

Fe と CoPt 合金の磁性二層膜を被覆した磁気力顕微鏡探針の空間分解能と反転磁界

永津良・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)

Spatial Resolution and Switching Field of Magnetic Force Microscope Tip
Coated with Magnetic Bi-Layer Film Consisting of Fe and CoPt-Alloy

Ryo Nagatsu, 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) は観察試料から漏洩する磁場勾配を検出し、磁化状態を観察する顕微鏡である。次世代高 K_1 磁気記録媒体や永久磁石材料の観察には、漏洩磁場による探針磁化反転を防ぐために、高分解能に加え、高い反転磁界 (H_{sw}) を持つ探針が必要になる。これまで、 $L1_0$ 型構造を持つ FePt や CoPt, FePd 膜を被覆した高 H_{sw} 探針の作製が試みられている¹⁻³⁾。我々は、比較的低い熱処理温度で高い K_u を持つ準安定 $L1_1$ 構造が実現できる CoPt 合金膜に着目し、この磁性材料を被覆して作製した高 H_{sw} 探針を検討している⁴⁾。本研究では、MFM 信号の高感度検出が可能な高 M_s -Fe と高 H_{sw} が期待される $L1_1$ -CoPt 合金を組み合わせた磁性二層膜被覆 MFM 探針を作製し、高分解能で高 H_{sw} の実現可能性を検討した。

実験方法 膜被覆には、超高真空マグネトロンスパッタリング装置を用いた。ベース探針として、市販の先端半径 4 nm の Si 探針を使用した。300 °C で加熱したベース探針上に、Fe(x nm)/CoPt(20- x nm)/Ru(5 nm)、もしくは、CoPt(20- x nm)/Fe(x nm)/Ru(5 nm)膜を形成した。Ru 層は磁性二層膜の配向制御層として導入した。 x を 0 から 20 とし、各磁性層厚比を変化させた。

実験結果 Fig. 1 に Fe(20 nm)/Ru 膜被覆探針を用いて観察を行った垂直磁気記録媒体の MFM 像とその像から得られたパワースペクトルを示す。1500 kFCI (ビット長: 17.1 nm) までは、パワースペクトルにおいてピークが認められる。一方、1600 kFCI (ビット長: 15.9 nm) では記録周期に対応するピークが現れていない。したがって、分解能は $17.1/2 = 8.5$ nm と $15.9/2 = 7.9$ nm との間の 8.2 ± 0.3 nm であると判断できる。同様な評価を Fe(x nm)/CoPt(20- x nm)/Ru 膜被覆探針に対して行った結果を Fig. 2(a) にまとめる。Fe 層の増加に伴い、MFM 信号検出感度が高くなり、分解能が向上していることが分かる。次に、 H_{sw} 評価のために、MFM 探針着磁方向と逆方向に外部磁界を印加し、HDD 媒体 (163 Gb/in²) の MFM 観察を行った。磁界強度を 50 Oe 間隔で上昇させ、印加毎に媒体の同一箇所観察を行い、コントラストが反転した際の磁界を H_{sw} とした。Fig. 3 に Fe(20 nm)/Ru 膜被覆探針の測定結果を示す。印加磁界が 450 Oe までは初期状態と同じコントラストで観察されている (Fig. 3(a), (b))。500 Oe まで上昇させると、コントラスト反転が認められる (Fig. 3(c))。したがって、 H_{sw} は 475 ± 25 Oe となる。同様な H_{sw} 評価を Fe(x nm)/CoPt(20- x nm)/Ru 膜被覆探針に対して行った結果を Fig. 2(b) に示す。Fe 層の増加に伴い、分解能は向上するが、CoPt 層の減少により、 H_{sw} は低い値となることが分かる。当日は、CoPt(20- x nm)/Fe(x nm)/Ru 膜被覆探針についても報告する。

参考文献

- 1) Y. Rheem *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **41**, 3793 (2005).
- 2) L. Gao *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 2194 (2004).
- 3) S. Ishihara *et al.*: *J. Mang. Soc. Jpn.*, **37**, 55 (2013).
- 4) S. Ishihara *et al.*: *J. Mang. Soc. Jpn.*, **37**, 255 (2013).

