

高感度・高分解能 MFM システムの開発

High-Sensitivity, High-Resolution Magnetic Force Microscopy System

山岡武博 渡辺和俊 白川部喜春 茅根一夫

セイコーインスツルメンツ株式会社, 千葉県松戸市高塚新田 563 (〒270-2222)

T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, and K. Chinone

Seiko Instruments Inc.

Magnetic force microscopy (MFM) is a useful tool for investigating magnetic recording media, ferromagnetic patterns and magnetic devices. Ultra-thin magnetic coating probes were developed with the aim of providing high-resolution MFM. High-sensitivity MFM system with quality factor auto control (QFAC) was developed for use with such thin magnetic coating probes. We studied performance of the QFAC system in air and in vacuum. As a result, we found this is a powerful technique for imaging a magnetic domain. The QFAC in vacuum was superior to that in air. We observed finer magnetic domains than those observable with a conventional MFM system. This paper, we reports experimental results for ultra-high-density recording media; we estimate the lateral resolution is less than 20 nm.

Key words: magnetic force microscope, magnetic recording media, quality factor auto control, high-sensitivity, high-resolution

1. はじめに

近年 100 ギガビット/平方インチを超える高密度磁気記録媒体等に関連した研究が盛んである。記録密度の向上とともに、磁区観察の高分解能の要求も増大している。また、強磁性磁気ドットやパターンなど、メゾスコピック磁性体における磁化構造の解明、MRAM をはじめ次世代磁気応用素子開発研究等においても、ナノスケールでの磁区構造を観察するといった要求が強い。

磁気力顕微鏡 (MFM : Magnetic Force Microscopy) ¹⁾ は走査型プローブ顕微鏡 (SPM : Scanning Probe Microscopy) を利用した磁区観察手段であり、従来の磁区観察手段に比べて簡便かつ高分解能という特徴を有するため広く実用化されており、特に磁気記録媒体の磁化状態の観察には一般的に MFM が使用されている。しかしながら、現状の MFM の分解能は約 30nm 程度であり、今後の磁区観察手段としての分解能要求には応えられなくなりつつある。MFM の分解能を向上させる探針側の工夫としては、収束イオンビーム (FIB) 加工等を利用し、MFM 探針先端の形状を先鋭化する ²⁾、カーボンナノチューブ探針を利用する ³⁾ などがあるが、いずれも簡便な方法ではない。簡便な方法としては、MFM 探針の磁性コート従来よりも薄膜化することが考えられるが、これまで報告例があまりなかった。

本研究の目的は、磁区構造をより詳細に観察するための高感度・高分解能 MFM 観察技術を開発することにある。まず我々は

高分解能を実現するために、通常数 10 nm の磁性薄膜をコーティングして作製される MFM 探針に対し、磁性薄膜のコート厚を更に薄くした MFM 探針の開発を行った。このように薄膜化した探針を高分解能探針と呼ぶ。高分解能探針を用いる場合、試料との相互作用が減少するため、MFM を高感度化する必要がある。MFM の検出感度は、一般にカンチレバー振動の Q 値に比例することが知られているが、我々は MFM を真空中で動作して空気抵抗を減少し、Q 値を向上させる方法を提案していた ⁴⁾。但し、大きすぎる Q 値では応答性が犠牲になるという課題があった。

そこで我々は MFM の感度を向上させる他の方法として、Q 値を能動的に制御するための回路及びソフトウェアを開発し、あらゆる環境において、応答性と感度向上を両立できる Q 値自動制御 (quality factor auto control, QFAC) システムを開発した。また大気環境と真空環境の両方で Q 値自動制御を行い、それぞれの優位性について比較検討を行った結果、真空環境のほうが感度及びデータの再現性や操作性の観点で優れていることが判明した。これらの高感度かつ高分解能 MFM 技術を高密度記録された磁気媒体に適用し、面内分解能が 20nm 以下の磁区観察に成功した。

2. 実験方法

2.1 高分解能 MFM 探針

MFM 探針として、共振周波数 120~150 kHz、バネ定数 20 N/m のカンチレバーに磁性コートを施して使用した。Fig.1 は磁性薄膜 (CoPtCr) のコート膜厚 t を変化させた際の、探針先端の SEM 写真と、 $t=24$ (nm) の場合の、探針の方向を垂直と定義した場合の磁化特性である。垂直方向の保磁力は約 650 (Oe) である。膜厚を薄くした場合に、探針の先端径が小さくなっていることが明確である。なお、コート膜厚は Si 平面部分にスパッタした際に計測したが、実際の探針先端部分は、コート膜厚から予想される先端径よりは細くなっている。

