

機関番号：37111  
 研究種目：基盤研究(B)  
 研究期間：2008～2010  
 課題番号：20310063  
 研究課題名（和文） CNT-MFM 探針を用いた微小磁区構造評価法と微弱磁気計測法の開発  
 研究課題名（英文） Evaluation of micro-magnetic domain and small magnetization using CNT-MFM probes  
 研究代表者  
 眞砂 卓史 (MANAGO TAKASHI)  
 福岡大学・理学部・准教授  
 研究者番号：50358058

研究成果の概要（和文）：実験・理論の両面から CNT-MFM 探針の高分解能、低磁氣的擾乱性の起源を調べた。実験的には、コート材料の飽和磁化が大きいほど信号強度が大きくなり、分解能的にも有利であり、コート厚は 6-10 nm が適当であることが分かった。シミュレーションからは、探針全体の直径が 50 nm を超えると、探針長手方向の一樣磁化状態からはずれてくるため、それより小さくすべきであることが分かり、設計指針が得られたとともに実験結果も裏付けている。また、CNT-MFM 探針の場合、ピラミッド型探針に比べ、漏洩磁界が小さく、空間的な減衰が急峻であり、これが低磁氣的擾乱性に寄与していることが分かった。

研究成果の概要（英文）：We investigated the origin of the high resolution and low magnetic disturbance of CNT-MFM probes. Experiment shows that the coat materials with saturation magnetization are better, and the thickness of 6-10 nm is appropriate. The micromagnetic simulations show that the total diameter of the probe should be less than 50 nm. The stray field of the CNT-MFM probes is smaller than the conventional pyramidal probes, which contributes to the low magnetic disturbance.

交付決定額

(金額単位：円)

|        | 直接経費       | 間接経費      | 合計         |
|--------|------------|-----------|------------|
| 2008年度 | 4,900,000  | 1,470,000 | 6,370,000  |
| 2009年度 | 5,500,000  | 1,650,000 | 7,150,000  |
| 2010年度 | 4,200,000  | 1,260,000 | 5,460,000  |
| 年度     |            |           |            |
| 年度     |            |           |            |
| 総計     | 14,600,000 | 4,380,000 | 18,980,000 |

研究分野：複合新領域

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ化学、ナノ材料・バイオサイエンス

キーワード：走査プローブ顕微鏡、計算物理、磁性、超精密計測

#### 1. 研究開始当初の背景

磁気力顕微鏡(MFM: Magnetic Force Microscopy)は原子間力顕微鏡の構成で、磁性探針を用いることにより、磁性体表面の磁区構造を観察する装置である。従来の空間分解能は 50-100 nm であり、近年の磁気ストレージの超高密度化に伴う超微細化された記録エリアの磁気記録状態の評価や、微小磁性体の研究の面から、分解能の向上が望まれていた。また、MFM 観察においては、磁性探

針が形成する磁界が被観察体に及ぼす磁氣的擾乱効果が原理的に避けられず、軟磁性を観察する場合、観察像がひずみ、得られる MFM 像の解釈を困難にしている。したがって、MFM による微小磁区構造像の厳密な評価のためには、高分解能性と低磁氣的擾乱性を併せ持つ磁界計測技術の開発が必要であった。

我々は、2004年に CoFe 蒸着の CNT-MFM 探針(CoFe/CNT-MFM 探針)を開発した。こ

の探針により垂直磁気記録媒体を 10 nm 以下の分解能で評価することに成功した。更に、軟磁性体材料パーマロイの MFM 観察像と磁区構造シミュレーションの結果が良く一致することを示し、CNT-MFM 探針の磁氣的擾乱効果が非常に小さいことを見出した。

磁気デバイスの微細化・集積化が加速されている昨今、さらなる高分解能を目指すための探針設計指針を得ることが求められている。また、磁氣的擾乱効果を定量的に評価できるようにすることが必要である。

## 2. 研究の目的

本研究では、CNT-MFM 探針により得られる MFM 像と理論シミュレーションとの直接的な比較・検討を通じ、完全には解明されていない CNT-MFM 探針の高分解能、低磁氣的擾乱性の起源を解明し、更なる高分解能化を目指す。さらに、磁氣的擾乱効果の定量化等に取り組む。

