周波数変調方式磁気力顕微鏡の開発

Development of a Magnetic Force Microscope Using a Frequency Modulation Technique

菊川 敦・保坂純男・井村 亮・本多幸雄*

(株)日立製作所基礎研究所, 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280 (☎185)

*(株)日立製作所中央研究所, 東京都国分寺市東恋ヶ窪 1-280 (☎185)

Atsushi Kikukawa, Sumio Hosaka, Ryo Imura and *Yukio Honda

Advanced Research Laboratory, Hitachi, Ltd., 1-280 Higashi-koigakubo, Kokubunji-shi, Tokyo 185

*Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd., 1-280 Higashi-koigakubo, Kokubunji-shi, Tokyo 185

A magnetic force microscope (MFM) utilizing frequency modulation (FM) technology was developed, with the aim of improving the performance of conventional MFMs. The FM technology made it possible to operate the MFM in a vacuum, whereas this is impossible with an MFM made by using the conventional method. The output noise was reduced by 10 dB when it was operated in a vacuum, because of the increased cantilever Q value due to the reduction of the air damping. The instrument is combined with a scanning electron microscope, which is efficient in directing the probe to a specific region on the sample because of its deep focusing length. The MFM images of the recorded domains on the magneto-optical disks and the magnetic tapes are presented. From those images, the resolution of the instrument is estimated as 50 to 100 nm.

Key words: magnetic force microscope, frequency modulation, cantilever

1. はじめに

磁気ディスクや光磁気ディスクなどの高密度磁気記録システムの開発に際して問題点解析に要求される評価・解析手段の一つに媒体の磁化状態観察がある。実際の媒体の磁化状態を実空間で観察できれば、各種のパラメータが媒体の記録状態に与える影響を直接知ることが可能である。

磁化状態の観察手段に求められる事項としては、感度・分解能はもちろんであるが、特に工学的応用を考えると、試料の前処理が容易なことや観察所要時間が短いことが挙げられる。従来、一般に用いられてきた磁化状態(磁区)の観察手段は、これらの要求を必ずしも満たしていない。例えば、ビッター法や偏光顕微鏡は、試料の準備や装置の操作は容易であるものの、光学顕微鏡を用いるのでその分解能は観察に用いる光の波長で制限さ

れ、 $0.2\mu\text{m}$ 前後が限界である。また、電子線ホログラフィー法¹⁾やローレンツ法などの透過電子線を用いるものは試料作製に多大な時間と労力を要する。

磁気力顕微鏡(MFM: Magnetic Force Microscope)は、高分解能・高感度かつ試料に特別な前処理を施す必要がない磁区観察手段である²⁾。MFMは、走査型力顕微鏡の一種で微細な磁性先端を有するカンチレバーに作用する磁気力、すなわち、試料からの漏洩磁界を検出する。したがって、試料表面の状態をあまり選ばず、保護膜などが存在しても十分な漏洩磁界があれば観察可能であり、試料の作製は容易である。また、分解能は100 nm以上で光学顕微鏡を用いた観察手法よりも高分解能である。

MFMには、大別して引力モード、斥力モード、トンネル電流安定化モードの3種類の動作モードがある^{2)~4)}。これまでに実現されている装置の多くは引力モードを採用している。引力モードMFMは、1987年にIBMのMartinらによって実現された^{2), 5)}。以来、各研究機関でも開発が進められ、磁気記録の評価などに応用されている⁶⁾。引力モードでは、直接磁気力を検出するのではなく探針を試料表面から10~100 nm離して探針に作用する力の空間微分を検出する。この方式は、探針に働く力の絶対値が小さくとも空間的に変化していれば漏洩磁界の存在を検出できるので、直接磁気力を検出する斥力モードよりも高感度である²⁾。

MFMは、数々の優れた特徴を有する一方、視野が狭い、観察所要時間が長いなどの欠点がある。これらは、MFMに限らず走査型トンネル顕微鏡や原子間力顕微鏡などに共通するもので、探針を走査して像を得ていることに起因する。

視野が狭いのは探針または試料を走査するスキナの駆動機構に圧電アクチュエータを用いているためである。視野が狭いと、試料上の特定部位を観察するような

ことは極めて困難である。したがって、光学顕微鏡や走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) などの補助観察手段を併用する必要がある。

MFM は、探針走査により像を得るので観察所要時間が長くならざるを得ない。さらに、引力モード MFM では、カンチレバーの共振周波数変化を検出する必要があるが、従来方式の検出系は、動作帯域が原理的に狭く、高速走査がむずかしいという問題があった。

