

交变力磁力显微镜动态成像技术的研究*

李正华^{1)†} 李翔²⁾

1)(大连民族学院, 物理与材料工程学院, 大连 116600)

2)(上海理工大学, 材料科学与工程学院, 上海 200093)

(2014年4月22日收到; 2014年5月7日收到修改稿)

近年来磁力显微镜 (magnetic force microscopy, MFM) 对动态磁场信号的测量与分析由于其特殊的工业要求和重要用途而受到广泛关注, 本文旨在利用交变磁力对磁性探针的周期性调制发展一种交变力磁力显微镜技术, 为磁信息存储工业等重要领域关键技术的发展提供新型的有力的工具. 与目前标准 MFM 采用的设计思路不同, 本文的关键在于合理利用 MFM 频率调制机理, 优化设计 MFM 磁性探针, 并且引入动态信号处理模块, 实现对交变磁场信号的 MFM 成像. 为达到这些目的, 需要从理论上研究 MFM 探针的频率调制机理, 并由实验上设计出动态信号提取模块, 二者相辅结合优化设计出具有动态信号测试和分析能力的交变力磁力显微镜技术, 由此来测量和解释纳米尺度磁畴结构.

关键词: 磁力显微镜, 纳米磁畴, 动态磁性, 频率调制

PACS: 85.70.Ay, 85.70.Kh, 75.70.Rf, 75.70.-i

DOI: 10.7498/aps.63.178503

1 引言

磁力显微镜 (magnetic force microscope, MFM) 因测量不破坏样品、样品无需特别制备、以及纳米尺度的分辨率 (10—50 nm) 等优势, 而广泛应用于各种磁性材料中磁畴及微磁结构的研究^[1-8], 尤其成为磁记录工业中研究磁介质和磁头的磁畴结构或磁场分布的有力工具. 磁力显微镜的作用原理为: MFM 探针感受到材料表面的静态杂散磁场, 通过磁探针振动频率或者振幅的变化, 可以探测磁场梯度的分布, 从而获得样品表面微磁结构相关信息, 如磁畴结构等. 目前标准 MFM 技术, 多数用于材料静态磁场的测量与分析, 研究焦点集中在如何提高 MFM 系统的分辨率, 具体的研究内容有: 1) MFM 探针的制备. 主要的针尖制备技术包括: 聚焦离子束刻蚀 (focused ion beam trmming, FIB)、电子束沉积 (electron beam

deposition, EBD) 以及在微加工的硅悬臂上黏附多壁碳纳米管 (multiwalled nanotubes, MWNT); 2) MFM 测试环境的改善, 如低温、高真空 (UHV) 和液相测量技术的引入; 3) MFM 图像的处理, 如去卷积理论等^[9]. 然而, 从 1987 年至今, MFM 的分辨率仍然停留在 50—10 nm 的水平, 传统思路已经很难再实现突破. 此外, 随着磁记录工业的飞速发展, 日益要求磁力显微镜技术能在超高分辨率, 动态磁性测量^[10] 方面取得突破性进展, 这对标准 MFM 技术提出了新的挑战. 为了使 MFM 技术的发展与磁记录工业的步伐保持一致, 标准 MFM 需要有新的思想突破和技术创新.

综上所述, 随着硬盘磁记录工业的飞速发展, 如何测量纳米结构中的动态磁畴变化, 是 MFM 领域迫切需要解决的问题. 要实现纳米动态磁畴的测量, 必须详细了解 MFM 探针的动态调控机理. 近年来, Saito 等由解析方法分析了 MFM 探针的频率调制机理, 研究了探针振幅、相位与动态磁畴

* 国家自然科学基金 (批准号: 61103148, 51202146)、2013 年“辽宁省高等学校优秀人才支持计划 (批准号: LJQ2013129)”和教育部第 46 批“留学回国人员科研启动项目”资助的课题.

† 通讯作者. E-mail: lizhenghua@dlnu.edu.cn

的依赖关系, 并由此提出了频率调制磁力显微镜(FM-MFM) [11]. 然而, MFM 探针的磁学、力学特性严重窄化了它的测量频宽, 使其仅用于低频器件的测量, 无法满足高频器件的要求. 现如今, MFM 在高频领域的应用相对较少, 研究内容多数以兆赫兹以下为主, 且多属于理论模拟和实验探索. 主要报道的 MFM 技术有: 直接相位检测 MFM(direct phase detection MFM) [12]、双振动 MFM(dual-vibrational MFM) [13]、高频 MFM(high-frequency MFM) [14]、振幅调制 MFM(amplitude-modulation MFM) [15]、频率调制 MFM(frequency-modulation MFM) [11,16]. 综合文献结果来看, 现阶段 MFM 在动态磁性测量方面, 特别是在高频领域的应用还缺少系统深入的研究, 整体研究处于起步阶段, 有很多潜在问题需要进一步挖掘分析及系统探讨. 国内对 MFM 的研究起步较晚, 与国际水平有较大差距. 在 MFM 领域的重要书籍有白春礼、田芳、罗克著的《扫描力显微术》, 其中探讨了 MFM 探针的制备、MFM 分辨率的改进以及针尖与样品的相互作用. 国内的教育机构及科学研究所多数使用 MFM 进行静态磁畴/磁场测量, 其中利用 MFM 测量动态磁畴/磁场变化的研究工作迄今未见.

