

令和 4 年 6 月 15 日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01805

研究課題名(和文)磁気共鳴フォース分光：ナノ磁性粒人工配置の構築と粒間磁気ポテンシャルの非侵襲計測

研究課題名(英文)Magnetic resonance force spectroscopy: manipulation of magnetic nanoparticles and non-invasive magnetic potential measurement

研究代表者

木下 幸則 (Yukinori, Kinoshita)

秋田大学・理工学研究科・講師

研究者番号：10635501

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、従来の磁気力顕微鏡にはない、磁性探針の磁気共鳴を利用した非侵襲性に優れた新たな磁気力顕微鏡法の開発に成功し、磁気共鳴力の検出による磁気イメージングを実現した。まず、磁性探針の磁気共鳴を励起するために必要なマイクロ波同軸共振器、およびその周辺のマイクロ波伝送路の特性を明らかにした。また、磁性探針に起因する磁気共鳴周波数を探針の振動応答計測で力学的に判別する手法を確立した。さらに、磁気共鳴力を高感度に捉えるためにマイクロ波のパワーや変調条件を明らかにし、磁性薄膜のナノメートルサイズの磁区分布を安定的に可視化できることを実証した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ナノメートルサイズの微小な磁性体はバルクの磁性体にはない優れた磁気特性を有する。一方で、その物理構造と磁気特性を高精度に同時に得ることができる計測手法は、まだ確立されているとは言い難い。本研究の成果は、汎用性に優れた磁気イメージングツールである磁気力顕微鏡にナノ磁性体の観察に必要な非侵襲性を付与するものであり、学術的には、ナノメートル領域の磁気物理を大きく進展させる可能性があるほか、実用的には、ハードディスクドライブに代表される磁気記録デバイスの記録密度や消費電力を飛躍的に向上させる新たな情報ビット記録方式の開拓につながると期待される。

研究成果の概要(英文)：We successfully developed a novel magnetic force microscopy technique and enabled non-invasive magnetic observation by utilizing magnetic resonance of magnetic tip. First, we clarified the characteristics of microwave resonator and transmission lines necessary for exciting the magnetic resonances of magnetic tip. Second, we developed a detection method to effectively extract the magnetic resonance frequency of the magnetic tip by detecting the shift of the tip mechanical vibration. Finally, the magnetic domain structure imaging was demonstrated with nanometer scale spatial resolution by optimizing microwave power and modulation conditions for high-sensitive detection of magnetic resonance forces.

研究分野：走査プローブ顕微鏡

キーワード：磁気力顕微鏡 磁気共鳴 磁性ナノ粒子 粒子操作 磁気相互作用

### 1. 研究開始当初の背景

ハードディスクドライブに代表される高密度磁気記録媒体などナノサイズの磁性体を用いる先進磁気デバイスでは、ナノ磁性体のサイズや磁気特性がデバイス性能を大きく左右する。しかし、それらナノ磁性体の磁気特性を計測する手法は、分解能や検出感度、汎用性の点で不十分なものが多い。一方で、磁性体表面のナノスケールでの磁区ドメイン観察や磁気特性評価には、雰囲気依存せずに動作可能な磁気力顕微鏡が有用である。磁気力顕微鏡は、片持ち梁に付けた磁性探針を共振近傍で振動させながら磁性体試料表面上を非接触で走査する。このときに磁性探針と試料表面の漏洩磁場との間に作用する磁気力の勾配に比例した量を、磁性探針の共振周波数の変化等から計測し磁気イメージとして描画する。しかし、磁性探針と試料表面には磁気力以外の表面構造由来のファンデルワールス力や電荷に起因する静電気力などの非磁気的な力も少なからず同時に作用しているため、極めて局所的で微弱な漏洩磁場を出すナノ磁性体に対しては、分解能と感度の点で不向きである。

この点を補完する手法として、1990年代から磁気力のみ抽出が可能な探針磁気変調法が適用され始めた。この手法では、磁化が微弱な磁場で反転する軟磁性体を探針材料に用いて、外部のコイルでセンシング用の交流磁場を照射する。これにより磁気力は交流化され、非磁気力から分離抽出される。しかし、交流磁場の周波数が探針の片持ち梁の機械的共振周波数に制約され、数10～数100kHzと低い。この周波数帯の交流磁場では、磁性体試料のバルクとしての応答が検出されない場合でも、磁区や構成粒レベルでは応答が生じ得るので、半ば磁氣的に侵襲計測となり、磁気像の解釈が困難になる。特にナノサイズの孤立磁性粒子の場合にはこの影響は顕著で、外部磁場の方向に全ての磁性粒子の磁化方向が揃うなど、試料そのものの評価が困難である。研究開発当初は、このような状況であり、磁気力顕微鏡分野ではナノ磁性体の直接観察に適した、より非侵襲な手法の確立が待たれていた。

