様　式　C－１９、F－１９－１、Z－１９　（共通）

科学研究費助成事業　　研究成果報告書

令和　元 年　６ 月 １１ 日現在

機関番号：１１４０１
研究種目：若手研究(B)
研究期間：2016～2018
課題番号：１６Ｋ１７４８７

研究課題名（和文）超常磁性探針の磁化伸縮を用いた磁場の定量値ベクトルマッピングとナノ磁化状態解析

研究課題名（英文）Vector mapping of magnetic stray field and analysis of nano-scale magnetic states with magnetic force microscopy utilizing modulation of magnetic moment of surperparamagnetic tip

研究代表者

木下　幸則（Kinoshita, Yukinori）

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）　　3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では磁気力顕微鏡を用いて磁性表面の漏洩磁場の2次元ベクトル成分を定量的に計測する技術を開発した。本技術では、試料磁場を電磁石からの逆極性・同強度の直流磁場で打ち消す「ゼロ位法」を用いる。まず、垂直・面内両方向で相殺用の直流と磁気力検出用の交流の磁場印加が可能な電磁石を開発した。次に、探針材料として、磁化が外部磁場に比例し、ヒステリシス応答のない超常磁性体を採用し探針を垂直・面内の両方向で振動させるマルチモード励振を用いて、垂直・面内の両方向で独立に磁気力検出感度を持たせる新技術を開発した。永久磁石表面で単磁区レベルでの垂直磁場値マップの計測に成功し、ベクトル成分マッピングへの指針を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義
ハードディスク（HDD）等の磁気記録媒体やモーター用の永久磁石では、磁性体の最小構成単位である磁区構造の観察や磁化状態の解析が製品の設計・開発に欠かせない。磁気力顕微鏡（MFM）は、磁性体表面の微小な磁区構造を簡便に可視化できる汎用ツールであるが、観察物理量の定義が困難で、定量計測に難があった。本研究で提案した手法では、数10nmサイズの磁区レベルでの磁場値分布が計測できるため、多くの磁気デバイス製品を極微スケールで微視的に性能評価することが可能である。また、元々空間分解能の高いMFMに、汎用性を損なうことなく定量計測能を付与する本手法は、磁気イメージング分野の進展に寄与すると考えられる。

研究成果の概要（英文）：In this research, I purposed the measurement technique for quantitatively determine the perpendicular and in-plane vector components of magnetic stray fields on surface by using modulation magnetic force microscopy (MFM). In this method, the null method was used; the sample dc stray field were compensated by external dc magnetic field with same amplitude and opposite polarity from the electromagnet. First I developed the electromagnet which is capable of applying dc and ac sensing field in perpendicular and in-plane direction independently under the sample surface. Then by coating the Si cantilever tip with surperparamagnetic material and oscillating the cantilever tip in perpendicular and in-plane resonance modes, simultaneously. Using this method, the vector magnetic field signals were successfully detected and the quantitative perpendicular magnetic field mapping with single magnetic domain resolution was realized.

研究分野：磁気力顕微鏡

キーワード：磁気力顕微鏡　磁場値　ベクトル計測　超常磁性　磁化変調

様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９－１、Ｚ－１９、ＣＫ－１９（共通）

１．研究開始当初の背景

ハードディスク（HDD）に代表される高密度磁気記録媒体や自動車用の高保磁力永久磁石、先進医療用の磁性ナノ粒子などの先端磁性材料分野では、性能向上のために磁性体の最小構成単位である磁区構造の微細化が進んでおり、その磁区サイズはナノメートル領域にまで達している。その一方で、個々のナノ磁性体の磁気特性（磁場値や磁気モーメント）を直接、定量的に計測する事は既存の磁気計測技術では困難であった。