これまでに我々は、従来方式と比較して高速走査可能な FM (Frequency Modulation) 方式カンチレバー共振周波数検出技術を開発している⁷⁾。本論文では、この技術を基に、先に述べた欠点解消および分解能・雑音特性の改善を目指して開発した SEM/MFM 複合装置およびそれを用いた観察結果について述べる。

2. 装置構成

今回我々が開発した装置の特徴は、FM 方式カンチレバー共振周波数検出による高速走査と真空中動作の実現、SEM/MFM 複合化による視野選択容易化である。

一般に、MFM の視野は最大で 10 から 100 μm 程度と狭い。これは、試料または探針の走査機構に、圧電アクチュエータを用いているためである。圧電アクチュエータは、剛性が高く、 10^{-9} m オーダの微小変位を容易に実現可能である反面、自身の大きさに対する変位量の割合が小さいために走査範囲を広げようとするとスキナナの大型化は避け難く、現実的でない。そこで、一般には、光学顕微鏡などの補助観察手段を用いて視野選択を行う。

今回、我々が開発した装置は、補助観察手段として SEM を採用している。SEM は、数十倍から数万倍まで

の広範囲で連続的に倍率を可変でき、焦点深度が光学顕微鏡よりも遙かに深いためにこの種の用途には好都合である⁸⁾。SEM との複合化により探針を 1 μm の精度で目的位置に短時間で導くことが可能である。さらに、後述するように、FM 方式 MFM は真空中においてその性能を最大限発揮できることも SEM との複合化の理由である。

SEM を用いて視野選択を行うためには、SEM で試料と探針先端の双方を同時に観察する必要がある。そのため、MFM ユニットの SEM 試料室内に水平から 45° 傾けて設置されている。MFM ユニットは、大型の水平移動ステージ (手動) 上に搭載されており、これを用いて探針先端が SEM の視野内に入るよう視野選択を行う。

本 MFM ユニットのカンチレバーの変位検出には拡大率 500 倍の光てこを用いている。光てこの光源には、可視光半導体レーザー (670 nm) を用いている。真空中ではカンチレバーの放熱が悪いためにレーザー光照射による熱膨張でカンチレバーが変位し、各エレメントのアライメントが狂ってしまうことがある。これを回避するために、受光素子に受光面の長さが 12 mm の光スポット位置検出可能なフォトダイオードを用いている。このフォトダイオードは、2 分割フォトダイオードとは異なり、中心部 10 mm ほどの範囲ならば光スポットがどこにあってもその位置に応じた電気信号を出力可能であるからカンチレバーの熱膨張による光スポット移動の影響を回避できる。

走査機構は、圧電素子を用いたトライポッド型で、試料を走査する。走査機構は、小型の 2 軸平行移動ステージ (手動) 上に搭載されており、これを用いて SEM でモニターしながら観察希望領域を探針直下へ誘導する。なお、探針接近機構にはインチワーム方式を採用している。

カンチレバーは、Fig. 1 に示すような形状で、厚さ 2 μm の Si 熱酸化膜 (SiO_2) からできている。長さは、約

Fig. 1 SEM image of a cantilever similar to the one used to obtain the present MFM images.

Fig. 2 Principle of the slope detection technique. The cantilever amplitude varies as its resonance frequency shifts.

200 μm , バネ定数は 1 N/m, 共振周波数はおおよそ 40 kHz である。先端の立体的な形状は, Si の異方性エッチングとフォトリソグラフィを用いて形成した。先端部の曲率半径は, ウェット・プロセスを用いているために 1 μm 前後と大きいので, プロセス終了後に収束イオンビーム加工を施して曲率半径 100 nm 前後まで尖鋭化している。光でこの光源に面する側は反射率を上げるために Pt を約 20 nm 蒸着してある。また, 探針部の磁性体は, CoPtCr を反射面と反対側からスパッタ法によって 30 nm コーティングし, 酸化防止のために 10 nm の C でコーティングされている。なお, 磁性膜の飽和磁束密度は 0.2 T である。

引力モード MFM では, カンチレバーの共振周波数検出方式が重要な技術である。従来用いられてきた方式(スロープ・ディテクション法)は, 原理的に高速走査に不適である。また, 真空中では過渡特性の劣化が著しく全く実用的でない。そこで, 本装置では真空中動作が可能かつ広帯域化が可能な FM 方式を採用した。

