

## 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 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2010～2011

課題番号：22760528

研究課題名（和文）磁気ヘッドと探針ピエゾ駆動ホルダを用いた透過電顕内交流磁場印加その場観察法の確立

研究課題名（英文）Development of a in-situ Lorentz microscopy in alternating magnetic field with magnetic head and probe-piezodriving specimen holder

研究代表者

赤瀬 善太郎 (AKASE ZENTARO)

東北大学・多元物質科学研究所・助教

研究者番号：90372317

研究成果の概要（和文）：透過電子顕微鏡を用いた「動的磁場下磁区構造観察手法」の新手法として、ピエゾ駆動プローブを備えた試料ホルダにハードディスク書き込み用の磁気ヘッドを取り付け、局所的な磁場を発生させつつ観察する手法の確立を目指した。上述のとおり磁気ヘッドを設定し、磁気ヘッドの動作に応じた状態で発生する磁場を、電子線ホログラフィーという手法を用いて詳細に観察することに今回初めて成功した。また、実際の磁区構造観察において人工的に材料欠陥を導入した試料について解析を試み、磁壁と欠陥の相互作用の系統的解析の有用性を示した。

研究成果の概要（英文）：The magnetic head for hard disk writing is attached to a probe of the probe-piezodriving specimen holder for transmission electron microscopy (TEM), in order to develop the dynamic magnetic field observation technique of TEM. In order to establish this technique, the magnetic field generated by a magnetic head was evaluated directly by electron holography technique. Moreover, in actual magnetic domain structure observation, since the systematic sample preparation for observation was difficult, the trial which analyzes the interaction of a magnetic domain wall and the material defect produced artificially was performed.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2011年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：磁性材料、透過電子顕微鏡、磁気ヘッド、交流磁場印加

### 1. 研究開始当初の背景

透過型電子顕微鏡を用いて材料の磁区構造を評価する手法にはローレンツ顕微鏡法や電子線ホログラフィーという手法があるが、それらの観察ではこれまで動的な磁場下における磁壁の移動のその場観察は行われていなかった。何故なら、試料に磁場を印加すると、照射電子線の行路も曲げられてしまうので、電子線の行路を動的に補正する必要があるからである。そのような中、我々の研究グループはローレンツ顕微鏡法を用いた動的磁場下での透過電子顕微鏡観察手法を考案し、システムを構築して、磁性材料中の磁壁の運動の観察に成功していた。しかし、当時のシステムでは磁場印加に比較的大きな電磁石を使用していたため、キロヘルツを超える高周波の領域では印加できる磁場が弱くなるのが分かってきた。

そこで本課題では新たな磁場印加方法として、既存のハードディスク書き込み用の磁気ヘッドを顕微鏡内に挿入するという手法を考案した。ハードディスク書き込み用磁気ヘッドは記録媒体に高品質なビットを書き込むために、局所的に強い磁場を発生させることができ、また、200-300メガヘルツのスピードで書き込みを行う能力を持っている。磁極のサイズは先端が数十ナノメートルまでされ微細化されており、局所的な磁場印加に向いていると考えられた。当時はまだ磁気ヘッドを配線した状態で電子顕微鏡内に導入するという論文は出ていない状況であった。

磁区構造を動的に観察するには上記の観察するための道具も大切であるが、同時に観察対象の試料の準備も非常に大切である。研究開始当時は磁区構造観察用試料は電解研磨法で作製されたものを使用し、試料中に偶然存在する介在物などと磁壁に磁壁を相互作用させていたが、介在物のサイズの比較や試料の母相の結晶方位をそろえることは大変難しかった。そこで、本課題では磁気ヘッドの評価と並行して集束イオンビーム(FIB)でサイズの異なる欠陥を導入した試料を作製し、従来の交流磁場印加観察を行った。

### 2. 研究の目的

上記のとおり、当研究グループで開発した透過電子顕微鏡の交流磁場印加システムでは高周波交流印加特性に限界があり、本研究では通常高周波の磁場発生機構として利用されるハードディスク書き込み用磁気ヘッドを利用する、新規の磁区構造観察方法を確立することを目的とした。具体的には下記の研究を通して、新しい磁区構造観察法を模索した。

(1)それまで、磁気ヘッドのコイルによって励磁され空間中に発生した磁束は観察された例は無かった。そこで、磁気ヘッドのような微細な素子から発生する磁場を、高い分解能で可視化することのできる電子線ホログラフィーをもちいて評価した。

