

令和元年6月19日現在

機関番号：13102

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K18981

研究課題名(和文)回折限界を超える高解像度光磁区イメージング法の開発

研究課題名(英文)Optical imaging of magnetic domains beyond the diffraction limit

研究代表者

溝尻 瑞枝(Mizoshiri, Mizue)

長岡技術科学大学・産学融合トップランナー養成センター・特任准教授

研究者番号：70586594

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 5,000,000円

研究成果の概要(和文)：Auナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いたKerr回転角の増大を利用し、高感度・高分解能磁区観察を行った。Auナノ粒子プラズモン光学フィルタは、Au薄膜熱処理によるナノ粒子の自己組織化を用いた方法と、SiO<sub>2</sub>ガラス微小球の自己配列とAu薄膜成膜を利用した疑似Auナノ粒子を用いた方法の2種類で作製した。いずれのフィルタも、波長約570 nmで大きな吸収を有しており、プラズモン共鳴に起因した吸収であると考えられる。これらのフィルタを用いて消磁したNd-Fe-B表面を観察したところ、フィルタなしよりもフィルタ導入した方が感度は向上した。更に、分解能も約500 nmから約200 nmと向上した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

永久磁石において、保磁力は重要な特性パラメータであり、磁氣的微細構造に大きく依存する。しかしながら、保磁力のメカニズムは完全には解明されておらず、磁区顕微鏡を用いた磁壁移動の直接観察は大変重要である。本研究の局在プラズモン共鳴によるKerr回転角の増大を利用した高感度・高分解能磁気イメージングでは、従来の磁気光学Kerr効果顕微鏡において、波長570 nmの光源を用いて観察した時、Auナノ粒子光学プラズモン光学フィルタの導入により高感度化を実現した。分解能も約500 nmから約200 nmへと向上した。本手法は今後、保磁力メカニズムの解明や自動車用新規磁性材料の開発へ応用できると期待できる。

研究成果の概要(英文)：High-contrast imaging of magnetic domains were performed using magnet-optical Kerr effect enhanced by the plasmon filter. Au nanoparticle filters and quasi-Au nanoparticle filters which consists of SiO<sub>2</sub> nanospheres coated with Au thin films were prepared. Both plasmon filters exhibited intense absorption at the wavelength of 570 nm, which were induced by the plasmon resonance. The images of magnetic domains were obtained by setting the Au nanoparticle filter onto a magnet surface using a magneto-optical Kerr effect microscopy. The valued of coefficient of variations of the observation image with the plasmon filter was larger than only substrate. It indicates that the contrast of the observation image was improved. The image observed with the quasi-Au nanoparticle filters also exhibited high contrast. The resolution of the image using the plasmon filters was approximately 200 nm which was improved by comparison of the resolution of the image without filters, approximately 500 nm.

研究分野：微細加工

キーワード：磁区イメージング 磁気光学Kerr効果 光学フィルタ 磁区 局在プラズモン共鳴

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

永久磁石において、保磁力は重要な特性パラメータであり、材料の結晶粒径、結晶粒界の析出物などに大きく依存するため、材料の作製方法に大きく依存する。しかしながら、保磁力のメカニズムは完全には解明されていない。保磁力は、磁場印加時の磁壁の移動のしやすさによって決まるため、磁区顕微鏡を用いた磁壁移動の直接観察は大変重要である。これまでの大気中、非走査型の高速度イメージング法は、磁気光学 Kerr 効果を用いた方法に限られている。磁気光学 Kerr 効果顕微鏡は、スピン方向に依存する Kerr 回転角によって磁区のコントラストが決定される。Kerr 回転角は、磁性材料に依存するため、磁区画像の高コントラスト化は困難である。低コントラストの場合、隣り合う磁区画像の判別が困難になるため、分解能も低下する問題もある。一方で、局在プラズモン共鳴と磁気光学 Kerr 効果を利用することで、Kerr 回転角が増大することが報告されている。そこで本研究では、局在プラズモン共鳴による Kerr 回転角の増大を利用した高解像度磁気イメージングを可能にすることを目的とする。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、回折限界を超える高解像度磁気イメージングを可能にする技術の確立にある。具体的には、磁性材料表面の反射光の変更にスピン方向に依存して回転する磁気光学 Kerr 効果と、光学フィルタが誘起する局在プラズモン共鳴の相互作用を利用し、数 10 nm オーダ空間のスピン方向に依存して増幅される Kerr 回転角から回折限界以下の解像度を実現する。

