

# 超常磁性探針を用いた磁場計測方向を固定した 交番磁気力顕微鏡による永久磁石の直流磁場イメージング

中山翔太, 江川元太, 木下幸則, 吉村哲, 齊藤準  
(秋田大学)

Static magnetic field imaging of permanent magnet by alternating magnetic force  
with a fixed measuring direction of superparamagnetic tip

S. Nakayama, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, H. Saito  
(Akita Univ.)

**はじめに** 我々は、試料表面近傍での磁場計測が可能な交番磁気力顕微鏡 (A-MFM) を開発し、ソフト磁性探針を用いて、高密度磁気記録媒体の直流磁場の高分解能観察に成功している<sup>1),2)</sup>。A-MFM は励振させた探針にその共振周波数と異なる交流磁場を印加して、探針磁化を周期的に変化させて探針試料間に非共振の交番磁気力を発生させ、この交番磁気力が誘起する探針振動の周波数変調現象を利用して、試料からの直流磁場を計測する。しかしながら、永久磁石等の極めて強い直流磁場を発生する試料の観察時には、ソフト磁性探針では、1) 強い磁気力のため表面凹凸像の取得が困難、2) 探針磁化が試料からの直流磁場により飽和し、周波数変調現象が生じない、等の問題があり、探針磁化が適切な値を持ち飽和しない探針が必要になる。これを満たす探針として超常磁性探針がある<sup>3)</sup>。超常磁性探針は残留磁化がなく、磁場印加方向のみに探針磁化が発生するので探針に印加する交流磁場の方向を磁場計測方向とした直流磁場計測が可能になる<sup>4)</sup>。本研究では高い磁化率を有するグラニューラー構造の FeCo(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 超常磁性探針を用いて、A-MFM により永久磁石の磁場イメージングを行った結果を報告する。

**方法** FeCo(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)系グラニューラー合金薄膜を、先端がピラミッド形状の Si 探針に 100 nm 成膜して超常磁性探針を作製した。A-MFM は市販の走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立ハイテクサイエンス製)に、交流磁場源として最大印加磁場が 3 kOe の電磁石、周波数復調器、ロックインアンプ等を加えて構成した。電磁石の交流磁場は試料面に垂直方向に印加した。観察試料として市販の FeNdB 磁石板および自作した FePt 磁石厚膜(膜厚 300 nm)を用い、探針試料間距離を種々変化させて直流磁場観察を行った。探針に印加した交流磁場の周波数は 89 Hz、振幅は 300 - 3000 Oe の範囲で変化させた。

**結果** Fig. 1 に、膜面垂直方向に直流消磁した NdFeB 等方性磁石板の (a)表面凹凸像, (b)磁場強度像(ロックインアンプの振幅像), (c)磁場極性像(ロックインアンプの位相像), (d)磁場強度像のラインプロファイル, (e)磁場極性像のラインプロファイルを示す。探針に印加した交流磁場振幅は 3000 Oe、探針試料間距離は約 1500 nm である。FeNdB 磁石板は観察前に表面を研磨した。磁石板の厚さは 0.6 mm である。(c)の磁場極性像に見るように明暗の磁場の向上きと下向きに対応する消磁状態を反映した明瞭な垂直方向の磁場像が得られている。垂直磁場の強度がゼロの線(暗線)を境として位相が 180°変化する磁場極性の反転も明瞭に観察される。この暗線は、隣接する結晶粒の垂直磁化成分が反転している結晶粒界付近に表れたものと推察され、FeNdB 試料の結晶粒径は 10 μm 程度と見積もられる。結晶粒径の大きな観察試料においては、探針試料間距離を減少させると結晶粒の中央部で磁場勾配が減少するので、結晶粒界付近の磁気力信号が主となる像に変化する。なお、(e)の磁場極性像のラインプロファイルでは、位相が一定値の同極性の領域でノイズが非常に小さい。これらの結果は、ソフト磁性探針では交流磁場印加により探針磁化が回転するのと異なり、超常磁性探針では探針磁化の大きさが交流磁場の印加方向である試料面に垂直方向のみで時間変化するので、計測する直流磁場の方向が印加する交流磁場方向で決定できることを示している。講演では、永久磁石観察における汎用の磁気力顕微鏡と比較した交番磁気力顕微鏡の特徴の詳細を紹介する。

**参考文献** 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 109, 07E330 (2011). 2) 岡安 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-5 (2014). 3) 吉村 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-6 (2014). 4) 中山 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-10 (2014).