(2)電子線ホログラフィーで得られた実験結果を適切に解釈するために、有限要素法等の電磁場解析ソフトウェアを用いて磁場発生状況のシミュレーションを行った。

(3)実際の磁場印加実験を想定して、磁極の位置をTEM観察時にわかりやすくするための改良を行った。

(4)これまで難しかった磁壁と磁性体内の介在物の相互作用の系統的な評価ための手段として、観察試料にFIBをもちいてサイズの異なる欠陥を人工的に導入する方法を模索した。

### 3. 研究の方法

図1a,b,cはそれぞれ磁気ヘッドの光学顕微鏡像、走査電子顕微鏡像、および、配線されピエゾ駆動試料ホルダの可動部に取り付けられた磁気ヘッドの模式図である。磁気ヘッドには金コートをし、電子線照射による帯電を低減させた。電子線ホログラフィー観察には、300 kVの加速電圧を持つ透過電子顕微鏡(JEM-3000F)を用い、電子顕微鏡内で磁気ヘッドに電流を印加しながらホログラムを撮影した。ホログラフィーで得られた位相再生像の解釈には電磁場解析ソフトウェアであるJMAGおよびELF/MAGIC等を活用した。これらのソフトは位相再生像をシミュレートするために、ベクトルポテンシャルのz成分の積算値を出力項目に追加するなど、研究課題に沿うように特別に機能を追加したものである。

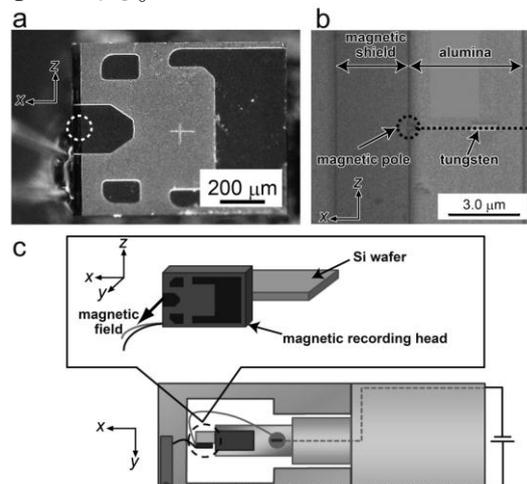


図1 磁気ヘッドの(a)光学顕微鏡像、(b)走査電子顕微鏡像、および、(c)磁気ヘッドが配線されピエゾ駆動試料ホルダの可動部に取り付けられた時のホルダ先端の模式図。

並行して行った磁性体試料観察では、試料薄膜として、FIBを用いて二方向性電磁鋼板から試料片 ( $6\mu\text{m} \times 12\mu\text{m} \times 0.15\mu\text{m}$ 、長辺方向[001]、短辺方向[110])を切り出し、コロジオン薄膜グリッドに載せたものを数個準備し、SEM/FIB法を用いて試料片ごとに大きさの異なる孔をあけた。図2に模式図と走査電子顕微鏡像を示す。磁区構造観察には通常の磁場印加ホルダを用い、ローレンツ顕微鏡法で磁区構造変化を調べた。またLLG Micromagnetic Simulatorというマイクロ磁化解析ソフトを用いて磁区構造のシミュレーション、各磁気エネルギーの算出を行った。

