

## 高感度・交番磁気力顕微鏡探針の開発に向けた 高磁化率・超常磁性 Co-GdO<sub>x</sub> グラニューラー合金薄膜の作製

鈴木 雄大, Yongze Cao, Pawan Kumar, Yue Zhao, 吉村 哲, 齊藤 準  
(秋田大学)

Fabrication of high-susceptibility superparamagnetic Co-GdO<sub>x</sub> granular alloy films  
for developing the sensitive alternating magnetic force microscopy tip

Y. Suzuki, Y. Cao, P. Kumar, Y. Zhao, 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を実現することで空間分解能を向上させた交番磁気力顕微鏡 (alternating magnetic force microscopy; A-MFM) を開発した<sup>1)</sup>。A-MFM は、探針試料間に交番磁気力を発生させることで誘起する探針振動の周波数変調現象を利用する。これまで観察試料に合わせた磁性探針を開発して、様々な磁性材料や磁気デバイスの磁場観察を行ってきた。ここで、強い直流磁場が発生する永久磁石等では、従来のソフト磁性探針では探針磁化が試料磁場により飽和し、外部から探針磁化を周期的に変化させるための交流磁場を印加しても探針磁化が変化しないので、探針振動に周波数変調が生じない問題が生じる。このため、磁化が飽和しない高磁化率の超常磁性薄膜を用いた高感度・超常磁性探針の開発が必要となる。高感度・超常磁性探針が開発できれば磁気記録ヘッド等の交流磁場計測への応用も期待できる。

昨年、我々は、磁化率  $\chi$  の大きな Co-GdO<sub>x</sub> 系グラニューラー合金薄膜の作製に成功したことを報告した<sup>2)</sup>。本薄膜の  $\chi$  の最大値は  $1.7 \times 10^{-5}$  H/m であり、報告がある Co<sub>36</sub>Al<sub>22</sub>O<sub>42</sub> 超常磁性薄膜の  $2.6 \times 10^{-6}$  H/m<sup>3)</sup> と比較して 7 倍程度大きい。本研究では、大きな磁化率と構造との相関解明のために、Co-GdO<sub>x</sub> 薄膜の磁化曲線のランジュバン関数による磁性結晶粒径や磁性結晶粒の体積分率の解析を行い、TEM 観察結果と比較検討した。

**方法** Co-GdO<sub>x</sub> グラニューラー合金薄膜を、Co ターゲットと GdO<sub>x</sub> ターゲットを 2 元同時マグネトロンスパッタリングにより Co の成膜電力を変化させて熱酸化膜付き Si 基板上に室温成膜した。薄膜の膜厚は 100 nm 一定とし、Co と GdO<sub>x</sub> の比率を種々変化させた。超常磁性薄膜の磁化曲線から、磁性結晶粒の体積分率と粒径を、ランジュバン関数による解析法<sup>4)</sup>により求めた。HR-TEM 観察では、画像から磁性結晶粒を粒子直径の大きさに別々にカウントして、平均直径をガウス分布から求め、磁化曲線の解析結果と比較した。

**結果** Fig.1(a), (b)に、室温での超常磁性薄膜の中で、Co の体積分率が少ない Co<sub>0.27</sub>(GdO<sub>x</sub>)<sub>0.73</sub> 薄膜 (A 薄膜) および Co の体積分率が最大の Co<sub>0.44</sub>(GdO<sub>x</sub>)<sub>0.56</sub> 薄膜 (B 薄膜) の TEM 像を示す<sup>5)</sup>。両薄膜とも磁性結晶粒が粒界のマトリックス相で囲まれたグラニューラー構造が観察され、A 薄膜では TEM 観察から求めた粒子の平均直径が 2.4 nm と小さく粒界相でよく分離されているのに対し、B 薄膜では粒子の平均直径が 4.3 nm に増加しており、さらに、粒子が 2~3 個結合して平均直径 6.3 nm のクラスタを形成していた。この結果を、磁化曲線解析の際に磁性結晶粒の  $M_s$  に Co の値を用いて求めた結晶粒

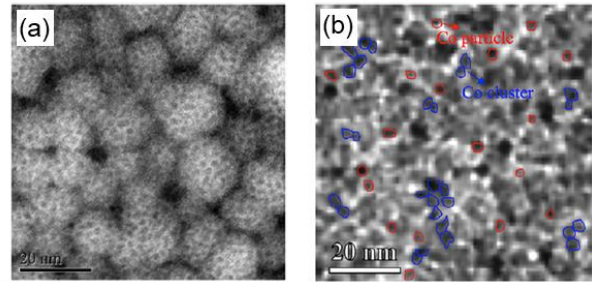


Fig.1 (a) Plan-view HR-TEM images of the Co<sub>y</sub>(GdO<sub>x</sub>)<sub>1-y</sub> films with  $y = 0.27$ . (b) Plan-view HR-TEM images of the Co<sub>y</sub>(GdO<sub>x</sub>)<sub>1-y</sub> films with  $y = 0.44$ . The red and blue circles are the corresponding Co particle and cluster.

