

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 13 日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2012～2015

課題番号：24360115

研究課題名(和文) マイクロ波照射・交番磁気力顕微鏡による磁性ナノ粒子集合体の微視的磁化反転観察

研究課題名(英文) High-resolution magnetic imaging of magnetic reversal for magnetic composite of nanoparticles by microwave assisted alternating magnetic force microscopy

研究代表者

齊藤 準 (SAITO, Hitoshi)

秋田大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00270843

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,600,000円

研究成果の概要(和文)：磁気記録分野では高密度化を図るための記録媒体材料の高保磁力化により従来の記録ヘッドでは書き込みが困難になってきている。この問題点を解決するために記録媒体にマイクロ波を照射して強磁性共鳴を起こさせることにより磁化反転磁場を低下させる記録方式(マイクロ波アシスト磁気記録方式)が提案されている。本研究では、磁気力顕微鏡において、マイクロ波領域での強磁性共鳴をナノスケールで観察できる手法を開発することを目的として、マイクロ波照射・交番磁気力顕微鏡の理論構築ならびに試作を行い、電場の影響を排除した高精度な磁場計測手法を開発することにより強磁性共鳴イメージングの可能性を示した。

研究成果の概要(英文)：In recent years, microwave assisted magnetic recording (MAMR) has been proposed for future high-density recording technology. To increase the thermal stability of high-density magnetic recording media, enhancement of coercivity (magnetic reversal field) is necessary for recording media. However, the magnetic field of magnetic writing head is not enough for writing high-coercivity media. This problem can be solved by MAMR to use the phenomenon that the generation of ferromagnetic resonance by applying microwave magnetic field causes the reduction of magnetic reversal field of recording media. High-resolution magnetic imaging of ferromagnetic resonance for MAMR media is very useful to develop the high density recording media. In the present study, we developed a high-resolution imaging method of ferromagnetic resonance by using our newly developed microwave assisted alternating magnetic force microscopy, which can exclude the artifact of electric field.

研究分野：磁気工学

キーワード：磁気力顕微鏡 高周波磁場計測 強磁性共鳴 磁性ナノ粒子 磁気記録媒体

### 1. 研究開始当初の背景

(1) 磁気記録分野で高密度化を図るための記録媒体材料の高保磁力化により従来の記録ヘッドでは書き込みが困難になってきている。この問題点を解決するために記録媒体にマイクロ波を照射して磁化反転磁場を低下させる記録方式(マイクロ波アシスト磁気記録方式)が提案されていた。

(2) 高密度磁気記録媒体は直径 5 nm 程度の磁性ナノ粒子が非磁性粒界層で取り囲まれた磁性ナノ粒子の集合体であり、さらなる高密度化を図るには、磁性結晶粒間の交換結合を抑制して磁氣的孤立性を高めノイズを低減することが必要である。このため、記録状態の磁区構造を高い空間分解能で観察し、磁氣的孤立性を評価することが重要であり、磁気力顕微鏡の高分解能化が強く求められていた。

(3) 磁気力顕微鏡は主に直流磁場の計測に用いられており、マイクロ波領域の交流磁場の計測においては、磁性体の強磁性共鳴を観察したものは皆無であった。また、強磁性共鳴が発生しないマイクロ波領域の交流磁場の計測においても、磁気力に電気力が重畳し、磁場のみの計測が困難であった。

### 2. 研究の目的

(1) 磁気力顕微鏡において、磁性ナノ粒子の交流磁場印加による磁場応答・磁化反転をナノスケールで観察できる手法を開発する。

(2) 磁気力顕微鏡において、マイクロ波領域の高周波磁場をナノスケールで計測できる手法を開発する。

(3) 磁気力顕微鏡において、マイクロ波領域での強磁性共鳴をナノスケールで観察できる手法を開発する。

### 3. 研究の方法

(1) 我々が先に提案した交番磁気力顕微鏡の手法(磁性探針と交流磁場との間に発生する交番磁気力を利用して磁性探針の共振周波数近傍に探針振動の変調スペクトルを発生させ、それを復調することで磁場を計測する)を、マイクロ波領域に拡張した計測理論を構築する。

