

Status and trends in high performance magnetic imaging using Scanning Probe Microscopy(SPM)

Ahmet Oral

Department of Physics, METU, Ankara, Turkey

We will give an overview of the state of the art Scanning Probe Microscopes (SPM) for magnetic imaging in the 20mK to 300K temperature range. Recent developments in cryofree cryostats and dilution refrigerators (DR) have opened a new avenue for scientists suffering from heavy Helium costs.

We shall first describe the design of High Resolution MFM which can achieve 10nm magnetic resolution. Such high resolution is possible with unprecedented $\sim 12\text{fm}/\sqrt{\text{Hz}}$ noise floor of the cantilever deflection electronics.

We shall also describe a mK-Scanning Probe Microscopes (mK-SPM) operating in Scanning Tunnelling Microscope (STM), Scanning Hall Probe Microscope (SHPM) and Atomic/Magnetic Force Microscope (AFM/MFM) mode in a wide temperature range of 20mK-300K. SHPM images of magnetic materials at 20mK will be presented.

An Oxford Instrument cryogen-free DR (Triton DR400) with 400uW cooling power and 7mK base temperature is used for the experiments. A 1W Pulse Tube cryo-cooler is integrated into the DR. After wiring and attaching the microscope we achieved 20mK base temperature. Piezo driven Stick slip coarse approach mechanism is used to bring the sample in to close proximity of the sample.

We have also designed a Fabry-Perot interferometer for our mK-AFM which has a measured $\sim 1\text{fm}/\sqrt{\text{Hz}}$ noise level @ 4K as shown in Fig.1.(a), while the shot noise limit was $\sim 0.2\text{fm}/\sqrt{\text{Hz}}$. The system uses a dielectric multilayer coating at the end of the fiber to achieve this unprecedented noise level. We tested the microscope in MFM mode with a harddisk sample and imaging Abrikosov vortices in BSCCO as shown in Fig.1.(b)-(c). We hope to improve the noise levels further and achieve better than 5-6nm resolution for mK-MFM.

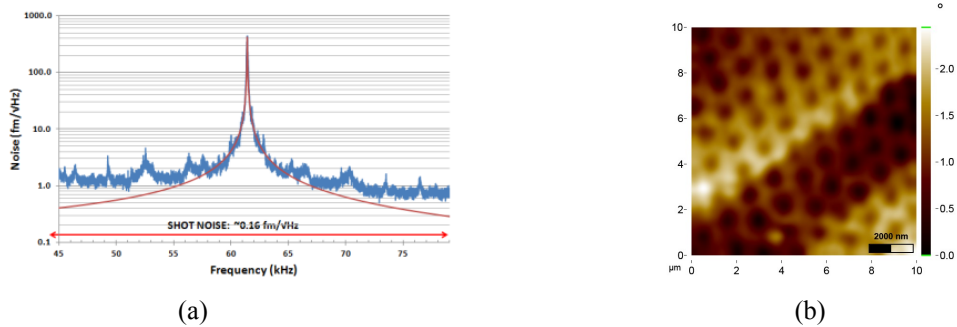


Fig.1.(a) Noise floor of our interferometer (b) MFM image of Abrikosov Vortex Lattice in BSCCO at 4K.

A novel method for excitation of Atomic Force Microscope(AFM) cantilevers by means of radiation pressure for imaging has been developed for the first time. Piezo excitation is the most common method for cantilever excitation. However, it has quite a few drawbacks like causing spurious resonance peaks and non-ideal Lorentzian curves. The force exerted by the radiation pressure is quite weak but sufficient to excite the cantilever to tens of nanometers for imaging in vacuum, as the Q increases to few thousands. An amplitude modulated fiber coupled 1.31 μm laser is used to excite the cantilever at its resonance and detect the position for MFM imaging as shown in Fig.2.

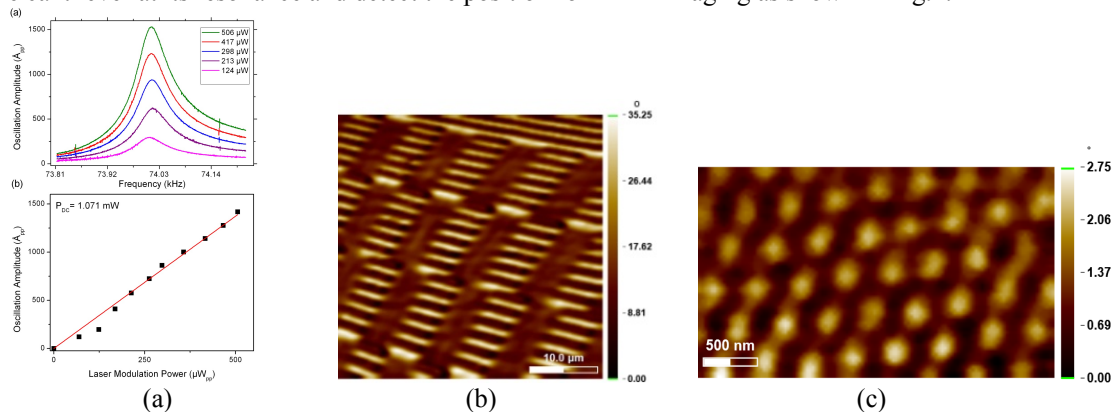


Fig.2.(a) Calibration of AFM cantilevers using radiation pressure (b) MFM image of Hard disk at 4K (c) MFM image of Abrikosov Vortex Lattice in BSCCO at 4K.

Status and trends in high performance magnetic sensors and their applications

K. W. Kim, SungJoon Kim, Incheol Song, CheolGi Kim

(Department of Emerging Materials Science, DGIST, Daegu, 711-873, Republic of Korea)

Planar Hall resistance (PHR) sensors has many advantages (such as high signal-to-noise, small offset voltage and very linear response at low field range) compared to other magnetoresistive sensor [1]. Until now, multilayer sensor structures have been studied to improve the sensitivity of PHR sensor using cross-shaped sensor junction. At this time, the sensitivities of the PHR approximately 3, 7 and 12 $\mu\text{V}/\text{Oe}$ respectively [2]. Among these structures, the sensitivity of trilayer structure was higher than others because its interlayer (Cu) reduced the exchange bias field and shunt current. In order to obtain more improvement of sensitivity, we have designed a new geometry (ring-shaped) of the sensor with Wheatstone bridge configuration over existing cross-shaped. For a constant ring width, both the sensitivity and the output voltage is proportional to the ring radius.

We have integrated multiple rings in a one ring junction of the sensor called multi-ring sensor. In using this magnetic sensor, we have made the on-chip magnetometer [3]. The on-chip magnetometer has been made by integrating a planar Hall magnetoresistive (PHR) sensor with microfluidic channels. In order to make this on-chip magnetometer, we uses successive hard and soft photolithography method. The in-plane field sensitivities of the integrated PHR sensor with trilayer structure was approximately 8 $\mu\text{V}/\text{Oe}$. The monitored PHR signals during the oscillation of magnetic nanoparticles droplet of 40 pL showed the reversed profiles for positive and negative z-fields, and their magnitudes increased with the applied z-field strength. The measured PHR signals versus applied z-fields are well fitted with the magnetization curve by vibrating sample magnetometer (VSM) for 3 μL volume; herein the PHR voltage of 1 μV is calibrated to be 0.309 emu/cc volume magnetization. In addition, I will introduce the biochip system based on spintronic devices.

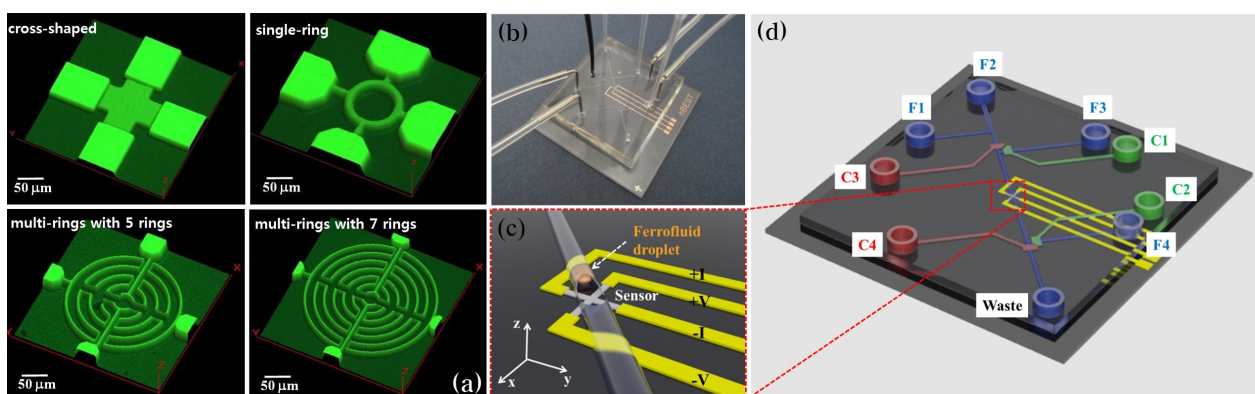


Figure: (a) 3D-microscopic images of various PHR sensor, (b) on chip magnetometer chip, (c) Schematic drawing of ferrofluid droplet coming towards the PHR sensor, (d) Schematic drawing of on chip magnetometer in which the channels (F1, F2, F3 and F4) represented in blue color are flow channels for generation of ferrofluid droplets and the channels (C1,C2,C3 and C4) represented in red color are control channels (valves) for operation of ferrofluid droplets oscillation.

Reference

- [1] P.P. Freitas, H.A. Ferreira, D.L. Graham, L.A. Clarke, M.D. Amaral, V. Martins, L. Fonseca, J.S. Cabral, in: *Magnetoelectronics*, edited by M. Johnson, Elsevier, Amsterdam, 2004.
- [2] T.Q.Hung, S.Oh, B.Sinha, J.R.Jeong, D.Y.Kim and C.G. Kim, *J. Appl. Phys.* 107, 09E715 (2010).
- [3] Kun Woo Kim, Venu Reddy, Sri Ramulu Torati, Xing Hao Hu, Adarsh Sandhu, and Cheol Gi Kim, *Lab Chip*, 15, 696 (2015).

Achievement of 1020 MHz NMR

T. Shimizu¹, K. Hashi¹, S. Ohki¹, S. Matsumoto¹, G. Nishijima¹, A. Goto¹, K. Deguchi¹, K. Yamada¹, T. Noguchi¹, S. Sakai¹, M. Takahashi², Y. Yanagisawa², S. Iguchi², T. Yamazaki², H. Maeda², R. Tanaka³, Y. Nishiyama³, T. Nemoto³, H. Suematsu³, T. Miki⁴ and K. Saito⁴

¹National Institute for Materials Science, 3-13 Sakura, Tsukuba, 305-0003 Japan

²Center for Life Science Technologies, RIKEN, 1-7-29 Suehiro, Tsurumi, Yokohama, 230-0045 Japan

³JEOL RESONANCE Inc. 3-1-2 Musashino, Akishima, Tokyo, 196-8558, Japan

⁴Kobe Steel Ltd. 1-5-5 Takatsukadai, Nishiku, Kobe, 651-2271, Japan

We have successfully developed a 1020 MHz (24.0 T) NMR magnet shown in Figure 1, establishing the world's highest magnetic field in high resolution NMR superconducting magnets.¹⁾ The magnet is a series connection of LTS (low-Tc superconductors NbTi and Nb₃Sn) outer coils and an HTS (high-Tc superconductor, Bi-2223) innermost coil, being operated at superfluid liquid helium temperature such as around 1.8 K and in a driven-mode by an external DC power supply. The drift of the magnetic field was initially ± 0.8 ppm/10 h without the ²H lock operation; it was then stabilized to be less than 1 ppb/10 hr by using an NMR internal lock operation. The full-width at half maximum of a ¹H spectrum taken for 1 % CHCl₃ in acetone-d₆ was as low as 0.7 Hz (0.7 ppb), which was sufficient for solution NMR. On the contrary, the temporal field stability under the external lock operation for solid-state NMR was 170 ppb/10 hr, sufficient for NMR measurements for quadrupolar nuclei such as ¹⁷O; a ¹⁷O NMR measurement for labeled tri-peptide clearly demonstrated the effect of high magnetic field on solid-state NMR spectra, as can be seen in Figure 2.



Fig.1 1020 MHz-NMR magnet. It weighs 15 tons, 5 meters in height and has a high temperature superconducting coil inside.

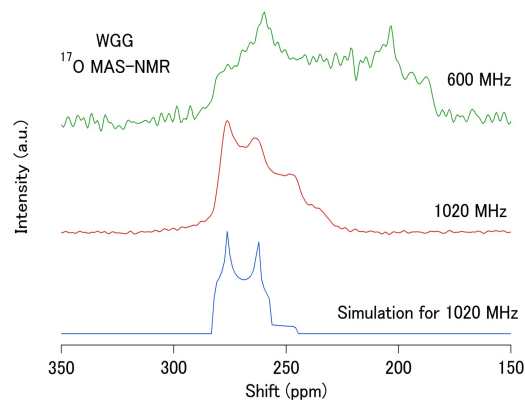


Fig.2 ¹⁷O MAS NMR spectra of a labeled peptide L-tryptophanyl-glycyl-glycine dihydrate (WGG) taken at 600 MHz (14.1 T) NMR and 1020 MHz (24.0 T) NMR. Both resolution and sensitivity can be seen much improved in 1020 MHz compared with 600 MHz. Simulation for 1020 MHz is also plotted.

Reference

- 1) K. Hashi, et al., Journal of Magnetic Resonance, 256(2015)30-33.

Microcapillary capsule for nanoscale and real time observation of materials in liquid by transmission electron microscopy

T. Takamura¹, P. J. Ko², P. Southern^{3,4}, D. Ortega⁵, Q. Pankhurst^{3,4} and A. Sandhu^{1,6}

¹Electronics-Inspired Interdisciplinary Research Institute, Toyohashi University of Technology, Aichi 441-8580, Japan

²Research Promotion Center, University of Electro-Communications, Tokyo 182-8585, Japan

³Davy Faraday Research Laboratory, Royal Institution of Great Britain, London W1S 4BS, UK

⁴University College London, Gower Street, London WC1E 6BT, UK

⁵Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Nanociencia, Madrid 28049, Spain

⁶Department of Engineering Science, University of Electro-Communications, Tokyo 182-8585, Japan

Nanometer-scale resolution and real-time observation of materials in liquid environments is required for drug discovery, tissue engineering with induced pluripotent stem (iPS) cells, and synthesis of metallic nanoparticles [1–2]. Transmission electron microscopy (TEM) has the potential for such applications because it offers atomic-level resolution and adequate video rates. However, samples must be kept under ultra-high vacuum conditions, which makes observation of aqueous solutions challenging. Here, we propose an innovative ‘wet-TEM capsule’ consisting of a sample container separated by nanometer thick membranes that enable an electron beam to be transmitted without liquid leaking when the capsule is inserted into a TEM vacuum chamber.

Fig. 1 is scanning electron microscope image and a schematic of our wet-TEM capsule, which consists of external tubes, silicon support substrate, window region, and silicon nitride membranes. First the silicon support silicon substrate with nanometer silicon nitride membranes was etched to create window regions. Subsequently, capillary tubes were integrated in between two chips. The gap between the membranes contains the sample solution that is injected via the external tubes. We will describe recent experimental results on the observation of magnetic nanoparticles using the wet-TEM capsule system.

Reference

- 1) Niels de Jonge and Frances M. Ross: Nat. Nanotechnol., 6, 11, 695 (2011)
- 2) S. Zhang, et. al.; Open Surf. Sci. J., 4, 26 (2012)

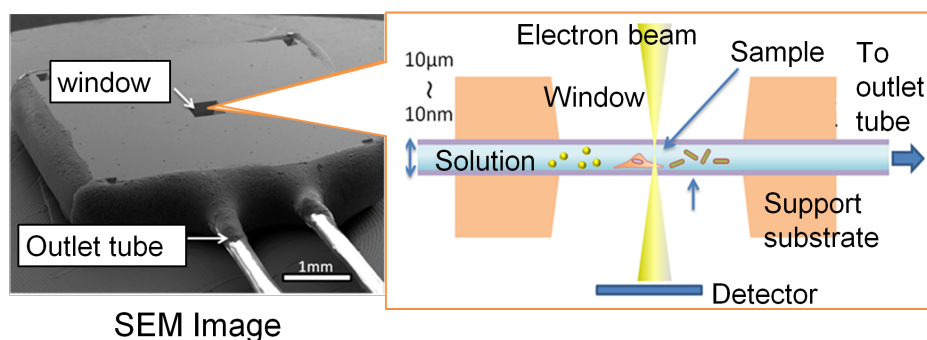


Fig.1 SEM and a schematic image of our capsule

Magnetic nanoparticles for biomedical applications

Shinya Maenosono

School of Materials Science, Japan Advanced Institute of Science and Technology,
1-1 Asahidai, Nomi, Ishikawa 923-1292, Japan

Superparamagnetic iron oxides (SPIOs) including γ -Fe₂O₃ and Fe₃O₄ nanoparticles are biocompatible and relatively easy to synthesize; these properties make them the most used magnetic nanoparticles (MNPs) in biomedicine to date. They have been studied for several decades and have contributed to both diagnostics such as MRI contrast agents and therapeutics such as magnetic hyperthermia. However, the relatively low saturation magnetization (M_s) of SPIOs limits their potential in these applications.

Enhancement of the magnetic moment of MNPs is key for improvement of many applications in biomedicine. Considering the characteristic size of biological systems, MNPs with smaller dimensions than normally used SPIOs are preferred as they would increase the spatial resolution. Using MNPs, which have higher M_s and higher magnetocrystalline anisotropy energy than SPIOs, one can significantly improve efficiency in various biomedical applications. Moreover, these magnetically superior ultrasmall MNPs could lead to revolutionary and novel clinical applications.

Recently, mono- and bimetallic superparamagnetic MNPs have become readily available thanks to the development of a range of synthetic techniques. In general, the metallic MNPs exhibit higher magnetic properties than oxide MNPs, and thus those MNPs increasingly attract attention in various biomedical fields. In addition, various heterostructured multi-functional MNPs including magnetic-plasmonic core/shell/shell MNPs (Figs. 1 and 2)¹ have been recently developed for bioimaging, magnetic separation, magnetic immunoassay, etc. We review the progress of research on MNPs for biomedical applications.

References

- 1) S. Maenosono *et al.*, *Langmuir*, **31** (2015) 2228.

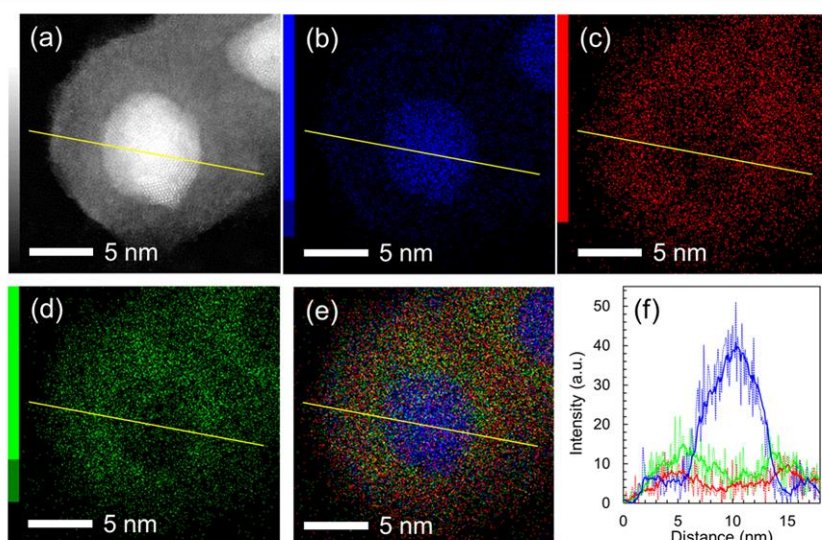


Fig. 1. (a) STEM-HAADF image of a single Ag/FeCo/Ag core/shell/shell MNP. (b–e) EDS elemental mapping images of the single Ag/FeCo/Ag MNP: (b) Ag L edge, (c) Fe K edge, (d) Co K edge, and (e) overlaid image. (f) The EDS line profile at the center of the MNP indicated by a yellow line in (a–e). Blue, green and red lines correspond to Ag L, Co K and Fe K edge intensities, respectively.

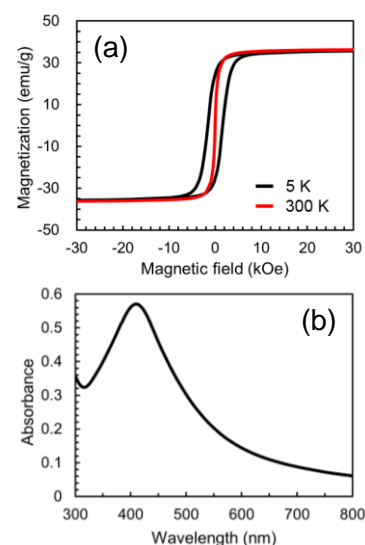


Fig. 2. (a) Magnetization curves of Ag/FeCo/Ag MNPs measured at 5 K (black) and 300 K (red). (b) UV-vis spectrum of a hexane dispersion of as-synthesized Ag/FeCo/Ag MNPs.

金属微粒子含有ガリウム置換 ビスマス鉄ガーネット薄膜の磁気光学効果

安達信泰、呉題、五十嵐学、石川政彦、太田敏孝
(名古屋工業大学)

Magneto-optical effect of Ga substituted Bismuth Iron Garnet with metal nano-particles

N. Adachi, M. Igarashi, M. Ishikawa and T. Ota

(Advanced Ceramics Research Laboratory, Nagoya Institute of Technology)

はじめに

我々は有機金属分解法(MOD)を用いて磁性ガーネット $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (BIG)や Ga 置換 BIG(BIGG)の結晶合成ができたことを報告してきた。その過程で、緩衝層を導入することでガラス基板上へも大きな磁気光学特性を示す BIG が作製できることがわかってきた。さらに、磁界に対するファラデー回転角の変化率を高めるため、BIG や BIGG に、Au-Ag 合金微粒子を分散させ、局在表面プラズモン共鳴 (LSPR) 現象を利用したファラデー回転の増大効果を期待して、金銀ナノ粒子とガーネット薄膜の複合膜の作製を行った。

実験方法

MOD 法を用い、 $\text{Bi} : \text{Fe} : \text{Ga} = 3 : 5 - x : x$ ($x=0 \sim 1.0$) 組成の有機金属溶液を単結晶ガーネット基板および $\text{NdY}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (NdYIG)緩衝層を導入したガラス基板上にスパッタリングし、 480°C の熱処理で結晶化させた。また、金属微粒子を導入する際は BIGG をコーティングする直前に Ag、Au をスパッタリし、 480°C において 15 分間熱処理することによって Ag-Au 合金粒子を作製し、その上に BIGG を結晶化させた。

結果と考察

Fig.1 にガラス基板上に析出させた Au-Ag 微粒子の表面 SEM 写真を示す。スパッタ時は、薄膜で形成された状態が、 480°C で熱処理を行うと、ナノ粒子化する。光吸収では、一つの 500nm から 600nm の間で 1 本の吸収ピークが現れることから合金化していると考えている。次にこの上に BIG や BIGG をコーティングさせたところ、Fig.2 に示すように BIGG の膜中に Ag-Au 合金粒子を分散させたガーネット膜は、 $650\text{nm} \sim 750\text{nm}$ 付近の波長領域のファラデー効果が、分散させない膜に比べて大きくなるのが観測された。置換量 $x=0, 0.05$ と 0.2 の BIGG に関して最大 1.6 倍、 $x=1.0$ では 3 倍程度増大し、いずれの試料についても金属微粒子によるファラデー回転の増大効果が観測できた。これらの増大効果は、金属微粒子による局在プラズモン効果と考えている。

参考文献

- 1) T. Ishibashi, T. Yoshida, T. Kobayashi, S. Ikehara and T. Nishi, J. Appl. Phys 113, 17A926 (2013)
- 2) H. Uchida, Y. Masuda, R. Fujikawa, A. V. Baryshev, M. Inoue: J. Mag. Mag. Mat., 321, 843-845 (2009)

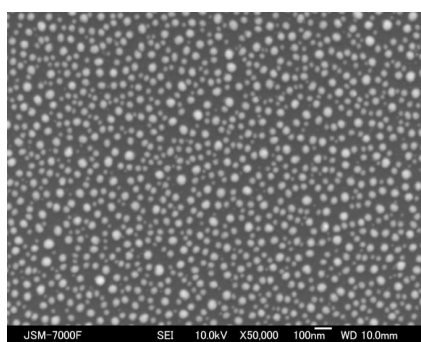


Fig.1 Ag-Au nano-particles on glass substrate

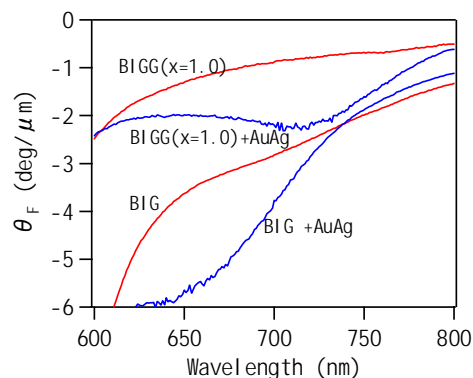


Fig.2. Faraday spectrum of the BIG and BIGG (x1.0) with and without Ag-Au particles on glass substrates.

磁気光学イメージングプレート用 $\text{Nd}_{3-x}\text{Bi}_x\text{Fe}_{5-y}\text{Ga}_y\text{O}_{12}$ 薄膜の

大面積化と性能評価

劉 琦、婁 庚健、佐々木 教真、石橋 隆幸
(長岡技科大)

Characterization of large $\text{Nd}_{3-x}\text{Bi}_x\text{Fe}_{5-y}\text{Ga}_y\text{O}_{12}$ thin films on glass substrates for magneto-optical imaging

Q. Liu, G. Lou, M. Sasaki, and T. Ishibashi
(Nagaoka Univ. of Tech.)

1. はじめに

Bi 置換希土類鉄ガーネットは可視光領域において透明かつ大きい磁気光学効果を示すことから、磁気光学イメージングプレート材料として用いられている。これまでに我々は、有機金属分解法(MOD法)により優れた磁気光学特性を示す $\text{Nd}_{3-x}\text{Bi}_x\text{Fe}_{5-y}\text{Ga}_y\text{O}_{12}$ (NBIG)薄膜をガラス基板上に作製することに成功したことを報告した¹⁾。今回は、 $\phi 3$ インチの大きさのガラス基板上に作製した NBIG 薄膜の評価を行った結果について報告する。

2. 実験方法

3 インチの大きさのガラス基板上に、MOD 法によりバッファー層として厚さ $0.12 \mu\text{m}$ の $\text{Nd}_2\text{BiFe}_4\text{GaO}_{12}$ (Bi1:NIGG) を作製し、その上に厚さ $0.4 \mu\text{m}$ $\text{NdBi}_2\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (Bi2:NIG) 薄膜を作製した。バッファー層は、MOD 溶液(高純度化学研究所製 BiFeGaNd-04(1/4/1/2)) の塗布(3000rpm, 60 秒), 乾燥 (100°C , 10 分), 仮焼成 (450°C , 10 分) を 3 回繰り返した後, 本焼成 (700°C , 3 時間) により結晶化を行った。Bi2:NIG 薄膜は MOD 溶液 (BiFeNd-04(2/4/1)) を用い、バッファー層上に塗布から仮焼成の行程を 10 回繰り返した後, 本焼成 (700°C , 3 時間) によって結晶化を行った。

3. 結果及び考察

Fig.1 に作製した Bi2:NIG ガーネット薄膜の写真を示す。試料の縁では色が濃くなったが、中心部は均一な黄色となった。Fig.2 に波長 512 nm における各々の測定点での Bi2:NIG 薄膜のファラデー回転角を示す。ファラデー回転角の値は、中心部(0,0)で $14.6 \text{ deg./}\mu\text{m}$ であった。ファラデー回転角は薄膜の中心から縁に増えていることが分かった。これらはスピコートによる膜厚の不均一性によるものであると考えられる。詳細については、当日報告する。

謝辞

本研究の一部は、(独)情報通信研究機構の委託研究「革新的な三次元映像技術による超臨場感コミュニケーション技術の開発」により行った。

参考文献

[1] G. Lou, T. Yoshida and T. Ishibashi, Journal of Applied Physics 117,17A749 (2015)

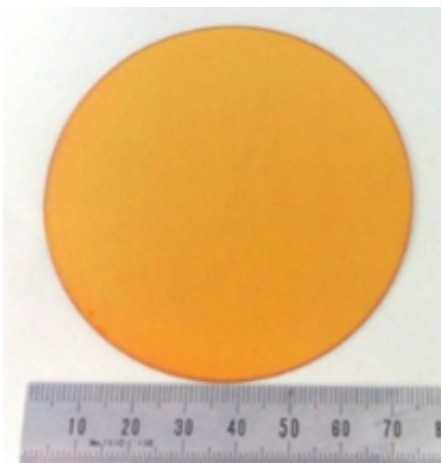


Fig.1 Picture of 3 inch Bi2:NIG films

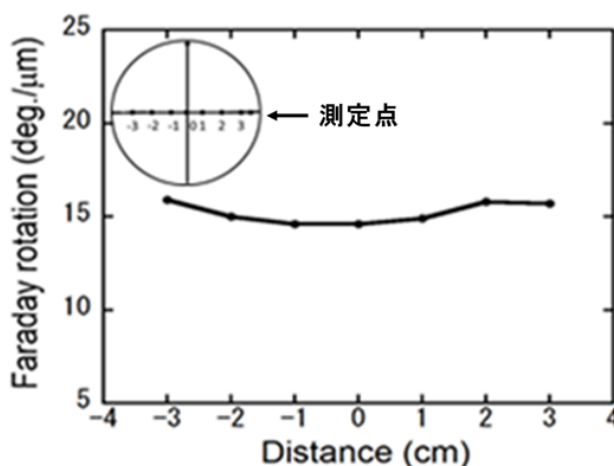


Fig.2 Faraday rotation of Bi2:NIG films on different position

Au/Bi:YIG 周期構造体の光学および磁気光学応答

内田裕久¹, 大木敬介¹, 佐藤春彦², 磯谷亮介³, 斉藤伸², 井上光輝³

(¹東北工業大学, ²東北大学, ³豊橋技術科学大学)

Optical and magneto-optical responses of Au/Bi:YIG periodic structures

H. Uchida¹, K. Ooki¹, H. Sato², R. Isogai³, S. Saito², M. Inoue³

(¹Tohoku Institute of Technology, ²Tohoku University, ³Toyohashi University of Technology)

はじめに

Au ナノ粒子と磁性ガーネット(Bi:YIG)との複合構造体では, プラズモン共鳴波長でファラデー回転角が増大する[1]. 周期的な配列をもつ構造体[2]では, 複数の光吸収バンドが透過率スペクトルに現れ, ファラデー回転角が変化するが, Au ナノ粒子の直径, 周期, 構造によって光学応答が変化する. 本研究では, このような周期的構造体の光学応答を明らかにするため, FDTD 法を用い, 透過率および電界分布を求め, 周期性と光学特性の関係を議論する.

実験およびシミュレーション結果

電子線描画装置によって, 図 1 に示すような石英基板上に周期的に配列した Au ナノ粒子を作製し, その上に磁性ガーネット Bi:YIG を成膜した複合構造体を作製した. 図 2 に正方配列した Au/Bi:YIG 複合構造体の透過率およびファラデー回転スペクトルを示す[2]. これらは直径が比較的大きな Au ナノ粒子によるものであり, プラズモン共鳴によって複数の光吸収バンドが現れ, 周期が大きくなるとプラズモン共鳴波長は長波長側に移動し, さらにそれらの共鳴波長でファラデー回転角が増大する. しかし Au ナノ粒子の粒径が小さい場合はプラズモン共鳴波長が 1 つになる.

図 3(a)は, Au ナノ粒子の周期 250nm, 直径が小さな 47nm のときの複合構造体の透過率スペクトルの実験結果と FDTD 計算の結果であり, 実験と計算どちらも 670nm 付近で光吸収バンドが現れていることが分かる.(b)は周期 250nm, 粒径が大きな 121nm のときの透過率スペクトルである. 吸収スペクトルが 730nm と 650nm 付近に複数あるのが確認できる.

周期を 250nm とし, 粒径を 30nm から 140nm まで徐々に変えたときの透過率スペクトルを FDTD 法によって求めたところ, 粒径が 120nm のとき, 2つの吸収バンドが最も離れ, かつ長波長側にあり, 粒径が小さくなるとともに, どちらの吸収バンドも短波長側に移動し, 粒径 50nm ではより短波長側にある吸収バンドがなくなるという結果が得られた.

参考文献

- 1) H. Uchida, Y. Mizutani, Y. Nakai, A. A. Fedyanin and M. Inoue: J. Phys. D: Appl. Phys. 44, 064014 (2011).
- 2) 水谷祐介, 内田裕久, Baryshev Alexander, 井上光輝: 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-09-187, 93 (2009).

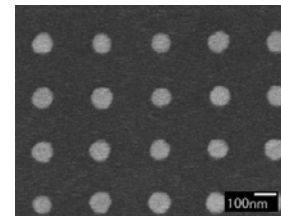


図 1 正方構造に配列した Au 粒子. 周期 300nm, 粒径 103nm

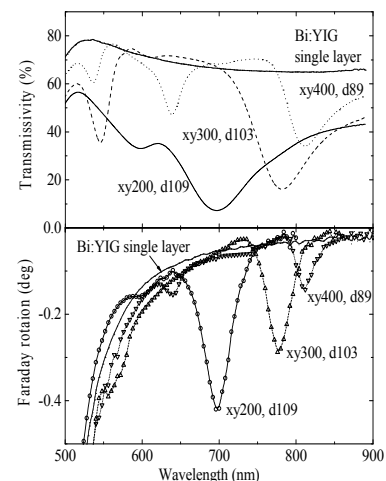


図 2 正方配列 Au/Bi:YIG 構造体の透過率とファラデー回転スペクトル. xy200 は周期, d109 は粒径を示す (単位 nm).

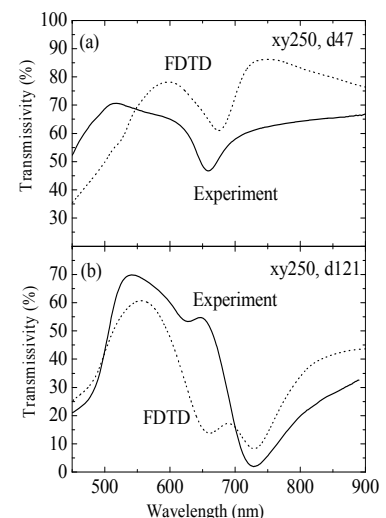


図 3 実験と FDTD 計算によって得られた正方配列 Au/Bi:YIG 構造体の透過率スペクトル. (a) 周期 250nm, 粒径 47nm, (b) 周期 250nm, 粒径 121nm.

分子磁気光学効果を利用した光磁気記録の提案

唐澤正信、石井和之
(東大生研)

Proposal for a magneto-optical memory based on molecular magneto-optical effects

M. Karasawa, K. Ishii
(IIS, Univ. of Tokyo)

緒言 芳香族化合物の場合、無機磁性材料とは異なり、金属イオン由来の d, f 軌道だけでなく、 π 電子軌道も軌道角運動量を有する(図1)。そのため、大きな π 電子系を有するフタロシアニン(Pc, 図2)は、強い磁気光学効果を示す。分子の磁気光学効果は、分子構造の精密制御による波長可変が容易、スペクトルがシャープ等の特長を有する。一方、無機磁性体とは異なり、分子磁気光学効果に室温で磁気ヒステリシスを付加することは困難である。近年我々の研究グループは、強磁性基板上に Pc 薄膜を作製することで、Pc 分子の強い磁気光学効果に、室温で磁気ヒステリシスを付加することに成功した。¹ Pc の照射による昇温で消磁することができれば、①外部磁場による磁気光学効果発現と②Pc の光吸収波長で照射することによる消磁・信号消失という ON/OFF 機能を付加することができる。

そこで本研究では、キュリー温度の低い(Bi, Dy)₃(Fe, Al)₅O₁₂ 薄膜基板を用いて、基板上 Pc の磁気光学効果に ON/OFF 機能を付加することを検討した。

実験結果 (Bi, Dy)₃(Fe, Al)₅O₁₂ 薄膜基板を熱分解法で作製した後、² 基板上に Pc 薄膜を作製した。この基板上 Pc 薄膜において、Pc 由来の磁気円偏光二色性(MCD)信号の磁気ヒステリシスを観測することに成功した。これは、Pc 薄膜の磁気光学効果が基板の表面磁場に応答していることを示している。

次に、640 nm のナノ秒パルスレーザーを用いて、Pc 由来の吸収帯を選択的に照射したところ、基板由来の MCD 信号強度が減少することを見出した。照射後、再度磁場を印加すると、MCD スペクトルは回復する。Pc 薄膜を除いた基板に照射しても MCD 信号強度に変化はなかったことから、照射による基板の消磁は、Pc の光励起による基板の昇温・消磁で説明できる。このように、外部磁場印加と照射により MCD 信号の ON/OFF に成功した。

以上の結果より我々は、分子磁気光学効果の特長を利用した新規磁気光学メモリを考案した(図3)。①吸収波長の異なる3種の分子(テトラアザポルフィリン 600 nm、Pc 700 nm、ナフトロシアニン 800 nm)を磁性基板上へ塗布し磁化(111 信号)→②700 nm で Pc の選択的光吸収・昇温により Pc 磁区の磁化消失→③700 nm での Pc 由来の磁気光学効果が消失→④3 波長で磁気光学効果を測定し 101 信号を認識。この方法を用いれば、分子の種類 N に対して 2^N 個の情報記憶が期待出来る。

参考文献

1. K. Ishii, K. Ozawa, *J. Phys. Chem. C*, 113, 18897 (2009).
2. J. Cho et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, 28, 1593 (1989).

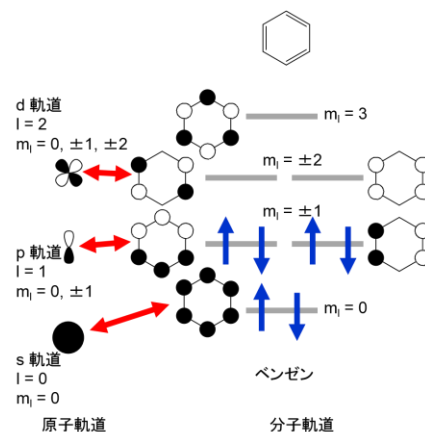
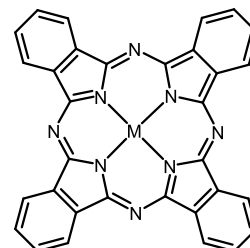
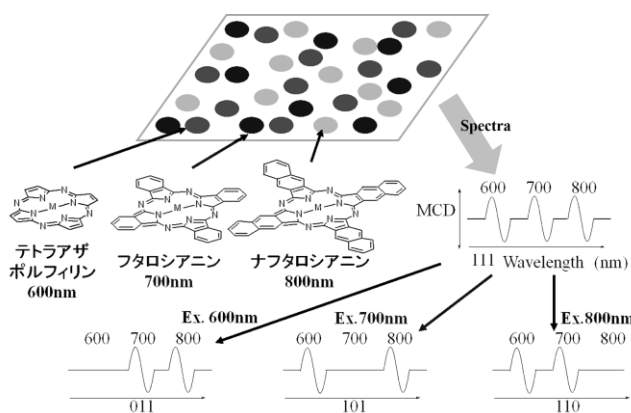
図1、ベンゼンにおける π 電子軌道の角運動量

図2、Pc の分子構造

図3、提案する分子光磁気メモリの模式図¹

熱吸収層を導入した磁性フォトニック結晶への体積熱磁気記録

磯谷 亮介, 鈴木 章太, 河津航大, 後藤 太一, 高木 宏幸, 中村 雄一, Pang Boey Lim, 井上 光輝
(豊橋技術科学大学)

Volumetric Thermomagnetic Recording into Magnetophotonic Crystals with Heat-absorbing Layers

R. Isogai, S. Suzuki, K. Kawazu, T. Goto, H. Takagi, Y. Nakamura, P. B. Lim, M. Inoue

(Toyohashi University of Technology)

はじめに

熱磁気記録は、光を用いて磁性体の磁化を制御できる手法の一つで、磁気光学ディスク、全光スイッチ等に応用されている。我々は、透明な磁性材料である置換型イットリウム鉄ガーネット (BiDyAl:YIG) 膜を用いて、ホログラムを磁化状態の体積分布として記録することに成功している¹⁾。このとき、光は表面から裏面にかけて減衰しながら伝搬するため、表面温度が高く内部に行くにつれ低下する。その結果、表面近傍の過剰な熱が拡散し、本来磁化反転しない領域でも磁化反転が生じるため、最終的に形成される磁気干渉縞がつぶれてしまう。この現象は、体積的な熱磁気記録を行う際に表面付近で顕著に現れ、深さ方向に十分な記録を行う障害となっていた。本発表では、体積熱磁気記録した磁気干渉縞のつぶれを抑制し、明瞭な干渉縞を体積的に形成することを目的に、熱吸収層を導入した多層膜 (ガーネット/熱吸収層: GAM) の磁気干渉縞の評価、及び本手法を磁性フォトニック結晶に適用した結果について報告する。

計算方法

磁気干渉縞を明瞭に記録するためには、GAMの基本要素 BiDyAl:YIG / 熱吸収層の各膜厚を適切に設計する必要がある。今回熱吸収層として Al_2O_3 を使用し、熱磁気記録時の温度上昇と基本要素の膜厚の対応を、有限要素法 (COMSOL Multiphysics) による熱計算で明らかにした。その結果を踏まえ、2ペアの誘電体多層膜を持つ磁性フォトニック結晶 (MPC) 媒体に GAM 構造を導入した構造 (MPC+GAM 構造) SGGG 基板 / $(\text{Ta}_2\text{O}_5 / \text{SiO}_2)^2 / \text{GAM} / (\text{SiO}_2 / \text{Ta}_2\text{O}_5)^2$ を設計し、磁気干渉縞の形状及び回折効率を評価した。

実験結果及び考察

MPCのような共振器中に GAM 構造を入れる際には、その総膜厚を共振膜厚にする必要がある。それを踏まえ、熱計算により明らかにした GAM 構造の設計方法に従い、MPC+GAM 媒体の構造を決定し、この媒体に形成される磁気干渉縞を評価した。しかし、まだ磁気干渉縞のつぶれが生じることがあることが分かった。電界分布を調べると、ガーネット/アルミナの界面における光の反射により界面間で光が共鳴しており、結果として、その部分の温度が高くなり、磁気干渉縞がつぶれてしまうことが分かった。

そこで、挿入するアルミナ層の各膜厚をその光学波長の 1/2 の倍数とすることとした。この条件を課すことで、予期しない多重反射が抑制でき、光共振器中の本来の電界分布を維持することができる。230 mJ/cm² の記録エネルギー密度で MPC+GAM 媒体に二光束の干渉縞を形成した際の磁化反転分布を Fig. 1 に示す。MPC 媒体では、表面付近で干渉縞同士が繋がることで実効的な書き込み深さが減少している。一方、MPC+GAM 構造は表面から裏面にかけて明瞭な磁気干渉縞を形成できており、体積的な熱磁気記録に有用であり、MPC の 2.5 倍の回折効率を得られることが分かった。

参考文献

- 1) Y. Nakamura, H. Takagi, P. B. Lim, and M. Inoue, *Opt. Exp.* **22**, pp. 16439–16444 (2014).

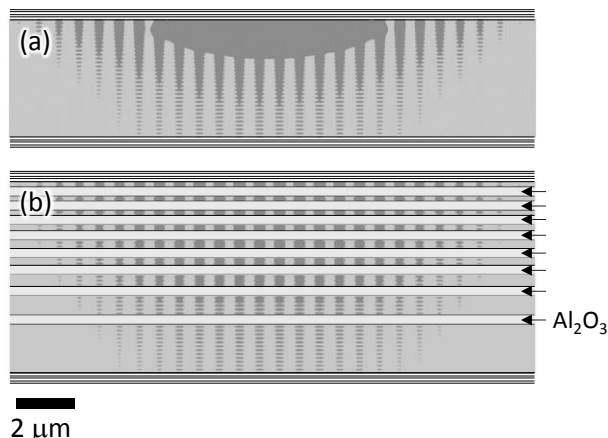


Fig. 1. Magnetic fringes in (a) a two-pair MPC and (b) a two-pair MPC with alumina layers.