まず, 従来方式(スロープ・ディテクション法)について簡単に述べる。引力モード磁気力顕微鏡は, 探針をポテンシャル中に置いた時にポテンシャルとカンチレバーの相互作用により生じるカンチレバーの共振周波数変化を検出している。Fig. 2 において, 右側の曲線が自由状態におけるカンチレバーの共振カーブであるとする。仮に, 共振周波数が Δf 下がったとすると, Δf が十分小さければ共振カーブの形状変化は無視できて左側の曲線ようになる。この時, カンチレバーを共振周波数よりも少し低い周波数(f)で一定パワーで強制振動させていると, Fig. 2 から分かるように共振周波数のシフトに伴いカンチレバーの振幅が ΔG 変化する。したがっ

て, カンチレバーの振幅を監視することにより共振周波数変化を知ることができる。

この方式の欠点は, 十分な信号対雑音比(SNR)を確保するために狭帯域フィルタを用いてカンチレバー駆動周波数を検出するので原理的に動作速度が遅いことである。また, Albrecht らが明らかにしたように検出感度は共振カーブの勾配が急な(Q 値が高い)ほど高いが, Q 値の高いカンチレバーの過渡特性は悪くなる⁹⁾。すなわち, 感度と帯域幅はトレード・オフの関係にある。真空中では, カンチレバーは空気抵抗を受けなくなるため Q 値は大気中動作時と比較して一桁以上大きくなる。よって, 真空中では大気中の 1/10 以下の動作速度しか得られないことになる。このように, スロープ・ディテクション法は, 本質的に真空中動作および広帯域化が困難である。

スロープ・ディテクション法の問題点は, カンチレバーの共振周波数をその振幅応答から間接的に検出している点に起因する。そこで, 共振周波数を直接検出可能な FM 方式を採用することによりこの問題点を解消した。

Fig. 3 に MFM のブロック図を示す。レーザ・ダイオードから出たレーザ光は, カンチレバー表面で反射されポジション・センサーに入射する。カンチレバーの先端が変位すると反射角が変化し, ポジション・センサー上の光スポット位置が変化する。ポジション・センサーは, 光スポット位置を電気信号に変換する。ポジション・センサーの出力は, 帰還アンプによって増幅された後, 励振用圧電素子に入力される。圧電素子は, カンチレバーを振動させる。すなわち, 光でこ, 帰還アンプ, 圧電素子は一つの帰還ループを構成している。この帰還ループは, カンチレバーの共振周波数において正帰還がかかるよう位相を調節し, 十分なゲインを与えるとカンチレバーの共振周波数で発振する発振回路となる。よって, FM 検波器を用いれば, この発振回路の出力からカンチレバーの共振周波数を知ることができる。

FM 検波器の出力(周波数)は, 制御回路によりある目標値に一致するように試料・カンチレバー先端間の距離が制御される。ディスプレイには, この制御回路の出力が表示される。

FM 検波器には, PLL (Phase Locked Loop) 方式を採用している。ここで要求される FM 検波器の特性は, 低雑音かつ周波数分解能が高いことが挙げられる。PLL 方式 FM 検波器は, 通常の FM 検波器と比較して最大 6 dB 雑音改善効果がある。また, PLL 方式は他の FM 検波器よりも周波数分解能・検出周波数帯域の設計自由度

Fig. 3 Block diagram of the MFM using the FM detection method.

が大きく、容易に高い周波数分解能を実現できるという特徴を有する。我々が開発した検波器単独では、動作帯域幅が 2 kHz のときキャリア周波数 40 kHz に対し 0.1 Hz 以下の周波数変動も検出可能である。

FM 方式の出力雑音を支配する要因は、入力信号、すなわち、カンチレバーを共振器とした発振回路出力の周波数安定性である。発振周波数の安定性は、共振器の Q 値が支配的要因で、 Q 値が高いほど安定性がよくなる。検波器の出力において観測される発振周波数の揺らぎと Q 値の間には次のような関係がある。

$$\langle(\delta f)^2\rangle = f_0 k_B T B / k_L Q \langle z^2 \rangle \quad (1)$$

ここで、 $\langle(\delta f)^2\rangle$ は周波数揺らぎの自乗平均、 f_0 カンチレバーの共振周波数、 k_B はボルツマン定数、 T は温度、 B は検波器のバンド幅、 k_L はカンチレバーのばね定数、 $\langle z^2 \rangle$ はカンチレバー振幅の自乗平均である。我々が用いたカンチレバーの Q 値は、大気中においてはおよそ 200 で、真空中 ($\sim 10^{-5}$ Torr) では空気抵抗が事実上なくなるために 2000 にまで上昇する。その結果、カンチレバー振幅が同一なら雑音レベルを大気中動作時より約 10 dB 下げることに成功した。