磁気力顕微鏡は磁性体表面の磁区構造観察ツールとして広く利用されており、ナノサイズの磁区構造を容易に観察することが可能である。磁気力顕微鏡は、先鋭な磁性探針と磁性体表面に働く磁気力勾配に比例した量を検出しており、探針の先鋭性を反映した空間分解能を有する特徴を持っている。しかし、計測量は、磁性体表面の磁場値ではなく、磁場勾配に比例している。また、探針と試料間に働く静的な力を検出しているため、磁気力と合わせて表面構造由来の非磁気的な力も同時に検出される。これらの理由により、計測手法としては定量性が無く、磁性体の開発で重要な磁場値の検出も容易ではない。一方で、磁性探針の磁化を周期的に変調する交流検出方式の磁気力顕微鏡もあり、この方式では、探針と表面に働く種々力（ファンデルワールス力や静電気力）の中から、磁気力のみを交流的に分離抽出することが可能である。近年、代表者らのグループでも、この磁気変調法をベースに、HDD や永久磁石、磁性微粒子の表面上の磁場勾配の強度やその極性、ゼロ値の検出等の多機能化を進めてきた。しかしながら、従来の磁気力顕微鏡と同様に、磁性体表面の磁場の定量計測には至っていない状況であった。

２．研究の目的

変調式の磁気力顕微鏡を用いて、磁性体表面の磁場の垂直・水平方向の磁場をベクトル分解し､それらの値を定量的に計測できる磁気力顕微鏡の開発を目指し､以下の 3 点を目的とする。

(1)　磁性体試料表面上の直流漏れ磁場の垂直・水平成分（ベクトル成分）の定量値検出に最適な探針の励振条件（共振周波数、振動振幅)、探針磁化の励磁用の電磁石の諸条件（交流出力強度、変調周波数)、及び磁性探針の磁場応答特性を明らかにする。

(2)　磁気記録媒体表面や永久磁石表面で、直流漏れ磁場のベクトル磁場値の 2 次元マッピングを行い、本手法が垂直・水平方向共にナノスケールの空間分解能を有する事を明らかにする。

(3)　ベクトル磁場値検出・磁気力顕微鏡法を技術的に確立し、本手法が実用先進磁性体材料に対して、ナノ領域での定量的な微細磁化状態解析ツールとして、有用である事を明らかにする。

３．研究の方法

(1)　ゼロ位法を用いた磁場の定量値計測法の開発

本研究では、超常磁性探針を用いたゼロ位法による磁場値の定量計測法を開発する。超常磁性体は、①磁場に磁気モーメントの大きさが比例する、②磁場ゼロでは磁気モーメントがゼロになる（保磁力がないため磁気ヒステリシスがない)、という特徴を有する。本手法では、超常磁性体をコートしたシリコン製探針を共振周波数で振動させた状態で、外部コイルを用いてセンシングのための交流磁場(周波数 f_m)を印可する。探針を試料表面からの漏れ磁場に晒すと、探針の交流磁気モーメントと試料の直流磁場勾配の積で表される交流磁気力により、探針振動は周波数 f_m で変調を受ける。この変調強度から、試料表面の漏れ磁場勾配の分布が可視化可能である。ここで、もしコイルから試料磁場と同じ大きさで逆向きの直流磁場を印加し、試料磁場が相殺されると、探針に印可される直流磁場はトータルでゼロになるため、探針の磁気モーメントの直流成分はゼロになる。結果、磁気力の f_m 成分はゼロになり、この時のコイルの直流磁場の大きさから、試料磁場の大きさとコイルを基準とした向きが計測可能となる（図１)。これを試料表面の 2 次元グリッド上で行うことで磁場値の 2 次元分布の描画が可能となる。

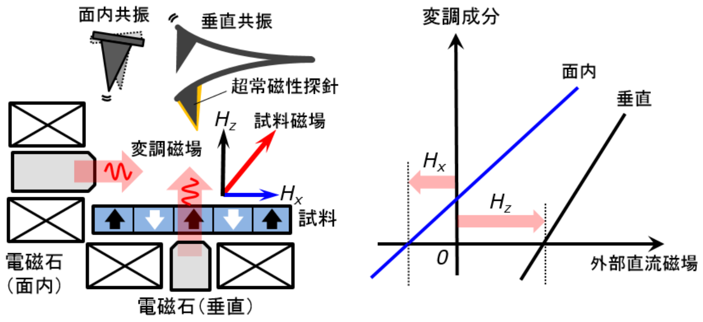

図１：超常磁性探針を用いたゼロ位法による試料磁場の計測原理

(2) マルチモード磁気力顕微鏡の開発

試料磁場の垂直と面内成分に対して個別にゼロ位法を適用するためには、カンチレバーを垂直・面内の 2 方向で独立に力検出能を持たせることが必要である。本研究では、カンチレバーを垂直に振動させる「たわみ」モードと、水平に振動させる「ねじれ」モードで同時に共振振動させるマルチモード励振を適用し、試料表面に垂直な成分とカンチレバーの幅方向に平行な成分の個別検出を実現する。「ねじれ」モードは「たわみ」モードよりも共振周波数が高く、現有の顕微鏡の光てこ変位検出系の周波数帯域を拡大し、垂直・面内振動の同時検出を可能とする。