Co/Ru 多層膜におけるマグネトリフラクティブ効果の 近赤外域での波長依存性

○佐藤 春彦¹, 水野 翔太², 赤羽 浩一¹, 内田 裕久², 斉藤 伸¹ (¹東北大学, ²東北工業大学)

Wavelength dependence of near infrared on magnetorefractive effect for Co/Ru multilayer films

H. Sato¹, S. Mizuno², K. Akahane¹, H. Uchida² and S. Saito¹ (¹Tohoku Univ., ²Tohoku Inst. Tech.)

はじめに 光をプローブとした磁気センサは検出部を小型にでき、真空中、液中、あるいは狭空間中での磁界のセンシングが可能となるため注目されている。偏光子や検光子を用いない簡素な光学系で磁気センサを実現するためには、材料の反射率や透過率が磁界によって変化する現象の活用が有効であり、材料開発が待望されている。著者らは強磁性材料では磁化状態を印加磁界に対応させて変化させられることを鑑み、伝導電子のスピンの依存散乱現象の光学特性に表れる効果に注目した。このような観点での先行研究 (マグネトリフラクティブ効果 (MRE) : Magnetorefractive Effect) は、理論報告は 1995 年以降²⁾, 実験報告は 2002 年以降³⁾ にみられ始めている。しかしながら、研究者の主たる目的が磁気抵抗素子における MR 曲線の非接触計測⁴⁾にあるため、センサ応用を念頭においた MRE の材料研究は十分とはいえない。著者らは昨年、磁化の平行/反平行配列を電磁石磁界で確実に実現できる層構成を採用するために、強磁性層に Co, 非磁性層に Ru を選択した RKKY 的層間結合を有する Co/Ru 多層膜を作製し、透過系における MRE (T-MRE) を測定した。本報では、上記 Co/Ru 多層膜の近赤外域における T-MRE の増強現象に注目し、T-MRE の波長依存性について解析したので報告する。

実験結果 Fig. 1 に作製した [Co(4 nm)/ Ru(0.7 nm)]₁₀ 多層膜の波長 900 から 1700 nm までの T-MRE の測定結果をカラーマップで示す。図中の白線は波長 1550 nm を示しており、印加磁界に対する透過率ヒステリシス曲線 (右下挿入図) と対応する。T-MRE は長波長ほど増強されていることが見てとれる。この増強現象についてスピン依存散乱項を考慮して拡張したドルーデ項に基づく誘電率

$$\epsilon_{\text{SAL}} = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \frac{-i\omega\tau_{\text{SAL}}}{1 - i\omega\tau_{\text{SAL}}} \left(1 + \frac{\beta_{\text{SAL}}^2 (M/M_S)^2}{(1 - i\omega\tau_{\text{SAL}})^2 - \beta_{\text{SAL}}^2 (M/M_S)^2} \right) \quad \dots (1)$$

を用いて解析を行った。(1)式における τ_{SAL} と β_{SAL} はそれぞれ多層膜全体での平均散乱時間、平均スピン依存散乱係数である。 M/M_S は強磁性層の磁化の方向が平行の場合 1, 反平行の場合 0 で与えられる。(1)式を用いて多層膜の磁化の方向が平行あるいは反平行の場合について、多重反射を考慮した透過率スペクトル (T_P , T_{AP}) を計算した結果を Fig. 2 (a) に示す。Fig. 2 (b) には、 $(T_{AP} - T_P)/T_P$ で定義される T-MRE を示した。 τ_{SAL} , β_{SAL} , ω_p は Co/Cu 多層膜で報告されている値や、Co, Ru の物性値を参考にグラフ中に記載した。これらの計算結果によると、多層膜における T-MRE の波長依存性は長波長化にともない一旦増強されるが、ある波長で極小を迎えることがわかった。このことを考慮すると、Fig. 1 に示した実験結果は Fig. 2 (b) の強調色領域を観測していたことが推察される。当日は近赤外域における T-MRE の増強要因について多重反射に関わる各項に分解して解析した結果を併せて報告する。

参考文献 1) M. N. Baibich et al., *PRL*, **61**, 2472 (1988). 2) J. C. Jacquet et al., *MRS*, **384**, 477 (1995). 3) V. G. Kravets et al., *PRB*, **65**, 054415 (2002). 4) M. Vopsaroiu et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **75**, 3127 (2004).

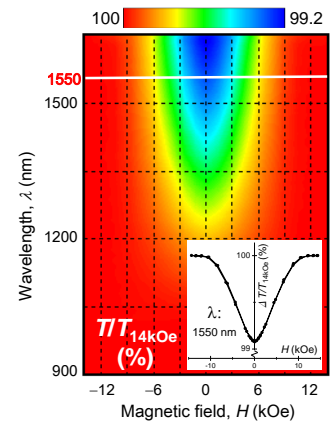


Fig. 1 Experimental MRE plotted against wavelength and magnetic field for a [Co(4)/ Ru(0.7)]₁₀ film. The cross section in the white line corresponds to the normalized transmittance in the inset figure

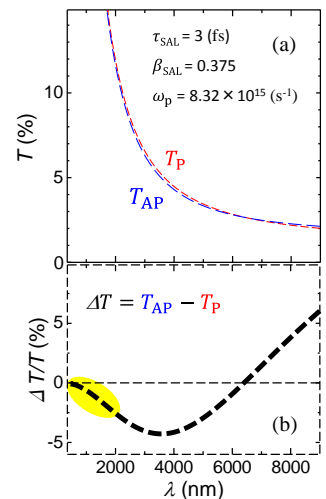


Fig. 2 Simulation of (a) transmittance for parallel and anti-parallel magnetization state and (b) normalized MRE against wavelength

磁区構造再構成のためのリバースモンテカルロ法の拡張

時井真紀、喜多英治、三俣千春*、小野寛太**、柳原英人、松本紳
(筑波大、*物質・材料研究機構、**高エネルギー加速器研究機構)

Expansion of Reverse Monte Carlo method for reconstruction of magnetic domain structure

M.Tokii, E.Kita, C.Mitsumata*, K.Ono**, H.Yanagihara, M.Matsumoto
(Univ. of Tsukuba, *National Institute for Materials Science,
**High Energy Accelerator Research Organization)

磁化過程の解釈には、中性子回折実験で得られた像から磁区構造を得る必要があるが、位相情報が欠落した状態からの再構成は困難である。そこで我々はリバースモンテカルロ法^{1),2)}を用いた磁区構造の可視化を試みた。N×Nサイズの実空間像としてストライプ構造や迷路構造を仮定し逆空間像を求め、リバースモンテカルロ法を用いて計算を行った結果、磁区構造にはずれなどが生じてしまう。そこでFig. 1(a)に示したようにフーリエ像を2N×2Nに拡張し計算を行った結果、位相のずれを軽減することができた。またFig. 1(b)に示すように実験から得られた磁区像では磁区幅などは比較的再現できた。さらに、磁化情報を用いるなど磁区像の初期値の工夫をすることにより、磁化の符号についても制約を与えることができ、より精度の高い再構成手法となることが期待できる。これまでは2次元の磁区構造再構成に対する結果を示したが、最終的にSANSの実験データに対してこの手法を適用することを目標としている。しかし、SANSデータ³⁾ではまず磁気散乱データと角散乱データの分離方法の検討が必要である。そのために今回は、疑似的に様々な3次元磁区構造を生成し、SANSの磁気データと構造データの特徴を系統的に示す。

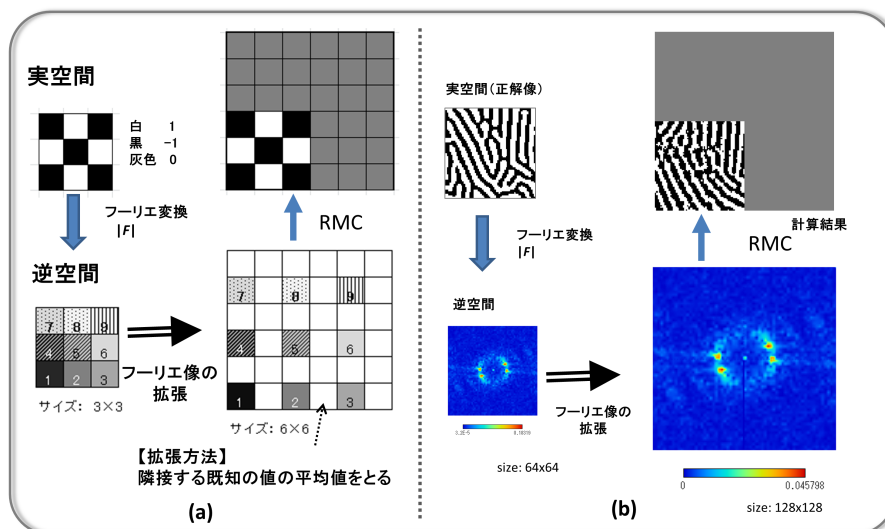


Fig. 1 (a) リバースモンテカルロ法に用いるフーリエ像の拡張方法と (b) 計算結果

謝辞

本研究は、(独) 科学技術振興機構(JST)による産学共創基礎基盤研究「革新的次世代高性能磁石」の支援を受けて行われたものである。

参考文献

- 1) K.Hagita, H.Okamoto, T. Arai, H.Kishimoto, N.Umesaki, Y.Shinohara, Y.Amemiya, AIP Conf. Proc. 368(2006).
- 2) O.Gereben, L.Pusztai and R.L.McGreevy, J. Phys.: Condens.Matter, 22, 404216(2010).
- 3) A. Michels, D. Honecker, F. D'obrlich, C. D. Dewhurst, K. Suzuki, and A. Heinemann, Phys. Rev. B 85, 184417 (2012).

オゾン酸化処理 $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ の磁性

川和英司、○川中浩史¹⁾、西原美一²⁾、伊賀文俊²⁾

(茨大院理工、産総研¹⁾、茨大理²⁾)

Magnetism of $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ oxidized by ozone

E.Kawawa, H.kawanaka¹⁾, Y.Nishihara¹⁾, H.Iga²⁾

(Grad.Sch.Sci&Eng.Ibaraki Univ., Advanced Industry Science and Technology (AIST)¹⁾,
Fac.Sci.,Ibaraki Univ.²⁾)

はじめに

鉄の異常高原子価数を有する $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ は高压酸素下での合成が報告されている¹⁾。母物質の CaFeO_3 は 290K 以下で Fe^{4+} が Fe^{3+} と Fe^{5+} に電荷分離し電荷秩序が起っている。一方で、 SrFeO_3 の鉄イオンは 4 価である。そこで、その合金である $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ の鉄イオンは特異な状態となっていると考えられ、その磁性は非常に興味深い。我々は出発物質として $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_y$ の試料を固相反応法により作製し、オゾンによる強い酸化力を利用し、酸素無欠損状態である $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ の合成を試みた。今回は磁化率の温度依存性を報告する。

実験方法

固相反応法で作製した $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_y$ の試料を粉末にし、オゾン濃度 3% の酸素雰囲気中で 200°C、700 時間熱処理を行い $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ を作製した。得られた試料の酸素量を粉末 X 線回折により確認し、磁性は SQUID 磁束計で測定した。

実験結果

Fig.1 に磁化率の温度依存性を示す。各組成で反強磁性転移を示すネール点 (T_N) が観測され、 $x=0$ から $x=0.5$ では T_N が上昇していく傾向がみられる。また、 T_N 以上の温度領域で、電荷分離秩序による電荷秩序転移点 (T_{CO}) が観測され、Sr のドーパ量の増加とともに、転移温度は下降している。磁気秩序温度領域以上において、有効磁気モーメントを求めたが、キュリーワイス則に従う局在モデルでは鉄の価数を説明できないことが分かった。Fig.2 にネール点、電荷分離秩序による磁気転移点と組成の関係を示した。 $x=0.6$ で立方晶相と斜方晶相が混合した結晶構造を有している報告がある。 T_{CO} は、Sr 置換により立方晶相と斜方晶相の境界に向かって下がり、Ca リッチ組成で電荷分離が起こっていることが分かった。

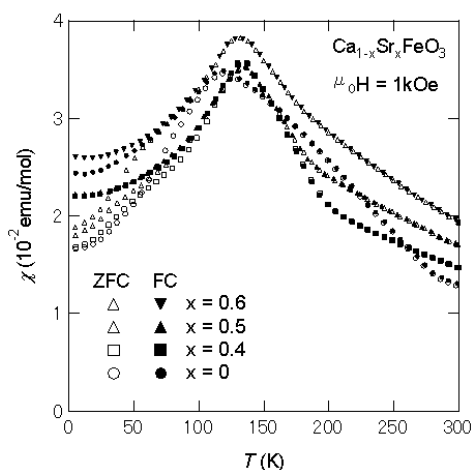


Fig.1. Magnetic susceptibility of $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$ as a function of temperature

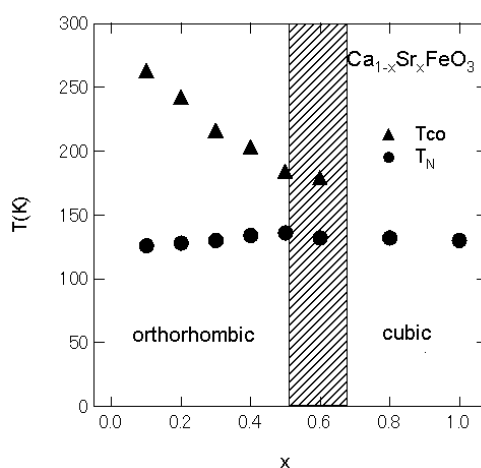


Fig.2. magnetic-phase diagram of $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_3$

参考文献

- 1) T.Takeda et al./ Solid State Science 2. (2000) 673-687

エピタキシャル Fe/Au/Cr 三層膜における 量子井戸形成に起因した熱残留磁化のスローダイナミクス

和田詠史、落田佳耶、向井慶太、横山京祐、赤星大介、齊藤敏明
(東邦大)

Slow dynamics of thermoremanent magnetization due to quantum well formation
for epitaxial Fe/Au/Cr trilayers

E. Wada, K. Fukida, K. Mukai, K. Yokoyama, D. Akahoshi, T. Saito
(Toho Univ.)

はじめに

界面磁気フラストレーションの研究は、フラストレーション系や交換バイアス系における物理現象を理解する上で必要不可欠である。これまでに我々は、Fe/Cr 二層膜における数時間にもわたる熱残留磁化(M_{TRM})の緩和(スローダイナミクス)が界面磁気フラストレーションに起因することを報告してきた^{1,2}。我々は本研究で、エピタキシャル Fe/Au/Cr(001)三層膜においても、Fe と Cr の磁気的結合が離れているにも関わらず、界面磁気フラストレーションを示唆するスローダイナミクスを観測した。これは Au 量子井戸形成によりスピンド分極した Au 層と Cr 層の界面における磁気フラストレーションを示唆する。

実験方法

MgO(001)/Cr(50 Å)/Au(z Å)/Fe(40 Å)/Au(20 Å)は MBE 法で作製した。まず、MgO 基板を 600°C で 1 時間アニールした後、成長温度 400°C の条件下で Cr, Au, Fe 層を堆積させた。各層堆積の度に RHEED 観察でエピタキシャル成長を確認した。Au 中間層の膜厚 z は $z=0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 80$ Å とし、 M_{TRM} が z に対してどのように変化するかを SQUID を用いて調べた。この際、まず 300 K で 500 Oe の磁場を印加し、その後 250 K まで 10K/min で冷却し、250K 到達直後に磁場を切り 10000sec 間磁化の時間変化を測定、という手順で行った。

実験結果

M_{TRM} は全ての z の試料において $M_{TRM}=M_0-S\ln t$ の式で表わされるような長時間にわたる緩和(スローダイナミクス)を示した。ここで、 t は時間、 M_0 は定数、 S はスローダイナミクスの程度を表す量で磁気粘性と呼ばれる。Fig.1 は飽和磁化 M_S で規格化した S と保磁力 H_C の z 依存性である。 S/M_S は z に対して周期~14.7 Å の振動的振る舞いを示した。更に、この振動は H_C の z 依存性と大変似ていることがわかった。この振動の起源として我々は、「Au 量子井戸形成によりスピンド分極した Au 層と Cr 層界面でのフラストレーションモデル」を提案する。Fe, Au, Cr の Δ_1 バンドに注目すると minority spin に対してのみ Au 量子井戸が形成され、これによって Au 中でスピンド分極が生じる³。このとき、Au/Cr 界面に原子ステップが存在すると、そのスピンド配列から、Fe/Cr 二層膜と同様に^{1,2}、界面磁気フラストレーションが生じ、それによってスローダイナミクスが起こるものと思われる。また、振動の周期は理論的に見積もった Au のスピンド分極率の振動の周期 (14.6Å) と良く一致しており、 S/M_S の振動が Au のスピンド分極の振動に起因するという我々のモデルを支持していると言える。

参考文献

- 1) M. Nomura, *et al.*, J. Phys.:Conf. Ser. **320** (2011) 12042.
- 2) T. Hashimoto, *et al.*, Program and abstracts of the 8th international symposium on Metallic Multilayers (MML2013) 186.
- 3) T. Katayama, *et al.*, J. Magn. Magn. Mater. **126** (1993) 527

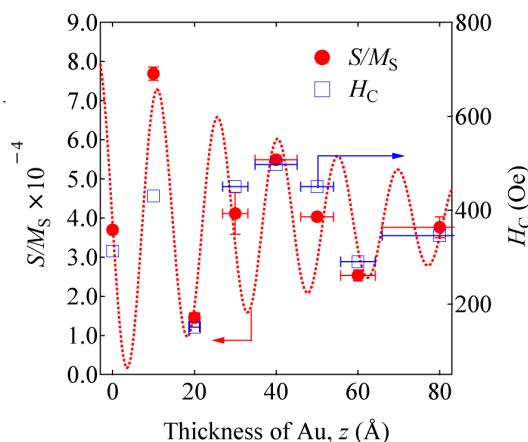


Fig.1 規格化された磁気粘性 S/M_S と保磁力 H_C の Au 膜厚 z 依存性

円柱型磁気クラスターの熱アシストモンテカルロシミュレーション

阪本直道, 寺島顕一, 山口克彦
(福島大学)

Monte Carlo Simulation for thermal assisted reversal process of cylindrical magnetic cluster

N. Sakamoto, K. Terashima, K. Yamaguchi
(Fukushima Univ.)

はじめに

近年, 熱アシストシステムを用いた高密度磁気記録について盛んに研究が行われてきた¹⁾. しかしながら, 熱アシストで磁化が反転する際の温度領域と磁場の関係についての検討は必ずしも充分ではないと思われる. そこで, 本研究では面直方向が容易軸となる円盤型磁性体の一部をくりぬいた円柱型クラスターに対して, モンテカルロ (MC) 法を用いた磁化の反転過程シミュレーションを行い, 温度領域と磁場の関係を解析した

計算手法

クラスターは円柱型で直径が 7, 長さが 39 のものであり, 格子間距離を 1 として単純立方格子状に磁気スピンを設置したものをを用いた. 計算はメトロポリスアルゴリズムによるモンテカルロシミュレーションを行った. モンテカルロシミュレーションを行う際に用いる乱数列は同一条件下では同じものをを用いた.

$$H = -\sum_{near} J_{ij} \mathbf{S}_i \mathbf{S}_j + D \sum_{all} \left(\frac{\mathbf{S}_i \mathbf{S}_j}{|\mathbf{r}_{ij}|^3} - \frac{3}{|\mathbf{r}_{ij}|^5} (\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{r}_{ij})(\mathbf{S}_j \cdot \mathbf{r}_{ij}) \right) + B \sum_i \mathbf{S}_i \quad (1)$$

ハミルトニアンは式 (1) を用いた. 第一項が交換相互作用, 第二項が磁気双極子相互作用, 第三項が円柱の長さ方向にける印加磁場によるゼーマンエネルギー項, \mathbf{S}_i は i 番目のスピンのベクトルである.

結果

Figure 1には3つの温度でのヒステリシスカーブを示した. 温度 kT が上がるにつれて, 保磁力が小さくなっていることが分かる. また, $kT=1.5$ では熱ゆらぎにより保持力が0になっていることも分かる. $kT=0.01$ で保磁力が0.7程度だったため, 加える磁場はそれよりも小さい値にすることにした.

Figure 2 に実線で示したものは無磁場状態で温度を下げていった際に, 円柱の長さ方向下向きに磁化が揃ったものである. kT が 0.6 から 0.5 という低い温度領域では 0.05 といった強い上向きの磁場をかけなければ磁化は反転しなかったが, $kT=1.3$ 付近のキュリー点付近では 0.01 ほどの弱い磁場でも反転が観測できた.

Figure 3 には各温度帯で 3 つの異なる磁場を加えた場合の磁化の反転する割合を示した. kT が 1.2 から 1.1 の間の場合, 小さい磁場でも磁化がすべて反転することが分かる. また, 各磁場に対して, ある温度を過ぎるとすべて反転することがなくなった. つまりこの温度よりも低温で磁場を加えても反転しないことが分かる. 尚, この温度より高温で磁場を加えても, 熱揺らぎにより元の状態に戻るため不必要な磁場強度であることが確認できた.

参考文献

- 1) M.H. Kryder, et.al "Heat Assisted Magnetic Recording", Proceedings of the IEEE, Volume 96, pp.1810-1835 (2008).

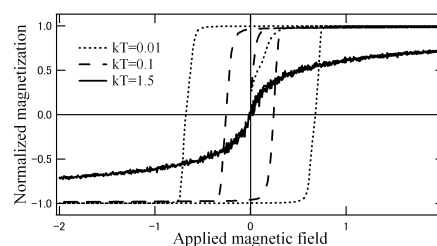


Fig.1. Hysteresis loops of cylindrical cluster.

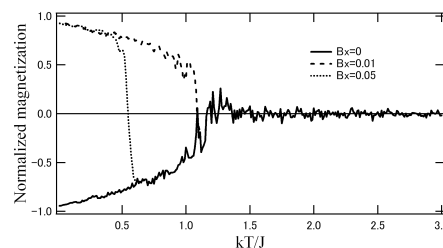


Fig.2 Temperature dependence of normalized magnetization with magnetic fields.

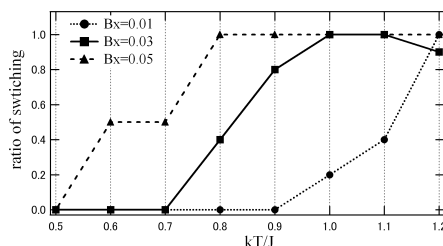


Fig.3 Temperature dependence of probability that reversing of magnetization succeeded for magnetic field.

LaFe₁₂B₆化合物の遍歴電子メタ磁性転移と カイネティックアレスト

藤枝 俊、深道和明、鈴木 茂
(東北大 多元研)

Itinerant-electron metamagnetic transition and kinetic arrest of LaFe₁₂B₆ compound

S. Fujieda, K. Fukamichi and S. Suzuki
(IMRAM, Tohoku University)

背景

SrNi₁₂B₆型構造の LaFe₁₂B₆化合物は 4.2 K で磁場誘起 1 次相転移、すなわちメタ磁性転移を示すことが報告されている^{1,2)}。しかし、これらの研究は強磁性不純物相を含む試料で行われたので、転移の詳細は明らかでない。我々は、酸化物形成に起因して欠損する La を化学量論組成よりも数%過剰に調整することにより、強磁性不純物相を含まずに LaFe₁₂B₆化合物を作製することに成功した。本研究では、LaFe₁₂B₆化合物のメタ磁性転移の温度依存性とカイネティックアレストについて議論する。

実験方法

LaFe₁₂B₆化合物は、各元素を Ar 雰囲気下でアーク溶解して得た溶解凝固試料を石英管に真空封入し、1173 K で 10 日間の均質化熱処理を施して作製した。磁化測定には SQUID 磁力計を用いた。また、Mössbauer 効果は ⁵⁷Co 線源を用いて測定した。

実験結果

LaFe₁₂B₆化合物の磁化率の温度曲線は 36 K 近傍でカuspを示し、5 K の Mössbauer スペクトルは 5.4 T 程度の内部磁場 (= 0.38μ_B/Fe) を示した。これらの結果から、本化合物はネール温度 $T_N=36$ K の遍歴系の弱い反強磁性である。各温度に無磁場中冷却して測定した磁化曲線の変極点から求めたメタ磁性転移磁場の温度依存性を Fig. 1 に示す。また、同図にはネール温度 T_N の磁場依存性も点線で示す。本化合物の特徴は、反強磁性状態からだけでなく、 T_N 以上の常磁性状態からも強磁性状態へのメタ磁性転移を示すことである。反強磁性—常磁性転移は 2 次でありエントロピー変化は小さく、臨界終点(Critical Endpoint:CEP)ではメタ磁性転移に影響を及ぼさないために温度—磁場曲線には変化がない。なお、15 K 以下の反強磁性状態では昇磁過程(B_c^{up})でのみメタ磁性転移が生じ、減磁過程(B_c^{down})において、動力学的な拘束(Kinetic Arrest)が生じるために転移は観測されなくなる。

各温度に無磁場中冷却した後、3 T の磁場を印加して測定した磁化の時間変化を Fig. 2 に示す。Fig. 1 から明らかなように印加磁場は 10 K における転移磁場より小さいが、時間の経過とともに磁化は増加する。また、同様の振る舞いは 9 K でも観測され、温度が低いほど磁場印加による磁化の増加は小さく緩慢になる。つまり、本化合物の反強磁性状態から強磁性状態へのメタ磁性転移は、温度の低下に伴い急激に遅延し、カイネティックアレストは顕著になる。

参考文献

- 1) M. Rosenberg et al.: J. Alloys Compd. **182** (1992) 145.
- 2) Q. A. Li et al.: J. Alloys Compd. **256** (1997) 82.

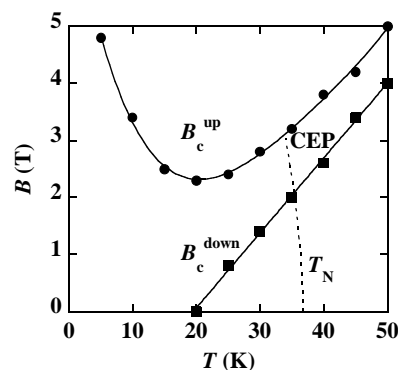


Fig. 1 Temperature dependence of the critical fields B_c^{up} and B_c^{down} of metamagnetic transition in the increasing and decreasing magnetic fields, respectively. The dashed line indicates Néel temperature T_N .

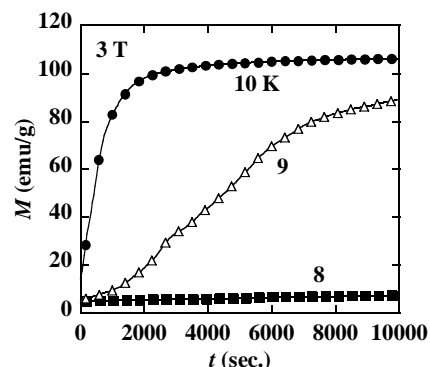


Fig. 2 Time dependence of magnetization under a magnetic field of 3 T. The magnetic field was applied after zero-field cooling.

MgAl₂O₄ (001) 基板上にエピタキシャル成長した NiFe₂O₄ 薄膜の負の垂直磁気異方性

松本光玄、田結荘健、久松裕季、井上順一郎、Sonia Sharmin、柳原英人、喜多英治
(筑波大学 物理工学域)

Negative perpendicular anisotropy in NiFe₂O₄ (001) epitaxial film grown on MgAl₂O₄(001)
M. Matsumoto, T. Tainosho, Y. Hisamatsu, J. Inoue, S. Sharmin, H. Yanagihara, and E. Kita
(Inst. of Appl. Phy. Univ. of Tsukuba)

はじめに

CoFe₂O₄ の強い磁気異方性は、Co²⁺ の 3d⁷ の電子状態がその起源であると考えられている。我々は *t*_{2g} 軌道のみを考慮した 1 イオンモデルを用いて、CoFe₂O₄ エピタキシャル薄膜の異方性の発現機構を調べたところ、正方歪を導入した後も *t*_{2g} 軌道の縮退が残る事で大きな軌道角運動量が生じるために、スピン軌道相互作用を通じて大きな一軸性の異方性が現れる事が分かった[1]。そこで今回、電子数が一つ多い電子状態を持つ NiFe₂O₄ エピタキシャル薄膜の異方性について調べた。MgAl₂O₄(001) を下地基板として面内圧縮歪を導入した NiFe₂O₄ は、Ni²⁺ の 3d⁸ が *t*_{2g} 軌道を全て占有しているにもかかわらず、大きな負の垂直磁気異方性が発現することが実験的に明らかになったので報告する。

実験方法

ターゲットには NiFe 合金 (1:2 atm 比) を用いた反応性 RF マグネトロンスパッタリングにより成膜を行った。試料膜厚が 9 nm から 79 nm の計 5 試料を成膜した。成膜した試料は X 線回折法による格子定数評価、磁化測定、磁気トルク測定を行った。

実験結果

Fig. 1 に膜厚 41 nm の試料の磁化曲線を示す。2つの磁化曲線を面内磁化膜であることが分かる。磁界印加方向が面直に垂直の場合においては大きな異方性磁界が現れ、磁気異方性定数は -6.0 Merg/cm³ と見積もられた。Fig. 2 に同試料の磁気トルク曲線を示す。宮島の方法[2]を用いて飽和磁化、磁気異方性定数をそれぞれ求めると、230 ± 1 emu/cm³、-7.6 ± 0.1 Merg/cm³ となり、磁化曲線から得られた値と良く一致した。また磁気異方性の起源がエピタキシャル歪に伴う磁気弾性効果によるもの、並びに NiFe₂O₄ が等積変形をしていると仮定して、X 線回折法により得られた面直方向格子定数 *a*_⊥ = 0.856 nm を用いて計算を行うと、*K*_{me} = -4.5 Merg/cm³ が得られた。これらの結果は、エピタキシャル歪のように導入された歪みが大きい場合には、逆磁歪効果による磁気異方性の現象論的な取扱いが不十分であることを示唆している。

参考文献

- [1] J. Inoue et al., 2014 Mater. Res. Express 1 046106
[2] H. Miyajima et al., J. Appl. Phys.1974,47, 4669-4671

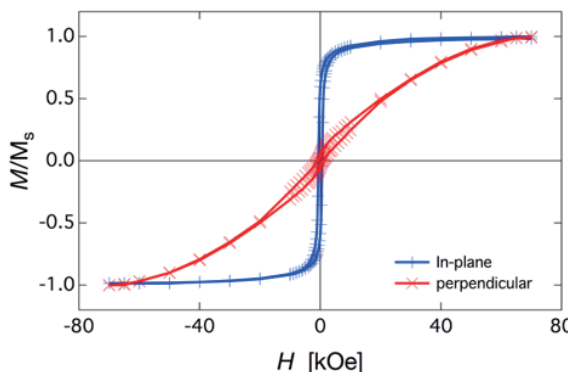


Fig. 1 膜厚 40.8[nm] の試料の磁化曲線

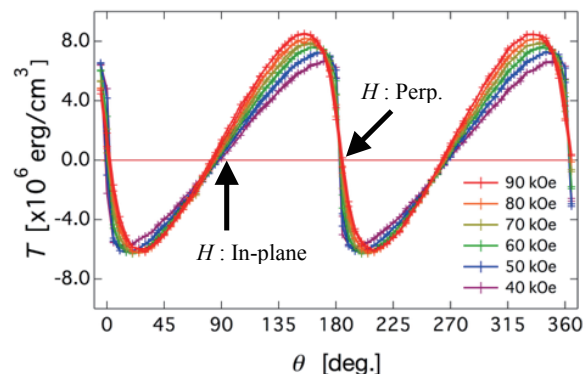


Fig. 2 膜厚 40.8[nm] の試料の磁気トルク曲線

4d 置換スピネルフェライト(001)薄膜の作製と磁気特性

久松裕季, 岡美嶺人, 関場大一郎, Sonia Sharmin, 柳原英人, 喜多英治
(筑波大)

Magnetic properties of 4d-element-replaced spinel ferrite(001) thin films.

Y. Hisamatsu, M. Oka, D. Sekiba, Sonia Sharmin, H. Yanagihara, and Eiji Kita
(Univ. of Tsukuba)

はじめに

MgO(001)上にエピタキシャル成長させた Co フェライト ($\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$: CFO) 薄膜は、基板との格子不整合 (-0.52%) による磁気弾性効果を通じて高い垂直磁気異方性を示すことがわかっている¹⁾。この高い垂直磁気異方性は、スピン軌道相互作用 (SOI) に起因すると考えられるが、SOI の大きさはスピン軌道相互作用結合定数 λ と軌道磁気モーメント L に比例するため、大きな λ を持つ、すなわち原子番号の大きな元素を導入することでより大きな垂直磁気異方性が実現できるものと考えられる²⁾。そこで本研究では、3d 元素に比して大きな λ を持つ Rh を導入した $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ を作成し、その磁気特性を評価した。

実験方法

二元同時反応性 RF マグネトロンスパッタリング法により $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ を作製した。基板温度は 300°C とし、Fe, および Rh の純金属ターゲットを使用して Ar + O₂ 雰囲気中で成膜を行った。このとき、使用する基板を MgO(001) と $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$ とで使い分けることで $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ に導入する正方歪みの制御を試みた。作製した試料に対して反射高速電子線回折 (RHEED) を用いた表面結晶構造の評価、X 線逆格子マップ測定 (RSM) を用いた歪み評価、ラザフォード後方散乱法 (RBS) を用いた組成比評価、および磁気測定を行った。

実験結果

Fig. 1 に (a) MgO(001), (b) $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4/\text{MgO}(001)$, (c) $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$, および (d) $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4/\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$ の RHEED 像を示す。どちらの基板においてもその上部に作製した $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ の RHEED 像は (b), (d) に示す通り明瞭なストリークとなった。いずれの $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ においても MgO の 2 倍の格子定数に対応するストリークが現れている。これはスピネル型結晶構造の形成を示唆している。さらに MgO の 4 倍の格子定数に対応するストリークも現れているが、これは表面再

構成によるものと考えられる。(b) では菊池線が現れていることから、平滑で結晶性が高い事が示唆される。

Fig. 2 に 300K において測定を行った $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4/\text{MgO}(001)$ ($x = 0.14$) の磁化曲線を示す。飽和磁化は Fe_3O_4 ($x = 0$) の 500 emu/cm^3 よりも小さい値を示した。他の組成についても磁気特性の評価を行った結果、飽和磁化は Rh の組成比 x の増加に応じて減少することが分かった。この飽和磁化の減少は Rh のスピン状態が関わっているとみられる。

講演当日は上記に加え、格子歪みの評価と磁気測定の結果に基づき、 $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ の磁気特性について議論する。

参考文献

- 1) T. Niizeki *et al.*, Appl. Phys. Lett. **103**, 162407 (2013).
- 2) J. Inoue *et al.*, AIP Advances **4**, 027111 (2014).

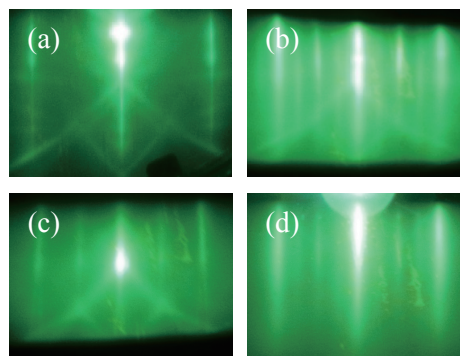


Fig. 1 RHEED images of (a) MgO(001), (b) $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4/\text{MgO}(001)$, (c) $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$, and (d) $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4/\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$.

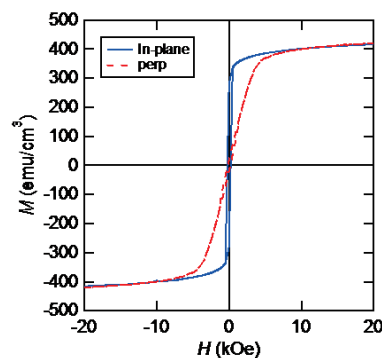


Fig. 2 MH-loops of $\text{Rh}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($x = 0.14$)/MgO(001).

エピタキシャルコバルトフェライト薄膜の大きな負の一軸磁気異方性

田結荘健、松本光玄 久松裕季、井上順一郎、Sonia Sharmin、柳原英人、喜多英治
(筑波大学 物理工学域)

Large negative uniaxial magnetic anisotropy of epitaxial cobalt ferrite thin films

T. Tainosho, Y. Hisamatsu, J. Inoue, S. Sharmin, H. Yanagihara, and E. Kita

(Inst. of Appl. Phys., Univ. of Tsukuba)

はじめに

我々は大きな磁気弾性効果を示すスピネルコバルトフェライト CoFe_2O_4 (CFO) について、 Co^{2+} ($3d^7$) イオンに対し、 t_{2g} 軌道を用いた電子模型から理論的に磁気異方性と結晶歪みの関係を示した[1]。実際に、 MgO (001) 基板上にエピタキシャル成長させた CFO (001) 薄膜は面内に引張歪みが導入され ($c/a < 1$)、大きな垂直磁気異方性を発現することが実験的に示されている[2]。文献[1]では、逆に面内の圧縮歪みを導入する ($c/a > 1$) ことにより負の垂直磁気異方性を示すことが予測されているが、実験的には示されていない。今回、我々は格子定数 8.039 \AA の MgAl_2O_4 (MAO) (001) を基板として CFO 薄膜を成膜することで、面内の圧縮歪みを導入し、大きな負の垂直磁気異方性を有する CFO 薄膜を得ることができたので報告する。

実験方法

アセトン、エタノールでそれぞれ 5 分間超音波洗浄した MAO 基板に、反応性 rf マグネトロンスパッタリング法により $\text{Co}_{0.75}\text{Fe}_{2.25}\text{O}_4$ 薄膜を成膜した。ターゲットには FeCo (3:1 atm 比) 合金を用いた。酸素流量は 6 sccm、基板温度は $500 \text{ }^\circ\text{C}$ とし、膜厚が約 10, 20, 40, 80, 160 nm のサンプルを成膜した。得られた CFO 薄膜について X 線回折により格子歪を評価し、X 線反射率測定により膜厚を求めた。磁気測定については、SQUID-VSM により磁化曲線を測定 (300 K , $-70000 \text{ Oe} \sim 70000 \text{ Oe}$) し、磁気トルク測定 (300 K , $0 \text{ Oe} \sim 90000 \text{ Oe}$) により磁気異方性定数を算出した。

実験結果

Fig. 1 に膜厚 38.4 nm の試料のトルク測定の結果を示す。磁場を 90000 Oe 印加してもトルクの最大値が飽和していないことから異方性磁界はさらに大きいことがわかる。宮島の方法 [3] に基づき解析したところ、 $K_u = -51.9 \text{ Merg/cm}^3$, $M_s = 433 \text{ emu/cm}^3$ であると算出された。この K_u の絶対値はネオジウム磁石のそれに匹敵する。バルクの CFO では $K_u = 2 \text{ Merg/cm}^3$, $M_s = 425 \text{ emu/cm}^3$ なので、歪みによる磁気特性の変化が著しいことがわかる。また、 M_s の値は磁化曲線から得られた値に一致した。講演では K_u および歪み量に対する CFO 薄膜の膜厚依存性を示し、磁気特性が歪みに影響されている様子を定量的に議論する。

参考文献

- 1) J. Inoue *et al.*, Materials Research Express **1** (2014) 046106.
- 2) T. Niizeki *et al.*, Appl. Phys. Lett. **103** (2013) 162407.
- 3) H. Miyajima *et al.*, Jour. of Appl. Phys. **47** (1976) 10.

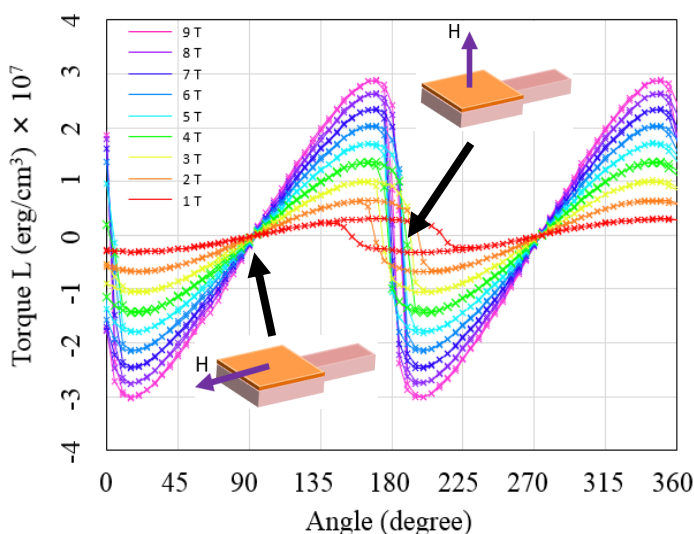


Fig. 1 Out-of-plane torque curves at different fields.

Fe 欠損 Ca 系 M 型フェライトの最適作製条件の研究

茂村将尚、渡邊剛*、柿崎浩一、神島謙二
(埼玉大学、*理研)

Study of optimum preparation conditions of Fe-deficient Ca-based M-type ferrite

M. Shigemura, K. Watanabe*, K. Kakizaki, K. Kamishima

(Saitama Univ., *RIKEN)

1. 諸言

六方晶フェライトの一種である M 型フェライトは主に永久磁石に用いられる材料である。 $M^{2+}Fe_{12}O_{19}$ という化学式をとり、代表例として M^{2+} の位置にアルカリ土類元素である Ba, Sr などが入る。同じアルカリ土類元素である Ca は地球上に存在する元素の割合が Ba, Sr よりも多い。Ca を用いて新規の M 型フェライトを作製することによって、資源面で有用な材料を生み出すことができる。本研究は、Ca, La で置換した M 型フェライトを作製し、結晶構造、磁気特性を調べ、最適作製条件を探索した。

2. 実験方法

試料は粉末冶金法を用いて作製した。出発原料は、 $CaCO_3$, La_2O_3 , $\alpha-Fe_2O_3$ を用いて、 $Ca_xLa_{1-x}Fe_yO_{19-\sigma}$ ($x=0.7\sim 0.9$, $y=2.0\sim 10$) の化学量論組成になるように秤量した。これらの粉末は湿式ボールミルで混合、乾燥、加圧成型した後、 $900^\circ C$ で 5 時間仮焼成した。焼成した試料は遊星ボールミルを用いて 1100 rpm で 10 分間粉碎し、加圧成型した後、 $1200^\circ C\sim 1300^\circ C$ で本焼成した。試料の結晶構造は粉末 X 線回折法を用いて解析し、磁気特性は振動試料型磁力計を用いて測定した。組成分析は、電子線マイクロアナライザー (EPMA) で測定した。

3. 結果および考察

図 1 は室温での $Ca_{0.8}La_{0.2}Fe_yO_{19-\sigma}$ ($y=2.0\sim 9.1$) の飽和磁化値を示す。 $y\geq 3.0$, 焼成温度 $1250^\circ C$ 以上で大きな飽和磁化値を示す。飽和磁化の大きい試料について EPMA 組成分析を行ったところ、 $Fe/(Ca+La)$ の比率が約 8~9 であることを見出した。したがって、高い焼成温度で Ca 過剰相が溶出した可能性がある。図 2 は $Ca_xLa_{1-x}Fe_{8.0}O_{19-\sigma}$ ($x=0.7\sim 0.9$) の試料を $1250^\circ C$ で焼成した時の X 線回折図である。 $x=0.7, 0.8$ では、目標の M 型フェライトの構造がほぼ単相で生成した。 $x=0.9$ ではヘマタイトと M 型フェライトの混相となった。

図 3 は $Ca_xLa_{1-x}Fe_{8.0}O_{19-\sigma}$ ($x=0.7\sim 0.9$) の熱磁気曲線を示す。作製した試料のキュリー温度は $400^\circ C$ 付近である。Ba, Sr の M 型フェライトのキュリー温度はそれぞれ $450^\circ C$, $460^\circ C$ であり、本研究の結果は M 型構造固有のキュリー温度であると考えられる。

以上より、Ca 含有率 x を高め、La 含有率 $1-x$ を抑えた上で、高い飽和磁化をもつ M 型フェライト構造を維持できる組成は、 $Ca_{0.8}La_{0.2}Fe_{8.0}O_{19-\sigma}$ である。

4. 参考文献

平賀貞太郎, 奥谷克伸, 尾島輝彦, フェライト, 丸善株式会社 (1986) 17, 129

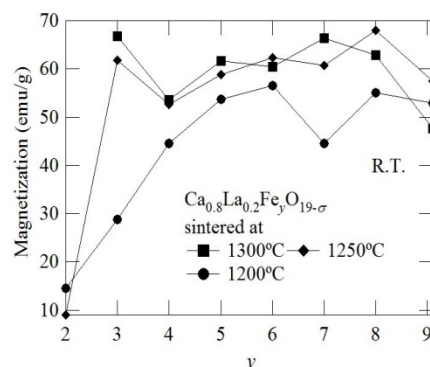


図 1 $Ca_{0.8}La_{0.2}Fe_yO_{19-\sigma}$ ($y=2.0\sim 9.1$) の飽和磁化値

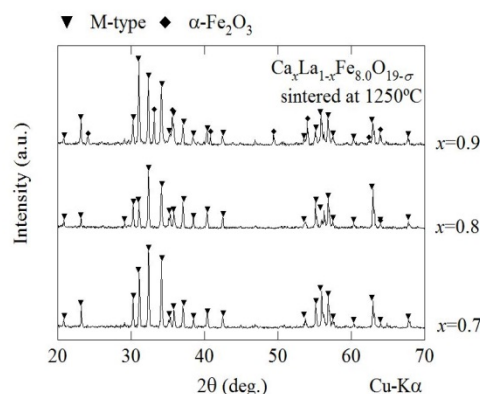


図 2 $Ca_xLa_{1-x}Fe_{8.0}O_{19-\sigma}$ の X 線回折図

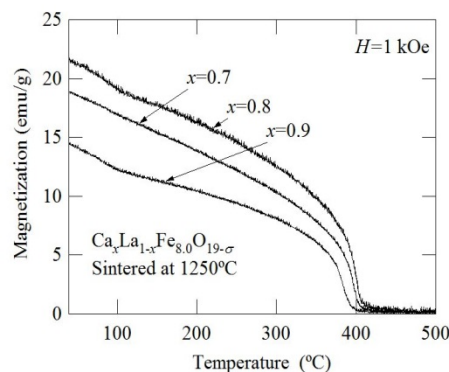


図 3 $Ca_xLa_{1-x}Fe_{8.0}O_{19-\sigma}$ の熱磁気曲線

新規積層構造をもつ六方晶フェライトの作製と磁性

渡邊一哉、渡邊剛*、柿崎浩一、神島謙二
(埼玉大、*理研)

Synthesis and magnetic properties of hexaferrite having new stacking structure

K. Watanabe, K. Watanabe*, K. Kakizaki, K. Kamishima
(Saitama Univ., *RIKEN)

1. 緒言

六方晶フェライトの結晶構造は、 $S=(2MeFe_2O_4)^{0\pm}$ または $(2Fe_3O_4)^{2+}$ 、 $R=(BaFe_6O_{11})^{2-}$ 、 $T=(Ba_2Fe_8O_{14})^{0\pm}$ といったブロックの積層で記述できる(Meは二価金属陽イオン)。SブロックとRブロックが積み重なった結晶では、M(=RS)型、X(=RSRSS)型、W(=RSS)型作製の報告がある¹⁾。しかしRSSSの積層構造(化学式 $BaMe_4Fe_{20}O_{35}$)という報告はまだない。本研究ではこの化合物を Me_4-RS_3 とし、この作製と磁気特性の調査を行った。

2. 実験方法

原料粉 $BaCO_3$ 、 ZnO 、 $\alpha-Fe_2O_3$ を $Ba:Zn:Fe=1:4:20$ となるように秤量した。これらを湿式ボールミルで24時間混合し、乾燥した。混合粉を 1 t/cm^2 のプレス機でペレット状に成型し、 900°C で5時間仮焼成した。焼結体を遊星ボールミルで10分間、 1100 rpm で微粉碎し、再度加圧成型した。そして $1275\sim 1325^\circ\text{C}$ で5時間本焼成した。

試料の結晶相をX線回折(XRD)によって同定した。さらに電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)で試料の組成を分析した。また熱磁気曲線を振動試料型磁力計(VSM)で測定した。

3. 結果と考察

本焼成温度 $1275\sim 1325^\circ\text{C}$ で焼成した試料のXRDパターンを図1に示す。試料の主相は Zn_2W と $ZnFe_2O_4$ である。 1300°C 、 1310°C 本焼成試料には RS_3 特有のピークがある。

1300°C 本焼成試料の組成分析では、 $Ba:Zn:Fe=1.00:4.79:29.0$ という組成の粒子を見出した。この粒子のSEM像を図2に示す。形状は六方晶特有の平板状である。ほかにも Zn_2W 、 $ZnFe_2O_4$ 、 Zn_2Y 組成の粒子が存在した。

図3に 1300°C 本焼成試料の熱磁気曲線を示す。グラフから3種類の強磁性体の存在がわかる。 140°C は Zn_2Y^{2+} 、 310°C は $Zn_2W^{1)}$ のキュリー温度である。報告されているBa-Zn系の六方晶フェライトには 510°C というキュリー温度はない。すなわちこれは Zn_4-RS_3 のキュリー温度と考えられる。

以上より、 1300°C の本焼成で、六方晶フェライト Zn_4-RS_3 の微結晶が生成したと考えられる。そのキュリー温度は 510°C であった。

参考文献

- 1) R. O. Savage et al., J. Am. Ceram. Soc. 47 (1964) 13.
- 2) J. Smit et al., Ferrites (John Wiley and Sons, 1959) 197.

