘッドの漏れ磁場分布を観察した。これらの研究成果は、磁気記録装置などの磁性体の研究開発において有用である。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	25,000,000	7,500,000	32,500,000
2007年度	7,800,000	2,340,000	10,140,000
2008年度	7,800,000	2,340,000	10,140,000
年度			
年度			
総計	40,600,000	12,180,000	52,780,000

研究分野：複合新領域

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ科学・ナノ構造科学

キーワード：ナノプローブ・磁性・走査プローブ顕微鏡・ローレンツ力・磁気記録

1. 研究開始当初の背景

近年、磁気記録装置はハードディスクを筆頭に、コンピュータや情報家電などのキーデバイスとなっており小型化、高密度化が急速に進んでいる。それに伴い記録ビットの微細化が進み、例えばハードディスクでは1ビットが10 nm程度の大きさにまで達している。磁性材料として多結晶材料を用いた場合、ビ

ットの大きさは、グレインと同等となってきたため、ビット境界における遷移ノイズや熱揺らぎによる超常磁性限界などの効果が現れる。このため、磁気記録媒体の研究開発ではグレインスケールにおける磁気特性を評価し制御することが重要となっている。このような背景から、特に外部磁場を印加した際の磁性材料の磁区構造変化をナノメートル

スケールで評価する手法は磁気記録媒体の開発にとって非常に重要である。磁性材料の微小磁区の観察には、磁気力顕微鏡(MFM)、Kerr 効果顕微鏡や透過型電子顕微鏡を用いたローレンツ顕微鏡などがこれまでに開発されているが、外部磁場中での測定の難しさや光の波長による分解能の制限、試料の厚さの制限などの課題をそれぞれ有している。

研究代表者は、新たな磁気イメージング手法として磁場中での磁性材料の磁区構造変化を観察することのできる、走査型ローレンツ力顕微鏡(Scanning Lorentz Force Microscopy: SLFM)を開発してきた。図1にSLFMの検出原理と検出手法の概念図を示す。SLFMは接触型原子間力顕微鏡をベースとして、導電探針に電流を流すことでフレミングの左手の法則により発生するローレンツ力 $F(\vec{d})$ を検出し磁性試料の漏れ磁気分布を観察する手法である。SLFMは研究代表者が新規に考案したオリジナルの磁気イメージング手法であり、SLFMの特色として、原子間力顕微鏡をベースとしているため高い水平分解能が期待され、非磁性のカンチレバーを使用していることから外部磁場中での測定が可能であるという特徴を挙げることができる。しかしながら、水平分解能は100 nm程度であり、また摩擦力の影響などの課題があったため、これまで安定してSLFM像を観察することは難しく、磁場中での観察を行うに至っていなかった。

2. 研究の目的

本研究では、次の2点を目的とした。1点目は、これまで数100 nmにとどまっていた水平分解能を一般的なMFMと並ぶ分解能である40 nm程度まで向上させること、2点目は、SLFMの特徴である外部磁場中での測定を可能とする磁場印加走査型ローレンツ力

顕微鏡を新規に構築し、磁気記録媒体ならびに磁気記録ヘッドの磁場中の磁化反転機構を観察することである。

具体的には、導電ダイヤモンドコートカンチレバーを使用することにより $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ 磁性試料の磁区ドメイン構造を表面像と同時に水平分解能40 nm以下で観察することを目指した。次に、水平2軸方向に磁場を印加することのできる電磁石対を有する真空原子間力顕微鏡を新規に開発し、磁場中におけるSLFM像観察の定量評価に向けた外部磁場中でのカンチレバー横方向共振特性の評価を行った。また、表面が絶縁性の試料観察に向けた表面導電処理を検討し、磁気記録媒体や磁気記録ヘッドのSLFM像を観察した。