本文利用交变磁力对 MFM 探针的周期性调制发展一种交变磁力显微镜技术(alternating force magnetic force microscopy, AF-MFM). 这种技术以交变磁力对 MFM 探针有效劲度系数的周期性调制为理论基础, 通过优化设计 MFM 探针的力学、磁学性能, 引入信号处理模块, 来实现对动态磁力信号的测量. 使用这种技术, 理论上可以测量较宽频率范围内纳米磁畴、磁场的变化. 此外, 由于磁力、原子力分别控制, 该技术可以真正实现磁力像与原子力相的分离, 让超高分辨率磁力成像变得可能.

2 MFM 探针频率调制机理的研究

MFM 探针在压电振子、交变磁场的作用下发生振动. 需要建立 MFM 探针的双振动力学方程, 结合有效磁偶极子模型、等效弹簧振子近似, 定义出 MFM 探针的有效磁矩 M 、有效质量 m , 并引入劲度系数 K 、阻尼系数 γ , 由解析方法提取探针共振频率 ω_0 、磁场调制频率 ω_m 与 MFM 探针振动的函数关系.

图 1 是 MFM 探针的力学振动模型. MFM 探针在压电振子的驱动下(驱动频率为 ω) 发生振动,

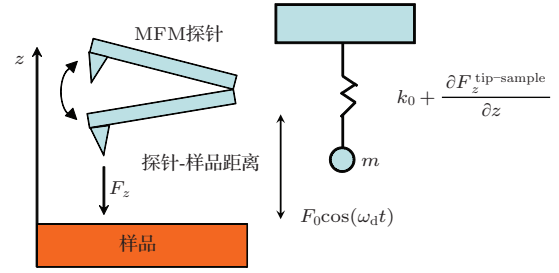


图 1 MFM 探针的力学振动模型

而样品产生的交变磁力 (F_m) 对探针有效劲度系数进行周期性调制, 从而产生频率调制 [17], 探针的力学振动方程为

$$m \frac{d^2 z(t)}{dt^2} + m\gamma \frac{dz(t)}{dt} + (k_0 + \Delta k \cos(\omega_m t))z(t) = F_0 \cos(\omega), \quad (1)$$

其中, k_0 是探针的劲度系数, $\Delta k \cos(\omega_m t)$ 是有效劲度系数的改变量, z 是探针的振动方向. 我们把 MFM 探针等效为点磁荷, 则 Δk 为

$$\Delta k = \frac{\partial F_m}{\partial z} = q_{\text{tip}} \frac{\partial H_z}{\partial z}, \quad (2)$$

这里, q_{tip} 是探针的等效磁荷, $\frac{\partial F_m}{\partial z}$ 是交变磁力的梯度, $\frac{\partial H_z}{\partial z}$ 是样品表面磁场的梯度. 当压电元驱动力满足 $\hat{F}(t) = \hat{F}_0 \exp(i\omega t)$ 时, 假定 $z(t) = z_0 \exp(i\omega t)$, 在 $\Delta k \ll k_0$ 时, 由 (1) 式可得

$$\hat{z}(t) = \frac{\hat{F}_0 \exp(i\omega t)}{(k_0 - m\omega^2) + m\gamma(i\omega) + \Delta k \cos(\omega_m t)}. \quad (3)$$

当压电振子驱动频率 ω 接近 ω_0 时, 通过对 (3) 式取实部, 可得

$$z(t) = \frac{F_0}{m\gamma\omega_0} \sin \left[\omega_0 t + \frac{\Delta k}{m\gamma\omega_0} \cos(\omega_m t) \right] \approx \frac{F_0}{m\gamma\omega_0} \left(\sin(\omega_0 t) + \frac{\Delta k}{2m\gamma\omega_0} \left\{ \cos[(\omega_0 + \omega_m)t] + \cos[(\omega_0 - \omega_m)t] \right\} \right). \quad (4)$$

从 (4) 式可以看出, 探针的振动信号中有三个频率成分, 既主峰 ω_0 和两个侧峰 ($\omega_0 \pm \omega_m$). 主峰附近出现侧峰, 说明交变磁场对 MFM 探针的有效劲度系数进行了周期性调制, 如图 2 所示. 通过对侧峰 ($\omega_0 \pm \omega_m$) 信号的检测和处理, 来实现对动态磁场信号的测量.

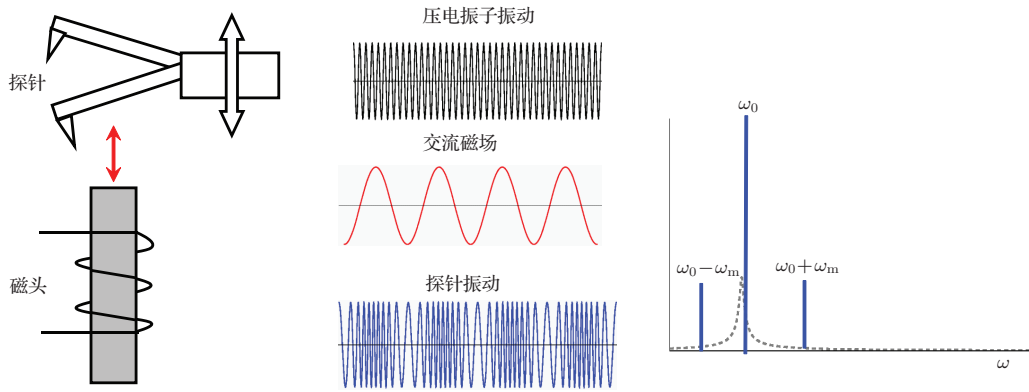


图2 MFM 探针的振动信号及频谱分析示意图

3 交变磁力显微镜系统的研究

图3为交变磁力显微镜系统的框架示意图. 测试样品为新型磁记录用写入磁头, 磁头在电流的驱动下产生交变磁场(频率为 f_m). MFM 探针(FePt 探针)在压电振子的驱动下(驱动频率为 f_0)发生振动, 而交变磁场(f_m)对探针的有效劲度系数进行周期性调制, 从而产生频率调制($f = f_0 \pm f_m$). 调制信号(f)经过锁相环(PLL)电

