

局所領域の面内/垂直磁化成分同時測定 Kerr 効果測定装置の開発

小田切 雄介、柳沢 栄二、目黒 栄、斉藤 伸* (ネオアーク株式会社、*東北大学)

MO Kerr effect sensing system for simultaneous detection of local magnetization components
along perpendicular/ in-plane to the film plane

Y. Odagiri, E. Yanagisawa, S. Meguro, S. Saito* (Neoark Corporation, **Tohoku University)

はじめに 軟磁性ナノドットおよび細線は、現在精力的に研究が進められている MRAM¹⁾ やスピントロニクス素子に代表される次世代磁気デバイスを構成する主要材料である。これらのデバイスは磁性材料の形状異方性を考慮して設計がなされるが、成膜時の誘導磁気異方性や加工プロセスの不完全性等により、面内・垂直磁化過程に予期せぬ磁気履歴が生じ、所望の特性を導出できない場合があるため、簡便かつ高感度に面内/垂直方向の磁化成分を分離できる局所磁気履歴曲線評価装置に対する需要が高まっていた。可視光レーザによる磁気光学効果を用いる測定は、原理的には波長程度の空間分解能を実現できると考えられ、またその検出原理により試料の非破壊性、評価の簡便性、高速性を併せ持つことから前記需要に相応するものである。我々はこれまで、レーザ特有の雑音に対する対策すなわち、発振モードの安定化およびコヒーレンシーの低下等を実現する装置設計指針ならびに極微量の磁気光学信号を高感度・高速に検出する装置設計について確立してきたが、面内/垂直磁化成分を分離する評価技術については取り組んでいなかった。本講演では、顕微鏡対物レンズを用いて Kerr 効果検出の空間高分解能化と検出高感度化とを両立した装置を用い、斜光入射磁気光学効果測定に縦カー効果と極カー効果が重畳することを利用してこれらを分離して計測可能な磁気履歴曲線評価装置 (μ -MOKE, μ -SMOKE) を開発したので報告する。

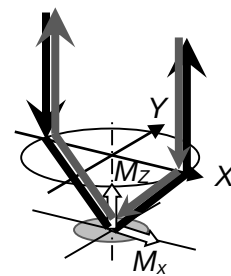


Fig. 1 Schematics of magnetization direction detection.

測定原理 Fig. 1 に今回検討した斜光入射光学系の対物レンズと試料周りの光軸の概略図を示す。同一入射面で正・逆両方向からレーザ光を入射させる場合、面内成分に起因する磁気光学信号は逆相となる一方、垂直磁化成分に起因する信号は同相となる。したがってこれらの信号を加算/減算処理することにより、垂直方向および面内方向成分の磁気履歴曲線を同時に、かつ分離測定可能となる¹⁻²⁾。

実験結果 Fig. 2 に本手法で計測した GdFeCo 薄膜の磁気履歴曲線を示す。垂直磁化成分に起因する信号が得られている一方で面内磁化成分の信号は検出されておらず、本試料が垂直磁化膜であることがわかる。FeTaN 薄膜の磁気履歴曲線では (Fig. 3) 面内磁化成分に起因する信号のみが検出されており、この試料が面内磁化膜であることがわかる。これらに対し Fig. 4 に示す FeCoTaZr 薄膜では、面内磁化成分の他に垂直磁化成分も検出されており、本試料では成膜時に何らかの垂直磁気異方性が発現したことが示唆される。

謝辞 本研究の一部は平成 26 年度補正ものづくり・商業・サービス革新補助金を受けて実施された。

参考文献 1) T. Nagai et al., *IEEE Trans. Magn.*, **39**, (2003). 2) S. Meguro et al., *Ann. Conf. Magn. Soc. Jpn.*, 7aF-10 (2010).