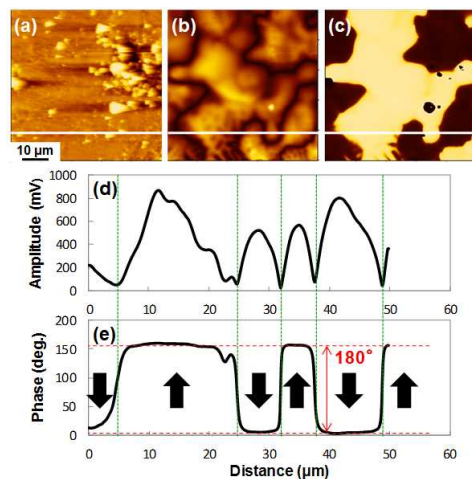


Fig.1 (a) topographic image, (b) amplitude image, (c) phase image, (d) line profile of amplitude image and (e) line profile of phase image for a NdFeB plate shaped magnet.

# 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

水谷広志, K. Srinivasa Rao, 郑 富, 吉村 哲, 江川元太, 木下幸則, 齊藤 準  
(秋田大学)

Effective directional sputtering deposition of FePt sharp end tips for 5nm resolution imaging of writing head by alternating magnetic force microscopy

H. Mizutani, K. Srinivasa Rao, F. Zheng, S. Yoshimura, G. Egawa, Y. Kinoshita, H. Saito  
(Akita University)

**はじめに** 我々はこれまで試料表面近傍での磁場観察が可能な交番磁気力顕微鏡(A-MFM)を開発し、ハード磁性探針を用いて磁気記録ヘッド等の交流磁場観察を行ってきた<sup>1),2)</sup>。A-MFMを用いた交流磁場計測は、ハード磁性探針にその共振周波数と異なる正弦波磁場を印加することで探針振動に発生する周波数変調(FM)を利用して行う。現在開発が進められている強磁場を発生する磁気記録ヘッドの交流磁場観察を高い空間分解能で行うためには、これまで開発した保磁力が 10 kOe 程度の FePt ハード探針に対して、更なる高保磁力化および先端先鋭化が必要不可欠である。昨年我々は、FePt 薄膜の高保磁力化のために、1) MgO 添加によるグラニューラー構造化、2) FePt 結晶粒の膜面内容易軸化のための低速昇温・長時間熱処理、3) 規則化促進のための成膜中 VHF プラズマ照射、を検討し、20 kOe 以上の膜面内保磁力を有する薄膜を得た<sup>3)</sup>。本研究では、先端先鋭探針を開発するために、専用の磁性探針製造装置を立ち上げ、本薄膜材料を用いて作製した探針を用いて、磁気記録ヘッドを観察し交流磁場勾配像の空間分解能を評価した。

**方法** FePt 系探針は、市販のピラミッド形状(先端径 10 nm)もしくは円錐形状(先端径 5 nm)の Si 探針に、イオンガンにより 4 nm 程度の表面酸化膜(FePt 系薄膜の規則化熱処理時の Si 探針母材との合金化を防止する拡散防止層)を形成し、大気に曝すことなく FePt と MgO の同時スパッタリング法で成膜して作製した。磁性膜厚は 15 - 30 nm, MgO 添加量は 35 vol.%, 規則化のための熱処理は、昇温速度を 0.1°C/秒, 700°Cでの保持時間を 120 分, とした。A-MFM は市販の大気中で観察可能な走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立/テックインズ製)に、周波数復調器(PLL 回路)およびロックインアンプを追加して構成した。交流磁場計測は、最初に表面凹凸を計測した後、探針を表面凹凸に応じて 4 nm リフトさせて行った。磁気記録ヘッドの励磁電流は、30 mA, 211 Hz とした。

