

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 8 日現在

機関番号：32641

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420294

研究課題名(和文) 磁気力顕微鏡の高分解能化および磁性材料磁化状態とナノ構造解析に関する研究

研究課題名(英文) Research on high-resolution magnetic force microscopy and magnetization nanostructure analysis of magnetic materials

研究代表者

二本 正昭 (FUTAMOTO, MASAOKI)

中央大学・理工学部・教授

研究者番号：70384732

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、(a)磁気力顕微鏡探針の分解能を向上する技術(分解能 6 nm)、(b)反転磁界特性を増大できる探針構造技術を開発し、これらの技術を組み合わせることにより、(c)高分解能(<10 nm)と高反転磁界特性(>1 kOe)を両立させた磁性探針の実現が可能であることを示した。さらに極薄保護膜被覆により(d)耐食性(>5倍)と耐摩耗性(>3倍)を改良した実用性に優れた磁性探針を実現した。本研究により、nmレベルで超高密度磁気記録媒体などの構造と磁化状態の相関解析が可能となった。今後、磁性材料改良指針を明確化するため有効活用が期待される。

研究成果の概要(英文)：Magnetic tip technology that enables high-resolution magnetic force microscopy has been developed. The technology includes tip structures, (a) for achieving special resolution of 6 nm level, (b) for increasing the magnetic switching field to 6 kOe, and (c) for achieving both the high-resolution (<10 nm) and the high-switching field (>1 kOe). By applying very thin protective layers to magnetic tips, it is demonstrated that chemical stability and mechanical strength can be greatly improved to be more than 5 and 3 times in comparison with those of tips with no protection layers, respectively. The technologies developed in the present study are useful for the investigation of inter-relationships between nanostructure and magnetization structure of various magnetic materials.

研究分野：工学

キーワード：磁気力顕微鏡 電気・電子材料

1. 研究開始当初の背景

情報記録装置に用いられているハード磁気ディスクの大容量化を背景に、磁気記録媒体の高密度化が進行中であった。高密度化に対応して、磁気記録最小単位であるビット寸法は1Tb/in²で23-18nm、4Tb/in²で16-10nm程度に縮小化されることが予測されていた。

超高密度記録状態における記録磁化情報の安定性や信号強度確保の指針を得るため、磁気力顕微鏡(Magnetic Force Microscope: MFM)を用いた検討が行われていた。MFM技術は記録ビットの磁化状態観察と同様に表面形態観察もできるため、磁気記録媒体のnmレベルの形態と磁化状態の関係を比較的簡単に調べられるという特長があり、関連企業や研究機関で幅広く活用されてきていた。MFMの性能は観察プローブに使用される磁性探針に依存する。MFMの観察分解能は改善が進行中であったが、市販磁性探針で20nm程度、研究室レベルで開発された磁性探針で10nm程度に留まっていた。研究開発段階にある磁気記録媒体観察では、分解能を7nm以下まで向上する必要があった。また、エネルギー関連の機能材料としてその重要性が増大していた永久磁石では、強力な磁石を開発するため磁性材料の磁区構造をサブミクロンレベルで高精度解析する技術が求められていた。市販の磁性探針では、しかしながら永久磁石から発生する強力な磁界の影響で探針の磁化が反転し、安定した磁区構造解析が困難になる問題が生じていた。MFMで使用する磁性探針の分解能特性と反転磁界特性を向上させる必要性が増大していた。さらに磁性材料は腐食し易く機械強度も大きくないため、磁性探針の保存性や耐久性が不十分であるという問題点が顕在化していた。

2. 研究の目的

本研究では、磁気記録媒体などの磁性材料の磁化状態を高分解能で観察できるMFMの高性能化を図り、磁化状態と微細構造の関係を調べることで、将来の超高密度磁気記録媒体や磁石材料の改良指針を得ることができるようになることを目的とした。

MFM特性を決定付ける新規な探針探針を検討することにより、(1)高分解能特性を実現するための構造、(2)高反転磁界特性を実現するための構造、そして(3)高分解能特性と高反転磁界特性を両立させるための構造、を明らかにすることを目的とした。さらに(4)磁性探針の保存性と耐摩耗性を向上させるための探針構造の検討も目的とした。さらに研究を通して開発した高分解能な磁性探針を活用して(5)超高密度磁気記録媒体などの磁性材料の磁化状態とナノ微細構造の相関解析を行ない、磁性材料改良指針を得る可能性を検討した。

