

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 5 月 23 日現在

機関番号：10101

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21310066

研究課題名（和文） 磁化回転変調法による走査トンネル磁気抵抗効果顕微鏡の開発

研究課題名（英文） Spin-polarized scanning tunneling microscopy operating in operating tip magnetization mode

研究代表者

松山 秀生（MATSUYAMA HIDEO）

北海道大学・大学院理学研究院・准教授

研究者番号：50374187

研究成果の概要（和文）：磁性体表面のスピンの分布を nm の分解能で観察するスピン偏極走査トンネル顕微鏡（SP-STM）は、これまで原子レベルで平坦な単結晶試料の観察に限られていた。そこで、磁気ヘッドを利用したマイクロサイズの磁性探針を開発し、またヘッド駆動時の浮遊容量を介した電流ノイズをキャンセルする制御回路を導入することで、探針磁化変調方式の SP-STM を実現した。これにより、凹凸試料、磁性合金試料でも nm の分解能で、かつスピン情報のみ抽出することに初めて成功した。

研究成果の概要（英文）：In order to obtain a high resolution image routinely even in a rough surface of a ferromagnetic sample with a spin-polarized scanning tunneling microscope (SP-STM) operating in modulating tip magnetization mode, we have developed a SP-STM using a micrometer-sized magnetic tip integrated onto a magnetic recording head of a hard disk drive. The tip apex was formed into a round shape of which diameter is less than one micrometer by a focused ion beam instrument. Driving the recording head with a signal generator to switch the magnetization of the tip apex periodically generates unnecessary artificial current flow into a current-to-voltage (IV) converter through a stray capacitance, which prevents to detect the spin-polarized tunneling current precisely. To reduce the artificial current, we added a home-made circuit into the input of the IV converter which generates a countercurrent against the artificial current. We applied the SP-STM to measure the spin-dependent tunneling current of a ferromagnetic polycrystalline film, and also tried to image both the topography and the spin polarization of an iron thin film deposited on a magnetic recording medium whose local roughness is the order of several nanometers due to the crystal grains of the medium. This is the first spin image of the magnetic thin film having such a rough surface with SP-STM.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	7,800,000	2,340,000	10,140,000
2010 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
2011 年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
総計	10,800,000	3,240,000	14,040,000

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，ナノ材料・ナノバイオサイエンス

キーワード：スピン

## 1. 研究開始当初の背景

近年ハードディスク装置 (HDD)、磁気ランダムアクセスメモリ (MRAM)、スピントランジスタなど磁性体を用いたデバイスの研究が精力的に展開され、記録密度の向上、デバイスの微細化が追及されている。例えば、HDD の記録密度は  $500 \text{ Gb/in}^2$  以上に達し、ナノメータ領域での磁区制御がキーテクノロジーとなっている。この技術の進展を加速するにはナノメータ以下の空間分解能で磁化分布を観察する顕微鏡が不可欠である。また、超微粒子、超薄膜の磁性、様々な磁気相をもつ強相関磁性酸化物などの新奇な磁性の解明にもナノメータ以下の分解能をもつ磁区観察顕微鏡は大きな役割を果たすと期待されている。

スピン偏極走査トンネル顕微鏡 (SP-STM) は Wiesendanger 等が世界で初めて開発した顕微鏡であり、磁性体表面のスピン分布を原子分解能で観察することを可能とする。しかし、スピン信号のみ抽出することはできず、表面状態を利用しているため、これまで原子レベルで平坦な試料のみに適用されてきた。一方、Wulfhekel 等は直径  $2 \text{ mm}$  のリング状磁性箔にコイルを巻いた電磁石を磁性探針として用いた磁化変調方式 SP-STM を開発し、探針磁化を変調しながらトンネル電流をロックイン検出することで試料のスピン方向に依存したスピン信号のみの検出に成功した。しかし、巨大な曲率半径の探針を使用しているため、常時ナノメータの分解能をだすことが困難であることが予想され、またこの手法でも原子レベルで平坦な磁性試料の観察に限られていた。このため、凹凸のある磁性体、合金等にこの手法が適用できるかどうか不明のままであった。特に凹凸のある試料でもスピン像が観察可能であれば、その応用範囲はいっきに広がりを見せると考えられる。またこれまでの SP-STM は試料の結晶性回復のためのアニール等の熱処理を必要としたが、熱処理が困難な試料に対応できなかった。一方、SP-STM はこれまで磁化の一方向成分のみしか同時検出できなかったが、試料の面内 2 成分を同時に検出可能となれば、大きく SP-STM を進展させることが期待できる。

