

## 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6月20日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21360141

研究課題名（和文） 高分解能・ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡の開発と超高密度磁気デバイスの磁化状態解析

研究課題名（英文） Development of vector magnetic field detectable magnetic force microscopy with high resolution and its application to high-density magnetic recording devices

研究代表者

齊藤 準 (SAITO HITOSHI)

秋田大学・工学資源学研究科・教授

研究者番号：00270843

研究成果の概要（和文）：非接触原子間力顕微鏡の一形態である磁気力顕微鏡を用いて、観察試料面に垂直な(A)垂直磁場の勾配と、観察試料面に平行かつ探針走査方向に沿った(B)面内磁場の勾配を同時に計測可能な2次元ベクトル磁場計測手法を確立し、これを具備する空間分解能10nm以下を有する高分解能・ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡を開発した。本顕微手法を超高密度磁気デバイス・磁性材料のナノスケール磁区構造解析に適用し、これら材料の評価に有用であることを示した。

研究成果の概要（英文）：We have newly developed a novel two-dimensional magnetic force microscopy which enables us the simultaneous imaging of the gradients of perpendicular and in-plane magnetic field with high spatial resolution less than 10 nm. The direction of the in-plane magnetic field, which is parallel to the scanning direction, is easily selectable. We have applied this method to analyze the nano-scale magnetic domain structure and demonstrated the effectiveness of this method for various magnetic devices and materials.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	10,300,000	3,090,000	13,390,000
2010年度	3,300,000	990,000	4,290,000
2011年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	14,300,000	4,290,000	18,590,000

研究分野：磁気工学・磁気計測

科研費の分科・細目：電気電子工学・電子・電気材料工学

キーワード：高分解能・ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡の開発と超高密度磁気デバイスの磁化状態解析

## 1. 研究開始当初の背景

飛躍的に増大する情報の記録・再生に用いる、情報ストレージデバイスの大容量化・高性能化のために、磁気ストレージデバイス業界では次世代磁気デバイスの研究開発が盛んになされていた。その要素技術である磁気デバイス材料の研究開発では、高密度化による記録サイズの微細化に伴い、ナノスケール

領域での微細な磁化状態の理解が必要不可欠であることから、高い空間分解能で磁化状態解析が可能な磁気イメージング手法が強く望まれていた。磁気デバイス材料の微細磁区観察には、磁気力顕微鏡 (Magnetic Force Microscope; MFM) が広く使用されていた。

しかしながら、その空間分解能は10nm以上と十分ではなく、微細な磁化状態解析は困

難であり、計測できる磁場方向も磁気力顕微鏡探針の磁化方向と同じ方向に制限されたものであった。

## 2. 研究の目的

本研究では、次世代高性能磁気ストレージデバイスの開発に資する高分解能・ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡（2次元ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡）を開発し、種々の超高密度磁気デバイス用磁性薄膜のナノスケール磁化状態解析を行うことで、ベクトル磁場解析の有用性を実証することを目的とした。

## 3. 研究の方法

本研究では、磁気力顕微鏡において、これまで排除する方向で研究開発が進められてきた、探針の過渡振動を逆に積極的に利用することで開発した2次元ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡手法を、種々の磁性材料・磁気デバイスに適用し、その有用性の実証を試みた。ここで探針の過渡振動は、探針試料間の磁氣的相互作用を反映して見かけ上変化する探針のバネ定数が、探針走査によりステップ的に時間変化することにより発生する。

図1に開発した2次元ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡の模式図を示す。汎用の垂直磁場勾配を計測する位相検出型磁気力顕微鏡に周波数検出器を追加した構成であり、探針の振動周波数の変化を検出することで面内磁場勾配を同時計測する。ここでは、探針を一定周波数で加振した場合であっても、過渡振動が収まるまで、探針振幅がゼロを切る周波数が加振周波数と異なる値にステップ的に変化することを利用している。この周波数変化は面内磁場勾配に対応することは、研究開始前の検討で定式化による理論的証明ができています。[H. Saito *et al*, Journal of Applied Physics, Vol. 103, 2008, 07D921] 実験で得られた10 nm以下の高い空間分解能については、種々の形状の探針におけるシミュレーション結果と一致している。