子线路解调, 分离出磁场信号(f_m)并反馈到锁相放大器的信号输入端口. 写磁头的驱动电压反馈到锁相放大器的参考输入端口. 利用锁相(Lock-in)技术, 实现对单一频率信号的放大与提取, 从而得到具有高信噪比的交变磁力信号(f_m), 最后进行磁力成像. 实验采用 JSPM-5400 (JEOL Ltd.)MFM 测试系统, 使用 $L1_0$ -FePt 探针, 矫顽力大于 10 kOe (1 Oe=79.5775 A/m), 共振频率约为 256 kHz. 写入磁头的驱动电流为交流 10 到 40 mA, 驱动频率为 100 Hz 到 15 kHz.

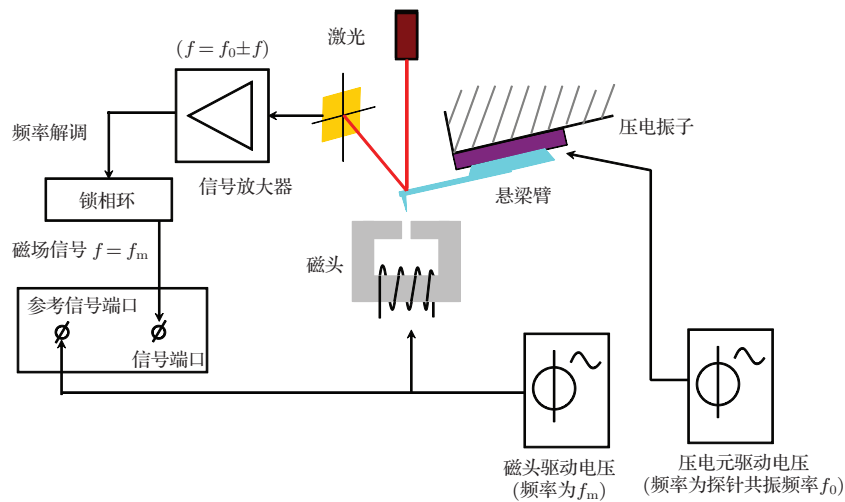


图3 交变磁力显微镜系统的框架示意图

4 实验结果及讨论

图4是富士通(Fujitsu)公司商用单极写磁头(single pole tip, SPT)的(a)原子力(AFM)图像、(b)交流(AC)振幅图像、(c)交流(AC)相位图和(d)直流(DC)相位图. 写磁头的交流驱动电流为 20

mA, 驱动频率为 100 Hz, 直流驱动电流为 20 mA, MFM 探针的扫描高度为 30 nm. 实验采用 JSPM-5400(JEOL Ltd.)MFM 测试系统, 使用 $L1_0$ -FePt 高矫顽力探针. 从图4(a)中可以明显的看到写磁头的主极、辅极和磁隙(Gap)区域, 主极大小约 200 nm, 镶嵌于非磁性的结构中. 图4(b)中可以看到在磁头主极附近出现高亮斑点, 表明 MFM 探针在

磁头主极区域检测到了强的交变磁场. 图 4(c) 中可以观察到明显的亮暗对比区域. 由于我们使用高矫顽力 FePt 探针, 探针的磁化方向垂直于样品表面, 并保持不变. 图 4(c) 说明 MFM 探针在磁头主极附近和辅极区域受到了方向相反的磁力作用, 表明在磁头主极和辅极区域磁场方向正好相反, 这与我们的预期保持一致, 如图 4(a). 图 4(d) 是在标准 MFM 相位图, 磁头驱动电流为直流 20 mA, 可以看到, DC 相图的信噪比和分辨率显著降低. 一

方面, 在 AF-MFM 系统中, 我们使用锁相放大器对信号进行放大和提取; 另一方面, 由于磁力、原子力分别控制, AF-MFM 可以自然实现磁力相和原子力相的分离, 因此 AC MFM 图像的分辨率和信噪比优于 DC MFM 图像. 图 4 的测试结果很好的验证了交变磁力显微镜技术的可行性. 值得一提, AF-MFM 技术具有广泛的应用前景, 例如高密度磁记录介质, 磁性纳米颗粒, 图形介质等, 为下一代磁记录产品的研发提供了新型的有力的工具.

