

# 耐久性および高分解能特性を持つ磁気力顕微鏡探針の作製

## Preparation of High Resolution Magnetic Force Microscope Tips with Mechanical Durability

電気電子情報通信工学専攻 富田 勇磨  
Yuma TOMITA

### 1. はじめに

近年, IoT (Internet of Things) や人工知能 (AI: Artificial Intelligence) の活用により, 生成されるデジタル情報は年々増え続けており, 2025 年には, 163 ZB に到達すると予想されている. しかし, 生成される情報量に対して, 利用可能な情報記録装置の記録可能容量は不足しており, 記録装置の大容量化が求められている. 現在の主な記録装置であるハードディスクドライブ (HDD: Hard Disk Drive) は, 低コストで大容量化が可能であり, 情報端末機器から情報センターなどの主要記録装置として IoT, AI 社会を支えている. その面記録密度は年々増加しており, 1 Tb/in<sup>2</sup> を超える記録密度の開発も進められている. 磁気記録媒体は, 1 つのビットが複数の磁性結晶粒で構成されており, この結晶粒の磁化方向を変化させることで情報を記録している. 記録密度を増加させる方法として, 結晶粒を微細化し, ビットサイズを小さくすることが挙げられる. しかし, 結晶粒の微細化により, 外部からの熱エネルギーによって磁化方向が変化する, 熱揺らぎと呼ばれる現象が発生し, 磁化が熱的に不安定になる. そのため, 今後の磁気記録媒体には, 従来用いられているコバルト・クロム (Co-Cr) 系合金に代わる, 鉄白金 (FePt) 合金やサマリウム・コバルト (SmCo<sub>5</sub>) 合金などの高い磁気異方性エネルギー ( $K_u$ ) を持つ材料の使用が検討されている. それと同時に, 熱アシスト磁気記録 (HAMR: Heat Assisted Magnetic Recording) や二次元磁気記録 (TDMR: Two Dimensional Magnetic Recording), ビット・パターンド・メディア (BPM: Bit Patterned Media) などの新たな記録技術が考えられている.

磁気記録媒体の記録磁化状態の安定性の確認や, 磁性材料の改良を行うために, 記録ビットの可視化が重要であり, HDD のような高記録密度媒体の磁化状態観察には, 磁気力顕微鏡 (MFM: Magnetic Force Microscope) が多く用いられている. MFM は試料からの漏洩磁場勾配を MFM 探針で検出し, 試料の磁化状態を明もしくは暗のコントラストとして画像化する装置である. 探針は, MFM の空間分解能に最も寄与する構成要素であり, シリコン (Si) などの先鋭な非磁性探針上に磁性膜を被覆することにより作製される<sup>1-5)</sup>. 現在市販されている MFM 探針を用いた場合, 分解能はおおよそ 20~40 nm 程度であり, 1 Tb/in<sup>2</sup> を超える面記録密度を持つ磁気記録媒体の観察は困難である. 更に, 高  $K_u$  材料を使用した記録媒体や永久磁石材料では, 試料表面から高い磁場が漏洩する. このような試料を磁化反転に必要な磁界 ( $H_{sw}$ ) が低い探針を用いて観察すると, 探針の磁化が反転してし

まい, 正確な磁区構造観察が出来ない<sup>6)</sup>. そのため, 探針には高分解能化に加え, 高  $H_{sw}$  化が求められる. 高分解能化には, 探針の先端先鋭化および漏洩磁場勾配検出感度向上が有効である<sup>1-5,7-9)</sup>. 一方, 高  $H_{sw}$  化には, 高  $K_u$  材料を被覆膜として用いる必要があり, これまで, コバルト白金 (CoPt) 合金<sup>7)</sup>や FePt 合金<sup>8)</sup>の  $L1_0$ 型規則合金膜を被覆した MFM 探針の作製が試みられている. また, MFM での観察時, 探針と試料の接触による探針先端の損傷が, 分解能の低下を引き起こす. 探針の損傷防止には, 硬度の高い材料を探針に被覆することで, 探針を損傷から保護することが有効である<sup>9)</sup>.