3. 研究の方法

(1) 高分解能特性を実現する探針構造
半導体プロセスで大量生産されているSi非磁性探針に強磁性金属を被覆形成する技術を活用した。大きな磁束密度(B_s)を持つFe、Co、Fe-Co合金などを非磁性Si探針に被覆し、材料種、膜厚、被覆条件などを系統的に調べて、7nm以下の高分解能特性を得るための探針構造を探索した。磁性膜被覆法としてスパッタ法と真空蒸着法を使用し、製膜法が探針特性に及ぼす影響も検討した。

(2) 高反転磁界を実現するための探針構造
高反転磁界特性は被覆磁性膜の高保磁力と関連する。高い磁気異方性(K_u)を持つ磁性材料である規則合金、磁性多層膜について被覆膜厚、温度などの被覆条件と反転磁界および分解能の関係を系統的に検討した。高い温度で磁性膜形成すると磁性材料とSi非磁性探針の化学反応や探針形状の制御困難化も想定されるため、極力低い温度条件での磁性膜被覆を目指した。

(3) 高分解能特性と高反転磁界特性を両立させた探針構造
上記(1)、(2)の検討結果を踏まえて、高分解能特性(≤ 10 nm)と高反転磁界特性(≥ 1 kOe)を併せ持つ磁性探針の構造と形成条件を検討した。高Ku材料と大きな B_s を持つ磁性材料のハイブリッド積層被覆技術を検討した。

(4) 磁性探針の保存性と耐摩耗性を向上させた探針構造
硬質の極薄保護膜で磁性探針表面を被覆することにより、磁性材料の酸化腐食を防ぐとともに、摩耗耐久性の向上を目指す。保護膜材料として磁気記録媒体などで検討されてきたC、Si-C、Si-Nなどを活用した。

(5) 磁性材料の磁化状態とナノ微細構造の相関解析
本研究により開発された高分解能特性を持つ磁性探針を超高密度磁気記録媒体などの磁区構造観察に適用し、透過電子顕微鏡などで観察した微細構造との関係を調べた。磁区構造と磁性材料微細構造の相関解析により、磁性材料改良検討における有用性検証を行った。

4. 研究成果

(1) 高分解能特性を実現する探針構造
高 B_s を持つCo、Feなどを先端曲率4nm程度のSi探針に10-20nm厚さ被覆して作製した磁性探針で6.5-6.8nmの高分解能特性を得た。スパッタ法とMBE法で作製した磁性探針の分解能特性には差はなく、製膜法の影響は小さいことも明らかにした。高 B_s 磁性膜の被覆膜厚の最適化により、5nm以下の分解能が実現できる可能性を示した(Key Eng. Mater., 644 (2015), pp. 189)。

(2) 高反転磁界を実現するための探針構造

高 K_u 材料として低基板温度で膜形成が可能な $L1_1$ -CoPt 規則合金, Co と Pd, Pt の積層膜を被覆磁性膜として検討した。 $L1_1$ -CoPt 膜を 10 - 80 nm 厚とすると反転磁界 (H_{sw}) が 1.5 - 2.8 kOe, 200 nm 被覆で 6 kOe まで増大できることが分かった (EPJ Web Conf., 75 (2014) article 06007)。Co/Pt および Co/Pd 積層膜では 20 nm 膜厚被覆で H_{sw} を 1 kOe 以上に増大できた (Key Eng. Mater., 605 (2014) pp. 465)。これらの検討により、高 H_{sw} 磁性探針構造の設計指針を明確化することができた。

(3) 高分解能特性と高反転磁界特性を両立させた探針構造

高 B_s 材料として Fe, 高 K_u 材料として $L1_1$ -CoPt を積層被覆して形成した磁性探針構造を検討した。積層膜厚 20 nm として膜厚比変化により、分解能 11.0 - 8.2 nm、反転磁界 1.5 - 0.5 kOe の範囲で制御できることが分かった (AIP Advances, 6 (2016) article 056506)。この結果、10 nm 以下の高分解能特性を確保して 1 kOe 以上の高 H_{sw} 特性を持つ磁性探針を実現する技術を開発した。

(4) 磁性探針の保存性と耐摩耗性を向上させた探針構造

磁性探針表面に C, S-C, Si-N などの硬質材料を極薄 (2 nm) 被覆することにより、未被覆の磁性探針に比べて耐食性を 5 倍、摩耗耐久性を少なくとも 3 倍増大できることを明らかにした (J. Mag. Soc. Japan., 40 (2016) pp.45)。保護膜被覆による分解能低下は 2 nm 以下であり、この結果、高分解能 (≤ 10 nm) 特性を持つ実用性に優れた磁性探針技術を開発した。