## 2. 研究の目的

スピン信号のみを抽出できる特長を備え、かつこれまで SP-STM では実現できなかった凹凸試料でもナノメータの分解能でスピン像を観察可能な磁化変調方式 SP-STM を開発し、さらには試料表面のスピンを 2 成分を画像化することを本研究の最終的な目標として、これを実現するために以下の 3 項目を目的として設定した。

(1) SP-STM の磁性探針先端の曲率半径を  $1 \mu\text{m}$  以下とし、その先端の磁化を周期的に回転することを可能とする磁性探針を開発する。

(2) 磁化変調法による SP-STM 技術を確立し、凹凸のある磁性体表面のスピン像を観察に適用する。また磁性合金表面のスピン像観察にも適用する。

(3) 磁化回転変調法用磁性探針を開発し、試料表面磁化の 2 成分検出技術を確立する。

## 3. 研究の方法

SP-STM で、ナノメータの分解能、かつ凹凸試料でもスピンの試料面内成分を観察可能とするためには、探針の先端径を  $1 \mu\text{m}$  以下とする必要がある。また、Wulfhekel 等の探針は振動等に敏感なことが予想されるため、より小型の電磁石を使用する必要がある。そこで、HDD で使われている  $\mu\text{m}$  サイズの磁気記録ヘッドを電磁石として利用し、そのポールピース部 (PP) に先端径  $1 \mu\text{m}$  以下の磁性探針を集束イオンビーム (FIB) 加工装置で微細加工することで実現することを計画した。しかし、磁気ヘッドを交流駆動するとき、浮遊容量を介してプリアンプに同周期のノイズ電流が混入するため、微小なスピン信号のロックイン検出を困難にする。これを解決するため、専用のノイズキャンセル制御回路を開発し、付加することで高精度にスピン信号を検出することを可能にした。ここで、磁性探針として磁歪がほぼゼロである Co アモルファス磁性体を使用した。また探針形状の非磁性体に NiFe 薄膜等の強磁性体を蒸着したものを準備した。図 1 に今回開発した SP-STM の概略図を示す。ここでスピン信号はロックインアンプで探針磁化の変調周期と同周期のトンネル電流を検出することで得ることができる。

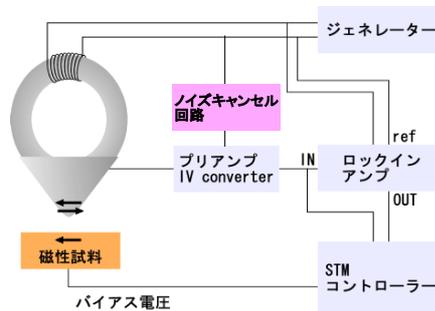


図 1 開発した SP-STM の概略図

スピンの 2 成分を検出するには磁性探針先端の磁化を試料面内で回転する必要がある。これには上記 1 成分検出用に開発した磁気ヘッドを用いた磁性探針の探針部の磁気異方性を変えることで実現することを狙った。検出方向を  $x$ 、 $y$  成分とし、ヘッド磁場の印加

方向を y 方向とする。このとき磁性体の異方向性を x 軸方向から若干 y 軸正の方向へ傾ける。この状況では、磁場が正で十分強ければ先端磁化は y 方向を向き、磁場をゼロにすると磁化は x 軸正の方向の容易軸方向に向く。磁場を次に負の側に大きくすると、磁化は -y 軸方向に向き、さらに磁場を弱くすると、磁化は -x 軸方向の容易軸方向を向くことになり、磁化は回転する。この磁化の回転と同期して、トンネル電流を 2 相ロックインアンプにて検出することで磁化方向の 2 成分を検出することが可能となる。