(2) ナノスケールの空間分解能を実現するために、交番磁気力顕微鏡観察に用いる磁性探針の高分解能化を探針の先鋭化やハード磁気特性の向上により検討し、高い空間分解能を磁性ナノ粒子やその集合体に対して最初に低い周波数帯で実証する。

(3) 既設の交番磁気力顕微鏡にマイクロ波領域の高周波磁場源と強磁性共鳴周波数を調整するための直流磁場源を導入して、マイク

ロ波照射・交番磁気力顕微鏡を試作し調整する。

(4) 試作したマイクロ波照射・交番磁気力顕微鏡を用いて、種々の磁性ナノ粒子やその集合体について強磁性共鳴による磁化反転を観察する。

### 4. 研究成果

(1) マイクロ波照射・交番磁気力顕微鏡の理論構築を行い、強磁性共鳴周波数近傍でマイクロ波周波数を周期的に低い周波数で変調(周波数変調)させることで、磁気モーメントの歳差運動の角度を周期的に変化させ、歳差運動の回転軸方向の磁気モーメントが発生する低周波磁場を我々が先に提案した交番磁気力顕微鏡の手法を用いて高感度に検出することで、マイクロ波周波数領域で起こる強磁性共鳴現象を観察する手法を提案した。

(2) マイクロ波照射前の低周波数領域において、粒径 20 nm 程度の酸化鉄・強磁性ナノ粒子に交流磁場を印加して、ナノ粒子の磁気モーメントの磁化回転を誘起してナノ粒子を交流磁場源とすることで、高感度な磁場計測を行う手法を開発した。本手法により、磁性ナノ粒子 1 個においても、磁場の沸き出し箇所と吸い込み箇所の磁気力顕微鏡観察が可能となり、交流磁場印加に伴う磁性ナノ粒子の磁気モーメントの方向変化も捉えることが可能となった。さらにナノ粒子に交流磁場と同時に直流磁場を印加することで、ナノ粒子の磁化反転挙動の観察も可能とした。本手法は磁性ナノ粒子 1 個の漏洩磁場の観察を世界で初めて磁気力顕微鏡で可能としたものであり、高密度磁気記録媒体を初めとした磁性ナノ粒子集合体の磁化容易軸の分散評価に重要な技術となると考えられる。

(3) マイクロ波照射・交番磁気力顕微鏡の試作を行い、磁気力顕微鏡に導波管で給電するタイプのスリットアンテナを設置し、スリットアンテナの板面でマイクロ波磁場と直交する方向に直流磁場を印加するための電磁石を設置した。発生できるマイクロ波の周波数範囲は 8.2 ~ 12.4 GHz であり、直流磁場の最大値は 3.0 kOe である。

(4) 導電性の顕微鏡探針に変調させたマイクロ波を印加すると、探針振動において加振周波数のスペクトルから変調周波数だけ離れた位置に側帯波のスペクトルが発生することがわかった。マイクロ波の変調時の中心周波数を変化させたと、スリットアンテナで強度が最大になるスリットアンテナの中心周波数において振幅変調の場合は側帯波の強度が最大となった。周波数変調の場合はスリットアンテナの中心周波数において側帯波の強度がゼロになり、スリットアンテナ

の中心周波数の前後で側帯波の強度が最大となることがわかった。この現象は、マイクロ波電場が励振する導電性探針の電荷とマイクロ波電場との相互作用により起こることを定式化により解明した。

(5) 上記のマイクロ波電場の効果がマスクされるスリットアンテナの中心周波数で周波数変調させたマイクロ波を磁性体試料に照射し、直流磁場を変化させて強磁性共鳴を検出することにより、電場の影響を排除したマイクロ波磁場による高精度な強磁性共鳴イメージングが可能になると考えられる。

(6) その他、強磁性共鳴イメージングに用いる磁性探針や試料の候補材料について基礎的な磁気特性を明らかにした。

#### 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6件)

Y. Zheng, S. Yoshimura, G. Egawa, Fu Zheng, Y. Kinoshita and H. Saito, Pulsed magnetic field magnetic force microscope and evaluation of magnetic properties of soft magnetic tips, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 査読有, Vol. 48, 2015, 335006- 335010