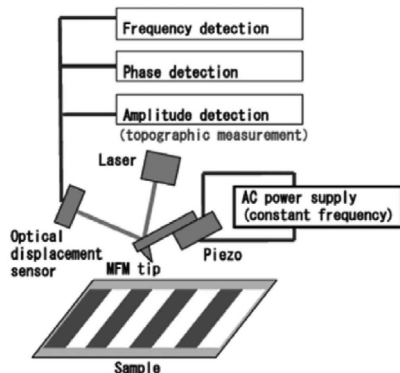


図1 2次元ベクトル磁場検出磁気力顕微鏡の模式図

## 4. 研究成果

### (1) 垂直磁気記録媒体（垂直磁化薄膜）の2次元ベクトル磁場解析

図2に現在主流となった垂直磁気記録方式に用いられる垂直磁気記録媒体の典型的な観察例を示す。[H. Saito *et al*, Journal of Applied Physics, Vol. 103, 2008, 07D921] この観察試料は、試料の磁気モーメ

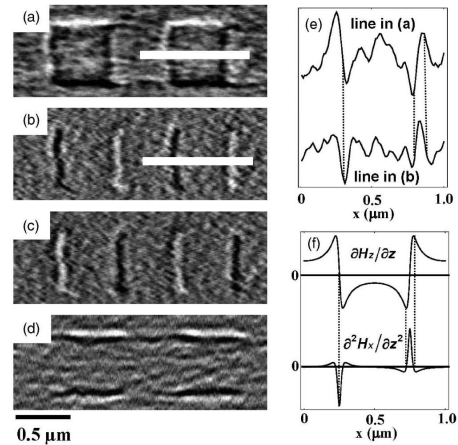


図2 垂直磁気記録媒体における、(a)垂直磁場像、(b)画面左右方向の面内磁場像（探針走査方向：左から右）、(c)画面左右方向の面内磁場像、(d)画面上下方向の面内磁場像（探針走査方向：右から左）、(e)計測した垂直および面内磁場像のラインプロファイル、(f)計算した垂直および面内磁場勾配のラインプロファイル。

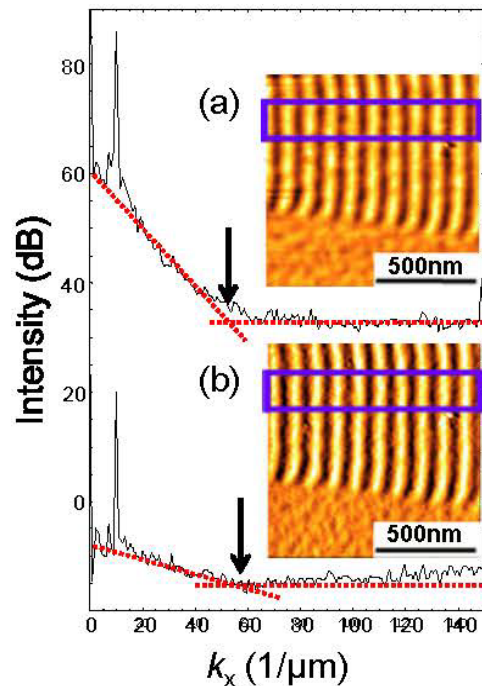


図3 垂直磁気記録媒体における、(a)垂直磁場勾配像、(b)面内磁場勾配像、および記録ビット部の空間スペクトラム。

ントが試料面に垂直な垂直磁化薄膜に分類される。開発した手法により、垂直磁場勾配に加えて、探針走査方向に平行な面内磁場勾配が明瞭に観察されていることがわかる。図(b), (c)に見るように、面内磁場勾配は走査方向を逆転することで逆極性の信号が得られることから、差分演算によりS/N向上が可能である。図(f)に見るように、垂直磁化薄膜においては、磁化反転領域(磁壁)で面内磁場勾配が極値を示す性質があるので、面内磁場勾配計測は、垂直磁気記録媒体開発で重要となる磁化反転領域の解析に有効となる。