径と比較すると、A 薄膜では高磁場側、低磁場側とも粒子直径が 2.6 nm でほぼ一致している。B 薄膜では、高磁場側が 4.7 nm、低磁場側が 6.9 nm と TEM の観察の粒子直径とクラスタの値とほぼ一致した。以上より磁性結晶粒は Co 粒子であり、Gd が含まれていないものと考えている。Co 粒子が室温で強磁性となる臨界直径が 7 nm 程度<sup>6)</sup>であることを考慮すると、本薄膜で大きな初磁化率が得られたのは、クラスタ化しても超常磁性を示す小さな Co 粒子が生成したことにより、Co の体積分率が増大したためと推察される。

**参考文献** 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, **109**, 07E330 (2011)., 2) K. Yakushiji et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **212**, 75-81 (2000)., 3) 鈴木, 他 第 41 回日本磁気学会学術講演概要集, 21pD-8., 4) C.P Bean et al, *J. Appl. Phys.*, **27**, 1448-1452(1956)., 5) Y. Cao et al., *J. Magn. Magn. Mater.* **462**, 119-126 (2018)., 6) Y.J. Chen, et al., *J. Appl. Phys.*, **87**, 4837-4839(2000)

# 超常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 高空間分解能・磁場エネルギーイメージングの理論

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準  
(秋田大学)

Theory of high-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head  
by A-MFM with superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito  
(Akita Univ.)

**はじめに** 高密度磁気記録技術の進展に伴い、垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており、磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる。筆者らの研究グループでは、磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) を開発し、さらに高保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで、磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現している<sup>1)</sup>。本報告では、磁性探針として新たに超常磁性探針を使用することで可能になる磁場エネルギーの高分解能イメージングの可能性を定式化により検討した結果<sup>2)</sup>を報告する。

**結果** 超常磁性探針 (SP 探針) を構成する個々の超常磁性状態の磁性結晶粒の磁化  $m$  を  $m = \chi H$  で表す。探針の磁気力  $F_z^{SP}$  はダイポールとして振る舞う個々の磁性結晶粒の磁気モーメントが受ける磁気力の和となり、次式で与えられる。ここで  $z$  方向は探針の変位方向であり試料面に垂直としている。

$$F_z^{SP} = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m \cdot H) dv = \chi \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (H \cdot H) dv = \chi \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial (H^2)}{\partial z} dv$$

個々の磁性結晶粒の磁化率  $\chi$  が一定の場合、磁気力は空間の磁場エネルギー  $\mu_0 (H)^2$  に比例するので、その計測が可能となる。SP 探針の特徴として、磁場の発生源に近い探針先端の磁性結晶粒の磁化の寄与が大きく、先端から離れた磁性結晶粒の寄与が小さいので、探針の有効磁気体積は探針に成膜されている磁性薄膜の体積より小さくなり、高分解能化に有利となることがあげられる。

一方、従来のハード磁性探針 (HM 探針) では、探針の長手方向に個々の結晶粒の磁気モーメントの方向が揃っている場合には、探針の磁気力  $F_z^{HM}$  は次式で与えられる。

$$F_z^{HM} = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m \cdot H) dv = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m_z H_z) dv \cong \int_{\text{tip surface}} q_m H_z dS$$

ここで、 $q_m$  は探針表面の磁極である。HM 探針の場合、 $q_m$  はハード磁性材料の磁化に依存して概ね一定値となることで、探針の有効体積は主に探針の形状を反映した表面積に影響されるので、高分解能化には探針を対称性よく先鋭化しその表面積を減少させることが重要となる。

磁気力の探針試料間距離依存性を考察するため、試料上の 3 次元直交座標系の原点  $(x, y, z) = (0, 0, 0)$  にある単磁極から探針が受ける磁気力を計算すると次式となる。

$$F_z^{SP} = \frac{\chi}{8(\pi\mu_0)} \int_{\text{tip volume}} \frac{-(x^2 + y^2 - 5z^2)}{(x^2 + y^2 + z^2)^4} dv, \quad F_z^{HM} \cong \frac{q_m}{4\pi\mu_0} \int_{\text{tip surface}} \frac{x^2 + y^2 - 2z^2}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} dS$$