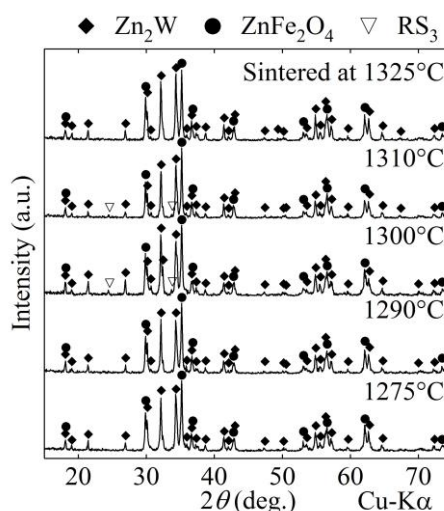


図1 (Ba:Zn:Fe=1:4:20)本焼成試料のXRDパターン

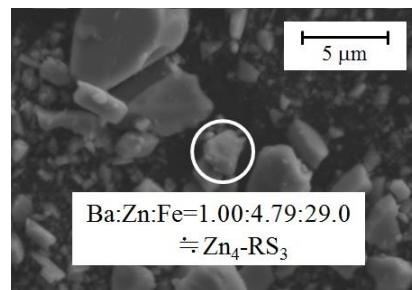


図2 1300°C 本焼成試料のSEM像

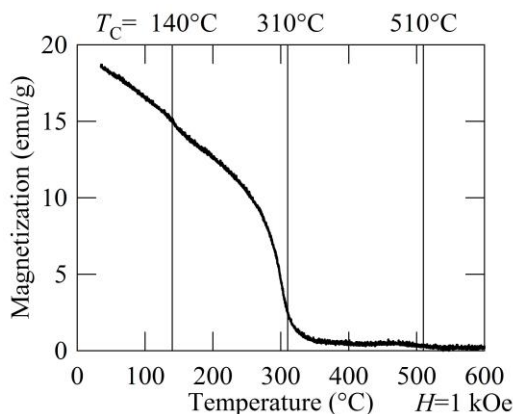


図3 1300°C 本焼成試料の熱磁気曲線

単分散 PMMA 粒子をテンプレートに用いた二次元周期構造を有する球殻状薄膜の作製

森宏徳、*篠崎和夫、坂元尚紀、鈴木久男、脇谷尚樹
(静岡大、*東工大)

Preparation of two-dimensional closed-packed shell structure of thin film formed using PMMA particles as a template

Hironori Mori, *Kazuo Shinozaki, Naonori Sakamoto, Hisao Suzuki, Naoki Wakiya
(Shizuoka Univ, *Tokyo Tech.)

はじめに

2次元周期構造を有する薄膜には種々の新しい応用展開が期待されている。我々は2次元に最密充填させた高分子球をテンプレートに用いることにより、半球の球殻状薄膜が配列した構造を作製することに成功している。この構造では、薄膜は基板からの拘束が小さいため、自立膜のような薄膜の特性発現も期待される。本研究では電気磁気効果に着目し、2次元球殻構造を有する強誘電体と強磁性体のマルチフェロイック積層薄膜の作製を目的とした。

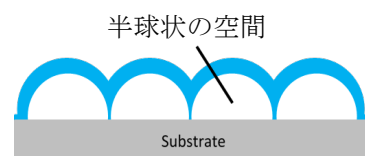


図1 球殻状薄膜の模式図

実験方法

下部電極として LaNiO_3 (LNO)、強誘電体として $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT)、強磁性体及び上部電極として Terfenol-D を用いた二次元周期構造を有する球殻状薄膜を PLD 法で作製した。まず、水とトルエンの混合溶液に平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の PMMA を溶かしたコロイド溶液を、基板処理を施し親水性にした Si 基板にスピコート法で基板の上にテンプレートを作製した。このテンプレート付き基板に室温で LNO を成膜し、成膜後に基板を 600°C でアニールを行った。続いて、基板温度を 500°C にして PZT を、室温で Terfenol-D を成膜した。Terfenol-D は、PLD チャンバー内でターゲットに対し垂直になるよう設置して成膜することで、電極の孤立化を図った。

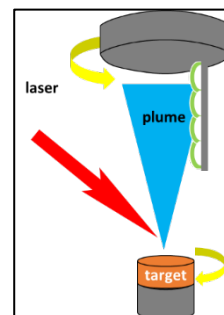


図2 Terfenol-D 薄膜の作製方法

実験結果

作製した試料の表面 SEM 写真および EDS による元素分析の結果を図3に示す。LNO 由来の La と PZT 由来の Ti はそれぞれの球殻の全体から検出されているのに対し、Terfenol-D 由来の Fe はそれぞれの球殻の左半分から多く検出されていることがわかる。以上の結果から、上部電極が孤立した目的のマルチフェロイック薄膜が作製でき

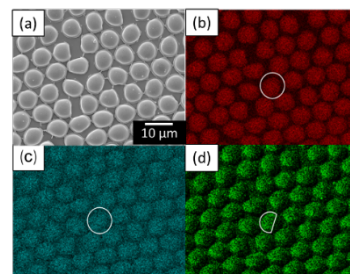


図3 作製した試料の(a)SEM 写真、EDS による面分析 (b)La, (c)Ti, (d)Fe

ていることが示唆された。また、Si 基板上に PLD 法で直接成膜した Terfenol-D 薄膜の VSM 測定結果では、強磁性を示したため、今回作製した薄膜の Terfenol-D 薄膜も強磁性を示すと考えられる。

PEN 有機膜上の多結晶・アモルファス Co、Fe 磁性薄膜

海住英生、阿部太郎、石丸学*、久保耕司**、西井準治
(北大電子研、*九工大、**帝人デュポンフィルム(株))

Polycrystalline and amorphous Co and Fe magnetic thin films on PEN organic substrates

H. Kaiju, T. Abe, M. Ishimaru*, K. Kubo** and J. Nishii

(Hokkaido Univ. RIES, *Kyushu Inst. Technology, **Teijin DuPont Films Japan Limited)

はじめに

ポリエチレンナフタレート (PEN) 有機膜上に Ni、Ni₇₅Fe₂₅ 磁性薄膜を蒸着すると、Ni、Fe 原子が PEN 内に潜り込まず、明瞭な界面、及び、平坦な表面が形成される [1]。これにより、異方性磁気抵抗 (AMR) 効果や磁気光学カー効果 (MOKE) が観測される [2, 3]。本研究では、PEN 有機膜上の Co、Fe 磁性薄膜に注目し、その表面・内部構造および磁気特性を調べることを目的とした。

実験方法

PEN 有機膜 (帝人デュポンフィルム社製 TEONEX Q65、長さ 10 mm、幅 2 mm、膜厚 25 μm) 上の Co、Fe 磁性薄膜の作製には抵抗加熱式磁場中真空蒸着装置を用いた。蒸着パワーは 250-450 W、蒸着時の圧力は $\sim 10^{-3}\text{Pa}$ 、蒸着膜厚レートは 1.5-2.5 nm/min とした。誘導磁気異方性を付与するための面内磁場は 360 Oe とした。表面状態観察には原子間力顕微鏡 (AFM) を用いた。内部構造解析には透過型電子顕微鏡 (TEM)、電子線回折を用い、断面 TEM 試料の作製には Ar イオンミリングを用いた。このとき、電子ビームによる試料の温度上昇を抑えるため低温ステージを用いた。磁気特性評価には集光型面内 MOKE 法を用いた。最大印加磁場は 1 kOe、面内印加磁場回転角は 0-90°、観測スポットサイズ径は 3 μm 、測定温度は室温とした。

実験結果

図 1 に Fe/PEN における保磁力の Fe 膜厚依存性を示す。Fe 膜厚が薄くなるに従い、保磁力が低下し、7 nm 以下では保磁力が消失する。7 nm 以下での保磁力消失は Fe 薄膜のアモルファス化、及び、ナノ結晶化に起因することが断面 TEM 観察と電子線回折の結果から明らかになった。一方で、図 2 に示すように、Co/PEN では、7 nm 以下の Co 膜厚においても保磁力は消失せず、むしろ、極大値を示すことがわかった。これは、Co 薄膜の多結晶化、及び、誘導磁気異方性と形状磁気異方性の競合により説明できることが構造・磁気異方性解析により明らかになった。

参考文献

- [1] H. Kaiju *et al.*, Appl. Surf. Sci. **255**, 3706 (2009). [2] H. Kaiju *et al.*, IEEE Trans. Magn. **46**, 1356 (2010).
[3] H. Kaiju *et al.*, J. Appl. Phys. **111**, 07C104 (2012).

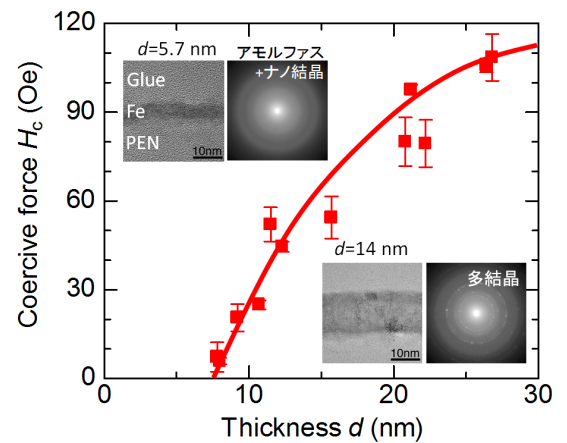


図 1: Fe/PEN における保磁力の Fe 膜厚依存性。内挿図は断面 TEM 像と電子線回折の結果。

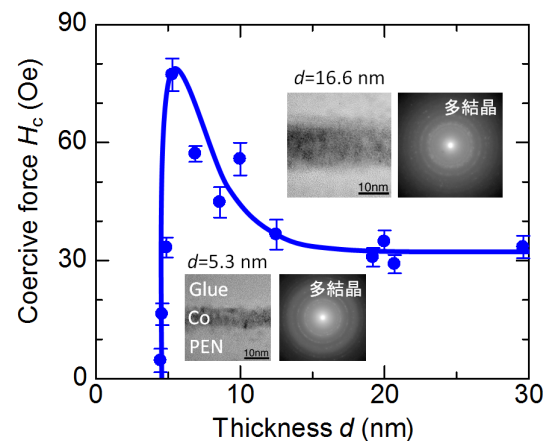


図 2: Co/PEN における保磁力の Co 膜厚依存性。内挿図は断面 TEM 像と電子線回折の結果。

超音速フリージェット PVD による酸化鉄膜の形成

安部史也, 湯本敦史, 政広泰*, 大越慎一**, 生井飛鳥**, 吉清まりえ**, 山本剛久***
(芝浦工大, *TANAKA ホールディングス(株), **東大院, ***名大院)

Preparation of iron oxide films deposited by Supersonic Free-Jet PVD

F. Abe, A. Yumoto, Y. Masahiro*, S. Ohkoshi**, A. Namai**, M. Yoshikiyo**, T. Yamamoto***
(Shibaura Inst. of Tech., *TANAKA HOLDINGS Co., Ltd., **Univ. of Tokyo, ***Nagoya Univ.)

緒言

Fe_2O_3 は, α 相, β 相, γ 相, ε 相などが存在し, 各相において種々の磁気特性を示す. ε 相 (斜方晶, 空間群 $\text{Pna}2_1$) は, 金属酸化物中で最大の保磁力を有する材料であることが知られており¹⁾, 貴金属及び希土類元素を含まない永久磁石として注目されている. しかし, 既存の薄膜技術において酸化鉄の結晶構造を制御することは困難であり, ε 相を含む酸化鉄膜の成膜に関する研究報告例は少ない. 超音速フリージェット PVD は, 生成直後の活性なナノ粒子を超音速ガス流で加速させ, 基板にナノ粒子を堆積させることにより膜形成する新しい原理による成膜方法である. 本研究は, ε 相を含む焼結酸化鉄を原料に用い, 超音速フリージェット PVD により酸化鉄膜の形成を試み, 成膜条件が及ぼす磁気特性への影響を評価することを目的とする.

実験方法

超音速フリージェット PVD (Supersonic Free-Jet PVD; SFJ-PVD)

Fig.1 に SFJ-PVD 装置の概略図を示す. 本装置は, 膜形成室 (Fig.1 上のチャンバ), ナノ粒子生成室 (Fig.1 下のチャンバ) 及び真空排気系より構成されており, 両チャンバは搬送管で連結し, 搬送管の先端には超音速ノズルを装着している. 真空排気系により両チャンバを真空状態にした後, ナノ粒子生成室に He ガスを導入し, 真空排気している膜形成室との間の差圧によりガス流を生起させる. ナノ粒子生成室に設置した膜原料ターゲットに Nd:YAG パルスレーザー (波長 $\lambda=532\text{nm}$) を照射・アブレーションすることによりナノ粒子を生成させる. 生成されたナノ粒子は, ガス流によって膜形成室まで搬送し, 超音速ノズルを通過することで加速され, 膜形成室に設置した基板に衝突・堆積をして成膜が行われる.

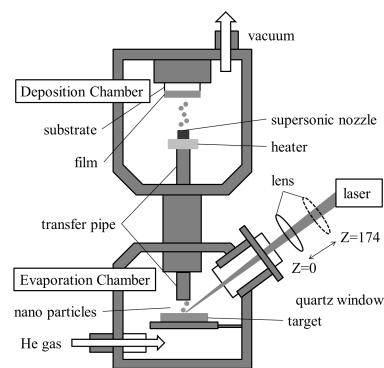


Fig.1 Schematic diagram of SFJ-PVD apparatus.

実験条件

成膜には, 基板に $\phi 5\text{mm}$ 板厚 1mm の無酸素銅 (C1020) を用い, ターゲットには, 逆ミセル法-ゾルゲル法により形成させたシリカが被覆された Fe_2O_3 微粉末 (ε 相 77%・ α 相 23%程度) と, シリカが被覆されていない Fe_2O_3 微粉末 (ε 相 78%・ α 相 22%程度) を焼結した 2 種類を膜原料として用いた. 本実験では, 成膜条件としてナノ粒子生成室圧力, レーザー出力, フルエンスなど各成膜因子が膜特性に与える影響を評価検討した (成膜パラメータの詳細は講演時に説明). 成膜した皮膜の磁気特性は, SQUID により評価した.

結果

Fig.2 に成膜させた膜表面の写真を示す. 表面が均一な膜の成膜に成功した. また, 成膜した皮膜の残留磁化及び保磁力には, ターゲットへのレーザー照射面積が最も重要な因子の一つであることを明らかとした. 本実験において最も高い保磁力 (3.5kOe) を示した皮膜はフルエンス 32 J/cm^2 で成膜した試料であった.

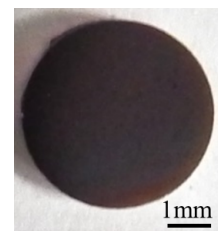


Fig.2 Surface photograph of iron oxide film.

参考文献

- 1) A. Namai, et.al. : NATURE COMMUNICATIONS (DOI: 10.1038/ncomms2038) , pp.1-6(2012).

イオン照射による MnGa 膜の非磁性化と非磁性層厚の制御

大島大輝, 加藤剛志, 高橋茂樹*, 園部義明*, 岩田聡, 綱島滋**
(名大, *サムスン日本研究所, **名産研)

Creation of non-magnetic layer and control of its layer thickness by ion irradiation on MnGa films

D. Oshima, T. Kato, S. Takahashi*, Y. Sonobe*, S. Iwata, S. Tsunashima**
(Nagoya Univ., *Samsung R&D Institute Japan, **NISRI)

はじめに

我々はこれまでに, $L1_0$ 規則相の MnGa に対しイオン照射することにより, MnGa が A1 不規則相へと遷移し非磁性化すること, また, その性質を利用してビットパターン媒体 (BPM) が作製できることを示してきた¹⁾. 本研究では, イオン照射により MnGa 膜を表層から所望の深さまで非磁性化する手法について検討したので報告する.

実験方法

単結晶 MgO (001)基板上に RF マグネトロンスパッタにより Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO sub. の膜構成で成膜した. 全ての層は基板温度 100 °C 以下で成膜し, Cr 下地層と MnGa 層の成膜後にはそれぞれ 600 °C で 60 min, 400 °C で 30 min のポストアニールを行った. 作製した膜に対し, イオン注入装置を用い, Kr^+ イオン照射を行った. 照射エネルギーは 5, 10, 30 keV とし, 照射量は 30 keV の場合には 1×10^{14} ions/cm², 5, 10 keV の場合には 3×10^{14} ions/cm²とした. 照射角度を膜面垂直方向に対し, 0°から 70°傾けて照射することにより, 非磁性化する厚さを変化させた. 照射前後の磁気特性は, 交番磁界勾配型磁力計により測定した.

実験結果

Fig. 1 に照射前および 5 keV の Kr^+ イオンを膜面垂直方向から 60°傾けて 3×10^{14} ions/cm²照射した後の膜面垂直方向の磁化曲線を示す. 照射前の磁化曲線が典型的な垂直磁化膜の磁化曲線となっているのに対し, 照射後の磁化曲線は飽和磁化のみが低下し, 磁化曲線の形状や保磁力にはほとんど変化が見られない. このことから, 表面からある程度の深さ分のみが非磁性化されており, また, その非磁性化された層と強磁性を保持している層は非常にシャープに分離していると予想される. そこで, 飽和磁化の低下分から, 非磁性化された層の層厚を見積もった.

Fig. 2 に照射角度と非磁性化された層の層厚の関係を示す. 垂直入射の場合には, イオンのエネルギーが 30 keV のときに 1×10^{14} ions/cm²の照射で膜全体が非磁性化している. イオンエネルギーが低くなるにつれてイオンの膜中への侵入長が減少するため, 非磁性化された層の層厚が薄くなっている. また, エネルギー一定で, 照射角度を大きくすると, イオンが膜面に対し浅い角度で入射するようになるために, 非磁性化される層の厚さが薄くなっている. Fig. 2 から, 照射エネルギーおよび照射角度を適切に選ぶことで非磁性化させる層の厚さを自由に選ぶことが可能であることがわかる. さらに, その層厚は 1 nm レベルで制御できることを示唆している.

謝辞

本研究は Samsung Global MRAM Innovation Program の支援により行われた.

参考文献

- 1) D. Oshima et. al., IEEE Trans. Magn., vol. 49, 3608 (2013)

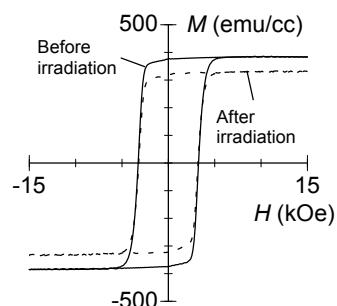


Fig. 1 Out-of-plane M - H loops of MnGa film before and after the 5 keV ion irradiation along 60° from film normal.

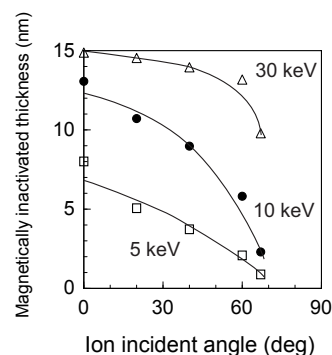


Fig. 2 Ion incident angle dependences of non-magnetic layer thicknesses on MnGa films.

高エネルギーレーザー密度下で作製した Nd-Fe-B 系ナノコンポジット磁石膜

藤山 賢二* 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Nd-Fe-B nano-composite film magnets prepared by high laser energy density

Kenji Fujiyama*, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotohi Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに 「薄手永久磁石の特性向上」はモータの小型化・高性能化に貢献するものであり、更なる進展が期待される⁽¹⁾⁽²⁾。そういう中、我々は、「高トルクを有するシリンダ型小型モータ」を一つの応用例として、PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い、保磁力 400 kA/m 程度、残留磁化 0.9 T 程度、 $(BH)_{\max}$ 90 kJ/m³ の磁気特性を目標値として等方性 Nd-Fe-B/ α -Fe 系ナノコンポジット厚膜磁石の作製を試みてきた。その結果、ターゲット表面に照射するレーザーのビーム径を 1 mm 以下に絞り、エネルギー密度として 10 J/cm² 以上の著しく大きな条件下で成膜した際、化学量論組成に対し Nd-rich ターゲットを用いたにもかかわらず、Nd-poor となるナノコンポジット組成の試料が得られ、熱処理後、残留磁化 1.0 T、 $(BH)_{\max}$ 100 kJ/m³ 程度の値を達成した⁽³⁾。本研究では、上述した試料に関し、成膜時間の増加による成膜メカニズムの変化を検討するとともに、Nd 含有量を制御し、 $(BH)_{\max}$ の向上も試みた。

実験方法 約 6.5 rpm で回転させた Nd_xFe₁₄B (x=2.4~2.6)合金ターゲットに、波長 355 nm の Nd:YAG レーザを照射し成膜する PLD (Pulsed Laser Deposition)法を用い、Nd-Fe-B 系磁石膜を作製した。具体的には、ターゲット-Ta 基板間距離を 10-12 mm とし、レーザーパワー4 W 固定、エネルギー密度 10 J/cm² 以上、成膜時間 30 ~ 180 min の条件を用い成膜した。成膜直後の試料は非晶質であるため、熱処理時間 1.8 s 程度の極短時間熱処理を施した後、印加磁界 7 T のパルス着磁を行い、最大印加磁界 2.5 T のもと VSM で磁気特性を評価した。組成は SEM-EDX で Nd と Fe の含有量を測定した。

実験結果 Fig.1 は、成膜時間 60 min. (膜厚: 15 μ m) ならびに 180 min (膜厚: 65 μ m) 後の試料の表面形態である。長時間の連続した成膜に伴い、「ターゲット表面のエロージョンの進行⁽⁴⁾」や「ターゲット温度の上昇⁽⁴⁾」が、「ドロプレットの爆発的な増加をもたらし、「ドロプレットの量やサイズの著しい増加」が生じた様子が了解される。成膜時間 120 min.までは、 $(BH)_{\max}$ 100 kJ/m³ 程度の値を保持したものの、180 min.に達するとその値が急激に低下した。上記のドロプレットの爆発的な増加は、試料の組成を化学量論組成に対し Nd リッチ側にシフトさせるとともに、試料内に空隙をもたらし、磁気特性の劣化を招いたものと考えられる。そこで、成膜時間を 60 min.に固定し、ターゲットの組成を変化させながら、様々な Nd 含有量の試料を作製し $(BH)_{\max}$ を評価した。結果を Fig. 2 に示す。Nd 含有量を増加するにつれ $(BH)_{\max}$ は増加し、11.5 at.%で最大 130 kJ/m³ 程度に達することを確認した。発表時には微細構造観察結果も併せて報告する予定である。

参考文献

- (1) M. Uehara et al., *IEEE Trans. Magn.*, vol. 41, No.10,3838(2005).
- (2) N. M. Dempsey et al., *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, 092509(2007).
- (3) 本村ら: 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-072(2012).
- (4) レーザアブレーションとその産業応用調査専門委員会, 「レーザーアブレーションとその応用」(電気学会編)(1911).

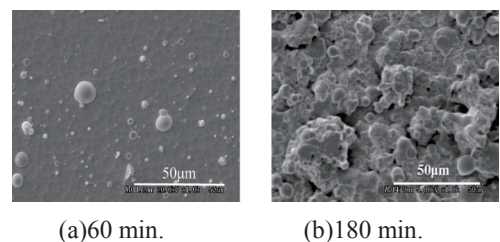


Fig.1 Surface morphology of samples Prepared by using different deposition time.

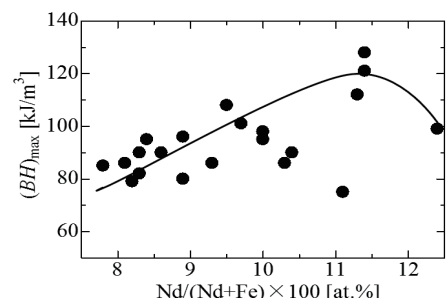


Fig.2 $(BH)_{\max}$ as a function of Nd contents.

Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} および Fe-Co(100)_{bcc} 下地層上に形成した エピタキシャル SmCo₅ 合金薄膜の構造と磁気特性

大竹充・堀田裕介・鈴木中・山田真・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**
(中央大, *東京藝大, **山形大)

Structure and Magnetic Properties of SmCo₅ Alloy Epitaxial Thin Films
Formed on Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} and Fe-Co(100)_{bcc} Underlayers

Mitsuru Ohtake, Yusuke Hotta, Ataru Suzuki, Makoto Yamada, Masaaki Futamoto,
Fumiyoshi Kirino*, and Nobuyuki Inaba**
(Chuo Univ., *Tokyo Univ. Arts, **Yamagata Univ.)

はじめに SmCo₅規則合金は10⁸ erg/cm³ オーダーの高い一軸磁気異方性エネルギーと700 °C程度の高いキュリー温度を持つ。そのため、膜面内に磁化容易軸を持つSmCo₅層と高い飽和磁化を持つ磁性層を積層させた膜は異方性ナノコンポジット磁石の基礎検討に用いられている^{1,2)}。しかしながら、薄膜の場合、SmCo₅相と類似した六方晶構造を持つSm₂Co₇相などが混在する場合は報告されている³⁾。六方晶系Sm-Co相の格子間隔は互いに類似しているため、面内もしくは面外の面間隔を測定するX線回折(2 θ / ω , 2 θ / ϕ スキャン XRD)では識別が容易でない。このような結晶構造解析には逆格子マップ測定が有効である⁴⁾。本研究では、膜形成中の逆格子マップ測定が可能である反射高速電子回折(RHEED)機構付きのMBE装置を用いることにより、Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp}もしくはFe₆₅Co₃₅(211)_{bcc}下地層上にSm₁₇Co₈₃(at.%)膜を形成し、構造と磁気特性を調べた。

実験方法 MgO(100)単結晶基板の上に20 nm厚のCo(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp}およびFe₆₅Co₃₅(100)_{bcc}下地層をヘテロエピタキシャル成長させた。そして、これらの下地層上に20 nm厚のSm₁₇Co₈₃膜を形成した。膜形成時の基板温度は500 °Cとした。構造評価にはRHEED, XRD, 磁気特性評価にはVSM, SQUID磁力計を用いた。

実験結果 Fig. 1(a)–(b)にCoおよびFe-Co下地層上に形成したSm-Co膜に対して観察を行ったRHEEDパターンを示す。鮮明な回折パターンが観察されており、エピタキシャルSm-Co膜が得られていることが分かる。Fig. 1(c)–(f)にR₂T₁₇, RT₅, R₂T₇, RT₃構造のSm-Co(11 $\bar{2}$ 0)双結晶に対して回折パターンのシミュレーションを行った結果を示す⁴⁾。観察されたRHEEDパターンは、いずれも、RT₅構造の場合のシミュレーション結果(Fig. 1(d))と一致している。したがって、RT₅構造を持つSm-Co膜がSm-Co(11 $\bar{2}$ 0)[0001]_{RT₅}+(11 $\bar{2}$ 0)[1 $\bar{1}$ 00]_{RT₅} || Co(11 $\bar{2}$ 0)[0001]_{hcp}+(11 $\bar{2}$ 0)[1 $\bar{1}$ 00]_{hcp}, Fe-Co(100)[011]_{bcc} || MgO(100)[001]の方位関係で形成されており、c軸が膜面内において直交した関係を持つ双結晶から構成されていることが分かった。Fig. 1(g)にCo下地層上に形成したSm-Co膜の磁化曲線を示す。膜面内において双結晶の互いのc軸から45°回転した方向(MgO[011])に磁界を印加した際、より大きな飽和磁界が観察されている。

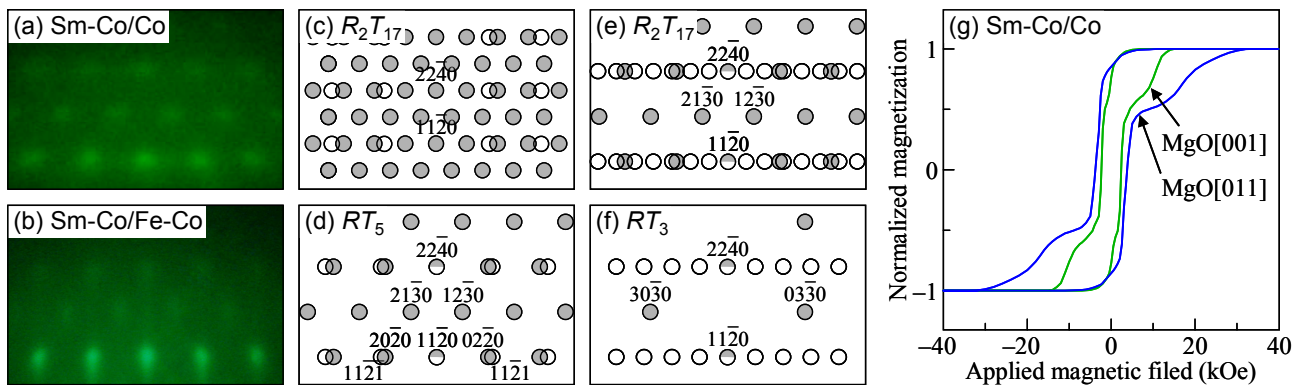


Fig. 1 [(a), (b)] RHEED patterns observed for Sm-Co films deposited on (a) Co(11 $\bar{2}$ 0)_{hcp} and (b) Fe-Co(100)_{bcc} underlayers. (c)–(f) Schematic diagrams of diffraction patterns simulated for Sm-Co(11 $\bar{2}$ 0) bi-crystals with (c) R₂T₁₇, (d) RT₅, (e) R₂T₇, and (f) RT₃ structures. (g) Magnetization curves measured for the Sm-Co film deposited on Co underlayer.

謝辞 SQUID 磁力計による磁化曲線測定では中央大学物理学科の佐藤博彦教授のご協力を頂きました。

- 参考文献**
- 1) J. Zhang, Y. K. Takahashi, R. Gopalan, and K. Hono: *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 122509 (2005).
 - 2) V. Neu, S. Sawatzki, M. Kopte, Ch. Mickel, and L. Schultz: *IEEE Trans. Magn.*, **48**, 3599 (2012).
 - 3) M. Benaissa, K. M. Krishnan, E. E. Fullerton, and J. S. Jiang: *IEEE Trans. Magn.*, **34**, 1204 (1998).
 - 4) M. Ohtake and M. Futamoto: IcAUMS 2014, A5-28, Haikou, China, 31 October 2014.

極薄 CoPt 垂直磁気異方性膜における磁区サイズの 磁場印加方向依存性

原竜大, 早川研人, 河村春樹, 杉田龍二
(茨城大)

Dependence of magnetic domain size of ultra-thin CoPt perpendicular magnetic anisotropy films
on applied magnetic field direction

R. Hara, K. Hayakawa, H. Kawamura and R. Sugita
(Ibaraki Univ.)

はじめに

CoPt 基薄膜は高い垂直磁気異方性と飽和磁化を有するため、磁気記録媒体等の磁気デバイス用薄膜として研究されている^{1), 2)}。CoPt 垂直磁気異方性薄膜の磁気特性及び磁区構造については多くの研究がなされているが、10 nm 以下の極薄膜における磁区サイズの磁場印加方向依存性についてはこれまでほとんど議論されていない。そこで本研究では、極薄 CoPt 垂直磁気異方性膜を膜面垂直方向及び面内方向に消磁し、その磁区サイズの消磁磁場印加方向依存性を明らかにする。

実験方法

試料の構造は Pt (2 nm) / Co₇₀Pt₃₀ (3~10 nm) / Ru (20 nm) / Pt (100 nm) / Glass substrate であり、RF マグネトロンスパッタリング装置を用いて基板加熱を行わずに作製した。成膜時の Ar ガス圧は 2×10^{-3} Torr とした。作製した試料を膜面垂直方向及び面内方向に磁場を印加することより AC 消磁し (それぞれ垂直消磁及び面内消磁と称する)、磁区構造を磁気力顕微鏡 (MFM) を用いて観察した。

実験結果

垂直消磁あるいは面内消磁した膜厚 3, 5, 7 及び 10 nm の CoPt 垂直磁気異方性膜の MFM 像を Fig. 1 に示す。また、Fig. 1 より求めた平均磁区サイズを Fig. 2 に示す。Figs. 1, 2 より、膜厚 3 nm の膜の磁区サイズは、垂直消磁の場合、約 400 nm であるが、面内消磁の場合は約 200 nm であり垂直消磁の約 1/2 になっていることがわかる。いずれの消磁方向で消磁した場合も、膜厚の増加に伴い磁区サイズは減少している。また、5 及び 7 nm の膜における面内消磁の磁区サイズは 3 nm の膜と同様に、垂直消磁よりも小さいが、膜厚が 10 nm になるとほぼ同じサイズの約 70 nm になっている。このような磁区サイズの消磁磁場印加方向依存性及び膜厚依存性の理由は次のように考えられる。垂直消磁の際には、垂直異方性磁場 H_k が高く核生成磁場 H_n が大きいために反転磁区の核が発生しにくい。一方、面内消磁の場合、面内方向を向いた磁化は、印加磁場が低下すると面内方向は不安定な状態にあるため、hcp c 軸が垂直方向からわずかに傾いていると上向きあるいは下向きに回転しやすい。それゆえ、面内消磁は垂直消磁に比べて磁区が多く発生する、すなわち磁区が小さくなるものと考えられる。

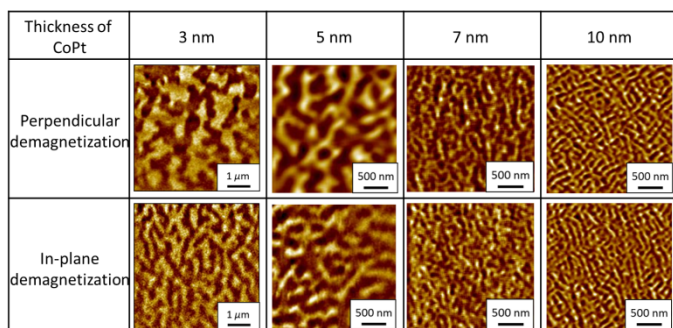


Fig. 1 MFM images of perpendicularly and in-plane demagnetized CoPt films with thickness of 3, 5, 7 and 10 nm.

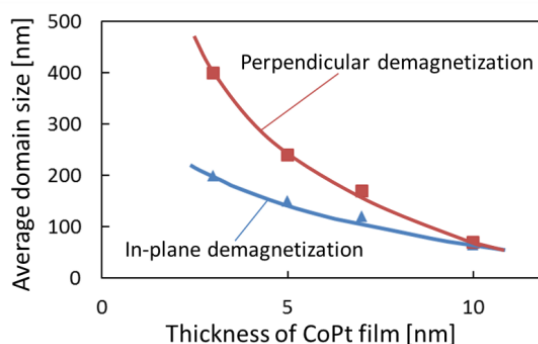


Fig. 2 Dependence of domain size on CoPt film thickness.

参考文献

- [1] B. Varghese, S. N. Piramaanayagam, W. K. Lee, and H. K. Tan: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 3201606 (2014).
- [2] Y. Yang, J. S. Chen, and G. M. Chow: *J. Appl. Phys.*, **109**, 07B744 (2011).

高配向 Nd-Fe-B 薄膜の作製

東 佑, 岡本 聡, 菊池 伸明, 北上 修
(東北大学)

Fabrication of highly-oriented Nd-Fe-B thin films
Y. Azuma, S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami
(Tohoku University)

1. はじめに

省資源, 省エネルギーの観点から Nd-Fe-B 磁石の高性能化が強く求められている. 高性能化に向けた課題がいくつかある中で, 高保磁力化は重要課題の一つである. Nd-Fe-B 磁石の高保磁力化を実現するためには, 磁化反転機構の理解が不可欠であり, 薄膜を用いたモデル実験が多く報告されている. さらに詳細な議論のためには, 結晶配向性, 粒子サイズ・形状等の制御された良質な薄膜試料が不可欠である. 本研究では, 下地材料や組成, 基板温度について検討を行い, 高品質な Nd-Fe-B 薄膜の作製を試みた.

2. 実験方法

マグネトロンスパッタ法により, 熱酸化膜 Si 基板上に W or Mo(30 nm)/Nd(0.25 nm)/Nd-Fe-B(50 nm)/W or Mo(5 nm)の積層構造を作製した. 下地層を室温で成膜した後, 基板温度 T_{sub} を 500~700 °C として Nd 層, Nd-Fe-B 層, キャップ層を成膜した. Nd-Fe-B 層は Nd, Fe, B の 3 元同時スパッタにより形成し, 各元素の堆積速度を制御することにより設計組成 $\text{Nd}_{13}\text{Fe}_{79}\text{B}_8$ に調整した. 試料の結晶構造は X 線回折(XRD), 磁気特性を振動試料型磁力計(VSM), 試料表面観察は原子間力顕微鏡(AFM)を用いてそれぞれ評価した.

3. 実験結果

まず W 下地の結果について述べる. Fig. 1 に XRD プロファイルの基板温度 T_{sub} 依存性を示す. $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相からの回折は, すべての T_{sub} において 001 が最も強く, (001)配向している様子が確認できる. 001 以外には弱い 214 と 105 が観測された. 中でも $T_{\text{sub}} = 600$ °C においては 214 と 105 の回折ピークはほぼ消失しており, 強い(001)配向が実現されている. Fig. 2 に $T_{\text{sub}} = 600$ °C で成膜した試料の AFM 像を示す. W 下地では T_{sub} 上昇に伴い, 粒子は 200 nm 程度の島状構造から, c 面からなる 1 μm 程度のテラス状粒子へと移行することが分かった. 一方, Mo 下地の場合, XRD プロファイルは W 下地の場合とほぼ同様であったが, 粒状形状は T_{sub} を変化させても島状構造のままであった.

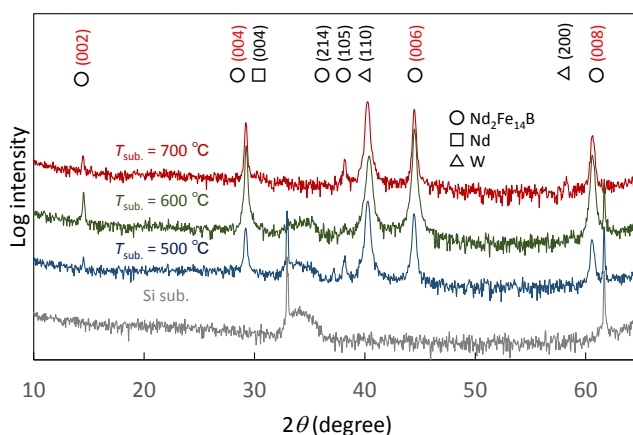


Fig. 1 XRD profiles of Nd-Fe-B thin films grown on W underlayer.

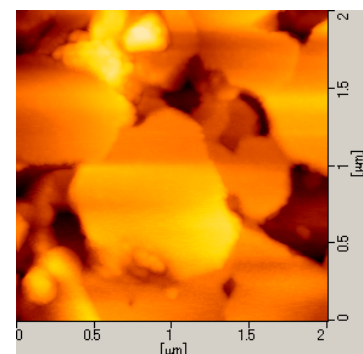


Fig. 2 AFM image of Nd-Fe-B film grown on W underlayer at 600 °C

参考文献

S. Sugimoto, J. Phys. D : Appl. Phys. **44**, 064002 (2011).

$L1_0$ 規則合金と $3d$ 遷移金属の磁性エピタキシャル二層膜の形成

落合亮真・中村将大・野口陽平・大竹充・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**

(中央大, *東京藝大, **山形大)

Preparation of Epitaxial Magnetic Bi-layer Films Consisting of $L1_0$ Ordered Alloy and $3d$ Transition Metal

Ryoma Ochiai, Masahiro Nakamura, Youhei Noguchi, Mitsuru Ohtake,

Masaaki Futamoto, Fumiyo Kirino*, and Nobuyuki Inaba**

(Chuo Univ., *Tokyo Univ. Arts, **Yamagata Univ.)

はじめに 硬磁性と軟磁性材料からなる積層膜は異方性ナノコンポジット磁石構造の基礎検討や薄膜磁石としてマイクロモータやMEMS 応用に向けて研究されている。硬磁性材料として、専ら SmCo_5 や $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ などの希土類系合金材料が検討されているが、膜応用の場合、 $L1_0$ 型構造を持つ FePd や FePt 合金なども候補となる。しかしながら、 $L1_0$ 規則合金を用いた形成報告例は殆ど無い^{1,3)}。本研究では、 $L1_0$ 規則合金を用いた積層膜の可能性を検討することを目的に、結晶方位の異なる MgO 単結晶基板上に硬磁性 $L1_0$ の FePd, FePt と高 M_s を持つ Fe, Co からなる二層膜を形成し、構造と磁気特性を調べた。

実験方法 膜形成には UHV-RF マグネトロンスパッタ装置を使用し、基板には(001), (011), (111)方位の MgO 単結晶を用いた。基板上に FePd, FePt(20 nm)/Fe, Co(20 nm)の順で積層した二層膜、および、積層順を逆にした二層膜を 200 °C の基板温度で形成した。そして、すべての膜がエピタキシャル成長していることを RHEED 観察により確認した。製膜後、A2 不規則構造の FePd および FePt 層を $L1_0$ 相に規則化させるために 600 °C で熱処理を施した。構造解析には RHEED, XRD, AFM, 磁気特性評価には VSM を用いた。

実験結果 Fig. 1(a)–(b)に FePd/Fe/MgO(001)と Fe/FePd/MgO(001)試料で測定した面外および面内 XRD パターンを示す。面外パターンでは FePd(001)超格子反射、FePd(002)基本反射、Fe(002)反射が観察されている。一方、面内 XRD パターンでは FePd(200)基本反射と Fe(110)反射は観察されているが、 $L1_0$ -FePd 結晶からの超格子反射は認められない。従って、いずれの試料とも、FePd 層は c 軸が面直に向いた $L1_0(001)$ 結晶から構成されていることが分かる。RHEED および XRD 解析から決定したエピタキシャル方位関係は FePd(001)[100] $L1_0$ || Fe(001)[110] || MgO(001)[100] である。Fig. 1(c)–(f)に MgO(011)および(111)基板上に形成した二層膜の XRD パターンを示す。MgO(011)基板上に形成した膜に対しては面外 FePd(022)と面内 FePd(200)基本反射、MgO(111)基板上に形成した膜に対しては面外 FePd(111)と面内 FePd(220)+(220)基本反射が観察されているが、明瞭な超格子反射は認められない。基板結晶方位により規則相形成が異なる可能性も考えられる。当日は磁気特性も含めて、FePt, Co を組み合わせた結果についても報告する予定である。

参考文献

- 1) T. Teranishi, A. Wachi, M. Kanehara, T. Shoji, N. Sakuma, and M. Nakaya: *J. Am. Chem. Soc.*, **130**, 4210 (2008).
- 2) J. P. Liu, C. P. Luo, Y. Liu, and D. J. Sellmyer: *Appl. Phys. Lett.*, **72**, 483 (1998).
- 3) Y. K. Takahashi, T. O. Seki, K. Hono, T. Shima, and K. Takanashi: *J. Appl. Phys.*, **96**, 475 (2004).