本研究では,  $L1_1$ -CoPt 層と Fe 層を被覆した探針を作製し,  $L1_1$ -CoPt 層の膜厚を変化させた際の分解能および反転磁界におよぼす影響を調べ, 次世代の高記録密度媒体観察への適用可能性を検討した. また, Fe 膜を被覆した探針の上に炭化ケイ素 (SiC) を保護層として被覆することにより, 保護層が探針の摩耗性におよぼす効果を検討した.

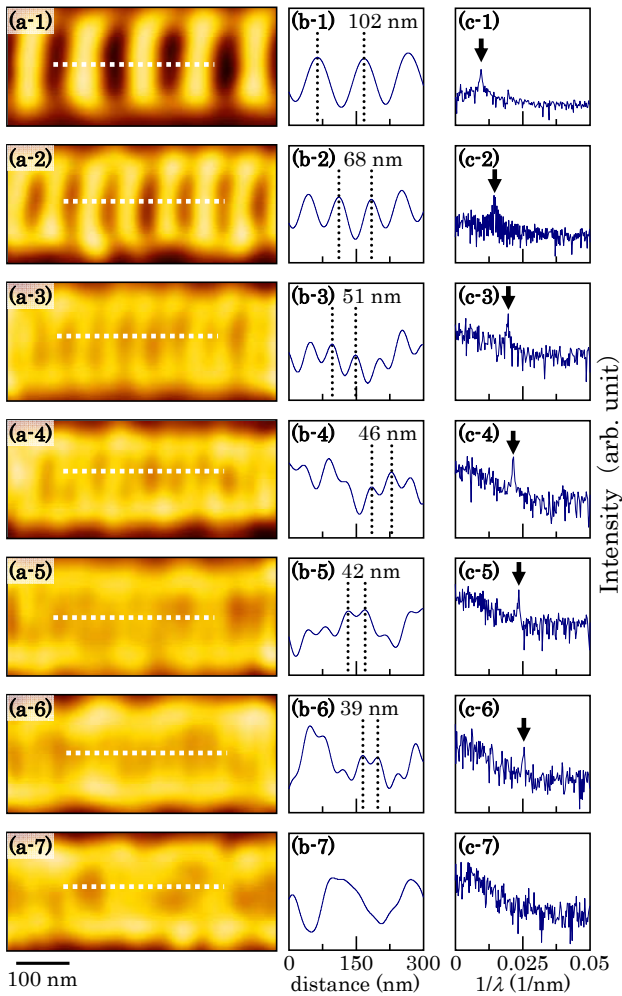
### 2. 実験方法

非磁性 Si 探針に磁性膜を被覆することにより, MFM 探針を作製した. Si 探針の先端半径は 4 nm, 共振周波数 ( $f$ ) は 266~316 kHz, バネ定数は 21~31 N/m である. 膜被覆には, 背圧  $4 \times 10^{-7}$  Pa 以下の加熱処理可能な超高真空高周波マグネトロンスパッタリング装置を用い, ターゲットと Si 探針の距離を 150 mm, アルゴン (Ar) ガス圧を 0.67 Pa とした. ターゲットには, 直径 3 in のルテニウム (Ru), Co<sub>50</sub>Pt<sub>50</sub> (at. %), Fe および SiC を使用した.

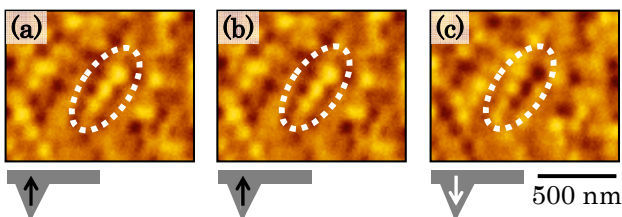
電磁石を用い, MFM 探針の先端が S 極となるように探針に対して垂直方向に 10 kOe の磁界を印加し, 着磁を行なった. MFM 探針性能評価には真空排気型走査型プローブ顕微鏡を用いた. 観察時の真空度を 0.1 Pa 以下, 温度を室温, Q 値を 2900~6000, 試料表面-探針間距離を  $4 \pm 1$  nm, 走査速度を 1.4  $\mu$ m/s とした.

