Development of MFM with Magnetic Fields Applied by Orthogonal Electromagnets and its Applications to Analysis of Magnetic Domain Structures

T. Yamaoka^{*,**}, S. Hasumura^{*}, K. Andou^{*}, M. Tamura^{*}, H. Tsujikawa^{*}, A. Yamaguchi^{**},
and H. Miyajima^{**}

^{*} SII NanoTechnology Inc., 2-15-5 Shintomi, Chuo-ku, Tokyo 104-0041, Japan

^{**} Department of Physics, Keio University, 3-14-1 Hiyoshi, Yokohama, Kanagawa 223-8522, Japan

We developed a magnetic force microscope (MFM) where magnetic fields were applied by orthogonal electromagnets. This equipment can be used to observe magnetic domains by specifying an arbitrary angle while applying an external magnetic field of 5 kOe or less. A dot and a rectangular thin film made of permalloy were measured with this equipment. The chirality of the vortex state in the permalloy dot could be determined by using this apparatus. Furthermore, the shape of the closure domain changed every time the direction of the magnetic field was changed by 45 degrees. These results are discussed in detail together with the micromagnetics simulations.

Key words: magnetic force microscopy, applied magnetic field, magnetic domain, micromagnetics simulations

直交 2 軸電磁石型磁場印加 MFM の開発と磁区構造解析への応用

山岡武博^{*,**}・蓮村聡^{*}・安藤和徳^{*}・田村政史^{*}・辻川葉奈^{*}・山口明啓^{**}・宮島英紀^{**}

^{*} エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社, 東京都中央区新富 2-15-5 (〒104-0041)

^{**} 慶応義塾大学理工学部, 神奈川県横浜市港北区日吉 3-14-1 (〒223-8522)

1. はじめに

強磁性体の極微領域における磁気的性質を明らかにすることは、基礎物理への興味のみならず、高密度化の進む情報ストレージの分野をはじめ、次世代の磁気デバイスなど応用面でも重要である。強磁性体の極微領域を高分解能で調べる簡便かつ実用的な手法としては、磁気力顕微鏡 (MFM) ¹⁾ が挙げられる。MFM は走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の 1 種であり、真空中 Q 値制御法と低モーメント探針を使った高分解能 MFM の分解能は 10 nm 台に達成している。²⁾ カーボンナノチューブ (CNT) を使用した MFM 探針では 10 nm 以下の分解能を持つ。³⁾ これらの技術開発により、高密度磁気記録媒体の記録信号の観察や、パターンドメディアなど次世代媒体を目指した微小磁気ドットの磁化状態に関する研究、ナノスケールの磁性体パターンの磁区構造観察などに MFM が多く用いられてきた。⁴⁻⁷⁾

極微領域の磁気的性質の探求には、このような静的な状態での磁区観察以外に、試料温度を制御しながら、あるいは外部磁場を印加しながら磁気構造の変化を観察することが重要である。安井らは磁気記録媒体を加熱冷却しながら MFM 測定を行い、媒体の微細構造と磁区構造の熱緩和について詳細に報告している。⁸⁾ 山岡らは、N 型フェリ磁性を持つ Tb-Fe-Co 膜の温度制御 MFM 測定を行い、補償温度を境に磁化が反転する現象や熱プロセスによる微細な磁区構造の変化を報告している。⁹⁾ 磁場印加 MFM については、磁気記録媒体の磁気クラスターの消磁過程¹⁰⁾や、磁性薄膜・ドット・細線の磁区構造変化、磁化反転過程^{11, 12)}などが報告されている。

本研究では、MFM のシステムに、1 軸の電磁石系による水平磁場印加を 2 組結合した直交 2 軸の電磁石系を付加し、それらの

Fig. 1 (a) Schematic of orthogonal electromagnets. (b) Pole-piece arrangement in sample space.