2.2 Q 値自動制御

MFM の検出感度向上のため、Q 値自動制御による大気中及び真空中測定が可能な装置を開発した。実験に用いた MFM 装置は、セイコーインスツルメンツ社製の環境制御走査型プローブ顕微鏡 SPI4000/SPA300HV に、Q 値自動制御のため Fig.2 に示す回路及びソフトウェアを付加した。

Q 値制御とは、カンチレバー振動のダンピング量を能動的に変化させることで Q 値の制御を行う技術である。従来の Q 値制御の例としては、液中測定において、液体による大きな粘性抵抗のた

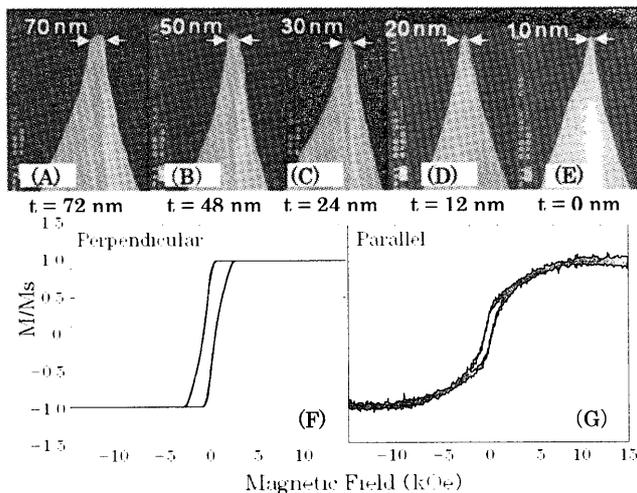


Fig. 1 (A)–(E): SEM images of thin magnetic film (CoPtCr) coated MFM probes (magnetic coat thickness (t) and diameter of apex are described). (E), (F): Typical M-H curves of magnetic film ($t = 24$ nm).

めQ値が著しく低下するという課題を、Q値制御により解決した報告があった⁵⁾。また、大気中でのMFMへの応用も検討されていた。

Q値制御の原理について簡単に説明する。カンチレバーの質量を m 、バネ定数を k 、変位を $Z(t)$ 、カンチレバーと試料、環境などの系で決まる粘性係数を η 、正弦波の強制振動力を $F_0 e^{i\omega t}$ (F_0 : 振動振幅, ω : 周波数) とし、この強制振動力をカンチレバーに与え、これによって生じるカンチレバーの変位信号を $\pi/2$ だけ位相をシフトさせ、増幅して、信号 $Ge^{i\pi/2} Z(t)$ (G : 増幅率) を生成し、この信号をカンチレバーの駆動系に帰還させた場合の、カンチレバーの運動方程式は次のようになる。

$$m\ddot{Z} + \eta\dot{Z} + kZ = F_0 e^{i\omega t} + Ge^{i\pi/2} Z$$

正弦波変位の位相を $\pi/2$ シフトさせることと、正弦波変位の微分信号を得る (正弦波変位の速度信号を得る) ことは同等なので、帰還回路で生成した信号は、速度 \dot{Z} に変換可能であり、この項を左辺に移項して、次の運動方程式を得る。

$$m\ddot{Z} + \eta_{eff}\dot{Z} + kZ = F_0 e^{i\omega t}$$

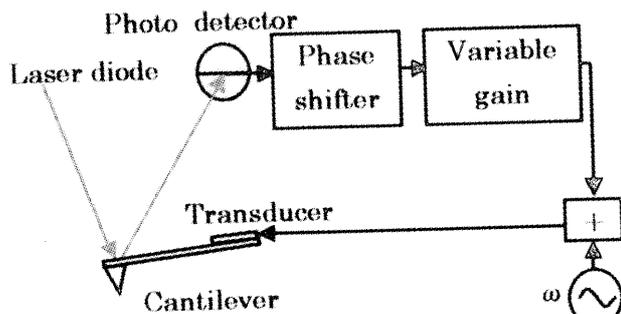


Fig. 2 Block diagram of quality factor auto control (QFAC) system.