このため、探針の磁化状態のマイクロマグネティックシミュレーションを用いて、CNT 太さや磁性体コート厚との関係、従来のピラミッド型 MFM 探針との違いなどを検討することにより、CNT-MFM 探針の有利な点を明らかにする。また、観察される磁区構造についてシミュレーションをおこなうことにより、低磁氣的擾乱性の起源について検討する。実験的には、探針に蒸着される磁性体薄膜の飽和磁化や磁気異方性に注目し、様々な探針による磁気記録媒体や軟磁性微小磁性体、MnAs などの特徴的な磁区構造を持った磁性体の磁区構造観察を行い、シミュレーションによる磁区構造と比較する。

このように、実験・理論の両面から、従来型探針と CNT-MFM 探針の相違点を探り、CNT-MFM 探針が持つ高機能性の起源を解明する事により、更なる高機能化への指針を得ることを目的とする。

## 3. 研究の方法

大きく分けて、以下の三つのアプローチで研究を進めた。

### (1) CNT-MFM 探針の磁化状態の物質依存性および磁場中安定性、探針試料間磁氣的相互作用の評価

異なる材料をコートした CNT-MFM 探針を作製し、分解能および磁気擾乱性を評価し、材料特性による探針の変化を実験的に評価した。

### (2) シミュレーションによる探針磁化状態の解析

3次元 Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) 方程式により、探針筒型形状 (CNT-MFM 探針)と四角錐薄膜 (ピラミッド形通常探針)の磁区構造計算を行い、CNT 探針の特徴や、最適な探針を作製するための制御パラ

メータの検討を行った。

### (3) シミュレーション探針-試料間磁氣的相互作用の評価

マイクロマグネティックシミュレーションによりパーマロイ微小構造体の磁化構造を計算し、漏洩磁界から探針が受ける磁気力勾配を求めることで MFM シグナルを計算した。磁化構造を計算する際に探針からの漏洩磁界を考慮することで探針-試料間の磁氣的相互作用(探針による擾乱)を評価した。

## 4. 研究成果

### (1) CNT-MFM 探針の磁化状態の物質依存性および磁場中安定性、探針試料間磁氣的相互作用の評価

一般に MFM 探針は、AFM 用カンチレバーに磁性体薄膜を蒸着して作製される。探針に蒸着された磁性体薄膜の磁化状態は、その材料が持つ飽和磁化、磁気異方性、保磁力等により大きく異なる。そこで、高分解能性能が実証されている CoFe(80:20)、遷移金属合金中最高となる飽和磁気モーメントを持つ CoFe(30:70)、不純物効果による飽和磁気モーメント減少率の大きい Cr を混ぜた CoCr(80:20)を約 10-15 nm の厚さでスパッタ蒸着した CNT-MFM 探針を作製し、比較した。我々はスパッタ前後に走査電子顕微鏡観察を行って CNT の長さや形状を確認することにより、スパッタ条件の適合性を判定し、同時に CNT 上の蒸着膜の膜厚計測を行った。これらの CNT-MFM 探針を用いて垂直磁気記録媒体を観察し、分解能を比較した(図 1)。CoFe(30:70)/CNT-MFM 探針の到達分解能は CoFe(80:20)/CNT-MFM 探針と同等であったが、CoCr(80:20)/CNT-MFM 探針の到達分解能はやや劣った。CoCr は CoFe に比較して磁化が小さく、磁氣的相互作用が弱くなり、分解能が若干劣ったと考えられる。

次に、パーマロイのパターンドサンプルを用いて磁気擾乱性を比較したところ、どの材料でも磁氣的擾乱性は十分に小さかった[図 2(a)]。そこで、磁氣的相互作用の理論計算との比較を目的として、観察時のパラメータを変化させ、磁氣的相互作用の変化を評価した。図 2(b)は様々な探針試料間距離において、パーマロイ磁壁 (180°, 90°) を CoFe(30:70)/CNT-MFM 探針で観察し、距離 20 nm における信号強度を 1 とした時の信号強度比を示す。