### 2. 研究の目的

本研究では、磁性探針の磁気共鳴を利用する探針磁化共鳴式の磁気力検出法を開発し、ナノ磁性体に対してより非侵襲性に優れた磁気力顕微鏡法を確立する。また、探針の走査によりナノ磁性体を水平移動させて人工的な粒配置を構築し、配置に依存した磁気相互作用力を実験で解明することを目的とする。具体的な課題は以下である。

- (1) マイクロ波の直接導波によって磁性探針の磁気共鳴を励起するためのマイクロ波伝搬の条件を明らかにする。
- (2) 磁性探針に起因する磁気共鳴の周波数を判別する手法を確立する。
- (3) 磁気共鳴力を用いたナノスケールの磁気イメージングを実現する。
- (4) 磁性ナノ粒子を磁性探針で力学的に操作して配置状態を人工的に構築し、配置状態に依存した磁気的相互作用の分布を明らかにする。

### 3. 研究の方法

まず、初年度から次年度前半の期間に、マイクロ波を金属磁性探針に伝えて磁気共鳴を励起した状態で、探針と試料表面間に作用する磁気共鳴力を検出可能な磁気力顕微鏡(図1)を開発する。磁気共鳴力の検出は、通常の磁気力顕微鏡の磁気力検出よりも信号対ノイズ比がかなり低いいため、各計測段で入念に最適化を図る。マイクロ波の導波では、ネットワークアナライザを用いてインピーダンスの周波数依存を調べ、高周波同軸ケーブルと金属膜コートカンチレバー間の高効率なパワー伝達を実現する。磁性探針の共鳴周波数は、ネットワークアナライザを用いたマイクロ波の反射解析に加え、マイクロ波導波状態の探針振動の共振周波数変化を用いる力学的な計測手法で、探針部分の磁性体の磁気共鳴に起因するピークを確実に判別する。

次年度後半からは、磁気力の共鳴変調検出と磁性ナノ粒子の水平走査方法の構築を行う。磁気共鳴に起因する磁気力の検出は、カンチレバーの共振周波数やマイクロ波導波に伴う熱ノイズを考慮して変調条件(振幅や周波数幅)を比較して、磁気力の検出感度を最大化する。磁性ナノ粒子の力学的操作では、探針への吸着を回避しつつ、ナノ粒子に表面との吸着力を上回る力を及ぼすために必要なカンチレバーのバネ定数や振幅、走査パス等を明らかにする。最終年度では、ナノ粒子の水平操作によって人工的な配置を構築し、粒配置に特有の磁気相互作用のマッピングを行い、本手法の有効性を実証する。

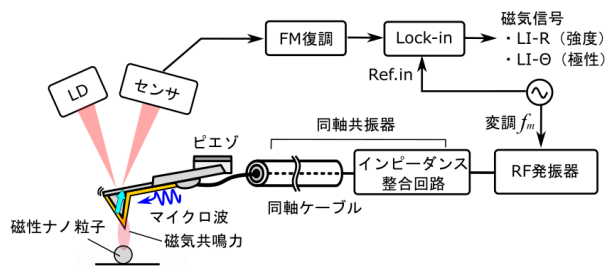


図1 探針磁化の共鳴を利用する低侵襲な磁気力顕微鏡

#### 4. 研究成果

探針磁化共鳴を用いた磁気力顕微鏡の開発とその有効性の実証に関して予定外の項目も含め、以下の研究成果を得た。

##### (1) 磁気共鳴力の検出条件の理論的検討

磁気共鳴力を探針振動から十分な信号ノイズ比で検出するためのマイクロ波の変調条件を明らかにした。本研究では、磁性探針の機械的振動で探針磁化に作用する磁気共鳴力を検出するために、探針に伝搬させるマイクロ波に低い周波数 ( $f_m$ ) の変調を掛ける。これにより生じた磁気力変調に起因するカンチレバーの共振周波数シフトの  $f_m$  成分を検出する (図2)。共鳴磁化強度を上げるためにマイクロ波パワーを上げると熱ドリフトで計測感度が落ちるため、熱影響の少ない変調方式とその諸パラメータを明らかにした。

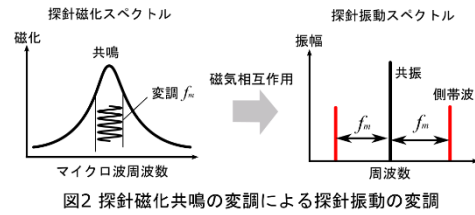


図2 探針磁化共鳴の変調による探針振動の変調

##### (2) 磁性探針の磁気共鳴周波数の力学的判別

磁性探針の部位に起因する磁気共鳴の周波数を割り出す手法を実現した。一般的に、磁性探針は片持ち梁についた探針を磁性膜でコーティングすることで作製される。このとき、片持ち梁に形成された磁性膜もマイクロ波伝搬により不可避免的に不要な磁気共鳴ピークを示すが、局所的な先鋭部位を持つ探針のような形状ではないため、磁気力顕微鏡イメージング時には磁気像の形成には寄与せず、不要なバックグラウンド信号やアーティファクトとなる。今回、ネットワークアナライザによるマイクロ波の透過・反射解析に加えて、カンチレバーの振動応答を解析することで、このスプリアスピークと探針部位に起因する共鳴周波数を判別する手法を考案した。