探針の分解能評価には 500~2000 kFCI (kFCI: kilo Flux Change per Inch) の線記録密度で記録された試作垂直磁気記録媒体を用いた. MFM 観察から得られる MFM 像, 信号プロファイル, および MFM 像に対して高速 Fourier 変換を行い得られるパワースペクトルをもとに分解能評価を行なった.

$H_{sw}$  測定には最大面記録密度が 163 Gb/in<sup>2</sup> の市販 HDD 媒体を用いた. 探針先端が S 極となるように着磁した初期状態から, 着磁した方向とは逆方向に外部磁界を



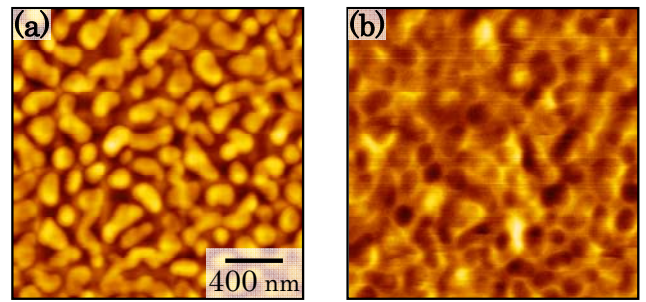
**Fig. 1** (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 500, (a-2) 750, (a-3) 1000, (a-4) 1100, (a-5) 1200, (a-6) 1300, and (a-7) 1400 kFCI observed by using an Fe(10 nm)/CoPt(10 nm)/Ru(5 nm) coated tip. (b) Signal profiles along the white dotted lines in (a). (c) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a).



**Fig. 2** MFM images of a same area of HDD perpendicular medium observed by using an Fe(10 nm)/CoPt(10 nm)/Ru(5 nm) coated tip. (a) before and (b, c) after applying magnetic fields of (b) 700 and (c) 750 Oe.

50 Oe 間隔で増加させ印加し、磁界印加毎に HDD 媒体の同一箇所 MFM 観察を行い、得られた MFM 像のコントラストの反転の有無を確認することで反転磁界の評価を行なった。

摩耗性評価には、試作垂直磁気記録媒体を用いた。最初に探針の初期分解能の測定を行う。その後、探針と記録媒体を接触させて走査させることにより、摩耗実験を行ない、実験後に再度、分解能の測定を行なった。摩耗実験にはバネ定数 21 N/m の探針を使用し、走査時の探針のたわみ量を 13.8 nm とすることで、探針先端に掛か



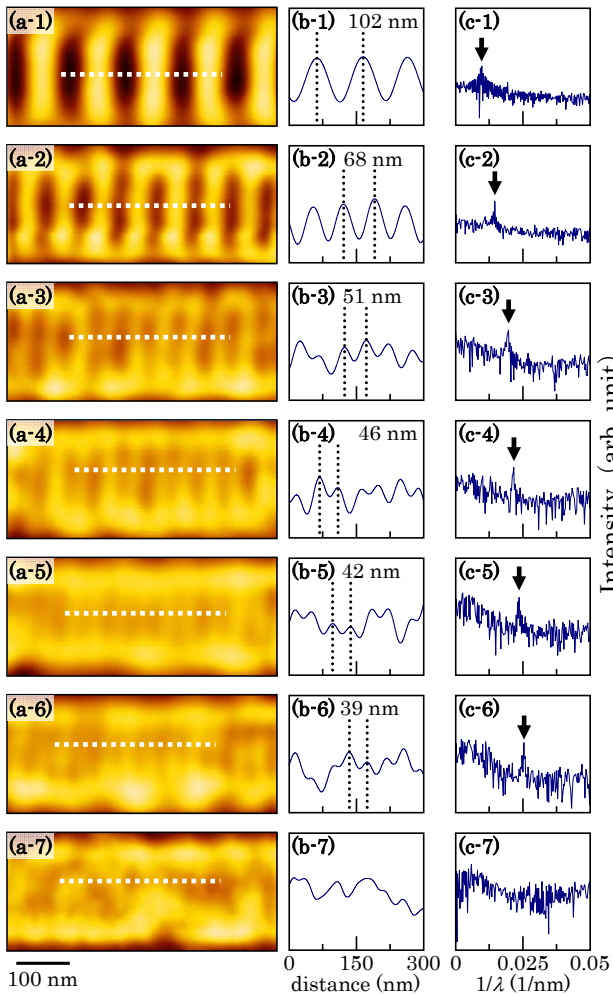
**Fig. 3** (a) AFM image and (b) magnetization structure of epitaxial  $L1_0$ -FePt(5 nm) film formed on MgO(001) substrate observed by using an Fe(10 nm)/CoPt(100 nm)/Ru(5 nm) tip.