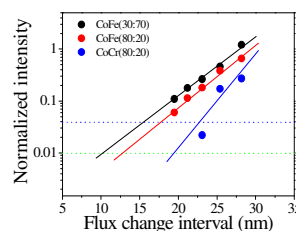


図 1 異なる磁性体コートの CNT-MFM 探針の分解能比較

同様に 3 種類の磁性体をコートした CNT 探針を比較すると、 $M_s$  が大きいほどシグナル強度が強くなる傾向が明瞭に現れた。

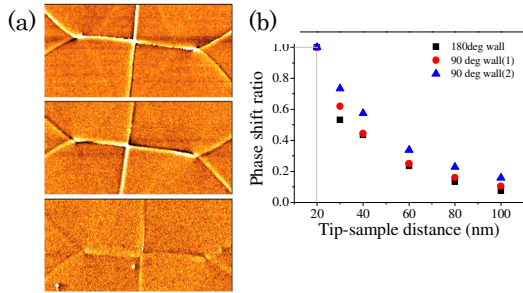


図 2 CNT-MFM 探針の (a) 磁気擾乱性比較。上から CoFe(30:70)、CoFe(80:20)、CoCr(30:70) 探針で測定したパーマロイ (55 nm 厚) 長方形パターン ( $5 \times 10 \mu\text{m}^2$ ) の中央部分。(b) CoFe(30:70)/CNT-MFM 探針の場合の探針試料間距離と信号強度比。

次に、CNT 探針への CoFe(80:20) の蒸着量 (膜厚) を変化させ、同一の探針試料間距離において、垂直記録媒体を観察して到達分解能を調べた (図 3)。磁気相互作用を検出できた最小膜厚は 6 nm であり、蒸着膜厚が薄いほど、分解能が上がる傾向が見られた。膜厚が 12-13 nm を超えると、分解能は上がりにくくなる傾向が見られた。高分解能観察を行うためには、CoFe(80:20) コートの場合、6-10 nm 程度の膜厚が適していると考えられる。

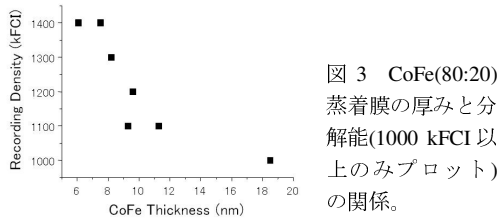


図 3 CoFe(80:20) 蒸着膜の厚みと分解能 (1000 kFCI 以上のみプロット) の関係。

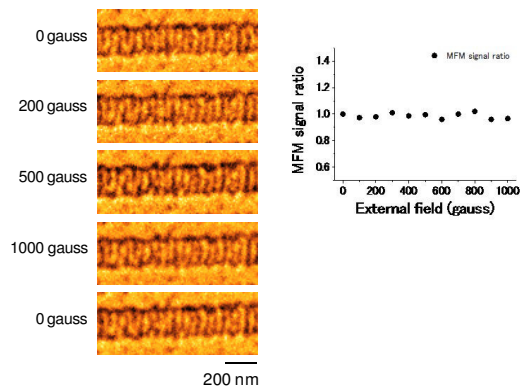


図 4 (a) CoFe(80:20)/CNT-MFM 探針を用いて水平磁場中で観察した MFM 像。探針試料間距離は一定。(b) 印加した外部磁場強度と信号強度比。磁場 0 における信号強度を 1 とする。

続いて、CNT 探針とピラミッド型探針に同じスパッタ条件で CoFe(80:20) 薄膜を作製し、形状が磁化状態に及ぼす効果を調べた。蒸着後、探針を磁化しない状態で垂直磁気記録媒体を観察した。CNT 探針では 6 nm 厚の蒸着膜を作製すれば高い分解能を得ることができた。一方、ピラミッド型探針に CoFe(80:20) を蒸着した場合には、磁気相互作用を検出するのに 10 nm の膜厚、800 kFCI 程度の高分解能を達成するには 25 nm の膜厚が必要であった。この結果から、CNT の形状が磁性体薄膜の磁化状態を揃える効果を持っていると推測される。

更に、探針の磁化状態の安定性を検証するために、探針及び試料に電磁石で水平に磁場をかけながら CoCr(80:20)/CNT-MFM 探針、市販の低モーメント MFM 探針、通常の MFM 探針を用いて MFM 測定を行い、結果を比較した。CNT 探針では 1000 gauss 程度まで分解能及び MFM コントラストが変化しなかったため、外部磁場の影響を受けにくいと考えられる (図 4)。低モーメント探針や通常探針では、水平磁場の強度を増加させると、MFM 像が反転したり、シグナル強度が変化する現象が見られた。