さらに計測される面内磁場勾配は垂直磁場勾配より高次の勾配であることにより、空間分解能が垂直磁場勾配と比較して高い。図3に垂直磁場勾配像および面内磁場勾配像の空間スペクトラムより空間分解能を評価した結果を示す。[雑誌論文③]空間分解能は磁気信号強度がノイズと等しくなる最小波長の半値で評価した。この定義での空間分解能は、計測可能な磁気記録ビットの最小幅に対応する。空間分解能は垂直磁場勾配像で10.5 nm、面内磁場勾配像で10 nmであり、いずれの場合も、10 nm以下の高い空間分解能を実現している。なお、磁気力顕微鏡探針には、日東光器(株)と共同開発したFePt系極薄・高保磁力探針を用いた。

図4に垂直磁気記録媒体の磁化の不均一性の評価例を示す。[雑誌論文③]図(b)の面内磁場計測により、1)垂直磁気記録媒体のトラック境界では、記録ビットの湾曲が明瞭に観察でき、2)記録ビット内部では、記録ビットの周期性を反映した発生磁場(図(a)で観察されている記録ビットからの磁場)を取り去った後の媒体磁化の空間的揺らぎを観察・評価が可能であることがわかる。

以上、現行の高密度磁気記録媒体の微細磁化状態解析に対し、本開発手法は有用となることを示した。

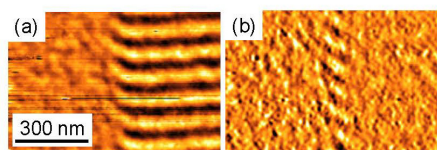


図4 垂直磁気記録媒体の記録ビット境界での、(a)垂直磁場像、(b)面内磁場像(観測方向:画面左右方向)。

## (2) 巨大磁気抵抗薄膜(面内磁化薄膜)の2次元ベクトル磁場解析

図5に、結晶粒界が非磁性相で構成された多結晶の $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ 薄膜における、2次元ベクトル磁場観察結果を示す。[雑誌論文②]この観察試料は、試料の磁気モーメントが試料面に平行な面内磁化薄膜に分類される。本

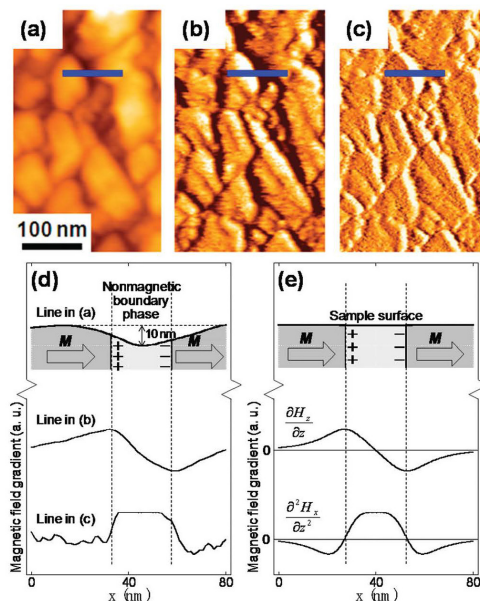


図5  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ 多結晶グラニューラー薄膜における、(a)表面凹凸像、(b)垂直磁場勾配像、(c)画面左右方向の面内磁場像(探針走査方向:左から右)、(d)非磁性粒界に発生する磁極分布の模式図と図(b)、(c)でのラインプロファイル、(e)非磁性粒界に発生する磁極分布から計算される垂直および面内磁場勾配。

試料では、粒界の非磁性相を介して磁性粒子の磁気モーメントの相対角度に依存する巨大磁気抵抗効果が発現しており、粒界の非磁性相は磁気2重層を形成している。図では粒間の電気抵抗が小さくなる、粒界を隔てた磁性粒子の磁気モーメントの粒界に垂直な成分が同じ方向を向いている場合に形成される磁気2重層を示している。この場合、異符号の磁極からなる磁気2重層が形成される。

図に見るように、この磁気2重層が発生する磁場の特徴が、垂直・面内磁場勾配を同時に計測することにより、明瞭に観察されていることがわかる。図には示していないが、同符号の磁極からなる磁気2重層では、垂直・面内磁場勾配のラインプロファイルの特徴がお互いに入れ替わる。この場合、粒間の電気抵抗は大きくなる。