る荷重をおよそ  $2.9 \times 10^{-7}$  N に統一した。また、走査を行う際、走査周波数 1.0 Hz、走査時間 1000 s、および走査範囲 2000 nm とすることで摩耗回数を 1000 回で統一させた。以上の分解能評価、摩耗実験を 3 回繰り返し行ない、摩耗性を評価した。

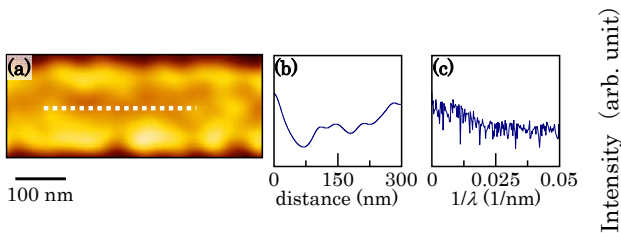
### 3. Fe/CoPt 膜被覆 MFM 探針

被覆材料の膜厚が分解能と反転磁界におよぼす影響を調べた。製膜温度を 300 °C とし、Si 探針上に配向制御層としてルテニウム (Ru) 膜を 5 nm 形成し、Fe(10 nm)/CoPt(x nm)膜を形成した。CoPt 合金膜厚は  $x = 10, 50, 100, 200$  で変化させた。Fig. 1 に Fe(10 nm)/CoPt(10 nm)/Ru(5 nm)膜被覆探針を用いて観察を行なった結果を示す。1300 kFCI (ビット長: 19.5 nm) までのビットが観察されており、パワースペクトルにおいても、それぞれの記録密度に対応するピークが得られている。しかし、1400 kFCI (ビット長: 18.1 nm) ではビットの観察およびパワースペクトルのピークが観察できない。このことから、この探針の分解能は  $18.5 / 2 = 9.8$  nm (1300 kFCI) から  $18.1 / 2 = 9.1$  nm (1400 kFCI) の間 ( $9.5 \pm 0.4$  nm) であることが分かる。同様に、 $x = 50, 100, 200$  で作製した探針を用いて観察した結果、分解能はそれぞれ  $9.5 \pm 0.4$  nm,  $10.2 \pm 0.4$  nm, および  $10.2 \pm 0.4$  nm であった。探針の分解能は CoPt 合金膜の膜厚増加に伴い低下するが、10 nm および 50 nm を被覆した探針では分解能に差は見られなかった。また、100 nm および 200 nm を被覆した探針においても分解能に差は見られなかった。CoPt 合金膜の膜厚が増加したことにより、探針先端の曲率半径が増大したため、分解能が低下したと考えられる。実験では探針と試料を限界まで接近させて MFM 観察を行うが、接近させる操作を手動で行うため、各探針において、探針と試料との距離にばらつきがある。また、作製した各探針の先端形状にばらつきがある可能性がある。これらのばらつきにより、各探針で漏洩磁場の検出感度に違いが現れ、10 nm および 50 nm を被覆した探針と、100 nm および 200 nm を被覆した探針のそれぞれで分解能に差が出なかったと考えられる。

次に、探針の  $H_{sw}$  評価を行なった。Fig. 2 に Fe(10 nm)/CoPt(10 nm)/Ru(5 nm)膜被覆探針を用いて評価を行なった結果を示す。Fig. 2(a)は着磁直後の探針を用いて観察を行なった MFM 像、Fig. 2(b)および(c)はそれぞれ 700 Oe, 750 Oe の外部磁界印加後の探針を用いた場合の MFM 像である。700 Oe の磁界印加後までは、観察