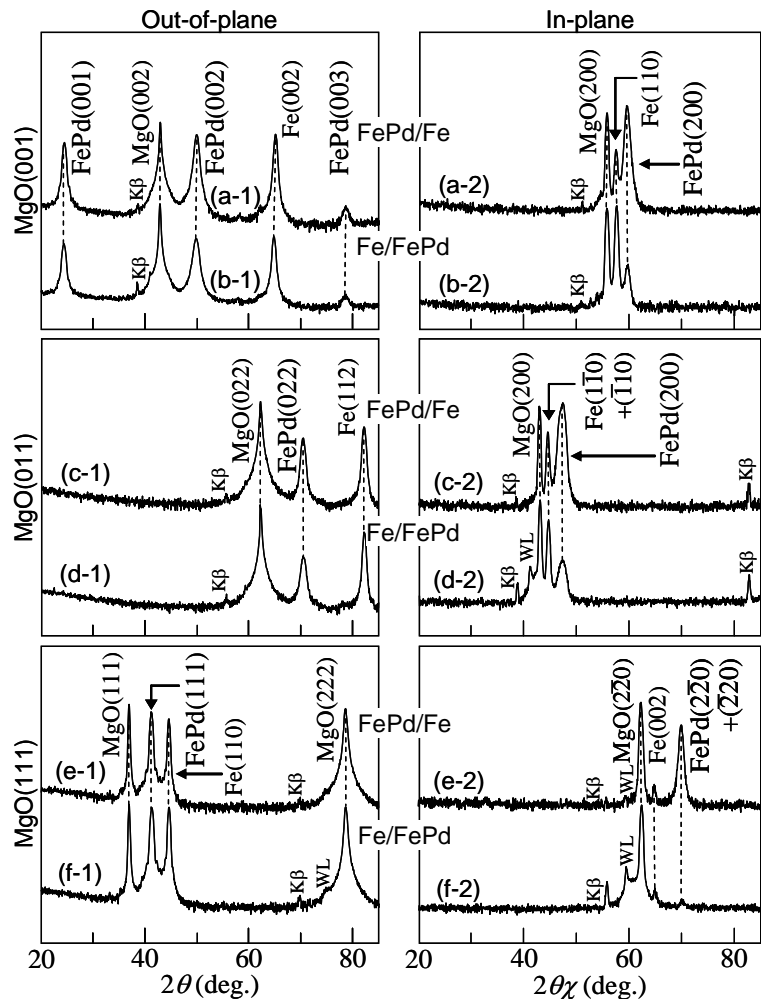


Fig. 1 (a-1)–(f-1) Out-of-plane and (a-2)–(f-2) in-plane XRD patterns of [(a), (c), (e)] FePd/Fe and [(b), (d), (f)] Fe/FePd films formed on MgO substrates of [(a), (b)] (001), [(c), (d)] (011), and [(e), (f)] (111) orientations.

交互積層法により作製した高保磁力を有する $D0_{22}$ - Mn_3Ge 薄膜の磁気特性

○渡部健太¹(院生) 土井正晶² 嶋敏之²
(東北大学大学院工学研究科¹ 東北学院大学大学院工学研究科²)

Magnetic properties of $D0_{22}$ - Mn_3Ge thin films with a high coercivity fabricated by laminated sputtering method

K. Watanabe¹, M. Doi², T. Shima²

(Graduate school of engineering, Tohoku university¹ Graduate school of engineering, Tohoku gakuin university²)

【背景】

現在、省エネルギー、クリーンエネルギーな社会の実現に向けて技術開発がさらに進歩している。そこで、省エネルギーかつ、より高性能な次世代超高密度・大容量・超高速のスピントロニクスデバイスの開発が強く要求されている。超高密度化、超高集積化において熱揺らぎによる磁性層の超常磁性化が問題視され、安定して強磁性としての状態を維持するためには 10^7 erg/cm³ ほどの高い結晶磁気異方性を有する磁性材料が必要となる。そこで、従来の MRAM に用いられている Co-Fe-B ($\sim 10^6$ erg/cm³) に代わり、高い結晶磁気異方性 (2.3×10^7 erg/cm³) を有し、なおかつ高いキュリー温度 (~ 850 K) を有する $D0_{22}$ - Mn_3Ge が注目されている¹⁾。本研究では、STT-MRAM、垂直磁化膜の次世代材料として注目されている $D0_{22}$ - Mn_3Ge 薄膜を交互積層スパッタ法において人工的に金属積層制御し、薄膜作製を行い、磁気特性を調べることを目的とした。

【実験方法】

本研究において、薄膜試料は、超高真空多元スパッタ装置を用いて MgO(100)単結晶基板上に成膜した。膜構成はバッファ層として Cr を 5 nm、磁性層として $[Mn_xGe]_t$ 多層膜を 100 nm、キャップ層として Cr を 10 nm とした。到達真空度は 7.0×10^{-6} Pa 以下の条件下で成膜を行った。積層回数は $t = 1 \sim 30$ 回、Mn 組成比は $x = 2.7 \sim 3.5$ 、基板温度 T_s は $T_s = 400 \sim 500$ °C、アニール温度 T_a は $T_a = 475 \sim 550$ °C まで変化させて成膜を行った。まず、Mn 層と Ge 層の積層順序を変化させた場合の結晶成長を調べるために $D0_{22}$ - Mn_3Ge は組成比が化学量論比より Mn リッチ領域でその結晶構造が安定に得られることから、Mn の組成比を $x = 3.5$ 、 $t = 15$ として $[Mn_{3.5}Ge]_{15}$ を磁性層とした。磁性層である $[Mn_{3.3}Ge]_{15}$ は Mn 原子と Ge 原子を交互に成膜するのを各原子 15 回繰り返して、多層構造を有する $[Mn_{3.3}Ge]_{15}$ 層とした。また、 $[Mn_xGe]_t$ 多層膜における磁気特性の積層回数依存性、Mn 組成比依存性、 $[Mn_xGe]_t$ 多層膜において高配向な単相の $D0_{22}$ - Mn_3Ge 結晶構造と良好な磁気特性を得るために基板温度 T_s 、また磁性層の結晶化を図るためのアニール温度 T_a の最適条件を検討した。成膜後結晶構造は X 線回折法(XRD)、磁気特性は超伝導量子干渉型磁束計(SQUID)を用いて評価した。

【結果】

アニール温度 T_a の最適条件を検討するため $T_a = 475 \sim 550$ °C まで変化させ結晶構造と磁気特性を評価した。Fig. 1 にはアニール温度 $T_a = 475 \sim 550$ °C まで変化させ成膜した時の、X 線回折パターンと SQUID による磁化曲線の結果を示す。 $T_a = 500$ °C において最も単相に近い(001)高配向を示す薄膜が得られ、飽和磁化が $M_s = 119$ emu/cc、保磁力 $H_c = 11.9$ kOe を示した。講演では、膜構造、飽和磁化、保磁力及び結晶磁気異方性の Mn 組成比依存性について詳しく報告する。

【参考文献】

- 1) Atsushi Sugihara, Shigemi Mizukami, Yuki Yamada, Kazuyuki Koike, and Terunobu Miyazaki : Appl. Phys. Lett., 104, 132404 (2014).

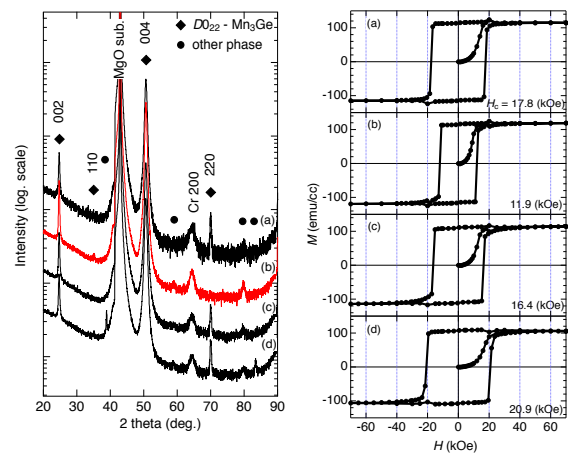


Fig. 1 XRD patterns and M - H curves of Cr (5nm) / $[Mn_{3.3}Ge]_{15}$ (100nm) / Cr (10nm) $T_s = 450$ °C, $T_a =$ (a) 475 °C, (b) 500 °C (c) 525 °C, (d) 550 °C for 60 min.

$L1_0$ -FePt 多結晶膜における磁気異方性とバリエント形成の Fe 組成依存性

堀田明良*, 小野拓也***, 島津武仁*, 菊池伸明*, 岡本 聡*, 北上 修*
(*東北大学, **富士電機)

Fe content dependences of magnetic anisotropy and variant in $L1_0$ -FePt poly-crystalline films

A. Hotta*, T. Ono***, T. Shimatsu*, N. Kikuchi*, S. Okamoto*, and O. Kitakami*
(*Tohoku University, **Fuji Electric Co., Ltd.)

はじめに $L1_0$ -FePt は 7×10^7 erg/cm³ 程度の大きな一軸磁気異方性を有し^{1,2)}, そのグラニューラ垂直磁化膜は次世代磁気記録媒体の有力候補と目されている. 実用化に向けては, $L1_0$ -構造の c 軸が面内に配向したバリエント成分を無くすことが求められる. これまでに, 50 at. %Fe 以上の高濃度 Fe 組成の単結晶膜³⁾やグラニューラ膜⁴⁾でバリエントの存在が報告されているが, その組成依存性や磁気異方性に対する影響は解明されていない. そこで我々は, $L1_0$ -FePt 膜の低温形成に有効な超清浄雰囲気中のスパッタ法⁵⁾を用いて種々の組成の $L1_0$ -FePt 多結晶膜を形成し, バリエント成分の組成依存性と, それが磁気異方性に与える影響を調べた.

実験方法 試料は, 超高真空マグネトロンスパッタ装置を用いて形成した. 多結晶 FePt は, 2.5 インチガラスディスク上に, (001)配向した MgO 多結晶膜等の下地膜を形成し, その上にエピタキシャル成長させた. FePt の組成は, ラザフォード後方散乱分光により分析した. 結晶構造解析には面直および面内 X 線回折 (XRD) を用いた. 磁気異方性定数 $K_u (= K_{u1} + K_{u2})$, K_{u1} および K_{u2} はそれぞれ 1 次, 2 次の一軸磁気異方性定数は, 異常ホール効果による磁化方位検出を利用して磁気トルク波形を測定して求めた (最大印加磁界 7 T).

結果及び考察 Fig.1 に K_u および規則度 S の Fe 組成依存性を示す. なお, 組成による c 軸の配向分散に顕著な差は認められなかった. K_u および S は Fe 組成の増加とともに増加し, 50 at. %組成付近で最大値を示した. さらに Fe 組成を増加させると, K_u および S は低下するものの, S の低下に対して K_u の低下が大きいことがわかった. また, K_u の低下にともない K_{u1} に対する K_{u2} の割合が増加していた. Fig.2 は面内 XRD 測定の結果から得られた, バリエント成分の規則線である FePt(001)面の回折強度と, FePt(110), (200), (220)面の回折線から Williamson-Hall plot を用いて算出した結晶の相対歪の Fe 組成依存性である. Fe 組成の増加にともない, 50 at. %Fe 組成以上の組成域では FePt(001)面の回折強度が顕著に増加しており, 相対歪も増加していた. これは, 低 Fe 組成からバリエントは形成されており, Fe が 50 at. %を超えるとバリエントが急激に増加することを示している. 高 Fe 組成でのバリエント成分の増加は K_u の低下とよく対応している. また, K_{u2} の増加はバリエント領域の大きさがスピンの交換長より短いため, 磁化が高次の対称性のエネルギー障壁を感じるためであると考えられる.

参考文献 1) R. F. C. Farrow, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **79**, 5967 (1996)., 2) S. Okamoto, *et al.*, *Phys. Rev. B*, **66**, 024413 (2002)., 3) K. Barmak, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **95**, 7501 (2004)., 4) H. Ho, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **116**, 193510 (2014)., 5) T. Shimatsu, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **109**, 07B726 (2011).

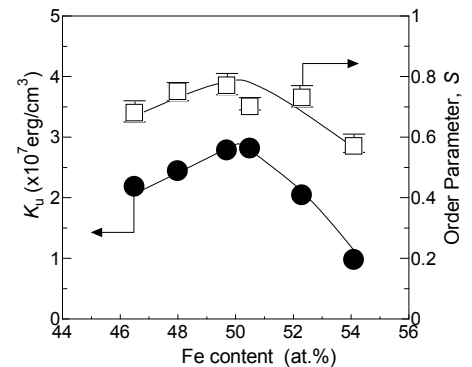


Fig.1 Fe content dependence of K_u and S .

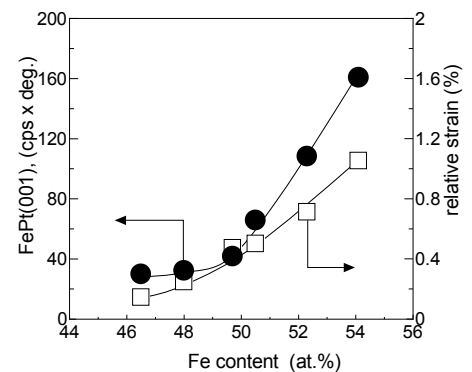


Fig.2 Fe content dependence of integrated FePt(001) peak intensity and relative strain.

スパッタ法と急速昇温熱処理による L1₀-FeNi 相の形成

田代 敬之、水口 将輝、小金澤 智之*、佐藤 和久、今野 豊彦、高梨 弘毅
(東北大学金研、JASRI-SPring-8*)

Formation of L1₀ phase for FeNi by sputtering and rapid thermal annealing
T. Y. Tashiro, M. Mizuguchi, T. Koganezawa*, K. Sato, T. J. Konno, K. Takanashi
(Tohoku Univ. IMR, JASRI-SPring-8*)

はじめに

L1₀型の結晶構造を示す磁性材料は高い一軸磁気異方性(K_u)を発現するものが多く、FePt や MnGa などスピントロニクス分野で広く利用されている。L1₀-FeNi 合金は、安価な材料で構成されているにも関わらず比較的高い $K_u(1.3 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3)^1$ を有することから、レアアース・フリー磁石材料として期待されている。しかしながら、規則-不規則相間の形成エネルギーの差が小さいため、規則-不規則変態温度が $320 \text{ }^\circ\text{C}^2$ と低く、熱処理による規則化には膨大な時間が必要である。我々は、スパッタ法と急速昇温熱処理(RTA)³を用いた手法により L1₀相の形成を試みた。

実験方法

試料は、マグネトロンスパッタリング法を用いて MgO(001)基板上に FeNi 薄膜を形成し、その後、真空中で RTA を施した。FeNi 膜は、Fe および Ni を同時もしくは交互に積層し、総膜厚および交互積層における 1 層あたりの膜厚を変化させて成膜した。熱処理は、昇温速度および熱処理温度を系統的に変化させた。作製した FeNi 薄膜について、電子線マイクロアナライザ(EPMA)、超伝導量子干渉素子(SQUID)、X 線回折(XRD)および透過電子顕微鏡観察(TEM)により組成、磁気特性、結晶構造、組織をそれぞれ評価した。L1₀規則構造に由来する極めて強度の弱い超格子ピークの観測には、SPring-8 BL46XU の高輝度放射光を利用した XRD を行った。

実験結果

MgO 基板上に Fe および Ni を $x \text{ nm}$ ずつ積層した多層膜構造(総膜厚: 15, 30 nm)の試料について RTA を行った。これらの試料について SPring-8 で In-plane XRD を行ったところ、L1₀構造に起因する超格子ピークが明瞭に観測された。さらに、磁化曲線を SQUID を用いて測定したところ、膜面垂直方向の磁化曲線において保磁力($H_{c\perp}$)と残留磁化($M_{r\perp}$)が観測された。観測された超格子ピークおよび基本ピークの積分強度比から算出した規則度(S)と磁化曲線で観測された $H_{c\perp}$ と残留磁化比($M_{r\perp}/M_s$)を Fig. 1 にまとめた。多層膜試料における $H_{c\perp}$ および $M_{r\perp}/M_s$ は、 S に対して正の相関を持つことが分かった。また、TEM 観察から規則相は膜中に分散して存在しており、それらに起因して $H_{c\perp}$ や $M_{r\perp}/M_s$ が現れると考えられる。

参考文献

- 1) J. Paulevé *et al.*, J. Appl. Phys. **39**, 989 (1968).
- 2) K. B. Reuter *et al.*, Metall. Trans. A **20** (1989) p. 719.
- 3) M. Mizuguchi *et al.*, APL Mater. **1** 032117 (2013).

謝辞

本研究は、文部科学省元素戦略磁性材料研究拠点(ESICMM)の助成を受けて行われた。

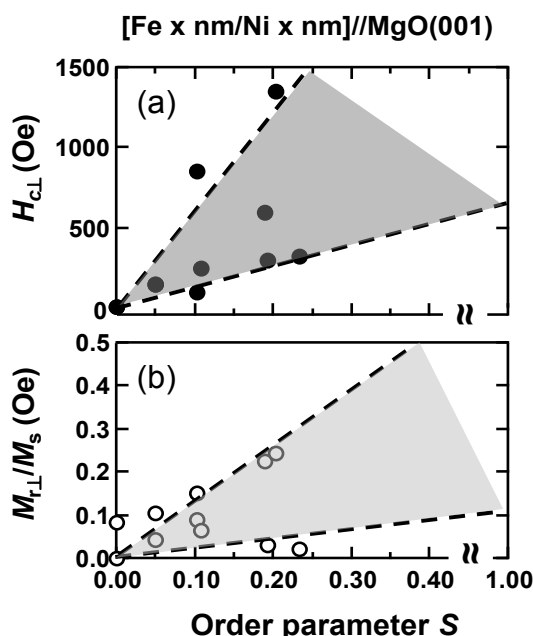


Fig. 1 (a) Coercivity ($H_{c\perp}$) and (b) remanence magnetization ratio ($M_{r\perp}/M_s$) of Fe/Ni multilayer as a function of order parameter (S).

Pd-Sb 添加 L1₀-CoPt 薄膜の結晶配向性と磁気特性

狩野智弘・柿崎浩一・神島謙二
(埼玉大学大学院理工学研究科)

Crystal orientation and magnetic properties of Pd-Sb added L1₀-CoPt thin films

T. Kanou, K. Kakizaki, K. Kamishima

(Graduate School of Science and Engineering, Saitama University)

1. 緒言

磁気記録において従来の記録方式では記録密度の向上が限界に近づきつつある中、スピントロニクスを応用した各種メモリデバイスの研究が盛んに行われている。例えば、擬1次元強磁性体にスピン偏極流を流すことで磁壁が移動することが見いだされており、特定の領域の磁化方向を制御できることから、メモリとしての応用が期待されている¹⁾。そこで本研究では、スピン偏極流を作り出す強磁性電極材料として L1₀-CoPt 合金を用いた垂直磁化膜を選択し、垂直磁気異方性の発現に向けて組成および熱処理条件の最適化を行い、良質な垂直磁化膜を得ること目的とした。

2. 実験方法

成膜には、対向ターゲット型 rf マグネトロンスパッタ装置を用いた。ターゲットには Co 円板(76 mm^φ)上に Pt チップ(1 cm²)および Pd チップ(1 cm²)を貼り付けたものを用い、これに Co 板(1 cm²)上に粒状の Sb を配置したものを使用した。チャンバー内を 2.5×10⁻⁶ Torr 以下に排気後、Ar ガスを導入し、ガス圧を 1.0×10⁻² Torr とした。投入電力は 4.4 W/cm² とし、合成石英基板上に常温にて成膜した。成膜後、減圧下水素気流中(10 sccm)、500~700℃で1時間熱処理を行い、試料を得た。

3. 結果および考察

Fig.1 は、減圧下水素気流中 600℃で1時間熱処理した Sb/Pd 比の異なる PdSb-CoPt 薄膜の X 線回折図を示す。L1₀ 規則相由来の(001)および(110)面からの回折線が観測され、全ての試料において fct-CoPt 相の生成が確認できる。特に Sb/Pd 比が 2.2 の試料では(001)面からの回折線のみが現れており、(001)面が膜面内に強く配向した膜となる。

Fig.2 はこれらの PdSb-CoPt 薄膜の磁化値および保磁力の Sb/Pd 比依存性を示す。保磁力についてみると、Sb/Pd 比が 2.0 以下では磁氣的に等方な膜であるが、それ以上の試料では膜面垂直方向の保磁力が増大する一方で膜面内方向の保磁力は減少し、垂直磁化膜となる。これは fct-CoPt の磁化容易軸である[001]方向が膜面垂直方向に配向したためと考えられる。一方、磁化値は Sb/Pd 比の増加に伴い減少し、2.2 の試料で最小値となる。これは Sb/Pd 比が 2.2 の試料で規則化が最も進行したためと考えられる。以上の結果から Sb/Pd 比 2.2 において良質な垂直磁化膜が得られた。

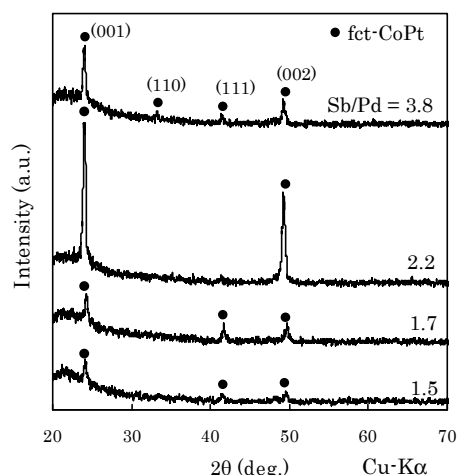


Fig.1 XRD patterns of PdSb-CoPt thin films deposited with various Sb/Pd ratio, then annealed at 600°C for 1h. in H₂.

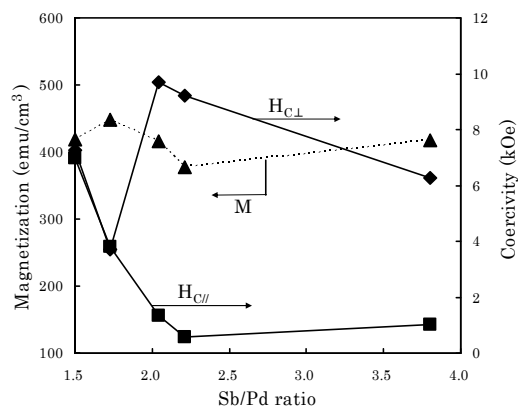


Fig.2 Dependence of magnetization and coercivity on Sb/Pd ratio for PdSb-CoPt thin films annealed at 600°C for 1h. in H₂.

参考文献

- 1) A. Yamaguchi, T. Ono, S. Nasu, K. Miyake, K. Mibu, T. Shinjo: Phys. Rev. Lett., **92** (2004) 077205.

カーボンナノチューブに内包された FePt 微粒子の組成制御

前田知樹, 牟田亮, 高瀬祥, 藤原裕司, 佐藤英樹, 前田浩二, 神保睦子*, 小林 正
(三重大, *大同大)

Composition control of FePt particles in carbon nano-tube

T. Maeda, R. Muta, S. Takase, Y. Fujiwara, H. Sato, K. Maeda, M. Jinbo, T. Kobayashi, (Mie Univ, *Daoud Univ)

1. まえがき

FePt 微粒子はその組成や構造によって軟磁性や強磁性など様々な性質を示し、その応用範囲は広く、近年は医療分野への応用も広がっている¹⁾。FePt 微粒子はカーボンナノチューブ (CNT) に内包させることで磁気力顕微鏡の探針や磁気ハイパーサーミアなどへの応用が期待できる。しかし、磁気力顕微鏡では高保磁力、磁気ハイパーサーミアでは低保磁力が適している等、応用形態により求められる磁性は異なる。そこで、本研究では CNT に内包された FePt 微粒子の組成を制御について検討した。

2. 実験方法

FePt 合金触媒はマグネトロンスパッタリング装置により、Si 基板に成膜した。Fe ターゲット上に Pt チップを配置した複合ターゲットを使用しており、Pt チップの枚数により FePt 組成を制御した。CNT の成長には MPECVD 法を採用した。構造解析は TEM、SEM、磁気特性は AGM と VSM を用いて評価した。

3. 実験結果

Fig.1 に CNT 先端に内包されている微粒子の代表的な TEM 画像を示す。触媒に用いた FePt の組成比は Fe77at.%Pt23at.% である。この画像から MPECVD 装置を用いて成長させた CNT の特徴である bamboo 構造が確認できる。本研究において CNT の成長が確認された基板では、全ての CNT 先端に微粒子の存在が確認されている。

Fig2 に TEM 画像から測定した CNT に内包されている微粒子の粒径ヒストグラムの比較を示す。FePt 触媒の組成比、Fe77at.%Pt23at.%の結果において、FePt 膜厚が増えるに従って分布のピークは減少しており、膜厚増加と粒径平均の減少が対応していることがわかる。本研究では水素処理時間、触媒金属は変えていないので、微粒子径の変化は触媒膜厚の変化が原因と考えられる。

触媒組成比 Pt23at.%と Pt0.8at.%のデータを比較すると、同じ膜厚であるにも関わらず、Pt0.7%の触媒を用いて作られた CNT 内包微粒子のほうが粒径の分散が抑えられていることがわかる。このことから、粒径分布に FePt 触媒の組成依存性があると考えられる。

当日は磁気特性の膜厚と触媒組成依存性およびさらに詳細な構造解析の結果について報告する。

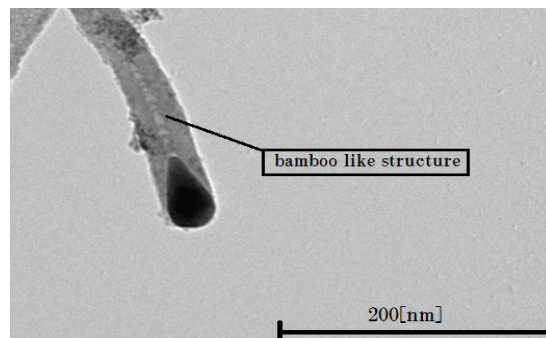


Fig.1 Typical TEM image of CNT which was grown on Si/FePt10nm.

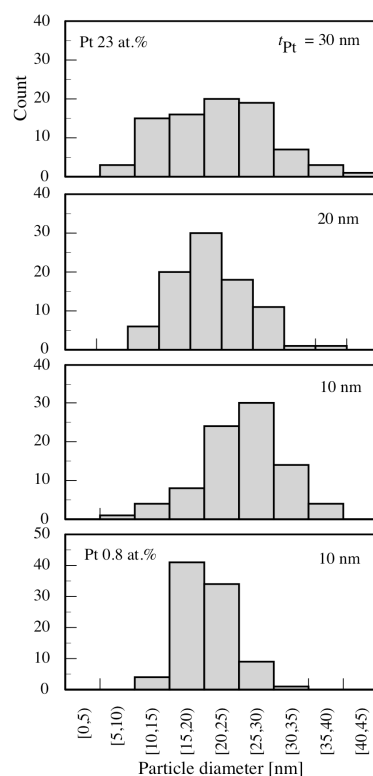


Fig.2. Distribution of diameter of FePt particles.

参考文献

- (1) Q. A. Pankhurst, et al : Appl. Phys., 36, R167-R181(2003).

立方体形状 $L1_0$ -FePt ナノ粒子の基板上での磁場配向に関するモデル計算

山本真平

(京都大学物質-細胞統合システム拠点)

Model Calculations on Magnetic Field Alignment of Cubic-Shaped $L1_0$ -FePt Nanoparticles on Substrate

S. Yamamoto

(iCeMS, Kyoto University)

はじめに

$L1_0$ 規則構造を有する FePt は CoCr 系合金の 10 倍以上も高い磁気異方性定数 K_u (約 7×10^7 erg/cc) を有することが知られており、そのナノ粒子は 1 Tb/inch^2 を超える将来の超高密度記録媒体の有力な候補である。我々は“ SiO_2 -Nanoreactor 法”と呼ばれる全く新しい合成ルートを用いることにより、大きさが均一で磁気特性に優れ、かつ水溶液・有機溶媒に安定に分散する $L1_0$ -FePt ナノ粒子を合成することに成功している¹⁾。

$L1_0$ -FePt ナノ粒子の磁気記録媒体への応用を考えた場合、その磁化容易軸を基板垂直方向に配向させることは極めて重要な課題である。溶媒中に安定分散した $L1_0$ -FePt ナノ粒子を基板上に展開し外部磁場で配向させる手法は簡便性に優れた利点を有するが、十分な配向度を得るためには 100 T 以上もの極めて高い磁場が必要となる問題があった²⁾。本研究では、立方体形状を有する $L1_0$ -FePt ナノ粒子の磁場配向に関するモデル計算を行い、得られた結果を球状 $L1_0$ -FePt ナノ粒子の場合と比較した。

モデル

立方体形状 $L1_0$ -FePt ナノ粒子として、辺の長さが a (nm)、磁化容易軸が面に垂直となるモデル粒子を考える(Fig.1(a))。粒子の表面は適当な界面活性剤で被覆されており、溶媒に安定分散する。立方体形状のナノ粒子分散液を基板上に展開・溶媒を蒸発させることにより得られるナノ粒子は、基板表面に面で接することが知られている³⁾。粒子形状に由来する特徴であり、立方体形状 $L1_0$ -FePt ナノ粒子の場合も同様であると考えられる。そのため、球状粒子の場合とは異なり、溶媒蒸発後の粒子の磁化は基板に垂直または平行の配置しか取ることができない(Fig.1(b)および(c))。本発表では、磁化が基板に垂直となるために必要な角度条件(α , 溶液中で粒子の磁化と外部磁場のなす角度)および外部磁場条件について検討した結果を報告する。

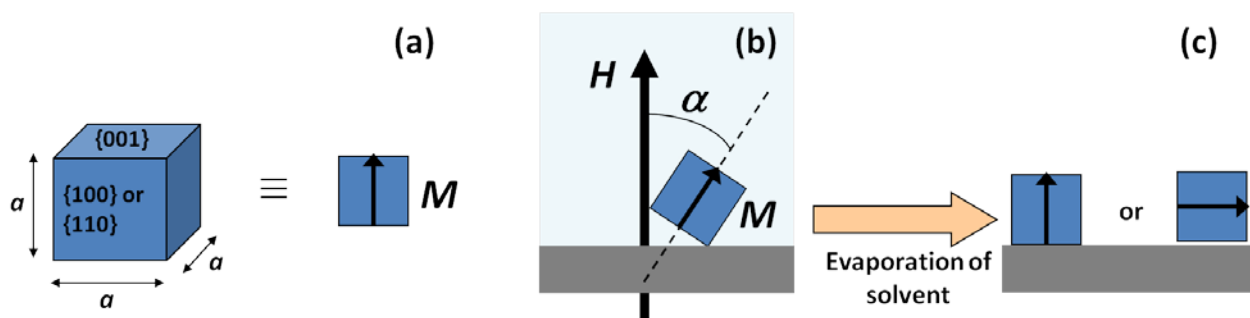


Fig. 1 (a) Schematic representation of (a) the cubic-shaped $L1_0$ -FePt nanoparticle with an edge length of a nm, and the cubic-shaped $L1_0$ -FePt nanoparticle on substrate (b) before and (c) after evaporation of the carrier solvent. Here, M , H and α represent magnetization of the particle, external magnetic field and the angle between M and H , respectively.

参考文献

- 1) S. Yamamoto et al., *Appl. Phys. Lett.* **87**, 032503(2005); S. Yamamoto et al., *Chem. Mater.* **18**, 5385(2006).
- 2) J. A. Bain and W. F. Egelhoff Jr *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 242508
- 3) 例えば S. Yamamuro and K. Sumiyama *Chem. Phys. Lett.* **418** (2006) 166.

FePt@PbS-コア@シェル型ナノ粒子のサイズ制御と磁気特性

山本真平

(京都大学物質-細胞統合システム拠点)

Size-controlled synthesis and magnetic properties of FePt@PbS-core@shell nanoparticles

S. Yamamoto

(iCeMS, Kyoto University)

はじめに

非磁性材料を用いた表面修飾により、磁性ナノ粒子の磁気特性を制御する試みは古くから研究されてきた¹⁾。磁性ナノ粒子と非磁性材料ナノ粒子からなるヘテロダイマー型粒子では接触界面が小さいため磁気特性には余り変化が見られない。一方、磁性ナノ粒子表面を非磁性材料で被覆するコア@シェル型粒子では大きな接触界面を反映して、磁気特性が大きく変化する事が知られている²⁾。しかしながら、非磁性材料シェル形成による磁気特性変化に関しては報告されているものの、シェル相の膜厚の変化が及ぼす影響を検討した例はない。本研究では、FePt ナノ粒子の表面に様々な膜厚の PbS を被覆した FePt@PbS コア@シェル型ナノ粒子を合成し、その構造・磁気特性について評価した。

実験方法

コアとなる FePt ナノ粒子は、Sun らの方法³⁾で合成した直径 3.73 nm のものを使用した。FePt ナノ粒子表面での PbS シェル形成は、アルゴン雰囲気下、FePt ナノ粒子、PbO、オレイン酸、イオウをトリ-n-オクチルアミン中で反応させることにより行った。得られた試料の構造・磁気特性は、XRD 測定、透過型電子顕微鏡(TEM)観察、VSM による磁化測定等により評価した。

結果および考察

80-170°Cの異なる反応温度で PbS シェル形成反応を行った試料の TEM 像を Fig.1 に示す。いずれの反応温度においても FePt ナノ粒子表面に PbS シェルが生成しており、更に PbS シェル厚さが反応温度に強く依存していることが分かる。発表では合成の詳細及び構造・磁気特性について報告する。

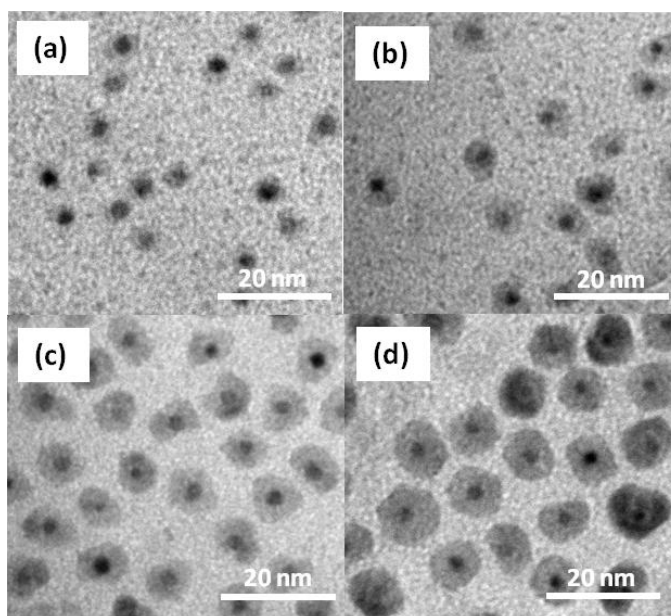


Fig. 1 TEM images of the FePt@PbS-core@shell nanoparticles prepared at (a) 80 °C, (b) 110 °C, (c) 140 °C, and (d) 170 °C for 20 min.

参考文献

- 1) 総説として、(a) Green, M. *Small* **2005**, *1*, 684. (b) Cozzoli, P. D.; Pellegrino, T.; Manna, L. *Chem. Soc. Rev.* **2006**, *35*, 1195.
- 2) 例えば、(a) Lee, J.-S.; Bondnarchuk, M. I.; Shevchenko E. V.; and Talapin, D. V. *J. Am. Chem. Soc.*, **2010**, *132*, 6382. (b) Kim, H.; Achermann, M.; Balet, L. P.; Hollingsworth, J. A.; Klimov, V. I. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 544.
- 3) Sun, S.; Murray, C. B.; Weller, D.; Folks, L.; Moser, A. *Science* **2000**, *287*, 1989.

シリカ被覆マグネタイト粒子の作成および粒子間磁氣的相互作用評価

バラチャンドラン ジャヤデワン、福永 真夕、古川 逸朗、クヤ ジョン、宮村 弘、間宮 広明*
(滋賀県立大学、物質材料研究機構*)

Preparation of Silica-coated Magnetite Particles and Evaluation of Their Magnetic Interaction
Balachandran Jeyadevan, Fukunaga Mayu, Furukawa Etsuro, Cuya Jhon, Miyamura Hiroshi, Mamiya Hiroaki*
(The University of Shiga Prefecture, NIMS*)

1. 緒言

近年、磁性ナノ粒子はがん温熱療法への利用が期待されている。しかし、磁気特性に起因する発熱量の評価や最適化を図る上で、粒子間の磁氣的相互作用が問題となっている。そのため、粒子間相互作用の無い状態での磁気特性評価が必要不可欠である。本研究では、マグネタイトナノ粒子(MNPs)表面を非磁性材であるシリカで被覆し、粒子間相互作用の影響を抑えることで、粒子本来の磁気特性の評価を試みた。

2. 実験方法

オレイン酸および1-オクタデセン中にゲーサイトを加熱することで MNPs を得た。合成した粒子をシクロヘキサンと IGEPAL® CO-520 の混合溶液に加え、その懸濁液を攪拌しながら、アンモニア水とオルトケイ酸テトラエチル(TEOS)を加え、粒子へのシリカ被覆を行った。作製した試料の粒径および形状評価には透過型電子顕微鏡(TEM)を用い、結晶構造解析にはX線回折(XRD)装置を用いた。また、表面状態解析にはフーリエ変換赤外分光(FT-IR)装置を用いた。磁気特性評価には、零磁場冷却/磁場中冷却での交流磁化率およびFORC(First Order Reversal Curve)図を用いた。

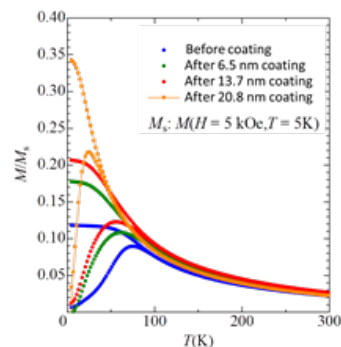
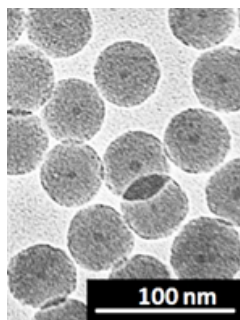


Fig. 1. TEM image of silica-coated MNPs (diameter of magnetite particles, 7.8 nm and silica shell thickness, 20.8 nm).

Fig. 2. Zero-field-cooled and field-cooled curves of silica-coated MNPs with an average diameter of 7.8 nm.

3. 結果と考察

合成した粒径 15.0 および 7.8 nm の MNPs を用いて、アンモニア水や TEOS の量、反応時間を変化させることで、膜厚 2.6–28.5 nm のシリカ被覆 MNPs の作製に成功した(Fig. 1)。また、シリカ被覆前後の MNPs の磁気特性を測定した結果、シリカ膜厚の増大と共に、零磁場冷却での温度—磁化率曲線のピーク温度(ブロッキング温度、 T_B)が減少した(Fig. 2)。さらに、粒子間相互作用の評価方法である FORC 図解析においても、相互作用磁場 H_U 方向の幅が減少した (Fig. 3)。特に、粒径 7.8 nm の MNPs において、膜厚 20.8 nm のシリカ被覆を行った結果、相互作用の無い試料の作製に成功した。よって、試料の粒子間相互作用の影響を評価する手法として、FORC 図の解析が適切であることを実験的に証明した。さらなる磁気特性解析により、磁気温熱療法に用いる MNPs の設計について、新たな指針の考案が期待できる。

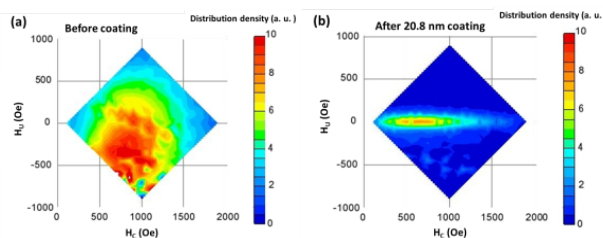


Fig. 3. FORC diagrams of MNPs (7.8 nm in diameter), (a) before and (b) after silica coating (shell thickness, 20.8 nm).

共沈法とフラックス法による(Cu,Fe)Fe₂O₄ 微粒子の作製と特性評価

Hawa Latiff、岸本幹雄、柳原英人、Sonia Sharmin、喜多英治
筑波大学数理物質科学研究科

Characterization of (Cu,Fe)Fe₂O₄ nanoparticles obtained via coprecipitation and flux methods

H. Latiff, M. Kishimoto, H. Yanagihara, S. Sharmin, E. Kita
Institute of Applied Physics, University of Tsukuba

Introduction

Magnetic nanoparticles such as magnetite (Fe₃O₄) and transition metal doped ferrites in the form of MFe₂O₄ (M= Zn, Mn, Fe, Co, Ni etc.) are promising materials with intrinsic magnetism whose stoichiometry can be manipulated to tailor their properties for specific applications. Most spinel ferrites usually crystallize into a cubic lattice structure. Copper ferrite, CuFe₂O₄, may exist in cubic and tetragonal symmetries. The structural phase transition occurs as a result of the Jahn-Teller effect and is typically accompanied by a Jahn-Teller distortion in the structure. [1-2] This lattice distortion along with its effect on the realization of ferrimagnetism as a consequence of the Cu²⁺ cationic distribution is of fundamental importance. We aim to investigate the control of lattice distortion of Cu doped spinel ferrite particles. In this paper, we report the fabrication and characterization of Cu doped spinel ferrite nanoparticles obtained by co-precipitation and the flux treatment method.

Experimental procedures

The samples were prepared with the addition of Cu²⁺ of different molar ratios to FeFe₂O₄ (Cu_xFe_(1-x)Fe₂O₄ (x=0, 3, 13, 50%)). Aqueous solutions containing Cu²⁺, Fe²⁺, and Fe³⁺ were mixed with NaOH aqueous solution to form a precipitate. The precipitate was then mixed with KBr flux, and annealed at 850°C for 3 hours. The obtained particles were then rinsed with water a few times to remove the flux. Finally, the particles were reduced by in hydrogen gas at 380-530°C for 3 hours. X-ray Diffraction (XRD) and a vibrating sample magnetometer (VSM) were used to characterize the materials.

Results

Figure 1 (a) shows the XRD pattern obtained from the sample with x=3% before reduction with H₂ gas. The confirmed hematite corundum structure is due to oxidation during high annealing temperature. After reduction, a single spinel phase could be confirmed (Fig.1 (b)). Fig. 2 shows diffraction patterns after reduction for samples with increasing Cu content (x=0, 3, 13, and 50%). Single spinel phase was obtained for sample x=0, 3, 13%. A slight peak attributable to Cu is observed when the Cu content is increased to x=50%. The crystallite sizes calculated from Scherrer's equation were in the range of 30 – 50 nm. The saturation magnetization of the sample with x=3% is 37.4 emu/g and coercivity was 171 Oe. By using this fabrication method, we were able to dope up to 13% of Cu and obtain a single phase spinel structure. All samples were cubic spinel and we were not able to find any Jahn-Teller distortion. In this case, further control in the annealing condition is necessary.

References

- 1) H. A. Jahn and E. Teller, *Proc. Roy. Soc.*, **A161**, 220-235 (1937)
- 2) T. Tanaka, S. Fukae, M. Chiba, H. Okimura and Y. Koizumi, *J. Magn. Soc. Jpn.* **20**, 265–268 (1996)ss

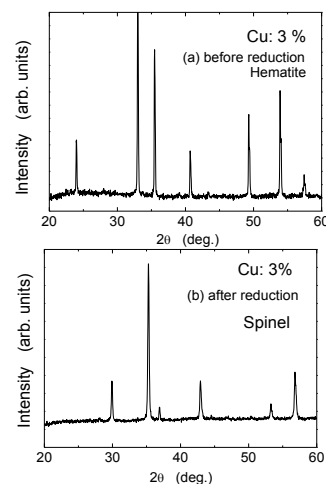


Fig.1. XRD patterns of sample x=3% (a) before and (b) after reduction with H₂ gas.

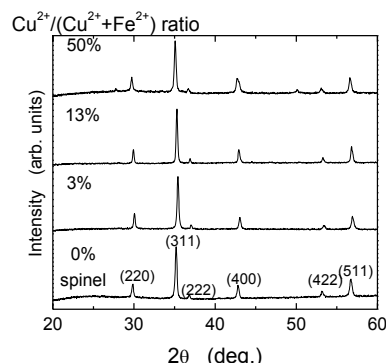


Fig.1. XRD patterns of samples x=0, 3, 13 and 50% after H₂ gas reduction.