以上より、本計測手法は、非磁性相を介した磁性結晶粒の磁気モーメントの方位分布の解析に有用な手法となる。非磁性粒界が不完全な場合には、粒界で隔てられた磁性粒子が交換結合し、磁気2重層は形成されない。したがって、本計測手法は、磁性粒子間の磁気結合性の評価にも有用な手法となる。さらに面内磁場の検出方向を、ちょうど $90^\circ$ 回転させた面内磁場勾配像を合わせて観察することで、面内磁場の方向を特定することも可能になる。

(3) 探針過渡振動を用いた他の新規磁気イメージング手法の開発

本計測手法のベースとなる、探針の実効的なバネ定数のステップ的時間変化による探針過渡振動を発展させた、探針バネ定数の正弦的連続変化による探針振動の周波数変調現象を利用して、これまで困難であった任意周波数での交流磁場イメージング手法および試料表面近傍での直流磁場イメージング手法を新たに開発した。従来手法では、磁気力は試料表面近傍でのより強い表面力等の近距離力にマスクされて計測が困難であったが、開発した測定手法では、試料表面近傍で磁気力の大きさ並びに方向を計測できる特長を有し、かつ10 nm以下の高い空間分解能が実現できることを示した。[雑誌論文①、④-⑧]

#### 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8件)

① H. Saito, R. Ito, G. Egawa, Z. Li, and S. Yoshimura, Direction detectable static magnetic field imaging by frequency-modulated magnetic force microscopy with an AC magnetic field driven soft magnetic tip, *Journal of Applied Physics*, 査読有, Vol. 109, 2011, 07D334 (3ページ)

② Z. Li, G. Egawa, S. Yoshimura, G. Li, H. Asano, and H. Saito, Simultaneous magnetic force microscopy imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient on La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> granular film with in-plane magnetization, *Journal of Applied Physics*, 査読有, Vol. 109, 2011, 07D334 (3ページ)

③ S. Yoshimura, G. Egawa, T. Miyazawa, Z. Li, H. Saito, J. Bai, and G. Li, MFM analysis of magnetic inhomogeneity in recorded area for perpendicular magnetic recording media by simultaneous imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient, *Journal of Physics: Conference Series*, 査読有, Vol. 266, 2011, 012065 (5ページ)

④ W. Lu, K. Hatakeyama, G. Egawa, S. Yoshimura, and H. Saito, Characterization of Magnetic Field Distribution in a Trailing-Edge Shielded Head by Frequency-Modulated Magnetic Force Micro-

scopy, *IEEE Transactions on Magnetics*, 査読有, Vol. 46, 2010, 1479-1482

⑤ H. Saito, W. Lu, K. Hatakeyama, G. Egawa, and S. Yoshimura, High frequency magnetic field imaging by frequency modulated magnetic force microscopy, *Journal of Applied Physics*, 査読有, Vol. 107, 2010, 09D309 (3ページ)

⑥ W. Lu, Z. Li, K. Hatakeyama, G. Egawa, S. Yoshimura, and H. Saito, High resolution magnetic imaging of perpendicular magnetic recording head using frequency-modulated magnetic force microscopy with a hard magnetic tip, *Applied Physics Letter*, 査読有, Vol. 96, 2010, 143104 (3ページ)

⑦ G. Egawa, S. Yoshimura, T. Miyazawa, G. Q. Li, and H. Saito, High resolution MFM imaging of in-plane magnetic field gradients using transient oscillation for perpendicular magnetic recording media, *Proceedings of International Conference of Materials for Resources*, 査読有, 2009, 345-349

⑧ H. Saito, H. Ikeya, G. Egawa, S. Ishio, and S. Yoshimura, Magnetic force microscopy of alternating magnetic field gradient by frequency modulation of tip oscillation, *Journal of Applied Physics*, 査読有, Vol. 105, 2009, 07D524 (3ページ)

[学会発表] (計12件)

① 安居 慎也、江川 元太、吉村 哲、伊藤 亮、川村 博、齊藤 進、超高真空スパッタリング装置を用いて作製した極薄・高保磁力 FePt探針による磁気記録媒体の高分解能・磁気力顕微鏡観察, 第35回日本磁気学会学術講演会, 2011.9.29, 新潟コンベンションセンター (新潟)