**結果** Fig.1 に、(a) 磁性探針製造装置の模式図、(b) 本装置を用いて Si 探針表面の酸化および 30 nm の FePt-MgO 薄膜の成膜を施した探針の SEM 像、を示す。比較の為、(c) 試料とターゲットが対向する一般的な成膜装置を用いて作製した探針の SEM 像も示す。一般的な装置を用いた場合に比べ、1) 探針母材の先端先鋭を損なうことなく磁性薄膜を成膜できること、図では示していないが、磁性薄膜を非常に薄くしても Si 探針表面の薄膜被覆率が高いことから、2) 探針母材に均一に成膜できること、が確認された。その要因は、(a)の模式図に示すように、1) 探針へのスパッタリングが全て一定角度の側面方向からであり、かつ探針が成膜中に回転していること、2) 拡散防止層形成・磁性薄膜成膜の連続プロセスが可能であること、によるものと考えられる。

Fig.2 に、磁気記録ヘッドを、本装置で作製した FePt 系探針を用いて観察した、(a) 表面形状像、(b) 磁場強度像、(c) 磁場極性像、それらのラインプロファイル(d), (e), (f)を示す。探針は、円錐形状 Si 探針に FePt-MgO 薄膜を 15 nm 成膜したのものを用いた。観察前に、探針の磁化が試料面垂直になるように着磁した。強度像から主磁極で強い交流磁場の発生が観察でき、極性像における 180°の位相変化から主磁極周辺での垂直磁場の極性変化が明瞭に観察できる。空間分解能を、主磁極付近のラインプロファイルの空間スペクトラムから磁気力信号がホワイトノイズレベルと等しくなる最小波長の半値と定義して求めると 5 nm 程度であった。

**参考文献** 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 107, 09D309 (2010). 2) S. Yasui et al., ICAUMS2012, 4pPS-118 (2012). 3) F. Zheng 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-3 (2014).

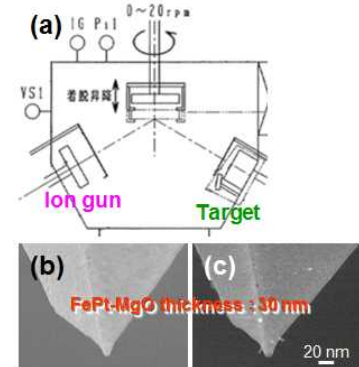


Fig. 1 (a) Schematic figure of a sputtering system for MFM tip fabrication, SEM images of FePt-MgO tips fabricated by the sputtering system (b) and typical sputtering system (c).

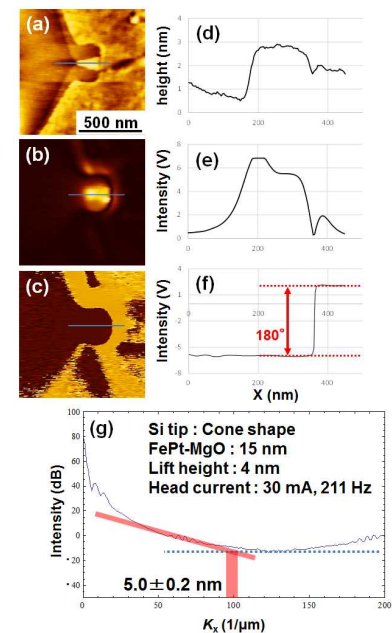


Fig. 2 Topographic image (a), amplitude image (b), and phase image (c) of the AC magnetic field, and their line profiles (d), (e), and (f). The power spectrum of amplitude image (g).