ここで、 η_{eff} は有効粘性係数である。

$$\eta_{eff} = \eta - G/\omega$$

この運動方程式は、実効的な粘性係数及びQ値を制御できることを示している。この場合、有効Q値は次のようになる。

$$Q_{eff} = m\omega / \eta_{eff}$$

増幅率 G の極性、大きさを変えることで、有効Q値の増減が可能である。開発したシステムでは、帰還回路の安定が保持できる増幅率 G の範囲内において、ソフトウェアにより任意のQ値を自動設定可能とした。また、大気中ではQ値の増加制御、真空中ではQ値の抑制制御を行い、それぞれの環境において最適な感度向上と応答性を確保した。真空中では、ターボ分子ポンプにより排気を行い、 10^{-5} Pa 程度の真空度で測定を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 高分解能 MFM 探針の特性

Fig.3 (A)~(D)はFig.1で示した各コート膜厚 t のMFM探針により大気中 ($Q \approx 300$) で測定した、保磁力約 300 Oe の $[\text{Co}/\text{Pt}]_{10}$ 人工格子ドット (直径 500 nm, 高さ 30 nm, 15 kOe の面内磁場を印加した後の残留磁化状態で、安定な多磁区構造をとることがわかっている⁶⁾) のMFM観察像である。Fig.4は、それらのMFM像から調べた探針コート膜厚に対するMFM感度の関係である。

(MFM感度は引力部分と斥力部分の磁区間のコントラストを相対的に表示している。)

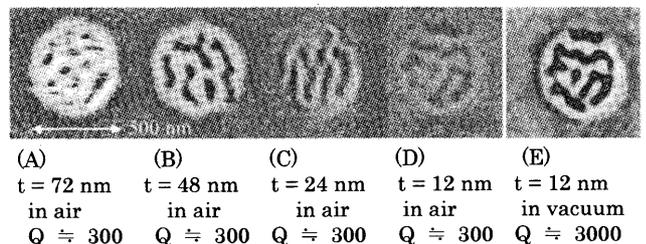


Fig. 3 MFM images of $[\text{Co}/\text{Pt}]_{10}$ dots by various thin magnetic film coated probes. (A)–(D): in air without QFAC ($Q \approx 300$). (E): in vacuum with QFAC ($Q \approx 3000$).

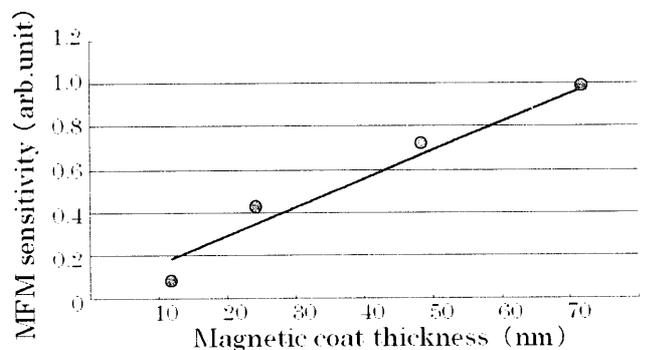


Fig. 4 Magnetic coat thickness dependence of MFM intensity of Co/Pt dots by various thin magnetic coated probes.

探針のコート膜厚が大きい場合、試料の磁化状態を乱しているが、感度は大きい。探針のコート膜厚を薄くしていくと、感度は低下するが、試料磁化状態の攪乱は小さくなる。なお、Fig.3 (E) は、(D)の測定直後、同じドット、同じ探針 ($t = 12 \text{ nm}$) を使用し、後述する高感度MFMの手法である真空中Q値自動制御MFM ($Q \approx 3000$) により測定した結果である。MFM感度が向上し、磁区構造が乱されることなく明瞭に観察可能となっている。

3.2 Qカーブ及びQ値の探針試料間距離依存性

Fig.5は探針試料間距離 $500 \mu\text{m}$ において、Q値自動制御によりQ値を約3000に設定し、探針試料間距離を $10 \mu\text{m}$ まで近づけていった際の、Qカーブの変化である。大気中の場合、探針試料間を近づけると振幅が減少し、ピークがブロードになっていく様子がわかる。真空中では、そのような現象は見られない。大気中の場合、カンチレバーと試料の間に存在する空気による粘性抵抗に距離依存性があるため、探針を試料に近づけた場合に、Q値が低下するものと考えられる。一方、真空中の場合は粘性抵抗に変化がないため、Q値に距離依存性が無いと考えられる。