複雑な磁区構造をナノレベルで解析するために、CoFe(80:20)/CNT-MFM 探針で MnAs 薄膜のラダー構造を観察した。市販の通常探針の MFM 像と比較すると、これまで観察できなかった磁壁の詳細な構造を見ることができた。

## (2) シミュレーションによる探針磁化状態の解析

CNT-MFM 探針と通常のピラミッド形探針の磁区構造シミュレーションにより、様々なパラメータの CNT-MFM 探針および通常探針の磁化状態シミュレーションを行い、CNT を用いる特徴・優位性と設計指針を検討した。

図 1 にシミュレーションを行った CNT-MFM 探針形状および磁区構造の断面図を示す。CNT 径 10 nm、コート厚 10 nm の探針では、すべての磁化が探針長手方向に揃っていることが分かった。

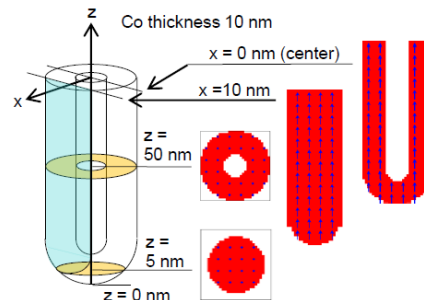


図 5 CNT 径 10 nm、コート厚 10 nm の CNT-MFM 探針のシミュレーションモデルと磁気構造の断面図

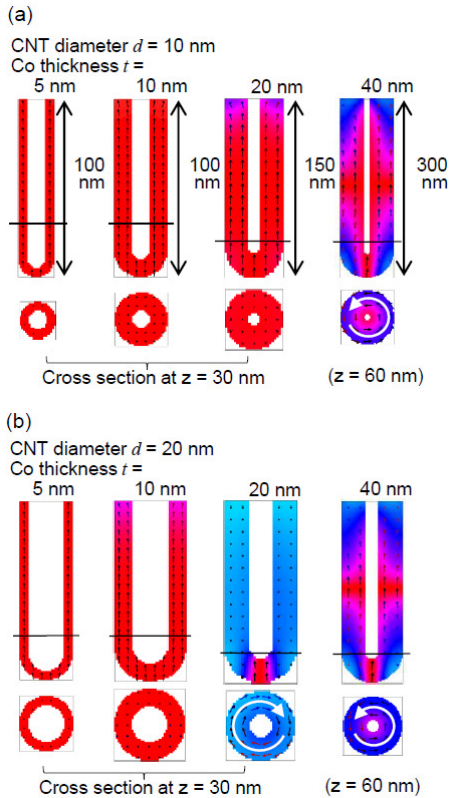


図6 CNT-MFM 探針の磁化状態の CNT 径依存性 (コート厚は 10 nm)  
下図は水平に断面をとったときの上から見た図。

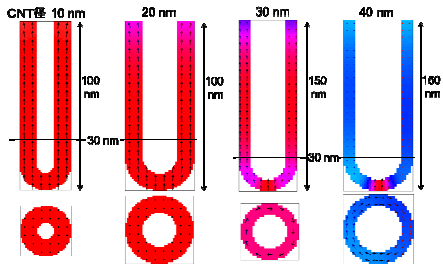


図7 CNT-MFM 探針の磁化状態の CNT 径依存性 (コート厚は 10 nm)  
下図は水平に断面をとったときの上から見た図。

次に CNT 径が 10 nm および 20 nm の場合について、コート厚の膜厚依存性を調べたところ、コート厚が厚くなると磁気モーメントに円周にそったループ状成分が現れ、Vortex のような磁化状態を示す (図 6)。さらに、コート厚を一定として CNT 径を変化させると、CNT 径 20 nm までは長手方向にほぼ一様に磁化されているが、30 nm を超えると、やはり Vortex 状態が現れた (図 7)。

一方、通常ピラミッド型探針では、どのような条件においても常に Vortex 状態が現れた。図 8 は一つの例として、先端角度 17 度、コート厚 10 nm の結果を示す。