3. 研究の方法

図1に走査型ローレンツ力顕微鏡の測

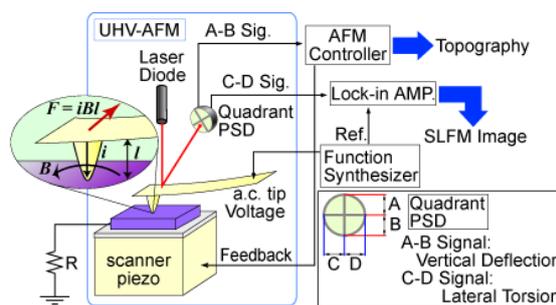


図1 SLFMの測定系概略図と(左挿入図)ローレンツ力検出原理、(右下挿入図)フォトダイオード出力信号の定義

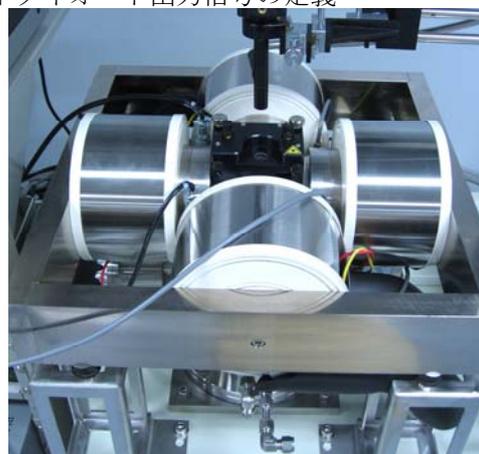


図2 磁場印加(水平2軸)走査型ローレンツ力顕微鏡

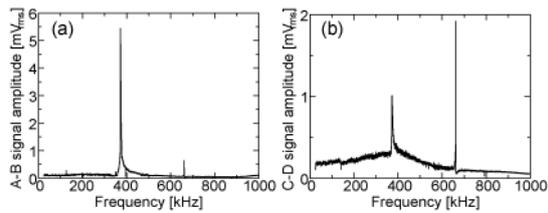


図3 (a) A-B 信号(縦方向変化)ならびに(b) C-D 信号(横方向変化) の周波数特性

定原理と測定手法、図2に装置外観写真を示す。磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡は、簡易真空接触型原子間力顕微鏡をベースとし、試料に対して水平2軸方向に外部磁場を最大0.5 T印加する電磁石を有する構造であり、本研究において新規に設計、構築を行ってきた走査型プローブ顕微鏡である。図1に示したように、導電性カンチレバーの共振周波数に相当する交流電流を流し、探針電流と磁性試料表面の水平方向の漏れ磁束によって発生するローレンツ力によってカンチレバーを振動させる。共振周波数にてカンチレバーが振動した状態でカンチレバーを走査し、試料表面の表面凹凸とローレンツ力によるカンチレバーの変位を4分割フォトダイオードによりA-B信号(直流)、C-D信号(交流)としてそれぞれ検出し、前者をフィードバック及びサンプル表面凹凸像として、後者をロックインアンプによって共振周波数成分を取り出しSLFM像として画像化する。外部磁場は試料に対して水平2軸方向から360度印加できる。

4. 研究成果

(1) SLFM の水平分解能向上に関する研究

SLFMの水平分解能の向上にむけては、探針の耐久性とスキャン中における探針電流の安定化が重要である。そこで、耐久性に優れ、よい導電性(0.003~0.005 Ωcm)を示すボロンドープダイヤモンドコートカンチレバーを使用した。本研究では磁性試料としてFe₇₀Co₃₀を用いた。保磁力と飽和磁化はそれ

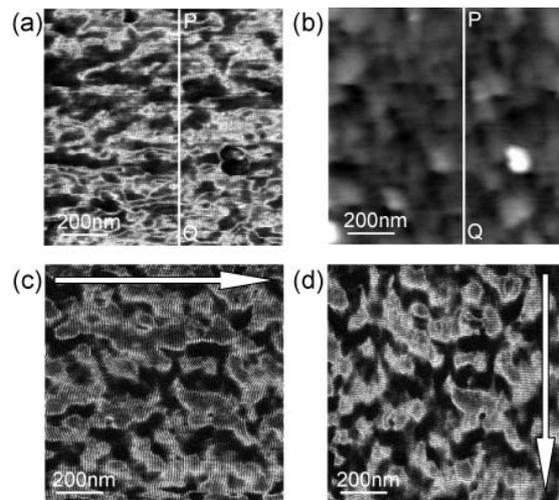


図4 SLFMにより同時観察したFeCo磁性試料の(a)磁気分布像 (b)表面凹凸像。(c)(d)は同一箇所でもスキャン方向を90度変えて連続観察した磁気分布像(矢印はスキャン方向を示す)。スキャン範囲は1020×1020 nm²。