Fig.6は、探針試料間距離 $400 \mu\text{m}$ において、Q値自動制御を行い、Q値を約4000に設定し、探針試料間距離を $1 \mu\text{m}$ まで近づけていった際のQ値の距離依存性を、真空中と大気中の両方で示している。同様に、従来のMFMに相当する、Q値の自動制御を行っていない ($Q = 400$) 場合の、大気環境におけるQ値の距離

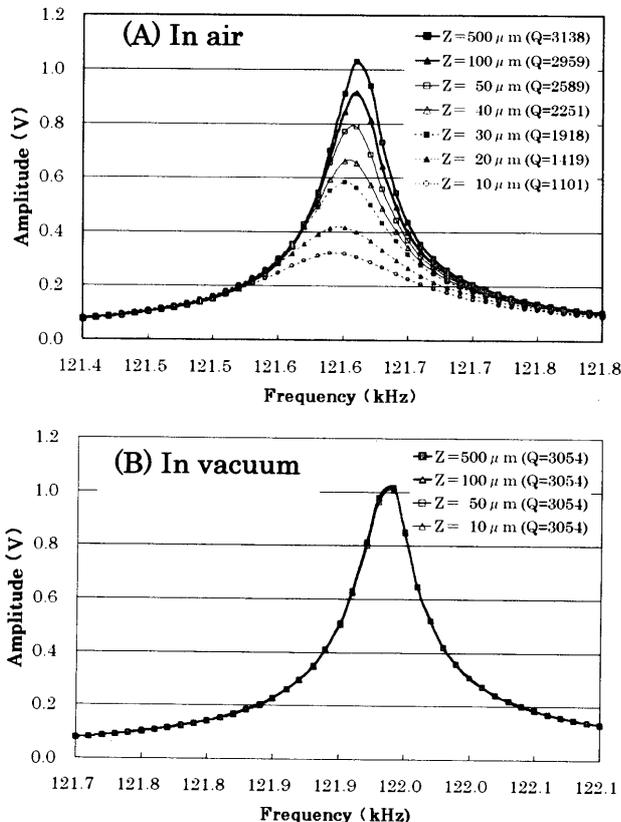


Fig. 5 Frequency and probe-sample distance dependence of amplitude of cantilever (A) in air and (B) in vacuum with QFAC.

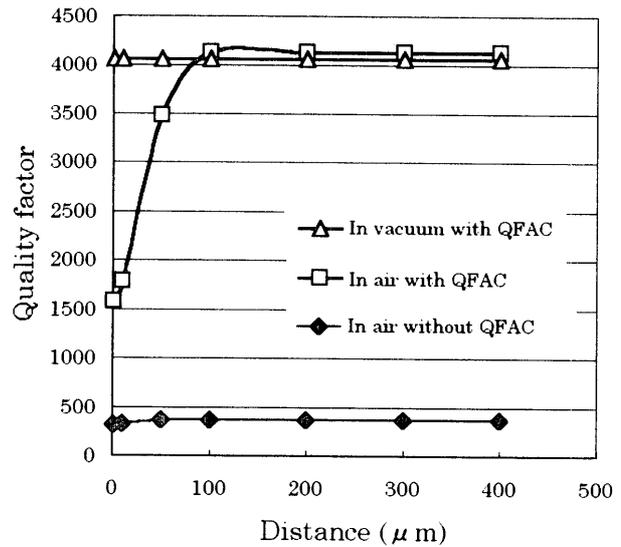


Fig. 6 Relationship between probe-sample distance and quality factor in air and in vacuum with QFAC, and in air without QFAC.

依存性も合わせて示している。探針試料間距離 $400 \mu\text{m}$ のときのQ値を Q_{400} 、 $10 \mu\text{m}$ まで近づけた場合のQ値を Q_{10} として、Fig.6のデータより、Q値の低下率 $\equiv (Q_{400} - Q_{10}) / Q_{400}$ を求めた結果をTable 1に示す。大気中Q値自動制御無しの場合でも、距離の減少にともなってQ値の減少は起こるが(約14%)、大気中の高いQ値にコントロールされた場合(約62%)ほどではない。

Table 1 Decline of quality factor.

| Environment | Q_{400} | Q_{10} | Decline of quality factor (%) |
|-------------|-----------|----------|-------------------------------|
| In vacuum | 4066 | 4066 | 0.0 |
| In air | 4135 | 1575 | 61.9 |
| In air | 369 | 318 | 13.8 |