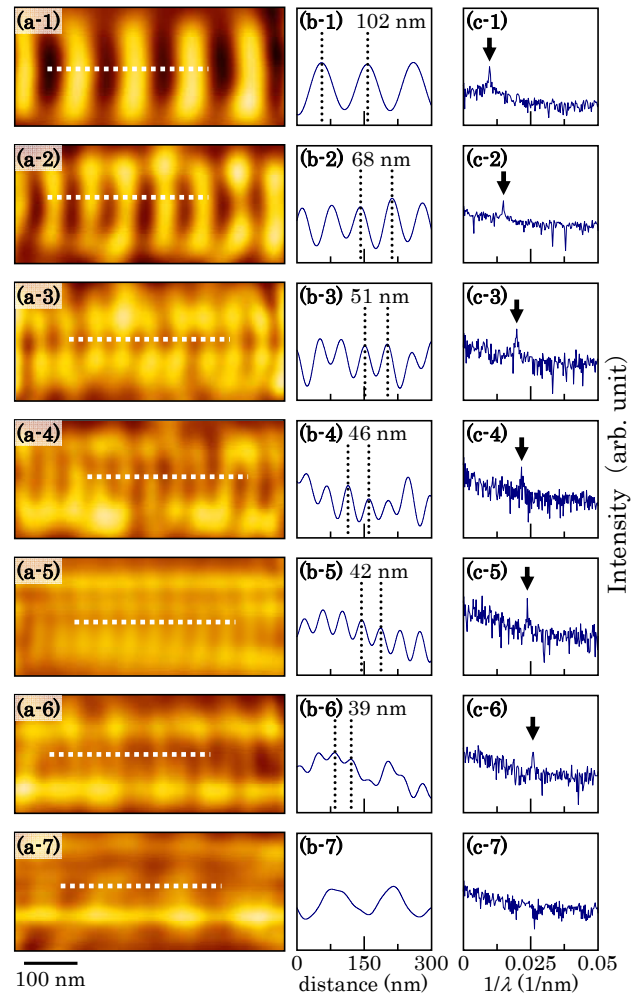


**Fig. 4** (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 500, (a-2) 750, (a-3) 1000, (a-4) 1100, (a-5) 1200, (a-6) 1300, and (a-7) 1400 kFCI observed by using an MFM tip without protection layer before performance of wear test. (b) Signal profiles along the white dotted lines in (a). (c) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a).



**Fig. 5** (a) MFM image of a perpendicular medium recorded at 500kFCI observed by using an MFM tip without protection layer after performance of wear test three times. (b) Signal profile along the white dotted lines in (a). (c) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a).

した像のコントラストに変化は見られないが、750 Oe の磁界印加後は、観察した像にコントラストの反転が認められた。以上のことから、使用した探針の  $H_{sw}$  は 700 Oe から 750 Oe の間 ( $725 \pm 25$  Oe) であることが分かる。同様に、 $x = 50, 100, 200$  で作製した探針を用いて観察した結果、 $H_{sw}$  はそれぞれ  $675 \pm 25$  Oe,  $1075 \pm 25$  Oe, および  $2025 \pm 25$  Oe であった。探針の  $H_{sw}$  は CoPt 合金膜の膜厚増加に伴い、増加することが分かる。これは CoPt 合金膜厚が増加したことで、面直方向の保磁力が増加し