# 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

K. Srinivasa Rao, 江川元太, 木下幸則, 吉村哲, 齊藤準  
(秋田大学)

5 nm-resolution imaging of perpendicular magnetic recording media  
by alternating magnetic force with a soft magnetic tip

K. Srinivasa Rao, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, H. Saito  
(Akita Univ.)

**はじめに** 近年、磁気記録媒体の高密度化に伴い、磁気力顕微鏡 (MFM) には空間分解能の向上が強く求められている。我々は空間分解能向上に有効となる試料表面近傍の磁場計測が可能な交番磁気力顕微鏡 (Alternating magnetic force microscope : A-MFM)<sup>1)</sup>を開発し、媒体の直流磁場計測の高分解能化を進めている。A-MFM を用いた直流磁場計測では、加振させたソフト磁性探針に、探針の共振周波数と異なる周波数の交流磁場を印加することで探針試料間に発生する非共振の交番磁気力が、探針振動に周波数変調を引き起こす現象を利用する。A-MFM の高分解能化には計測感度が高く先鋭なソフト磁性探針の開発が重要となる。昨年、我々は新たに提案した交流磁場応答性による探針性能評価法<sup>2)</sup>を用いて、探針用のソフト磁性材料の探索を行い、FeCoB 系非晶質ソフト磁性探針が 100 Oe 以下の低い飽和磁場と高い計測感度を示すことを見出した<sup>3)</sup>。同時にこの探針を励磁するための小型のフェライトコアを開発した。さらに本研究では、先鋭な高分解能ソフト磁性探針の作製を、磁性膜を Si 探針母材の側面方向から均一に成膜できるスパッタリング装置を用いて検討した。この探針を用いて垂直磁気記録媒体を観察した結果、5 nm の空間分解能が安定して得られたので、その詳細を報告する。

**方法** FeCoSiB 系非晶質ソフト磁性探針を、先端形状が異なる種々の Si 探針に磁性膜を成膜して作製した。A-MFM は市販の走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立メテックインス製)に、交流磁場源として前述のフェライトコア、周波数復調器、ロックインアンプ等を加えてプロトタイプ機を開発した。フェライトコアの交流磁場は試料面に垂直方向に印加した。観察試料として CoCrPt-SiO<sub>2</sub> 垂直磁気記録媒体を用い、探針試料間距離約 2 - 3 nm として直流磁場観察を行った。探針に印加した交流磁場の振幅は 50 - 300 Oe, 周波数は 89 - 500 Hz の範囲で変化させた。

**結果** Fig. 1 に、探針に交流磁場の周波数を 89 Hz として強度を 100 - 300 Oe の範囲で変化させて測定した、500 kfci の CoCrPt-SiO<sub>2</sub> 垂直磁気記録媒体の垂直磁場像 (フェライトコアの交流磁場信号( $H_0^{ac} \cos(\omega t)$ ))に同期させた A-MFM 像 ( $X = R \cos(\omega t)$ ), および記録ビット部分のラインプロファイル, および空間スペクトラムを示す。ラインプロファイルは 1 ラインのものであり、空間スペクトラムは 7 本のラインプロファイルの空間スペクトラムを平均して求めた。FeCoSiB 非晶質探針は先端径が 10 nm 以下の標準的な Si 探針に磁性膜をベタ膜換算で 25 nm 成膜したものを用いた。垂直磁場像では交流磁場振幅が 100 Oe においても記録ビットが明瞭に観察されている。

A-MFM では検出信号の正負から垂直磁場方向が上向きか下向きかを識別できるが、ラインプロファイルに見るように、媒体の垂直磁場の方向が上向きから下向きに交互に変化している様子がノイズに乱されることなく明瞭に観察されていることがわかる。また空間スペクトルからも高い S/N 比で磁気力信号が検出されていることがわかる。空間分解能を磁気力信号がホワイトノイズレベルと等しくなる最小波長の半値と定義して求めると 5 nm 程度であった。講演では、空間分解能に及ぼす磁性探針の先端形状依存性や磁性膜厚依存性、およびさらに高い記録密度の垂直磁気記録媒体についての観察結果についても発表する。

