

令和 6 年 6 月 27 日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01357

研究課題名（和文）高感度・超常磁性探針による超広帯域磁気イメージング法の開発とソフト磁性材料評価

研究課題名（英文）Development of ultra-wideband magnetic imaging method using sensitive superparamagnetic tip and its application to evaluate soft magnetic materials

研究代表者

齊藤 準 (Saito, Hitoshi)

秋田大学・理工学研究科・教授

研究者番号：00270843

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 15,990,000円

研究成果の概要（和文）：ソフト磁性材料はエネルギー用途向けの電動機や変圧器用の磁心等から、磁気デバイス用途向けの高密度磁気ストレージや高感度センサー等まで幅広く使用されている、その研究開発に資する、10nm以下の高い空間分解能と、直流から数10 GHzまでの広い周波数帯域を合わせもつ、超広帯域磁気イメージング法を、研究代表者の独自技術である、交番磁気力顕微鏡と高磁化・超常磁性探針を用いて開発した。

本手法を用いることで、ソフト磁性材料の磁区構造や、交流磁場印加により起こる磁壁移動や磁化回転による磁化過程の微視的観察が可能になる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

学術的意義は、従来は皆無であった、高い空間分解能と時間分解能を合わせ持ち、かつソフト磁性材料の実際の使用形態に近い状態で観察可能な汎用性に優れる磁気イメージング手法を開発したことである。

社会的意義は、エネルギー分野から磁気デバイス分野まで広い領域で多量に使用され莫大な電力を消費しているソフト磁性材料に対して、その高性能化と省エネ化を進めるうえで有用となる、磁区構造や磁化過程の微視的観察手法を開発したことである。

研究成果の概要（英文）：Soft magnetic materials are widely used in a wide range of applications, from magnetic cores for electric motors and transformers for energy applications to high-density magnetic storage and high-sensitivity sensors for magnetic device applications. To contribute to research and development of these materials, we have developed an ultra-wideband magnetic imaging method that combines a high spatial resolution of less than 10 nm and a wide frequency band from direct current to several tens of GHz, using the principal investigator's proprietary technology of an alternating magnetic force microscopy and a high magnetization superparamagnetic tip. Using this method, it becomes possible to microscopically image the magnetic domain structure of soft magnetic materials and the magnetization process caused by domain wall motion and magnetization rotation caused by the application of an alternating magnetic field.

研究分野：磁気工学

キーワード：交番磁気力顕微鏡 超常磁性探針 ソフト磁性材料 磁区構造 磁壁移動 磁化回転

## 様式 C-19、F-19-1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

(1) ソフト磁性材料は、エネルギー用途向けの電動機や変圧器用の磁心等から、磁気デバイス用途向けの高密度磁気ストレージや高感度センサー等まで幅広く使用されており、全電力消費に占める割合が増加していることから、その高性能化と省エネ化は永続的な重要課題である。

(2) ソフト磁性材料の高性能化には、その磁気特性と磁区構造・磁化過程との相関を微視的スケールで解明し、研究開発にフィードバックすることが極めて有用となるが、高い空間分解能と時間分解能を合わせ持ち、かつソフト磁性材料の実際の使用形態に近い状態で観察可能な汎用性に優れる磁気イメージング手法は皆無であった。

### 2. 研究の目的

(1) 10 nm以下の高い空間分解能と直流から数10 GHzまでの広い周波数帯域を合わせもつ超広帯域磁気イメージング法を、研究代表者の独自技術である、交番磁気力顕微鏡と高磁化・超常磁性探針を用いて開発する。

(2) 開発した超広帯域磁気イメージング法を、様々なソフト磁性材料に適用し、その有用性を実証する。

### 3. 研究の方法

研究代表者がこれまで開発した独自技術である、(A)交番磁気力顕微鏡、(B)高磁化・超常磁性探針、を用いる。

(A)の交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)は、磁性探針に探針の共振周波数より低い 100 Hz 程度の非共振周波数の交番磁気力を印加した場合に発生する、探針振動の周波数変調現象を利用して、周波数復調した探針振動信号をロックイン検出することで、従来の磁気力顕微鏡(MFM)では困難であった試料表面近傍での磁気力の単独検出を可能にしたものであり、大気中においても 10 nm 以下の高い空間分解能が得られる特徴がある。