3.3 Q値とMFM感度の関係

Fig.7は探針試料間距離 $10 \mu\text{m}$ においてQ値自動制御を行い、一定周期の記録信号 (200 kFCI) で書き込み済みの CoPtCr-SiO_2 グラニューラ垂直媒体⁷⁾ に、高分解能探針 ($t = 24 \text{ nm}$) をアプローチ後、MFM測定を行い、MFM感度のQ値依存性を調べたものである。(MFM感度は磁化遷移領域の引力部分と斥力部分のコントラストを相対的に表示している。) MFM感度はほぼQ値に比例している。使用した探針の機械的特性は、共振周波数 $120 \sim 150 \text{ kHz}$ 、バネ定数 20 N/m であるが、このような機械的特性のカンチレバーを使用した場合、Q値自動制御において安定した帰還動作が可能な範囲の目安として、真空中では $1000 \leq Q \leq 5000$ 、大気中では $200 \leq Q \leq 2000$ であった。真空中のほうが制御範囲は広く、また同じQ値でMFM感度を比較しても、真空中のほうが有利であることがわかる。

大気中の場合、探針試料間距離の減少とともに実効的Q値が減少することが原因で、MFM感度は真空中の場合より低い結果となる。そのために、試料表面にできる限り探針を近づけた状態で

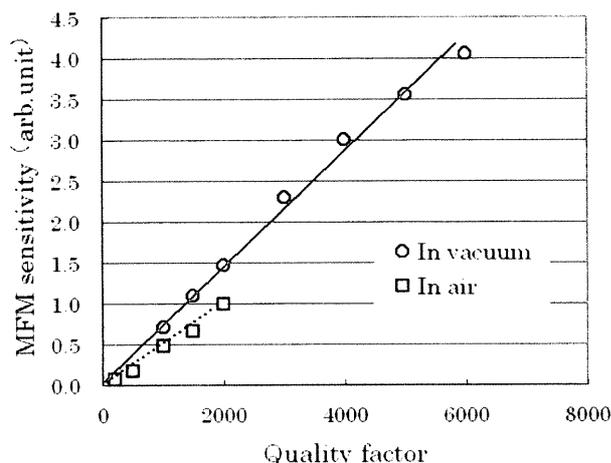


Fig. 7 Relationship between quality factor and MFM intensity in air and in vacuum with QFAC.

Q 値制御を行わなければ、高いQ 値は得られない。但し、試料表面のごく近傍でQ 値自動制御を行うと、試料交換の際など、探針と試料を離れた場合に、Q 値が急に上昇し、帰還動作が不安定となり、系が発振するなどの課題がある。

真空中の場合、探針試料間距離に対するQ 値変動がほとんど無いので、そのような煩わしさはない。以上の評価結果より、MFMの高感度手法としては、真空中Q 値自動制御が最適である。

3.4 高密度記録媒体の高感度・高分解能観察結果

Fig.8は、単磁極ヘッドで800 kFCI (ビット長さ 32 nm) の記録を行った CoPtCr-SiO₂ グラニューラ垂直媒体⁷⁾ のMFM 観察結果である。(A)はコート膜厚 $t = 72$ (nm)の探針を、従来どおり大気中でQ 値自動制御を行わずにMFM 測定 ($Q \approx 300$) した結果である。800 kFCI の信号は微弱ながら観察できているが、未記録部分の磁気クラスター等の観察は困難である。(B)はコート膜厚 $t = 12$ (nm)の高分解能探針を、従来どおり大気中でQ 値自動制御を行わずに測定した結果である。感度が低いため、磁区構造の詳細な議論はできない。(C)は、コート膜厚 $t = 72$ (nm)の探針を、真空中Q 値自動制御したMFM ($Q \approx 3000$) で測定した結果であり、感度が向上している。(D)は、コート膜厚 $t = 12$ (nm)の高分解能探針を、真空中Q 値自動制御したMFM ($Q \approx 3000$) で測定した結果であり、感度と分解能が向上しているため、記録ビット間の遷移領域や、未記録部分の磁気クラスター等の詳細が明瞭である。

(D)の画像において、適当な2点間の信号強度分布中、半値幅で20nm 以下の情報を得ることが可能であり、今回開発したMFMの分解能は20 nm 以下と推定できる。

4. まとめ

MFM を高分解能化する目的で、探針にコートする磁性膜を薄膜化した高分解能用探針を作製した。このようにして作製した高分解能探針は、MFM 探針の漏れ磁界による試料の磁化状態の擾乱を低減でき、かつ真空中Q 値自動制御により高感度に磁区観察