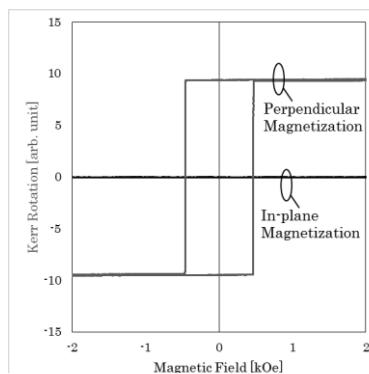


Fig. 2 Hysteresises for a GdFeCo film with applying field along perpendicular to the film plane.

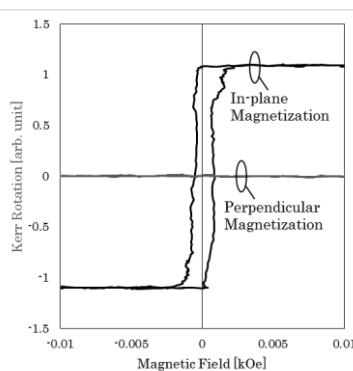


Fig. 3 Hysteresises for a FeTaN film with applying field parallel to the film plane.

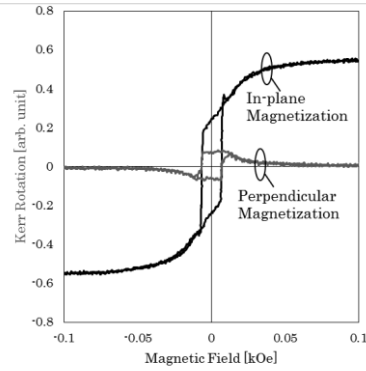


Fig. 4 Hysteresises for a FeCoTaZr film with applying field parallel to the film plane.

交番磁気力顕微鏡の高分解能化に向けた磁場中熱処理による高感度 FeCoSiB 系非晶質ソフト磁性探針の開発

赤石悠輔, K. Srinivasa Rao, 江川元太, 吉村哲, 齊藤準

(秋田大学)

Development of high-sensitive amorphous FeCoSiB soft magnetic tip by magnetic field annealing for high resolution alternating magnetic force microscopy

Y. Akaishi, K. Srinivasa Rao, G. Egawa, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 近年、磁気力顕微鏡においては高密度磁気記録媒体等の進展により空間分解能の向上が強く求められている。我々は分解能の向上に有効となる試料表面近傍での磁場検出が可能な、交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscope; A-MFM) を開発し、昨年、良好なソフト磁気特性と高い飽和磁化を有する FeCoSiB 系非晶質ソフト磁性探針の先鋭化を図ることで、垂直磁気記録媒体の磁区観察において、5nm 以下の分解能が安定して得られることを報告した。ここで探針の先鋭化には、先鋭な Si 探針母材を回転させながら、スパッタリング法を用いて磁性膜を探針の側面方向から成膜することが有効であった。一方、FeCoSiB 系非晶質合金は Co 系非晶質合金と異なり、磁歪を組成調整によりゼロにできないので、ソフト磁気特性向上の観点から歪取り熱処理が有効と考えられる。また熱処理中の磁場印加により誘導磁気異方性の付与が可能であるので、探針先端の磁化状態を制御できる可能性がある。本研究では、FeCoSiB 系非晶質合金探針について磁場中熱処理を行い、磁場中熱処理の効果を A-MFM 観察により検討した結果を報告する。

方法 FeCoSiB 非晶質ソフト磁性探針を、先端がピラミッド形状の Si 探針にターゲット組成が $\text{Fe}_{56}\text{Co}_{24}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ の磁性膜を種々の膜厚でスパッタリング法を用いて成膜した後に、磁場中熱処理を施して作製した。熱処理温度は 150~250 °C の範囲で変化させた。磁場は探針のピラミッド形状先端の長手方向 (探針を磁気力顕微鏡にセットしたときに観察面に垂直方向に対応) に印加し、その最大値は 2 kOe である。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、小型フェライトコア (交流磁場源)、PLL (周波数復調器)、ロックインアンプを加えて構成した。観察試料には CoCrPt-SiO₂ 垂直磁気記録媒体を用い、探針試料間距離を 2~3 nm にし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 とし、振幅は 50~200 Oe の範囲で変化させた。