(B)の高磁化・超常磁性探針は、ナノサイズの Co 微粒子が非磁性 Gd 酸化物を粒界相として最大 44%程度の体積分率で磁氣的に孤立して存在する CoGdO<sub>x</sub> 系グラニューラ合金薄膜を Si 探針母材に成膜して作製するものである。Co ナノ粒子の体積分率を大幅に高めたことにより、磁化は 3 kOe 以上の磁場印加で強磁性 Ni より大きくなり、世界最高水準の高磁化を実現している。

これまで使用されてきた強磁性探針では実現できない磁気特性として、a) 磁化が磁場を印加することにより磁場方向に発生し、残留磁化がゼロで、磁化が磁場により可逆的に変化し磁気ヒステリシスがなく、磁気飽和もない、b) 磁化値が印加磁場にほぼ比例する、c) マイクロ波帯まで磁化の磁場応答が可能、d) 周波数の異なる磁場成分に対しても、磁化の磁場応答において重ね合わせが成り立つ、を併せ持つ。

#### (1) 磁壁構造の高分解能イメージング法の開発とその応用

試料面に垂直方向の交流磁場を、試料および超常磁性探針に印加して、試料の磁壁が静止した状態で、磁壁から発生する直流磁場を、交流励磁された超常磁性探針を用いてイメージングする。ここでは、(B)の高磁化・超常磁性探針における、a)の特徴を利用して、超常磁性探針から発生する直流磁場を極限まで小さくすることで、探針からの漏洩磁場による磁壁構造の乱れを抑制できる。

#### (2) 磁壁移動イメージング法の開発とその応用

試料面に垂直方向から磁場方向を僅かに傾けた交流磁場を、試料および超常磁性探針に印加して、試料の磁壁を周期的に移動させ、磁壁が超常磁性探針の下を通過したときに発生する交流磁場を、交流励磁された超常磁性探針を用いてイメージングする。ここでは、項目(1)と同様に、(B)の高磁化・超常磁性探針における、a)の特徴を利用して、直流磁場を極限まで小さくすることで、探針からの漏洩磁場による磁壁移動の乱れを抑制できる。

#### (3) 磁化回転過程における局所磁化率イメージング法の開発とその応用

以下では、ソフト磁性薄膜が用いられている磁気記録ヘッドについて、研究の方法を述べる。磁気記録ヘッドでは交流電流を流して交流磁場を発生させる。高い周波数の磁場を発生させるために、磁場の発生には磁化回転過程が用いられる。磁気記録ヘッドに振幅変調電流を流して振幅変調磁場を発生させる。ここでヘッド電流のキャリア周波数は磁気ヘッドの動作周波数であるGHz程度までとするが、ヘッド電流の振幅変調周波数は100 Hz程度とする。この振幅変調磁場を、超常磁性探針を用いてイメージングする。そして試料の交流磁場発生性能に係わる局所磁化率を評価する。ここでは、(B)の高磁化・超常磁性探針における、d)の特徴を利用して、探針において、磁場と探針磁化間の磁氣的相互作用により発生する周波数ミキシング効果を用いて交番

磁気力を発生させることで、キャリア周波数の高い交流磁場をイメージングしている。

#### (4) 強磁性共鳴イメージング法の開発とその応用

試料に振幅変調したマイクロ波磁場を照射して、試料が強磁性共鳴を起こす際に発生あるいは吸収されるマイクロ波磁場を、超常磁性探針を用いてイメージングする。マイクロ波の照射源として高出力の導波管進行波アンテナを開発して用いる。ここでは、(B)の高磁化・超常磁性探針における、c)およびd)の特徴を利用して、高いキャリア周波数までイメージングする。