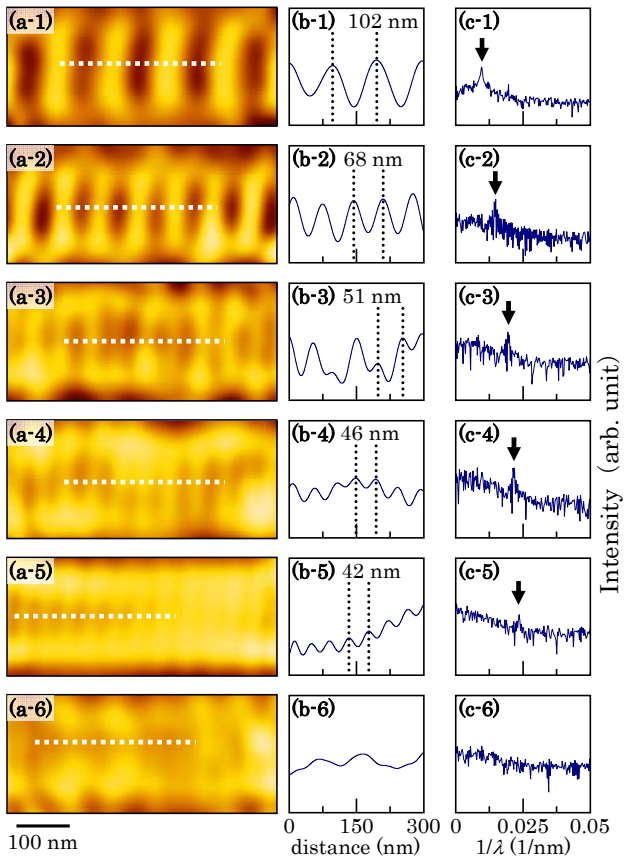
**Fig. 6** (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 500, (a-2) 750, (a-3) 1000, (a-4) 1100, (a-5) 1200, (a-6) 1300, and (a-7) 1400 kFCI observed by using an MFM tip with SiC protection layer before performance of wear test. (b) Signal profiles along the white dotted lines in (a). (c) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a).

たためであると考えられる。

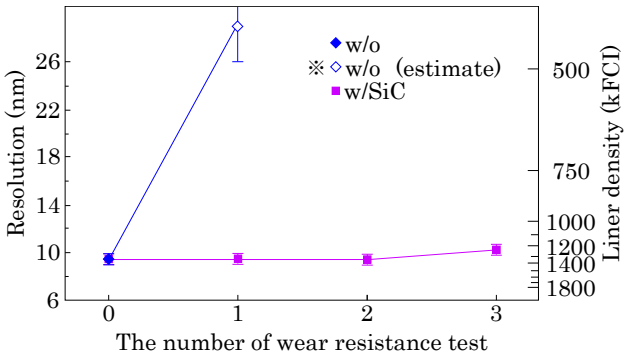
Fig. 3(a)に Fe(10 nm)/CoPt(100 nm)/Ru(5 nm)膜被覆探針を用いて観察した、MgO(001)基板上に  $L1_0$ -FePt(5 nm)膜を形成した試料の形状像を、Fig. 3(b)に同一箇所の MFM 像を示す。観察試料の形状像に対応した磁区構造が MFM 像に観察されている。以上より、Si 探針上に Fe/CoPt/Ru 膜を被覆した MFM 探針は、高  $K_u$  磁性薄膜の磁区構造観察に適用可能であることが示された。

#### 4. 被覆保護層における摩耗性評価

被覆材料が摩耗性におよぼす影響を調べた。製膜温度を室温とし、Si 探針上に Fe 膜を 20 nm、その上に保護層として SiC 膜を 2 nm を形成した。Fig. 4 に保護層を被覆していない Fe 膜被覆探針を用いて分解能評価を行なった結果を示す。この探針では 1300 kFCI の線記録密度まで観察可能であったため、初期分解能は  $9.5 \pm 0.4$  nm となる。その後、摩耗試験を行ない、再度、分解能評価を行なった。その結果を Fig. 5 に示す。摩耗試験を行った後の同探針では、500 kFCI 以上の線記録密度を観察することは出来なかった。以上より、摩耗試験後の探針の



**Fig. 7** (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 500, (a-2) 750, (a-3) 1000, (a-4) 1100, (a-5) 1200, and (a-6) 1300 kFCI observed by using an MFM tip with SiC protection layer after performance of wear test. (b) Signal profiles along the white dotted lines in (a). (c) Power spectra analyzed for the magnetic bit images of (a).