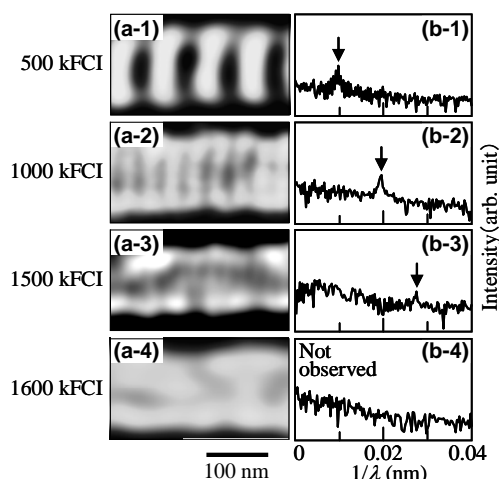


Fig. 1 (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 500, (a-2) 1000, (a-3) 1500, and (a-4) 1600 kFCI observed by using an MFM tip coated with Fe(20 nm)/Ru(5 nm) film. (b-1)–(b-4) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a-1)–(a-4), respectively.

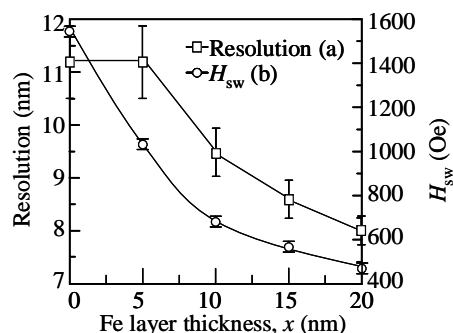


Fig. 2 (a) Resolutions and (b) H_{sw} values of MFM tips coated with Fe(x nm)/CoPt(20- x nm)/Ru(5 nm) films.

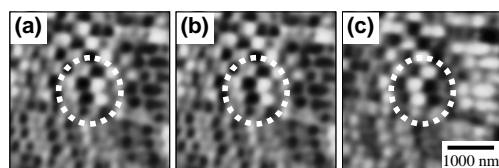


Fig. 3 MFM images of a same area of HDD perpendicular medium observed by using an MFM tip coated with Fe(20 nm)/Ru(5 nm) film (a) before and [(b), (c)] after applying magnetic fields of (b) 450 and (c) 500 Oe.

Co/Pt 多層膜を被覆した磁気力顕微鏡探針の反転磁界

鈴木遼・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)

Switching Field of Magnetic Force Microscope Tip Coated with Co/Pt Multilayer Film

Ryo Suzuki, 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、磁性膜被覆探針を用いること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顕微鏡である。高 K_u 記録媒体や永久磁石を観察する場合、漏洩磁場による探針磁化反転を防ぐため、高分解能に加えて高い反転磁界 (H_{sw}) を持つ探針が必要となる。これまで、CoPt や FePt, FePd 合金膜を被覆した高 H_{sw} 探針の作製が試みられている¹⁻³⁾。しかしながら、これらの材料を規則化させるためには高温処理が必要となる。磁性多層膜を被覆膜として適応することができれば、高 H_{sw} 探針の室温形成が可能となり、被覆膜の表面平坦性も保たれることが考えられる。最近、我々は Co/Pt 多層膜被覆探針を作製し、層厚比および総膜厚が分解能と H_{sw} に及ぼす影響を調べてきた⁴⁾。Co/Pt 多層膜の磁気異方性は結晶配向により変化することが知られている⁵⁾。本研究では、探針に被覆した Co/Pt 多層膜の結晶配向が H_{sw} に及ぼす影響について検討を行った。

実験方法 超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用い、市販の先端半径 4 nm の Si 探針に室温で膜被覆を行った。磁性膜被覆探針の構成は [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀/Si 探針、もしくは、[Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀/X(20 nm)/Si 探針とした。下地層 X は、(111)配向用に hcp-Ru, fcc-Pt, Pd, その他配向用に bcc-Cr などを設けることにより配向を変化させた探針も作製した。分解能および H_{sw} の評価には、真空排気型 MFM を用いた。探針形状観察には SEM を用いた。被覆膜の構造および磁気特性評価には、MFM 探針作製時に同時に Si 基板上に形成した平坦膜を使用し、AFM, XRD, VSM 測定を行った。