### 4. 研究成果

#### (1) 磁壁構造の高分解能イメージング法の開発とその応用

パーマロイ・パターンド薄膜の磁壁を高磁化・超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡によりイメージングし、磁壁タイプの特定が可能な明瞭な磁気コントラストを得た。図1にその結果を示す。(a)の従来の強磁性探針を用いた磁気力顕微鏡像では、強磁性探針からの漏洩磁場により、本来は直線的な磁壁が湾曲して観察される。一方、交番磁気力顕微鏡においては、(b)の直流磁場の極性像では、隣接する異符号の線磁極が見られ、(c)の直流磁場の強度像では、線磁極が、発生磁場がゼロの領域を挟んで間隔をあけて見られることから、磁壁がネール磁壁であることが明瞭にわかる。

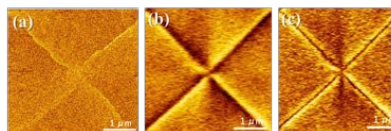


図1 磁壁構造の観察例

本手法は国内外において、磁気力顕微鏡分野で、磁壁構造の解析において、高い空間分解能で磁壁から発生する直流磁場の強度および極性をイメージングできる、他に類がない手法と位置づけられ、磁壁構造を高い空間分解能でイメージングできることにインパクトがある。今後の展望は、様々なソフト磁性材料の磁壁を観察・解析することである。

#### (2) 磁壁移動イメージング法の開発とその応用

パーマロイ・パターンド薄膜の磁壁移動を高磁化・超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡によりイメージングし、交流磁場印加による磁壁の移動範囲や磁壁が拘束されるピンポイントを画像化した。図2に示すように、磁壁の移動範囲や磁壁のピンポイントを明瞭に観察できる。

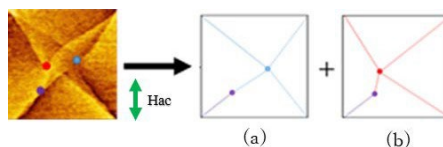


図2 磁壁移動の観察・解析例

本手法は国内外において、磁気力顕微鏡分野で、磁壁移動を高い空間分解能でイメージングできる、他に類がない手法と位置づけられ、磁壁の移動範囲や磁壁のピンポイントを高い空間分解能でイメージングできることにインパクトがある。今後の展望は、様々なソフト磁性材料において磁壁移動を観察・解析することによって有用性を示すことである。

#### (3) 磁化回転過程における局所磁化率イメージング法の開発とその応用

ソフト磁性薄膜が用いられている磁気記録ヘッドの主磁極部で磁化回転過程により発生する交流磁場を、高磁化・超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡により、100 kHzから数 GHzまでの広い周波数範囲で、10 nm程度の高い空間分解能でイメージングすることに成功した。図3に振幅変調交流磁場のキャリア周波数を100 kHzから磁気ヘッドの動作周波数である1 GHzまで変化させて得た交番磁気力顕微鏡像を示す。広い周波数帯域において主磁極から発生する磁場が高い空間分解能で観察されていることがわかる。観察されている信号は交流磁場の2乗となる交流磁場エネルギーに対応しており、信号の符号の正負から交流磁場エネルギーの流れに関する情報も得ることができる。交流磁場エネルギーは交流磁場の発生性能に比例する磁化率の、2乗に対応するので、画像から局所的な磁化率を評価できる。

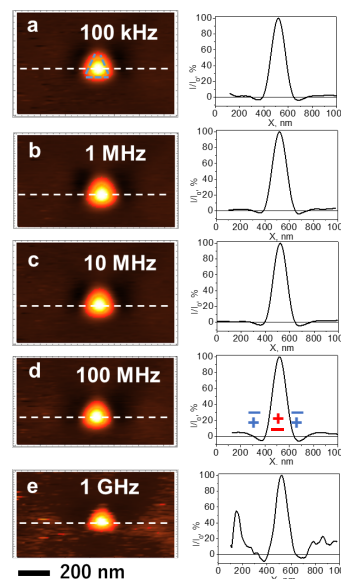


図3 磁気ヘッドの観察例

本手法は国内外において、磁気力顕微鏡分野で、高い空間分解能で交流磁場エネルギーをイメージングできる、他に類がない手法と位置づけられ、100 Hz程度から数 GHzに至る広帯域でイメージングできることにインパクトがある。今後の展望は、様々なソフト磁性材料に適用するため、観察試料に高周波磁場を印加できる高周波磁場源を開発し、本手法を適用することである。