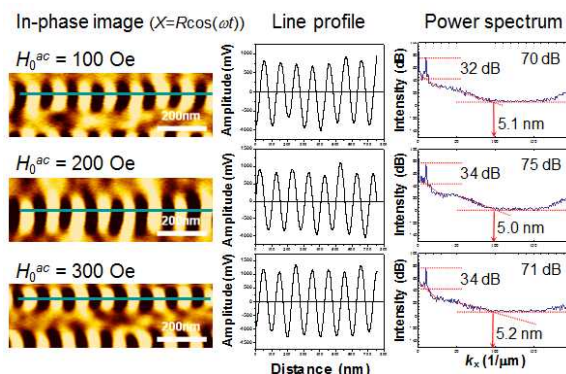


Fig. 1 In-phase image (perpendicular magnetic field image), line profile and power spectrum of a CoCrPt-SiO<sub>2</sub> perpendicular magnetic recording medium with different driven AC magnetic fields of tip.

**参考文献** 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 109, 07E330 (2011). 2) H. Qi 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-12 (2014). 3) 岡安 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-5 (2014).

## 磁気力顕微鏡探針の表面起伏と空間分解能の関係

香川智紀・加藤慶一・大竹充・二本正昭・桐野文良\*・稲葉信幸\*\*

(中央大, \*東京藝大, \*\*山形大)

Relationship between Surface Morphology and Spatial Resolution of Magnetic Force Microscope Tip  
Tomoki Kagawa, Keiichi Kato, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino\*, and Nobuyuki Inaba\*\*  
(Chuo Univ., \*Tokyo Univ. Arts, \*\*Yamagata Univ.)

**はじめに** 磁気力顕微鏡 (MFM) は、磁性探針 (MFM 探針) により試料からの漏洩磁場勾配を検出し、磁化状態を観察する装置である。MFM 探針は Si などの非磁性探針に磁性膜被覆することにより作製され、観察性能に寄与する重要な要素である。高分解能化のためには、探針の先鋭化<sup>1-3)</sup>に加え、被覆磁性膜の表面起伏を低減させる必要がある<sup>4)</sup>。本研究では、形成温度や下地層材料を変えて Co 膜を Si 探針に被覆することにより MFM 探針を作製し、探針表面起伏と分解能の関係について検討を行った。

**実験方法** 膜被覆には超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用いた。先端半径が 4 nm の Si 探針に 20 nm 厚の Co 膜を室温 (RT) ~300 °C で被覆した。拡散防止や表面起伏制御を目的に、Si 探針と Co 膜の間に、MgO や C, W などの下地層を挿入した。被覆膜の表面粗さは探針被覆と同時に Si 基板上に形成した磁性膜を AFM 観察することにより評価した。探針形状観察には SEM を用いた。分解能評価には真空排気型 MFM 装置を用いた。

**実験結果** Fig. 1 に Si 基板上に RT および 300 °C で形成した Co 膜の AFM 像を示す。RT では粒径が 10–20 nm 程度であり、表面粗さ  $R_a$  も 0.3 nm である。形成温度を 300 °C まで上昇させると、粒径が 50–100 nm,  $R_a$  も 6.6 nm まで増加している。Fig. 2 に RT および 300 °C で形成した探針の SEM 像を示す。AFM 像に対応して、RT では平坦な探針表面が実現されているのに対して、300 °C では起伏の大きな被覆膜が観察されている。このことから、300 °C で被覆した探針では、RT 被覆探針に比べ、分解能の低下や再現性劣化が予想される。Fig. 3(a) に RT 被覆探針を用いて試作垂直磁気記録媒体を観察した結果を示す。また、Fig. 3(b) に Fig. 3(a) の点線部分の信号プロファイル、Fig. 3(c) に記録ビット像に対して高速フーリエ変換を行ったパワースペクトルを示す。1000 および 1200 kFCI のいずれの記録密度においても、明瞭に記録ビット像を識別でき、パワースペクトルにおいても記録密度に対応するピークが認められる。当日は、探針表面起伏と分解能の関係について詳細に議論する。