実験結果 Fig. 1 に Si 探針および [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀/Si 探針の SEM 像を示す。Si 探針に膜が均一に被覆されていることが分かる。また、AFM により評価した膜の表面粗さ (R_a) は 0.2 nm であった。以上のことから、Si 探針に多層膜が被覆されていることが分かる。Fig. 2 に Si 基板上に形成した多層膜の面外 XRD パターンを示す。Co および Pt 層からの反射がそれぞれ観察されており、いずれの層も最密充填配向となっていることが分かる。次に MFM 探針の性能評価を行った。[Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀ 膜被覆探針の分解能は 8.8 ± 0.3 nm であった⁴⁾。探針初期磁化方向と逆方向の磁界を印加し、磁界強度を 50 Oe ステップで増大させた。磁界印加処理した探針で垂直媒体試料の同一個所 MFM 像観察を行い、像コントラストが反転した処理磁界とその直前磁界の中間値を H_{sw} として求めた。Fig. 3 に [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀ 膜被覆探針の評価結果を示す。印加磁界が 1050 から 1100 Oe へ増加するとコントラスト反転が認められる。したがって、 H_{sw} は 1075 ± 25 Oe であることが分かる。当日は下地層 X を用いることにより、多層膜の配向制御を行った結果についても議論する。

参考文献 1) L. Gao *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 2194 (2004). 2) S. Ishihara *et al.*: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **37**, 55 (2013). 3) M. Futamoto *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **49**, 2748 (2013). 4) R. Suzuki *et al.*: *Dig. Annual Conf. Magn. Jpn.*; *Magnetic Society of Japan*, 3pF-13 (2013). 5) S. Shiomi *et al.*: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **23**, 1357 (1999).

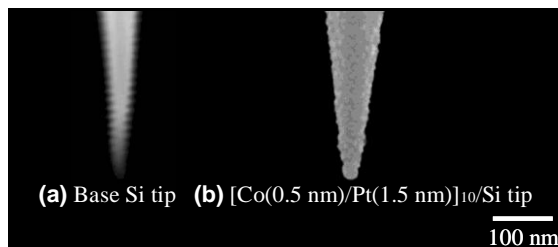


Fig. 1 SEM images observed for (a) a Si tip and (b) an MFM tip coated with [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀ multilayer film.

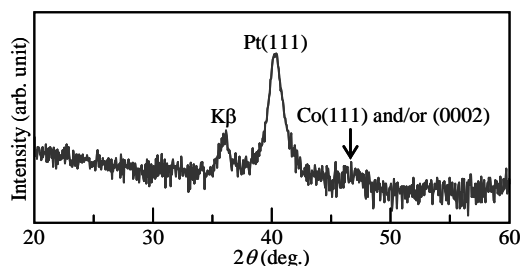


Fig. 2 XRD pattern of a [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀ multilayer film deposited on flat Si substrate.

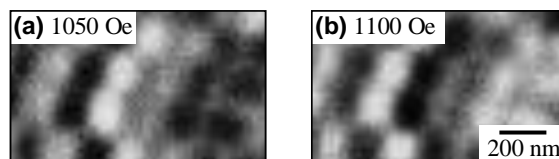


Fig. 3 MFM images of a same area of HDD perpendicular medium observed by using a tip coated with [Co(0.5 nm)/Pt(1.5 nm)]₁₀ multilayer film after applying magnetic fields of (a) 1050 and (b) 1100 Oe. The contrast is reversed for (b).

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

鄭 富、江川元太、吉村 哲、鄭 仰東、木下幸則、齊藤 準
(秋田大学)

Fabrication of high-coercivity FePt-based MFM tips for magnetic imaging of strong AC magnetic field of for AC magnetic imaging of magnetic writing head and direct measurement of tip-coercivity by pulse magnetic field