(3) 面内・垂直方向の 2 軸同時磁場印可型磁気力顕微鏡の開発

磁場値のベクトル成分毎に検出するには、垂直と面内の二方向で直流（相殺用）と交流（センシング用）の磁場を印可可能な電磁石の設計・作製が必要となる。磁場の面内方向は、探針と試料を挟み込む対向磁極型を、垂直方向は、試料下に設置する開放型磁極で磁場を出す設計とする。開放型で出力が不足すると予想される垂直方向は、リターンヨークを付け、両方向で同等出力を得ることを試み、積層鋼鈑を用いた渦電流対策で高い実効値出力と周波数を実現する。また、磁極の水冷により温度変化による探針の位置ドリフトを抑制する。また、探針位置での磁場を方向別に相殺し直流磁場値を決定するためのフィードバック制御をデジタル信号処理ソフトウェアで作製する。

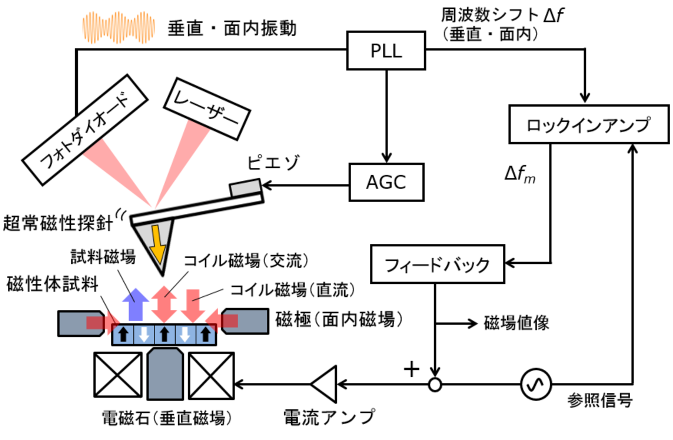

図２：面内・垂直方向の 2 軸同時磁場印加型磁気力顕微鏡のブロック図
（信号フローは垂直磁場検出用）

４．研究成果

(1) 2 軸磁場印可型電磁石の作製

磁気力顕微鏡内に組み込めるサイズで、垂直・面内の両方で直流・交流磁場の印加が可能な 2 軸電磁石を開発した。現有の磁気力顕微鏡は試料ステージ下の石定磐にΦ20㎝程度の穴を空けており、その中に面内磁場を発生させる連結された 2 本の電磁石と垂直磁場印加用の電磁石 1 本を組み込んだ。コイルの巻き数と磁極形状の摺り合わせにより、周波数 100㎐ 程度で現有

のバイポーラー電源を用いて、必要十分な大きさのセンシング用の交流磁場と表面磁場相殺用の直流磁場の同時出力が可能なインピーダンスを実現した。

(2)　マルチモード励振の実現

現有の磁気力顕微鏡の光梃変位検出系の広帯域化し、カンチレバーのたわみモード（共振周波数～数 100kHz）とねじりモード（共振周波数～数 MHz）の両方で励振させ、その変位を検出できるように改良した。マルチモードで励振させた超常磁性探針に、垂直及び面内の直流及び交流磁場（センシング用）を印加した状態で探針振動スペクトルを計測し、探針振動が垂直および面内で変調されていることを確認した。