### 3. 研究の方法

高感度・高分解能磁区観察を実現するため、(1) 高感度磁区観察の原理と Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの作製、(2) Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いた磁区観察の 2 点について取り組んだ。

#### (1) 高感度磁区観察の原理と Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの作製

Au ナノ粒子による局在プラズモン共鳴を利用した Kerr 回転角の増大と、それを用いた高感度観察用光学系を図 1 に示す。Kerr 回転角は、極 Kerr、縦 Kerr 効果において増強され、横 Kerr 効果においては増強されないと考えられる（引用文献①, ②）。そこで、SiO<sub>2</sub> ガラス基板上に多数の Au ナノ粒子を配置した Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを作製し、図 1 (b) に示すように、観察用磁性材料表面に設置した。Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを通して磁気光学 Kerr 顕微鏡の光学系で観察することにより、Kerr 回転角の増大によって高コントラスト化された観察が実現できると期待できる。観察用光源として白色光を用いるが、Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの増強可能な波長のみをフィルタで抽出し、観察に用いた。

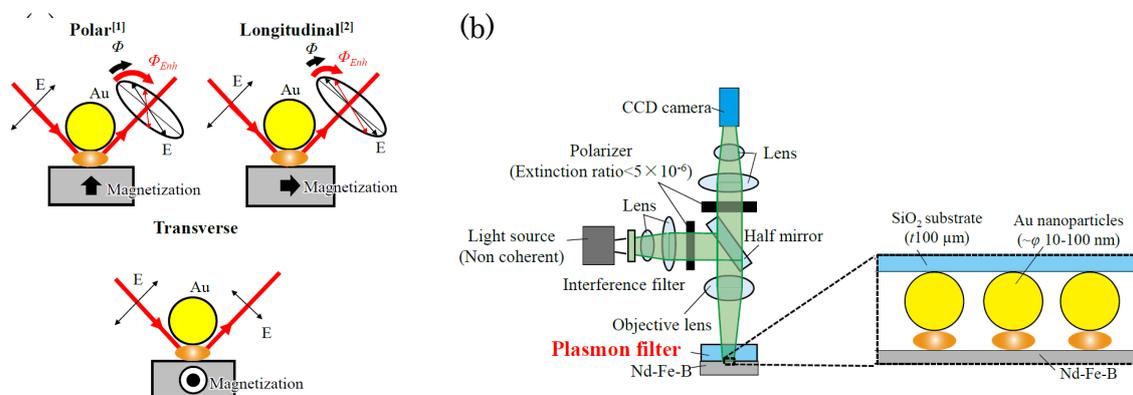


図 1 (a) Au ナノ粒子を用いた Kerr 回転角の増大の原理と (b) それを利用した高感度磁区観察用光学系。

Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタとして、Au ナノ粒子の自己組織化を利用した方法と、SiO<sub>2</sub> ナノ粒子の自己配列と Au 薄膜成膜を利用した方法の 2 種類の方法を用いた。Au ナノ粒子自己組織化を用いた方法では、Au 薄膜を高周波マグネトロンスパッタ法を用いて SiO<sub>2</sub> ガラス基板上に約 10 nm 成膜し、基板を 350°C で加熱することで、自己組織的に Au ナノ粒子を作製する。疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの作製は、単分散の SiO<sub>2</sub> 微小球（直径 200 nm）をディップコートにより自己配列し、その上から Au 薄膜を約 5 nm スパッタ成膜する。SiO<sub>2</sub> ガラス微小球、超純水、両親媒性ブロックコポリマーの重量混合比は 30 : 500 : 1 として、SiO<sub>2</sub> ガラス微小球懸濁液を調製した。