ぞれ208 Oe、930 mTである。FeCoは一般にストライプ状の磁区ドメイン構造を有し、磁化は垂直方向に交互に配向している。試料表面は測定前にAr⁺イオンスパッタを施し、表面の汚染及び酸化膜を除去した。測定は、超高真空(~2×10⁻⁸ Pa)、室温で行った。

SLFM像の観察においては、カンチレバーに交流電圧を印加し探針に交流電流を流すことでカンチレバーの共振を利用し、ローレンツ力の検出感度を高めている。この時、カンチレバーにはクーロン力とローレンツ力が働く。図3(a)(b)に、カンチレバーのA-B信号振幅(縦方向変位)、C-D信号振幅(横方向変位)の周波数特性を示す。これらのスペクトルは2台のロックインアンプを用いて同時に測定した。印加電圧は2.0 V_{pp}、流れた探針電流は~50 μAであった。A-B、C-D信号ともに372、661 kHzにおいてピークが観測された。372 kHzにおいては、A-B信号のピーク強度はC-D信号強度よりも大きく、一方で661 kHzにおいてはC-D信号のピーク強度の方がA-B信号よりも大きい。A-B信号はクーロン力による共振が、C-D信号にはローレ

ンツ力による共振が支配的に現れていると考えられるため、SLFM 像は 661 kHz において測定した。

図 4 (a),(b)に、同時に観察した $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ の SLFM 像と表面像をそれぞれ示す。SLFM 像は、共振周波数における C-D 信号のロックインアンプ出力の振幅成分を画像化している。スキャンサイズは $1020 \times 1020 \text{ nm}^2$ 、印加電圧と周波数はそれぞれ $3.5 \text{ V}_{\text{pp}}$ 、 662 kHz である。表面像と独立した SLFM 像が観察されている。また、C-D 信号の断面プロファイルから、SLFM 像の空間分解能は 40 nm と見積もられる。

一般にコンタクトモード AFM では、摩擦力がカンチレバーに面内で直交する方向に働く。ローレンツ力も同様にカンチレバーに対して面内で直交する方向に働くため、SLFM 像における摩擦力の影響を考慮する必要がある。図 4 (c)、(d)にスキャン方向を 90 度変化させ、連続して観察した SLFM 像を示す。スキャン方向は図中矢印で示している。磁区ドメイン構造はスキャン方向に因らず変化していないことが分かる。摩擦力による、いわゆる stick-slip 現象は表面凹凸及びスキャン方向に強く依存することから、今回観察した SLFM 像において摩擦力は抑制されていると考えられる。また、SLFM 測定において、電流による磁場の影響を考えなくてはならない。図 4 (c)、(d)に示した連続した SLFM 像の観察結果から、電流による磁場によって SLFM 像が変化していないことがわかる。例えば、 $50 \mu\text{A}$ の電流が 10 nm 離れた場所を作る磁場強度は 10 Oe と計算されるが、この値は $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ の保磁力に対して一桁小さい。従って、 $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ の磁区ドメインは探針電流によって影響を受けない。