磁性ナノ粒子分散体の交流磁化過程と発熱機構の解明

黒岩拓也,大田浩司,ハワアリマ,岸本幹雄,柳原英人,喜多英治,間宮広明^A
(筑波大学,NIMS^A)

Dynamic hysteresis loops and explication of heat generation mechanism
T.Kuroiwa,K.Ota,A.Hawa,M.Kishimoto,H.Yanagihara,E.Kita,H.Mamiya^A
(Univ.Tsukuba,NIMS^A)

はじめに

近年がんの治療法の一つとして、がんを選択的に加温する磁気温熱療法が注目されている。磁気温熱療法とは磁性ナノ粒子分散体をがんを集積させ、外部磁界の印加により発熱させ、がんを死滅させるというものである。しかし人体に印加可能な磁界の振幅には制限があるため、磁気温熱療法を実現するためには高効率に発熱するナノ粒子分散体を開発する必要がある。

液体中に分散した磁性ナノ粒子に交流磁界を印加した際の発熱機構には「磁気ヒステリシス損失」、超常磁性にみられる「ネール緩和」、粒子の回転運動による「ブラウン緩和」が考えられる。これらの発熱への寄与は印加磁界の振幅と周波数に依存する。そこで磁性ナノ粒子分散体として強磁性ナノ粒子を用い、高効率に発熱するための要員を解明する。ここでは開発した高周波磁界発生装置により計測した2種類の強磁性ナノ粒子の交流磁化過程について緩和の発熱に対する影響について議論する。

実験装置

本研究で開発した高周波磁界発生装置では、LC共振回路を用い、変圧器による入力インピーダンスの低減、また高周波装置であるためリッツ線（配線用）による導線抵抗の低減を行った。磁界発生部にはリッツ線を用いた巻数100のソレノイドコイル（径14mm,長さ30mm）を用いた。磁化検出には巻数25の8の字ピックアップコイルを用いた。検出された磁化信号をデジタルオシロスコープにより積分しMH曲線を再構築した。印加可能な磁界振幅は400kHz以下で600Oe、1MHz以下では300Oeである。¹⁾

実験結果

2種類の強磁性ナノ粒子として磁気異方性の起源の異なる、板状マグヘマイト粒子（DINP²⁾）、球状マグネタイト粒子（SCF3³⁾）のTEM写真を図1、図2に示す。板状マグヘマイト粒子は比較的粒径が大きく（30~50nm）異方的形状による磁気異方性があり、交流磁化は直流磁気ヒステリシスの影響が大きいと考えられる。一方、球状Co添加マグネタイト粒子は比較的粒径が小さく（22nm）、結晶磁気異方性が優勢で、発熱機構には緩和機構が影響していると判断される交流磁化過程を観測した。SCF2試料の高周波磁化過程の時間応答を変化させ、直流磁界でのMH曲線と比較すると、周波数による位相の遅れが影響していることが示唆された（図3）。二種の強磁性分散体の差を明らかにして、磁気緩和とブラウン緩和の寄与について議論する。

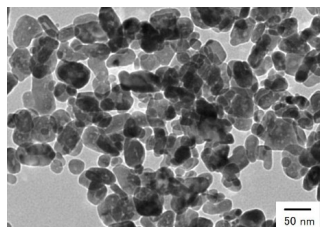


図1 楕円板状強磁性Fe₃O₄ナノ粒子 (DINP)

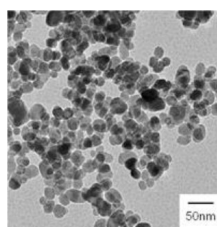


図2. 球状Co添加Fe₃O₄強磁性粒子 (.SCF3)

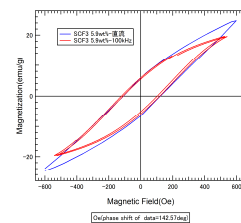


図3.SCF3(100kHz)の位相をずらしたMH曲線とDCでのMH曲線

参考文献

1)大田他 第38回磁気学会(2014)4aF-12、2) M. Kishimoto *et al.*, IEEE Mag.49 (2013)4756、3) E. Kita *et al.*, J. Phys. :D.43 (2010) 474011

ナノ強磁性粒における磁気ヒステリシス・スケーリング特性

佐藤琢磨、小林悟、X.L.Dong*、L.Zhang*、村上武
(岩手大工、中国・大連理工大学)

Magnetic hysteresis scaling for ferromagnetic nanoparticles

T. Sato, S. Kobayashi, X.L. Dong, L. Zhang, T. Murakami
(Iwate Univ., Dalian Univ. of Tech. *)

はじめに

強磁性体の磁気ヒステリシス・スケーリングは、材料特性評価や基礎物理学的観点で興味を持たれている。例えば、マイナーループのヒステリシス損失 W_F^* と残留磁束密度 B_R^* の間には、べき指数 1.4 のスケーリング則が成り立つ[1]。しかし、過去の研究では、磁化過程において磁壁の非可逆的移動が支配的なバルク材で確認されたのみである。本研究では、磁化回転が主な磁化機構であるナノ強磁性粒(粒子径~磁壁厚程度以下)のスケーリング特性を詳しく調べたので報告する。

実験方法

Fe, Co, Ni の 3 種類の強磁性遷移金属について、水素プラズマ金属反応法[2]を用いて、液体窒素急冷後(平均粒径 Fe:24±10nm (Fig.1), Co:54±9nm, Ni:41±11nm)及び水冷後(平均粒径 Fe:47±24nm, Co:94±30nm, Ni:16±4nm)の計 6 種類のナノ粒子試料を用意した。X線回折(CuK α 線)による結晶構造解析、TEM 観察、及び SQUID 磁束計による磁気マイナーループ測定(温度 10~300K)を行った。

実験結果

Fig.2 に、温度 300K のマイナーループ群から得た、各試料の残留磁束密度とヒステリシス損失の両対数グラフを示す。全ての試料で直線性を示し、両変数間にべきの関係があることが分かった。直線部を以下の式でフィットしたところ、全ての試料、温度範囲において、バルク材と同等のべき指数 $n_m=1.42\pm0.08$ を得た。

$$W_F^* = W_m^0 \left(\frac{B_R^*}{B_a} \right)^{n_m}$$

W_F^* : ヒステリシス損失
 W_m^0 : マイナーループ係数
 B_R^* : 残留磁化 B_a : 任意定数 n_m : べき指数

この結果は、ナノ強磁性粒においても普遍的スケーリング則が成立することを示している。

Fig.3 に Fe 試料におけるマイナーループ係数 W_m^0 の温度依存性を示す。低温で W_m^0 が顕著な増加を示すこと、液体窒素冷却後試料(粒子径が小)では W_m^0 が約 30% 大きいことを見出した。同様な温度依存性は Ni, Co 試料でも観測された。一方、保磁力 H_c は、Fe 及び Ni 試料では特に粒子径が大きい試料で増大が見られた。以上の W_m^0 及び H_c の結果は、磁気異方性、粒子径、粒子形態の観点から定性的に説明できると考えられる。

参考文献

- [1] S. Kobayashi, Phys. Rev. Lett. Vol. 106 (2011) 057207.
- [2] X.L. Dong etc.: J. Mater. Res., Vol.14 (1999) 398.

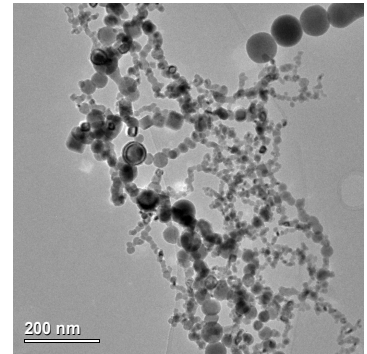


Fig.1 Transmission electron micrograph of Fe nanoparticle, obtained after Liq.N $_2$ cooling.

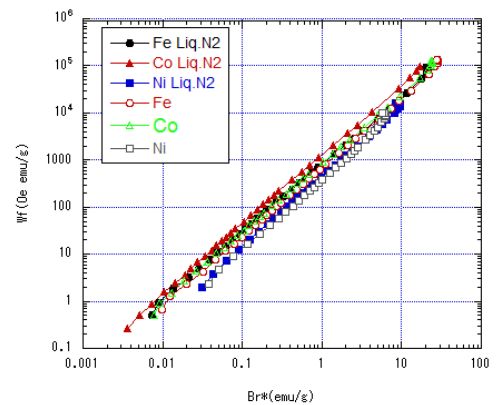


Fig.2 Relation between hysteresis loss and remanence of minor loops taken at 300K

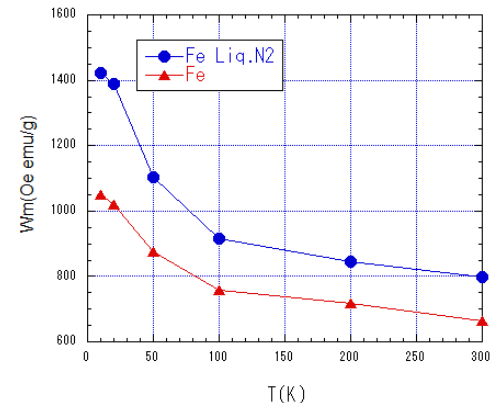


Fig.3 Temperature dependence of minor-loop coefficient for Fe samples

Fe ナノ粒子集合体のコアロス特性

金甫根、藏裕彰、渡辺弘紀、林靖、小川智之*
((株) デンソー、*東北大院工)

Core loss properties of Fe nanoparticle assembly
M. Kin, H. Kura, H. Watanabe, Y. Hayashi, T. Ogawa*
(DENSO CORPORATION, *Eng. Tohoku Univ.)

はじめに

Fe ナノ粒子集合体(FNA)は軟磁性材料等への応用が期待される材料である¹⁾。これまでFNAのコアロス特性に関する報告はなく、FNAの超常磁性や超強磁性といった磁気挙動がコアロス特性に与える影響についての議論は全くなされていない。本研究では粒径を変化させたFeナノ粒子を加圧成形することによってリング形状のFNA試料を作製し、その交流磁化測定をとおしてFNAの磁気挙動がコアロス特性に及ぼす影響について評価を行った。

実験方法

Fe ナノ粒子は $\text{Fe}(\text{CO})_5$ と界面活性剤を反応させた前駆体を溶媒中で熱分解することによって合成した²⁾。合成条件を調整することで、粒径4.0 nmと6.5 nmのFe粒子をそれぞれ作製した。作製したナノ粒子に対し減圧熱処理($\sim 10^{-2}$ Torr, 200 °C)を行い余分な界面活性剤や有機物を除去したものを成型用粉末とした。この粉末を加圧成形することでリング形状試料を作製した(図1)。以上の作業はFeナノ粒子の酸化を防ぐため、酸素濃度と水分濃度が共に1.0 ppm以下のArガス雰囲気グローブボックス中で行った。超伝導量子干渉磁力計を用いて、粉末のFNAの磁化率の温度依存性を評価した。B-Hアナライザ(岩通計測製)を用いて成形体のFNAの交流磁化曲線とコアロス进行评估した。

実験結果

磁化率の温度依存性から、粒径4.0 nmのFNAでは150 Kにおいて超常磁性転移温度(T_f)が観測され、室温では超常磁性的な振舞いを示した。一方、粒径6.5 nmのFNAでは400 K以下の温度範囲において T_f が確認されず、室温では超強磁性的な振舞いを示した。図2に成形体のFNAの交流磁化曲線($B_{\text{max}}=50$ mT, 周波数1, 100 kHz)を示す。共に交流磁化曲線の周波数依存性が小さいことから、渦電流損失はほぼ生じていないことが示唆された。これはナノ粒子表面に残存する界面活性剤がナノ粒子間を電気的に絶縁しているためであると考えられる。粒径6.5 nmのFNAでは強磁性由来のヒステリシスが観測され、コアロスは100 kHzで1488 kW/m^3 であった。一方、粒径4.0 nmのFNAの交流磁化曲線は100 kHzにおいてもヒステリシスが観測されずコアロスは測定限界以下であった。これらの結果より、超常磁性状態のFNAでは損失の非常に小さいコアを作製できることが明らかになった。

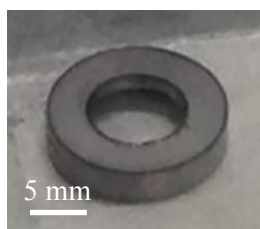


Fig.1 A ring-shaped specimen by molding FNA.

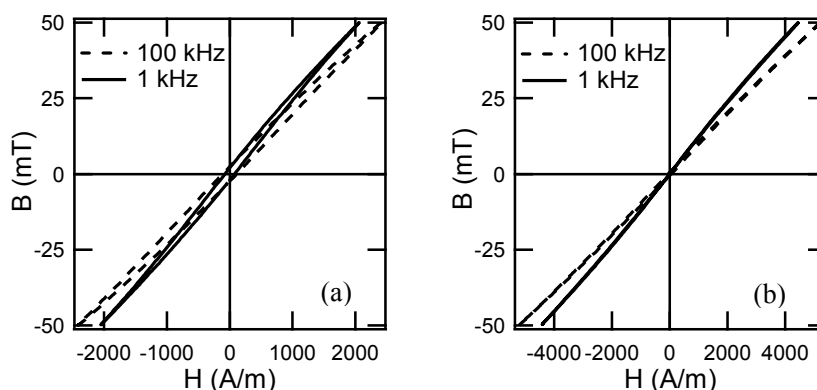


Fig.2 AC hysteresis curves of FNA with (a) 6.5 nm and (b) 4 nm in diameter.

参考文献

- 1) H. Kura *et. al.*, J. Magn. Soc. Jpn., 35, 203 (2011).
- 2) H. Kura *et. al.*, J. Phys. Chem. C 114, 5835 (2010).

オレイルアミン被覆型鉄ナノ粒子を用いた窒化鉄ナノ粒子の合成

小川智之、[○]本波優介

(東北大院工)

Synthesis of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles by using Fe nanoparticles covered by oleylamineT. Ogawa、[○]Y. Honnami

(Eng. Tohoku Univ.)

はじめに

窒化鉄(α'' -Fe₁₆N₂)は高飽和磁化(高 M_s :226 emu/g)、高結晶磁気異方性磁界(11.8 kOe)といった特性を持つことから、界面活性剤で覆われた α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子およびその集合体は様々な応用が期待されている。これまで α'' -Fe₁₆N₂ 粒子は酸化鉄を出発材料として作製されてきた¹⁾。しかし、この方法で作製された粒子は粒径のばらつきが大きく、粒子凝集が生じてしまう問題がある。そこで本研究では、界面活性剤(オレイルアミン(OAm))で覆われ、かつ、均一粒径の Fe ナノ粒子²⁾に着目し、それを出発材料とし、 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の作製を試みた。

実験方法

Fe(CO)₅ と OAm の混合前駆体を Dodecane 溶媒中で熱分解することにより Fe ナノ粒子を得た²⁾。得られた Fe ナノ粒子を H₂ ガス中で熱処理を行った。その後、NH₃ ガスを用いた窒化処理を行い α'' -Fe₁₆N₂ を作製した。試料振動型磁力計(VSM)、X線回折装置(XRD)、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて、ナノ粒子の磁気特性、結晶構造および粒径を評価した。

実験結果

最適な条件下で窒化処理を行ったナノ粒子の XRD の結果を Fig.1 に示す。これより、所望の α'' -Fe₁₆N₂ 相の他に α -Fe 相や ϵ -Fe₃N 相が混在していることが分かる。Rietveld 解析の結果、 α'' -Fe₁₆N₂ が 70%、 α -Fe が 10%、 ϵ -Fe₃N が 20%生成していた。各生成相割合と各相の M_s の文献値をもとに試料の M_s を計算すると、205 emu/g であった。一方、VSM から得られた M_s の値は 209 emu/g であり、この結果は実験誤差の範囲内で Rietveld 解析の結果と一致した。以上のことから、合成した試料は多相であることが分かった。窒化処理前後の粒子の TEM 像を Fig.2 に示す。窒化処理前後の平均粒径はそれぞれ 10.6 nm、10.5 nm であり、ほとんど変化がなく粒子凝集も起きていないことが分かった。

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託事業未来開拓研究プログラム「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得られたものです。

参考文献

- 1) T. Ogawa *et al.*, Appl. Phys. Express, **6**, 073007(2013).
- 2) H. Kura *et al.*, J. Phys. Chem. C **114**, 5835 (2010).

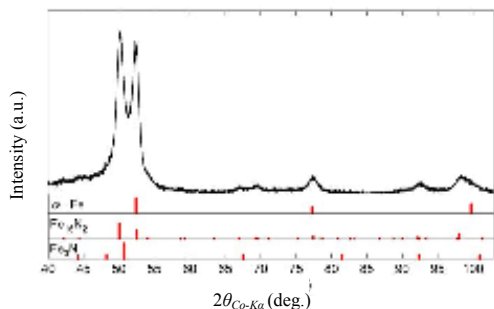


Fig.1 XRD pattern of Fe-N nanoparticles.

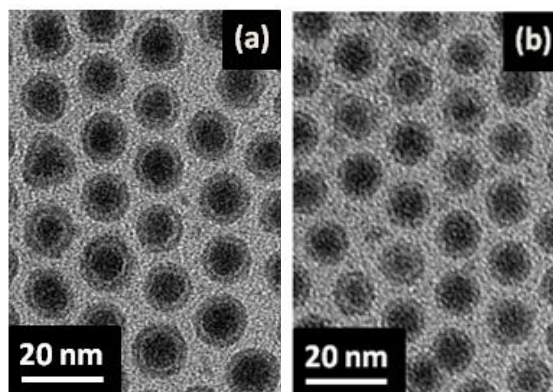


Fig.2 TEM images of nanoparticles (a) before and (b) after nitridation process.

無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の回転ヒステリシス損失解析

○飛世 正博, 小川 智之, 斉藤 伸 (東北大学)

Rotational hysteresis loss analysis for randomly oriented α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles assembly

Masahiro Tobise, Tomoyuki Ogawa and Shin Saito (Tohoku University)

はじめに

窒素侵入型化合物 α'' -Fe₁₆N₂ は室温において約 1620 emu/cm³ の飽和磁化と 10⁶ erg/cm³ 以上の一軸結晶磁気異方性エネルギーを有することが薄膜の研究から知られており¹⁾, 等方性高飽和磁化ハード磁性材料として期待されている²⁾. α'' -Fe₁₆N₂ 無配向試料を得る研究としては, Fe 酸化物あるいは水酸化物のナノ粒子を還元して Fe を作製し, 引き続き窒化することによって集合体を作製する試みがいくつか報告³⁻⁴⁾ されている. 課題は α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の異方性磁界 H_k^{ptc} を高めるとともに, 集合体中での粒子間に働く磁氣的相互作用を低減させて保磁力 H_c を向上させることである. しかしながら α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の磁気異方性や集合体中での磁氣的粒間相互作用についての定量的な報告は少なく, 無配向試料の H_c 発現起源の磁気物性に基づく理解には至っていない. 我々は Fe 系ナノ粒子では酸化部や充填率の影響で体積を正確に評価することが困難であることを鑑み, 磁性ナノ粒子ならびにその集合体の磁気特性を場の次元で評価することが適切であろうと考えた. 本講演では, α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の回転ヒステリシス損失(磁界を正回転, 負回転させた際に得られる磁気トルク曲線の差)を測定することによって, 無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の種々の特性磁界の評価を試みた結果を報告する.

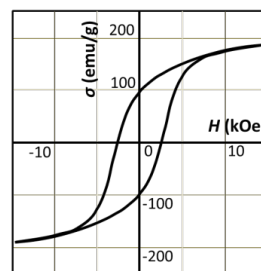


Fig. 1 Hysteresis loop of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles

実験方法

α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子は, 酸化鉄を還元・窒化して合成し無配向試料とした. 粉末 X 線回折の結果から, 合成したナノ粒子の 90% は規則化していることを確認している. 透過電子顕微鏡観察から求めたナノ粒子の粒径を用いて計算した $K_u V/kT$ は (K_u : 磁気異方性エネルギー, V : 体積, k : ボルツマン定数, T : 絶対温度) は 20000 以上であり, 今回合成したナノ粒子では特性評価における熱擾乱の影響は無視できることを確認した. 無配向試料の H_c は VSM (最大印加磁界: 14 kOe) により, H_k^{ptc} (外挿によって求められる回転ヒステリシス損失が 0 となる磁界) と H_p (回転ヒステリシス損失が最大となる磁界) はトルク磁力計 (最大印加磁界: 20 kOe) により測定した.

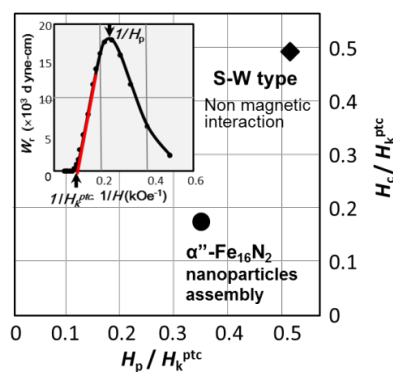


Fig. 2 Relationship between H_c/H_k^{ptc} and H_p/H_k^{ptc} of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles assembly

実験結果

Fig. 1 に無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の磁化曲線を, Fig. 2 の挿入図にその回転ヒステリシス損失曲線を示した. 今回合成した α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の H_k^{ptc} は 11.0 kOe, H_p は 3.9 kOe, H_c は 1.9 kOe であった. 薄膜で報告¹⁾ されている H_k の値 (K_u の測定値から $H_k = 2K_u/M_s$ の式を用いて算出) が 6.2 kOe であったことを考慮すると, ナノ粒子の異方性磁界は薄膜のそれよりも高い. このことは集合体が規則度の高い α'' 相ナノ粒子から構成されていることを示唆している. 集合体としての磁気特性解析をするために, Fig. 2 に無配向試料の H_p/H_k^{ptc} 対 H_c/H_k^{ptc} のグラフを示した. 丸 ● (0.35, 0.18) は実験値, 菱形 ◆ (0.51, 0.48) は磁氣的相互作用が無い場合の理論値である. 本稿に示した集合体試料の場合, ナノ粒子の磁氣的孤立性を高める方策により H_c は 2.7 倍向上の余地があることがわかる.

参考文献 1) M. Takahashi et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, **239**, 479 (2002). 2) T. Ogawa et al., *Appl. Phys. Express*, **6**, 073007 (2013). 3) E. Kita et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, **310**, 2411 (2007). 4) S. Yamashita et al., *J. Solid State Chem.*, **194**, 76 (2012).

誘電層を挿入した不平衡給電スパイラルアンテナの 小型化・高周波化の検討

青木英恵、早坂淳一*、増本博、荒井賢一*、山口正洋
(東北大、*電磁研)

Dielectric layer inserted single-feed spiral antenna for miniaturization and high frequency use
Hanae Aoki, Jun-ichi Hayasaka, Hiroshi Masumoto, Ken-ichi Arai and Masahiro Yamaguchi
(Tohoku Univ., *Denjiken)

はじめに

身の回りの移動通信機器の小型化が進み、ユビキタス電源による非接触給電・センシング技術への需要が拡大している。多機能化に対応する使用周波数帯の広帯域化により、デバイスにおける各周波数帯のアンテナ素子の占める体積率増加が問題となっている。チューニングによるアンテナ1つあたりの広帯域化が検討される一方で、4G 携帯電話システムの0.7-2.6 GHz 帯域で使用されるアンテナ素子の外形寸法は最小で数 cm との報告がある¹⁾。スパイラル形状のアンテナは磁界型アンテナとして知られ、キャパシタを含む回路の共振を利用して数 100 MHz 帯のアンテナとして動作する。これを小型化し、インダクタンス(L)やキャパシタンス(C)成分が小さくなれば、GHz 帯の共振およびそれにとまなう反射損失の減少が期待される。本研究では、さらに小さい全形 4.2 mm の超小型積層スパイラルアンテナ素子を作製し、高周波電磁気特性を評価した。また、誘電挿入層 SiO_2 が高周波アンテナ特性に与える影響について考察した。

実験方法

本研究では、まず電磁界シミュレーション(HFSS, Ver.15.0)を用いて、高周波帯で放射するスパイラルアンテナの構造を設計した。スパイラルの外形、内径、線幅、線間隔、巻数をパラメーターとして 4, 17, 32 GHz の多帯域で反射損失の極小を示す、外径 1.78 mm の小型スパイラルアンテナを設計した。アンテナは、リフトオフにより 320 nm-Pt/300 nm- SiO_2 /320 nm-Pt/基板 SiO_2 の多層構造を作製した。1 GHz における挿入層の SiO_2 の誘電率は、6, $\tan \delta$ は 0.02 であった。素子の高周波電磁気特性は、VNA(Agilent, N5244A)とウェハプローブ(Cascade microtech, Infinity GS250)により 0.1-30 GHz の範囲で評価した。

実験結果と考察

図 1 に、(a)反射損失および(b)インピーダンスの周波数依存性を示す。(a)から、反射損失の実測値(実線)と、同じアンテナモデルでの計算値(点線)は 4, 17 GHz の極小点が一致した。このアンテナは高インピーダンスアンテナであるが、反射損失の極小値におけるインピーダンスの実部は 50Ω 付近まで減少している。アンテナ部の電界分布から、低周波側ではアンテナの LC 共振、高周波側では波長共振に起因すると考えられる。アンテナの M-I-M 積層部の容量成分を減少させた結果 $t = 0.6 \mu\text{m}$ (点線)では、極小を示す周波数が $t = 0.3 \mu\text{m}$ の結果(破線)と比較して高周波側にシフトし、その変化量は C の変化量と対応することが分かった。以上、良好な性能が得られた周波数帯について、今後磁性薄膜の効果を明らかにする予定である。

参考文献

- 1) J. Kumar et.al., proc. of 2014 IEEE GCWCN, (2014) 229.

謝辞

実験の遂行にあたりご助言をいただいた、ラナジット・サイ先生および遠藤恭先生に深く感謝申し上げます。

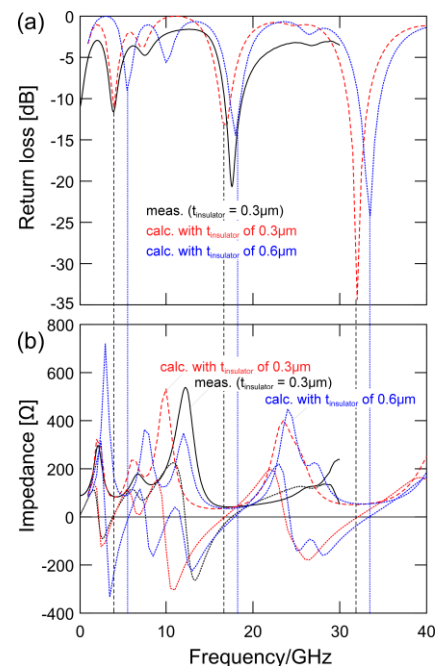


Fig.1 The frequency dependence of return loss (a) and Impedance (b).

二つ折り型携帯電話に内蔵可能な地上波デジタル放送受信アンテナ

米原正道, 若松孝志, 藤井重男, 栗巢普揮, 山本節夫
(山口大)

Terrestrial digital TV broadcast reception antenna for folding type mobile phone

M. Yonehara, T. Wakamatsu, S. Fujii, H. Kurisu and S. Yamamoto
(Yamaguchi Univ.)

はじめに

地上波デジタル TV 放送を携帯電話端末でフルセグ受信するためのアンテナが必要とされている。受信周波数は 470 - 710 MHz と広く、比帯域(所要帯域幅を中心周波数で割った比率)は 40%にも達する。この値は通信用(約 20%)と比較して大きい。加えて、自由空間での波長は約 50 cm なので、携帯電話端末の筐体に内蔵可能なアンテナを設計することは難しく、アンテナ利得が犠牲になりがちである。そうした状況の中、フェライトの透磁率と誘電率による波長短縮効果を活用すべく、棒状フェライトの中心に電極を貫通させた「貫通電極構造」のアンテナが提案された¹⁾。しかし、このアンテナでは高周波で磁氣的損失の低い六方晶フェライトが不可欠であったため、本研究では一般的なスピネルフェライトを使用したアンテナの実現可能性を検討した。

アンテナの構造

アンテナの設計・解析は、三次元有限要素法に基づく高周波電磁界解析シミュレータ(HFSS, Ansoft 社)で行った。高 UHF 帯で磁氣的損失が急激に増大する特性のスピネルフェライトの使用を可能にするために、Fig.1 に示すように角棒状フェライトの側面に電極を配置した構造(上部電極構造と呼ぶ)のアンテナを考案した。電極を中心部からフェライト上部に変更する事で、電極周辺に占めるフェライトの割合を減少させることで磁氣的損失の影響を抑制しつつ、波長短縮効果を活用することを狙った構造である。

解析と試作の結果と考察

Ni-Zn フェライトを想定して、400 - 800 MHz においては比透磁率 8.2-10.3、比誘電率 12、磁氣損失 $\tan \delta$ 0.25-0.91 として、上部電極構造のアンテナについて電磁界解析を行い、電圧定在波比(VSWR)、ミスチャート、アンテナ利得、放射パターン(指向性)を明らかにした。加えて、実際にアンテナを試作してアンテナ特性を実測した。アンテナ利得の周波数特性と放射パターンをそれぞれ Fig.2、Fig.3 に示す。上部電極構造にした結果 Ni-Zn スピネルフェライトを使用して、所望の帯域幅にわたって高利得(-5 dBi 以上)を実現できることが、シミュレーションと実測の両方で示された。

おわりに

上部電極構造のアンテナを提案した。一般的なスピネルフェライトを使用しても、携帯電話端末内蔵型の高利得アンテナを実現できることを実証した。

参考文献

- 1) H. Aoyama, M. Gonda, S. Fujii, H. Sano, "Compact Chip Antenna for Terrestrial Digital TV Broadcasting," Hitachi Metals technical review, Vol.24, pp.29- 31 (2008).

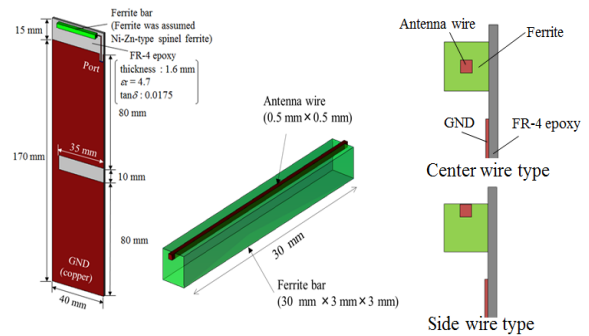


Fig.1 Structure of antenna.

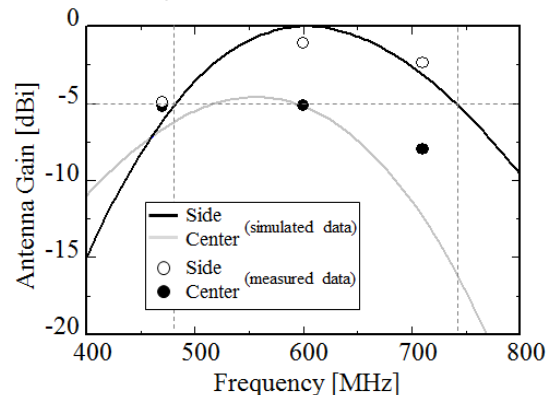


Fig.2 Frequency characteristics of antenna gain.

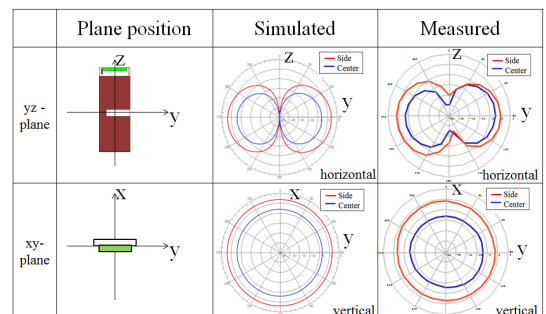


Fig.3 Radiation pattern (@ 600 MHz).

スマートフォンに内蔵可能な地上波デジタル放送受信アンテナ

米原正道, 若松孝志, 藤井重男, 栗巢普揮, 山本節夫
(山口大)

Terrestrial digital TV broadcast reception antenna for smartphone

M. Yonehara, T. Wakamatsu, S. Fujii, H. Kurisu and S. Yamamoto

(Yamaguchi Univ.)

はじめに

筆者らは、二つ折り型携帯電話に内蔵可能な地上波デジタル TV 放送受信アンテナを提案し、試作し実用的な性能が得られることを実証した¹⁾。最近、携帯電話端末の市場の主流はスマートフォンに移っている。そこで、本研究においては、スピネルフェライトを用いて、スマートフォンに内蔵可能な地上波デジタル TV 放送受信アンテナについて、有限要素法高周波電磁界解析シミュレーション(HFSS, Ansoft 社)によって検討した。

アンテナの構造

携帯電話端末に搭載するアンテナは、アンテナエレメント部だけが単独で機能するのではなく、基板 GND も含めた全体で、ダイポールアンテナ的に動作する。スマートフォンの基板 GND 部の長さは、二つ折り型携帯電話の場合よりもさらに一段と短いため、アンテナとして動作させるための実効的な長さが不足する。大きな比帯域に対応するとともに、筐体に内蔵するためのアンテナ長への厳しい制約(40 mm 以下)に加えて、基板 GND 長がさらに短い条件の中で、実用的なアンテナ利得(-5 dBi 以上)を満たす必要がある。そこで、Fig.1 に示すように、スマートフォンの基板 GND 面に、2本のスリットを互いに逆向きに入れることによって、アンテナ給電部から見たときの基板 GND 長を確保した。

電圧定在波比(VSWR)を改善するために整合回路を用いるとそこで損失が生じてしまう恐れがある。そこで、上部電極構造において、電極を角棒状フェライトへの埋め込み量を正負にわたって微調整することによって、整合回路がなくても良好な VSWR を実現した。

解析結果と考察

一般的なスピネルフェライト(400 - 800 MHz において、比透磁率 8.18 - 8.66, 比誘電率 12, 磁氣的損失 0.10 - 0.28)と、比較のために高周波において低損失なスピネルフェライト¹⁾(周波数 400 - 800 MHz において比透磁率 3 - 3.1, 比誘電率 4.6, 磁氣的損失 0.039 - 0.04, 誘電正接 0.022)を想定した。Fig.1 においてそれぞれの材料で $x = 2.3$, $x = 2.7$ とすることで、Fig.2 のようにインピーダンスマッチングすることができた。Fig.3 に示すように、設計したアンテナは 85%以上の帯域幅において-5 dBi 以上の良好なアンテナ利得を示した。

おわりに

スマートフォンに内蔵できる、地上波デジタル TV 放送受信アンテナを提案した。フェライトによる波長短縮効果の活用、GND 面へのスリット形成によるアンテナ実効長の確保、電極とフェライトの位置調整による整合によって、良好なアンテナ利得と実用上十分な帯域を両立できた。

参考文献

- 1) 米原他, “二つ折り型携帯電話に内蔵可能な地上波デジタル放送受信アンテナ,” 日本磁気学会 第 39 回学術講演会 (2015). 【発表予定】

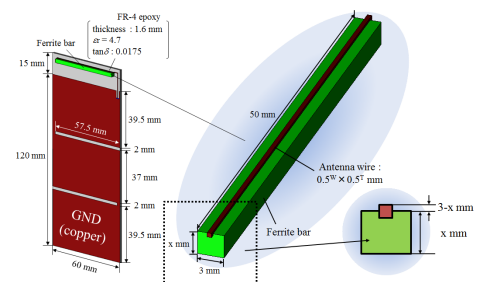


Fig.1 Structure of antenna.

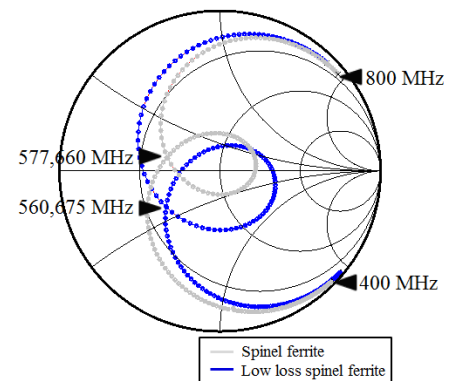


Fig.2 Smith chart.

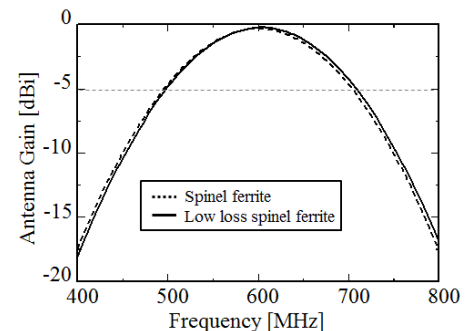


Fig.3 Frequency characteristics of antenna gain.

小型・低背型のトップマウント型アイソレータ

米原正道, 若松孝志, 藤井重男, 栗巢普揮, 山本節夫
(山口大)

Miniaturized top mount type isolators

M. Yonehara, T. Wakamatsu, S. Fujii, H. Kurisu and S. Yamamoto
(Yamaguchi Univ.)

はじめに

通信機器内部の高密度実装に伴い、搭載電子部品の小型化・低背化が強く求められている。筆者らはフェライトにおいて正円偏波透磁率(μ_+)と負円偏波透磁率(μ_-)の差が大きく取れるので電磁波を短い進行距離で曲げることができ素子の小型化に有利な、強磁性共鳴近傍を動作点とするボトムマウント型アイソレータを提案している。¹⁾しかし、ボトムマウント型の構造ではGND面側に突出部を設けるため、高密度実装の妨げとなる。そこで本研究では、素子の突出部を信号ライン側に設けたトップマウント型アイソレータを提案することを目的とした。

アイソレータの構造

アイソレータの設計・解析は、三次元有限要素法に基づく高周波電磁界シミュレータ(HFSS, Ansoft社)で行った。Fig.1に、トップマウント型アイソレータの構造を示す。伝送線路はマイクロストリップ線路として、Y-Junction部に対向するGND面を丸く切り欠くとともに、基板の上面に、線路のY-Junctionを覆うように電氣的に接地したヨークを設ける。こうした構造にすれば、Fig.2に示すように、マイクロストリップ線路において誘電体基板内に集中して伝播してきた電磁波は、Y-Junction部ではフェライト内部に浸透するので電磁波の進路を曲げることができる。

解析結果と考察

800 MHz帯において帯域幅10 MHz以上、帯域内挿入損失0.80 dB_{max}、帯域内アイソレーション8.0dB_{min}とし、2 GHz帯、4 GHz帯において帯域幅60 MHz以上、挿入損失0.80dB_{max}、アイソレーション10.0dB_{min}の実現を目指した。ヨークの直径 ϕ をアイソレータの素子サイズと定義し、 ϕ を2から10 [mm]の間で解析を行った。2 GHz帯と4 GHz帯については $\phi=2$ mmにおいて、波長の長い800 MHz帯については $\phi=6$ mmにおいて非可逆伝送特性を実現できた。得られた伝送特性は、800 MHz帯において挿入損失0.85 dB_{min}、15.2 dB(挿入損失最小時)、2 GHz帯において帯域幅12 MHz、挿入損失0.78 dB_{min}、アイソレーション12.0 dB以上、4 GHz帯において帯域幅59 MHz、挿入損失0.42 dB_{min}、アイソレーション14.1 dB以上を設計できた。

おわりに

2 GHzと4 GHz帯については素子サイズ $\phi=2$ mm、800 MHz帯については $\phi=6$ mmで、基板からの突出部高さ0.5 mmのトップマウント型アイソレータを提案した。

参考文献

- 1) 山本節夫: “アイソレータの小型化,” 日本磁気学会 まぐね, Vol.5, No.10, pp.450-456 (2010).

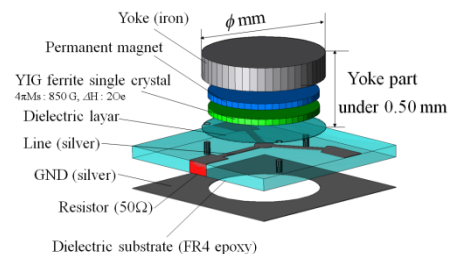


Fig. 1 Microstrip line-top mount type isolator.

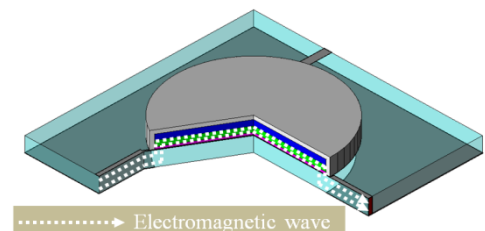


Fig. 2 electromagnetic wave propagation.

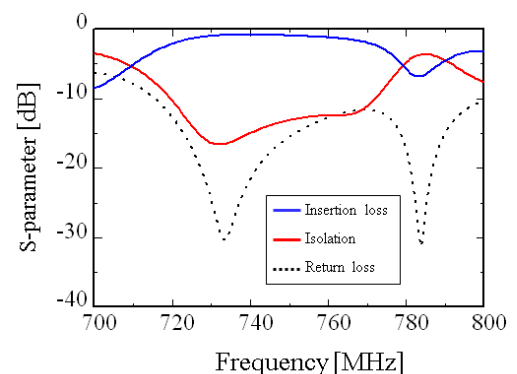


Fig. 3 Frequency characteristics of S-parameters.

広帯域 CPW トップマウント型アイソレータ

米原正道, 若松孝志, 藤井重男, 栗巢普揮, 山本節夫
(山口大学)

Miniaturized CPW top mount type isolators

M. Yonehara, T. Wakamatsu, S. Fujii, H. Kurisu and S. Yamamoto
(Yamaguchi Univ.)

はじめに

筆者らは、小型で低背なアイソレータを実現すべく、800 MHz 帯、2 GHz 帯、4 GHz 帯で動作する、強磁性共鳴近傍を動作点とするトップマウント型アイソレータを提案している。¹⁾ これは伝送線路としてはマイクロストリップ線路を用いたものであった。800 MHz 帯、2 GHz 帯では、挿入損失の更なる低減や帯域幅の更なる拡大など、非可逆伝送特性の向上が望まれる。本研究では、コプレーナ線路(CPW)を導入することによる非可逆伝送特性の改善効果について検討した。

アイソレータの構造

アイソレータの設計・解析は、三次元有限要素法に基づく高周波電磁界シミュレータ(HFSS, Ansoft 社)にて行った。Fig.1 に、今回提案するアイソレータの構造を示す。既に提案したマイクロストリップ線路をベースとしたトップマウント型の場合には、マイクロストリップ線路とY-Junctionとの接合箇所では電磁波の伝播経路が無理に大きく変わることが、非可逆伝送特性の制約につながっていると考えた。これに対してCPWを導入トップマウント型アイソレータの場合には、Fig.2 のように、信号線路とその傍に配置されたGNDと間に電磁波が集中して基板上面を伝播してくるのでY-Junctionとの接合箇所での電磁波の伝播に無理が少ないと期待される。また線路とフェライト間に誘電体が存在しないため、特性インピーダンスの低下を防げる。

解析結果

ヨークの直径 ϕ をアイソレータの素子サイズと定義し、 ϕ を1.4 から10 [mm]の範囲で変化させた。800 MHz 帯におけるSパラメータの周波数特性をFig.3に示す。CPWを用いたトップマウント型アイソレータにおいては、マイクロストリップラインを用いたもの¹⁾よりも小さな素子サイズ $\phi=4$ mmで実用的な非可逆伝送特性を達成することができた。具体的には、帯域幅26 MHz、挿入損失0.69 dB_{max}、アイソレーション10.7 dB_{min}を実現できた。2 GHz 帯については、 $\phi=2$ mmで帯域幅60 MHz、挿入損失0.51 dB_{max}、アイソレーション12.2 dB_{min}を、そして4 GHz 帯については $\phi=1.4$ mmという小型サイズで帯域幅73 MHz、挿入損失0.39 dB_{max}、アイソレーション15.2 dB_{min}を実現できた。

おわりに

強磁性共鳴近傍を動作点とするトップマウント型アイソレータにおいて、伝送線路としてCPWを導入することで、素子の小型化、非可逆伝送特性の向上、広帯域化を実現できることがわかった。

参考文献

- 1) 米原他, “小型・低背型のトップマウント型アイソレータ,” 日本磁気学会 第39回学術講演会 (2015). 【発表予定】

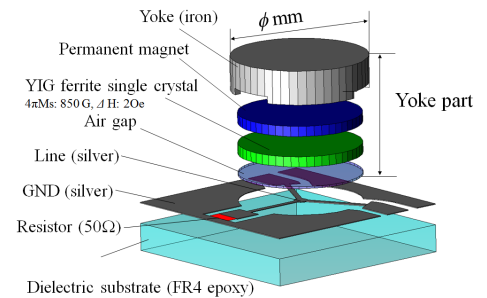


Fig.1 CPW top mount type isolator.

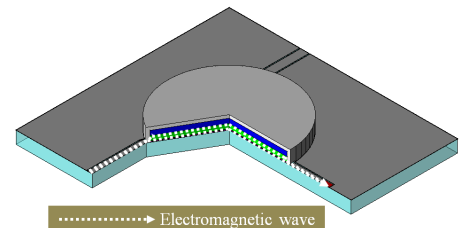


Fig.2 Electromagnetic wave propagation.

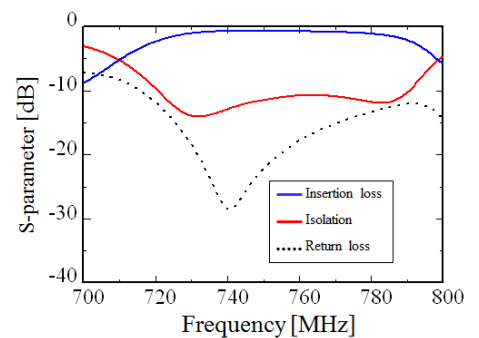


Fig.3 Frequency characteristics of S-parameters.