#### (2) Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いた磁区観察

磁区観察は、図 1 (b) の光学系を用いて行う。Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの効果を明らかにするため、観察用磁石の上に SiO<sub>2</sub> ガラス基板のみを設置したものと、Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタ（SiO<sub>2</sub> ガラス基板上に Au ナノ粒子を配置したもの）の 2 種類を比較した。具体的には、輝度値のヒストグラム、輝度値のマッピングを用いて感度・分解能をそれぞれ評価し

た.

<引用文献>

- ① S. Tomita, T. Kato, S. Tsunashima, S. Iwata, M. Fujii, and S. Hayashi, "Magneto-Optical Kerr Effects of Yttrium-Iron Garnet Thin Films Incorporating Gold Nanoparticles", Physical Review Letters, 96 (2006) 167402.
- ② S. M. Hamidi, H. Normohammadi, and M. M. Tehranchi, "Contribution of Au nanoparticles to the longitudinal magneto-optical Kerr effect of Bragg reflector based magneto-plasmonic multilayers", Optics & Laser Technology, 49 (2013) 237-242.

4. 研究成果

(1) Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタの作製

図 2(a)に Au ナノ粒子自己組織化を利用した Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタと, 図 2(b)に SiO<sub>2</sub> ガラス微小球の自己配列と Au 薄膜成膜を利用した疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを示す. 自己組織化を利用した Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタでは, 直径約 10 nm のナノ粒子を SiO<sub>2</sub> バラス基板の上に作製されたが, その粒径のばらつきは大きかった. 一方, 疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタは, 直径 200 nm の SiO<sub>2</sub> ガラス微小球を用いたため, そのばらつきは小さい. しかしながら, 周期は大きくなった. これらのフィルタの吸収特性を評価したところ, 波長約 570 nm において大きな吸収を得た. これは, Au のプラズモン吸収に起因した吸収であると考えられる. そこで, 光源波長を 570 nm とし, この 2 種類の Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いて磁区観察を行い, フィルタの効果を検討した.

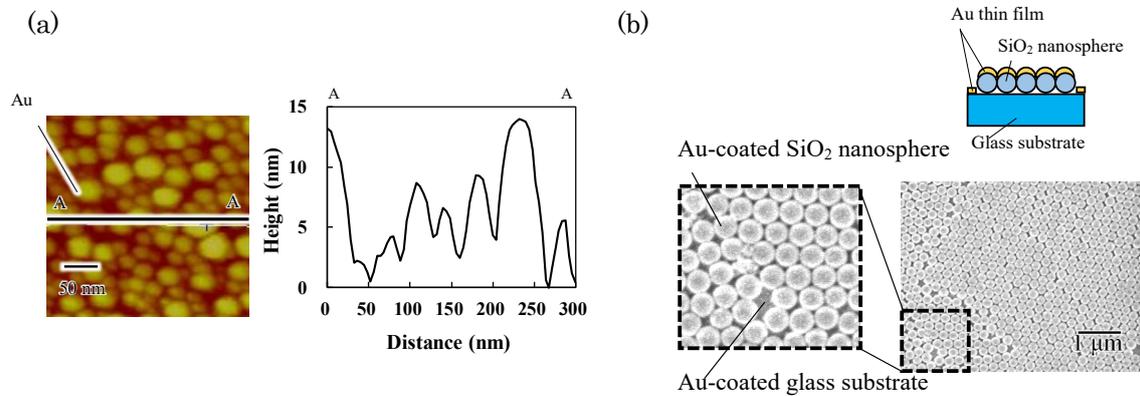


図 2 (a)Au ナノ粒子自己組織化を利用したプラズモン光学フィルタと (b)疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタ

(2) Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いた磁区観察

自己組織化を利用して作製した Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いて消磁, 研磨した Nd-Fe-B 磁石の磁区観察画像を図 4 に示す. フィルタ未導入画像と導入画像を比較したところ, フィルタを導入した方が鮮明な画像が取得できた. これは, Au ナノ粒子プラズモン増強による Kerr 回転角の増大により, コントラストが向上したためであると考えられる. フィルタなしの場合の分解能約 500 nm と比較し, フィルタ導入により分解能は約 200 nm へと向上した. これは, 隣り合う磁区のコントラストが大きくなったためであると考えられる.