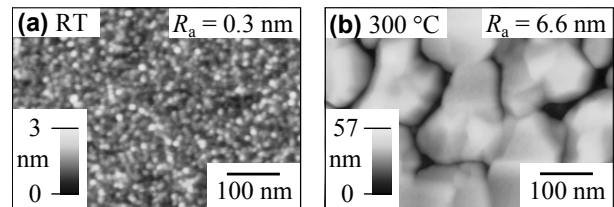


Fig. 1 AFM images observed for 20-nm-thick Co films deposited at (a) RT and (b) 300 °C.

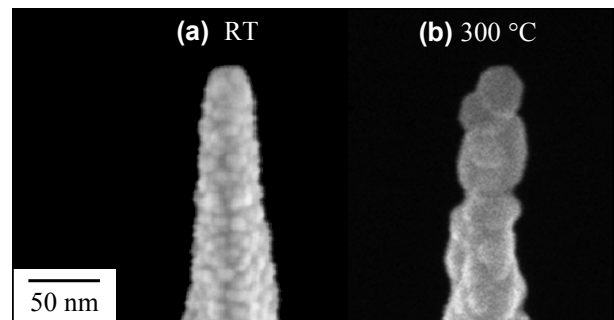


Fig. 2 SEM images observed for MFM tips coated with 20-nm-thick Co films at (a) RT and (b) 300 °C.

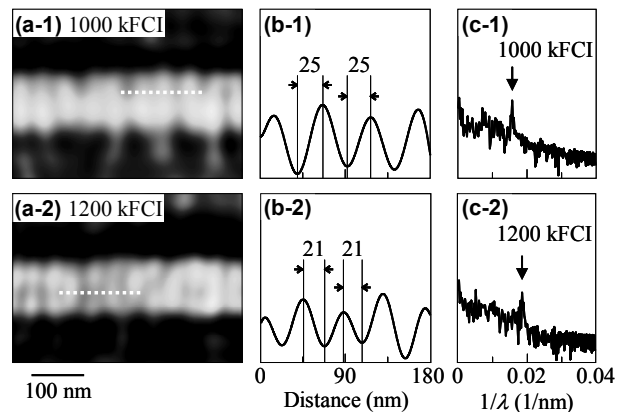


Fig. 3 (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 1000 and (a-2) 1200 kFCI observed by using an MFM tip coated with 20-nm-thick Co film at RT. (b-1, b-2) Signal profiles along the dotted lines in (a-1, a-2), respectively. (c-1, c-2) Power spectra analyzed for the bit images of (a-1, a-2), respectively.

- 参考文献**
- 1) T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, and K. Chinone: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 429 (2003).
  - 2) L. Gao, L. P. Yue, T. Yokota, R. Skomski, S.-H. Liou, H. Takahoshi, H. Saito, and S. Ishio: *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 2194 (2004).
  - 3) M. Futamoto, T. Hagami, S. Ishihara, K. Soneta, and M. Ohtake: *IEEE Trans. Magn.*, **49**, 2748 (2013).
  - 4) M. Ohtake, K. Soneta, and M. Futamoto: *J. Appl. Phys.*, **111**, 07E339 (2012).