ここで、座標点  $(x, y, z)$  は SP 探針の個々の結晶粒の磁化  $m$  あるいは HM 探針表面の  $q_m$  の位置である。探針が単磁極の真上にあるときに、 $F_z^{SP} \cong \frac{5\chi}{4(\pi\mu_0)^2} \int_{\text{tip volume}} \frac{1}{z^6} dv$ ,  $F_z^{HM} \cong \frac{q_m}{4\pi\mu_0} \int_{\text{tip surface}} \frac{-2}{z^3} dS$  となる。したがって、超常磁性探針においては、磁化率  $\chi$  の大きなものが実現できれば、磁気力が短距離的となり高分解能化が図れることがわかる。

**参考文献** 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett., 96,143104(2010), 2) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett., 111,183105(2017)

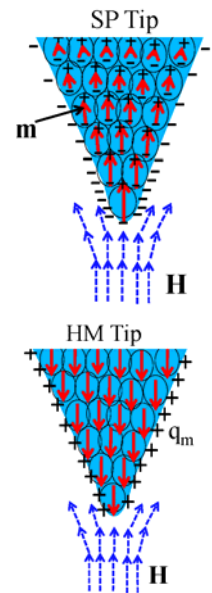


Fig.1 Schematic figures of SP tip and HM tip.

# Co-GdO<sub>x</sub>系超常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高空間分解能・磁場エネルギーイメージング

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準  
(秋田大学)

High-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head

by A-MFM with Co-GdO<sub>x</sub> superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

**はじめに** 高密度磁気記録技術の進展に伴い、垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており、磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる。筆者らの研究グループでは、磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) を開発し、さらに高保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで、磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現している<sup>1)</sup>。本報告では、更なる空間分解能向上に向けて、磁性探針として新たに超常磁性探針を使用することで可能となる磁場エネルギーのイメージングを、垂直磁気記録ヘッドに応用することで、理論的考察<sup>2)</sup> から予測される高分解能イメージングの可能性を検討した結果<sup>3)</sup> について報告する。

**結果** Fig. 1 に Co-GdO<sub>x</sub> 系超常磁性 (SP) 探針 (磁性膜厚 100 nm) 及び FePt-MgO 系ハード磁性 (HM) 探針 (磁性膜厚 20 nm) を用いて A-MFM により計測した垂直磁気記録ヘッドの磁場エネルギー像(a)及び垂直磁場像(b), および磁場エネルギー像のラインプロファイル(c) とその空間スペクトル(e), 垂直磁場像のラインプロファイル(d)とその空間スペクトル(f)を示す。HM 探針は観察前に探針磁化が試料面に垂直になるように着磁した。

磁場エネルギー像と垂直磁場像を比較すると、磁場エネルギー像では図(a), (c)のように主磁極付近で空間対称性のよい急峻な信号が得られているのに対して、垂直磁場像では図(b), (d)のように主磁極付近の信号がブロードであり、空間対称性が劣っている。空間分解能を空間スペクトルにより信号がノイズレベルと等しくなる波長の半波長で評価すると、磁場エネルギー像では図(e)のように 13 nm であるのに対して、垂直磁場像では図(f)のように 17 nm であった。磁場エネルギー像では SP 探針の磁性膜厚が垂直磁場像の HM 探針の磁性膜厚より 5 倍大きいにもかかわらず、高い空間分解能が得られている。空間スペクトルの信号強度とノイズの比 (ダイナミックレンジ) から信号強度を見積ると、垂直磁場像では 70 dB 程度、磁場エネルギー像では 50 dB 程度であり、垂直磁場像は信号強度が大きいにもかかわらず空間分解能が低いことがわかる。

磁場エネルギー像で高分解能が得られる理由として、1) 磁場エネルギーは磁場と比較して探針試料間距離による信号の減衰が大きな短距離的な相互作用となっており、2) SP 探針では探針先端の試料面に近い磁性結晶粒の磁気モーメントが主に磁気力に寄与しており、探針の有効磁気体積が小さいことが考えられる<sup>2)</sup>。

一方、HM 探針は探針表面の表面磁極が主に磁場を検出しているため、探針先端の形状や空間的非対称性により磁気力信号が歪む問題がある。講演では SP 探針と HM 探針の像コントラストの違いも議論する。

**謝辞** 磁気記録ヘッドの磁場エネルギーイメージングに関する議論に対して、(株)日立ハイテクファイナシステムズ様に感謝いたします。

**参考文献** 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett. 96,143104(2010), 2) P. Kumar 他 第 42 回日本磁気学会学術講演概要集, 3) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett. 111,183105(2017)