E. Arima, Y. Naitoh, Y. J. Li, S. Yoshimura and H. Saito, H. Nomura, R. Nakatani and Y. Sugawara, Magnetic force microscopy using tip magnetization modulated by ferromagnetic resonance, *Nanotechnology*, 査読有, Vol. 26, 2015, 125701 -125706

Z. Li, Xiang Li, D. Liu, H. Saito and S. Ishio, Near surface magnetic domain observation with ultra-high resolution, *Nanoscale*, 査読有, Vol. 6, 2014, 11163-11168

X. Li, Z. Li, D. Pan, S. Yoshimura and H. Saito, Dynamic nanomagnetism characterization of individual magnetic nanoparticles by frequency-modulated magnetic force microscopy, *Applied Physics Letters*, 査読有, Vol. 104, 2014, 213106

X. Li, Z. Li, D. Pan, S. Yoshimura and H. Saito, A new method: study on individual magnetic nanoparticles by frequency-modulated magnetic force microscopy, *IEEE Transactions on Magnetics*, 査読有, Vol. 50, 2014,

6500404

F. Zheng, S. Yasui, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, Fabrication of high-coercivity FePt-MgO tips for magnetic force microscopy and direct measurement of tip-coercivity by pulse magnetic field, *Proceedings of the 7th International Conference of Materials Engineering for Resources (ICMR 2013) AKITA*, 査読無し, Vol. 1, 2013, 239-243

[学会発表](計28件)

K. Srinivasa Rao, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, High resolution magnetic imaging of perpendicular magnetic recording media by near-surface alternating magnetic force microscopy with amorphous FeCoSiB tip, 第63回応用物理学会春季学術講演会, 2016年3月21日, 東京工業大学(東京都目黒区)

K. Srinivasa Rao, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, Ultra high-resolution magnetic imaging of perpendicular magnetic recording media by near-surface alternating magnetic force microscopy with amorphous FeCoSiB tip, *Joint MMM-Intermag Conference*, January 14, 2016, San Diego, California, USA

K. Srinivasa Rao, 江川元太、木下幸則、吉村 哲、齊藤 準、ソフト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媒体の5 nm 分解能・直流磁場イメージング、第39回日本磁気学会学術講演会、2015年9月8日、名古屋大学(愛知県名古屋市)

水谷広志、K. Srinivasa Rao、Zheng Fu、吉村 哲、江川元太、木下幸則、齊藤 準、高保磁力 FePt 系探針の側面方向成膜による先端先鋭化と交番磁気力顕微鏡による磁気記録ヘッドの5 nm 分解能・交流磁場イメージング、第39回日本磁気学会学術講演会、2015年9月8日、名古屋大学(愛知県名古屋市)

K. Srinivasa Rao, S. Okayasu, H. Qi, F. Zheng, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, Ultra high-resolution magnetic imaging of perpendicular magnetic recording media by near-surface alternating magnetic force microscopy, *ICM 2015*, July 6, Barcelona, Spain

Y. Li, D. Zeng, H. Zhao, B. Du, J. Wei, S. Yoshimura, H. Saito and G. Li, Exchange

Springs in L10-FePt(110)/A1-FePt Bilayer Films, Intermag 2015, May 14, 2015, Beijing, China

Y. Zheng, S. Yoshimura, G. Egawa, F. Zheng, Y. Kinoshita and H. Saito, Pulse field applied magnetic force microscopes and evaluation of tip magnetic properties, 59th MMM Conference, 2014. 11. 4, Honolulu, Hawaii, USA

X. Li, W. Lu, Z. Li, D. Pan, S. Yoshimura and H. Saito, Direct identification of individual magnetic nanoparticles by frequency-modulated magnetic force microscopy, 59th MMM Conference, 2014.11.4, Honolulu, Hawaii, USA

Z. Li, X. Li, W. Lu, D. Liu and H. Saito, Magnetic domain quantification in La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> polycrystalline films using magnetic force microscopy (MFM), 59th MMM Conference, 2014.11.4, Honolulu, Hawaii, USA

S. Nakayama, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, Near-contact magnetic field imaging of hard magnetic FePt films by alternating magnetic force microscopy with high-susceptibility superparamagnetic Ag-Co tip, 59th MMM Conference, 2014.11.4, Honolulu, Hawaii, USA