結果 磁場中熱処理を施した FeCoSiB 非晶質探針を用いて 500 kfcu の磁気記録ビットを A-MFM 観察した。ここで磁場中熱処理条件は、印加磁場 2 kOe, 保持温度 200°C, 保持時間 2 h である。Fig.1 に磁性膜厚が 15, 25, 30 nm, 交流磁場振幅が 50, 200 Oe のときの直流磁場像を一例として示す。これまで試作したソフト磁性探針 (ゼロ磁歪のパーマロイ探針や CoZrNb 系非晶質探針) では磁性膜厚や交流磁場の増加に伴い信号強度が増加するのに対して、磁場中冷却した FeCoSiB 非晶質探針では磁性膜厚が増加すると記録ビットが不鮮明になり計測感度が減少していることがわかる。図で最も計測感度が高い磁性膜厚 15nm では、図(a)に見るように 50 Oe においても記録ビットが観察できており、観察に要する交流磁場値を低減できることがわかる。これらの挙動の原因として、磁性探針先端の磁性膜の磁化状態が磁場中熱処理や磁歪効果による誘導磁気異方性の影響で変化していることを考えている。講演では、空間分解能向上の可能性を探るために、さらに磁性膜厚の小さな探針を含めて、磁場中熱処理条件が磁性探針の感度と分解能に及ぼす影響の詳細を報告するとともに、低磁性膜厚で計測感度が向上した原因を考察する。

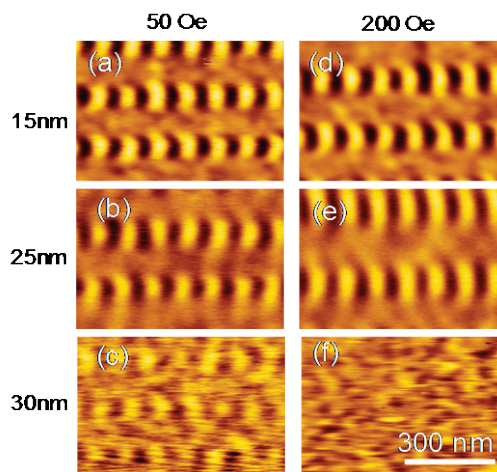


Fig. 1 A-MFM images measured by magnetic field annealed FeCoSiB tips with magnetic film thickness of 15, 25, 30 nm at AC magnetic field of 50 and 200 Oe, respectively.

参考文献 1) K. S. Rao 他, 第 39 回日本磁気学会学術講演概要集, 8pD-3 (2015).

超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による永久磁石の破断面の磁気イメージング手法の開発

曹永澤, 江川元太, 吉村哲, 齊藤準
(秋田大学)

Development of magnetic imaging for fractured surface of permanent magnets
by alternating magnetic force microscopy with superparamagnetic tip

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

はじめに 現在、磁区観察に広く用いられている磁気力顕微鏡の観察対象である磁性材料については、従来の表面平滑な磁性薄膜の他に、近年、バルク材料である永久磁石において、機械研磨を施さずに粒界で破断させた面（破断面）での磁区観察が求められている。その背景として、希土類磁石の磁区観察において、機械研磨した面では、内部の結晶粒と比較して磁化反転が弱い磁場で起こるのに対して、破断面では磁化反転がバルク体と同等の磁場で起こることが、放射光を用いた走査型軟X線 MCD 顕微鏡の観察¹⁾により報告されていることがある。本発表では、永久磁石の破断面等の表面凹凸の大きな試料における磁区観察を、磁気力顕微鏡により実現することを目的として、我々が開発を進めている超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡（Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM）を用いて、フェライト磁石の破断面の観察を行った結果を報告する。