**Fig. 8** Dependence of resolution on wear test measured for MFM tips without and with SiC protection layers.

分解能は 500 kFCI (ビット長: 50.8 nm) の分解能である 25.4 nm よりも低いと考えられる。同様に、保護層を被覆した探針を用いて分解能評価を行った。Fig. 7 に初期分解能評価を、Fig. 8 に摩耗試験後の分解能評価を行った結果を示す。摩耗試験前では、1300 kFCI の線記録密度まで観察可能であった。よって、この探針の初期分解能は  $9.5 \pm 0.4$  nm である。その後、摩耗試験、分解能評価を 3 回繰り返した。各摩耗試験実施後の分解能測定で、それぞれ 1300, 1300, および 1200 kFCI までのビットが観察可能であった。したがって、各時点での分解能は、それぞれ  $9.5 \pm 0.4$  nm,  $9.5 \pm 0.4$  nm, および

$10.2 \pm 0.4$  nm であると考えられる。Fig. 8 に保護層無し、および有りの探針の摩耗試験による分解能推移を示す。保護層を被覆した場合とそうでない場合で、摩耗試験後の分解能の低下率が大きく異なっていることが分かる。これは、高い硬度を持つ SiC を保護層として用いたことにより、保護層を被覆していない場合の探針では摩耗してしまう負荷 (およそ  $2.9 \times 10^{-7}$  N) から、探針を保護した結果であると考えられる。以上より、本研究で用いた SiC から成る保護層は、Fe 膜被覆した MFM 探針に被覆することで、耐摩耗性を向上させる効果があることが確認された。

## 5. まとめ

本研究では、配向制御層として Ru を、高  $K_u$  を持つ  $L1_1$ -CoPt と高漏洩磁場勾配検出感度を持つ Fe の磁性二層膜を被覆することで探針の性能評価を行なった。作製した探針の分解能は CoPt 合金の膜厚変化に対し、多少の差が現れているが、10 nm 前後となっており、 $1 \text{ Tb/in}^2$  の記録密度を持つ BPM 媒体の観察に必要な分解能 (12.7 nm) を十分満たしていた。また、次世代媒体に使用される FePt 膜の MFM 観察では、Fe(10 nm)/CoPt(100 nm)/Ru(5 nm) 膜被覆探針を用いることで高分解能観察が可能であることが分かった。さらに、探針と試料との接触による探針先端の損傷を防ぐため、高い硬度を持つ SiC を保護層として被覆した探針を作製し、耐摩耗性を評価した。SiC 保護層を被覆した探針は、摩耗による分解能の低下を抑えることができ、安定性のある磁区構造観察が可能であることが分かった。

謝辞 本研究を行う上で、二本正昭教授には懇切丁寧なご指導を賜り、深く感謝致します。大竹充助教には、研究だけでなく様々な点でのご指導を賜りました。ここに感謝の意を表します。

## 参考文献

- 1) A. J. den Boef: *Appl. Phys. Lett.*, **56**, 2045 (1990).
- 2) K. Nagano, K. Tobar, K. Soneta, M. Ohtake, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **36**, 109 (2012).
- 3) S. Ishihara, T. Hagami, K. Soneta, M. Ohtake, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **37**, 56 (2013).
- 4) S. Ishihara, M. Ohtake, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **37**, 255 (2013).
- 5) R. Nagatsu, M. Ohtake, M. Futamoto, F. Kirino, and N. Inaba: *AIP Adv.*, **6**, 056503 (2016).
- 6) M. A. Al-Khafaji, W. M. Rainforth, M. R. J. Gibbs, J. E. L. Bishop, and H. A. Davies: *IEEE Trans. Magn.*, **32**, 4138 (1996).
- 7) L. Gao, L. P. Yue, T. Yokota, R. Skomski, S. H. Liou, H. Saito, and S. Ishio: *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 2194 (2004).
- 8) N. Amos, R. Ikkawai, R. Haddon, D. Litvinov, and S. Khizroev: *Appl. Phys. Lett.*, **93**, 3116 (2008).
- 9) K. Kato, M. Ohtake, M. Futamoto, N. Inaba, and F. Kirino: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **40**, 45 (2016).

## 研究業績(査読有論文)

- 1) **Y. Tomita**, M. Futamoto, M. Ohtake, F. Kirino, and N. Inaba: *J. Phys. Conf. Ser.*, **903**, 012009 (2017).

その他、国際会議発表 1 件 (筆頭 1 件) .