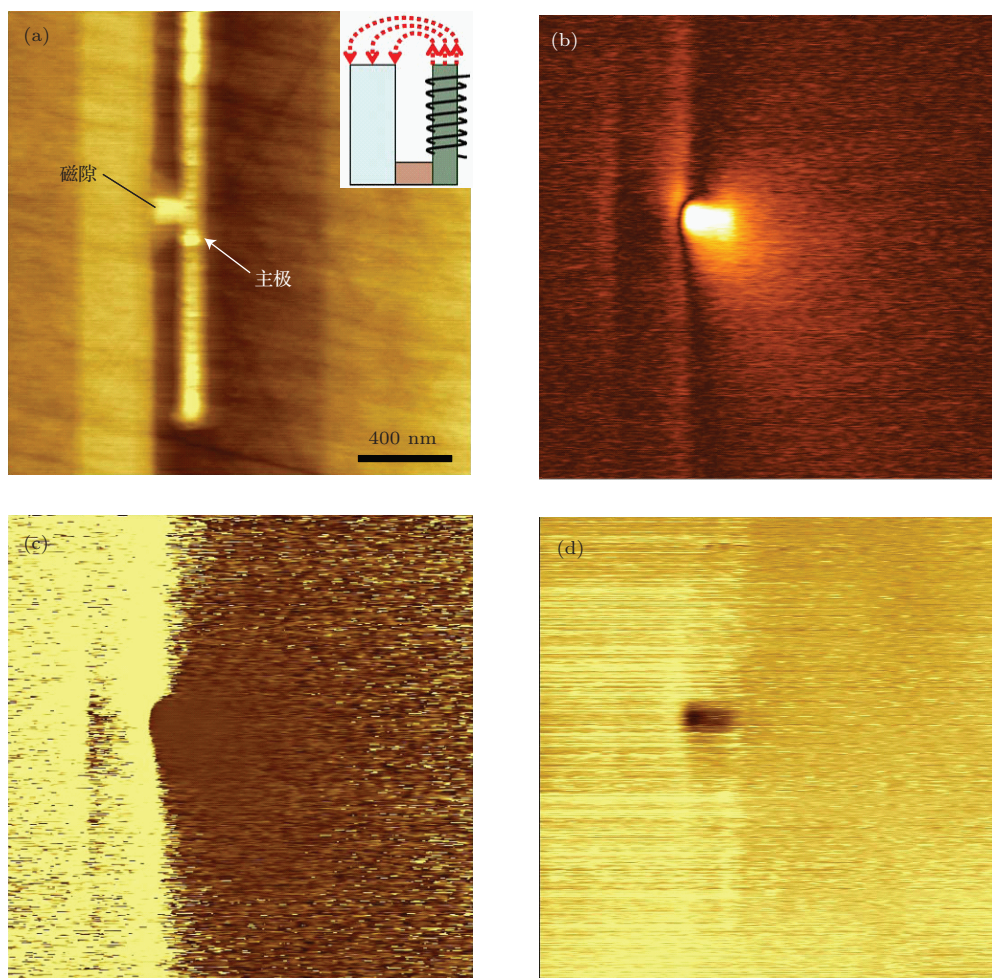


图 4 (网刊彩色) 富士通 (Fujitsu) 公司商用写磁头 (a) AFM 图像; (b) AC 振幅图像; (c) AC 相位图像; (d) DC 相位图

图 5(a)—(d) 分别是日立 (Hitachi) 公司商用 SPT 写磁头的原子力图像 (AFM, 左), 交流振幅图像 (AC Amplitude, 中), 交流相位图像 (AC Phase, 右). 写磁头的交流驱动电流从 10 mA 增加到 40 mA, 驱动频率为 100 Hz. 实验采用 $L1_0$ -FPt 高矫顽力探针, MFM 探针的扫描高度为 30 nm. 随着交变驱动电流的增加, SPT 磁头主极区域的磁场强度逐渐增强, MFM 图像的信噪比提高. 然而, 当驱动电流大于 30 mA, SPT 磁头场趋近

饱和, MFM 图像基本保持不变. 从图 5(d) 可以看出, 当驱动电流等于 40 mA, MFM 振幅图中检测到高亮斑点, MFM 相位图中观察到明显的亮暗对比区域, 说明磁头主极附近产生强磁场, 并且主极和辅极区域磁场方向相反, 相位差为 180° . 对于 FeCo 基 SPT 写磁头, 磁头的饱和磁感应强度 B_s 约为 2.4 T, 主极产生的磁场可达 9000 Oe 左右, 此时, 普通 MFM 探针很容易被磁头场磁化, 探针磁矩容易发生翻转, 探针与样品之间始终保持

为引力. 因此, 使用普通MFM探针只能获取磁场强度, 而不能辨别磁场方向. 我们实验中采用 $L1_0$ -FePt 高矫顽力探针, 其矫顽力大于 10 kOe.

从MFM相位图中明显观察到亮暗对比区域, 表明 FePt 探针在主极和辅极区域受到了斥力和引力作用.