## 走査型透過 X 線顕微鏡の開発

井波暢人<sup>1</sup>、武市泰男<sup>1</sup>、高橋嘉夫<sup>2</sup>、小野寛太<sup>1</sup>  
(<sup>1</sup>高エネ研、<sup>2</sup>東京大学)

Scanning Transmission X-ray Microscope for Permanent Magnets  
Nobuhito Inami<sup>1</sup>, Yasuo Takeichi<sup>1</sup>, Yoshio Takahashi<sup>2</sup>, Kanta Ono<sup>1</sup>  
(<sup>1</sup>KEK, <sup>2</sup>Univ. of Tokyo)

### はじめに

永久磁石の高保磁力化に向けて、磁石結晶粒および粒界における磁性元素およびその他の構成元素が果たす役割について研究が進められている。特に、レアメタル・レアアース材料を用いる磁石材料は、それらの元素の空間分布を調べて磁気特性に与える影響を理解することが重要である。放射光による数 nm 程度の波長を持つ単色軟 X 線を用いることで、高い空間分解能を持ったイメージングを期待することができる。加えて、X 線吸収スペクトルを得ることで元素選択的に化学状態を得ることができ、また円偏光された X 線を用いることで元素選択された磁気イメージングも行うことができる。イメージング可能な X 線顕微鏡にはいくつかの方法があるが、X 線を集光して試料を走査することによりイメージを得る走査型透過 X 線顕微鏡(Scanning Transmission X-ray Microscope: STXM)は局所分析が可能であるため磁石材料の開発に向いている。<sup>1)</sup>X 線イメージング装置は磁石開発推進に有用なツールであると思われるが、コストや設置場所等の問題で、これまで国内にはほとんど導入されていなかった。海外施設にある STXM は大型装置であるため、長時間のイメージング測定において熱や振動等によるドリフトの影響が発生する。そこで我々のグループでは、そのような影響を排除するため、小型で高速な STXM の開発を行った<sup>2-4)</sup>ので報告する。

### 実装方法

図 1 に STXM 概略図を示す。X 線を集光するフレネルゾーンプレート(FZP)、高次光を選択する Order Sorting Aperture(OSA)、試料を透過した X 線を検出する PMT モジュールがハードウェアの主な構成要素である。FZP、OSA、試料、ディテクタの各ステージは、attocube 社製ポジショナーおよびスキャナーを用いることで、装置の小型化が可能となった。測定システムは、National Instruments 社製 LabVIEW を用いて構成した。試料等ステージ制御やパルスカウンタ等のリアルタイム処理、バルブ等のインターロック制御などの高速処理が必要な部分には、FPGA が搭載された NI Compact RIO を使い、LabVIEW FPGA を使用してプログラミングを行った。プログラム可能なハードウェアである FPGA を用いることで、高速処理を実現した。

### 実験結果

開発した STXM 装置の実証のため、Nd-Fe-B 焼結磁石の磁気イメージング測定を行った。測定は KEK Photon Factory のビームライン BL13A にて行った。BL13 の X 線のエネルギー範囲は、30 - 1600 eV である。偏光 X 線を発生することができるアンジュレータの更新により、円偏光の X 線を導入することが可能となった。測定した Nd M 吸収端における磁気イメージング像から、ドリフトによるノイズも見られず、明瞭な迷路磁区が得られることが分かった。本研究で開発した STXM 装置については、磁場印加や時間分解測定も開発中であり、今後の磁性材料研究に有用な実験手法となると考えられる。

### 参考文献

- 1) K. Ono, et al., IEEE Trans. Magn. 47 (2011) 2672.
- 2) Y. Takeichi, et al., J. Phys.: Conf. Ser. 502 (2014) 012009.
- 3) Y. Takeichi, et al., Chem. Lett. 43 (2014) 373.
- 4) N. Inami, et al., J. Phys.: Conf. Ser. 502 (2014) 012011.

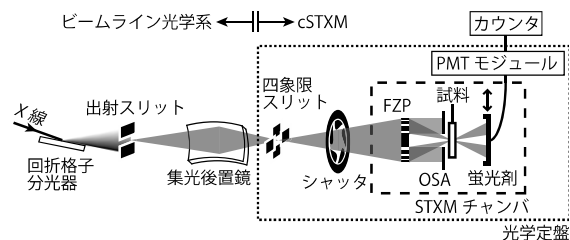


Fig. 1. Schematic image of STXM.<sup>2)</sup>