#### 4. 研究成果

(1) 磁性探針先端の曲率半径を  $1\mu\text{m}$  以下とし、その先端の磁化を周期的に反転することを可能とする磁性探針を開発する。

磁気記録ヘッドは PP 部近傍のみに磁場が印加されるため、磁性探針は数  $\mu\text{m}$  程度の大きさとする必要がある。これに対して記録ヘッドは 1 辺が  $1\text{mm}$  程度の大きさをもつため、常に探針先端の試料へのアプローチを確実にする必要から、記録ヘッドの PP 部の周りの領域は斜めに機械研磨加工した (図 2 参照)。その後、FIB 微細加工装置により Co アモルファス磁性箔から  $\mu\text{m}$  オーダのブロックを取出し、PP 部に固定し、先端が数  $\mu\text{m}$  程度の大きさで平坦な探針形状に微細加工した。その平坦部の磁性評価は  $\mu\text{-MOKE}$  装置で行い、その後さらに FIB 装置で最終的な探針形状に加工した。図 2 に示した SEM 写真から磁性評価するために探針先端部が平坦な形状をしていることが分かる。最終的に探針形状に加工した磁性探針先端部の SEM 写真を図 3 に示す。先端部は曲率半径  $1\mu\text{m}$  以下であることが分かる。

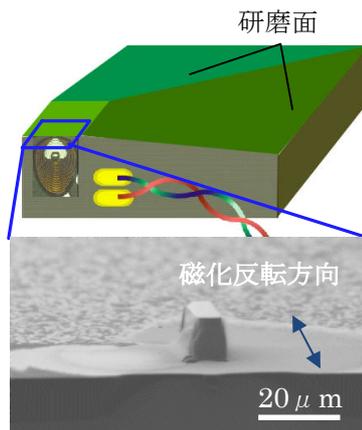


図 2 記録ヘッドの模式図と磁性探針像

図 4 に磁性探針部の Kerr 信号とヘッド電流の時間依存性を示す。振幅  $12\text{mA}$  の正弦波電流をヘッドに流したとき、Kerr 信号は矩形波状となっていることが分かる。これは磁

化が飽和に達し、検出方向に磁化が平行になっていることを示している。次に Kerr 信号の大きさ (最大値と最小値との差) をヘッド電流強度に対してどのように振舞うか調べたものを図 5 に示す。図より、この磁性探針はヘッド電流を  $12\text{mA}$  以上流せば、磁化は飽和していることが分かる。つまりヘッド電流  $12\text{mA}$  以上では、磁化は検出軸方向に向いていると判断できる。