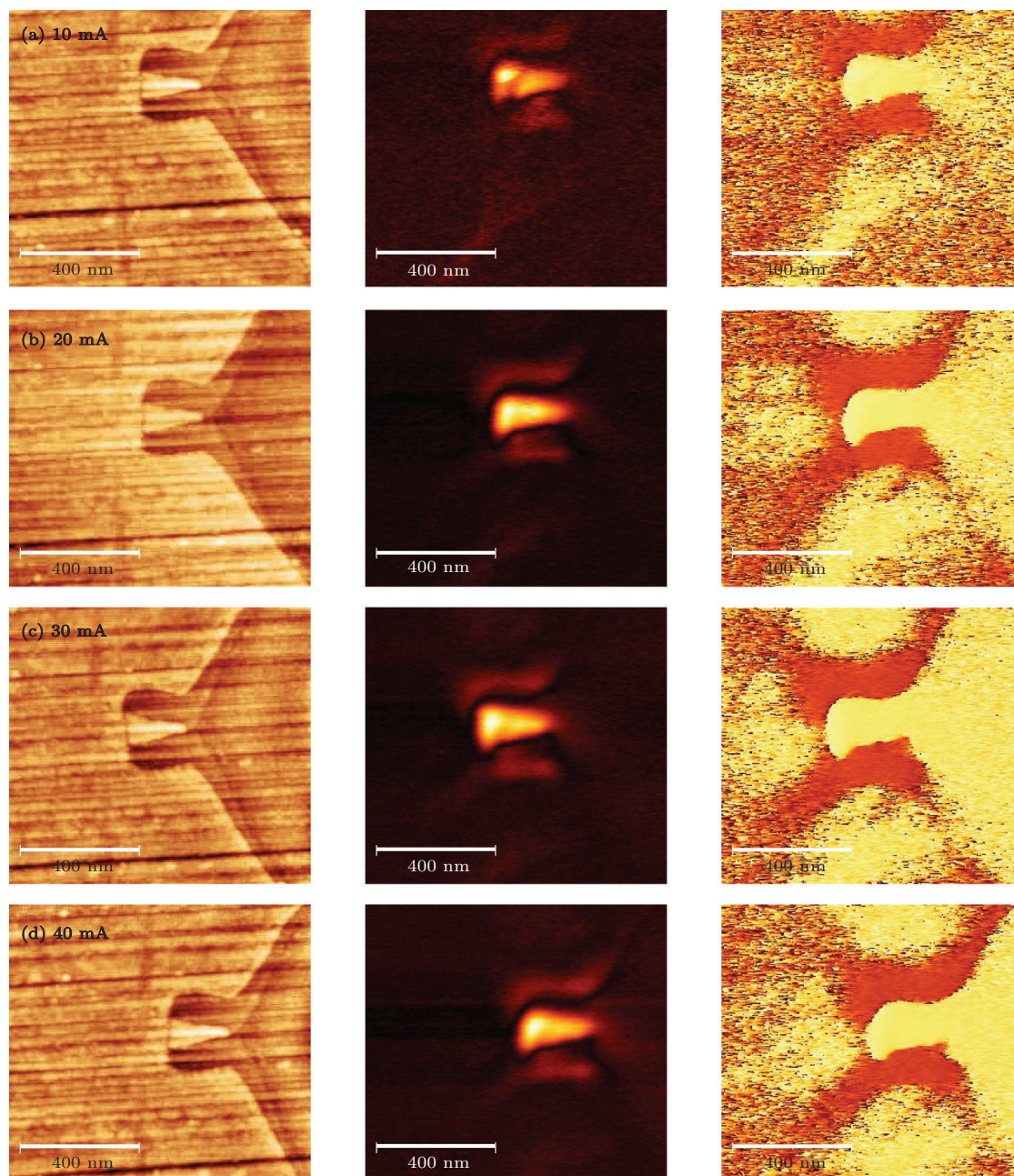


图5 (网刊彩色) 日立 (Hitachi) 公司商用写磁头的 AC MFM 图像随驱动电流的变化规律

图 6(a)–(f) 分别是富士通 (Fujitsu) 公司商用 SPT 写磁头的原子力图像 (AFM, 左), 交流振幅图像 (AC Amplitude, 中), 交流相位图像 (AC Phase, 右). 写磁头的驱动电流为 20 mA, 驱动频率为 100 Hz. 实验采用 $L1_0$ -FePt 高矫顽力探针, 探针抬举高度从 5 nm 增加到 150 nm. 随着 MFM 探针不断抬高, 探针受到的磁力逐渐减小, 磁信号逐渐减弱, 因

此 MFM 图像的信噪比逐渐降低. 当探针抬举高度大于 50 nm, MFM 图像噪音逐渐增强, 磁场分布逐渐发生变化. 当探针抬举高度等于 150 nm, 磁场分布接近于圆形, 偏离方形 (SPT 主极形状), 表明磁头主极在远处产生的磁场可近似为点磁荷磁场. 因此, 为了获取精确的磁场轮廓图, MFM 探针的抬举高度不要超过 50 nm.