磁気光学効果測定を目的としたコリニア位相干渉光学系の設計

高木宏幸, 高木田 耕作, 橋本良介, 後藤太一, 井上光輝
(豊橋技術科学大学)

Design of Collinear Interference Optical System for Magneto-optic Effect Measurement

H. Takagi, K. Takakida, R. Hashimoto T. Goto, M. Inoue
(Toyohashi University of Technology)

はじめに

磁気光学効果は磁性体の磁化方位に応じて直線偏光が回転する現象である。これは磁化状態によって左右円偏光の位相差が生じるためである。位相差を高感度で測定する手法にマイケルソン干渉計があるが、参照光と物体光が別の光路を通るため、空気の揺らぎや振動等の外乱の影響を受けやすい。本研究では、参照光と物体光を同軸とすることで外乱に対して影響を受けにくいコリニア位相干渉光学系を提案し、その原理実証としてシミュレーションを用いて磁性体の位相変調の検出を行った。

実験方法および結果

本研究で提案するコリニア位相干渉光学系を図1に示す。参照光と物体光が同軸上を伝搬するため、外乱に対して影響を受けにくい。参照光と物体光の生成にはフレネルゾーンプレートを用いる¹⁾。参照光は、試験体表面(焦点距離 $f=45\ \mu\text{m}$)の一点に集光して位相の基準値となる。物体光は、フレネルゾーンプレートで回折せずに透過し、試験体に垂直に入射する。両者の反射光は、再びフレネルゾーンプレートを通じた後、同一のベクトルを伝搬することで位相干渉を起こし、試験体表面で生じる位相変調を測定する。コリニア位相干渉光学系の原理実証として、有限要素法解析ソフト(COMSOL Multiphysics ver.4.3a RF Module)を使用して電界計算を行い、干渉光強度の変化から位相差を検出できることを検討した。シミュレーションモデルはビームスプリッター、フレネルゾーンプレート、試験体、光強度測定面から構成され、入射光として同一平面の2箇所から波長 $532\ \text{nm}$ 、幅 $4\ \mu\text{m}$ の光を平行に入射する。試験体はアルミニウムの一部を鉄に置き換えた構造とし、光源の片側の入射位置に幅 $5\ \mu\text{m}$ の鉄を設けた。磁性体の磁化の大きさは、鉄の飽和偏光面回転角である $0.34\ \text{deg}$ まで段階的に設定した。物体光と参照光の干渉光強度は、光強度測定面で測定した。鉄の磁化方向は膜厚方向上下の2通りとし干渉光強度の差分値を取得した。

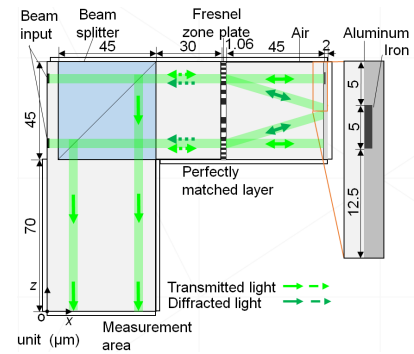


図1 コリニア位相干渉光学系

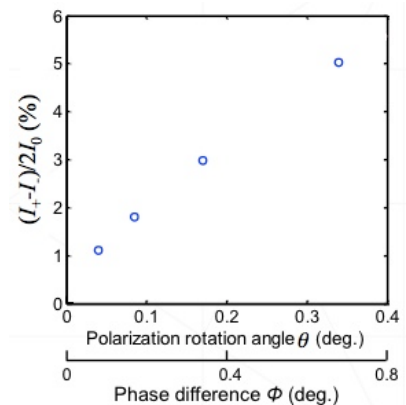


図2 位相変調検出のシミュレーション結果

磁気光学効果による位相変調のシミュレーション結果を図2に示す。図2は鉄による偏光面回転角 θ (左右円偏光の位相差 ϕ)に対する $(I_+ - I_-)/2I_0 \times 100$ の大きさである。ここで I_+ と I_- は鉄の磁化が膜厚方向上下の時の干渉光強度、 I_0 は鉄の偏光面回転角が 0 の時の干渉光強度である。図2より、干渉光強度は鉄の偏光面回転角によって変化しており、干渉光強度から磁性体の磁気光学効果を検出できることが示された。

以上より、本光学系を用いて数 μm オーダかつ、 $0.3\ \text{deg}$ 程度の位相差(偏光面回転)の磁性体の磁気光学特性を測定できると考えられる。

参考文献 1) H. Tashiro, et al., JSPE, vol. 62, (1996) 393

マルチキャビティ磁性フォトニック結晶を利用した欠陥深さ評価

橋本良介, 後藤太一, 高木宏幸, 井上光輝
(豊橋技術科学大学)

Estimation of defect depth using multi-cavity magnetophotonic crystal

R. Hashimoto, T. Goto, H. Takagi, and M. Inoue
(Toyohashi University of Technology)

はじめに

現在、安全性向上のために様々な非破壊検査が行われており、構造物の修理・交換の時期を確認するために欠陥の深さを定量的に評価することが求められる。そこで、目視のように高速で検査可能な、磁気光学(MO)イメージング¹⁾に着目した。我々は、磁区サイズが 50 nm 程度の多結晶イットリウム鉄ガーネットを磁性膜に利用することで、高空間分解能な MO イメージを取得した²⁾。一方、欠陥深さに応じて漏洩磁界の強度が変化することから、磁性膜の偏光面回転角が変化する。この変化は画像のコントラストとして取得できるため、欠陥深さの評価が可能である。漏洩磁界が被検体からの距離に応じて減衰するため、磁性膜を薄膜化する必要がある。我々は、薄膜で大きな偏光面回転角が得られる磁性フォトニック結晶(MPC)を用いて欠陥深さ評価を行った。しかし深さ評価に使用した MPC では、磁気飽和を回避するために印加磁界の調整が必要で検査時間を要し、MO イメージングの高速性が損なわれた。本研究では、漏洩磁界の減衰を逆に利用して、被検体から距離を離すことで、磁気飽和を回避できると考えた。つまりこの手法では、MPC を高さ方向に移動する必要がある。しかし、高速で MPC を移動させることは困難である。そこで、MPC を移動させずに欠陥深さを評価するために、MPC 中に磁性層を複数挿入したマルチキャビティ MPC を設計した。

実験方法・結果

有限要素法シミュレータ(COMSOL ver.4.3a)を用いて、試験体からの距離と漏洩磁界の強度の関係を調査し、磁気飽和することなく欠陥深さ 1 mm から 10 mm まで評価できる磁性層の位置を求めた。試験体には鉄を想定し、下方向から磁界を印加するための磁化器を想定した。被検体と磁化器の外側は空気とした。従来手法では、欠陥深さに応じて印加磁界を制御する必要がある。そこで、磁界制御を不要にするために、印加磁界を 220 Oe で固定し、MPC が磁気飽和しない位置を計算的に求めた。図 1 は欠陥深さと漏洩磁界強度の関係を示す。青の実線は、印加磁界を 220 Oe として、MPC を 3.1 μm だけ被検体から離れたときの漏洩磁界強度を示す。一方、赤の実線は従来通りに印加磁界を制御した場合の漏洩磁界を示す。この結果から、被検体から距離を 3.1 μm 離すことは、印加磁界を制御し、118 Oe 印加したときと同義であることが分かる。従って、距離を離れた位置に磁性層を 2 層有する MPC を作製することで印加磁界一定で、10 mm までの欠陥深さが評価できることが示唆された。次に、このようなマルチキャビティ MPC を設計した。高さ方向に約 3.1 μm 離れた位置に光学膜厚の異なる磁性層を 2 層配置した MPC を設計し、その光学特性を、マトリックスアプローチ法を利用して求めた。設計された構造は、基板/誘電体ミラー/磁性層/誘電体ミラー/スペーサ/誘電体ミラー/磁性層/誘電体ミラーである。計算において各磁性層の設計波長に対応した波長で MPC の局在が得られた。これは光源の波長を選択することで、高さが異なる位置の磁性層で MO イメージが得られることを意味している。以上より、本 MPC は波長を選択することで、対象物からの高さが異なる位置での MO イメージを取得でき、その漏洩磁界の空間的分布の違いから欠陥深さの評価ができると考えられる。

参考文献

- 1) Z. Zeng, X. Liu, Y. Deng, L. Udpa, L. Xuan, W. C. L. Shih, and G. L. Fitzpatrick: *IEEE Trans. Magn.*, **42**, 11 (2006).
- 2) R. Hashimoto, H. Takagi, T. Yonezawa, K. Sakaguchi and M. Inoue: *J. Appl. Phys.*, **115**, 17A931 (2014).

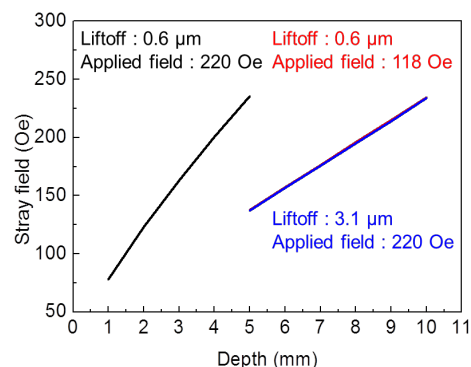


Fig. 1 The relationship between the strength of stray field and depth of defect.

カラー用磁性フォトニック結晶の設計

工藤 慧、中村和樹、酒井将生、後藤太一、高木宏幸、林 攀梅、井上光輝
(豊橋技術科学大学)

Design of Magneto Photonic Crystal for RGB Colors

K. Kudo, K. Nakamura, S. Sakai, T. Goto, H. Takagi, P. B. Lim, M. Inoue
(Toyohashi University of Technology)

はじめに

自然な 3 次元像を再生する表示方法として電子ホログラフィが注目されている。ホログラフィは物体が存在する場合と同様の光の状態を再現するため、輻輳や焦点の調節など生理的要因に負担をかけることなく裸眼で見ることができる 3 次元像を表示できる¹⁾。磁気光学 3 次元ディスプレイでは希土類置換型イットリウム鉄ガーネット(R:YIG)の垂直磁化膜に磁気情報としてホログラムを表示することで、3 次元像の単色再生を実現している。しかし、R:YIG 単層膜の回折効率は波長と膜厚に依存するため、カラー像の再生には波長に合わせた膜構造の設計が必要となる。本研究では磁気光学 3 次元ディスプレイの 1 枚の磁性メディアを用いたカラー化を目的として、磁性ガーネット膜の構造を設計した。

実験方法

赤(R)緑(G)青(B)各色にあわせた 3 枚の欠陥層を誘電体ミラーによりはさんだ反射型の磁性フォトニック結晶(magneto photonic crystal:MPC)の構造をマトリクスアプローチ法によって設計した。この構造では、各色の欠陥層に局在する光の波長を独立させることで、1 枚のメディア内で空間分割方式によるカラー像の再生を行うことができる。各層の独立性を評価するために、3 層の欠陥層中 1 層のみ磁気旋光を与えて、カー回転角および反射率の波長スペクトルを計算し回折効率を求めた。再生像の輝度は磁性膜の回折効率および参照光の強度によって決定される。参照光強度は、ISO 13406 規格で推奨されている輝度 100 cd/m² を達成するように RGB の各波長について調節を行った。各欠陥層に RGB 各波長を入射した場合の輝度値を算出し、欠陥層に対応した入射波長に対する対応していない入射波長の輝度比をクロストークとして評価した。

実験結果

設計した MPC の構造を Fig.1 に示す。各色の欠陥層上部の誘電体ミラーに対し、下部の誘電体ミラーのペア数を増加させることで、赤色光に比べ透過率の低い青色光や緑色光が奥の欠陥層まで到達し減衰してしまうことを防いでいる。RGB それぞれのピーク波長は R:620 nm、G:524 nm、B:440 nm となっており、その波長で 100 cd/m² を達成する参照光強度は R: 174.2 mW/cm²、G:7.0 mW/cm²、B:929.6 mW/cm² となる。Fig.2 に各欠陥層でホログラムを表示した場合の輝度を示す。例えば R は赤色用磁性層のみ磁気旋光を与えた結果である。クロストークの値は青色光のホログラムが赤色光で再生されるときが最大で 1.99 % であり、設計波長外の光による再生像の影響は非常に小さく、RGB ごとに像を再生できる結果を得た。今後、MPC を作製し、カラー像を実際に再生することを試みる。

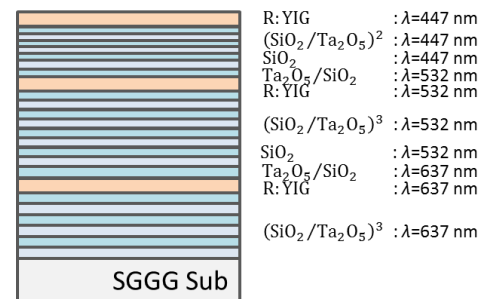


Fig.1 Structure of the MPC for RGB

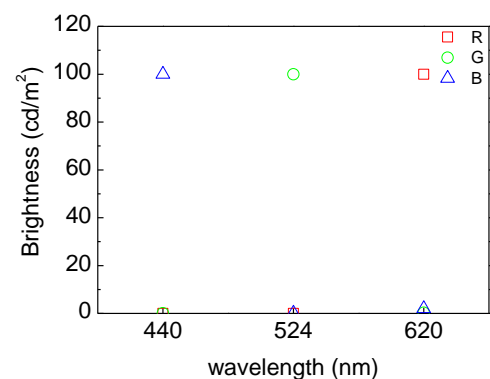


Fig.2 Wavelength dependence of brightness

参考文献 1) 三科智之, “立体電子ホログラフィー技術” 電子情報通信学会誌 93(6), 492-498, (2010)

磁性ガーネットを用いた磁気光学 Q スイッチの開発

森本凌平, 後藤太一, John Pritchard*, 吉本拓矢, 高木宏幸, 中村雄一,
Pang Boey Lim, Nicolaie Pavel**, Mani Mina*, 平等拓範**, 井上光輝
(豊橋技術科学大学, *アイオワ州立大学, **分子科学研究所)

Development of Magneto-optical Q-switch Using Magnetic Garnet Films

R. Morimoto, T. Goto, J. Pritchard*, T. Yoshimoto, H. Takagi, Y. Nakamura,
P. B. Lim, N. Pavel**, M. Mina*, T. Taira**, M. Inoue

(Toyohashi University of Technology, *Iowa State University, **Institute for Molecular Science)

はじめに

マイクロチップ固体レーザー^{1,2)}は、レーザーダイオードとほぼ同サイズでありながら、狭線幅の単一モード発振や Q スイッチ、モードロック発振による短パルス化によって、高い時間分解能、高安定性、および高尖頭値のレーザー光が望める。特に出力パルスの繰り返し周波数やパルスパターンを制御可能な能動 Q スイッチとして、電気光学効果および音響光学効果を利用したものが報告されているが、原理的に素子サイズの小型化に限界があったり、駆動装置が大型になったりという難点があった。我々は、原理的に薄膜化が可能で^{3,4)}、応答速度が極めて高速な磁気光学効果を利用した磁気光学能動 Q スイッチを提案している。磁気光学効果を使った Q スイッチの実証例はほとんど無いため、本研究では、透過率が高く、単位膜厚あたりの磁気光学効果の大きな磁性ガーネットを使用し、磁性ガーネット膜の面直方向にパルス磁界を印加することで磁気光学能動 Q スイッチングの実証を行った。

実験方法

マイクロチップ固体レーザーとは、従来は共振器長が 1 m もあるような固体レーザーを、薄片の媒質を用いることで超小型化したものを指す。ここでは基本的な動作の検証を目的として、厚み 4 mm の Nd:GdVO₄ 結晶と外部鏡に試作した磁気光学能動 Q スイッチ素子を配置すべく共振器長を 130 mm と比較的長くしているが、最終的には磁性ガーネット膜をレーザー材料に直接蒸着できることから超小型構成が望めるものである。能動 Q スイッチ素子には、ガーネット基板に、液相エピタキシャル成長法によって成膜された、膜厚 190 μm の単結晶磁性ガーネット膜を用いた。波長 1064 nm における透過率は 78 %, ファラデー回転角は 47 度であった。直径約 6 mm のヘルムホルツコイルを光軸に対して垂直に、磁性ガーネット膜を挟むようにレーザー共振器中に固定し、パルス磁界を膜に対して垂直方向に印加した。

実験結果

小型ヘルムホルツコイルに、半値幅 2.3 μs, 振幅 3 V, 繰り返し周波数 100 Hz のパルス信号を印加したところ、Fig. 1 に示すような、Q スイッチ発振出力が確認された。得られたパルス光は半値幅 50 ns, 波長 1064 nm であった。この結果により、磁性ガーネットを用いた磁気光学能動 Q スイッチングが実証された。講演会では、詳細なレーザー共振器構造および印加パルス磁界を変化した場合の発振特性についても報告する。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 若手研究 (A) No. 26706009, 挑戦的萌芽研究 No. 26600043, 科研費基盤研究 (S) No. 26220902 の助成を受けて行われた。

参考文献

- 1) T. Taira, et al., *Opt. Lett.*, **16**, 1955 (1991).
- 2) T. Taira, *Opt. Mater. Express*, **1**, 1040 (2011).
- 3) M. Inoue, et al., *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **39**, R151 (2006).
- 4) T. Goto, et al., *J. Phys.: Conf. Ser.*, **36**, 197 (2011).

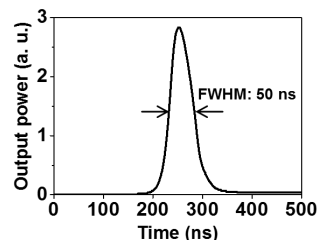


Fig. 1 Optical power of Q-switched pulse using magneto-optical garnet film. The pulse width was 50 ns at a repetition rate of 100 Hz.

磁気 Kerr 効果測定／変位校正機能を備えた 10⁻⁸ オーダの薄膜磁歪測定装置の開発

○目黒 栄, 飯田 達矢, 旗持 純, 小田切 雄介, *斉藤 伸 (ネオアーク, *東北大学)

Development of 10⁻⁸ order magnetostriction measuring system for thin film
with calibration function of displacement and measuring function of Kerr signal

S. Meguro, T. Iida, J. Hatamochi, Y. Odagiri, *S. Saito (Neoark Corp., *Tohoku Univ.)

はじめに 昨今の磁気デバイス用磁性薄膜では、要求仕様の導出のために様々な材料を用いて軟磁性を誘導する必要があり、磁歪の把握とその制御技術の確立は極めて重要である。薄膜磁歪の測定は片持支持した試料を回転磁界中に設置し磁化を磁場方向に飽和させた際の試料の反りを変位測定する方法により行われている。一般に変位量の計測には光てこ法が用いられる。10⁻⁷ 台以下の微小磁歪測定では、試料の磁極への吸引等のように測定変位に磁歪以外の成分が重畳する影響が無視できず、磁化の飽和領域を判定した上で磁歪成分を分離評価することが必要となる¹⁾²⁾。また微小磁歪を検出する光学系にはレンズ等の光学素子が用いられ、残存収差の影響を考慮すると幾何学的配置から微小な絶対変位量を算出することは精度的難しく校正が必要となる。そこで我々は光てこ光学系と縦 Kerr 効果光学系とを一体化し試料の磁化状態を判定できる機能を設け、さらに光ヘテロダイン変位計を搭載し同時計測可能とすることでナノメートルレベルの変位量校正機能も具備した新たな薄膜磁歪測定装置を開発したので報告する。

実験結果 Fig. 1 に開発した薄膜磁歪測定装置の構成図を示す。印加磁界は直交ヘルムホルツコイルを励磁して発生させ、回転周波数 30 Hz, 最大振幅 100 Oe とした。光てこプローブ光により縦 Kerr 効果も検出可能とするため、プローブレザ光を直線偏光とし、検出側では試料からの反射光を無偏光ビームスプリッタで分岐し、光てこ検出用 4 分割検出器と縦 Kerr 効果検出用偏光差動検出器にそれぞれ導いた。変位絶対値校正用の光ヘテロダイン変位計 (分解能 0.8nm) は試料に正対するよう配置し、試料の固定端近傍と解放端にビームを照射し反射光同士を干渉させた。Fig. 2 に厚さ 140 μm のガラス基板上に成膜した Ni₈₀Co₂₀ 薄膜 (膜厚 20 nm) の回転磁界下での磁歪変位量および縦 Kerr 信号を示す。磁歪変位は一軸対称性を反映し、回転磁界の 2 倍の周期で変化している。回転磁界振幅を増加させるとともに磁歪変位と Kerr 信号はともに振幅が増大するとともに波形歪が小さくなり振幅が飽和することがわかる。Kerr 信号は磁歪変位とは独立に得られるため、磁歪変位が小さい場合でも飽和領域の判断が可能である。光テコ信号の校正は磁歪変位の大きい試料を用いて行った。Fig. 3 に厚さ 140 μm のガラス基板上に成膜した Ni および NiFe 薄膜 (膜厚 100 nm) の回転磁界振幅に対する磁歪変位および Kerr 信号を示す。NiFe 薄膜は 50 Oe 以上で変位および Kerr 信号が飽和しているが、Ni 薄膜ではいずれも飽和しておらず、印加磁界が不足していることがわかる。計測された Ni₈₀Co₂₀ 薄膜の磁歪は 6.0×10⁻⁶, NiFe 薄膜の磁歪は 3.4×10⁻⁷ であった。講演では 10⁻⁸ オーダの磁歪測定についても報告する。

参考文献 1) “磁性薄膜の測定法”, トリケップス, 67 (1990). 2) T. Kawai *et al.*, *Thin Solid Films*, **519**, 8429 (2011).

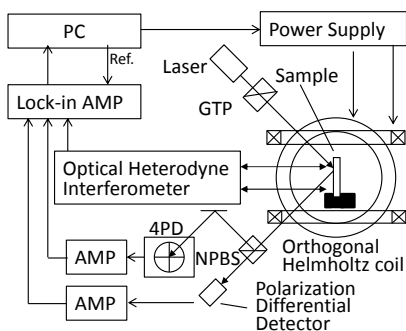


Fig.1 Diagram of the magnetostriction measuring system with calibration function of displacement and measuring function of Kerr signal.

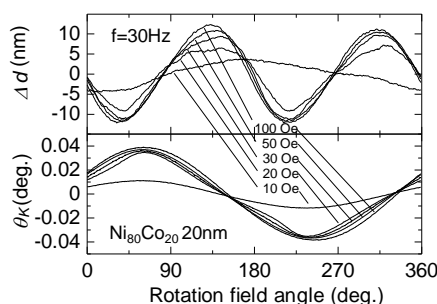


Fig.2 Relations of magnetostriction displacement Δd and the Kerr signal θ_K for the angle of the rotating magnetic field in Ni₈₀Co₂₀ film.

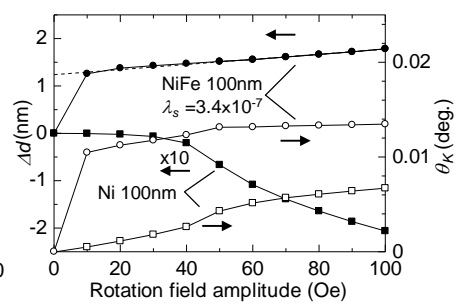


Fig.3 Relations of the magnetostriction displacement Δd and the Kerr signal θ_K for the rotating magnetic field in NiFe film and Ni film.

超常磁性探針を用いた磁場計測方向を固定した 交番磁気力顕微鏡による永久磁石の直流磁場イメージング

中山翔太, 江川元太, 木下幸則, 吉村哲, 齊藤準
(秋田大学)

Static magnetic field imaging of permanent magnet by alternating magnetic force
with a fixed measuring direction of superparamagnetic tip

S. Nakayama, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, H. Saito
(Akita Univ.)

はじめに 我々は、試料表面近傍での磁場計測が可能な交番磁気力顕微鏡 (A-MFM) を開発し、ソフト磁性探針を用いて、高密度磁気記録媒体の直流磁場の高分解能観察に成功している^{1),2)}。A-MFM は励振させた探針にその共振周波数と異なる交流磁場を印加して、探針磁化を周期的に変化させて探針試料間に非共振の交番磁気力を発生させ、この交番磁気力が誘起する探針振動の周波数変調現象を利用して、試料からの直流磁場を計測する。しかしながら、永久磁石等の極めて強い直流磁場を発生する試料の観察時には、ソフト磁性探針では、1) 強い磁気力のため表面凹凸像の取得が困難、2) 探針磁化が試料からの直流磁場により飽和し、周波数変調現象が生じない、等の問題があり、探針磁化が適切な値を持ち飽和しない探針が必要になる。これを満たす探針として超常磁性探針がある³⁾。超常磁性探針は残留磁化がなく、磁場印加方向のみに探針磁化が発生するので探針に印加する交流磁場の方向を磁場計測方向とした直流磁場計測が可能になる⁴⁾。本研究では高い磁化率を有するグラニューラー構造の FeCo(Al₂O₃) 超常磁性探針を用いて、A-MFM により永久磁石の磁場イメージングを行った結果を報告する。

方法 FeCo(Al₂O₃)系グラニューラー合金薄膜を、先端がピラミッド形状の Si 探針に 100 nm 成膜して超常磁性探針を作製した。A-MFM は市販の走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立ハイテクサイエンス製)に、交流磁場源として最大印加磁場が 3 kOe の電磁石、周波数復調器、ロックインアンプ等を加えて構成した。電磁石の交流磁場は試料面に垂直方向に印加した。観察試料として市販の FeNdB 磁石板および自作した FePt 磁石厚膜(膜厚 300 nm)を用い、探針試料間距離を種々変化させて直流磁場観察を行った。探針に印加した交流磁場の周波数は 89 Hz、振幅は 300 - 3000 Oe の範囲で変化させた。

結果 Fig. 1 に、膜面垂直方向に直流消磁した NdFeB 等方性磁石板の (a)表面凹凸像, (b)磁場強度像(ロックインアンプの振幅像), (c)磁場極性像(ロックインアンプの位相像), (d)磁場強度像のラインプロファイル, (e)磁場極性像のラインプロファイルを示す。探針に印加した交流磁場振幅は 3000 Oe、探針試料間距離は約 1500 nm である。FeNdB 磁石板は観察前に表面を研磨した。磁石板の厚さは 0.6 mm である。(c)の磁場極性像に見るように明暗の磁場の向上きと下向きに対応する消磁状態を反映した明瞭な垂直方向の磁場像が得られている。垂直磁場の強度がゼロの線(暗線)を境として位相が 180°変化する磁場極性の反転も明瞭に観察される。この暗線は、隣接する結晶粒の垂直磁化成分が反転している結晶粒界付近に表れたものと推察され、FeNdB 試料の結晶粒径は 10 μm 程度と見積もられる。結晶粒径の大きな観察試料においては、探針試料間距離を減少させると結晶粒の中央部で磁場勾配が減少するので、結晶粒界付近の磁気力信号が主となる像に変化する。なお、(e)の磁場極性像のラインプロファイルでは、位相が一定値の同極性の領域でノイズが非常に小さい。これらの結果は、ソフト磁性探針では交流磁場印加により探針磁化が回転するのと異なり、超常磁性探針では探針磁化の大きさが交流磁場の印加方向である試料面に垂直方向のみで時間変化するので、計測する直流磁場の方向が印加する交流磁場方向で決定できることを示している。講演では、永久磁石観察における汎用の磁気力顕微鏡と比較した交番磁気力顕微鏡の特徴の詳細を紹介する。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 109, 07E330 (2011). 2) 岡安 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-5 (2014). 3) 吉村 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-6 (2014). 4) 中山 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-10 (2014).

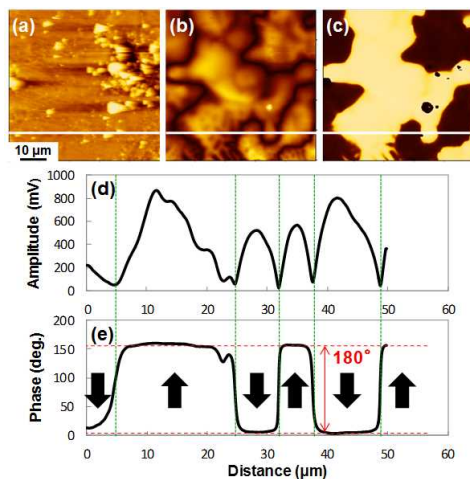


Fig.1 (a) topographic image, (b) amplitude image, (c) phase image, (d) line profile of amplitude image and (e) line profile of phase image for a NdFeB plate shaped magnet.

高保磁力 FePt 系探針の側面方向成膜による先端先鋭化と交番磁気力顕微鏡による磁気記録ヘッドの 5 nm 分解能・交流磁場イメージング

水谷広志, K. Srinivasa Rao, 郑 富, 吉村 哲, 江川元太, 木下幸則, 齊藤 準
(秋田大学)

Effective directional sputtering deposition of FePt sharp end tips for 5nm resolution imaging of writing head by alternating magnetic force microscopy

H. Mizutani, K. Srinivasa Rao, F. Zheng, S. Yoshimura, G. Egawa, Y. Kinoshita, H. Saito
(Akita University)

はじめに 我々はこれまで試料表面近傍での磁場観察が可能な交番磁気力顕微鏡(A-MFM)を開発し、ハード磁性探針を用いて磁気記録ヘッド等の交流磁場観察を行ってきた^{1),2)}。A-MFMを用いた交流磁場計測は、ハード磁性探針にその共振周波数と異なる正弦波磁場を印加することで探針振動に発生する周波数変調(FM)を利用して行う。現在開発が進められている強磁場を発生する磁気記録ヘッドの交流磁場観察を高い空間分解能で行うためには、これまで開発した保磁力が 10 kOe 程度の FePt ハード探針に対して、更なる高保磁力化および先端先鋭化が必要不可欠である。昨年我々は、FePt 薄膜の高保磁力化のために、1) MgO 添加によるグラニューラ構造化、2) FePt 結晶粒の膜面内容易軸化のための低速昇温・長時間熱処理、3) 規則化促進のための成膜中 VHF プラズマ照射、を検討し、20 kOe 以上の膜面内保磁力を有する薄膜を得た³⁾。本研究では、先端先鋭探針を開発するために、専用の磁性探針製造装置を立ち上げ、本薄膜材料を用いて作製した探針を用いて、磁気記録ヘッドを観察し交流磁場勾配像の空間分解能を評価した。

方法 FePt 系探針は、市販のピラミッド形状(先端径 10 nm)もしくは円錐形状(先端径 5 nm)の Si 探針に、イオンガンにより 4 nm 程度の表面酸化膜(FePt 系薄膜の規則化熱処理時の Si 探針母材との合金化を防止する拡散防止層)を形成し、大気に曝すことなく FePt と MgO の同時スパッタリング法で成膜して作製した。磁性膜厚は 15 - 30 nm, MgO 添加量は 35 vol.%, 規則化のための熱処理は、昇温速度を 0.1°C/秒, 700°Cでの保持時間を 120 分, とした。A-MFM は市販の大気中で観察可能な走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立/メテックイェンス製)に、周波数復調器(PLL 回路)およびロックインアンプを追加して構成した。交流磁場計測は、最初に表面凹凸を計測した後、探針を表面凹凸に応じて 4 nm リフトさせて行った。磁気記録ヘッドの励磁電流は、30 mA, 211 Hz とした。

結果 Fig.1 に、(a) 磁性探針製造装置の模式図、(b) 本装置を用いて Si 探針表面の酸化および 30 nm の FePt-MgO 薄膜の成膜を施した探針の SEM 像、を示す。比較の為、(c) 試料とターゲットが対向する一般的な成膜装置を用いて作製した探針の SEM 像も示す。一般的な装置を用いた場合に比べ、1) 探針母材の先端先鋭を損なうことなく磁性薄膜を成膜できること、図では示していないが、磁性薄膜を非常に薄くしても Si 探針表面の薄膜被覆率が高いことから、2) 探針母材に均一に成膜できること、が確認された。その要因は、(a)の模式図に示すように、1) 探針へのスパッタリングが全て一定角度の側面方向からであり、かつ探針が成膜中に回転していること、2) 拡散防止層形成・磁性薄膜成膜の連続プロセスが可能であること、によるものと考えられる。

Fig.2 に、磁気記録ヘッドを、本装置で作製した FePt 系探針を用いて観察した、(a) 表面形状像、(b) 磁場強度像、(c) 磁場極性像、それらのラインプロファイル(d), (e), (f)を示す。探針は、円錐形状 Si 探針に FePt-MgO 薄膜を 15 nm 成膜したのものを用いた。観察前に、探針の磁化が試料面垂直になるように着磁した。強度像から主磁極で強い交流磁場の発生が観察でき、極性像における 180°の位相変化から主磁極周辺での垂直磁場の極性変化が明瞭に観察できる。空間分解能を、主磁極付近のラインプロファイルの空間スペクトラムから磁気力信号がホワイトノイズレベルと等しくなる最小波長の半値と定義して求めると 5 nm 程度であった。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 107, 09D309 (2010). 2) S. Yasui et al., ICAUMS2012, 4pPS-118 (2012). 3) F. Zheng 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-3 (2014).

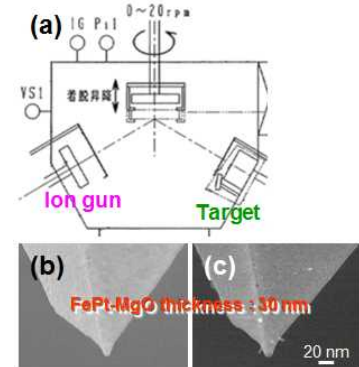


Fig. 1 (a) Schematic figure of a sputtering system for MFM tip fabrication, SEM images of FePt-MgO tips fabricated by the sputtering system (b) and typical sputtering system (c).

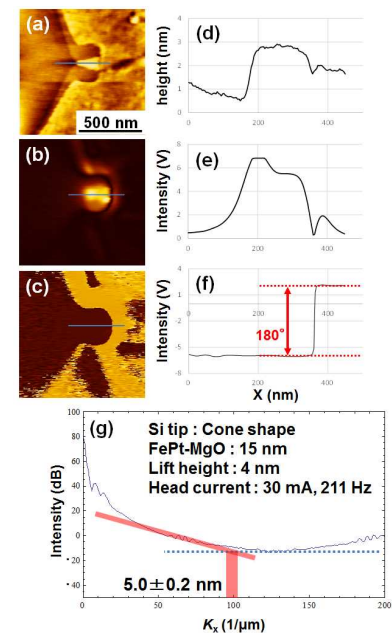


Fig. 2 Topographic image (a), amplitude image (b), and phase image (c) of the AC magnetic field, and their line profiles (d), (e), and (f). The power spectrum of amplitude image (g).

ソフト磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による 垂直磁気記録媒体の 5 nm 分解能・直流磁場イメージング

K. Srinivasa Rao, 江川元太, 木下幸則, 吉村哲, 齊藤準
(秋田大学)

5 nm-resolution imaging of perpendicular magnetic recording media
by alternating magnetic force with a soft magnetic tip

K. Srinivasa Rao, G. Egawa, Y. Kinoshita, S. Yoshimura, H. Saito
(Akita Univ.)

はじめに 近年、磁気記録媒体の高密度化に伴い、磁気力顕微鏡 (MFM) には空間分解能の向上が強く求められている。我々は空間分解能向上に有効となる試料表面近傍の磁場計測が可能な交番磁気力顕微鏡 (Alternating magnetic force microscope : A-MFM)¹⁾を開発し、媒体の直流磁場計測の高分解能化を進めている。A-MFM を用いた直流磁場計測では、加振させたソフト磁性探針に、探針の共振周波数と異なる周波数の交流磁場を印加することで探針試料間に発生する非共振の交番磁気力が、探針振動に周波数変調を引き起こす現象を利用する。A-MFM の高分解能化には計測感度が高く先鋭なソフト磁性探針の開発が重要となる。昨年、我々は新たに提案した交流磁場応答性による探針性能評価法²⁾を用いて、探針用のソフト磁性材料の探索を行い、FeCoB 系非晶質ソフト磁性探針が 100 Oe 以下の低い飽和磁場と高い計測感度を示すことを見出した³⁾。同時にこの探針を励磁するための小型のフェライトコアを開発した。さらに本研究では、先鋭な高分解能ソフト磁性探針の作製を、磁性膜を Si 探針母材の側面方向から均一に成膜できるスパッタリング装置を用いて検討した。この探針を用いて垂直磁気記録媒体を観察した結果、5 nm の空間分解能が安定して得られたので、その詳細を報告する。

方法 FeCoSiB 系非晶質ソフト磁性探針を、先端形状が異なる種々の Si 探針に磁性膜を成膜して作製した。A-MFM は市販の走査型プローブ顕微鏡(L-Trace II, 日立メテックインス製)に、交流磁場源として前述のフェライトコア、周波数復調器、ロックインアンプ等を加えてプロトタイプ機を開発した。フェライトコアの交流磁場は試料面に垂直方向に印加した。観察試料として CoCrPt-SiO₂ 垂直磁気記録媒体を用い、探針試料間距離約 2 - 3 nm として直流磁場観察を行った。探針に印加した交流磁場の振幅は 50 - 300 Oe, 周波数は 89 - 500 Hz の範囲で変化させた。

結果 Fig. 1 に、探針に交流磁場の周波数を 89 Hz として強度を 100 - 300 Oe の範囲で変化させて測定した、500 kfci の CoCrPt-SiO₂ 垂直磁気記録媒体の垂直磁場像 (フェライトコアの交流磁場信号($H_0^{ac} \cos(\omega t)$))に同期させた A-MFM 像 ($X = R \cos(\omega t)$), および記録ビット部分のラインプロファイル, および空間スペクトラムを示す。ラインプロファイルは 1 ラインのものであり、空間スペクトラムは 7 本のラインプロファイルの空間スペクトラムを平均して求めた。FeCoSiB 非晶質探針は先端径が 10 nm 以下の標準的な Si 探針に磁性膜をベタ膜換算で 25 nm 成膜したものを用いた。垂直磁場像では交流磁場振幅が 100 Oe においても記録ビットが明瞭に観察されている。

A-MFM では検出信号の正負から垂直磁場方向が上向きか下向きかを識別できるが、ラインプロファイルに見るように、媒体の垂直磁場の方向が上向きから下向きに交互に変化している様子がノイズに乱されることなく明瞭に観察されていることがわかる。また空間スペクトルからも高い S/N 比で磁気力信号が検出されていることがわかる。空間分解能を磁気力信号がホワイトノイズレベルと等しくなる最小波長の半値と定義して求めると 5 nm 程度であった。講演では、空間分解能に及ぼす磁性探針の先端形状依存性や磁性膜厚依存性、およびさらに高い記録密度の垂直磁気記録媒体についての観察結果についても発表する。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, 109, 07E330 (2011). 2) H. Qi 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-12 (2014). 3) 岡安 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演概要集, 4pA-5 (2014).

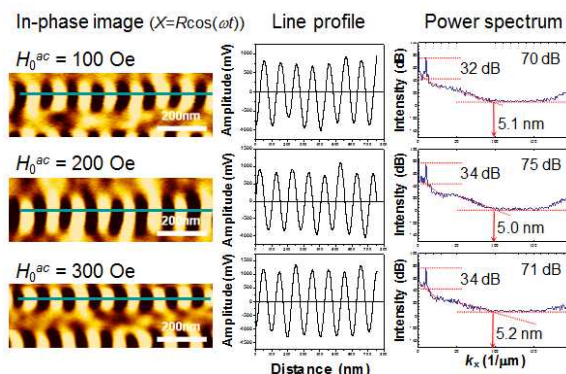


Fig. 1 In-phase image (perpendicular magnetic field image), line profile and power spectrum of a CoCrPt-SiO₂ perpendicular magnetic recording medium with different driven AC magnetic fields of tip.

磁気力顕微鏡探針の表面起伏と空間分解能の関係

香川智紀・加藤慶一・大竹充・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**

(中央大, *東京藝大, **山形大)

Relationship between Surface Morphology and Spatial Resolution of Magnetic Force Microscope Tip
Tomoki Kagawa, Keiichi Kato, Mitsuru Ohtake, Masaaki Futamoto, Fumiyoshi Kirino*, and Nobuyuki Inaba**
(Chuo Univ., *Tokyo Univ. Arts, **Yamagata Univ.)

はじめに 磁気力顕微鏡 (MFM) は、磁性探針 (MFM 探針) により試料からの漏洩磁場勾配を検出し、磁化状態を観察する装置である。MFM 探針は Si などの非磁性探針に磁性膜被覆することにより作製され、観察性能に寄与する重要な要素である。高分解能化のためには、探針の先鋭化¹⁻³⁾に加え、被覆磁性膜の表面起伏を低減させる必要がある⁴⁾。本研究では、形成温度や下地層材料を変えて Co 膜を Si 探針に被覆することにより MFM 探針を作製し、探針表面起伏と分解能の関係について検討を行った。

実験方法 膜被覆には超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用いた。先端半径が 4 nm の Si 探針に 20 nm 厚の Co 膜を室温 (RT) ~ 300 °C で被覆した。拡散防止や表面起伏制御を目的に、Si 探針と Co 膜の間に、MgO や C, W などの下地層を挿入した。被覆膜の表面粗さは探針被覆と同時に Si 基板上に形成した磁性膜を AFM 観察することにより評価した。探針形状観察には SEM を用いた。分解能評価には真空排気型 MFM 装置を用いた。

実験結果 Fig. 1 に Si 基板上に RT および 300 °C で形成した Co 膜の AFM 像を示す。RT では粒径が 10–20 nm 程度であり、表面粗さ R_a も 0.3 nm である。形成温度を 300 °C まで上昇させると、粒径が 50–100 nm, R_a も 6.6 nm まで増加している。Fig. 2 に RT および 300 °C で形成した探針の SEM 像を示す。AFM 像に対応して、RT では平坦な探針表面が実現されているのに対して、300 °C では起伏の大きな被覆膜が観察されている。このことから、300 °C で被覆した探針では、RT 被覆探針に比べ、分解能の低下や再現性劣化が予想される。Fig. 3(a) に RT 被覆探針を用いて試作垂直磁気記録媒体を観察した結果を示す。また、Fig. 3(b) に Fig. 3(a) の点線部分の信号プロファイル、Fig. 3(c) に記録ビット像に対して高速フーリエ変換を行ったパワースペクトルを示す。1000 および 1200 kFCI のいずれの記録密度においても、明瞭に記録ビット像を識別でき、パワースペクトルにおいても記録密度に対応するピークが認められる。当日は、探針表面起伏と分解能の関係について詳細に議論する。

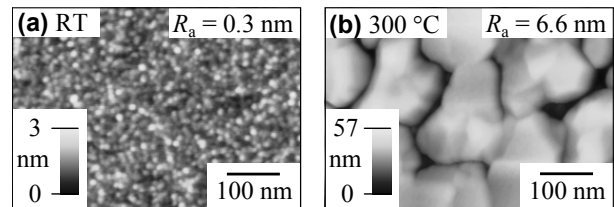


Fig. 1 AFM images observed for 20-nm-thick Co films deposited at (a) RT and (b) 300 °C.

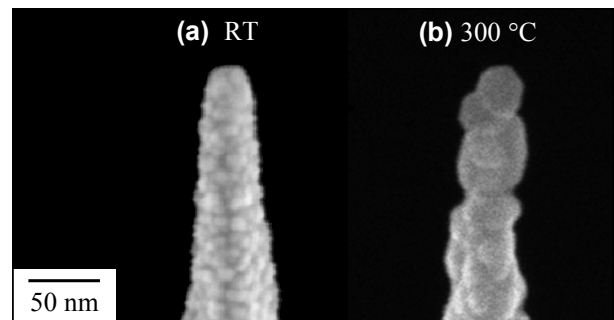


Fig. 2 SEM images observed for MFM tips coated with 20-nm-thick Co films at (a) RT and (b) 300 °C.

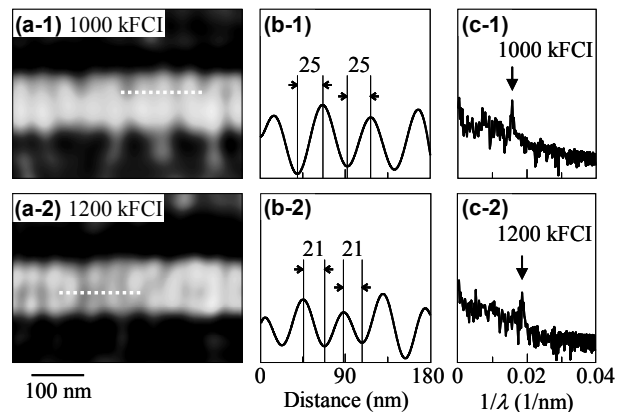


Fig. 3 (a) MFM images of a perpendicular medium recorded at (a-1) 1000 and (a-2) 1200 kFCI observed by using an MFM tip coated with 20-nm-thick Co film at RT. (b-1, b-2) Signal profiles along the dotted lines in (a-1, a-2), respectively. (c-1, c-2) Power spectra analyzed for the bit images of (a-1, a-2), respectively.

- 参考文献**
- 1) T. Yamaoka, K. Watanabe, Y. Shirakawabe, and K. Chinone: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **27**, 429 (2003).
 - 2) L. Gao, L. P. Yue, T. Yokota, R. Skomski, S.-H. Liou, H. Takahoshi, H. Saito, and S. Ishio: *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 2194 (2004).
 - 3) M. Futamoto, T. Hagami, S. Ishihara, K. Soneta, and M. Ohtake: *IEEE Trans. Magn.*, **49**, 2748 (2013).
 - 4) M. Ohtake, K. Soneta, and M. Futamoto: *J. Appl. Phys.*, **111**, 07E339 (2012).

走査型透過 X 線顕微鏡の開発

井波暢人¹、武市泰男¹、高橋嘉夫²、小野寛太¹
(¹高エネ研、²東京大学)

Scanning Transmission X-ray Microscope for Permanent Magnets
Nobuhito Inami¹, Yasuo Takeichi¹, Yoshio Takahashi², Kanta Ono¹
(¹KEK, ²Univ. of Tokyo)

はじめに

永久磁石の高保磁力化に向けて、磁石結晶粒および粒界における磁性元素およびその他の構成元素が果たす役割について研究が進められている。特に、レアメタル・レアアース材料を用いる磁石材料は、それらの元素の空間分布を調べて磁気特性に与える影響を理解することが重要である。放射光による数 nm 程度の波長を持つ単色軟 X 線を用いることで、高い空間分解能を持ったイメージングを期待することができる。加えて、X 線吸収スペクトルを得ることで元素選択的に化学状態を得ることができ、また円偏光された X 線を用いることで元素選択された磁気イメージングも行うことができる。イメージング可能な X 線顕微鏡にはいくつかの方法があるが、X 線を集光して試料を走査することによりイメージを得る走査型透過 X 線顕微鏡(Scanning Transmission X-ray Microscope: STXM)は局所分析が可能であるため磁石材料の開発に向いている。¹⁾X 線イメージング装置は磁石開発推進に有用なツールであると思われるが、コストや設置場所等の問題で、これまで国内にはほとんど導入されていなかった。海外施設にある STXM は大型装置であるため、長時間のイメージング測定において熱や振動等によるドリフトの影響が発生する。そこで我々のグループでは、そのような影響を排除するため、小型で高速な STXM の開発を行った²⁻⁴⁾ので報告する。

実装方法

図 1 に STXM 概略図を示す。X 線を集光するフレネルゾーンプレート(FZP)、高次光を選択する Order Sorting Aperture(OSA)、試料を透過した X 線を検出する PMT モジュールがハードウェアの主な構成要素である。FZP、OSA、試料、ディテクタの各ステージは、attocube 社製ポジショナーおよびスキャナーを用いることで、装置の小型化が可能となった。測定システムは、National Instruments 社製 LabVIEW を用いて構成した。試料等ステージ制御やパルスカウンタ等のリアルタイム処理、バルブ等のインターロック制御などの高速処理が必要な部分には、FPGA が搭載された NI Compact RIO を使い、LabVIEW FPGA を使用してプログラミングを行った。プログラム可能なハードウェアである FPGA を用いることで、高速処理を実現した。

実験結果

開発した STXM 装置の実証のため、Nd-Fe-B 焼結磁石の磁気イメージング測定を行った。測定は KEK Photon Factory のビームライン BL13A にて行った。BL13 の X 線のエネルギー範囲は、30 - 1600 eV である。偏光 X 線を発生することができるアンジュレータの更新により、円偏光の X 線を導入することが可能となった。測定した Nd M 吸収端における磁気イメージング像から、ドリフトによるノイズも見られず、明瞭な迷路磁区が得られることが分かった。本研究で開発した STXM 装置については、磁場印加や時間分解測定も開発中であり、今後の磁性材料研究に有用な実験手法となると考えられる。

参考文献

- 1) K. Ono, et al., IEEE Trans. Magn. 47 (2011) 2672.
- 2) Y. Takeichi, et al., J. Phys.: Conf. Ser. 502 (2014) 012009.
- 3) Y. Takeichi, et al., Chem. Lett. 43 (2014) 373.
- 4) N. Inami, et al., J. Phys.: Conf. Ser. 502 (2014) 012011.