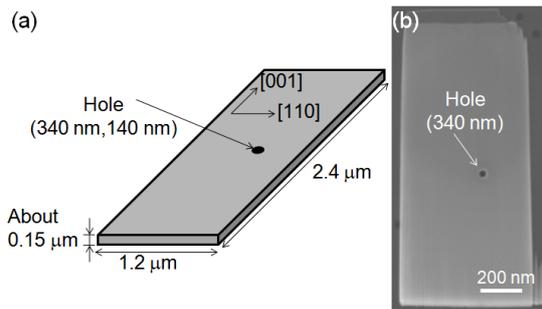


図2 ローレンツ顕微鏡像観察に用いた電磁鋼板薄片のサイズと結晶方位。(a) 模式図。(b) 走査顕微鏡像。

#### 4. 研究成果

図3aは電流を印加していない状態で撮影された磁気ヘッド周りのホログラムで、これより位相を再生した位相再生像を図3bに示す。位相再生像とは入射電子線の位相変化を等高線表示した図であり、磁場では磁力線、電場では等電位線に相当する線が現れる。図3bでは電流0の状態であるから、現れた等高線(グラデーション表示)は帯電によるものと考えられる。図3cは2 mAの電流を流した時の位相再生像であり、磁気ヘッドから発生した磁場により、位相再生像が図3bから変化していることが分かる。図3cから図3bを差し引いたものを図3dに示す。帯電成分が差し引かれ、磁極から生じた磁場成分のみが可視化されている。印加電流の向きを変えた結果を図4に示す。等高線のグラデーションの向きが反転していることから磁場の向きも逆転していることが分かる。発生した磁場は左右非対称になっているが、これは磁極の横に配置された軟磁性体のNiFeシールドの影響で、発生した磁束の一部がシールドに吸われていることが、磁場解析シミュレーションの結果からも確認された。

この結果を踏まえて、次に磁気シールドが磁極から離れている磁気ヘッドを用いて磁場印加用の磁気ヘッドを準備した。更に磁極の位置が透過電子顕微鏡でも確認できるように、磁極の周囲を構成しているアルミナ膜

をエッチングし、エッチング領域周辺にFIB加工を加えた。図5は加工後の磁気ヘッドの走査電子顕微鏡像と透過電子顕微鏡像である。図中の黒い矢印は磁極の先端位置を示している。図6にはエッチングした磁極をx軸方向から観察した時の位相再生像を示す。この時、コイルへの印加電流を0, 10, 20, 30 mAと変化させた。位相再生像から、印加電流に応じて磁極から放出される磁束量が増加しており、磁気ヘッドの実デバイスの動作に応じた状態を観察できていることが分かった。

このようにコイル電流で励起した磁気ヘッドからの磁場を直接観察した研究は、世界的に前例がなく、先進的な取り組みである。

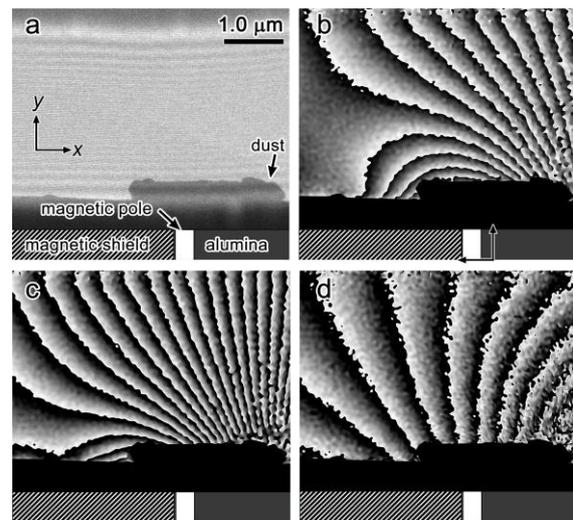


図3 磁気ヘッドの磁極周辺の(a)ホログラム、印加電流 (b) 0 mA, (c) 2 mA のときの位相再生像、および、(d) 上記二つの位相再生像の位相残差。帯電効果が差し引かれ、磁場の情報が抽出されている。

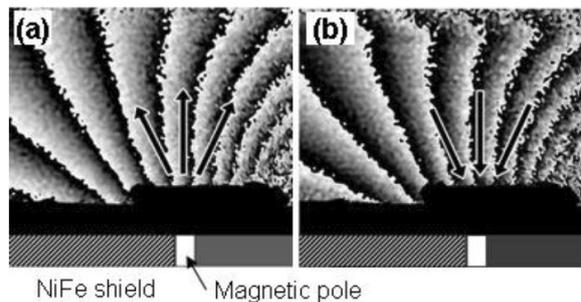


図4 磁気ヘッドの磁極周辺の位相再生像。コイルへの印加電流はそれぞれ(a)1 mA、(b) -1 mA。図中矢印は磁場の方向を示している。

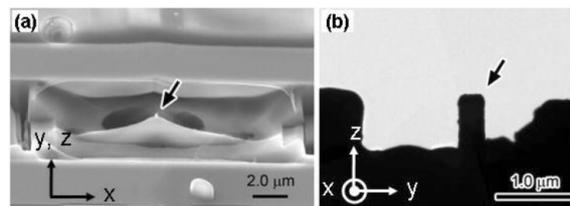


図5 エッチング処理・FIB加工後の磁気ヘッドの磁極部分。(a) 走査電子顕微鏡像。(b) 透過電子顕微鏡像。

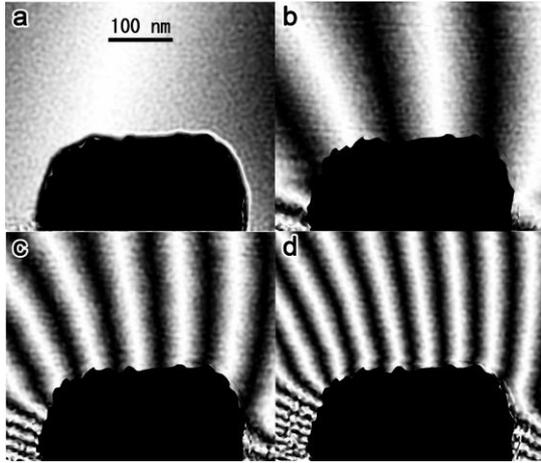


図6 磁極周辺の位相再生像。印加電流: (a) 0 mA、(b) 10 mA、(c) 20 mA、(d) 30 mA。帯電効果は差し引いている。

次に、磁気ヘッドの評価と並行して行った、「サイズが系統的に制御された人工欠陥が導入された磁性材料試料」の評価結果について述べる。図7は前節で説明した二方向性電磁鋼板の試料を従来の交流磁場印加装置を用いて、周波数: 0.1 Hz、振幅 4.3 kA/という磁場印加条件下で、ビデオ撮影したローレンツ顕微鏡像である。画像中心の黒い点は蛍光板のセンタースポットであり、試料とは関係ない。右上の黒い両端矢印は交流磁場の印加方向を示す。矢先で示した白丸部分が FIB 加工で開けられた孔である。白い破線、白い矢印はそれぞれ磁壁の位置と磁化の方向を表している。180° 磁壁が孔の上を通過する様子が観察された。180° 磁壁は孔近傍で孔と作用して新たな軸構造を作り、磁壁は孔直上に来たとき安定し、さらに外部磁場が強まると、ピン止めが外れる様子が観察できた。

次に、ピン止め時の磁区構造の詳細と、穴の大きさによるピン止め力の違いを調べるために、孔のサイズの異なる試料に対して静磁場印加を行い、ピンングプロセスの詳細を観察した。図8に静磁場下における試料のローレンツ顕微鏡像 (a, c) と、マイクロ磁化解析による磁区構造シミュレーションの結果 (b, d) を示す。ローレンツ顕微鏡像 (a) (c) における孔の直径はそれぞれ、140 nm, 340 nm である。それぞれの孔に 180° 磁壁が引っかかってから、外れるまでの外部印加磁場の差は 1.7 kA/m, 1.9 kA/m であり、孔のサイズが大きくな方がピンングの効果が大きくなことが分かった。シミュレーション結果 (b) (d) より、180° 磁壁が孔に近づいた際、孔周辺の磁化の方向は磁壁寄りの方向に膨らんで孔を迂回していることが分かった。磁壁が孔の直上にあるときは磁壁と孔の間に三角形の軸を作ることで漏れ磁場を抑えていることが分かる。また、これらの結果はローレ

ンツ顕微鏡像とよく対応していた。また、シミュレーション結果からは、ピンングプロセスにおける三種類の磁気エネルギー (交換エネルギー、異方性エネルギー、反磁場によるエネルギー) の値が得られ、孔のサイズの違いによるエネルギー変化量を見積もることができた。このように、実際の介在物では動的磁区構造変化を系統的に評価することが難しい場合にも、人工欠陥で代用することで、評価できることを示すことができた。

このような透過電子顕微鏡内で動的磁場を印加しつつ磁区構造変化をその場観察する技術は、現在、研究代表者らのみが保持しており、注目を集めている。

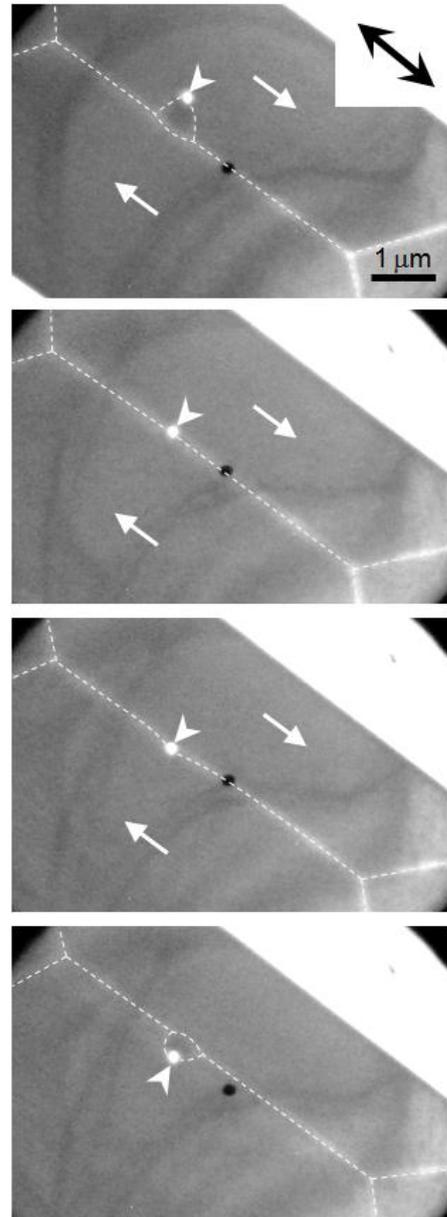


図7 FIBで孔(矢先)をあけた電磁鋼板での、磁壁(破線)と孔の相互作用の動的ローレンツ顕微鏡観察結果(ビデオキャプチャー)。黒の両端矢印は交流磁場印加方向。画面中央の黒点はスクリーンのセンタースポットなので、試料とは関係がない。

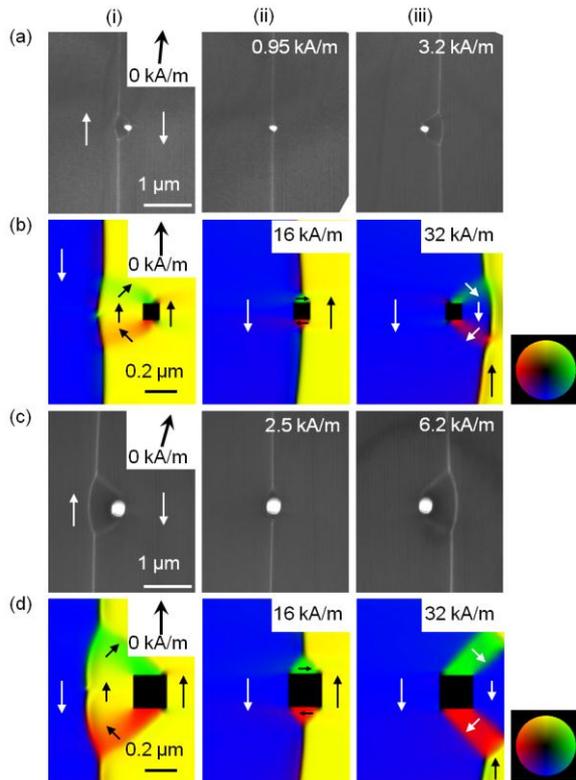


図8 電磁鋼板のローレンツ顕微鏡像とマイクロ磁化解析結果。行 (a, c) はそれぞれ径 140 nm、340 nm の孔の周りのローレンツ顕微鏡像。行 (b, d) はそれぞれマイクロ磁化解析による一辺 100 nm、200 nm の正方形の孔周辺の磁区構造シミュレーション結果

## 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 Yoshikatsu Inada, Zentaro Akase, Daisuke Shindo and Akira Taniyama: Lorentz Microscopy of Magnetic Domain-Wall Pinning on Artificially Introduced Holes in Electrical Steel Sheets. *Mater. Trans.*, in press. 査読あり

[学会発表] (計 1 件)

- ① 稲田圭克, 赤瀬善太郎, 進藤大輔, 谷山明: FIB で導入した結果による磁壁ピンニングの動的ローレンツ顕微鏡観察. 日本金属学会第 149 回大会, 宜野湾, (2011. 11. 7-2011. 11. 9)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]  
なし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

赤瀬 善太郎 (ZENTARO AKASE)

東北大学・多元物質科学研究所・助教

研究者番号: 90372317

### 研究協力者

進藤 大輔 (DAISUKE SHINDO)

東北大学・多元物質科学研究所・教授

研究者番号: 20154396

平田 京 (KEI HIRATA)

TDK 株式会社・ヘッドビジネスグループ・

主事

谷山 明 (AKIRA TANIYAMA)

住友金属工業株式会社・総合技術研究所・

主任研究員

### (2) 研究分担者

なし

### (3) 連携研究者

なし