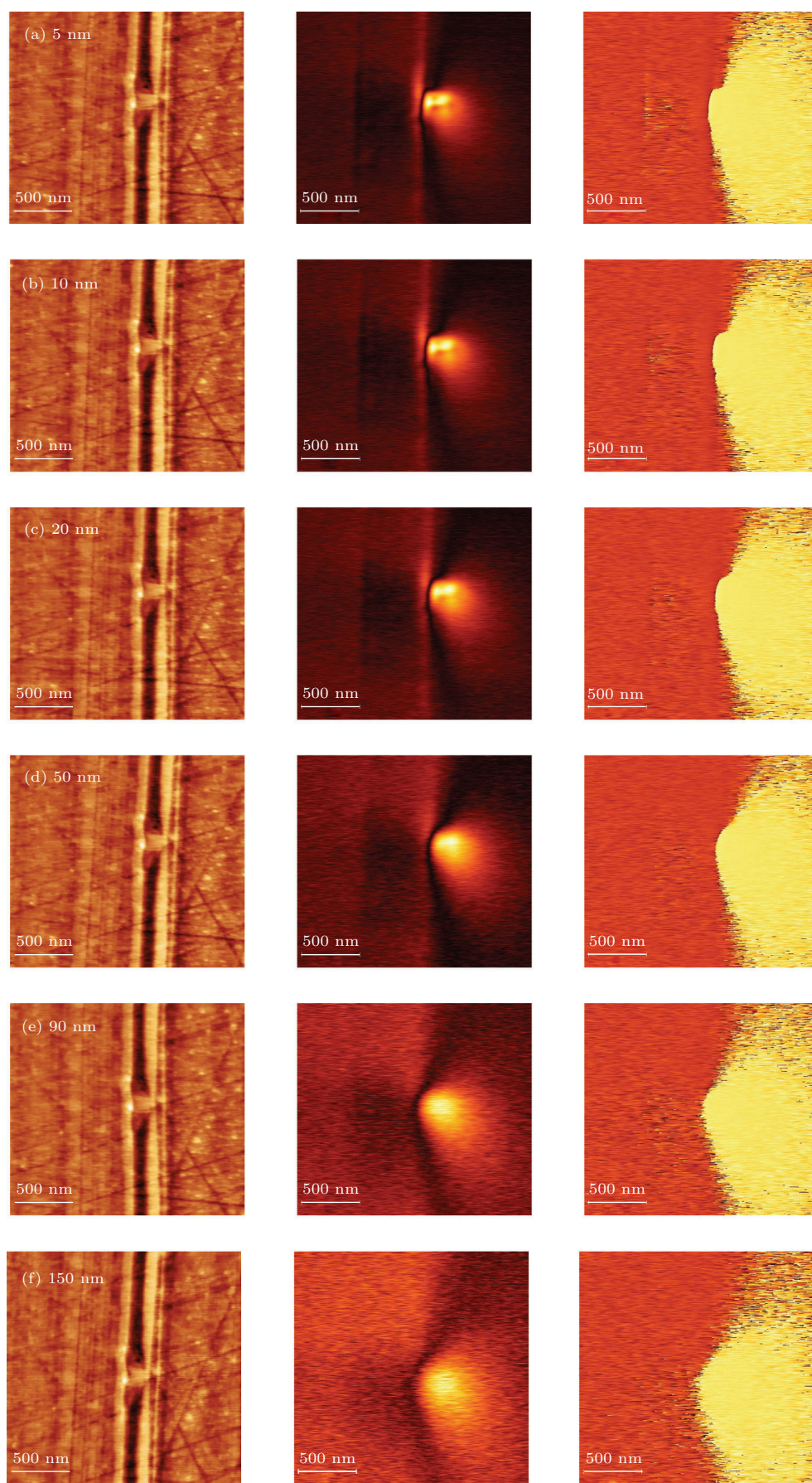
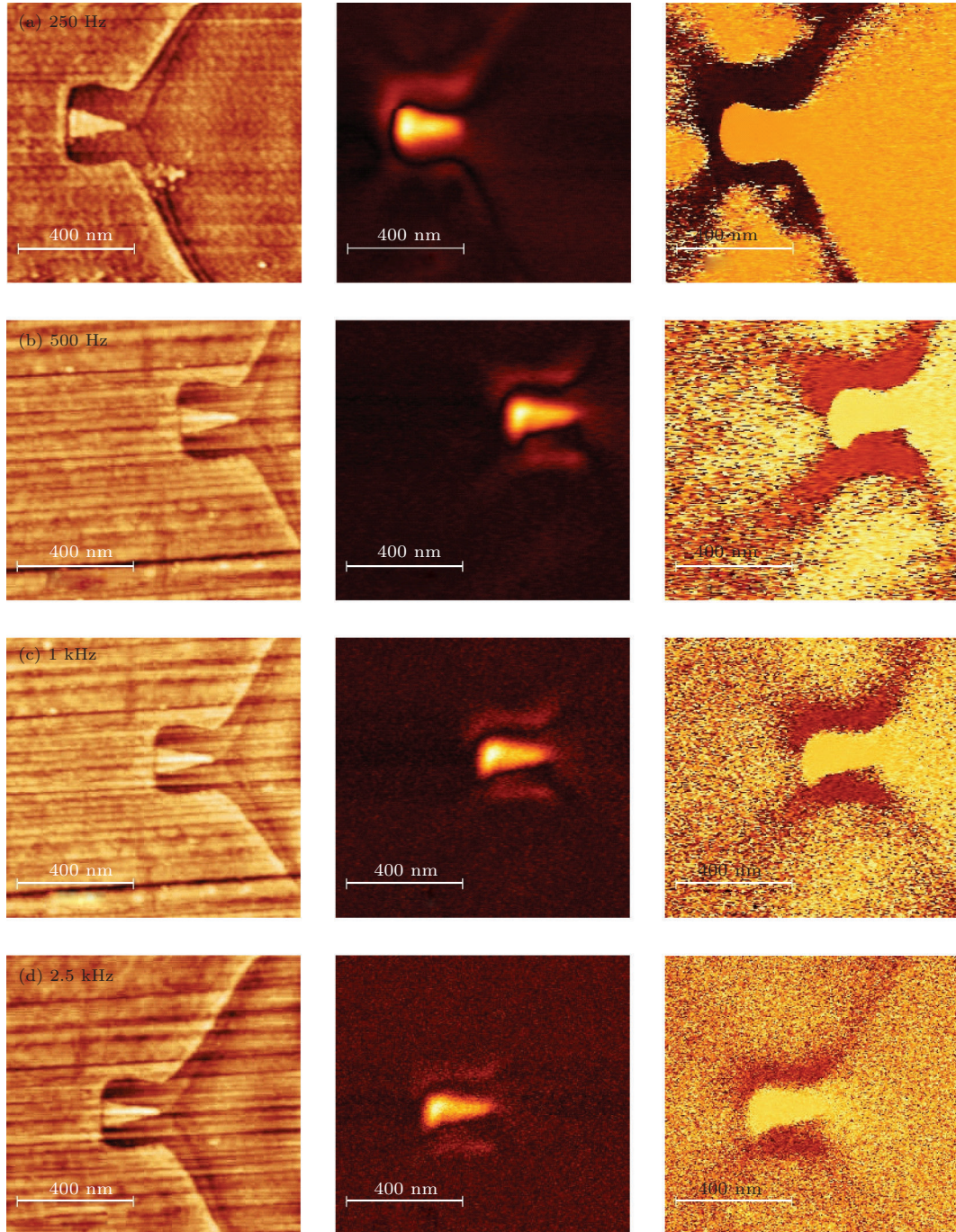