(3)　ゼロ位法を用いた垂直磁場値の 2 次元マッピング

表面磁場のベクトル成分マッピングに先立ち、永久磁石の磁区構造における垂直磁場の定量値の 2 次元分布を可視化することに成功した。着磁済みの永久磁石を加熱すると、表面の各磁区構造の磁化方向はランダムになり（消磁状態）、永久磁石全体で磁化量がゼロとなる。着磁方向と直交する面では、表面の各磁区の磁化方向は上向きと下向きがランダムに混じる。実験では、FePt 系の垂直磁化永久磁石を超常磁性探針でスキャンしながら、各磁区からの垂直磁場を打ち消すように電磁石で逆向きの垂直磁場を加え、交流の磁気力が最小になる磁場を計測することで、垂直方向の磁場を磁区分解能でマッピングした。結果、数 10nm サイズの微小磁区表面で最大で数 kOe 程度の漏洩磁場の定量値分布を可視化することに成功した。磁場値は磁区構造中心で高く、磁区境界でゼロとなることが分かり（図 3）、理論計算値と同程度の出力分布であることが実計測で明らかになった。水平方向の磁場値検出に関しては、外部交流磁場に起因する探針振動の変調や、水平直流磁場印加による変調強度の変化を振動スペクトルから検出することはできたものの、磁性体表面上でのマッピングの成功には至らなかった。原因としては、垂直検出用の周波数に比べて水平の共振周波数が高く、検出回路のノイズが高いことが考えられる。今後、この点を改善することでマルチ励振モードを用いて垂直・水平方向の磁場値の同時マッピングが可能になると考えれられる。

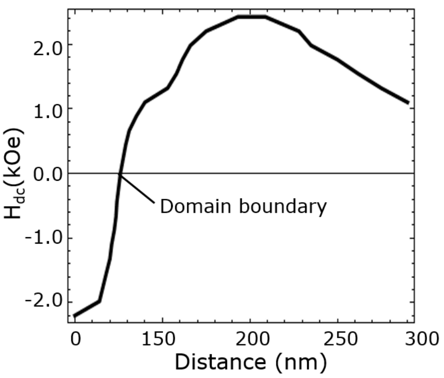

図３：FePt 系垂直磁化磁石の磁区境界近傍での垂直磁場値プロファイル

５．主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計１件）

(1) Yukinori Kinoshita, Yan Jun Li, Satoru Yoshimura, Hitoshi Saito and Yasuhiro Sugawara, Magnetic resonance force microscopy using ferromagnetic resonance of a magnetic tip excited by microwave transmission via a coaxial resonator, Nanotechnology, Vol.28(48), 485709(6pp),2017

〔学会発表〕（計６件）

(1) Yukinori Kinoshita, Nano-scale perpendicular stray field imaging on recording bits of hard disk drive using force modulation magnetic force microscopy, The joint conference of 14th International Conference on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures (ACSIN-14) and 26th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM26), 2018/10/21-25, Sendai/Japan.

(2) Yukinori Kinoshita, Development of high ac/dc magnetic field magnetic force microscopy for modulation detection of magnetic interaction, The joint conference of 14th International Conference on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures (ACSIN-14) and 26th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM26), 2018/10/21-25, Sendai/Miyagi/Japan.

(3) Yukinori Kinoshita, Yan Jun Li, Satoru Yoshimura, Hitoshi Saito and Yasuhiro Sugawara, Magnetic domain imaging with ac modulation magnetic force microscopy using tip ferromagnetic resonance, The 3rd International Symposium on "Recent Trends in the Elucidation and Functional Discovery of Next Generation Functional Materials of Surface/Interface Properties”, 2018/1/18-20, Osaka Univ. Osaka (Invited)

(4) Yukinori Kinoshita, Yan Jun Li, Satoru Yoshimura, Hitoshi Saito, and Yasuhiro Sugawara, Magnetic resonance force microscopy using tip ferromagnetic resonance excited by direct microwave transmission via a coaxial resonator, The 25th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM25) 2017/12/7-9, Atagawa/Shizuoka/Japan

(5) Yukinori Kinoshita, 2D magnetic stray field mapping with force modulation magnetic force microscopy using null method, The 25th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy (ICSPM25) 2017/12/7-9, Atagawa/Shizuoka/Japan

(6) Yukinori Kinoshita, Quantitative stray magnetic field measurement by using force modulation magnetic force microscopy with surperparamagnetic tip, The 2nd International Symposium on “Recent Trends in Analysis Techniques for Functional Materials and Devices” 2017/1/17-19, Osaka Univ. Osaka(Invited)

６．研究組織

(1)研究代表者

研究代表者氏名：木下　幸則

ローマ字氏名：KINOSHITA Yukinori

所属研究機関名：秋田大学・大学院理工学研究科

部局名：システムデザイン工学

職名：講師

研究者番号（8 桁）：10635501