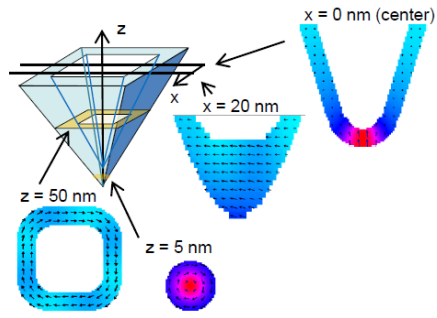


図8 先端角度 17 度、コート厚 10 nm のピラミッド型探針のシミュレーションモデルと磁気構造の断面図

これらの結果から、Vortex 状態が現れるのは中心からの距離に依存しており、Vortex 状態になる臨界距離が存在すると考えられる。ピラミッド形では先端から離れるにつれて必ず臨界距離を超える部分が出てくるため Vortex 状態になるが、CNT では径が一定に維持されるため、全体の直径が 50 nm 以下であれば長手方向にほぼ一様な磁化状態が保たれると考えられ、CNT-MFM 探針の設計指針を得ることができた。

### (3) シミュレーションによる探針-試料間磁氣的相互作用の評価

図 9 に CNT-MFM 探針 (CNT 径: 20 nm、コート厚: 10 nm)、およびピラミッド型 MFM 探針 (先端角: 70°、コート厚: 10 nm) を想定したときの観察試料表面における漏洩磁界の計算結果を示す。試料-探針間距離  $s=15$  nm、磁性膜の飽和磁束密度=10000 G の場合であり、探針の磁化はすべて z 方向 (探針の長手方向) に向いているとしている。CNT-MFM 探針の場合、漏洩磁界が小さいことに加え、空間的な減衰が急峻であることがわかる。

パーマロイ微小構造体 (飽和磁束密度: 12000 G、交換定数:  $1.0 \times 10^{-6}$  erg/cm、磁気異方性なし) を  $128 \times 128 \times 8$  (セル長: 7 nm<sup>3</sup>) の 3 次元セルに分割し共役勾配法によるエネルギー最小化により磁化構造を求めた。このときの膜厚は 56 nm である。図 10 に膜表面の磁化構造を示す。矢印は各計算セルの磁化方向 (3x3 毎) を示している。実験同様に還流磁区構造をとっている。この膜厚における 90° 磁壁は対称ネール構造であった。

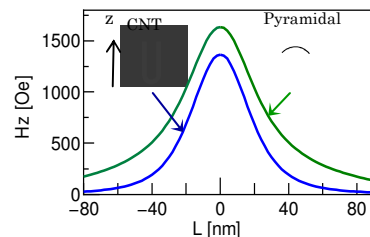


図9 CNT およびピラミッド型 MFM 探針からの浮遊磁界の計算結果

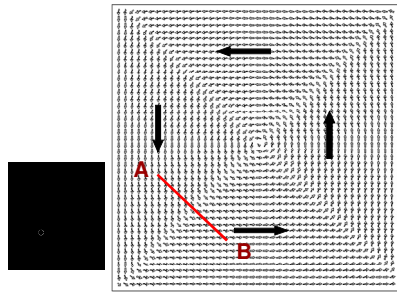


図 10 パーマロイ微小構造体の磁化構造

次に、パーマロイ上に探針を想定し( $s=15$  nm)、探針の位置を変えながら磁化構造を計算することで探針からの浮遊磁界の影響を考慮した MFM シグナルを求めた。図 11 (a) は CNT-MFM 探針の飽和磁束密度が 10000 G と 20000 G の場合の MFM シグナルのスキャン方向依存性である。擾乱効果(磁氣的相互作用)の比較のため縦軸は探針の飽和磁束密度で規格化しており、擾乱がない場合も併せて示している。高分解能 CNT-MFM 探針にコートされている  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_{20}$  の飽和磁束密度は 18000 G である。擾乱がない場合は磁壁の対称性を反映して対称な MFM シグナルとなっている。磁氣的相互作用を考慮した場合、吸引力によるシグナルのレベルシフトがみられ、探針磁化の増加とともにピーク位置のシフトおよびシグナルの非対称性が大きくなっている。特に、20000 G の場合、スキャン方向の違いによる顕著なヒステリシスが磁壁の右側にみられる。これは探針-試料間の相互作用が吸引力を強めるのに対し、反発力を弱めるためである。図 11 (b) は探針の磁化方向が  $-z$  の場合の MFM シグナル(飽和磁束密度: 10000 G、スキャン方向:  $A \rightarrow B$ ) であり、この場合も相互作用は吸引力として働くため、 $+z$  の場合と左右対称な形になっている。図 12 (a) は MFM シグナルの飽和磁束密度依存性である。磁束密度が大きくなると探針の吸引力により磁壁が引きずられシグナルが幅広くなっている。また(b)は飽和磁束密度: 30000 G の時の磁化状態であるが、Vortex のような構造が生じている。図 13 は MFM シグナルのコントラストおよびシグナル幅の飽和磁束密度依存性である。図より磁束密度が