图6 (网刊彩色) 富士通(Fujitsu)公司商用写磁头的AC MFM图像随探针抬举高度的变化规律

图7(a)–(g)分别是日立(Hitachi)公司商用SPT写磁头的原子力图像(AFM, 左), 交流振幅图像(AC Amplitude, 中), 交流相位图像(AC Phase, 右). 写磁头的驱动电流为20 mA, 驱动频率从250 Hz逐渐增加到15 kHz. 实验采用 $L1_0$ -FePt高矫顽力探针, MFM探针的扫描高度为30 nm. 随着驱动频率的增加, 探测到的磁场信号逐渐减弱, MFM图像的信噪比不断降低. 当驱动频率大于5 kHz,

SPT磁头场几乎被噪音淹没. MFM图像的频率依赖性源于AF-MFM技术的频率调制机理, 如图2. 主峰 ω_0 附近出现两个侧峰($\omega_0 \pm \omega_m$), 通过对侧峰($\omega_0 \pm \omega_m$)的检测和处理, 来实现对动态磁场信号的测量. 然而, 随着驱动频率 ω_m 的增加, 侧峰会逐渐减小到零, 因此AF-MFM技术目前只能测量低频磁场信号. 今后, 探索高频磁场信号的测量方案是研究问题的难点.



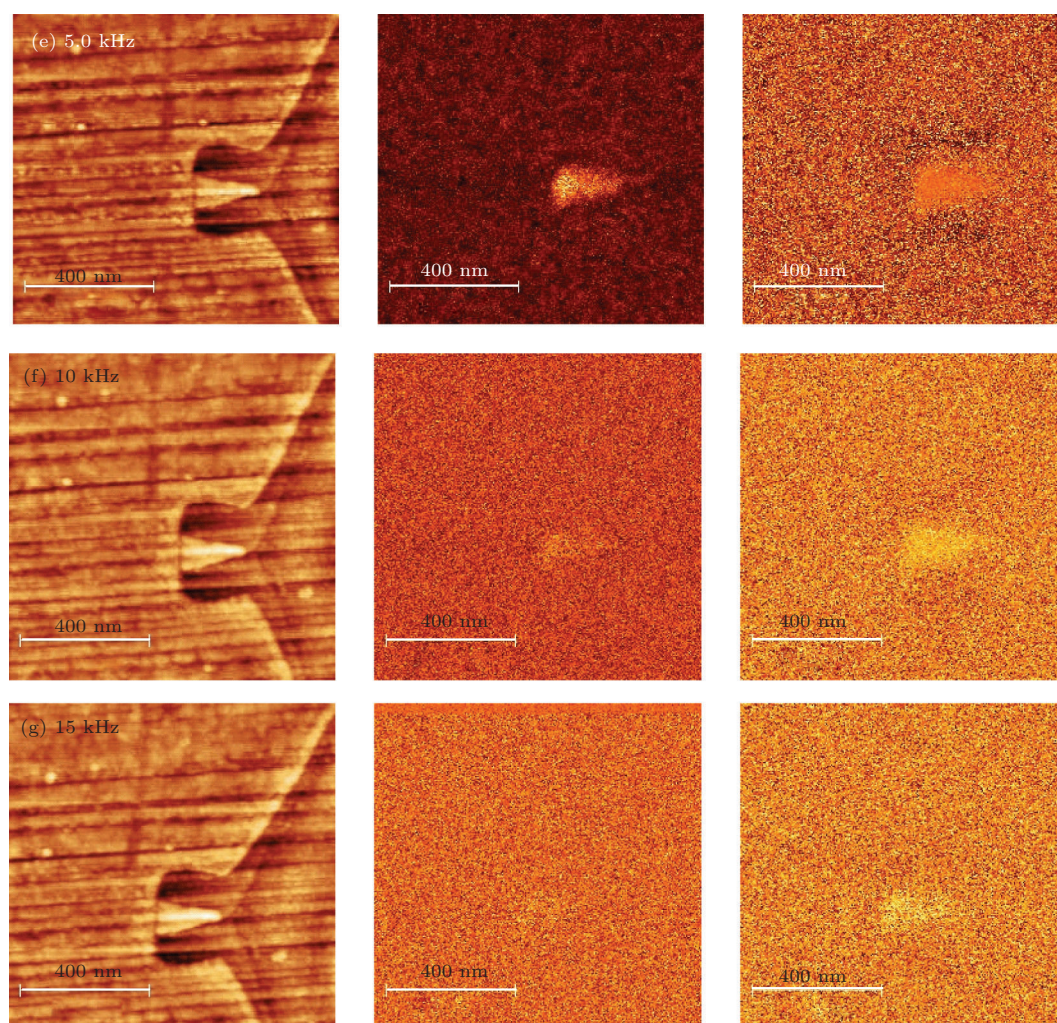


图7 (网刊彩色) 日立 (Hitachi) 公司商用写磁头的 AC MFM 图像随驱动频率的变化规律

5 结 论

本论文利用交变磁力对 MFM 探针的周期性调制发展一种交变力磁场显微镜技术, 实现对动态磁场信号的测量. 首先, 通过解析方法分析了简化情况下 MFM 探针的力学、磁学等关键物理问题, 建立解析物理模型来分析 MFM 探针的频率调制机理. 其次, 根据设计需求及理论分析结果, 结合 MFM 探针的力学、磁学性能, 引入信号处理模块, 实现对动态磁信号的 MFM 成像和磁场的定性分析. 在本文研究中, 我们选择的样品分别是富士通 (Fujitsu) 和日立 (Hitachi) 公司的商用 SPT 写磁头. 这种磁头自己带有线圈, 因此只要在磁头中加上电流, 可以观察磁畴的运动, 实现 MFM 实验观测. 该技术具有很强的实用性, 具体表现在: 可以测量交变磁力信号; 测量频率范围较宽 (从直流到 5 kHz);

能够进行动态磁场信号分析; MFM 图像具有更高信噪比和空间分辨率等. 该技术为新型磁性材料与器件的设计提供了有力的工具.

参考文献

- [1] Xue H, Ma Z M, Shi Y B, Tang J, Xue C Y, Liu Jun, Li Y J 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 180704 (in Chinese) [薛慧, 马宗敏, 石云波, 唐军, 薛晨阳, 刘俊, 李艳君 2013 物理学报 **62** 180704]
- [2] Fang Y K, Zhu M G, Guo Y Q, Li W, Han B S 2004 *Chin. Phys. Lett.* **21** 1655
- [3] Li X M, Fang Y K, Guo Z H, Liu T, Guo Y Q, Li W, Han B S 2008 *Chin. Phys. B* **17** 2281
- [4] Liu L W, Dang H G, Sheng W, Wang Y, Cao J W, Bai J M, Wei F L 2013 *Chin. Phys. B* **22** 047503
- [5] Li H, Qi X Y, Wu J, Zeng Z Y, Wei J, Zhang H 2013 *ACS Nano* **7** 2842
- [6] Schwenk J, Marioni M, Romer S, Joshi N R, Hug H J 2014 *Appl. Phys. Lett.* **104** 112412

- [7] Tabasum M R, Zighem F, Medina J D L T, Encinas A, Piraux L, Nysten B 2013 *J. Appl. Phys.* **113** 183908
- [8] Freire Ó I, Bates J R, Miyahara Y, Asenjo A, Grütter P H 2013 *Appl. Phys. Lett.* **102** 022417
- [9] Candocia F M, Svedberg E B, Litvinov D, Khizroev S 2004 *Nanotechnol* **15** 575
- [10] Li Z H, Hatakeyama K, Egawa G, Yoshimura S, Saito H 2012 *Appl. Phys. Lett.* **100** 222405
- [11] Saito H, Ikeya H, Egawa G, Ishio S, Yoshimura S 2009 *J. Appl. Phys.* **105** 07D524
- [12] Abe M, TanaKa Y 2002 *IEEE Trans. Magn.* **38** 45
- [13] Li S P, Stokes S, Liu Y, Schroder S F, Zhu W, Palmer D 2002 *J. Appl. Phys.* **91** 7346