H. Qi, 岡安慎介, F. Zheng, 江川元太, 木下幸則, 吉村 哲, 齊藤 準, 磁気力顕微鏡におけるソフト磁性探針の交流磁場応答を用いた性能評価方法の提案, 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 2014 年 9 月 4 日, 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市)

伊集院寛仁, 滝口史典, 江川元太, 木下幸則, 吉村 哲, 齊藤 準, ソフト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交流磁場イメージング, 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 2014 年 9 月 4 日, 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市)

岡安慎介, F. Zheng, H. Qi, K. Srinivasa Rao, 江川元太, 木下幸則, 吉村 哲, 齊藤 準, 交番磁気力顕微鏡におけるソフト磁性探針の性能評価と磁気記録媒体の高分解能直流磁場観察, 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 2014 年 9 月 4 日, 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市)

郑 富, 江川元太, 吉村 哲, 鄭 仰東, 木下幸則, 齊藤 準, 磁気記録ヘッドの強い交流磁場観察に適した高保磁力・磁気力顕

微鏡探針の開発とパルス磁場を用いた探針保磁力評価, 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 2014 年 9 月 4 日, 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市)

J. Lu, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and H. Saito, Simultaneous imaging of electric and magnetic field on (Bi<sub>0.6</sub>Ba<sub>0.4</sub>)FeO<sub>3</sub> multiferroic films by alternating force microscopy, INTERMAG 2014, 2014.5.7, Dresden, Germany

F. Zheng, S. Yoshimura, Y. Zheng, G. Egawa, Y. Kinoshita and H. Saito, Fabrication of high-coercivity FePt-MgO tips for magnetic force microscopy and direct measurement of tip-coercivity by pulse magnetic field, INTERMAG 2014, 2014.5.7, Dresden, Germany

H. Saito, Development of alternating magnetic force microscopy and its application to advanced magnetic materials and devices, 2nd International Powder Metallurgy and Advanced Materials Conference, 2013.12.7, Shanghai, China

H. Saito, Y. Kinoshita, G. Egawa, S. Yoshimura, Alternating magnetic microscopy: high-frequency magnetic field measurement by excitation of soft magnetic tip, 58th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, 2013.11.7, Denver, Colorado, USA

木下幸則, 江川元太, 吉村 哲, 齊藤 準, 交番磁気力顕微鏡を用いた探針磁化励磁による高周波磁場計測, 第 37 回日本磁気学会学術講演会, 2013.9.3, 北海道大学 (北海道札幌市)

齊藤 準, 木下幸則, 江川元太, 吉村 哲, 野村 光, 中谷亮一, 交番磁気力顕微鏡を用いた磁場の絶対値計測法の提案, 第 37 回日本磁気学会学術講演会, 2013.9.3, 北海道大学 (北海道札幌市)

①齊藤 準, 安井慎也, 江川元太, 吉村 哲, 木下幸則, 交番磁気力顕微鏡を用いた交流磁場のストロボ磁場イメージング, 第 60 回応用物理学会春季学術講演会, 2013.3.30, 神奈川県川工科大学 (神奈川県厚木市)

②H. Saito, X. Li, Y. Kinoshita, G. Egawa, S. Yoshimura, G. Li, W. Lu, and B. Yan, AC magnetic field assisted alternating , force microscopy: Imaging of magnetic field response of soft magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano Particles, 12th Joint MMM/Intermag

Conference, 2013.1.18, Chicago, Illinois, USA

⑳ H. Saito, Development of alternating magnetic force microscopy for detecting vector magnetic field near sample surface with high spatial resolution, ICAUMS 2012, 2012年10月4日, 奈良県新公会堂(奈良県奈良市)

㉑ S. Yasui, K. Kamachi, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito, High AC magnetic field imaging for a perpendicular magnetic writing head: Fabrication of high-coercivity FePt-MgO tip for frequency-modulated magnetic force microscopy (FM-MFM), ICAUMS 2012, 2012年10月4日, 奈良県新公会堂(奈良県奈良市)