② Z. Li, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito, G. Li, and H. Asano, Simultaneous MFM imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient on La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> granular film with in-plane magnetization, 55th Magnetism and Magnetic Materials, 2010.11.16, Hyatt Regency (Atlanta, USA)

③ H. Saito, R. Ito, G. Egawa, Z. Li, and S. Yoshimura, Direction detectable static magnetic field imaging by fre-

quency modulated magnetic force microscopy with an AC magnetic field driven soft magnetic tip, 55th Magnetism and Magnetic Materials, 2010.11.16, Hyatt Regency (Atlanta, USA)

④Z. Li, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito, G. Li, and H. Asano, Simultaneous MFM imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient on La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> granular film with in-plane magnetization, The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA 2010), 2010.7.15, 仙台国際会議場 (宮城)

⑤G. Egawa, S. Yoshimura, T. Miyazawa, Z. Li, H. Saito, and G. Li, High-resolution magnetic force microscopy by a high-coercivity tip with single-side FePt coating, The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA 2010), 2010.7.15, 仙台国際会議場 (宮城)

⑥S. Yoshimura, G. Egawa, T. Miyazawa, Z. Li, H. Saito, J. Bai, and G. Li, MFM analysis of magnetic inhomogeneity in recorded area for perpendicular magnetic recording media by simultaneous imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient, The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA 2010), 2010.7.16, 仙台国際会議場 (宮城)

⑦吉村哲, 江川元太, 李正华, 齊藤準, 浅野秀文, 李国慶, 2次元ベクトル磁場検出・磁気力顕微鏡を用いた多結晶La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub>薄膜の磁区構造解析, 第57回応用物理学関係連合講演会, 2010.3.18, 東海大学 (神奈川)

⑧齊藤準, 江川元太, 吉村哲, 磁気力顕微鏡を用いた先端計測の試み - ベクトル磁場計測法ならびに交流磁場計測法の開発 -, 第27回スピエレクトロニクス研究会 (スピン計測・評価技術), 2009.12.11, 名古屋大学 (愛知)

⑨G. Egawa, S. Yoshimura, T. Miyazawa, G. Q. Li, and H. Saito, High resolution MFM imaging of in-plane magnetic field gradients using transient oscillation for perpendicular magnetic recording media, International Conference of

Materials for Resources (ICMR 2009), 2009.10.23, 秋田ビューホテル (秋田)

⑩宮澤翼, 江川元太, 石尾俊二, 吉村哲, 齊藤準, 李国慶, 伊藤亮, 片面成膜MFM探針を用いた垂直磁気記録媒体の高空間分解能・2次元ベクトル磁場観察, 第33回日本磁気学会学術講演会, 2009.9.15, 長崎大学 (長崎)

⑪江川元太, 吉村哲, 齊藤準, 李国慶, 加藤史也, 浅野秀文, 垂直・面内磁場の同時検出磁気力顕微鏡を用いた多結晶La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub>薄膜の微細磁区構造解析, 第33回日本磁気学会学術講演会, 2009.9.14, 長崎大学 (長崎)

⑫S. Yoshimura, G. Egawa, F. Kato, H. Asano, and H. Saito, Nano-scale magnetic domain structure observation in La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> poly-crystalline films using magnetic force microscopy, 20th International Colloquium on Magnetic Films and Surfaces, 2009.7.23 (Berlin, Germany)

[産業財産権]

○出願状況 (計2件)

名称: 磁気プロフィール測定装置および磁気プロフィール測定方法  
発明者: 齊藤 準、吉村 哲  
権利者: 秋田大学  
種類: 特許  
番号: 特願 2011-210009  
出願年月日: 23年9月26日  
国内外の別: 国内

名称: 磁気プロフィール測定装置および磁気プロフィール測定方法  
発明者: 齊藤 準、吉村 哲  
権利者: 秋田大学  
種類: 特許  
番号: 特願 2011-210008  
出願年月日: 23年9月26日  
国内外の別: 国内

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

齊藤 準 (SAITO HITOSHI)  
秋田大学・工学資源学研究科・教授  
研究者番号: 00270843

### (2) 研究分担者

なし

### (3) 連携研究者

吉村 哲 (SATORU YOSHIMURA)  
秋田大学・工学資源学研究科・准教授  
研究者番号: 40419429