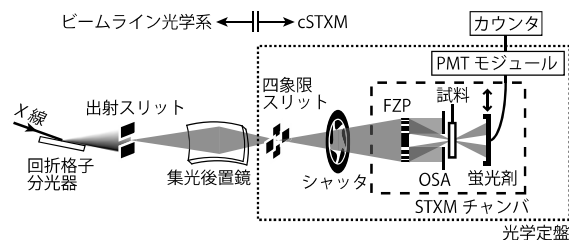


Fig. 1. Schematic image of STXM.²⁾

Si ウェハ上に作製した逆磁歪効果型薄膜歪センサの特性

横井 甫, 久保 結人, 栢 修一郎, 石山 和志
(東北大学 電気通信研究所)

Thin film strain sensor using inverse-magnetostriction effect on Si wafer

H. Yokoi, Y. Kubo, S. Hashi, K. Ishiyama
(RIEC, Tohoku Univ.)

はじめに

磁歪膜と導体層の積層構造からなる逆磁歪効果を利用した歪センサの検討を行ってきた¹⁾。このセンサは、センサ素子への歪印加時の磁化変化に伴う透磁率変化を、高周波通電時の素子のインピーダンス変化として検出する。また磁歪膜の異方性の誘導方法として、熱処理時の導体層、磁歪膜、基板の3者間の熱膨張係数差から生じる熱応力を利用している。我々はこの歪センサとMEMS技術を組み合わせ、超高感度振動センサを実現することを目的とし研究を進めている。これまでSiウェハ上に歪みセンサ素子を試作し、磁歪膜に所望の異方性が誘導できることを確認した²⁾。本報告では、本素子の諸特性の検討結果について報告する。

実験方法

素子の作製にはRFスパッタ、リフトオフ法を用いた。非磁性金属層にはMo、磁性層には $\text{Fe}_{72}\text{Si}_{14}\text{B}_{14}$ を用いた。Fig. 1に示すようにMo、 $\text{Fe}_{72}\text{Si}_{14}\text{B}_{14}$ ともに同一の1ターンミアンダ形状に製膜した。Siウェハの厚みは $200\mu\text{m}$ 、Moの膜厚は $2.0\mu\text{m}$ 、 $\text{Fe}_{72}\text{Si}_{14}\text{B}_{14}$ の膜厚は $0.7\mu\text{m}$ とした。成膜後に 360°C 、 240kA/m の回転磁場中のみで熱処理を行い、素子長手方向に異方性を誘導した。Fig. 2に歪印加の様子を示す。素子の電極側を固定し片もち梁状にして、他端にマイクロメータヘッドを押し当て上下させることで歪を印加した。インピーダンス測定はネットワークアナライザを使用した。

実験結果

周波数が 120MHz のキャリア電流を通電したときの歪み-インピーダンス特性をFig. 3に示す。歪は圧縮方向を正とした。約 $1,000\text{ppm}$ の圧縮歪印加時のインピーダンスは 7.3Ω であった。圧縮歪の減少に伴い 250ppm 付近からインピーダンスは急激に増大し、 40ppm 付近で最大値 9.9Ω となった。その後、引張歪に変化すると減少に転じ、緩やかに減少した。この歪印加範囲におけるインピーダンスの変化量は最大で 2.6Ω となり、変化率を算出したところ 36.8% となった。印加歪が $40\sim 160\text{ppm}$ の範囲で最も急峻な変化を示し、線形近似した傾きより歪感度を算出したところ、ゲージ率は $1,747$ となった。Kerr効果顕微鏡による歪印加時の磁歪膜の磁区構造変化の観察、および今回のインピーダンス測定結果との比較を行い、さらなる感度向上のための素子構造を検討する。

謝辞

本研究の一部はJST先端計測分析技術機器開発プログラム「磁気MEMSを利用した微小振動計測システムの開発」によるものである。

参考文献

- 1) Y. Suwa, et al. *IEEE Trans. Magn.* 46, 666 (2010).
- 2) Y. Miwa, et al. *IEEE Trans. Magn.* 51, 2000604 (2015).

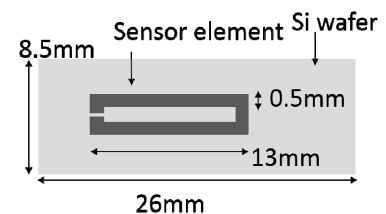


Fig. 1 Schematic diagram of the sensor element.

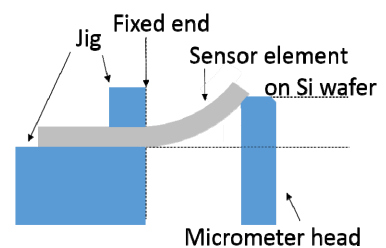


Fig. 2 Experimental setup of impedance measurement under stress.

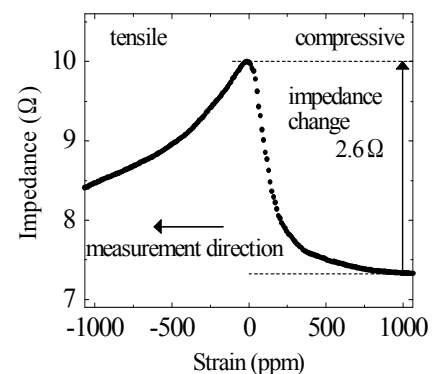


Fig. 3 Impedance change of strain sensor induced by applied strain.

磁性薄膜機能素子による電流の周波数解析

木佐貫 駿、辻本 浩章
(大阪市大)

Frequency analysis of the current by magnetic thin film functional sensors

S.Kisanuki, H.Tsujimoto
(Osaka City Univ.)

はじめに

現在、磁気センサは広く使われており、我々は磁気抵抗効果を利用した薄膜電力センサの研究を進めてきた。薄膜電力センサは従来手法による電力計に比べ飛躍的に小型化 (3mm 角程度) でき、且つ小型・軽量、安価である等の特徴を有し、交流電力、直流電力共に精度よく測定することができる。また我々は同時に本素子の持つ非接触での乗算機能を利用した新しいデバイス開発を進めている。今回、非接触で電流の周波数解析が可能であることを確認したので報告する。

実験方法

素子はパーマロイを使用し、印加磁界による抵抗変化から、印加磁界を発生させる電流と素子を通る電流の積に比例した出力電圧を取り出すことができ、乗算を非接触で実現する。Fig.1 に素子と電流の配置を示す。素子に近づけて解析対象である電流が流れる導線を配置する。素子には電流に比例した磁界が印加され、非接触で動作する。ここで解析対象の電流の成分と素子を通る電流が同周波数のとき、乗算機能によって出力電圧は直流成分と2倍周波数成分に分けられる。この直流成分はローパスフィルタによって簡単に取り出すことができる。よって素子を通る電流を周波数掃引することで、周波数解析が可能となる。また直交ミキサの技術を利用し、2つの素子に 90° 位相の異なる電流を流し、この2つの出力電圧を用いれば位相の影響を受けることなく周波数解析ができる。

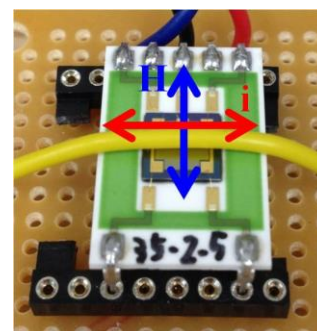


Fig.1 Magnetic thin film functional sensor

2つの素子の抵抗値は約 $32[\text{k}\Omega]$ で、それぞれに $0.03[\text{A}]$ の 90° 位相の異なる電流を信号発生器から流す。出力電圧を1000倍に増幅したのちにカットオフ周波数 $5[\text{Hz}]$ の7次ローパスフィルタによって直流成分をそれぞれ取り出す。このローパスフィルタの減衰特性がスペクトルの形状となる。

実験結果

Fig.2 に解析対象電流を ($300[\text{Hz}], 1[\text{A}]$) の矩形波電流として周波数解析を行った結果を示す。矩形波のフーリエ級数展開で表されるように、 $300[\text{Hz}]$ の基本周波数成分と奇数高調波のスペクトルを得ていることがわかる。ここで基本周波数成分を基準とすると3次高調波成分は $1/3$ 、5次高調波成分は $1/5$ 、7次高調波成分は $1/7$ であり、正しく周波数解析が行えていることを示している。解析対象の電流の成分を直流に変換するこの方式は、高周波でも直流に変換して高い分解能で解析ができることが期待される。

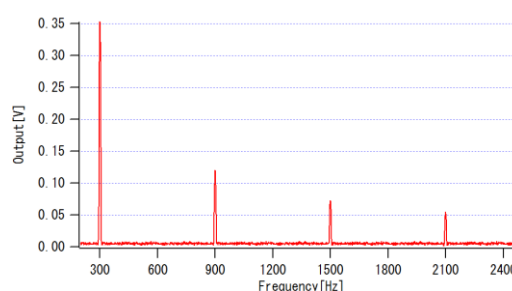


Fig.2 Frequency analysis of the square wave current ($300[\text{Hz}], 1[\text{A}]$)

参考文献

- 1) 辻本 浩章: 「磁性薄膜電力センサ」, 日本磁気学会 第197回研究会資料, p33-38 (2014年)
- 2) 松田 芳明: 「磁性薄膜電力センサによる電力計測とその温度補償に関する研究」, 修士論文, p63-88 (2014年)

電磁気的手法を利用した非接触塩分濃度計の試作と評価

Nguyen Van Toai, 曾根原 誠, 佐藤 敏郎

(信州大)

Development and characterization of non-contact salinity sensor based on electromagnetic means

N. V. Toai, M. Sonehara, T. Sato

(Shinshu Univ.)

はじめに

人口の増加および生活レベルの向上に伴い、水の需要が更に高まっている。しかし我々が実際に利用できる淡水は限られているため、水不足の問題に直面している¹⁾。この問題を解決するために海水淡水化プラントの建設が加速している²⁾。現在では、淡水化処理された水の塩分濃度を測定するためには、測定部を水中に入れるのが専らであるが、メンテナンスや安全性から非接触で測定できる手法が望ましい。そこで、著者らは電磁気的手法を利用した非接触塩分濃度計を考案した。本稿では試作および評価について報告する。

実験方法

Fig. 1 に試作された非接触塩分濃度計 (以下、センサ) の写真を示す。外側のコイルは励磁コイル、内側のコイルは8字型検出コイルで構成されており、Fig.2 に実験回路を示す。励磁コイルには、振幅 0.5 A、周波数 1 MHz の正弦波交流を印加した。Coil 1 内のパイプには空気、Coil 2 内のパイプに食塩水を入れた。食塩水には、塩分濃度 0.05 ~ 2 [%] を用い、また比較のため蒸留水も用いた。シャント抵抗 R の両端電圧と検出コイルの誘導起電力を位相検波器 (AD8032) に入れ、出力電圧 V_o を測定した。本センサの詳細な測定原理は割愛するが、Coil 2 内の食塩水の導電率 σ に依って、食塩水に誘導電流が生じ、それによる磁界により Coil 2 と Coil 1 の各端子電圧では位相差が生じ、更に8字型コイルの特徴により位相差がエンハンスされる結果になる。僅かな導電率 σ の変化に対するセンサとして本手法は有効である。

実験結果

Fig. 3 に食塩水の導電率 σ に対する位相検波器の出力電圧 V_o 、位相差 θ_s の関係を示す。なお、 θ_s は AD8032 のデータシートを用いて換算した。食塩水の導電率 σ の増加に伴い出力電圧 V_o は高くなる事が分かる。特に V_o は $\sigma < 0.1$ [S/m] の範囲で大きく変化しており、淡水の塩分濃度をより感度良く測定できる結果が得られた。発表当日は、本センサの測定原理および実験結果を詳細に説明する。

参考文献

- 1) R. Clarke, J. King, T. Oki, "The Atlas of Water," Maruzen Co., Ltd., 2006.
- 2) R. Clayton, "A Review of Current Knowledge DESALINATION for WATER SUPPLY," Fondation for Water research 2011, 2011.

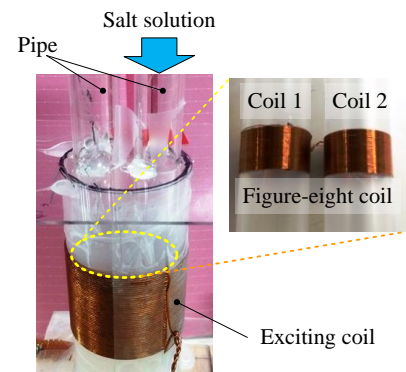


Fig. 1 Photograph of the novel non-contact water salinity sensor

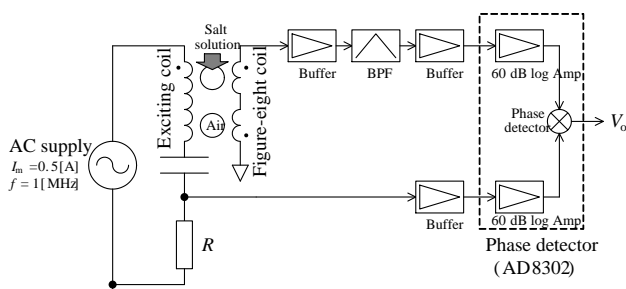


Fig. 2 Block diagram in the non-contact water salinity sensor system

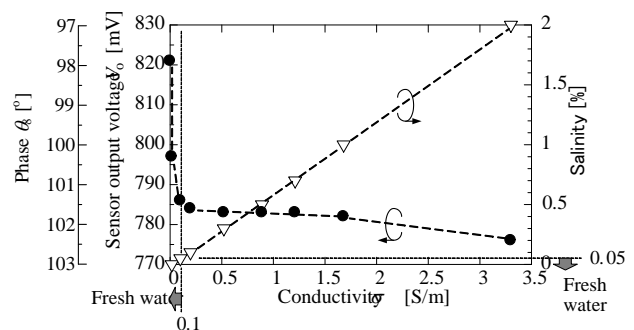


Fig. 3 Relation between sensor output voltage V_o , phase θ_s , salinity, and conductivity σ in the salt solutions

手作業時の手指運動計測を想定したモーショキャプチャシステム

大崎祐太郎, 栢修一郎, 藪上信*, 金高弘恭, 石山和志
(東北大学, *東北学院大学)

Motion capture system for tracking finger motion of hand work

Y. Osaki, S. Hashi, S. Yabukami*, H. Kanetaka, K. Ishiyama
(Tohoku Univ., *Tohoku-Gakuin Univ.)

1. はじめに

近年, 技能継承等の目的で手作業時の手指の正確な運動計測への要望が高まっている. そのような用途において, 我々が開発してきたワイヤレスの LC 共振型磁気マーカを用いるモーショキャプチャシステム⁽¹⁾は磁気式の特徴である測定対象に隠れが生じても検出が可能な点に加え, 小型軽量のワイヤレス磁気マーカを用いるにも関わらず, 数 mm 以下の精度を有することから有力な候補の 1 つであると考えられる. 手指の運動を計測するにあたり, 最低でも 300~400mm 四方の空間を確保する必要がある. 本研究では, 手指運動計測用のシステム開発のための検討を行っており, その経過を報告する.

2. 実験方法

Fig. 1 はモーショキャプチャシステムを模式的に表したものである. このシステムは励磁コイル, 検出コイルアレイ, LC 共振型磁気マーカから構成される. マーカは $\phi 3 \times 15\text{mm}$ の Ni-Zn フェライトに $\phi 0.1\text{mm}$ の銅線を 500 回巻いたコイルにチップコンデンサを直列に接続しており, 共振周波数は 116.7kHz である. マーカの質量は 1g 程度であり, 指に装着した際に運動に影響を及ぼすことは殆どないと考えられる. 上述した 300mm 四方程度の範囲の検出を行うため, 各検出コイルは 60mm 間隔で 6×6 の 36 個の配置とし, 検出コイルアレイと励磁コイルの間隔を 425mm とすることで検出空間を確保した. 励磁コイルには任意波形発生器で生成した励磁波形を増幅して印加し, 各検出コイルの誘起電圧は電圧分解能 20bit のデジタイザで測定した. マーカから発せられる磁界をダイポール磁界と近似し, 各検出コイルでの誘起電圧を用いて逆問題の計算を解くことでマーカの位置の算出を行った.

3. 実験結果

$-140 \leq x \leq 140$ (20mm 間隔), $50 \leq y \leq 200$ (10mm 間隔)の x-y 平面内で, 各マーカの設置位置で測定を 10 回行った. Fig. 2 に測定された位置の結果を示す. 測定した全ての位置において, 実際にマーカを設置した位置とのずれが 5mm 未満, 測定された 10 回の位置の標準偏差が 0.5mm 未満であった.

今回測定を行った範囲は手の動きを検出するのに最低限必要な空間であり, 今後, 更なる検出可能空間の拡張や検出精度の向上が必要である.

参考文献

- 1) 藪上, 栢, 徳永, 河野, 荒井, 岡崎, 日本応用磁気学会誌, **28**, 877 (2004)

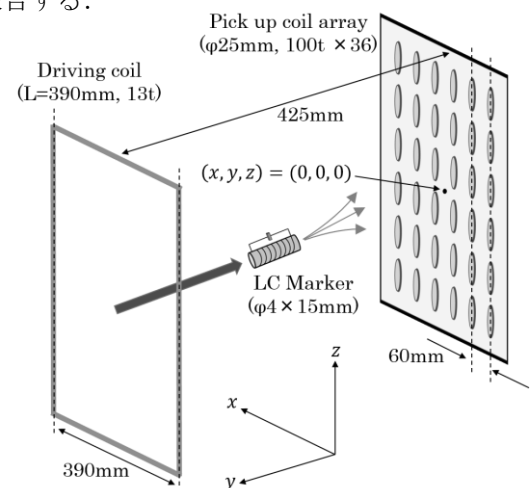


Fig. 1. A diagram of motion capture system

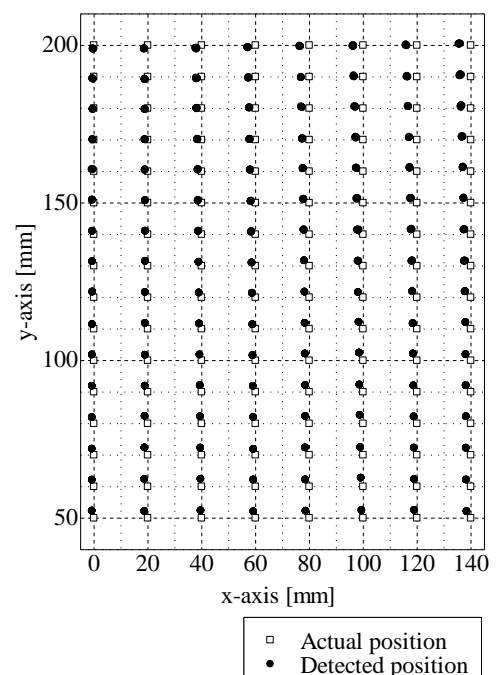


Fig. 2. Detected position in x-y plane

超低周波信号を利用した磁気式モーションキャプチャシステム

小山大介¹, 足立善昭¹, 川端茂徳², 樋口正法¹, 上原弦¹

(¹金沢工業大学, ²東京医科歯科大学)

Magnetic Motion Capture System using Super-Low-Frequency Signal

Daisuke Oyama¹, Yoshiaki Adachi¹, Shigenori Kawabata², Masanori Higuchi¹, and Gen Uehara¹

(¹Kanazawa Institute of Technology, ²Tokyo Medical Dental University)

はじめに モーションキャプチャシステムの方式として光学式, 機械式, 磁気式が広く知られている. この中でも光学式は, 高い時間分解能や位置測定精度が得られるという点から, 現在では主流の方式となっている. 一方, 磁気式では光学式の短所であるカメラの死角を気にすることは無いが, 周囲に金属が存在する環境では使用する事が難しい. これは, 磁気式システムでは数十 kHz から 100 kHz 程度の交流信号を利用しており^{1,2)}, 周囲に金属が存在すると渦電流の影響を受けて磁場分布が歪み, 位置推定の精度が低下することが原因である. そこで著者らは, 渦電流の影響が比較的小さい 100 Hz から 1 kHz 程度の超低周波磁気信号を利用した位置観測システムの試作を行い, その有効性を示した³⁾. 本研究では, 新たに 3 次元位置計測が可能なシステムを開発した.

装置構成 開発したシステムにおけるセンサアレイの構成を Fig. 1 に示す. 3 次元位置計測が可能となるよう, 3 方向の磁場を検出するセンサモジュールを, 外形 340×340 mm² の口字型基板上の 8 か所に配置した. センサモジュールは MI センサ (アイチ・マイクロ・インテリジェント社: MI-CB-1DH-M-A 及び-B) を使用して構成した. 観測領域はセンサアレイに囲まれた 200×200×200 mm³ の範囲と設定した.

位置計測対象となる磁気マーカーコイルの数を 4 個とし, それぞれに対して 260, 350, 438, 500 Hz の正弦波電流を印加した. 発生した磁気信号をセンサアレイで検出し, コイルを磁気ダイポールと仮定した逆問題を解くことによってその位置を推定した. また, 4 個のマーカーコイルは, ペン形状のプロープの中に配置した. 計測したコイルの位置を基にプロープ先端の位置を導出し, リアルタイムで表示する. 本システムでは約 10 Hz の周期で位置観測を行うよう設定した.

位置観測実験 開発したシステムによってプロープ位置を計測できることを確認するため, 周囲に金属製品がある状況での位置計測実験をおこなった. およそ $z = -70$ mm の高さに設置した板の上にチタン製のピンセットを置き, その横を直線状にプロービングした結果を Fig. 2 に示す. ピンセットが無い場合と同じ直線状をプロービングした結果と比べて, 良い一致を見た.

参考文献

- 1) E. Panerno and P. Keisar, *IEEE Trans. Magn.*, **40**, 1530-1536 (2004).
- 2) R. Sato, Y. Hayasaka, S. Yabukami, T. Ozawa, H. Kanetaka, and S. Hashi, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **35**, 67-71 (2011).
- 3) D. Oyama, Y. Adachi, M. Higuchi, and G. Uehara, *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 5101604 (2014).

謝辞 本研究は JSPS 科研費(25870850)の助成により行われた.

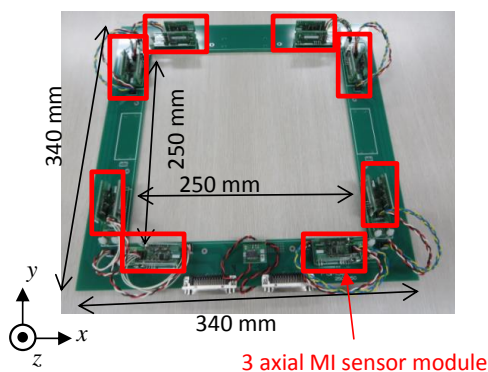


Fig. 1 Sensor array for the magnetic motion capture system.

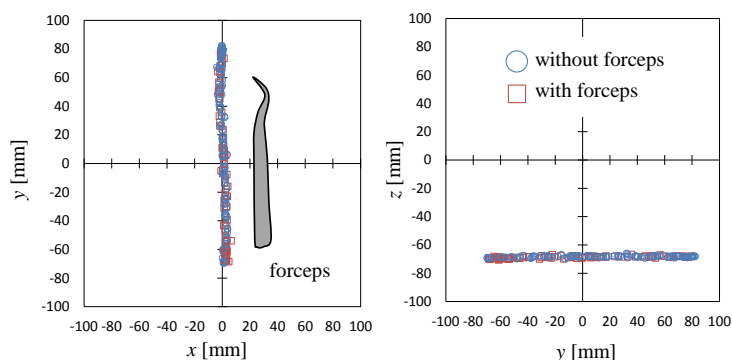


Fig.2 Results of the probing with and without a forceps made of titanium.

FeSiB フリー層を有する GMR 素子を用いた歪みセンサ

山本直樹, 加藤剛志, 岩田 聡

(名古屋大学)

Magnetic strain sensor having FeSiB free layer using GMR element

N.Yamamoto, T.Kato, and S.Iwata

(Nagoya University)

はじめに

巨大磁気抵抗効果(GMR)を利用した磁気センサは、磁化自由層と磁化固定層の相対角度が外部磁界に対して変化したときの磁気抵抗変化を検出する。一方、磁性材料には、歪みを加えると磁気異方性が変化する磁歪の逆効果が存在し、歪みによる磁化自由層の磁気異方性の変化を磁化固定層との角度変化に結びつけることができれば歪みを検出することができる。本研究では、歪みによる磁化自由層の磁気異方性の変化を検出する GMR センサの開発を行った。

実験方法

超高真空スパッタ装置により直流磁界中で、GMR 多層膜 (Ta(5nm)/FeSiB(10nm)/CoFeB(1nm)/Cu(2.2nm)/CoFe(3nm)/MnIr(10nm)/Ta(2nm)) を成膜した。基板には、湾曲可能な厚さの異なる 3 種類のガラス(70 μm , 100 μm , 150 μm) を用いた。成膜した試料を両端に電極を配置した幅 100 μm 、長さ 1200 μm の細線状の構造にフォトリソグラフィにより加工した。素子の磁化容易軸が細線の幅方向となるよう加工し、歪みの検出には、以下の手法を用いた。GMR 素子細線を形成したガラスを Fig.1 に示すように片持ち梁構造となるように固定し、自由端に力を加えることで GMR 細線に歪み ϵ を与えた。Fig.1 の方向に印加した応力を正とした。GMR 素子をブリッジ回路に組み込んだ状態で GMR 素子の困難軸方向に 5~50Oe のバイアス磁界 H_{bias} を加えることで、磁化自由層の磁化を固定層に対して Fig.2 のように回転させた。GMR 細線に直流電流を流した状態において、歪みを印加することで自由層の磁気異方性が変化すると、GMR 素子の抵抗値が変化してブリッジ回路のバランスが崩れて電圧が生じる。生じた電圧を計装アンプ 300 倍に増幅した信号を出力電圧 V_{out} とした。

実験結果

Fig.3 は ϵ に対する出力電圧 V_{out} をプロットしたものである。FeSiB 層は負の磁歪定数を持つため、正の歪みを加えた場合には、磁気異方性が減少し、負の歪みを加えた場合には、磁気異方性が増加する。正負の歪み双方に対して H_{bias} が 20 Oe の場合には出力電圧がほぼ線形に変化していることがわかる。このことから、 H_{bias} が 20 Oe の場合に自由層の磁化の向きは容易軸方向に対して約 45 度の傾きであると考えられる。 H_{bias} が 20 Oe の場合に、歪み $\epsilon = \pm 1.2 \times 10^{-4}$ を GMR 細線に加えたとき、 $V_{out} = \pm 400\text{mv}$ 程度の出力電圧が得られた。

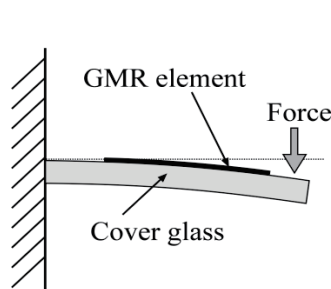


Fig.1 Schematic drawing of the experimental setup.

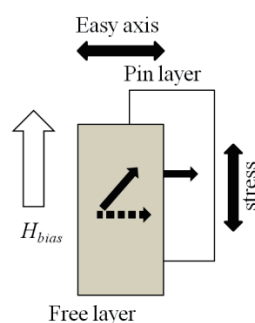


Fig.2 Top view of the GMR element showing directions of the easy axis, H_{bias} , magnetization of pin and free layer and stress.

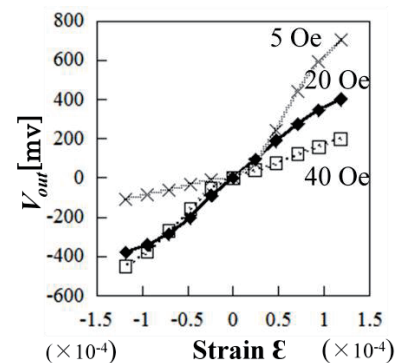


Fig.3 Output signal as the function of the strain. Cross, diamond and square symbol shows 5Oe, 20Oe, 40Oe dates, respectively.

参考文献

1)K.Ishiyama et al. , IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 46, NO. 2, FEBRUARY(2010)

ミアンダコプレーナ線路構造の薄膜磁界センサ素子

植竹宏明, 川上敏弥, 森谷健太, 藪上 信, 小澤哲也
(東北学院大学)

Development of meandering coplanar line type thin film magnetic field sensor

H. Uetake, T. Kawakami, K. Moriya, S. Yabukami, T. Ozawa
(Tohoku Gakuin University)

1. はじめに ミアンダ状コプレーナ線路とアモルファス CoNbZr 薄膜を組み合わせた伝送線路型薄膜磁界センサを試作し, 高感度化をはかった。

2. 実験方法 Fig. 1は試作したセンサ素子の写真を示したものである。センサ素子は, Cu 薄膜によるミアンダ型コプレーナ線路, SrTiO 薄膜, アモルファス CoNbZr 薄膜から構成される。磁界を検出する CoNbZr 薄膜の寸法は $1\text{ mm} \times 0.95\text{ mm}$ とし, 3本のコプレーナ線路をミアンダ状に配置した。センサ素子はガラス基板上にリフトオフプロセスにより積層した。CoNbZr 膜 ($1\text{ }\mu\text{m}$ 厚) は, RF スパッタを用いて 5 mTorr , 200 W で成膜した。CoNbZr 薄膜の一軸磁気異方性は回転磁界中 $300\text{ }^\circ\text{C}$, 2時間, 静磁界中 $200\text{ }^\circ\text{C}$, 1時間でコプレーナ線路の幅方向へ付与した。SrTiO 薄膜 ($0.5\text{ }\mu\text{m}$ 厚) は RF スパッタ装置を用いて 20 mTorr , 200 W , ヒータ部は $160\text{ }^\circ\text{C}$ に加熱して成膜した。ミアンダ型コプレーナ線路は RF スパッタ装置を用いて, 20 mTorr , 200 W で Cr を $0.1\text{ }\mu\text{m}$, Cu を $2\text{ }\mu\text{m}$ 成膜した。ミアンダ線路の導体幅は $110\text{ }\mu\text{m}$, 導体間隔は $20\text{ }\mu\text{m}$ とした。導体本数は3本とした。Cr 薄膜は SrTiO 薄膜と Cu 薄膜の密着性を高めるために成膜した。センサ素子は市販のウエハプローブ (GSG-40-150) により, 磁界を静的に変化させながら, ネットワークアナライザ (8722ES) による透過法測定 (S_{21} 評価) を行い, 周波数および磁界に対するキャリアの位相変化および振幅を評価した。

3. 実験結果 Fig. 2は静的な磁界変化に対するキャリアの位相変化を示したものである。3.15 GHz 付近で位相は急峻に変化し, 磁界に対する傾きは約 311 degree/Oe となった。心磁界計測等²⁾への応用の目安となる $\text{Gain} > -40\text{ dB}$ も満たした。

参考文献 1) H. Uetake, S. Yabukami, T. Ozawa, N. Kobayashi, and K. I. Arai, “Highly sensitive thin film sensor using coplanar line”, *Journal of the Magnetics Society of Japan*, vol. 38, no. 2-2, pp. 83-86 (2014). 2) S. Yabukami, K. Kato, T. Ozawa, N. Kobayashi, K. I. Arai, “A coplanar line thin film sensor and measurement of MCG without magnetic shielding”, *Journal of the Magnetics Society of Japan*, vol. 38, no. 2-1, pp. 25-28 (2014).

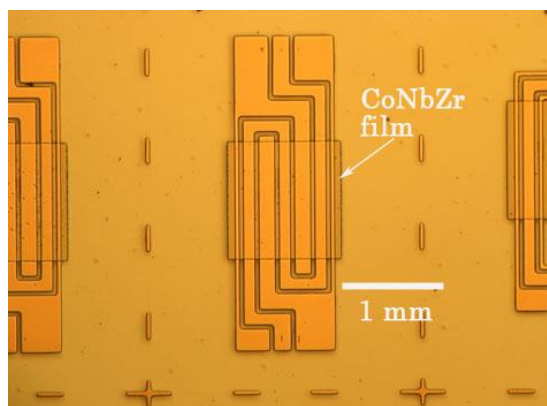


Fig. 1 Fabricated thin film sensor.

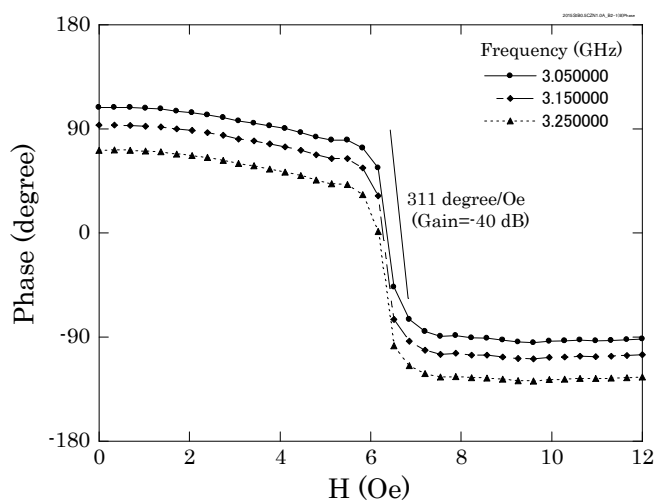


Fig. 2 Phase change.

誘導磁気異方性の付与によるアモルファス磁性ワイヤ 直交フラックスゲートの温度ドリフト抑制

加呂光, 長谷友視, 笹田一郎
(九州大学)

Temperature drift suppression of amorphous magnetic wire orthogonal fluxgate
by imparting induced magnetic anisotropy

H. Karo, T. Nagatani, and I. Sasada
(Kyushu University.)

1 はじめに

基本波型直交フラックスゲート (FM-OFG)⁽¹⁾ は、励磁振幅より大きな直流電流の恩恵によりバルクハウゼン雑音が低減され、 $3\text{pT}/\sqrt{\text{Hz}}@1\text{Hz}$ 以下のノイズレベルを達成できる⁽²⁾ が、出力のオフセットや、温度ドリフトが大きい問題がある。通電磁場中熱処理によって磁性コアとして用いるアモルファスワイヤに、円周方向の磁気異方性を誘導することでオフセットの抑制および、低雑音化した報告がある⁽³⁾。本研究では、この通電磁場中熱処理法を簡略化した方法でアモルファスワイヤを熱処理し、温度ドリフト抑制効果を調査した。

2 オフセット抑制方法と温度ドリフト測定結果

Fig.1 はアモルファス磁性ワイヤに内在する磁化 J_s の回転磁化モデルを表す。アモルファス磁性ワイヤに直接通電励磁電流によって励磁磁界 H を与える。ワイヤ内の磁気異方性 K_u を一軸性と仮定する。 J_s は、 K_u 、測定したい外部磁界 H_{ex} 、交流磁界とそれより大きな直流バイアス磁界からなる H の作用を受け、常にこれらのエネルギーを最小とする様な方向を向く。Fig.1(a) の様に K_u の円周方向からの角度が大きい時、 $H_{ex} = 0$ でも J_s は励磁磁界 H の交流成分によって振動し、大きな誘起電圧が生じる。Fig.1(b) の様に K_u の円周方向からの角度が小さい時、 J_s はわずかにしか振動しないため小さな誘起電圧となる。誘起電圧は同期検波されたセンサの出力となるので、(b) の方が低オフセットなセンサとなる。磁界中熱処理により K_u を円周方向へ誘導することができればオフセットが低減可能である。

温度ドリフト測定に用いた試料は、Co 基アモルファスワイヤ (長さ 10 cm, 直径 $120\mu\text{m}$) であり、検出コイル (長さ 4.5 cm, 640 turn) を巻きつけた耐熱性セラミックチューブに U 字状に曲げ挿入した。同一試料で温度ドリフトを測定するため、室温から 80C° の範囲では、ワイヤを 40 mA 直流と 9mA_{rms} 交流の電流を重畳したものを直接通電し、検出コイルに現れた誘起電圧の交流実効値をセンサ出力の目安として評価をおこなった。次に、 200C° で、200 mA 直流を通電し、円周磁界方向を容易軸とするよう K_u を誘導する。この時ワイヤ長手方向に磁場がかからないよう、磁気シールドによって地磁気を遮断した。また、3 mA 程度の交流電流により検出コイルに現れる誘起電圧を観測し、これが最小となるように同検出コイルへ手動調節で電流を流すことでキャンセル磁界を発生させている。熱処理後は、室温まで温度が下がったセンサを再度最初の励磁条件で加熱および、室温に戻るまでの温度ドリフトを評価した。

温度ドリフト測定結果を Fig.2 に示す。それぞれの測定結果からは室温時のオフセットを引いている。 30C° から 50C° の区間で温度ドリフト抑制比 13 が得られた。また、熱処理後のワイヤの再度の加熱実験の結果では、温度ドリフトする振幅に再現性もみられた。今後は、熱処理温度、処理時間、通電電流強度等について最適な条件を探し、さらなる温度ドリフト低減を目指す。

References

- 1) I. Sasada: *Journal of Applied Physics*, VOL. 91, NO. 10, (2002)
- 2) E. Paperno: *Sensors and Actuators*, A 116, (2004)
- 3) M. Butta et al: *Sensor Letters*, VOL 12, NO. 8, (2015)

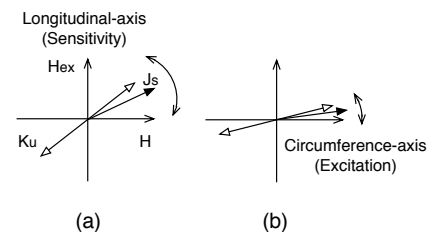


Fig. 1 Rotation magnetization model

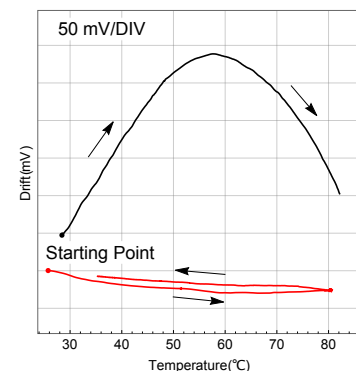


Fig. 2 Comparison of temperature drift between an as-received wire and an annealed wire. The drifts were measured by subtracting offsets measured at room-temperature. The as-received wire had 520 mV and, the annealed wire had 169 mV offset.

Reduction of fluxgate gradiometer susceptibility to uniform magnetic fields using permalloy shielding disk

Ahmed Lotfy Elrefai, Ichiro Sasada

Applied Science for Electronics and Materials, Kyushu University, Kasuga 816-8580, Japan,

A new method for constructing fluxgate gradiometer has been previously introduced¹. The developed gradiometer uses a pair of fluxgate sensor heads connected in counter series in order to detect the difference in magnetic field. The sensor heads are operated in the fundamental mode orthogonal fluxgate (FM-OFG) mechanism which provides very low noise measurement capability. The developed gradiometer has been proven to be efficient in detection of tiny magnetic particle contaminations down to the size of $50 \mu\text{m}^2$. The parasitic susceptibility of the FM-OFG gradiometer to the uniform magnetic field is, however, in need of reduction when the gradiometer is used in magnetically noisy environments. In this work, in order to reduce the parasitic susceptibility of the gradiometer to the uniform magnetic field, the efficiency of a small permalloy disk plate placed underneath the gradiometer sensor heads is investigated. The efficiency of the method is estimated numerically and confirmed experimentally.

Figure 1 shows an illustration of the sensor configuration with the shielding disk. The two heads of the FM-OFG gradiometer are configured parallel to each other with a baseline separation distance between the centers of the two heads. The sensor heads are centered above the shielding disk with a separation distance of 5 mm. Experiments were conducted using two permalloy disks of thickness 1 mm having diameters of 10 cm and 12 cm. To evaluate the shielding disk effectiveness; a quasi-static uniform field is applied parallel to the sensor heads axis. It is noted that, the effect of adding the shielding disk to the sensor on the amplitude of the sensor output signal has been evaluated and found to be of minor relevance (less than 10 % reduction). The recorded experimental results are shown in Fig. 2, for the measured gradiometer susceptibility to uniform field vs. the separation baseline between the sensor heads. From the graph, we can see the gradiometer uniform field susceptibility with the shielding disk is reduced to around a fifth of its value for the individual sensor. The shielding performance is improved as the baseline separation is reduced, where the sensor heads grow closer to the center of the shielding disk.

The proposed sensor configuration achieved a significant reduction to the FM-OFG gradiometer susceptibility to uniform fields. The improved configuration has several prospective applications to be used in, such as; magnetic contaminant detection in lithium ion battery manufacturing, and magnetic nanoparticles detection for biomedical applications.

References

¹ I. Sasada and S. Harada, "Fundamental mode orthogonal fluxgate gradiometer," IEEE Trans. On Magn., Vol. 50, 4007404 (2014).

² A. L. Elrefai and I. Sasada, "Magnetic particle detection in unshielded environment using orthogonal fluxgate gradiometer," Journal of Applied Physics., 117, 17C114 (2015).

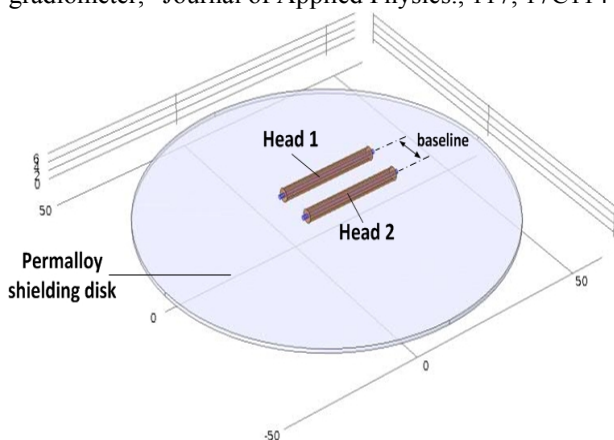


Fig. 1: Illustration of the sensor placement over the shielding disk. The sensor heads plane is 5 mm above the shielding disk plane.

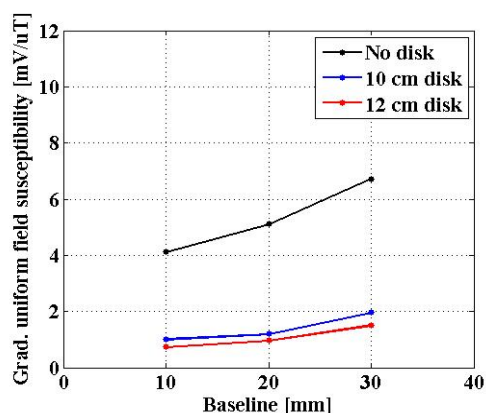


Fig. 2: gradiometer uniform field susceptibility [mV/μT] vs. baseline separation distance [mm] without shielding disk and with shielding disk of diameters 10 and 12 cm.

Fe-Si-B-C アモルファス薄帯の磁区構造制御による

フラックスゲートセンサの小型化

宮田大史^{***}、山本竜馬^{**}、森本祐治^{**}、竹澤昌晃^{**}

(*株)エムティアイ、**九工大)

Miniaturization of fluxgate sensors by magnetic domain structure control of Fe-Si-B-C amorphous ribbons

H. Miyata^{***}, R. Yamamoto^{**}, Y. Morimoto^{**}, M. Takezawa^{**}

(*MTI, **Kyushu Inst. Tech.)

目的

我々は、フラックスゲート磁気センサの感度を、そのコア材料の磁区構造を制御することにより改善できることを報告している¹⁾。本研究では、Fe-Si-B-C アモルファス薄帯を用いた小型センサに、応力印加による磁区構造制御を適用し、10 mm 以下に小型化したセンサでも磁区構造制御が有効であるかを調べた。また、磁性材料の磁区を観察することにより、磁性材料の端部、中心付近など場所の違いによる磁化過程の違いを調べたので報告する。

実験方法

Fe-Si-B-C アモルファス薄帯を用いて Fig.1 に示すフラックスゲートセンサを構成し、励磁コイルで交流励磁し、外部から 1 Oe の磁界を印加したとき検出コイルに誘導される交流電圧を電圧計を用いて直接測定した。使用したコア材料は、Metglas 社製アモルファス磁性薄帯の 2605SC である。また、小型化が磁化過程に及ぼす影響を調べるため、Kerr 効果顕微鏡を用いて、アモルファス薄帯表面の磁区を観察した。

結果と考察

Fig.2 にセンサ出力の周波数依存性を示す。■がセンサ長 20 mm、▲がセンサ長 10 mm で磁区構造を制御していないもの、●がセンサ長 10 mm で、15 MPa の張力を印加することで磁区構造を制御したものであり、それぞれ外部から 1 Oe の磁界を印加した場合の出力電圧の変化分をプロットしたものである。いずれのセンサにおいても励磁周波数の増加とともに、感度が上昇している。また、同じ長さで比較すると磁区構造を制御したものの方が感度が高い。長さとお出力の関係性を比べた場合、磁区構造を制御せずに長さを半分にした場合、センサ出力は 50% 程度低下していることがわかる。しかし、センサ長が 10 mm の場合でも、磁区構造を制御したものは、出力が増加しており、10 mm に小型化したセンサにおいても、磁区構造制御によるセンサ出力の改善が有効であることが分かった。

Fig.3 はアモルファス薄帯に 9 Oe の交流磁界を印加した際に磁壁移動が起こった領域を観察した結果であり、左が試料の端部、右が中心付近を観察したものである。中心付近の方が磁壁移動している面積が大きくなっており、端部よりも中心付近の方が磁壁移動しやすいことがわかる。試料の長さを短くした場合、全体の面積に占める端部の面積が相対的に大きくなるので、センサ出力の低下の原因になっているものと考えられる。今後、センサ長をさらに短くした場合のセンサ出力の変化と、磁化過程の変化を調査する予定である。

参考文献 1) H.Miyata et. al., *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 4005804 (2014).

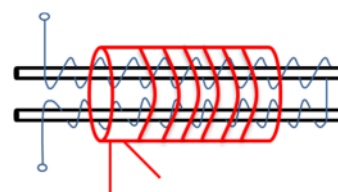


Fig.1 A schematic view of a sensor head.

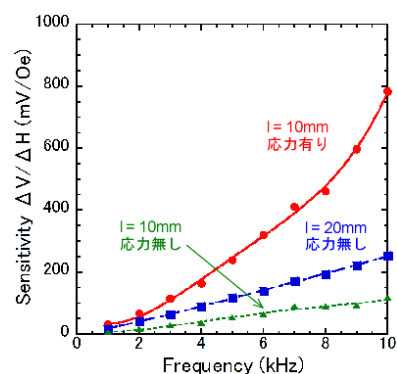


Fig.2 Frequency dependence of sensitivities.