方法 A-MFM は機械的に励振させた磁性探針に対して、交流磁場印加により探針磁化を周期的に変化させることで発生する探針試料間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、探針振動信号を周波数復調後にロックイン検出して試料からの直流磁場を計測する。

A-MFM では超常磁性探針を用いることで、計測磁場方向を交流磁場の印加方向に一致させた直流磁場の計測を行うことができる。本研究では A-MFM を市販のプロブ顕微鏡（日立ハイテクサイエンス製、L-trace II）の試料ステージの下に交流電磁石を設置して構成し、交流磁場を試料ステージに垂直方向に印加して、直上の超常磁性探針（ $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-FeCo}$ 等自作）を励磁し、Sr フェライト異方性焼結磁石（結晶粒径：約 $1\mu\text{m}$ 、保磁力：約 3.0 kOe ）の破断面を大気雰囲気中で観察した。

結果 Fig. 1 に消磁状態の c 面（磁化方向が面に垂直）の破断面において超常磁性探針を用いた A-MFM により観察した、(a)表面形状像、計測磁場方向が紙面に垂直方向の(b)垂直磁場像およびそのラインプロファイル[(d)], (c)磁場極性像およびそのラインプロファイル[(e)]を示す。表面の凹凸は約 $1.5\mu\text{m}$ であり、通常の磁気力顕微鏡では磁区の識別が困難であったが、A-MFM では表面の結晶粒の形状を反映した明瞭な磁区構造が垂直磁場像で観察され、磁場極性像では垂直磁場の上向き/下向き（表面磁極の極性）が明瞭に識別できる。これらのラインプロファイルに見るように、垂直磁場の強度がゼロになる垂直磁場の上向き/下向きの境界で、位相が 180° 変化しており、表面凹凸が大きいにもかかわらず、磁区構造が明瞭に観察できることがわかる。破断面で磁区観察ができるのは、超常磁性探針が磁場の計測方向である探針の真下からの垂直磁場を主に捉えているためと推察される。講演では、試料からの直流磁場計測の詳細に加えて、試料の磁化が交流磁場で可逆的に変化する箇所が発生する交番磁気力を利用した、試料からの交流磁場のイメージング結果についても報告する。測定試料は日立金属(株)様からご提供いただきました。

参考文献 1) 中村哲也, 小谷佳範, 広沢哲, 第 39 回日本磁気学会学術講演概要集 10pA-1, 2015.

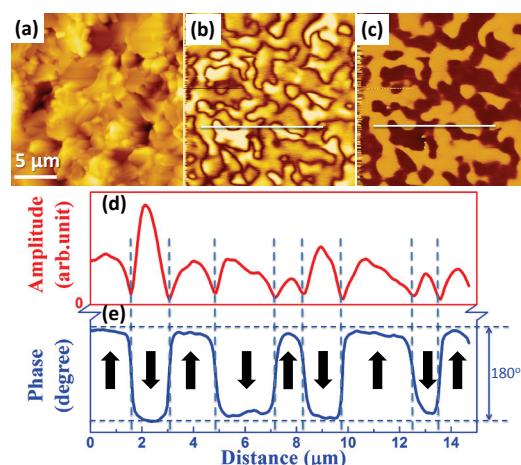


Fig.1 (a) topographic image, (b) perpendicular magnetic field image, (c) polarity image of magnetic field for fractured surface of sintered Sr ferrite magnet. (d) and (e) are the line profile of (b) and (c), respectively.

磁場分布のカラーイメージング用

磁気光学イメージングプレートの開発

長久保洋介, 劉琦, 婁庚健, 石橋隆幸
(長岡技科大)

Development of MO imaging plate for colour imaging.