このことは、また、試料・探針間距離制御の安定化が可能なることを意味する。大気中動作時は、十分な信号対雑音比を得るためにカンチレバー振幅を大きくせざるを得ないが、このことは試料・探針間距離制御が不安定化するという問題点を有していた^{7,10)}。これは、試料表面近傍では磁気力・原子間力の勾配は強い非線形性を示すのにも関わらず、制御系がカンチレバー振幅が十分に小さいことを前提に設計されているためである。(1) 式によれば、カンチレバーの Q 値が十分に大きければ十分な

信号対雑音比を確保しつつ振幅を小さくすることが可能である。本装置を用いた観察では、カンチレバーの振幅を大気中動作時の 1/2 以下 ($10 \text{ nm}_{\text{p.p.}}$ 以下) に抑えることにより試料・探針間距離制御の不安定化を防いでいる。また、カンチレバー振幅を小さくすることにより探針を従来は困難であった 10 nm まで試料表面に接近させて観察することが可能となった。

3. 観 察 例

Fig. 4(a) は、Co/Pt 多層膜光磁気ディスクの観察例である。Fig. 4(a) の試料は ZnO 下地膜上に厚さ 0.8 nm の Pt 層及び厚さ 0.3 nm の Co 層をスパッタ法にて交互に堆積させて形成した多層膜で全体の厚さは 15 nm である。表面に保護膜は形成されていない。磁性膜の磁気特性は、保磁力が $7.95 \times 10^4 \text{ A/m}$ で、飽和磁束密度は 0.035 T である。記録磁区の磁壁部が複雑に入り組んだ構造を有していることに気付く。これは、下地膜の平坦性が悪いためであると推測される。Fig. 4(a) の全面に渡って白い粒子状の構造が見られるが、これは表面の凹凸であると思われる。

Fig. 4(a) の記録磁区の磁壁部に見られる微細構造の大きさは $0.1 \mu\text{m}$ 前後で、偏光顕微鏡では観察が困難であった。Fig. 4(a) から明らかなように、MFM は $0.1 \mu\text{m}$ オーダの構造であれば十分に解像することが可能である。これまでの経験から分解能は、観察時の磁性探針と試料との距離に近いほど高い。ただし、試料表面近傍ほど探針先端が受ける原子間力の変化が急になるために試料・探針間距離の安定制御が困難になるので、現状では試料・探針間距離は 10 nm 前後が限界である。Fig. 4(a) の観察時の磁性探針と試料との距離は、20 nm 前後と推

Fig. 4 MFM images of the recorded domains on multi-layered Co/Pt magneto-optical disks. (a) The walls are disturbed by the rough substrate. (b) A domain that has collapsed because of the negative bias field.

Fig. 5 Bright and dark contrast at the domain wall in perpendicular recording media is due to the inversion of the perpendicular component of the magnetic stray field.

Fig. 6 MFM images of the recorded domains on a TbFeCo magneto-optical disk. The tip-to-sample distances were (a) 20 nm, and (b) 10 nm.

定している。なお、試料・探針間距離の制御を容易にするために、両者の間に1~3 Vの静電バイアス電圧をかけている。

Fig. 4(b)も、Co/Pt多層膜光磁気ディスクの記録磁区観察例である。この試料は、記録時にかけるバイアス磁界を通常とは反対向きに 8×10^3 A/mかけて記録したものである。また、この試料の磁性膜は、Fig. 4(a)の試料と同一製法で作製されたもので、構造は同一であるが、磁性層の下地膜により平坦性に優れた窒化物系誘電体を用いている。

Fig. 4(b)の記録磁区の形はいびつであるもののFig. 4(a)とは異なり、磁壁の形状は滑らかである。また、記録磁区の外部には、明瞭な構造は認められないことからこの試料の平坦性はFig. 4(a)の試料よりも優れていることが推察される。記録磁区内には、サブドメインと思われる複雑な構造が見られる。磁区内の左端に見られる筋状の構造の大きさから分解能は50~100 nmと判断している。

通常、MFMは漏洩磁界の垂直成分に起因する磁気力勾配を検出している。垂直記録の場合、漏洩磁界の垂直成分はFig. 5に示すように磁壁の真上で反転するため、磁気力勾配も符号が反転する。したがって、垂直記録の場合、Fig. 4(a)のように磁壁部は明・暗が組になって現れる。

MFMは、漏洩磁界を感知するので試料表面が保護膜に覆われていても十分に薄ければ観察可能である。Fig. 6の試料はTbFeCo光磁気ディスクで、厚さ100 nmのTbFeCo磁性層は厚さ20 nmの酸化防止を兼ねた窒化物で覆われている。観察に際してはCo/Pt多層膜の場合と比較しても特に困難はなく、鮮明な磁区像を定常的

Fig. 7 MFM images of a sinusoidally recorded video tape. The wave lengths are (a) $0.5 \mu\text{m}$, and (b) $0.3 \mu\text{m}$.