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

はじめに 我々は以前、試料表面近傍での磁場計測を可能にする交番磁気力顕微鏡 (A-MFM) を開発した^{1),2)}。磁気記録ヘッド等の交流磁場計測には、交流磁場の印加により磁化状態が変化しないハード磁性探針を用い、探針にその共振周波数と異なる正弦波磁場を印加する事により発生する、正弦波磁場を変調源とした周波数変調 (FM) を利用する。しかしながら、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行うためには、これまで用いていた FePt ハード磁性探針の保磁力は 10 kOe 程度であるので、ハード磁性探針の高保磁力化が必要不可欠である。一方、高保磁力探針の開発においては、探針に成膜する薄膜試料の磁気特性評価に加え、Si 探針母材への成膜後の磁性探針自身の保磁力評価も重要となる。本研究では、FePt 探針の高保磁力化を目的として、1) FePt 合金の 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昇温速度・長時間熱処理、3) 規則化促進のための薄膜成膜中の VHF プラズマ照射³⁾、を検討した。また、探針の保磁力を MFM 信号のパルス磁場応答性から求める方法を提案し、作製した FePt 系探針の保磁力を評価した。

方法 各種の FePt 系合金の薄膜 (膜厚 40 nm)、およびそれらを成膜した探針を、マグネトロンスパッタリング法を用いて、前者は熱酸化膜付き Si 基板上に、後者は Si 探針母材上に、それぞれ室温で作製した。MgO 添加量は 0~35 vol.%, VHF プラズマ照射電力は 5~15 W の条件下で変化させて成膜した。規則化のための熱処理は、750 °C までの昇温速度を 0.1 °C/秒もしくは 5 °C/秒、750 °C の保持時間を 10 分もしくは 120 分、とした。薄膜の磁気特性評価には振動試料型磁束計 (VSM) と超伝導量子干渉素子 (SQUID) を用いた。探針の保磁力評価には、30 kOe のパルス磁場を印加できるコイルを組み込んだ大気雰囲気型走査型プローブ顕微鏡 (SPM) を用いた。

結果 Table.1 に、MgO 添加量、熱処理条件、VHF プラズマ照射電力、を変化させた FePt 系薄膜の保磁力を示す。最大 22.3 kOe (Table.1(E)) の保磁力が、MgO 添加量 35 vol.%, 熱処理時の遅い昇温速度と長い高温保持時間、VHF プラズマ照射電力 15 W の条件で得られた。保磁力向上の原因は、FePt 結晶粒の磁氣的孤立化・膜面内配向化・高 $L1_0$ 規則化によるものと考えられる。Fig.1 に、探針に印加したパルス磁場、及びパルス磁場印加時の探針振動の位相の時間変化を示す。磁性探針は、着磁をパルス磁場を用いて探針長手方向に行った後に逆方向にパルス磁場を印加して位相変化を測定した。位相の符号が負 (斥力) から正 (引力) に変わる時の磁場が探針保磁力 (磁場方向の探針磁化成分がゼロになる磁場) に対応する。Table.2 に、薄膜の磁化測定による保磁力と、探針のパルス磁場を用いた評価法による保磁力を示す。薄膜と探針の保磁力には強い相関が見られ、保磁力が 20 kOe 以上の探針の作製に成功した事が判る。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 107, 09D309 (2010). 2) S. Yasui et al., Annual Conference of ICAUMS2012, 4pPS-118 3) S. Yoshimura et al., *J. Appl. Phys.*, 109, 07B751 (2011).

Table. 1 Fabricated condition of FePt-based films and coercivity of the films.

Sample	MgO addition	Annealing condition	VHF power	In-plane coercivity of FePt-based films
A	0	5 °C/sec, 10 min	0	14.4 kOe
B	12 vol.%	5 °C/sec, 10 min	0	14.9 kOe
C	35 vol.%	5 °C/sec, 10 min	0	15.4 kOe
D	35 vol.%	0.1 °C/sec, 120 min	0	19.0 kOe
E	35 vol.%	0.1 °C/sec, 120 min	5 W	19.3 kOe
F	35 vol.%	0.1 °C/sec, 120 min	10 W	21.0 kOe
G	35 vol.%	0.1 °C/sec, 120 min	15 W	22.3 kOe

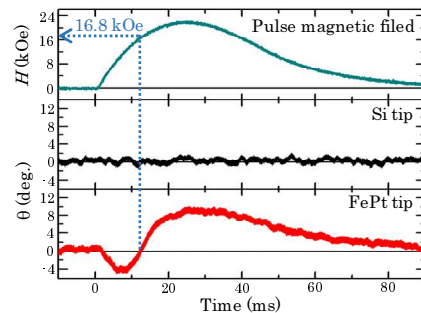


Fig. 1 Pulse magnetic field and phase change of different kinds of tips dependence on time.