合成磁場によって、面内の任意の角度に最大 5 kOe までの外部磁場を印加しながら MFM 測定が可能な装置を開発し、磁区構造解析への有効性を示すことを目的とした。開発した磁場印加 MFM を用いて、パーマロイ ($\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$) 製の円盤の磁気渦や長方形薄膜の還流磁区が外部磁場の向きによって変化していく過程を調べ、これらの結果を National Institute of Standard and Technology (NIST) の提供する OOMMF (Object Oriented Micro-Magnetic Framework) ¹³⁾ を使ったマイクロマグネティクス計算結果と合わせて議論する。

2. 装置

Fig.1 に直交 2 軸電磁石型磁場印加 MFM 装置の概略図を示す。Fig.1(a)のように、1 軸上に 2 個の電磁石を対置し、これを 2 組組み合わせて直交させる。これら 2 軸の交点が試料位置となる。Fig.1(b)は試料近傍の磁極配置を示す。磁場の角度 θ は右側のコイルの中心軸を基準として表すことにする。

Fig.2(a)は $\theta = 0^\circ$ の断面の概略図である。磁極間の距離は 22 mm 、Fe 製の磁極の大きさは水平方向に 6 mm 、垂直方向に 15 mm とし、できるだけ様な磁場を印加するため、磁極の高さ中心と試料面高さが同一になるように調整した。磁極間には Fe 製のヨークで磁気回路を形成した。各コイルは 500 ターンの巻き数を持ち、約 7 A の電流を流した場合、磁極間距離 22 mm の空間に 5 kOe の磁

Fig. 2 (a) Cross-sectional schematic at $\theta = 0$ degrees. (b) Photograph of pole pieces, coils and inset shows Hall sensors.

場が生じる。2 軸の電磁石の組に流す電流の配分比を変えることで印加する磁場の角度を制御した。Fig.2(b)に試料近傍の磁極付近の詳細を示す。2 軸の片側の磁極面にホール素子を取り付け、設定磁場に対するフィードバック制御および磁場の校正に使用した。

Fig. 3 Photograph of MFM equipment with magnetic fields applied by orthogonal electromagnets.

Fig. 4 (a) I-H curves of orthogonal electromagnets. X and Y correspond to the two orthogonal axes. (b) Relation between set magnetic field and generated magnetic field after magnetic field was corrected.

試料位置に別のホール素子を置き、 $\theta = 0^\circ$ 方向 (X 軸) と、 $\theta = 90^\circ$ 方向 (Y 軸) とで、ソフトウェアで設定する磁場の値と試料位置および磁極の片側に取り付けたホール素子で計測した磁場の関係を求め、磁場の校正を行った。ホール素子による磁場フィードバック機構により安定した磁場を長時間印加することを可能とした。

Fig.3 は実際の装置写真である。MFMM のベースマシンは環境制御 SPM システム NanoNavi/E-sweep (SII ナノテクノロジー社製) を使用した。電磁石移動時は水冷を行った。

Fig.4(a) は、磁場フィードバックを OFF にして実測した電流-磁場特性である。X, Y 両方向ともほとんど同じ特性が得られた。また Fig.4(b) は角度 $\theta = 0^\circ$ と $\theta = 90^\circ$ で磁場を校正後、 θ を 0° , 30° , 45° , 60° , 90° に設定した際の、実際の発生磁場を測定した結果である。角度を変えても、設定した磁場の値と実測した磁場の値は高い精度で一致した。

3. 実験結果および考察

3.1 NiFe 円盤

強磁性体の円盤の半径が減少すると、静磁エネルギーと交換エネルギーが競合し、安定な磁化配置の 1 つとして磁気渦 (ボルテックス) 構造をとる。ボルテックスの中心で磁束は垂直の向きに湧き出すが、吸い込むが、中心以外の場所では磁化は面内で旋回している。MFM は原理的に試料からの漏洩磁場の垂直成分のみ関与するため、面内で旋回する磁束とは相互作用が無く、MFM 像から旋回の向き (カイラリティ) は判断できない。

Fig.5 に直径約 $6\mu\text{m}$ 、厚み $0.4\mu\text{m}$ のパーマロイ ($\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$) 円盤を真空中 Q 値制御 MFM により無磁場の状態で観察した結果を示す。MFM 探針は Si 製カンチレバー (バネ定数 42N/m 、共振周波数 350kHz) に CoPtCr 24nm をスパッタ・コートしたものを用いた。測定における探針高さは 100nm 、Q 値は約 6000 に制御した。Fig.5(a) は表面形状像、(b) は MFM 像である。あらかじめ MFM 探針の先端は S 極に磁化させており、MFM 像からは、円盤中央に磁束の湧き出し (N 極) を示す明点が観察された。この MFM 像を見ても、円周部分にコントラストの変化は無く、カイラリティは判断できない。