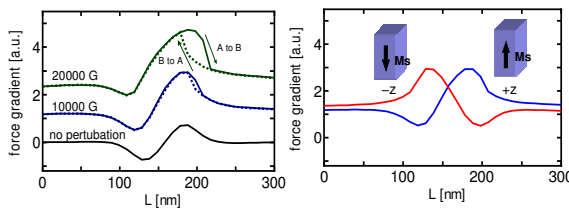


図 11 MFM シグナルの(a)スキャン方向依存性および(b)探針の磁化方向依存性

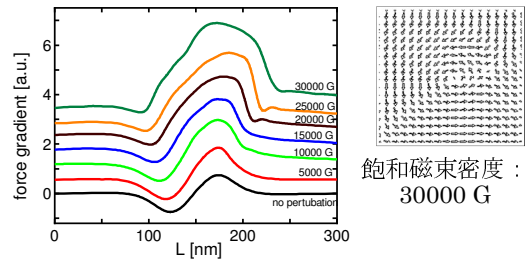


図 12 (a) MFM シグナルの探針飽和磁束密度依存性および(b)パーマロイの磁化状態

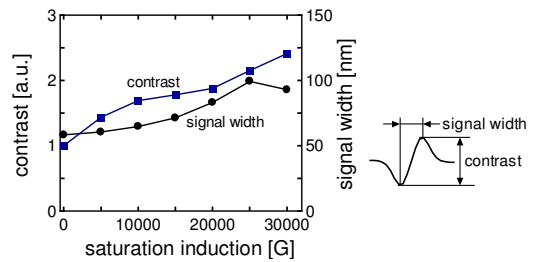


図 13 MFM シグナルのコントラストおよびシグナル幅の探針飽和磁束密度依存性

20000 G を越えるとコントラストの増加が大きくなっている。また、15000 G より小さい場合はピーク位置のシフトおよびシグナル幅の変化はほとんどみられず、擾乱の影響は小さいといえる。

膜厚 112 nm (セル数  $128 \times 128 \times 16$ 、セル長:  $7 \text{ nm}^3$ ) の場合についても同様に探針-試料間相互作用について調べた。この膜厚の場合、 $90^\circ$  磁壁は磁壁中央部の磁化がわずかに  $+z$  方向に傾いており、非対称ネール構造となっている。図 14 に MFM シグナルの探針(飽和磁束密度: 10000 G) の磁化方向依存性を示す。右図に示すように  $+z$  の場合は探針の磁化と磁壁の磁化の  $z$  成分が同じ向きであり、 $z$  成分が増加しているのに対し、 $-z$  の場合は抑制されているのがわかる。このため非対称ネール磁壁の場合、磁化の  $z$  方向成分と探針磁化方向によって MFM シグナルに差が生じることがわかった。

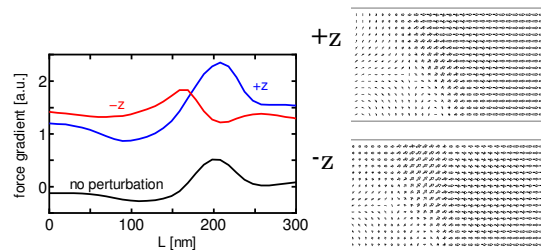


図 14 非対称  $90^\circ$  ネール磁壁の MFM シグナルの探針磁化方向依存性

## 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1件)

- 1) T. Manago, H. Akinaga, "Ladder-type Magnetic Structures in MnAs Epitaxial Films - Measurements and Micromagnetic Simulations", J. Appl. Phys., 104, 093901(1-6) (2008). (査読有)

〔学会発表〕(計15件)