Table. 2 Coercivity of films and tips.

Sample	In-plane coercivity of FePt-	Coercivity of tips
A	14.4 kOe	16.8 kOe
C	15.4 kOe	18.2 kOe
D	19.0 kOe	19.4 kOe
G	22.3 kOe	20.3 kOe

交番力顕微鏡を用いた $(\text{Bi}_{0.6}\text{Ba}_{0.4})\text{FeO}_3$ マルチフェロイック 薄膜の電場・磁場の同時イメージング

芦 佳, 江川 元太, 木下 幸則, 吉村 哲, 〇齊藤 準
(秋田大学)

Simultaneous imaging of electric and magnetic field on $(\text{Bi}_{0.6}\text{Ba}_{0.4})\text{FeO}_3$ multiferroic films by
alternating force microscopy

J. Lu, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura and 〇H. Saito
(Akita Univ.)

はじめに 我々は、これまで遠距離力である電場と磁場を、試料表面近傍において高い空間分解能で極性を含めて検出できる特長を有する、交番電気力顕微鏡 (A-EFM) ならびに交番磁気力顕微鏡 (A-MFM) を開発してきた¹⁾²⁾。A-EFM は、励振された導電性探針に、探針の共振周波数と異なる非共振の交流電場を印加して非共振の交番電気力を発生させ、A-MFM は、励振されたソフト磁性探針に、非共振の交流磁場を印加して非共振の交番磁気力を発生させ、これら非共振交番力が誘起する探針振動の周波数変調現象を利用して、観察試料から発生する静電場ならびに静磁場を、周波数復調後にロックイン検出する。本研究では、静電場と静磁場の同時画像化を目的として、探針に導電性のソフト磁性探針を用い、異なる周波数の交流電場と交流磁場を印加して、静電場と静磁場を発生する $(\text{Bi}_{0.6}\text{Ba}_{0.4})\text{FeO}_3$ 強誘電・強磁性マルチフェロイック薄膜を観察した結果を紹介する。

実験方法 計測システムは、汎用の走査型プローブ顕微鏡 (日本電子製 JSPM-5400) に、2 出力の信号発生器、周波数復調器 (PLL 回路) 及び 2 台のロックインアンプを付加して構成した。探針には、自作した導電性を有する CoZrNb ソフト磁性探針 (Si 探針に磁性膜を 30 nm 成膜) を用い、周波数の異なる交流電場および交流磁場を印加して、自作した(111) 配向 $(\text{Bi}_{0.6}\text{Ba}_{0.4})\text{FeO}_3$ 薄膜 (表面酸化 Si 基板上的 Ta/Pt 下地層に 100 nm 成膜) の試料面に垂直方向の静電場および静磁場を観察した (Fig.1)。交流電場は探針と Ta/Pt 下地層間に交流電圧を印加して発生させた。

実験結果 観察に先立ち、強誘電性分域構造を探針と Ta/Pt 下地層間に直流電圧を印加して形成した。その際、 $3\ \mu\text{m}$ 角の領域に 12 V 印加した後に、その中央の $1\ \mu\text{m}$ 角の領域に -12 V 印加した。Fig.2 (a),(b),(e),(f) に静電場の強度像と位相像および対応する線プロファイルを示す。探針には 0.2 V, 300 Hz の交流電圧および 200 Oe, 78 Hz の交流磁場を印加した。静電場像では強誘電性分域構造が明瞭に観察され、分域境界では、垂直電場の絶対値が極小値をとり、位相は境界を隔てて 180° 異なっており、垂直電場の方向が反転している。静磁場像においても、強誘電性分域構造と同じ場所に強磁性磁区構造が観察され、磁区境界で垂直磁場の絶対値が極小値をとり、位相は境界を隔てて 180° 異なっており、垂直磁場の方向が反転している。以上よりこの強誘電・強磁性薄膜では、電気分極 P と磁気モーメント M との間でお互いを平行に保つ強い相互作用があることがわかる。本計測手法は、強誘電・強磁性薄膜等の機能性薄膜の局所物性解析に有効と考えられる。

参考文献

1) H. Saito, et al., *J. Appl. Phys.*, **109**, 07E330 (2011), 2) J. Lu et al., *J. Appl. Phys.*, **112**, 124110 (2012)