- [14] Koblishka M R, Wei J D, Kirsch M, Hartmann U 2006 *Jpn. J. Appl. Phys.* **45** 2238
- [15] Proksch R, Neilson P, Austvold S, Schmidt J J 1999 *Appl. Phys. Lett.* **74** 1308
- [16] Lu W, Li Z H, Hatakeyama K, Egawa G, Yoshimura S, Saito H 2010 *Appl. Phys. Lett.* **96** 143104
- [17] Albrecht T R, Grutter P, Horne D, Rugar D 1991 *J. Appl. Phys.* **69** 668

Dynamic magnetic imaging by alternating force magnetic force microscopy*

Li Zheng-Hua^{1)†} Li Xiang²⁾

1) (School of Physics and Materials Engineering, Dalian Nationalities University, Dalian 116600, China)

2) (School of Materials Science and Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

(Received 22 April 2014; revised manuscript received 7 May 2014)

Abstract

Recently, magnetic force microscope (MFM) for dynamic imaging of AC magnetic field has attracted considerable attention due to its potential applications and special requirements in industry. In this paper, we develop an alternating force MFM technique based on the frequency modulation of MFM tip oscillation, which provides a powerful tool for the development of key technologies in magnetic information storage industry. Different from conventional MFM, the main points of the present work are: 1) the investigation of the frequency-modulation phenomenon; 2) optimization of the MFM tip parameter, and introduction of the MFM signal processing apparatus; 3) observation of the AC magnetic field. For dynamic evaluation of AC magnetic field, we need to theoretically analyze the mechanical and magnetic properties of MFM tips, to technically develop the MFM signal processing apparatus, and to experimentally image the dynamic magnetic signals. Finally, we demonstrate the alternating force MFM technique, which can measure and analyze the nano-scale magnetic domain structures in advanced magnetic materials.

Keywords: magnetic force microscopy, nanomagnetism, dynamic magnetism, frequency modulation

PACS: 85.70.Ay, 85.70.Kh, 75.70.Rf, 75.70.-i

DOI: 10.7498/aps.63.178503

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China(Grant Nos. 61103148, 51202146), the 2013 Program for Liaoning Excellent Talents in University, china(Grant No. LJQ2013129) and the 46th Scientific Research Foundation for the Returned Overseas Chinese Scholars.

† Corresponding author. E-mail: lizhenghua@dlnu.edu.cn