- 1) 眞砂卓史, 浅田裕法, 倉持宏実, 高野史好, "CNT-MFM 探針磁区構造における Vortex 状態の発現", 第58回応用物理学関係連合講演会, 神奈川工科大学(厚木), 2011/3/25
- 2) H. Asada, H. Kubo, A. S. Harzina, T. Manago, H. Kuramochi, F. Takano, H. Akinaga, "Micromagnetic Study on the Perturbative Effect of CNT-MFM Probe on Soft Magnetic Materials", The 55th Annual Conference on Magnetism & Magnetic Materials, Atlanta, USA, 2010/11/16
- 3) 眞砂卓史, 浅田裕法, 倉持宏実, 高野史好, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針および通常 MFM 探針の磁場中安定性", 第34回日本磁気学会学術講演会, つくば国際会議場(茨城), 2010/9/7
- 4) A.S. Harzina, 久保英則, 浅田裕法, 眞砂卓史, 倉持宏実, 高野史好, 秋永広幸, "MFM シグナルに対する CNT-MFM 探針漏洩磁界の影響の検討", 第34回日本磁気学会学術講演会, つくば国際会議場(茨城), 2010/9/7
- 5) 倉持宏実, "微細加工と化学反応を利用したボトムアップ技術の確立", 九州大学先端化学物質研究所公開講演会, 九州大学(福岡), 2010/8/17
- 6) 眞砂卓史, 倉持宏実, 高野史好, 浅田裕法, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針および通常 MFM 探針の磁化状態シミュレーション", 春季第57回応用物理学学会学術講演会, 東海大(神奈川), 2010/3/18
- 7) 久保英則, A.S. Harzina, 浅田裕法, 眞砂卓史, 倉持宏実, 高野史好, 秋永広幸, "MFM 探針—試料間相互作用のシミュレーションによる検討", 春季第57回応用物理学学会学術講演会, 東海大(神奈川), 2010/3/18
- 8) 倉持宏実, 眞砂卓史, 浅田裕法, 高野史好, 中山知信, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針用磁性コート材料の検討", 春季第57回応用物理学学会学術講演会, 東海大(神奈川), 2010/3/18
- 9) 鹿子木竜児, 眞砂卓史, 磁気力顕微鏡用探針のシミュレーションによる物性パラメータ検討, 第6回先進材料研究所シンポジウム, 山口東京理科大学(山口), 2010/3/10
- 10) 浅田裕法, 久保英則, 倉持宏実, 眞砂卓史, 高野史好, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針を用いた磁区観察のマイクロマグネテ

ティックシミュレーションによる検討", 第33回日本磁気学会学術講演会, 長崎大(長崎), 2009/9/14

- 11) 眞砂卓史, 倉持宏実, 高野史好, 浅田裕法, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針の磁化状態シミュレーションによる物性パラメータ検討", 秋期第70回応用物理学学会学術講演会, 富山大(富山), 2009/9/10
- 12) 久保英則, A.S. Harzina, 浅田裕法, 眞砂卓史, 倉持宏実, 高野史好, 秋永広幸, "マイクロマグネティックシミュレーションを用いた MFM シグナルの試料-探針間距離依存性の検討", 秋期第70回応用物理学学会学術講演会, 富山大(富山), 2009/9/10
- 13) 倉持宏実, 高野史好, 眞砂卓史, 浅田裕法, 中山知信, 秋永広幸, "CNT-MFM 探針の高機能性の起源解明に向けて ~実験とシミュレーションの比較~, 春季第56回応用物理学学会学術講演会, 筑波大(茨城), 2009/4/2
- 14) 榎重崇史, 眞砂卓史, "磁気力顕微鏡における CNT-MFM 探針の磁化状態の検討", 第5回先進材料研究所シンポジウム, 山口東京理科大学(山口), 2009/3/9
- 15) 眞砂卓史, "MnAs エピタキシャル薄膜における梯子状磁区構造の磁気パラメータ依存性", 秋期第69回応用物理学学会学術講演会, 中部大学(愛知), 2008/9/2

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

(H20-H21 年度)

倉持 宏実 (KURAMOCHI HIROMI)

物質材料研究機構・NIMS ポスドク研究員

研究者番号: 20469761

(H22 年度) (H20-H21 年度は研究分担者)

眞砂 卓史 (MANAGO TAKASHI)

福岡大学・理学部・准教授

研究者番号: 50358058

### (2) 研究分担者

高野 史好 (TAKANO FUMIYOSHI)

産業技術総合研究所・研究員

研究者番号: 50392626

浅田 裕法 (ASADA HIRONORI)

山口大学・大学院理工学研究科・准教授

研究者番号: 70201887

### (3) 連携研究者

該当なし