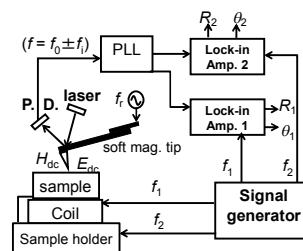


Fig.1 Measuring system

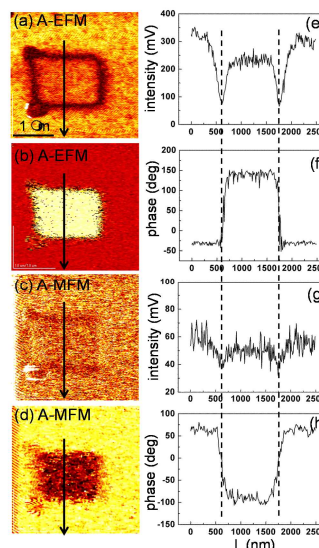


Fig. 2 Electric and magnetic field images of $(\text{Bi}_{0.6}\text{Ba}_{0.4})\text{FeO}_3$ multiferroic film.

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

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
(秋田大学)

Alternating magnetic force microscopy: Performance evaluation of soft magnetic tips and high-resolution DC magnetic field imaging of magnetic recording media

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

はじめに 近年、磁気記録媒体の高密度化に伴い、MFMの高分解能化が強く求められている。我々は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)を開発し、媒体の直流磁場の高分解能観察を検討している^{1),2)}。A-MFMを用いた直流磁場の計測では、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して探針試料間に発生させた非共振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する。これまで我々は高飽和磁化 Fe-Co 探針を用いて空間分解能 6 nm 程度を得た³⁾。さらなる高分解能化のためにはソフト磁性探針の性能向上が重要となる。本研究では、最近開発したソフト磁性探針の交流磁場応答性を利用した探針性能評価法⁴⁾を用いて、新たに作製した種々のソフト磁性探針を評価し、従来の Fe-Co 探針より優れた性能を示したソフト磁性探針を用いて垂直磁気記録媒体の高分解能観察を試みた結果を報告する。

方法 種々のソフト磁性探針を市販の Si 探針に、 $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ 、 $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{24}\text{B}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ 、 $\text{Co}_{80}\text{Zr}_5\text{Nb}_{15}$ 、 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 合金をそれぞれスパッタリング法で 30 nm 成膜して作製した。探針の性能評価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、交流磁場源として電磁石を加えて、磁性探針に交流磁場を印加することで生じる探針振動の周波数変調スペクトルの 2 次側帯波の強度 $I(2\omega_m)$ をスペクトラムアナライザーで測定することで行った。交流磁場の振幅は 30 - 1200 Oe, 周波数は 89 Hz とした。記録媒体の磁区観察は、 CoCrPt-SiO_2 垂直磁気記録媒体を用い、探針試料間距離約 2-3 nm としてタッピングリフトモードで行った。交流磁場の振幅は 50-300 Oe, 周波数は 89 Hz である。

結果 Fig. 1 に、作製した種々のソフト磁性探針に対する探針振動の周波数変調スペクトルの 2 次側帯波強度 $I(2\omega_m)$ の交流磁場振幅 H_0^{ac} 依存性を示す。2 次側帯波は、交流磁場に追従して変化する探針磁化と交流磁場との相互作用により生じる。 $I(2\omega_m)$ は H_0^{ac} の増加に伴い、その 2 乗に比例して増加後、1 乗に比例して変化する。 H_0^{ac} 依存性が変化する磁場は、探針の飽和磁場を意味し、そのときの信号強度が探針の最大感度に対応する。図より、 $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ 探針は $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 探針よりも小さい交流磁場で飽和に達し、 $\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}$ 探針と同程度の高い検出感度を示すことから優れた探針性能を有することがわかる。尚、各種ソフト磁性探針の飽和磁場及び最大検出感度は、各種磁性薄膜の飽和磁場及び飽和磁化とよい相関が得られている。Fig.2(I)に、この $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ 探針を用いて A-MFM 観察した垂直磁気記録媒体(記録密度: 500 kfc/i)の記録ビットの空間スペクトル強度の H_0^{ac} 依存性を示す。記録ビットのスペクトル強度は磁気像の記録ビット部のラインプロファイルの空間スペクトルから図中に示したように求めた。尚、(II)には比較のため Fig. 1 の $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ 探針の $I(2\omega_m)$ 評価結果も示した。図に見るように、記録ビット強度は H_0^{ac} の増加に伴い、比例して増加し、後に飽和して一定値となる。ここで飽和に達する H_0^{ac} 値は、 $I(2\omega_m)$ の依存性が変化する H_0^{ac} 値より大きくなるが、この結果はシミュレーション結果と一致した。以上より、 $I(2\omega_m)$ を用いた探針性能評価法は、探針の開発に有用である。講演では、分解能向上を図るため、磁性膜厚をさらに薄くした $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ 探針を用いた記録媒体の観察結果についても発表する。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, **109**, 07E330 (2011). 2) 伊藤 他, 第 35 回日本磁気学会学術講演概要集, 27pD-2. 3) S. Okayasu et al., 2nd ICAUMS, 2pPS-109 (2012). 4) H. Qi et al., 第 38 回日本磁気学会学術講演会 講演予定。