㉒ Z. Li, K. Hatakeyama, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito, Stroboscopic imaging of AC magnetic field for a perpendicular magnetic writing head by using frequency-modulated magnetic force microscopy(FM-MFM), 2012年10月4日, 2012年10月2日, 奈良県新公会堂(奈良県奈良市)

㉓ Y. Kinoshita, K. Hatakeyama, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito, Alternating magnetic field spectroscopy: Fourier imaging of AC magnetic field for magnetic writing head, 2012年10月4日, 2012年10月2日, 奈良県新公会堂(奈良県奈良市)

㉔ S. Okayasu, R. Ito, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, 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年10月2日, 2012年10月4日, 奈良県新公会堂(奈良県奈良市)

㉕ H. Saito, Alternating magnetic force microscopy: direction detectable imaging of static and alternating magnetic field with high spatial resolution, ICM 2012, 2012.7.12, Busan, Korea

〔図書〕(計1件)

齊藤 準、木下幸則 他(分担執筆) 丸善出版、磁気便覧、2016、888(457-459)

〔産業財産権〕

出願状況(計12件)

名称：強磁場計測および磁場測定用磁気力顕微鏡用探針、ならびに、強磁場発生試料の

磁場観察方法および装置

発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：PCT/JP2015/072969

出願年月日：平成27年8月14日

国内外の別：国外

名称：磁性体の磁気特性の測定装置および測定方法

発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則、ヤンドンツァン

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：特願2015-074471

出願年月日：平成27年3月31日

国内外の別：国内

名称：強磁場発生試料の磁場観察方法および装置

発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：特願2014-165492

出願年月日：平成26年8月15日

国内外の別：国内

名称：強磁場計測および磁場値測定用磁気力顕微鏡探針

発明者：吉村 哲、齊藤 準

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：特願2014-165435

出願年月日：平成26年8月15日

国内外の別：国内

名称：磁気力顕微鏡および磁気力顕微鏡の制御用磁場調整方法

発明者：齊藤 準、木下幸則、吉村 哲

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：特願2014-129187

出願年月日：平成26年6月24日

国内外の別：国内

名称：磁気力顕微鏡用探針の評価装置および評価方法

発明者：齊藤 準、木下幸則、吉村 哲

権利者：国立大学法人秋田大学

種類：特許

番号：特願2014-107632

出願年月日：平成26年5月24日

国内外の別：国内

名称：磁気力顕微鏡用探針およびその製造方法

発明者：吉村 哲、齊藤 準、川村 博、伊藤 亮

権利者：国立大学法人秋田大学、日東光器株式会社

種類：特許  
番号：特願 2014-038250  
出願年月日：平成 26 年 2 月 28 日  
国内外の別：国内

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：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：特願 2013-004025  
出願年月日：平成 26 年 1 月 1 日  
国内外の別：国内

名称：電気力 / 磁気力顕微鏡および電場 / 磁場同時測定方法  
発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則  
権利者：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：特願 2014-016131  
出願年月日：平成 26 年 1 月 30 日  
国内外の別：国内

名称：交流磁場測定装置および交流磁場測定方法  
発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則  
権利者：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：特願 2013-181710  
出願年月日：平成 25 年 9 月 2 日  
国内外の別：国内

名称：交流磁場測定装置および交流磁場測定方法  
発明者：齊藤 準、吉村 哲、木下幸則  
権利者：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：特願 2013-180807  
出願年月日：平成 25 年 8 月 31 日  
国内外の別：国内

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：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：特願 2013-004025  
出願年月日：平成 25 年 1 月 11 日  
国内外の別：国内

取得状況（計 1 件）

名称：交流磁場の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 準、吉村 哲  
権利者：国立大学法人秋田大学  
種類：特許  
番号：米国特許番号 9222914  
出願年月日：平成 26 年 3 月 26 日  
取得年月日：平成 27 年 12 月 29 日

国内外の別：国外

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

齊藤 準 (SAITO, Hitoshi)  
秋田大学・大学院工学資源学研究所・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 (YOSHIMURA, Satoru)  
秋田大学・大学院工学資源学研究所・  
准教授  
研究者番号：40419429

木下 幸則 (KINOSHITA, Yukinori)  
秋田大学・大学院工学資源学研究所・助教  
研究者番号：10635501