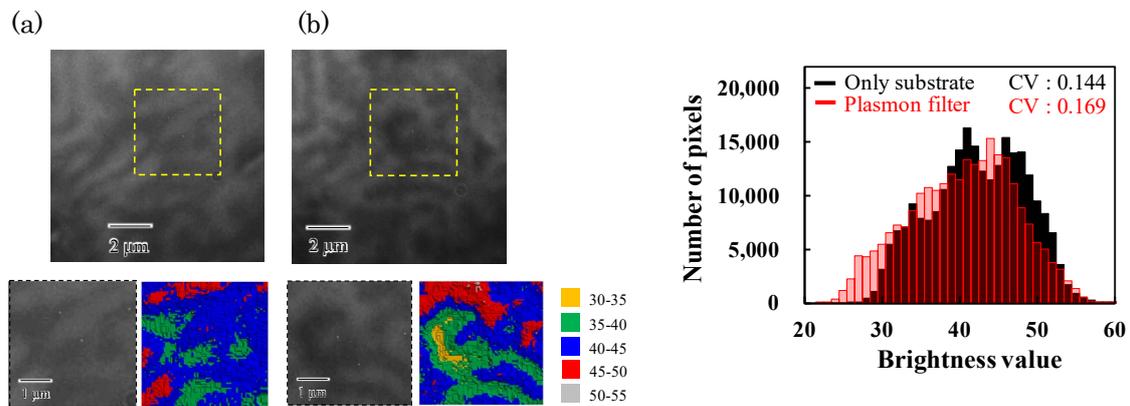


図 4 (a)Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタなしと (b)フィルタありの場合の観察画像

図 5 輝度値分布

フィルタ有無の輝度ヒストグラムを図 5 に示す。輝度ヒストグラムの CV (Coefficient of Variation) を比較すると、フィルタなしとありではそれぞれ 0.144 と 0.169 となり、フィルタ導入により CV 値は向上した。このことは、画像のコントラストが向上したことを示している。

疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いた磁区観察の結果を図 6 に示す。フィルタなしの場合と比較し、導入したことによって分解能は約 200 nm へ向上した。

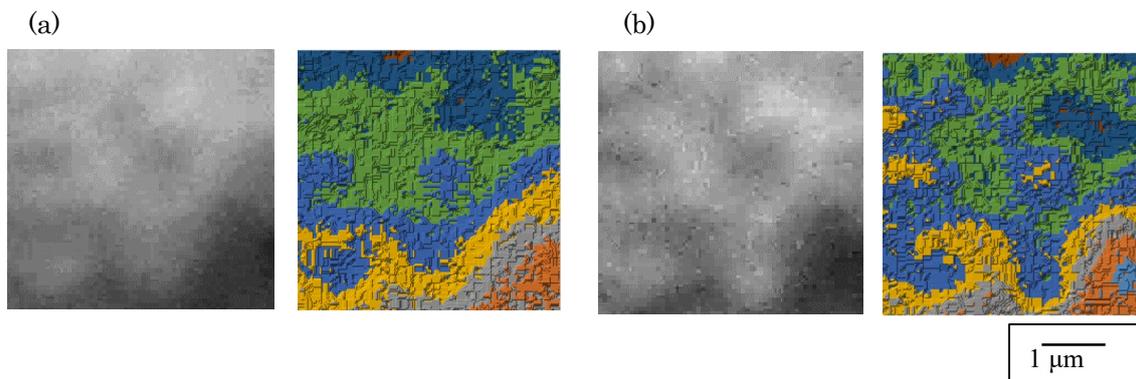


図 6 (a)疑似 Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタなしと (b)フィルタありの場合の観察画像