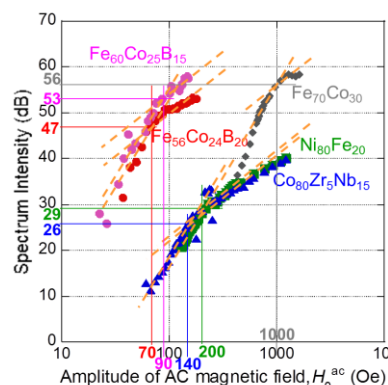


Fig.1 Dependence of AC magnetic field amplitude on the intensity of second harmonics of tip's frequency

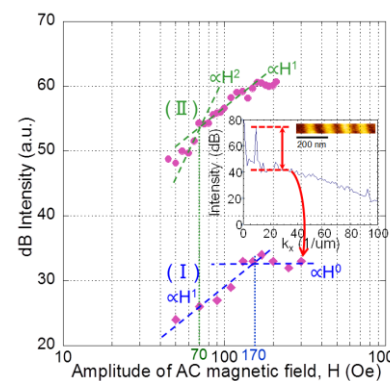


Fig.2 Dependence of AC-magnetic field amplitude on the intensity of spatial spectrum intensity of recording bits (I) and the second harmonics intensity of tip's frequency modulated oscillation (II) for $\text{Fe}_{60}\text{Co}_{25}\text{B}_{15}$ tip.

交番磁気力顕微鏡を用いた強い直流磁場計測に向けた 高磁化率 Fe 基常磁性および Ag-Co 超常磁性探針の開発

吉村 哲、番匠 春嵐、郑 富、江川 元太、木下 幸則、齊藤 準

(秋田大)

Development of high-susceptibility Fe-based paramagnetic and Ag-Co superparamagnetic tips
for magnetic imaging of strong DC magnetic field by alternating magnetic force microscopy

S. Yoshimura, S. Bansho, F. Zheng, G. Egawa, Y. Kinoshita, and H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 我々は、試料表面近傍での静磁場計測を可能にする高空間分解能な交番磁気力顕微鏡 (A-MFM) を開発した^{1),2)}。本手法では、ハード磁性試料の直流磁場計測に対しては、ソフト磁性探針に交流磁場を印加し、探針磁化を周期的に反転させて探針試料間に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する。しかしながら、永久磁石等の極めて強い磁場を発生する試料の評価においては、1) ソフト磁性探針が試料表面に磁気吸着してしまう、2) ソフト磁性探針の磁化が試料からの直流磁場で飽和してしまい周波数変調現象が生じない、などの問題が発生する。これに対し、磁気モーメントがソフト磁性材料よりも小さく、磁化が飽和しない、高い磁化率を有する、などの特徴を有する常磁性および超常磁性材料を用いた探針が、強磁場画像化に有望であると考えられる。また、磁化が磁場に比例しかつ残留磁化がゼロであるこれら探針は、直流磁場印加機構と組み合わせることで、試料直流磁場の絶対値計測³⁾に用いることもできる。本研究では、常磁性および超常磁性薄膜において磁化率を増大させるための材料探索並びに作製プロセスの検討を行い、上記の用途に適した高感度探針を開発することを目的とした。