Fig.6(a, c) に、磁場印加の角度 θ を 0° と 180° に設定し、 30Oe の磁場を印加しながら MFM 測定した結果を示す。Fig.5(b) は外部磁場をゼロに戻した時の MFM 像である。磁性体に外部磁場を印加すると、外部磁場と同じ向きの磁区が拡大し、逆に外部磁場と反対の向きをもつ磁区は縮小する。このことから、Fig.5(a) の弓型をしている磁壁から下の大きな面積を占める部分の磁化は外部磁場と同じ右向き ($\theta = 0^\circ$) のはずである。Fig.6(c) についても同様である。従って、MFM 像のみからこの円盤の磁気カイラリティは「左回り」と推定できる。

Fig.6(d~f) は Fig.6(a~c) に対応するマイクロマグネティクス計算結果である。磁気カイラリティが「左回り」の場合のみ、今回の MFM 測定と整合した結果が得られた。計算結果は $\theta = 0^\circ$ と $\theta = 180^\circ$ の場合とで、当然ながら点対称の磁区構造になっているが、実際の MFM 測定では、特に $\theta = 180^\circ$ (Fig.6(c)) において、弓型の磁壁が左側にはあまり延びていない。この場所は Fig.5(a) の

Fig. 5 (a) AFM image and (b) MFM image of $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ disk. θ indicates direction of magnetic field.

Fig. 6 MFM images (a) and (c) correspond to $\theta = 0$ degrees and $\theta = 180$ degrees. Arrows indicate directions of magnetic field. No magnetic field was applied for MFM image (b). Images (d)-(f) are micromagnetics simulations of MFM images (a)-(c).

AFM 像から、異物または傷が確認でき、このような表面性状が影響していると推定される。

3.2 NiFe 長方形薄膜

Fig.8(e) に磁場無しで、 $9.2\mu\text{m} \times 6.3\mu\text{m} \times 0.4\mu\text{m}$ のパーマロイ長方形薄膜の MFM 測定を行った結果を示す。典型的な還流磁区が観察された。次に磁場の大きさ 20Oe を一定にし、磁場角度 θ を 45° ずつ変えていながら MFM 測定を行った。その結果を Fig.8(a~d, f~i) に示す。便宜上、印加した磁場の向きを太い矢印で表している。印加した磁場の向きと平行な磁区が拡大している様子が明瞭に観察されている。わかりやすいように磁区の向きを細い矢印で示した。この結果からも、直交 2 軸電磁石型磁場印加 MFMM の角度制御が正しく機能していることがわかる。

Fig.9(a~d) はマイクロマグネティクス計算の結果である。磁場を印加した際の計算結果は $\theta = 0^\circ$, 45° , 90° の場合のみ示した。形状の対称性から、ある磁場角度 θ で磁場印加した状態の磁区構造と、 $\theta \pm 180^\circ$ における磁区構造は等価であるため、 135° , 180° 等の計算結果は省略した。Fig.9 のマイクロマグネティクス計算結果は Fig.8 の MFM 像と若干の差異も見られるが、実験結果の

Fig. 8 Shape of closure domain changed every time direction of magnetic field was changed by 45 degrees. Wide arrows indicate directions of magnetic field. Narrow arrows indicate directions of magnetic domains.

大部分を定性的に説明している。

一方、Fig.8のMFM測定結果においては、磁場角度 θ と、 $\theta \pm 180^\circ$ の組、すなわち、Fig.8(e)を中心に対角線上に配置したMFM像同士において、磁区構造の対称性が一部失われている組がある。 $\theta = 0^\circ$ と $\theta = 180^\circ$ のMFM像の対称性は良いが、 $\theta = 90^\circ$ と $\theta = -90^\circ$ の組、あるいは $\theta = 45^\circ$ と $\theta = -135^\circ$ の組のMFM像の対称性は良くない。 $\theta = 90^\circ$ では180度磁壁が現れているが、 $\theta = -90^\circ$ では180度磁壁は無い。同様に、 $\theta = 45^\circ$ に180度磁壁は見られず、 $\theta = -135^\circ$ には180度磁壁がある。このような磁区構造の非対称性は、試料表面性状や結晶性の不均一、表面酸化などの化学的特性の不均一、加工精度などに依存すると考えられる。

4. まとめと今後の課題

最大5 kOeの磁場強度を持ち、面内で任意の角度に向きを制御できる直交2軸電磁石型磁場印加MFMを開発した。この装置でパーマロイの円盤に生じた磁気渦構造や、長方形薄膜の還流磁区の外部磁場に対する変化を観察し、マイクロマグネティクス計算と合わせて議論した。いずれも、角度制御された外部磁場に対して理論的に妥当と考えられる磁区構造変化を観測した。但し、空間対称性のある磁性体でも、印加磁場の向きに対する対称性が一部見られない磁区構造を観測した。次世代の磁気応用デバイス

Fig. 9 Images (a)-(d) are micromagnetics simulations of MFM images (b),(c),(e) and (f) in Fig. 8.