いずれの Au ナノ粒子プラズモン光学フィルタを用いた場合においても、感度・分解能が向上した。分解能約 200 nm は回折限界以下の分解能であり、これは Au ナノ粒子の局所的な領域における Kerr 回転角増強によってもたらされたものと考えられる。

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 2 件)

- (1) Mizue Mizoshiri, Yuuki Iijima, Seiichi Hata, “Preparation of nonspherical monodisperse polydimethylsiloxane microparticles for self-assembly fabrication of periodic structures”, IEEJ Transaction on Sensors and Micromachines, 139 (2019) 132-136.
- (2) Takumi Hasegawa, Mizue Mizoshiri, Kenta Takagi, Kimihiro Ozaki, “Fabrication of plasmon filters for highly sensitive observation of magnetic domains by magneto-optical Kerr effect”, Proceedings of IEEE International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science 2018, in press.
- (3) Takumi Hasegawa, Mizue Mizoshiri, Kenta Takagi, Kimihiro Ozaki, “High-contrast imaging of magnetic domains by magneto-optical Kerr effect using plasmon filters”, Proceedings of SPIE, 10927, art.no. 1092770, 2019

[学会発表] (計 9 件)

- (1) 長谷川拓己, 溝尻瑞枝, 秦誠一, 高木健太, 尾崎公洋, 「Au ギャップ光学フィルタを用いた磁区観察の高感度化」, 第 78 回応用物理学会秋季学術講演会, 2017 年
- (2) 飯嶋勇樹, 溝尻瑞枝, 秦誠一, 「PDMS 微小パーツの作製と周期構造形成のための自己配列特性評価」, 日本機械学会 2017 年度年次大会, 2017 年
- (3) 飯嶋勇樹, 溝尻瑞枝, 秦誠一, 「PDMS 中空微小パーツ作製と自己配列による二次元周期構造形成」, 第 3 回日本機械学会イノベーション講演会, 2017 年
- (4) 長谷川拓己, 溝尻瑞枝, 秦誠一, 高木健太, 尾崎公洋, 「高感度磁区観察をめざした Au ギャップ光学フィルタの作製」, 第 34 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム, 2017 年
- (5) 飯嶋勇樹, 溝尻瑞枝, 秦誠一, 「PDMS 微小パーツの自己配列による二次元周期構造形成」, 第 8 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2017 年
- (6) Takumi Togashi, Mizue Mizoshiri, Kenta Takagi, Kimihiro Ozaki, “Imaging of magnetic domains by magneto-optical Kerr effect using Au plasmon filters”, The 7<sup>th</sup> International GIGAKU Conference in Nagaoka (IGCN2018), 2018
- (7) 長谷川拓己, 溝尻瑞枝, 高木健太, 尾崎公洋, “プラズモンフィルタを用いた磁気光学 Kerr 効果による高感度磁区観察”, 第 35 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム, 2018 年
- (8) Takumi Hasegawa, Mizue Mizoshiri, Kenta Takagi, Kimihiro Ozaki, “Fabrication of plasmon filters for highly sensitive observation of magnetic domains by magneto-optical Kerr effect”, 29<sup>th</sup> 2018 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science, 2018
- (9) Takumi Hasegawa, Mizue Mizoshiri, Kenta Takagi, Kimihiro Ozaki, “High-contrast

imaging of magnetic domains by magneto-optical Kerr effect using plasmon filters” ,  
Photonics West 2019, 2019

## 6. 研究組織

### (1) 研究協力者

研究協力者氏名：尾崎 公洋

ローマ字氏名：Kimihiro Ozaki

研究協力者氏名：高木 健太

ローマ字氏名：Kenta Takagi

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。