方法 各種常磁性および超常磁性薄膜 (膜厚 100 nm)、そしてそれらを成膜した常磁性および超常磁性探針を、マグネトロンスパッタリング法を用いて、前者は熱酸化膜付き Si 基板上に、後者は Si 探針母材上に、それぞれ室温で作製した。常磁性薄膜は強磁性ターゲット上に非磁性シートを貼り付けた複合ターゲットを用い、超常磁性薄膜は強磁性ターゲットと非磁性ターゲットを用いた2元同時スパッタリングにより、それぞれ成膜した。各薄膜の磁気測定は、試料振動型磁力計 (VSM) により、各磁性探針の感度は、永久磁石の磁気力顕微鏡 (MFM) 測定における探針振動の位相変化を測定することにより、それぞれ行った。

結果 Table.1 に、作製した常磁性薄膜および超常磁性薄膜の室温での磁化率、およびそれらの薄膜を成膜した探針の最大位相変化 (検出感度)、をそれぞれ示す。Ni-Cr, Fe-Cr, Fe-Mn は結晶質で常磁性、Fe-Mo-B は非晶質で常磁性、Ag-Co はグラニューラー構造の超常磁性、の薄膜である。ここで、いずれの常磁性薄膜においても、室温での磁化率が最大になる (キュリー温度が室温になる) 組成に調整されている。結晶質の常磁性材料においては、強磁性元素の磁気モーメントの増大に伴い、また非磁性元素の添加量低減に伴い、磁化率が増大する傾向を示した。また、Mo, B を添加して非晶質化することで磁化率が更に増大した。この増大は、少ない非磁性元素の添加でキュリー温度を低下できたことによる。さらに、後述のように作製条件を最適化した超常磁性薄膜において、非常に高い磁化率が得られた。そして、薄膜の磁化率と探針の位相変化は、良い相関を示した。尚、いずれの探針においても、試料への磁気吸着は生じなかった。Fig.1 に、その Ag-Co 超常磁性薄膜の作製条件に対する磁化率の変化を示す。ここで、成膜速度の増大は、Ag マトリックス中の Co 粒子サイズの微細化に寄与するものと考えている。図中の点線は、超常磁性単相と超常磁性と強磁性の混相の境界であり、この判断は、図中の磁化曲線の例に示すように、ヒステリシスの有無から行った。成膜速度を増大させることにより、超常磁性単相を形成できる Co 含有量が増加し、作製条件を最適化することにより超常磁性薄膜の磁化率を非常に大きくすることができることが判る。

参考文献 1) H. Saito et al., J. Appl. Phys., 109, 07E330 (2011).

2) 伊藤, 他. 第35回日本磁気学会学術講演概要集, 27pD-2. 3) 木下, 他. 第37回日本磁気学会学術講演概要集, 3pF-10.

Table.1 Susceptibility of films and sensitivity of tips with the films.

Film material	Thickness X (H/m)	Thickness (nm)			
		100	50	20	10
Pd	7.6×10^{-9}				
Ni ₈₃ Cr ₇	4.7×10^{-8}	4.5°			
Fe ₅₈ Cr ₄₁	6.0×10^{-8}				
Fe ₆₇ Mn ₃₃	1.2×10^{-7}	21.2°	9.4°	8.8°	
Fe ₈₈ Mo _{7.5} B _{6.5}	1.4×10^{-7}	26.1°	16.5°	7.4°	3.3°
Ag ₇₉ Co ₂₁	7.5×10^{-7}				

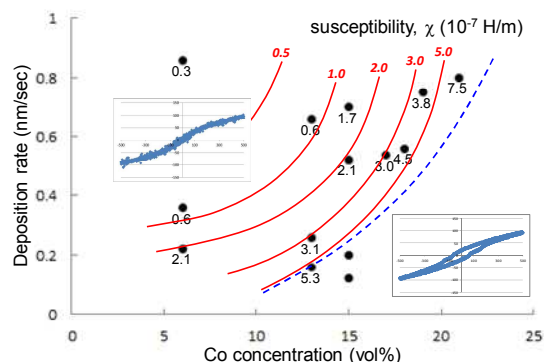


Fig.1 Dependence of susceptibility of Ag-Co granular films on fabrication conditions.