Y. Nagakubo, Q. Liu, G. Lou, and T. Ishibashi
(Nagaoka Univ. of Tech.)

1. はじめに

磁気光学イメージングプレートを用いた磁気光学イメージングは、磁場分布をリアルタイムで可視化可能な優れた磁気イメージング技術である。しかし、磁場分布は光の強度分布として計測されるため、画像を見ただけで磁場の方向およびその大きさを知ることは困難であった。そこで本研究では、磁場分布をカラーでイメージングすることにより、色によって磁場の値を識別する技術を開発した。本発表では、高濃度 Bi 置換磁性ガーネットを用いた磁気光学イメージングプレートの性能指数の評価と磁気光学イメージングの磁場分布のカラー表示およびその定量化について報告する。

2. 実験方法

Bi 置換 Nd 系磁性ガーネット膜は、有機金属分解法(MOD法)を用いて作製した。ガラス基板上に下地層として $\text{Nd}_2\text{Bi}_1\text{Fe}_4\text{Ga}_1\text{O}_{12}$ (膜厚:90 nm) を作製し、その上に $\text{NdBi}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (膜厚:470 nm) の薄膜を作製した^{1,2)}。 $\text{NdBi}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 薄膜は、下地層と同様に、塗布から仮焼成までを 5 回繰り返した後に本焼成(600-700°C, 3 hour)を行うプロセスを 3 回繰り返した。最後に、反射膜として銀薄膜をガーネット膜の上に堆積させた。カラーイメージングでは、5W の白色パワーLED と偏光子および検光子(駿河精機:S342-D-550)を用いた。また、検光子を透過した光のスペクトルを光学分光器 (Ocean Optics:USB2000+) を用いて測定した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に本焼成温度の異なる試料の性能指数 $Q = \theta_K \cdot T$ [deg.] を波長に対してプロットしたグラフを Fig. 1 に示す。ここで、 θ_K は反射膜をつけた後のカー回転角、 T は透過率である。本焼成温度が 640~660°C の場合に 600 nm 付近で高い性能指数が得られた。磁気イメージングプレートと白色 LED 光源を用いて、市販のフェライト磁石の磁場分布を計測した結果を Fig.2 に示す。あらかじめ磁場と色の関係を校正しておいたカラーバー(Fig. 2)との比較により磁場の大きさも識別できることがわかる。

参考文献

- 1) 劉琦他, 第 39 回日本磁気学会学術講演会, 08pB-2
- 2) G. Lou et al., J. Appl. Phys., **117**, 17A749 (2015).

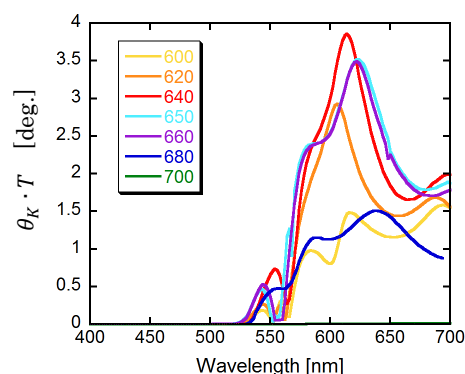


Fig. 1 Figure of merit of MO imaging plates using NdBiFeO films annealed at 600-700°C.

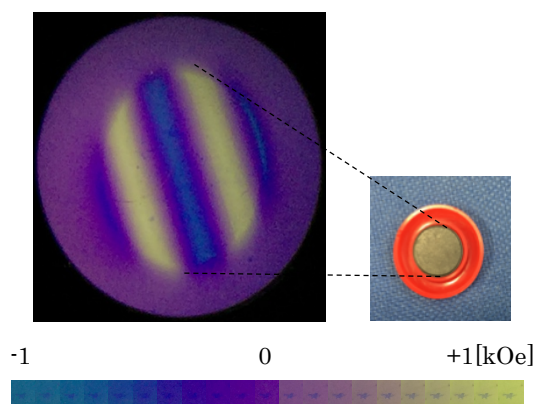


Fig. 2 An MO image of a ferrite magnet and colour bar indicating magnetic field.