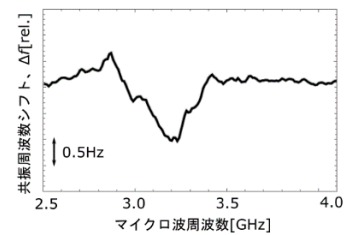


図3 力学的に検出した磁性探針の共鳴スペクトル

##### (3) 探針磁気共鳴を用いた磁気イメージングの実現

変調条件を最適化したマイクロ波導波系を用いて、安定したナノスケールの共鳴磁気イメージングを実現した。探針の共鳴磁化と試料磁場間の相互作用を片持ち梁の共振シフトから検出し、安定したナノスケールの磁区ドメインイメージングを実現した。図4に、本手法を用いて取得したFePt系垂直磁化膜のナノサイズの表面磁区ドメイン像を示す。(b)に示す片持ち梁の共振シフトの変調強度像は、表面の磁区ドメインの磁化強度分布を示す。また、(c)の位相像では、画像が2値であり、各磁区ドメインの磁化の極性 (上向き磁化と下向き磁) を示している。

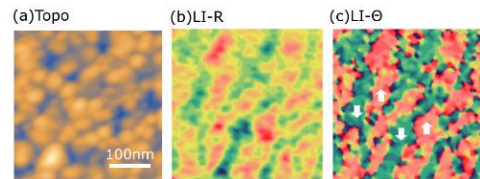


図4 (a)FePt磁性薄膜の表面凹凸像と探針磁化共鳴式磁気力顕微鏡で取得した(b)磁気強度像、(c)磁気極性像。

##### (4) 音叉型水晶振動子の対向励振による高Q値化

音叉型水晶振動子にマイクロ波を導波した状態で高いQ値を維持できる励振法を実現した。音叉を本顕微鏡プローブとして用いるために音叉の梁部に探針を接着し、高周波導波用の細工を施すと、音叉を構成する2本の梁の質量バランスが崩れ、力検出感度に影響を及ぼすQ値が著しく低下する。そこで、図5(a)に示すように励振用のピエゾを対向させた状態で音叉を振動させる手法を考案した。顕微鏡で使用する状態では上下の2つの梁の質量バランスは明らかに崩れているが、図5(b)のシミュレーション結果に示すように、内部応力を補正することで、Q値を大きく回復できることを実証した。回復値は通常の音叉型顕微鏡プローブの値である数1000を超えて予想外にも10,000近くまで達したことも確認できた。今後、より高感度な共鳴磁気力の計測が期待できる成果である。

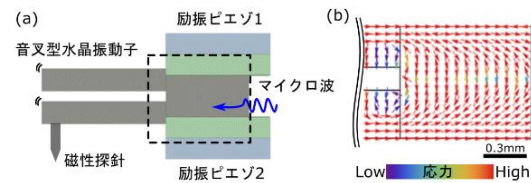


図5 (a)音叉型水晶振動子の対向励振の模式図と(b)Q値回復時の音叉根元での内部応力

##### (5) 磁性ナノ粒子の力学的な水平操作条件の検討

室温大気中のウェットプロセスで作製した磁性ナノ微粒子を水平操作するために必要な力センサの条件を明らかにした。ウェットプロセスで基板に置いたナノ磁性粒は溶媒を十分に揮発させてもなお、基板との吸着力が強いので探針先端の損傷頻度が高く、粒子の水平移動の再現性が非常に低い。また、水平移動前後の表面凹凸像の分解能も著しく下がる。そこで、探針を破損せずに磁性粒の操作が可能にするための、片持ち梁のバネ定数や振動振幅、フィードバック条件を明らかにした。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 4件）

1 . 発表者名 Yukinori Kinoshita
2 . 発表標題 Microwave Magnetic Field Waveguide Antenna for Ferromagnetic Resonance Force Microscopy
3 . 学会等名 27th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM27) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 Yukinori Kinoshita
2 . 発表標題 Development of High AC/DC Magnetic Field Magnetic Force Microscopy for Modulation Detection of Magnetic Interaction
3 . 学会等名 Joint conference of 14th International Conference on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures (ACSIN-14)/26th International colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM26) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 Yukinori Kinoshita
2 . 発表標題 Nano-scale Perpendicular Stray Field Imaging on Recording Bits of Hard Disk Drive Using Force Modulation Magnetic Force Microscopy
3 . 学会等名 Joint conference of 14th International Conference on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures (ACSIN-14)/26th International colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM26) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 Yoshiki Kamo and Yukinori Kinoshita
2 . 発表標題 Improving Q factor of mass unbalanced quartz tuning fork force sensor with dual piezo excitation
3 . 学会等名 29th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (国際学会)
4 . 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------