(5) 磁性材料の磁化状態とナノ微細構造の相関解析

本研究で開発した高分解能で高反転磁界特性を持つ磁性探針を超高密度垂直磁気記録媒体の磁化状態解析に適用し、媒体微細構造との相関解析を行った。これにより磁性材料膜の技術改良指針を得ることが可能となり、本開発技術の有用性を確認した (Plenary talk, MISM-2014, July 1, 2014, Moscow (Russia))。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 15 件)

(1) Keiichi Kato, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino, and Nobuyuki Inaba, "Effect of oxidation protection layer on the performance of magnetic force microscope tip", 査読有 J. Magn. Soc. Japan., 40 (2016) 45-50.

(2) Ryo Nagatsu, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino and Nobuyuki

Inaba, "Spatial resolution and switching field of magnetic force microscope tips prepared by coating Fe/Co-Pt layers", 査読有 AIP ADVANCES 6, 056503 (2016), 1-7, <http://dx.doi.org/10.1063/1.4944397>

(3) Masaaki Futamoto and Mitsuru Ohtake, "Improvement of magnetic force microscope performance by tuning the coating material of sensor tip", 査読有 Key Eng. Mater., 644 (2015) 189-195, <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.644.189>

(4) Mitsuru Ohtake, Daisuke Suzuki, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino, Nobuyuki Inaba, "Influence of thickness on the metastable ordered phase formation in CoPt and Co₃Pt alloy films", 査読有 J. Magn. Soc. Japan., 39 (2015) 15-20.

(5) Ryo Suzuki, Shinji Ishihara, Mitsuru Ohtake, and Masaaki Futamoto, "Fabrication of tips for magnetic force microscopy employing magnetic multilayer structures", 査読有 Key Eng. Mater., 605 (2014) 465-469, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.605.465

(6) Shinji Ishihara, Mitsuru Ohtake, and Masaaki Futamoto, "Switching fields of high-resolution magnetic force microscope tips coated with Co, Co₇₅Pt₁₀Cr₁₅, Co₇₅Pt₂₅, and Co₅₀Pt₅₀ films", 査読有 EPJ Web Conf. 75 (2014) article 06007, pp. 1 - 4, <http://dx.doi.org/10.1051/epjconf/20147506007>

〔学会発表〕(計 25 件)

(1) Masaaki Futamoto, Kei Kato, Yuma Tomita, and Mitsuru Ohtake, "Durability improvement of high-resolution MFM tips", International Conference of the Asian Union Magnetic Societies (ICAUMS 2016), August 2, 2016, Tainan (Taiwan).

(2) Ryo Nagatsu, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino, and Nobuyuki Inaba, "Spatial resolution and switching field of magnetic force microscope tips", 13th Joint MMM-Intermag Conference, January 12, 2016, San Diego (USA).

(3) Mitsuru Ohtake, Daisuke Suzuki, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino, Nobuyuki Inaba, "Preparation of $L1_1$ -CoPt/MgO/ $L1_1$ -CoPt tri-layer film on Ru(0001) underlayer", 13th Joint MMM-Intermag Conference, January 12, 2016, San Diego (USA).

(4) Masaaki Futamoto, "Improvement of magnetic force microscope performance by tuning the coating material of sensor tip; Plenary talk" 4th International Conference on Materials and Applications for Sensors and Transducers (IC-MAST 2014),

June 10, 2014, Bilbao (Spain).

(5) Masaaki Futamoto and Mitsuru Ohtake, “Development of media nanostructure for perpendicular magnetic recording; Plenary talk”, The Moscow International Symposium on Magnetism (MISM-2014), July 1, 2014, Moscow (Russia).

(6) Masaaki Futamoto and Mitsuru Ohtake, “Design and Fabrication of Magnetic Tips for High Resolution Magnetic Force Microscopy; Invited talk”, November 22, 2014, Orlando (USA).

(7) Keiichi Kato, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Nobuyuki Inaba, and Fumiyoshi Kirino, “Effect of Carbon Protection Layer on the Performance of Magnetic Force Microscope Tip”, 10th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators (EMSA 2014), July 8, 2014, Vienna (Austria).

〔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〕

ホームページ等

<http://www.elect.chu-u.ac.jp/futamoto/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

二本 正昭 (FUTAMOTO MASA AKI)

中央大学・理工学部・教授

研究者番号：70384732