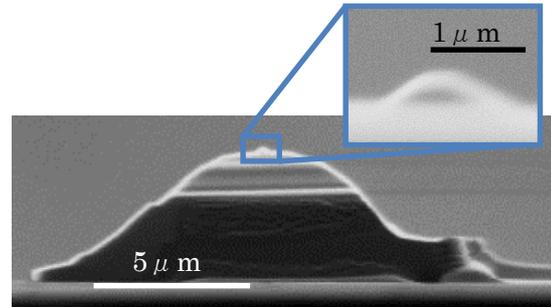


図 3 STM 用磁性探針の側面像と先端像

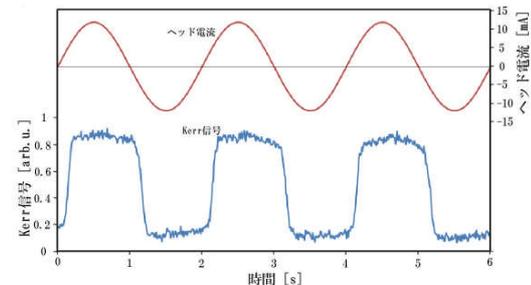


図 4 磁性探針先端部の Kerr 信号のヘッド電流依存性

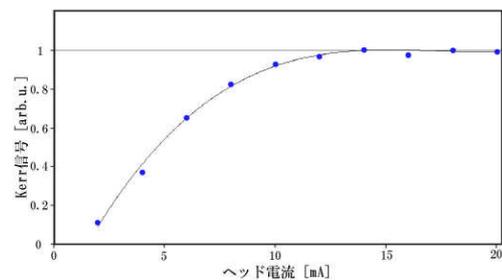


図 5 磁性探針先端部の Kerr 信号のヘッド電流強度依存性

(2) 磁化変調法による SP-STM 技術を確認し、凹凸のある磁性体表面のスピン像を観察に適用する。また磁性合金表面のスピン像観察にも適用する。

図 1 に示した SP-STM の概略図には載せていないが、試料近傍には試料面内 2 方向に磁場を印加できる自作電磁石が装着されている。また STM 実験は  $10^{-11}$  Torr 台の超高真空中で行った。

①NiFe(100 nm)/Si 試料でのスピン依存トンネル電流の試料磁化依存性を図6に示す。バイアス電圧は-1 V、トンネル電流は0.9 nAで実験を行った。この実験を行う直前に試料表面をArイオンスパッタクリーニングを行い、試料表面を清浄化した。ただし、アニール等の処理は行っていない。NiFe膜の保磁力は5 Oe以下である。この試料にスピンの検出方向に±11 Oeの磁場を交互に印加した。11 Oeのとき、試料磁化は磁性探針のスピン検出方向と平行になり、-11 Oeのとき反平行となる。この反転に伴ってスピン情報を示すトンネル電流の交流成分は180°位相を変化するため、ロックインアンプの検出信号は試料磁化の反転に伴って増減する。グラフでは、その差が31 pA<sub>rms</sub>となっていることが分かる。これは0.9 nAのトンネル電流に対して約5%の非対称性となっている。この試料にスピン検出方向と垂直に磁場印加して測定も行った。結果はここには示していないが、スピン信号はほぼゼロになることを確認した。これは探針磁化と試料磁化が垂直となるため、スピン信号が検出されないからである。他のNiFe/Si試料でも同様の結果が得られており、さらに非磁性体試料として酸化したSUS304等の実験も行っており、スピン信号がでないことも確認している。これらの結果から本磁化変調法SP-STMでNiFe磁性薄膜のスピン依存トンネル電流信号を検出できたと判断できる。

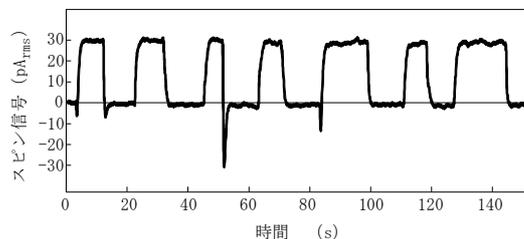


図6 NiFe(100nm)/Si 試料でのスピン信号の試料磁化反転依存性

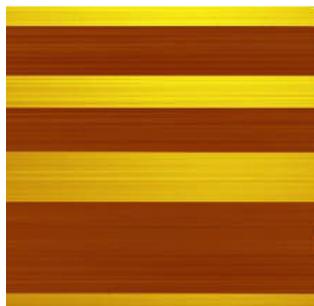


図7 反転磁場を印加時のNiFe(100nm)/Siのスピン像(66×66 nm<sup>2</sup>)

NiFe/Si 試料のスピン像を観察した結果を

図7に示す。像観察中に印加磁場を6回逆転しており、それによる明瞭なコントラストが現れている。これにより、本開発したSP-STMは凹凸のある合金磁性体表面のスピン像を観察することが可能であると判断できる。

②NiFe/Si 試料でのスピン依存トンネル電流のバイアス電圧依存性

上記試料でのスピン信号(トンネル電流の非対称性)のバイアス電圧依存性を調べ、-2 Vで約3%と若干下がるものの-3~1 Vの範囲でδが4~5%の範囲内にあり、バイアス電圧依存性はあまりないことが判明した。