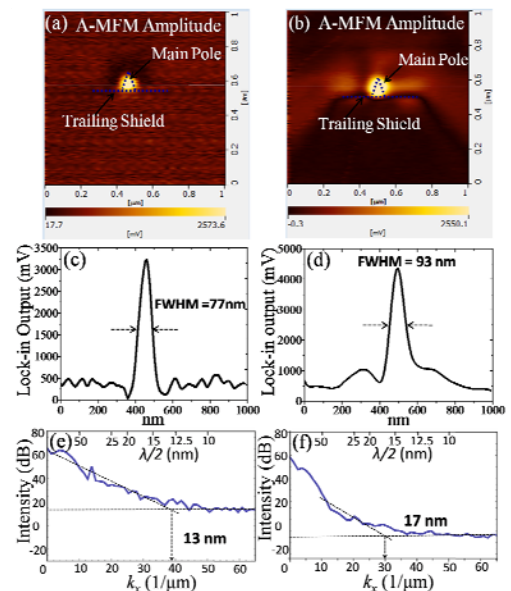


Fig.1 A-MFM images, their line profiles and power spectra by using superparamagnetic Co-GdO<sub>x</sub> tip and hard magnetic FePt-MgO tip.

# 高分解能磁気光学顕微鏡の開発

小笠原 剛

(産総研)

Development of high resolution magneto-optical Kerr microscope

Takeshi Ogasawara

(AIST)

磁気光学顕微鏡は一般の光学顕微鏡と同程度の空間分解能を持つとされている。しかし実際には、面内磁化を観察する場合には照明光を試料面に対して斜めに照射する必要があり、このために照明光の入射方向に垂直な方向の空間分解能が大きく低下してしまうことが、Abbeの空間分解能の理論より示唆される。この分解能の低下は照明光の入射方向に依存するので、入射方向を変えて撮影した多数の磁区像を合成することにより、分解能を改善した画像を得ることができることを見出し、試作機を開発を行った<sup>1,2)</sup>。

開発した磁気光学顕微鏡の構成を Fig. 1 に示す。通常の磁気光学顕微鏡における落射照明光学系に回転ステージを取り付け、照明光の入射方向を光軸のまわりに 360 度回転できる構成とした。光源は、波長 470 nm の LED を用い、マルチモード光ファイバーによって光学系に接続している。照明光を 16 方向から入射させてそれぞれの磁区画像を取得し、これらの磁区画像に適切な重みをつけて重ね合わせることで、分解能の改善した磁区画像を得た。落射照明光学系の回転による像のずれや、温度変化などによる試料位置のドリフトが発生すると、重ね合わせが困難になるため、波長の異なる照明光を用いたモニター光学系 (Fig. 1 では省略) を用いて試料位置の変化を検出し、フィードバック制御によりフォーカスと試料位置を固定している。

Fig. 2(a) は、今回開発した手法によって撮影した磁区像で、Fig. 2(b) は同一の磁区を従来法によって観察したものである。試料はパーマロイの薄膜を微細加工したもので、像の濃淡は面内横方向の磁化の大きさを表している。新手法では従来法にくらべて、磁区の境界や細かなテクスチャーが明瞭となっており、考案した手法が有効に機能し、分解能が改善したことを示している。

## 参考文献

- 1) 小笠原剛、特願 2017-006656 .
- 2) T. Ogasawara, Jpn. J. Appl. Phys. 56, 108002 (2017).

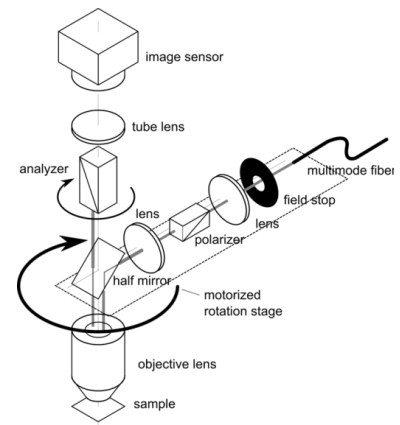


Fig. 1 Schematic configuration of newly-developed magneto-optical Kerr microscope.

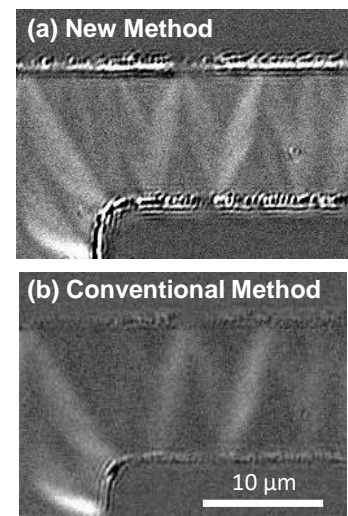


Fig. 2 Domain structure images observed by the new method (a) and the conventional method (b).