を行うことが可能である。

MFM を高感度化する手法として、Q 値自動制御MFM を開発し、大気中と真空中での性能比較を行った。真空中では、Q 値の探針試料間距離及びレバー振幅依存性が小さく、また、高Q 値への安定制御範囲が広いなどの特性から、感度及びデータの再現性や操作性の観点で、大気中より有利である。

今回開発した真空中Q 値自動制御及び高分解能MFM 探針を高密度記録媒体 (800 kFCI, ビット長 32 nm) に応用し、従来のMFM より高感度・高分解能磁区観察に成功した。

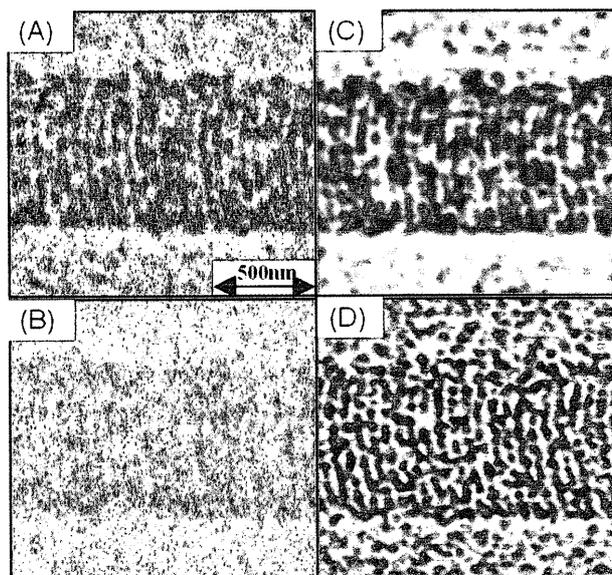


Fig. 8 MFM images of ultra-high-density recording media (800 kFCI): (A) magnetic coat thickness $t = 72$ nm in air without QFAC ($Q = 300$), (B) $t = 12$ nm in air without QFAC ($Q = 300$), (C) $t = 72$ nm in vacuum with QFAC ($Q = 3000$), (D) $t = 12$ nm in vacuum with QFAC ($Q = 3000$).

謝辞 Co / Pt 人工格子ドット試料を提供いただいた東北大学多元物質科学研究所島田寛教授研究グループ、CoPtCr-SiO₂ グラニューラ垂直媒体を提供いただいたNHK放送技術研究所並びに富士電機株式会社、MFM 探針の磁化測定にご協力いただいた秋田大学石尾俊二教授研究グループに感謝いたします。

文 献

- 1) Y. Martin and H.K. Wickramasinghe: "Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000Å resolution", Appl. Phys. Lett. Vol.50, No.20, pp.1455-1457 (1987)
- 2) G.N. Phillips, M. Siekman, L. Abelmann, and J.C. Lodder: "High resolution magnetic force microscopy using focused ion beam modified tips", Appl.Phys.Lett. Vol.81, No.5, pp.865-867(2002)
- 3) T. Arie, H. Nishijima, S. Akita, and Y. Nakayama: "Carbon nanotube probe equipped magnetic force microscope", J. Vac. Sci. Technol. B 18(1), pp.104-106 (2000)
- 4) M. Yasutake, T. Yamaoka, and Y. Nagatani: "Instrumentation of the High-Vacuum Atomic Force Microscope", Jpn. J. Appl. Phys. Vol.35, No.6B, pp.3783-3786 (1996)
- 5) A.D.L. Humphris, A.N. Round, M.J. Miles: "Enhanced

imaging of DNA via active Quality factor control”, *Surface Science*, Vol.491, No.3, pp.468-472 (2001)

- 6) 菊池伸明, 岡本聡, 北上修, 島田寛, 金承九, 大谷義近, 深道和明: “Co/Pt 人工格子ドットの磁気特性”, *日本応用磁気学会誌* 25, 859-862 (2001)
- 7) 船橋信彦, 宮下英一, 田口亮, 久我淳, 玉城孝彦, 酒井泰志, 榎本一雄, 竹野入俊司, 渡辺貞幸, 大月章弘: “CoPtCr-SiO₂ グラニューラー垂直媒体における高密度記録磁化パターンの観察” 第26回日本応用磁気学会学術講演概要集, pp.138 (2002)

2002年10月4日受理, 2003年1月17日採録