#### (4) 強磁性共鳴イメージング法の開発とその応用

マイクロ波をほぼ100%の効率で照射可能な導波管進行波アンテナを開発し、試料にその背面から振幅変調マイクロ波を導波管アンテナにより照射し、マイクロ波が試料を透過した後の試料表面近傍でのマイクロ波の微視的な吸収イメージングを、高磁化・超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡によりマイクロ波のキャリア周波数が25 GHz程度まで可能にした。ここでは、市販の電波吸収シート等を観察し、微視的な強磁性共鳴等に起因するマイクロ波吸収を確認した。

本手法は国内外において、磁気力顕微鏡分野で、初めてマイクロ波を微視的に検出することを可能にしたもので、本手法は磁気力顕微鏡の時間分解能を向上させる手法と位置づけられる。検出周波数が 20 GHz を超えたことはインパクトがあると考えている。膜厚 20 nm 程度の磁性薄膜試料の強磁性共鳴周波数の検出については、試料全体での巨視的なマイクロ波吸収量の高感度・周波数微分検出法の開発により成功している。今後の展望は、本手法を磁性薄膜等の強磁性共鳴イメージングに展開することである。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Makarova M.V., Akaishi Y., Suzuki Y., Rao K.S., Yoshimura S., Saito H.	4. 巻 546
2. 論文標題 High-resolution alternating magnetic force microscopy using an amorphous FeB-based tip driven by an inverse magnetostrictive effect: Imaging of the high-density magnetic recording media	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Magnetism and Magnetic Materials	6. 最初と最後の頁 168755-1,6
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.jmmm.2021.168755	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Makarova M.V., Sizuki K., Kon H., Dubey P., Sonobe H., Matsumura T., Saito H.	4. 巻 13
2. 論文標題 High-Frequency Magnetic Field Energy Imaging of Magnetic Recording Head by Alternating Magnetic Force Microscopy (A-MFM) with Superparamagnetic Tip	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 applied sciences	6. 最初と最後の頁 4843-1,9
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/app13084843	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計11件（うち招待講演 0件/うち国際学会 2件）

1. 発表者名 鈴木魁智, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による垂直磁気記録ヘッドの広帯域・高周波磁場イメージング
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 梅田尚優希, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡を用いた高周波磁場イメージングに向けたマイクロ波磁場照射機構の開発
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡における超常磁性探針の高機能磁気イメージングへの応用
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 齊藤 準, 鈴木魁智, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透
2. 発表標題 超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による広帯域・高周波磁場エネルギーイメージング
3. 学会等名 応用物理学会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 佐藤駿介, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡を用いたCo-GdOx 超常磁性探針のマイクロ波磁場応答性の評価
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 S. Sato, T. Matsumura, H. Sonobe, H. Saito
2. 発表標題 Evaluation of Microwave-Frequency Magnetic Field Response of MFM Tip Coated by Superparamagnetic Co-GdOx Granular Alloy Film
3. 学会等名 ICMR2021 Akita (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 今 裕史, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による 磁気記録ヘッドの広帯域・高周波磁場イメージング
3. 学会等名 応用物理学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 マカロバ マリナ, 鈴木魁智, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 High-Frequency Magnetic Field Energy Imaging of Magnetic Recording Head by Alternating Magnetic Force Microscopy with Superparamagnetic Tip
3. 学会等名 Intermag 2023 (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 鈴木魁智, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡によるソフト磁性薄膜の磁壁移動イメージング: 磁場方向を制御可能な複合型空芯コイルの試作
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 梅田尚優希, 林 慧太, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡を用いた高周波磁場イメージングに向けた 導波管・進行波アンテナを用いた強磁性共鳴検出方法の検討
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 林 慧太, 梅田尚優希, マカロバ マリナ, 園部 博, 松村 透, 齊藤 準
2. 発表標題 交番磁気力顕微鏡を用いた高周波磁場イメージングに向けた 12-40 GHz 帯導波管・進行波アンテナの開発
3. 学会等名 日本磁気学会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------