(2) 磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡の開発

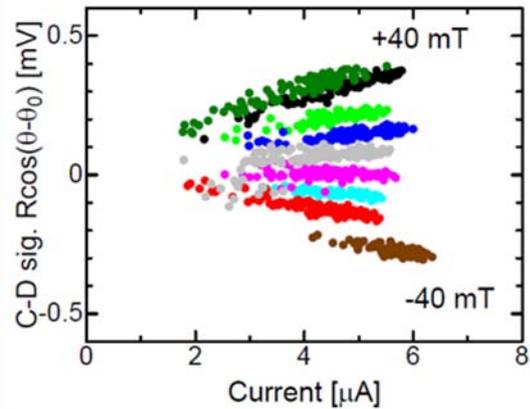


図 5 金基板上で測定した C-D 信号 $R\cos\theta$ 成分の電流特性の磁場依存性

SLFM の最大の特徴は、非磁性の導電性カンチレバーを用いるため、外部磁場中での磁気分布像の観察が可能であるという点である。そこで、磁性試料に水平 2 軸方向に外部磁場を印加する電磁石を 2 対有する磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡を新たに設計し構築した。この装置を用いて、磁場中での SLFM 像観察に向けた基礎特性評価として、非磁性試料(金基板)を用いて外部磁場中でのカンチレバーの横方向(フォトダイオード C-D 信号出力)の共振特性を評価した。図 5 に、共振周波数における C-D $R\cos\theta$ 信号の電流特性の磁場依存性を示す。ローレンツ力によるカンチレバー横方向共振振動の $R\cos\theta$ 成分が、探針電流と磁場に比例していることがわかる。このことから、 $R\cos\theta$ 成分を画像化することにより、磁場の向きを含めた定量評価が可能であることが示された。また磁場を掃引した際の実験結果(図省略)から、探針電流が $\sim 4 \mu\text{A}$ における SLFM の磁場感度は 6 mT 程度と見積もられた。

磁場中における磁気記録媒体、磁気記録ヘッドの SLFM 像観察に向けては、試料表面を導電処理することが必要である。図 6 に、市販の HDD 表面に $\text{Ti } 1 \text{ nm}$, $\text{Au } 5 \text{ nm}$ 蒸着したサンプルにおける SLFM 像と電流像、電流で

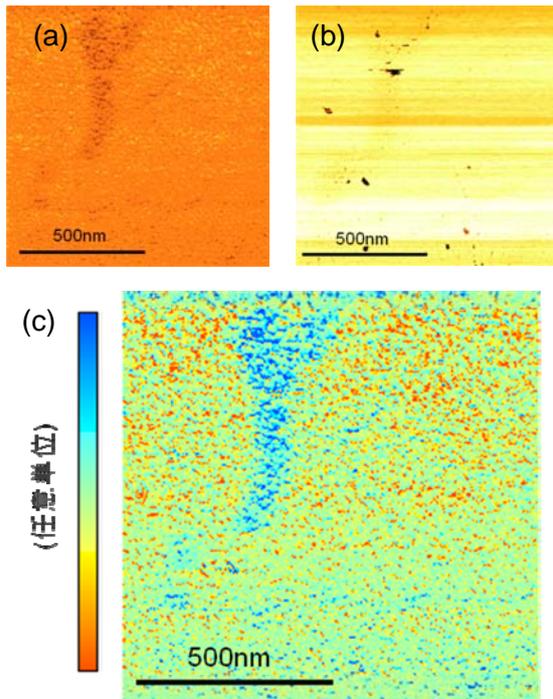


図6 ハードディスク記録媒体の(a) SLFM 像 (C-D 信号 $R\cos\theta$ マッピング像) (b) 探針電流 マッピング像 (c) 電流で規格化した C-D 信号 $R\cos\theta$ 成分

規格化した SLFM 像を示す。電流像から、探針電流はほぼ安定して流れていることがわかる。しかしながら、SLFM 像では、一部の記録ビットしか検出することができていない。このことより、金が反磁性であり、ハードディスク表面からの漏れ磁場を遮蔽してしまっている可能性が示唆される。したがって、試料表面の導電性を付与する金属の膜厚とともに金属種を検討する必要があることがわかった。現在までに、これらの問題はほぼ解決されつつある。さらに、SLFM 像観察時の押しつけ力やオフセット電圧印加によるクーロン力の抑制を行うことにより、より小さい電圧で薄い金属膜に対するダメージを最小限にして SLFM 像観察に必要な電流を安定して流せる状況に至っている。今後は、ハードディスクの磁気記録ヘッドの SLFM 像を観察し、磁場中における漏れ磁場分布を観察していく予定である。