走査型透過 X 線顕微鏡による永久磁石材料の XMCD 顕微分光

上野哲朗^{1,2,3}, 橋本愛², 武市泰男², 小野寛太^{2,3}
(¹ 物材機構, ² KEK, ³ ESICMM)

XMCD micro-spectroscopy of a permanent magnet using a scanning transmission X-ray microscope
Tetsuro Ueno^{1,2,3}, Ai Hashimoto², Yasuo Takeichi², and Kanta Ono^{2,3}
(¹ NIMS, ² KEK, ³ ESICMM)

はじめに

永久磁石材料の開発、高機能化において磁気モーメントや希土類イオンの価数などの電子状態の情報は重要であると考えられる。しかしながら、永久磁石材料は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁石のように実用材料としては多結晶体であること、また $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ のように粉末試料しか得られないということがある。そのため単結晶試料を用いた精密な電子状態評価実験が困難である。本研究では、微細加工法による単結晶試料の抽出と、集光した放射光 X 線を用いて局所的な X 線スペクトルが測定可能な装置である走査型透過 X 線顕微鏡 (STXM) を組み合わせて、実用永久磁石材料の電子状態評価を行った。

実験方法

試料には市販の 1-5 系サマリウムコバルト磁石を用いた。化学組成は $\text{Sm}_{0.5}\text{Pr}_{0.4}\text{Gd}_{0.1}\text{Co}_5$ であった。1000°C で熱消磁した後、収束イオンビーム加工装置による微細加工によって単結晶試料を切り出した。XMCD 顕微分光実験は高エネルギー加速器研究機構・放射光科学研究施設(PF) BL-13A に設置された走査型透過 X 線顕微鏡(STXM) [1]を用いて行った。Sm、Pr、Gd の各 $M_{4,5}$ 吸収端、Co $L_{2,3}$ 吸収端において X 線エネルギーをスキャンしながら STXM 像を取得し、X 線吸収スペクトルおよび XMCD スペクトルを得た。

実験結果

Fig. 1 に円偏光 X 線を用いて Co L_3 吸収端で測定した STXM 像を示す。迷路状磁区がコントラストとして現れることがわかる。

Fig. 2 に STXM 像の X 線エネルギースキャンにより取得した Sm $M_{4,5}$ XAS 及び XMCD スペクトルを示す。各 XAS スペクトル (μ_+ と μ_-) は STXM 像で逆向きに磁化しているピクセルでの強度をエネルギー毎に積算することで得た。これらの差分から XMCD スペクトル ($\mu_+ - \mu_-$) を得た。XMCD スペクトルに磁気光学総和則を適用して軌道磁気モーメント L とスピン磁気モーメント S の比を求めたところ $L/S \sim 2$ となり、フント則から導かれる 3 価 Sm イオン Sm^{3+} の軌道・スピン比 $L/S = 2$ とほぼ一致することがわかった。

参考文献

[1] Y. Takeichi *et al.*: *Rev. Sci. Instrum.*, **87**, 013704 (2016).

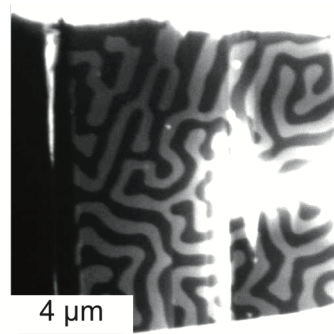


Fig. 1. STXM image at the Co L_3 edge.

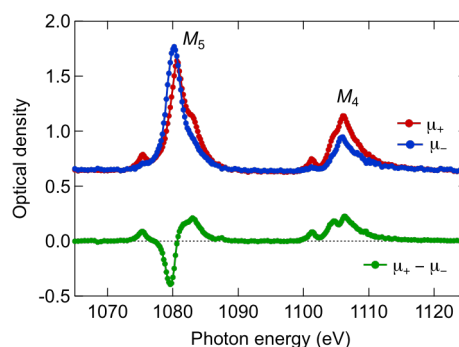


Fig. 2. Sm $M_{4,5}$ XAS (μ_+ and μ_-) and XMCD ($\mu_+ - \mu_-$) spectra.