③磁気記録媒体の磁区観察

磁気記録媒体にFeを40 nm蒸着した試料のSP-STM観察を行った。観察直前に試料表面をArイオンスパッタクリーニングを行い、清浄化しており、アニール処理等は行っていない。これは媒体に書き込まれたビットからもれる磁場が蒸着されたFeの磁化を磁場方向へ揃えるので、ビットイメージがFe蒸着膜に転写されることを期待したものである。図8に凹凸像とスピン像を示す。凹凸像では10 nm程度の結晶粒に由来する凹凸が現れており、STMの分解能は2 nm程度に達していると評価できた。スピン像では、ビットに対応したコントラストとなっていないが、凹凸像とは独立なコントラストが現れており、我々はこれをスピン由来のコントラストと判断している。これは観察した場所が記録されていないトラック間になってしまったことによると考えている。磁区分解能は数nmに達している。これより、開発した磁化変調方式SP-STMは10 nm程度の凹凸をもつ磁性体でも数nmの分解能でスピン像を観察できることが分かる。

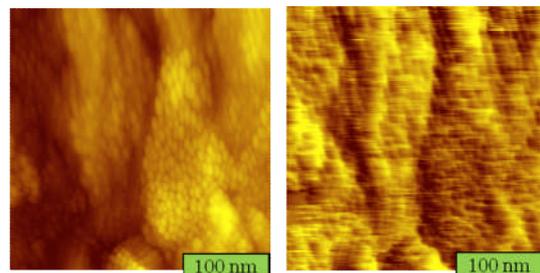


図8 磁気記録媒体にFeを40 nm蒸着した試料の凹凸像(左)と磁区像(右)。

(3) 磁化回転変調法用磁性探針を開発し、試料表面磁化の2成分検出技術の確立

現状、磁性探針先端の磁化の回転を制御できておらず、試料磁化の2成分検出にも成功していない。当初、磁気ヘッドを利用した磁性探針において、磁気異方性を利用して磁

性探針先端の磁化を試料面内で回転させることを計画したが、現状磁化は0~180°の間で回転するのみで、360°回転することに成功していない。このため、2個の電磁石を組み合わせた磁性探針での実験も合わせて進めている。

以上より、当初の目的である(1) SP-STMの磁性探針先端の曲率半径を1 $\mu$ m以下とし、その先端の磁化を周期的に反転することを可能とする磁性探針を開発する、(2) 磁化変調法によるSP-STM技術を確立し、凹凸のある磁性体表面のスピン像を観察に適用する。また磁性合金表面のスピン像観察にも適用することに関しては達成することができた。しかし(3) 磁化回転変調法用磁性探針を開発し、試料表面磁化の2成分検出技術を確立することに関しては達成することができなかった。

## 5. 主な発表論文等

[学会発表] (計7件)

- ①松山秀生 ” 磁化変調方式 SP-STMによる多結晶磁性薄膜のスピン依存トンネル電流のバイアス電圧依存性” 日本物理学会第67回年次大会 2012年3月27日 関西学院大学
- ②松山秀生 ” 磁化3成分の同時測定可能な $\mu$ MOKEの試作” 日本物理学会第67回年次大会 2012年3月24日 関西学院大学
- ③松山秀生 ” 磁化変調法によるスピン偏極STMの開発” 日本物理学会 2011年秋季大会 2011年9月23日 富山大学
- ④松山秀生 ” 磁気記録ヘッドを利用したスピン偏極STM用磁化変調探針の開発” 日本物理学会 2011年秋季大会 2011年9月23日 富山大学
- ⑤松山秀生 ” 磁化3成分の定量観察可能なKerr顕微鏡の開発” 日本物理学会 2011年秋季大会 2011年9月21日 富山大学
- ⑥松山秀生 ” 磁気記録ヘッドを利用したスピン偏極STM用磁性探針の開発” 日本物理学会 2010年秋季大会 2010年9月25日 大阪府立大学
- ⑦松山秀生 ” 磁化変調法によるスピン偏極STMの開発” 日本物理学会 2010年秋季大会 2010年9月25日 大阪府立大学

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

松山 秀生 (MATSUYAMA HIDEO)

北海道大学・大学院理学研究院・准教授

研究者番号：50374187

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし