

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年6月3日現在

機関番号：11401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23656026

研究課題名（和文） 試料表面近傍で直流磁場の方向と強度を計測する高分解能・近接場磁気力顕微鏡の開発

研究課題名（英文） Development of high-resolution Near field magnetic force microscopy which enables to detect the direction and amplitude of static magnetic field near sample surface

研究代表者

齊藤 準 (SAITO HITOSHI)

秋田大学・工学資源学研究所・教授

研究者番号：00270843

研究成果の概要（和文）：非接触原子間力顕微鏡の一形態である磁気力顕微鏡を用いて、これまで前例のない、試料表面近傍で直流磁場を計測する手法を確立し、直流磁場の方向と強度を同時計測できる高分解能・近接場磁気力顕微鏡を開発した。探針試料間距離の低減により、従来の磁気力顕微鏡と比較して、磁場信号の強度が一桁以上向上し、空間分解能が最大で6nm程度に大幅に向上した。本顕微手法を高密度磁気記録媒体等のナノスケール磁区構造解析に適用し、これら材料の評価に有用であることを示した。

研究成果の概要（英文）：We have newly developed a novel Near-field magnetic force microscopy (NF-MFM) which enables us to measure DC magnetic fields with field polarity near a sample surface. The sensitivity and spatial resolution of NF-MFM are drastically increased with reducing the tip-sample distance. The sensitivity is ten times larger than that of conventional MFM and 6 nm spatial resolution was obtained for high density perpendicular recording media. We have applied this method to analyze the nano-scale magnetic domain structure and demonstrated the effectiveness for various magnetic materials.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎、薄膜・表面界面物性

キーワード：磁気力顕微鏡、表面磁場、高分解能、磁場極性計測、磁場強度計測

## 1. 研究開始当初の背景

飛躍的に増大する情報の記録・再生に用いる、情報ストレージデバイスの大容量化・高性能化のために、磁気ストレージデバイス業界では次世代磁気デバイスの研究開発が盛んになされていた。その要素技術である磁気デバイス材料の研究開発では、高密度化による記録サイズの微細化に伴い、ナノスケール領域での微細な磁化状態の理解が必要不可欠であることから、高い空間分解能で磁化状

態解析が可能な直流磁場のイメージング手法が強く望まれていた。磁気デバイス材料の微細磁区観察には、磁気力顕微鏡 (Magnetic Force Microscope; MFM) が広く使用されていた。

しかしながら、従来の MFM の空間分解能は 10nm 以上と十分ではなく、その主因は試料表面近傍で磁気力が表面力にマスクされ検出できないことにあった。また磁場のゼロ値が識別できないため、磁場方向と強度を分離し

て計測することも困難であった。

## 2. 研究の目的

磁気力顕微鏡の分野で、これまで前例のない、試料表面近傍で直流磁場を検出でき、かつ磁場の方向と強度を同時計測できる、ナノメートルの空間分解能を有する近接場磁気力顕微鏡を新たに開発し、高密度磁気記録材料、永久磁石材料等に適用することで、その有用性を実証することを目的としている。

## 3. 研究の方法

磁気力顕微鏡を含む従来の非接触磁気力顕微鏡で、これまで用いられていなかった、探針の共振周波数と異なる非共振の交番力が誘起する、探針振動の周波数変調 (FM) 現象を利用して開発した、交番磁気力顕微鏡を直流磁場計測に応用する。このため、探針磁化を周期的に変化させたソフト磁性探針を用い、磁性体試料から発生する直流磁場と相互作用させることで、非共振・交番磁気力を発生させ、探針振動に誘起される周波数変調を検出することで、試料表面近傍での直流磁場の強度と極性を高分解能計測する。ここでは、ソフト磁性探針の周期的磁化反転に外部交流磁場を観察するハード磁性体試料の磁化を乱さない強度範囲で用いる。図1に計測系の模式図を示す。我々はこの顕微鏡を近接場磁気力顕微鏡 (Near-field MFM; NF-MFM) と名付けた。

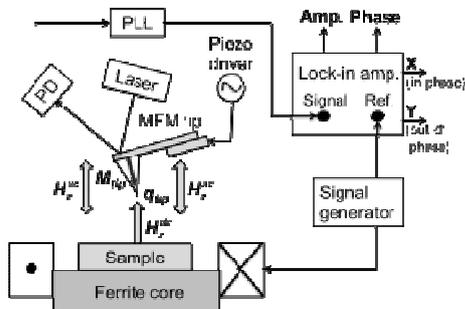


図1 近接場磁気力顕微鏡の計測系の模式図。

## 4. 研究成果

図2に一例として、近接場磁気力顕微鏡 (NF-MFM) を用いて、垂直磁気記録媒体の試料面に垂直方向の直流磁場を観察した結果を示す。観察には自作したNi-Feソフト磁性探針 (Ni-Fe膜厚30 nm) を用いた。(a)は直流磁場の強度像であり、(b)は極性像である。また、(c)はこれら像のラインプロファイルである。同図には、従来手法による表面凹凸像および、試料表面近傍での直流磁場像も示した。従来手法では、試料表面近傍の直流磁場像は、表

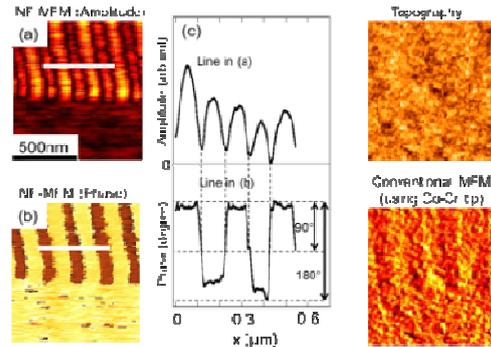


図2 垂直磁気記録媒体における、近接場磁気力顕微鏡像とそのラインプロファイルおよび従来の磁気力顕微鏡像。

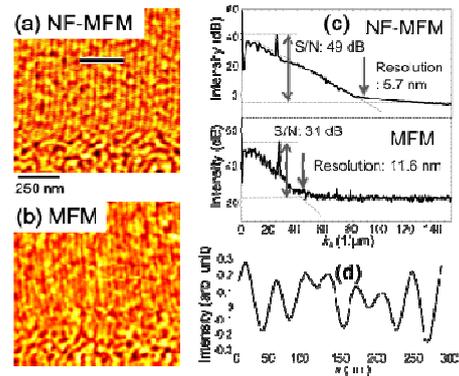


図3 高密度垂直磁気記録媒体における、近接場磁気力顕微鏡像とその空間スペクトラムおよびラインプロファイル、および従来の磁気力顕微鏡像とその空間スペクトラム。

面凹凸情報の重畳により像が不鮮明であるのに対して、NF-MFMでは、直流磁場の強度およびその極性 (直流磁場が試料面に対して上向きあるいは下向きであることがラインプロファイルで位相が180°異なっていること) が明瞭に観察できる。NF-MFMは、磁場極性ならびにその発生源である表面磁極の極性を検出することができるので、高密度磁気記録媒体等の磁化状態解析に有用な手法と考えられる。

図3に、NF-MFMを用いて大気雰囲気中で観察した、高密度磁気記録媒体の(a)直流磁場像、(d)そのラインプロファイル、および(c)ラインプロファイルから求めた空間スペクトラムを示す。同時に図(b)には汎用の磁気力顕微鏡を用いて真空雰囲気中で観察した直流磁場像、図(c)にはそれらの空間スペクトラムを示す。観察には自作した Fe-Co ソフト磁性探針 (Fe-Co膜厚20 nm) を用いた。探針試料間距離は2~3 nmである。外部より探針に印加した交流磁場の強度は24 kA/m (300 Oe)、周波数は100 Hzとした。観察雰囲気は大気中である。図(c)で磁場信号とノイズ強度が等しくなる波長の半値から空間分解能を見積ると、

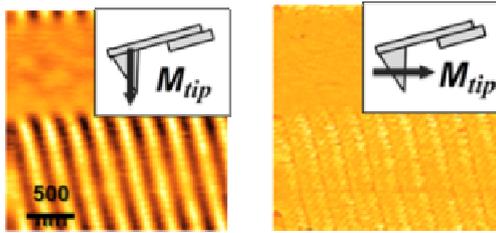


図4 垂直磁気記録媒体における直流磁場の、(a)垂直磁場像、(b)面内磁場像。

NF-MFM では、世界最高レベルの 6 nm 程度の高い空間分解能が得られた。汎用の磁気力顕微鏡では空間分解能は 12 nm 程度である。NF-MFM は表面力の影響なく磁場のみを計測できるので、図(d)での NF-MFM のラインプロファイルは、磁場のゼロレベルを有しており、同時に磁場の符号の正負は試料面に垂直方向に対して、磁場の向上向きあるいは下向きを示している。

図4に、NF-MFMを用いて観察した、高密度磁気記録媒体のベクトル磁場計測像を示す。観察には自作したNi-Feソフト磁性探針を用いた。NF-MFMで得られた直流磁場像に対して、ソフト磁性探針を励磁している交流電源との間の位相を調整することにより直流磁場の計測軸を試料面に垂直方向から任意の角度に調整することができる。左図および右図の計測軸は、試料面に垂直および平行方向であり、各々、垂直磁場像および面内磁場像に対応している。NF-MFMを用いたベクトル磁場計測法は磁気記録評価媒体等の微細磁区構造の解析に有用な手法と考えられる。

上記を含め、全研究期間で得られた結果をまとめると以下になる。

1) 近接場磁気力顕微鏡を、小型の走査型プローブ顕微鏡に試作した交流磁場印加機構を組み込んで構成し、観察試料として磁気記録媒体を用いて、本顕微鏡の特長である、試料表面近傍で直流磁場の方向と強度の同時計測を実証した。当該顕微鏡においては、探針試料間距離を減少させることにより、従来の磁気力顕微鏡と比較して、磁場信号の強度が一桁以上向上し、高い空間分解能が大幅に向上することがわかった。

2) 発生する磁場が弱いために高い計測感度が求められる高密度磁気記録媒体に対して、高い感度が予想されるFeCoを用いた高磁束密度ソフト磁性探針を試作し、試料表面近傍での計測により、線記録密度 1400 kfc/i (ビット長18nm) の磁気記録媒体において、世界最高レベルの空間分解能6 nmを得た。

3) さらに当該顕微鏡が有する磁場の強度と位相のベクトル情報から、位相を調整することにより、任意の観測方向の磁場観察、お

よび直交2軸方向(例えば、試料面に垂直および平行方向)での磁場の同時計測(ベクトル磁場計測)が実現できることを示した。

4) 近接場磁気力顕微鏡をさらに永久磁石観察に適用するために、従来の永久磁石観察で問題であった強磁性探針の磁気吸着を回避できる探針として、新たに高磁化率のFeMn系常磁性探針を開発し、永久磁石の試料表面近傍での観察に成功した。

さらに、当初の実施計画にはないが、

5) この常磁性探針を用いて、従来報告が皆無であり革新的手法となる、磁場値の絶対計測を試料表面近傍で可能にする新たな計測手法を開発し、特許出願を行った。

6) 近接場磁気力顕微鏡の原理を直流電場計測に適用することで、近接場・交番電気力顕微鏡を開発した。

## 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3件)

①H. Saito, R. Ito, G. Egawa, Z. Li, and S. Yoshimura, Direction detectable static magnetic field imaging by frequency-modulated magnetic force microscopy with an AC magnetic field driven soft magnetic tip, Journal of Applied Physics, 査読有, Vol. 109, 2011, 07D334(3ページ)

②S. Yoshimura, G. Egawa, T. Miyazawa, Z. Li, H. Saito, J. Bai, and G. Li, MFM analysis of magnetic inhomogeneity in recorded area for perpendicular magnetic recording media by simultaneous imaging of perpendicular and in-plane magnetic field gradient, Journal of Physics: Conference Series, 査読有, Vol. 266, 2011, 012065(5ページ)

③ J. Lu, Y. Kinoshita, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Asano and H. Saito, Alternating electric force microscopy: static electric field gradient imaging in an air atmosphere for Ba<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>TiO<sub>3</sub> ferroelectric thin film, Journal of Applied Physics, 査読有, Vol. 112, 2012, 124110 (5ページ)

[学会発表] (計14件)

①H. Saito, R. Ito, G. Egawa, Z. Li, S. Yoshimura, A new magnetic force microscopy for static magnetic field imaging near a

sample surface by using a frequency modulation in cantilever oscillation with an alternating magnetic field driven soft magnetic tip, INTERMAG 2011, 2011.4.27, (Taipei, Taiwan)

②伊藤 亮一, 江川 元太, 李 正华, 吉村 哲, 齊藤 準, 近接場・磁気力顕微鏡による試料表面近傍での直流磁場観察, 秋季 第72 回応用物理学学会学術講演会(応物), 2011.8.30, 山形大学(山形)

③芦 佳, 江川 元太, 吉村 哲, 浅野 秀文, 齊藤 準, Development of Near-field Electric Force Microscopy for DC Electric Field Measurement near Sample Surface, 秋季 第72 回応用物理学学会学術講演会(応物), 2011.8.30, 山形大学(山形)

④伊藤 亮一, 李 正华, 江川 元太, 吉村 哲, 齊藤 準, 近接場磁気力顕微鏡による高分解能・静磁場イメージング, 第 35 回日本磁気学会学術講演会, 2011.9.27, 新潟コンベンションセンター(新潟)

⑤齊藤 準, 李 正华, 伊藤 亮一, 江川 元太, 吉村 哲, 近接場磁気力顕微鏡による静磁場のベクトル解析, 第 35 回日本磁気学会学術講演会, 2011.9.27, 新潟コンベンションセンター(新潟)

⑥H. Saito, Z. Li, R. Ito, G. Egawa and S. Yoshimura, Vector analysis of static magnetic field by adjusting measuring axis for Near-field magnetic force microscopy, THE 56th MMM CONFERENCE, 2011.11.1, (Scottsdale, Arizona, USA)

⑦伊藤 亮一, 李 正华, 江川 元太, 吉村 哲, 齊藤 準, 近接場・磁気力顕微鏡によるベクトル磁場イメージング, 春季 第59 回応用物理学関係連合講演会(応物), 2012.3.16, 早稲田大学(東京)

⑧H. Saito, R. Ito, Z. Li, G. Egawa and S. Yoshimura, High resolution magnetic field imaging by near-field magnetic force microscopy (NF-MFM) for high density magnetic recording media, INTERMAG 2012, 2012.5.8, (Vancouver, Canada)

⑨H. Saito, R. Ito, K. Hatakeyama, Z. Li, G. Egawa and S. Yoshimura, Alternating magnetic force microscopy: direction detectable imaging of static and alternating magnetic field with high

spatial resolution (poster presentation), ICM 2012, 2012.7.12, (Busan, Korea)

⑩S. Okayasu, R. Ito, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, and H. Saito, Improvement of spatial resolution by Fe-Co tip with high saturation magnetization for Near-field magnetic force microscopy (NF-MFM), ICAUMS 2012, 2012.10.2, 奈良県新公会堂(奈良)

⑪H. Saito, Development of alternating magnetic force microscopy for detecting vector magnetic field near sample surface with high spatial resolution (invited), ICAUMS 2012, 2012.10.4, 奈良県新公会堂(奈良)

⑫齊藤 準, ベクトル磁場検出・近接場磁気力顕微鏡の開発とその磁性材料・磁気デバイスへの応用(招待講演), 日本磁気学会第186 回研究会, 2012.11.2, 中央大学(東京)

⑬岡安 慎介, 伊藤 亮一, 江川 元太, 吉村 哲, 齊藤 準, 高飽和磁化 Fe-Co 探針を用いた近接場磁気力顕微鏡における静磁場イメージングの高分解能化, 平成 24 年度スピニクス特別研究会, 2012.11.26, 秋田大学(秋田)

⑭齊藤 準, ベクトル磁場検出・高分解能・近接場磁気力顕微鏡の開発とその高密度磁気記録デバイスへの応用(招待講演), ナノプローブテクノロジー第167 委員会 第69 回研究会, 2013.1.10, 東京大学(東京)

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計7件)

名称: 磁性微粒子の磁気特性評価装置および磁気特性評価方法

発明者: 齊藤 準、吉村 哲、木下 幸則

権利者: 秋田大学

種類: 特許

番号: 特願 2013-004025

出願年月日: 25年1月11日

国内外の別: 国内

名称: 磁場値測定装置および磁場値測定方法

発明者: 齊藤 準、吉村 哲、木下 幸則、

野村 光、中谷 亮一

権利者: 秋田大学、大阪大学

種類: 特許

番号: 特願 2013-069762

出願年月日: 25年3月28日

国内外の別：国内

名称：磁気プロファイル測定装置および磁気  
プロファイル測定方法

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許

番号：PCT/JP2012/074599

出願年月日：24年9月25日

国内外の別：国外

名称：磁気プロファイル測定装置および磁気  
プロファイル測定方法

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許

番号：PCT/JP2012/074600

出願年月日：24年9月25日

国内外の別：国外

名称：MAGNETIC FIELD OBSERVATION DEVICE  
AND MAGNETIC FIELD OBSERVATION METHOD (磁  
場観察装置及び磁場観察方法)

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許 (米国)

番号：US 13/819,486

出願年月日：25年2月27日 (指定国移行)

国内外の別：国外

名称：MAGNETIC FIELD OBSERVATION DEVICE  
AND MAGNETIC FIELD OBSERVATION METHOD (磁  
場観察装置及び磁場観察方法)

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許 (欧州)

番号：EPC 11821984.9

出願年月日：25年3月12日 (指定国移行)

国内外の別：国外

名称：磁場観察装置及び磁場観察方法

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許

番号：PCT/JP2011/070146

出願年月日：23年9月5日

国内外の別：国外

○取得状況 (計1件)

名称：磁場観察装置及び磁場観察方法

発明者：齊藤 進、吉村 哲

権利者：秋田大学

種類：特許

番号：特許第4769918号

取得年月日：23年7月1日

国内外の別：国内

[その他]

ホームページ等

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

齊藤 進 (SAITO HITOSHI)

秋田大学・工学資源学研究科・教授

研究者番号：00270843

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

吉村 哲 (SATORU YOSHIMURA)

秋田大学・工学資源学研究科・准教授

研究者番号：40419429

木下 幸則 (YUKINORI KINOSHITA)

秋田大学・ベンチャービジネスラボラトリー

・特任助教

研究者番号：10635501