においては、磁壁移動や磁化反転過程の詳細な解析が必要となり、磁場回転に対する対称性の評価は有効と考える。

水平1軸タイプの磁場印加MFMにおいては、遠藤らによって、探針高さを任意に設定し、探針走査はせず磁場を掃引しながらMFM応答を検出する磁場スイープMFM法により、磁性ドットや細線におけるナノ領域での磁化反転や磁壁運動に起因するダイナミックな磁化特性について報告がある。¹⁴⁾ 今回開発した直交2軸電磁石型磁場印加MFMにおいては、任意の磁場角度での磁場掃引や、時間的に角度が変化する回転磁場での掃引など、更に新しい磁場スイープMFMの可能性がある。今回開発した装置は試料温度も制御可能であるため、外部磁場と温度の両方を制御しながら、より深く磁性体の基礎的特性を解明していく手法にしていきたい。

本研究は数10 Oeの比較的低磁場を印加した場合の測定と解析について議論したが、探針の保磁力(〜600 Oe)を超える強磁場を印加する場合は、MFM探針磁化の方向の設定や、取得したMFM像の解釈などに特別の注意が必要であり、磁場印加型MFMの最大の課題であった。最近、伊藤らにより、保磁力が10 kOeを超える高保磁力探針に関する報告があった。¹⁵⁾ このような高保磁力探針を使えば、この課題を解決でき、より汎用的な磁区構造解析手法として磁場印加型MFMの重要性が増してくるものと考えられる。

References

- 1) Y. Martin and H.K. Wickramasinghe: *Appl. Phys. Lett.* **50**, 1455 (1987).
- 2) T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, and K. Chinone:

- J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 429 (2003) .
- 3) H. Kuramochi, T. Uzumaki, M. Yasutake, A. Tanaka, H. Akinaga and H. Yokoyama, *Nanotechnology*, **16**, 24 (2005).
 - 4) T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, K. Chinone, E. Saitoh, M. Tanaka, and H. Miyajima: *IEEE Trans. Magn.*, **41**, 3733 (2005).
 - 5) K. Machida, T. Yamamoto, T. Yamoka, T. Ishibashi and K. Sato: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **45 Part 2 [9]**, L265 (2006).
 - 6) M. Tanaka, E. Saitoh, H. Miyajima, T. Yamaoka, and Y. Iye: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **29**, 111 (2005).
 - 7) T. Yamaoka, E. Saitoh, K. Machida, M. Tanaka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe and H. Miyajima: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **31**, 221 (2007) .
 - 8) Y. Yasui, K. Shimomai, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **31**, 312 (2007) .
 - 9) T. Yamaoka, Y. Ogimoto, K. Watanabe, K. Kojima, and H. Katayama: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **30**, 472 (2006) .
 - 10) H. Takahoshi, H. Saito, S. Ishi, T. Yamaoka and I. Okamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **26**, 284 (2002) .
 - 11) J. Bai, H. Takahoshi, H. Ito, H. Saito, S. Ishio: *J. Appl. Phys.*, **96**, 1133(2004).
 - 12) A. Yamaguchi, T. Ono, S. Nasu, K. Shigeto, K. Mibu, and T. Shinjo: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 324 (2003) .
 - 13) <http://math.nist.gov/oommf/>
 - 14) Y. Endo, H. Fujimoto, S. Kumano, Y. Matsumura, I. Sasaki, Y. Kawamura, M. Yamamoto, and R. Nakatani: *J. Appl. Phys.*, **103**, 07D918-1 (2008).
 - 15) A. Ito et al., The 31st Annual Conference on MAGNETICS in Japan, Tokyo, 14aE-10, 2007.

2008年11月25日受理, 2009年3月4日採録