以上のように、本研究では空間分解能 40

nm で SLFM 像を観察することに成功し、水平 2 軸で磁場を印加することが可能な磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡を構築し、ハードディスクのビットの SLFM 像を観察した。

最後に、本基盤研究(A)の研究を遂行させて頂く機会を頂いた皆様ならびに日本学術振興会に心より感謝致します。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 7 件)

- ① S. Suzuki, Y. Yasutake and Y. Majima, “Frequency Dependences of Displacement Current and Channel Current in Pentacene Thin-Film Transistors”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **47**, 3167-3169, 2008, 査読有
- ② Y. Yasutake, K. Kono, M. Kanehara, T. Teranishi, M. R. Buitelaar, C. G. Smith and Y. Majima, “Simultaneous Fabrication of Nanogap Gold Electrodes by Electroless Gold Plating using a Common Medical Liquid”, *Appl. Phys. Lett.*, **91**, 203107-1-203107-3, 2007, 査読有
- ③ Y. Azuma, T. Matsui and Y. Majima, “Detection of One Angstrom Deformation of Au(111)/Mica Cantilever by Thermal Expansion under the Application of Resonant RF Signal by Tunneling Current”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **46**, 920-922, 2007, 査読有
- ④ Y. Azuma, T. Hatanaka, M. Kanehara, T. Teranishi, S. Chorley, J. Prance, C. G. Smith and Y. Majima, “One by One Single-Electron Transport in Nanomechanical Coulomb Blockade Shuttle”, *Appl. Phys. Lett.*, **91**, 053120-1-053120-3, 2007, 査読有
- ⑤ Y. Azuma, S. Chorley, J. Prance, C. G. Smith and Y. Majima, “Cantilever Resonance Directed by Tunneling Current under the Application of an RF Signal”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **46**, 3152-3154, 2007, 査読有
- ⑥ S. Suzuki, Y. Azuma, and Y. Majima,

“Simultaneous observation of magnetic domain structure and topography of $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ using scanning Lorentz force microscopy”, *Appl. Phys. Lett.*, **90**, 053110-1-3, 2007, 査読有

- ⑦ Y. Majima, D. Kawakami, S. Suzuki and Y. Yasutake, “Simultaneous Measurements of Drain-to-Source Current and Carrier Injection Properties of Top-Contact Pentacene Thin-Film Transistors”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **46**, 390-393, 2007, 査読有

[学会発表] (計4件)

- ① S. Suzuki, Y. Azuma, and Y. Majima, “Simultaneous observation of magnetic domain structure and topography of $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ using scanning Lorentz force microscopy”, Material Research Society 2007 Fall Meeting, Nov. 26, 2007, Boston USA
- ② 真島 豊、鈴木 聖一、走査型ローレンツ力顕微鏡、日本応用磁気学会 第155回研究会「磁気イメージング技術の最前線」、2007年7月20日、東京
- ③ 鈴木 聖一、真島 豊、磁場印加走査型ローレンツ力顕微鏡の開発、S I I ナノテクノロジー 走査型プローブ顕微鏡セミナー 2007、2007年7月12日、東京
- ④ 鈴木 聖一、東 康男、真島 豊、走査型ローレンツ力顕微鏡による磁区ドメインと表面像の同時観察、第29回日本応用磁気学会学術講演会、2005年9月22日、長野

[図書] (計1件)

「変位電流-チャンネル電流法」, 有機トランジスタ材料の評価と応用Ⅱ(森 健彦, 長谷川達生監修), シーエムシー出版, 平成20年(2008), pp. 176-185.

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計1件)

名称: 走査型ローレンツ力顕微鏡およびこれを用いた情報記録再生装置

発明者: 真島 豊

権利者: 財団法人 理工学振興会

種類: 特許

番号: 第 3992139 号

取得年月日: 2007年08月03日

国内外の別: 国内

[その他]

ホームページ

http://www.pe.titech.ac.jp/MajimaLab/MajimaLab_J.html

6. 研究組織

(1) 研究代表者

真島 豊 (MAJIMA YUTAKA)

東京工業大学・大学院理工学研究科・准教授
研究者番号: 40293071

(2) 研究分担者

無し

(3) 連携研究者

無し