に観察可能である。Fig. 6(a)の観察時の試料・探針間距離は20 nm、Fig. 6(b)は10 nmである。大気中では、試料・探針間距離を10 nmまで接近させた場合、探針が試料表面に衝突・吸着されやすく、安定な観察は困難であった。しかし、真空中では、試料表面の吸着水が減少するために、探針を10 nmまで接近させても安定に観察可能となった。Fig. 6(b)を見て気付くのは、画面全体に50 nmほどの大きさの斑点が認められることである。この斑点は、観察時の試料・探針間距離が大きいたまには観察されず、20 nmまで接近すると現れ始め10 nmではより鮮明に観察されたことから、試料表面の凹凸を反映したものと推定している。なぜなら、原子間力は、漏洩磁界と比較して到達距離が短いから、試料表面に接近するとその効果が現れ始めるからである¹⁰⁾。なお、Fig. 4およびFig. 6は、トラック同士を分離するグループの間欠部において観察している。

MFMによる記録媒体の観察例の多くは、飽和磁気記録に関するものであるが、もちろん、未飽和磁気記録媒体も観察可能である。Fig. 7は、正弦波記録されたビデオテープの観察例である。この試料の磁性層は、Fe粒子を分散した樹脂を塗布したもので、保磁力は 1.3×10^5 A/m、飽和磁束密度は0.3 Tである。Fig. 7(a)は記録波長 $0.5 \mu\text{m}$ の場合、(b)は同 $0.3 \mu\text{m}$ の場合である。

以上に示したMFM像の観察所要時間は、3~5分である。これは、過去に我々が開発した従来方式MFMの1/5~1/10である。

4. ま と め

今回開発した装置は分解能が50~100 nmと従来方式と同等以上でありながら観察所要時間は、従来方式の1/5~1/10である。これは、FM方式の採用により、真

空中での高速走査と低雑音化（約 10 dB）の同時達成に成功したからである。

今後は、記録媒体の特性を結晶粒レベルで評価するために磁性探針の構造・材料の見直しにより分解能を 10～20 nm に向上させ、超高密度記録媒体/システムの開発に役立つ評価手段を目指す。

なお、本研究は、基盤技術研究促進センターの試験研究「Tb/in² 級極限情報記録システム」の一環として行われた。

謝 辞 試料提供ならびに磁性プローブ作製に御協力頂いた粟野博之、中村純子、草田英夫、稲葉信幸、田勢隆の各氏に感謝いたします。

文 献

- 1) A. Tonomura, T. Matsuda, H. Tanabe, Nosakabe, J. Endo, A. Fukuhara, K. Shinagawa and H. Fujiwara:

Phys. Rev. B, **25**, 6799 (1982).

- 2) Y. Martin and H. K. Wickramasinghe: *Appl. Phys. Lett.*, **50**, 1455 (1987).
- 3) P. Grutter, A. Wadas, E. Meyer, H. Heinzelmann, H.-R. Hidber and H.-J. Guntherodt: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A8**, 406 (1990).
- 4) J. Moreland and P. Rice: *Appl. Phys. Lett.*, **57**, 310 (1990).
- 5) Y. Martin, C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe: *J. Appl. Phys.*, **61**, 4723 (1987).
- 6) H. W. van Kesteren, A. J. den Boef, W. B. Zeper, J. H. M. Spruit, B. A. J. Jacobs and P. F. Garcia: *J. Appl. Phys.*, **70**, 2413 (1991).
- 7) A. Kikukawa, S. Hosaka, Y. Honda and S. Tanaka: *Appl. Phys. Lett.*, **61**, 2607 (1992).
- 8) Ch. Gerber, G. Binnig, H. Fuchs, O. Marti and H. Rohrer: *Rev. Sci. Instrum.*, **57**, 221 (1986).
- 9) T. R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne and D. Rugar: *J. Appl. Phys.*, **69**, 668 (1991).
- 10) A. Kikukawa, S. Hosaka, Y. Honda and H. Koyanagi: *J. Vac. Sci. Technol.*, **A11**, 3092 (1993).

1993 年 10 月 8 日受理, 1994 年 1 月 28 日採録