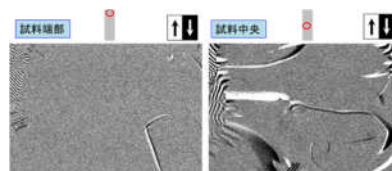


Fig.3 Area of magnetic domain change at $H_{ac} = 9$ Oe.

MR センサを用いた免疫検査法の高感度化

野口 晃平、吉田 敬、圓福 敬二
(九州大学大学院システム情報科学府)

Improvement in Immunoassay using Magneto-Resistive Sensor
Kohei Noguchi, Takashi Yoshida, Keiji Enpuku
(Kyushu University)

はじめに

血液中に存在する疾患由来の蛋白質や病原菌等を検出する手段として免疫検査が広く用いられている。迅速・高感度な免疫検査として、磁気マーカーを用いた液相免疫検査法の研究開発が行われている。筆者らはこれまでに、MR 磁気センサと磁気マーカーのブラウン磁気緩和を利用した測定システムを開発し、結合マーカーと未結合マーカーの分離のための洗浄工程が不要な液相免疫検査を行ってきた。本手法では結合マーカーから磁気信号を得るため、磁気マーカーに強い励起磁界を複数回印加している。しかしながら、励起磁界の印加は未結合マーカーの凝集を引き起こしてブランクシグナルを増大させるため、検出感度の悪化の原因となっていた。今回、励起磁界を印加した後に分散処理を行うことによって凝集体を再分散させる方法を開発した。これにより凝集を低減した検出が可能になる。

実験方法

磁気マーカーを結合するための抗原抗体反応を、1.5mTの磁界を印加しながら反応させた。反応後に強い励起磁界(40mT)を k 回印加し磁気モーメントの向きを揃えた。Fig. 1 に励起磁界を印加したときの模式図を示す。励起磁界の印加により未結合マーカーの凝集体が形成されている。その後、サンプル溶液をボルテックスミキシングにより振動攪拌した。これにより結合力の弱い凝集体は再分散することが期待できる。この分散処理の後に、弱い測定磁界(1mT)を印加しながら測定回数 $N=72$ 回で測定を行った。

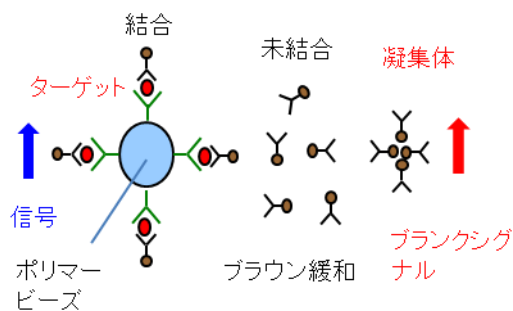


Fig.1 Magnetic markers after the excitation field is applied.

実験結果

強い励起磁界を印加後にそのまま測定を行う従来法と、印加後に分散処理を行う新外部励起システムでの実験結果を Fig. 2 に示す。図に示す様に、 $N_p=0$ の時のブランクシグナルは分散処理を行うことによって減少できている。このことは、凝集体の結合力は強くなく、ボルテックスミキシングによる振動攪拌が再分散に有効であることを示している。検出の感度は、結合マーカーからの信号とブランクシグナルの比により決まるため、新システムでは従来法よりも高い感度で検出を行えていることを実証している。

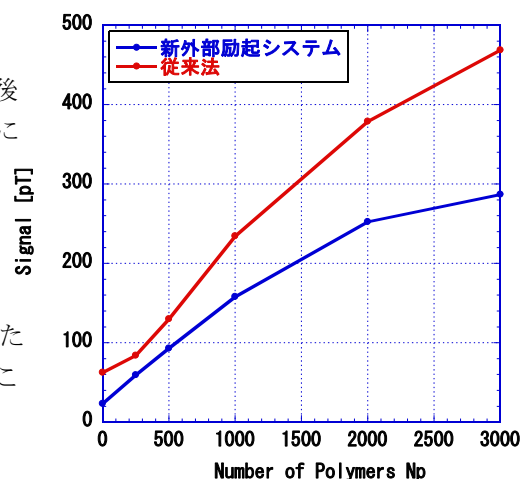


Fig.2 Detection of biotin coated polymer beads. Relationship between the number of polymer beads, N_p , and the detected signal.

まとめ

強い励起磁界を印加後に、ボルテックスミキシングによる振動攪拌を用いて分散処理を行う方法の有効性を調べた。この新しい手法によって、ブランクシグナルを半分以下に低減させることが出来た。今後は更に少ないビオチンの検出を検証する予定である。

磁性粒子の磁化応答信号を用いたイオン濃度測定

小田翔也、スコ・バグース・トリスナント、北本仁孝
(東京工業大学)

Study of ion concentration measurement by detecting response from magnetic particle

Shoya Oda, Suko Bagus Trisnanto, Yoshitaka Kitamoto
(Tokyo Institute of Technology)

緒言

体内の体液中には様々なイオンが溶けている。例えば Na, Cl, K イオン等が存在する。イオンは体液の循環や神経の伝達に作用している。これらのイオンのバランスは適度に保たれているが、腎臓に疾患がある場合などはイオン濃度が定常値からずれる。そのため体液のイオン濃度を測定することで疾患の有無を検査することができる。

多くの場合イオン濃度は電極を用いて測定される。よって測定対象との接触が避けられない。蛍光を用いた方法も存在するが、蛍光が十分透過できるという必要がある。一方、磁気的な方法であれば、非接触かつ光学的に不透過な物質を挟んだ場合でも測定できる利点がある。しかし、これまでに磁気的な方法を用いてイオン濃度を測定した報告は存在しない。そのため今回は磁性粒子のブラウン緩和に着目し、NaCl 濃度と磁気応答信号との関係から、イオン濃度により磁性粒子の振舞がどのように変化するかを調べた結果を報告する。

実験方法

磁性粒子を励磁するためにソレノイドコイルを使用した。印加する磁場強度は 240 G_{p-p}、測定周波数は 510 Hz から 2010 Hz までとした。また磁場検出のために、もう一つのソレノイドコイルを用いた。測定用コイルは励磁用コイルの内側に設置した。磁性流体はカプセル状の容器に内包し、カプセルは測定用コイルの内部に設置した。磁性流体中に含まれる磁性粒子は酸化鉄粒子（平均直径約 13 nm）を使用した。

実験結果

Fig. 1 に動的散乱法による磁性粒子の流体力学的径の評価結果を示した。NaCl 濃度が増えるに従って、径の大きさが増大している。3 wt%では粒子が沈殿したため、粒子が NaCl 濃度の増加により凝集を起こしていることがわかった。Fig. 2 には 2 wt%までの濃度の範囲で各周波数にて磁性粒子からの応答信号に含まれる高調波信号を測定した結果を示す。第7次高調波を第3次高調波にて規格化し、その基本周波数に対する依存性を示す。周波数が高くなるとともに、値が小さくなっていることがわかる。これは粒子の磁化応答がより高周波の励磁信号に追従出来なくなっていることを示唆している。さらに NaCl 濃度で比較すると、濃度が高くなるに従って値が小さくなっている。よって NaCl 濃度が高くなるとともに流体力学的粒子径が増大したことによる粒子のブラウン緩和の応答の差が、高調波信号を用いることによって検出できたと考えられる。

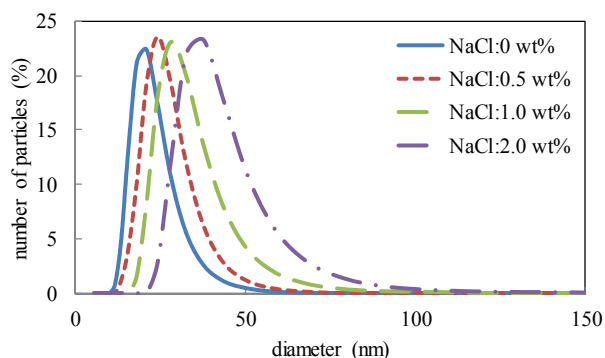


Fig. 1 Hydrodynamic diameter of magnetic particle

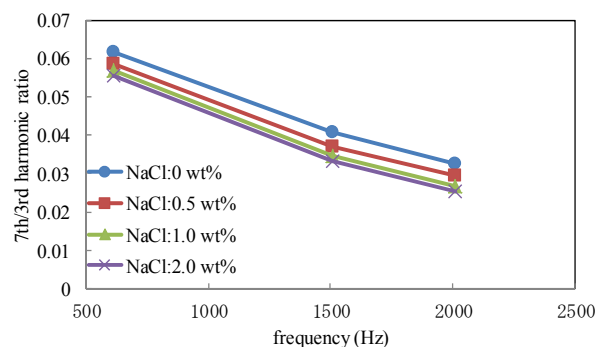


Fig. 2 Dependence of harmonic signal ratio of magnetic particle on NaCl concentration

電氣的走査法を用いた磁気粒子イメージングシステムの開発

田邊 一博*, 白石, 山本 和志, 笹山 瑛由, 吉田 敬, 圓福 敬二
九州大学システム情報科学府

Magnetic Particle Imaging using Electric Scanning of FFP

Kazuhiro Tanabe, Shi Bai, Kazushi Yamamoto, Teruyoshi Sasayama, Takashi Yoshida, Keiji Enpuku
Kyushu Univ.

1. はじめに

磁気マーカーを体内に注入し、磁気マーカーからの磁気信号を検出することにより、癌等の疾病領域を高感度・高分解能に画像化する断層撮影技術は MPI (磁気粒子イメージング) と呼ばれており、医療診断において注目されている。本研究では、センチネルリンパ節生検への応用を想定した MPI システムの開発を行っている。FFP(Field Free Point) を含む傾斜磁界を用いることで空間分解能の改善を行うが、FFP の位置を電氣的に走査させることでイメージングを行い、深さ 30 mm の位置にある重さ 100 μg の磁気ナノ粒子の検出に成功したので、以下に報告する。

2. 磁気粒子イメージング

本システムでは、交流励起磁界 1 mT (周波数 22.75 kHz) をサンプル (Resovist; 100 μg を直径 2 mm ϕ の容器に入れたもの) に印加し、サンプルから発生する第三高調波を測定して画像化している。磁気ナノ粒子は、交流励起磁界に直流磁界が重畳されたとき、粒子の磁化飽和によりその応答信号は抑制されるという特徴を持つ。このため、直流磁界がゼロとなる点 (FFP) を持つ直流傾斜磁界を用いることで、FFP 上にある粒子からのみ信号を得ることができ、空間分解能の改善につながる。今回製作した傾斜磁界コイルを Fig. 1 に示す。傾斜磁界コイルは 9 \times 9 cm の正方形コイル (銅線径 1mm、巻数 200) 四つから成り、巻き方向をそれぞれ黒の矢印方向とすることで中心 ($x=y=0$) において FFP が発生する。

実際の応用に際して、患者や MPI 装置を機械的に走査してマッピングを行うことは効率的ではない。そこで FFP を電氣的に走査する方法を開発した。これによるメリットは MPI 装置の簡易化のみならず、測定時間の短縮による患者の負担軽減や加算平均によるイメージング結果の精度向上が考えられる。FFP の電氣的走査用のシフトコイル (銅線径 1 mm、巻数 88) を Fig. 1 の赤線、青線に示す。シフトコイルは傾斜磁界コイルの外周に巻いてあり、それぞれに電流 I_{shift} 、 I'_{shift} を印加することにより、FFP を走査することができる。

今回、傾斜磁界コイルに 10 A、シフトコイルに 18 A_{p-p} の三角波 (周波数 2 Hz) と $I_{\text{dc}}=9$ A を印加することにより、32 mm 四方の範囲で FFP を走査し、そのときのサンプルからの信号磁界をマッピングした (Fig. 2)。得られた電圧マップ図の信号の半値幅は x, y 両方向ともおおよそ同じ値を示し、予想通りの値を得ることができた。

3. まとめ

磁気粒子イメージングにおいて FFP を電氣的に走査するシステムを開発した。FFP の電氣的走査により測定時間の短縮とそれに伴う加算平均の導入により SN 比の向上を図ることができた。

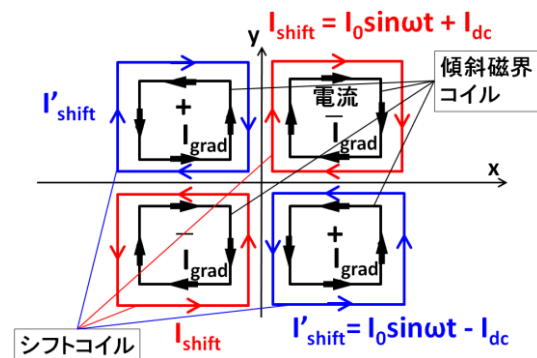


Fig.1 Schematic of gradient coil and shift coil

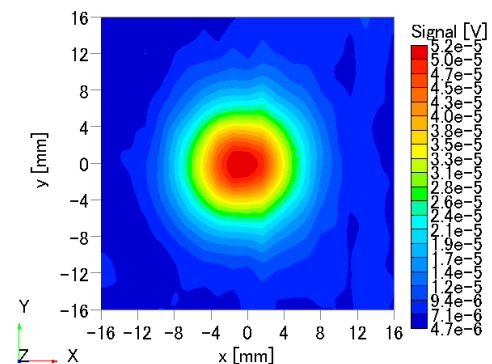


Fig. 2 Contour map of the magnetic field using electrical scanning system. The gradient field is 0.4mT/cm.

第三高調波磁化信号を用いた 三次元磁気粒子イメージングシステムの開発

辻村 尚貴、吉田 敬、圓福 敬二
(九州大学)

Development of a three-dimensional magnetic particle imaging system using third harmonic signal
Naotaka Tsujimura, Takashi Yoshida, Keiji Enpuku
(Kyushu University)

はじめに

磁気ナノ粒子を高分子で被覆し、その表面に検査試薬や薬剤等を結合したものは磁気マーカーと呼ばれており様々な医療応用が期待されている。その中で、磁気ナノ粒子からの磁化信号を検出することによって磁気ナノ粒子の位置を特定する、磁気粒子イメージングというものがあり、体内医療診断において注目されている^{1),2)}。本研究では、磁気ナノ粒子サンプルをxyz方向に走査し、磁気ナノ粒子からの非線形磁化応答による第三高調波信号を検出することで磁気ナノ粒子の位置の特定を行った。また、直流傾斜磁界を印加することで、より高空間分解能な三次元磁気粒子イメージングシステムの開発を目指した。

実験

交流励起コイルにより磁気ナノ粒子に交流磁界 (2.8 mT rms, 2.99 kHz) を印加し磁化させる。磁気ナノ粒子からの磁化信号を検出コイルで検出し、ロックインアンプを用いて第三高調波信号の抽出を行う。第三高調波を測定することで、励起磁界の影響を避けることができ、磁化応答信号を高感度に検出することができる。また、直流励起コイルにより直流傾斜磁界を印加する。直流励起が大きい領域では、飽和磁化に近づくため高調波信号が抑制されるため、直流傾斜磁場を用いることで高空間分解能化が可能となる。

Fig1.のように 50 μg (Fe)磁気ナノ粒子サンプル (Resovist, FUJIFILM RI Pharma) 二つをxyz方向に30mmの対角線上に離して置き、サンプルを三次元に走査した。次に、サンプルを走査することで得られた第三高調波信号マップを非負最小二乗法(NNLS)³⁾を用いて画像処理を行い、高空間分解能な三次元の磁気ナノ粒子の濃度分布図を作成した。

実験結果

NNLS法を用いて変換した磁気ナノ粒子の空間的な濃度分布図をFig.2に示す。 $z=15\text{mm}$ 、 $z=-15\text{mm}$ において濃度分布のピーク値が現れていることがわかる。サンプルが存在しない、 $z=0$ 平面では、濃度分布が0となっている。これらの方法を用いることで、三次元にサンプルの位置を特定することに成功した。

参考文献

- 1) B.Gleich and J. Weizenecker, *Nature*, vol.435, pp.1214-1217.2005
- 2) 吉田、小川、椿、円福：電気学会マグネティックス研究会 MAG-10-163,MBE-10-164,2010
- 3) Jos van Rijssel, Bonny W.M. Kuipers, Ben H. Ern , *J. of Magn. Magn. Mater.* 353 (2014) 110-115

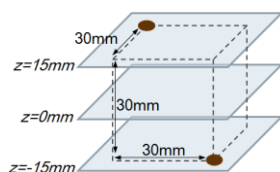


Fig.1 Two Magnetic nanoparticles separated by $\Delta x = \Delta y = \Delta z = 30$ mm.

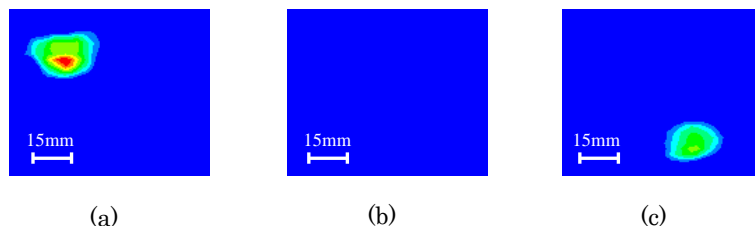


Fig.2 Contour map of the MNP distribution in three dimensions at (a) $z = 15$ mm plane (b) $z = 0$ mm plane, and (c) $z = -15$ mm plane.

血中滞留の長い磁性ナノ粒子の MPI 高調波信号成分の評価

大多哲史 竹田遼二 山田努 竹村泰司
(横浜国立大学)

Evaluation in harmonic signal of blood-pooling magnetic nanoparticles for magnetic particle imaging

S. Ota, R. Takeda, T. Yamada, Y. Takemura

Yokohama National University

はじめに

磁性ナノ粒子の信号を観測することで診断を行う磁気粒子イメージング(MPI)が磁気共鳴画像法(MRI)に代わる技術として注目を集めている¹⁾。本研究では、コア粒径の異なる酸化鉄ナノ粒子の交流磁化測定を行い、高調波信号の検出を行った。MPIにおける応用を目的とした粒子について、信号強度のコア粒径依存²⁾や Langevin 関数を用いた数値計算と実験値の比較³⁾が行われている。

実験方法・結果

コア粒径が 4, 5, 8 nm のカルボキシメチル - ジエチルアミノエチルデキストラン修飾のマグヘマイト粒子について最大磁場 4, 8 kA/m、周波数 1-100 kHz の条件で交流磁化測定を行った。測定は粒子を水中に分散させた液中試料および寒天により固定した固定試料について行った。また本粒子は血中のアルブミンと結合するため貪食細胞に認識されにくく、血中における滞在時間が長いことが *in vivo* 実験により示されている⁴⁾。

Fig. 1 (a)は、各粒子を寒天によりの固定した試料の第三高調波強度の周波数依存を表している。最もコア粒径の大きな 8 nm の粒子の第三高調波強度が大きいことが確認された。また直流ヒステリシスループにおいて保磁力が微小であったため本粒子は超常磁性であると確認した。Fig 1 (b)は、基本波に対する第三高調波強度の割合を表している。液中試料の結果など詳細は当日発表する。

謝辞：

測定に使用した磁性ナノ粒子は、名糖産業株式会社より提供いただきました。ここに深謝申し上げます。

参考文献

- 1) B. Gleich, J. Weizenecker: *Nature*, 435, 1214 (2005).
- 2) 廣川愛生, 白石, 田邊一博, 吉田敬, 圓福敬二: 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 2pF-10, 横浜, 2014 年 9 月.
- 3) A. Tomitaka, R. M. Ferguson, A. P. Khandhar, S. J. Kemp, S. Ota, K. Nakamura, Y. Takemura, K. M. Krishnan: *IEEE MAGN*, 51, #6100504 (2015).
- 4) N. Nitta, K. Tsuchiya, A. Sonoda, S. Ota, N. Ushio, M. Takahashi, K. Murata, S. Nohara: *Jpn. J. Radiol.*, 30, 832 (2012).

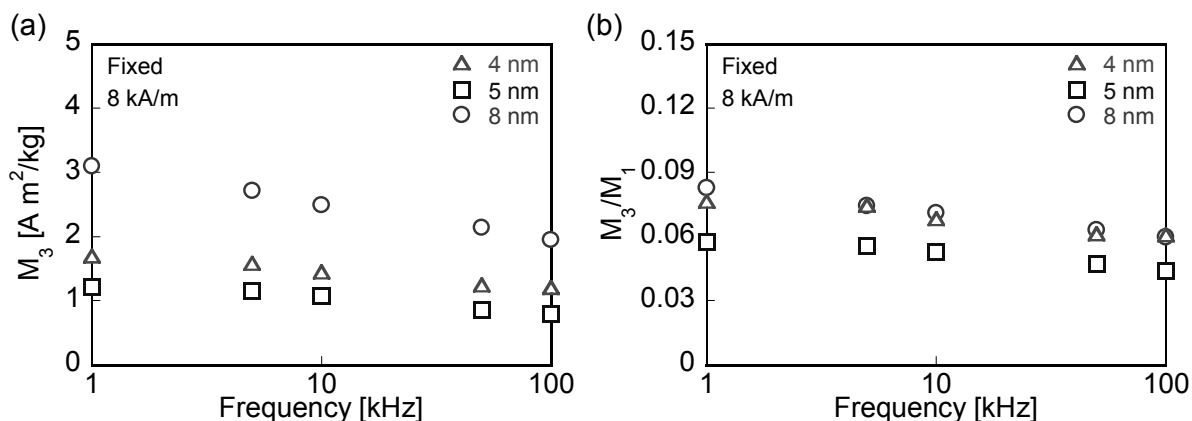


Fig. 1

(a) 第三高調波強度

(b) 第三高調波の基本波に対する信号強度の割合

交流磁場印加により磁性流体から発生する励磁音響波の 発音遅延時間に関する基礎研究

石田巖, 中川貴, 清野智史, 山本孝夫
(大阪大学)

Study on sound generation delay time of sonic wave emission from magnetic fluid
stimulated by alternating magnetic field application
I. Ishida, T. Nakagawa, S. Seino, T. A. Yamamoto,
(Osaka University)

1. 研究背景

交流磁場を印加することで、磁性流体から磁場の2倍の周波数を持つ音波（励磁音響波）が誘起されるといふ現象“励磁音響効果”が2008年に報告された¹⁾。励磁音響波は励磁してから音波が検出されるまでに非常に長い遅れ（遅延時間）が生じることが明らかになっている。実験に用いている媒質であるポリアクリルアミドゲル中の音波伝搬距離に対して遅延時間をプロットすると直線関係が得られる²⁾。この直線を伝搬距離ゼロに外挿しても時間軸切片がゼロにならないことから、磁場印加から音波の発生までの間にも遅延（発音遅延時間）が存在することが示されるが、発音遅延時間を直接測定しその本質の解明に取り組んだ研究はない。本研究では、励磁音響波を音波伝搬距離ゼロで直接測定できるように実験を工夫し、発音の遅延の存在確認と磁場周波数に対する依存性の評価を行った。

2. 実験

励磁音響波を検出するための実験系は以下の通りである。市販の磁性流体 M300(シグマハイケミカル社製)を濃度 20 wt.%に希釈したものを励磁音響波発生源とした。この磁性流体をアクリルで作製した一辺 20 mm、厚さ 1 mm の直方体形の凹みに滴下し、厚さ 0.01 mm の塩化ビニル樹脂製のフィルムで上面を閉じたものを測定試料とした。この測定試料をコイル中心上に磁性流体が位置するように固定し、コイルに正弦波交流電流を流すことで交流磁場を印加した。印加磁場強度は 42 Oe で固定し、周波数は 300、400、500、600 Hz とした。発生した励磁音響波をマイクロフォンによって電気信号として検出し、アンプを用いて増幅し、デジタルオシロスコープによって PC に取り込んだ。この実験系を用いて発音遅延時間の直接測定を行った。

3. 実験結果

図 1 に、磁場周波数 600Hz における磁場信号と音波信号の波形を示す。音波信号波形はマイクロフォンのプローブ長 110 mm 中の伝搬時間を差し引いて補正してある。この結果から、音波伝搬距離がゼロでも遅延が生じており発音に遅延があることが確かめられた。また、表 1 に磁場周波数を変化させた場合の発音遅延時間の値を示す通り、発音遅延時間には磁場周波数への依存性が見られない。

表 1. 各周波数における発音遅延時間

	300 Hz	400 Hz	500 Hz	600 Hz
発音遅延時間 (ms)	0.20	0.21	0.18	0.19

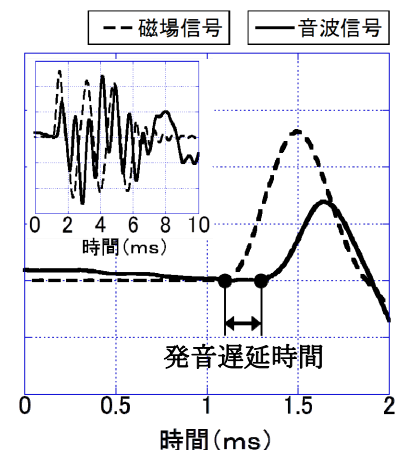


図 1. 磁場・音波信号波形
(磁場周波数 600Hz)

参考文献

- 1) 掛川健司 ほか, 第 32 回日本磁気学会学術講演会概要集 (2008) 12pC-10
- 2) M.Tano et al., *Mater. Lett.* Vol.98, pp51-54, 2013.

内部に金ナノ粒子を担持した中空酸化鉄微粒子の合成とその評価

菅健斗, 清野智史, 中川貴, 山本孝夫
(大阪大学)

Synthesis and characterization of hollow iron-oxide particles modified inside with gold nanoparticles.

K. Suga, S. Seino, T. Nakagawa, T. A. Yamamoto (Osaka University)

1. 研究背景

近年, 磁性を有する中空微粒子 (Magnetic Hollow Fine Particles: MHFPs) は, 機能性分子を含む溶液を内包することが可能であり, また磁気誘導が可能であることから薬剤輸送システムへの応用等が期待されている. 本研究では MHFPs の内部に金ナノ粒子を担持し, MHFPs 内部を機能化することに注目した. MHFPs 内部に金ナノ粒子を担持することで, 金表面にチオール基 (-SH) やメチルスルフィド基 (-S-CH₃) を介し, 特定生体分子を選択的に固定化し MHFPs 内部の機能化が可能となれば, 効率的に機能性分子の輸送が可能となるキャリアとしての応用が期待される. 今回, 内部に金ナノ粒子を担持した磁性中空微粒子の合成法と材料解析結果について報告する.

2. 実験

粒子表面がアミノ基 (NH₂) で修飾された粒径 300 nm の SiO₂ 微粒子 (Sicastar®) 26 mg をテンプレートとした. 電子線還元法⁽¹⁾により, SiO₂ 微粒子表面に Au ナノ粒子の担持処理を行った. その後, フェライトめっき法⁽²⁾により, Au 担持 SiO₂ 粒子の表面に酸化鉄被覆を施した. 合成された粒子を, 1.0 mM の NaOH 水溶液に浸潤することで SiO₂ を溶解し, 内部に Au 粒子が担持した中空酸化鉄微粒子を得た. 得られた粒子形態を電子顕微鏡 (TEM, SEM) によって観察した. 組成と結晶構造についてはプラズマ発光分光分析, X 線回折により評価した. また, 磁気特性の評価も行った.

3. 結果と考察

Fig. 1 に TEM および SEM による形態観察を行った画像を示す. 電子線還元法により, SiO₂ 粒子表面に粒径約 6 nm の Au 粒子が担持していることが確認された (Fig. 1(a)). フェライトめっき後には, Au/SiO₂ 表面に粒径約 50 nm の酸化鉄粒子が被覆していることが確認された (Fig. 1(b)). SiO₂ の溶解処理により中空構造が得られており, また内部に Au 粒子が存在することも確認された (Fig. 1(c)). X 線回折結果と ICP 結果も併せて, 内部に Au 粒子が担持した中空磁性酸化鉄微粒子の生成を確認した.

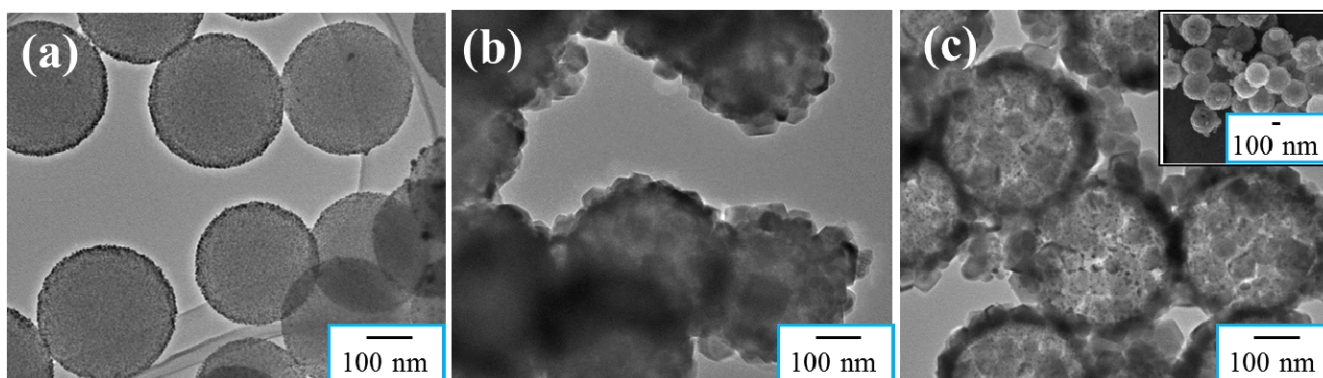


Fig.1 TEM images of synthesized particles. (a) SiO₂/Au, (b) SiO₂/Au/Fe₃O₄, and (c) hollow iron-oxide particles modified inside with gold nanoparticles.

Inset in (c) gives SEM image of hollow iron-oxide particles modified inside with gold nanoparticles.

参考文献

- 1) S. Seino, *et al.*, J of Nanoparticle Res 10, (2008) 1071-1076.
- 2) M.Tada, *et al.*, J. Magn. Mater. 321(2009) 1414-1416.

生体磁場計測に向けた低磁気異方性電極強磁性トンネル接合

加藤 大樹¹, 大兼 幹彦¹, 藤原 耕輔¹, 城野 純一², 永沼 博¹, 桂田 弘之², 安藤 康夫¹
(東北大院工¹, コニカミノルタ²)

Magnetic Tunnel Junctions with Low Magnetic Anisotropy Electrodes for Bio-magnetic Field Measurement

D. Kato¹, M. Oogane¹, K. Fujiwara¹, J. Jono², H. Naganuma¹, H. Katsurada and Y. Ando¹
(Tohoku Univ.¹, Konicaminolta²)

背景

微小な生体磁場(心磁場: 10^{-8} 、脳磁場: 10^{-10})の計測により、病気の早期診断や高次機能解明を行える。しかし、生体磁場を実用レベルで測定可能な磁場センサは SQUID のみであり、液体ヘリウムによる冷却が必要で、デュワー等によるサイズの大型化などの問題点を有している。そこで、トンネル磁気抵抗(TMR)効果を用いた強磁性トンネル接合(MTJ)素子を用いた生体磁場計測に期待が集まっている。MTJは室温動作可能であり、素子の微細化が可能であるため、センサユニットを小型化、低ランニングコスト化することが可能である。これまでの研究において、低異方性磁場を有する CoFeSiB (30 nm)/Ru/CoFeB フリー層を用いた MTJ において最大 40%/Oe の磁場感度(TMR 比/ $2H_k$, H_k : 異方性磁場)を達成している¹⁾。しかし、生体磁場計測を行うためには、さらなる高感度化(脳磁場計測には最低でも 100%/Oe 以上)が必要である。本研究では、異方性磁場をさらに低減させて磁場感度を向上させるため、CoFeSiB 膜厚の最適化を行った。

実験方法

超高真空マグネトロンスパッタ装置を用い、熱酸化膜付シリコン基板の上に MTJ 薄膜を作製した。MTJ の膜構成は Si, SiO₂ subs./Ta (5)/Ru (10)/ Ta (5)/Co_{70.5}Fe_{4.5}Si₁₅B₁₀ ($t_{\text{CoFeSiB}} = 30, 50, 70, 100$)/Ru (0.4)/Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (3)/MgO (2.5) /Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (3)/Ru (0.85)/Co₇₅Fe₂₅ (5)/Ir₂₂Mn₇₈ (10)/Ta (5)/Ru (8) (in nm)である。フォトリソグラフィ法により 4 端子 MTJ 素子を作製した。磁場センサ型の線形的な磁気抵抗曲線を得るために、2 度の磁場中アニールにより MTJ のフリー層とピン層の磁化容易軸を直交させた。磁気抵抗曲線の測定は室温で直流 4 端子法により行った。

実験結果

1st アニール後全ての CoFeSiB 膜厚において 200%程度の高い TMR 比が得られた。一方で CoFeSiB 膜厚増加に伴い、磁化容易軸方向の保磁力(H_k)が減少した。これは CoFeSiB 膜厚増加により、CoFeSiB/Ru/CoFeB 構造において、CoFeSiB の磁化反転が支配的になることを意味している。また、2nd アニールを行うことで全ての膜厚において、磁化困難軸的な磁気抵抗曲線を得ることに成功し、CoFeSiB 膜厚を 100 nm とした素子において、最大 115%/Oe という磁場感度を得ることに成功した。この値はフラックスコンセントレータ等を使用しない、単一の MTJ において最大の磁場感度であり、MTJ を用いた生体磁場計測に向け大きく前進した。

謝辞

本研究は JST 研究成果展開事業「戦略イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)」、東北大学国際集積エレクトロニクス研究開発センター、JSPS 特別研究員奨励費(課題番号: 15J02067)の支援を受けて行われました。

参考文献

1) D. Kato *et al.*, Appl. Phys. Express 6, (2013) 103004

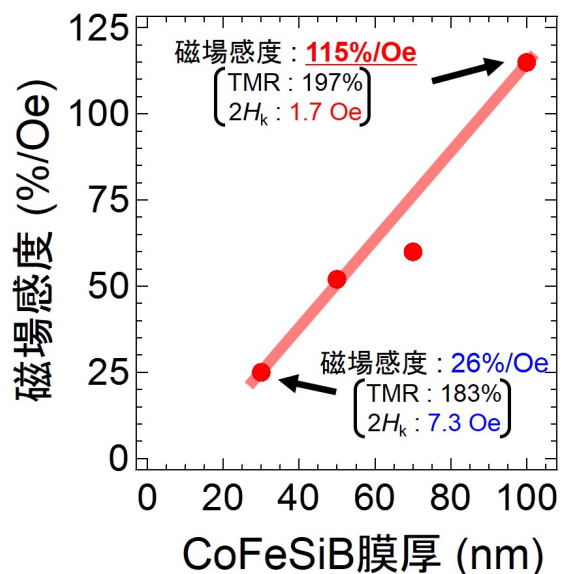


Fig.1 CoFeSiB thickness dependence of sensitivity

心磁計測のためのシェル分離型能動磁気シールド

下田健一朗 前田好章 加呂光 笹田一郎
(九州大学)

The separate-shell active magnetic shield for MCG measurement
Kenichiro Shimoda, Yoshiaki Maeda, Hikaru Karo, Ichiro Sasada
(Kyushu University)

1.はじめに

心臓磁界は低周波微小磁気信号のため、その計測には地磁気や電子機器等から発生する磁界を遮蔽する必要があり、磁気シールドが必要不可欠となる。我々は心磁計測を目指し、能動補償を組み合わせたシェル分離型磁気シールドを提案してきた⁽¹⁾。シェル分離型磁気シールドでは、フラックスゲートセンサで雑音磁界を検出し、シールド外部に設置したコイルによって補償磁界を発生させるフィードバック型の方法により能動補償を行っている。我々はフィードバック用センサをシールドの外に置く方がより効果的であることを見出した。また、これによって心磁計測に成功した。これらの成果について報告する。

2.実験方法

シェル分離型磁気シールドは多層のアモルファス素材で直径 65 cm、長さ 240 cm の円筒を間隔が 4 cm になるように上下に二分し、その半円の両端部に高さ 28 cm の平板をそれぞれ合わせ上部はスライドできる構造となっている。Fig.1 にシールドシェル断面と補償コイル配置、およびフィードバック用センサの配置を示す。フィードバック用のセンサをシェル内部に設置したときの内部雑音とシェル内部に設置した地点から 60 cm 鉛直上方向にフィードバック用センサを設置したときの内部雑音の比較を行う。このシールド中心から上に 60 cm という点は能動補償コイルに電流を流して補償磁界を発生させシールド中心磁界を 0 にした時、同じく磁界が 0 になる点である。またフィードバック用センサをシェル外部に設置したときの心臓磁界をフラックスゲートセンサを用いて計測を行う。

3.実験結果

フィードバック用センサをシェル内部に設置したときとシェル外部に設置したときの内部雑音の比較のグラフを Fig.2 に示す。1 Hz の雑音を比較するとシェル内部に設置したときが 35.8 pT/√Hz、シェル外部に設置したときが 10.2 pT/√Hz となり低周波の雑音を低減できることがわかった。また 60 Hz 付近の雑音も大きく低減できた。フィードバック用センサをシェル外部に設置したときの心磁計測の 1ch 分の結果を Fig.3 に示す。心電波形に同期して平均化し良好な心磁の計測例を示す波形が計測できた。

参考文献

- 1) I. Sasada and Y. Nakashima: "A new method of magnetic shielding: Combination of flux repulsion and backing up magnetic pathways," J. Appl. Phys, 103, 07E932 (2008)

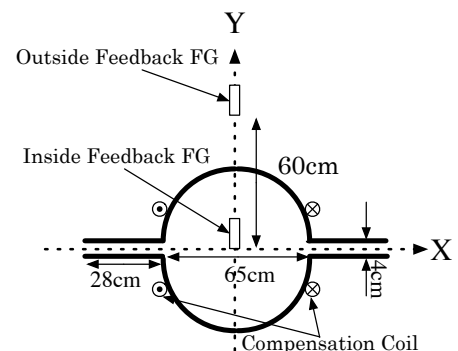


Fig.1 The position of the Feedback FG sensor

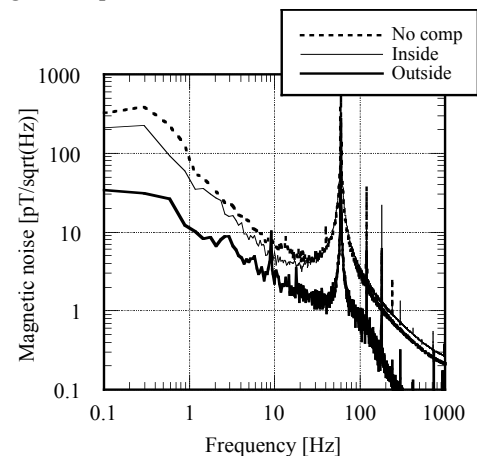


Fig.2 Magnetic noise spectra of sensor position inside and outside

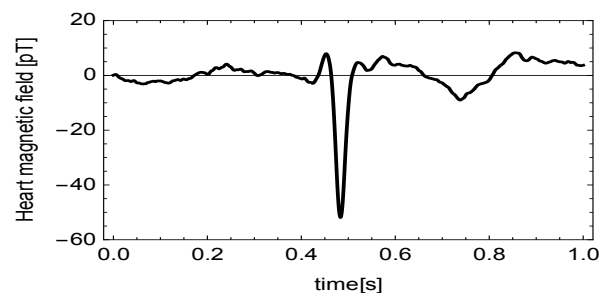


Fig.3 Waveform of the MCG

高感度 MI センサによる心磁場計測

浅野友佳理、内山剛、田島真吾*、奥田有記浩、中山晋介
(名古屋大学、*オレゴン州立大学)

Magnetic field measurement from the heart with supersensitive MI sensor

Y.Asano,T.Uchiyama,S.Tajima,Y.Okuda,S.Nakayama
(Nagoya Univ.,*Oregon State Univ.)

はじめに

現在、日本人の死因の第2位が心疾患であることと高齢者の増加による医療費の増大の問題があると考えられる。心磁図の利点として虚血性心疾患の診断や胎児の心臓の磁場測定に有効ということがある。これまで SQUID において 100pT 程度の心磁界が測定されているが⁽¹⁾、SQUID は液体ヘリウムを使用しているためランニングコストが高く装置が大きいといった問題がある。室温で動作するセンサとして FG センサ⁽²⁾や伝送線路型薄膜センサ⁽³⁾による心磁場計測の研究が行われている。MI センサもまた室温で動作するため、心磁場測定が可能であればコストの削減につながる事が考えられる。本研究ではシールドルームなしで MI センサによる心臓の磁場の測定を試みた結果を報告する。

実験方法

被験者は 20 代男性である。被験者にはベッドの上に俯せになってもらい、その下に MI センサを置いた。被験者に息を吸ってもらい、その後約 25 秒間息を止めた状態で心臓の磁場を測定した。このとき、同時に心電図も計測をした。得られたデータは遮断周波数 31.6Hz で移動平均をし、さらに基線の揺らぎを補正した。その後 5 秒以降のデータに対して加算平均を 10 回を行い、測定した磁場の代表的な波形を出した。体の表面とセンサのコイル上端との間隔は約 3mm とした。測定した磁界の方向は体に垂直な向きである。

実験結果

Fig.1 は心窩部から左に 4cm の位置、Fig.2 は心窩部から右に 4cm の位置における磁場を測定した結果である。心窩部から左 4cm の位置において心電図とよく似た波形が確認された。心窩部から右側 4cm の位置においては心電図と同期したピークはあるが、左側とは違った波形が観測された。今後は被験者の体勢を変えて測定を行うことと、体に近接して測定する予定である。

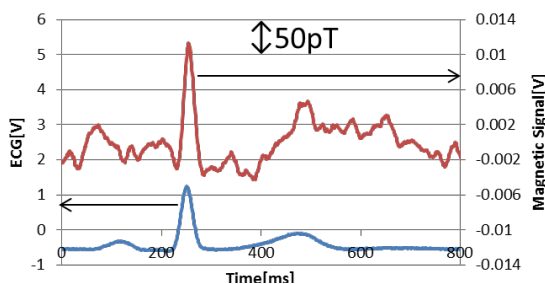


Figure 1 Magnetic signal recorded along with ECG at 4cm left of the pit of the stomach

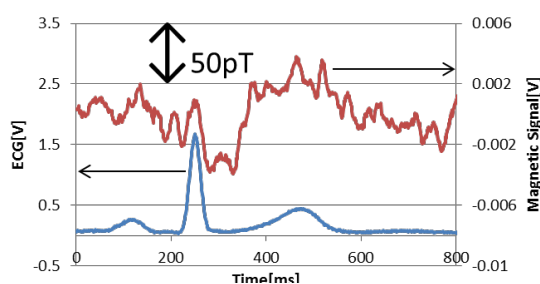


Figure 2 Magnetic signal recorded along with ECG at 4cm right of the pit of the stomach

参考文献

- 1) S H Liao, S C Hsu, C C Lin, H E Horng, J C Chen, M J Chen, C H Wu and H C Yang., "High-Tc SQUID gradiometer system for magnetocardiography in an unshielded environment". Supercond. Sci. Technol. 16, 2003, 1426-1429.
- 2) 原田翔夢, 笹田一郎, 韓峰 "一次元フラックスゲートアレイの製作と心磁界測定への適応", 電気学会論文誌 A Vol.133 No.6 pp333-338
- 3) 藪上信, 加藤和夫, 小澤哲也, 小林伸聖, 荒井賢一 "伝送線路型薄膜センサによる心磁界の多点計測", 電気学会論文誌 A, Vol.133 No.6 pp372-375

心磁図の空間フィルタを用いた信号源推定における 推定パラメータの検討

向口昂寿⁽¹⁾,小林宏一郎⁽¹⁾,吉澤正人⁽¹⁾,内川義則⁽²⁾

((1)岩手大学,(2)東京電機大学)

Examination of estimated parameter in signal source estimation using spatial filter for MCG

Akitoshi Mukaiguchi⁽¹⁾,Koichiro Kobayashi⁽¹⁾,Masahito Yoshizawa⁽¹⁾,Yoshinori Uchikawa⁽²⁾

((1)Iwate University,(2)Tokyo Denki University)

はじめに

近年、心臓疾患を早期発見する方法として、心臓の電氣的活動により生じる磁界を計測する心磁図が注目を集めている。心磁図の特長として計測磁界の歪みが少なく、多点同時計測が可能であることが挙げられる。このことから心磁図を用いて信号源推定(逆問題)を行い、心臓の活動部位を3次元的に推定することが可能である。脳活動の可視化に関しては、sLORETA (standardized LORETA)は信号最強点の推定精度が高く、多くの脳磁図解析に用いられているが、現状のsLORETAを心磁図へ応用すると、推定解は大きな広がりを持ち、信号源の深さによって推定解の広がりには差が生じる。本研究ではsLORETAを心磁図へ応用するために、空間フィルタの各パラメータを変更してシミュレーションを行い、推定精度について検討を行った。

実験方法

1辺15mmの立方体のボクセル1690個(平面方向に13個×13個、深さ方向に10個)を解析空間として1つのボクセルに電流ダイポールを設定し、これにより得られる磁界分布から信号源推定を行った。設定した電流ダイポールの向きは平面方向、強度は $1\mu\text{Am}$ とし、深さのみ変更した2パターン(0,0,-20)と(0,0,-110)のシミュレーションを行った。センサは175mm四方に64個、等間隔に配置されている。今回作成した空間フィルタは、深いボクセル位置のフィルタ係数の差を大きくするため、深さごとの最大値の比が伝達行列の最大値の比と等しくなるようにsLORETAの空間フィルタ係数に重みを乗じた。sLORETAおよび重みを乗じた時のシミュレーションを行った。

実験結果

信号源が浅い位置にある場合、作成した空間フィルタは、sLORETAの結果と同様に正しい位置の推定が行われた。一方Fig.1に示す信号源が深い位置にある場合、作成した空間フィルタは、信号最強点が深い位置に推定されるが、sLORETAの結果と比べると推定解の広がりが抑制された。このことから、空間フィルタの各パラメータを調整することで、推定された信号源の空間分布の広がりを抑制可能であることがわかる。

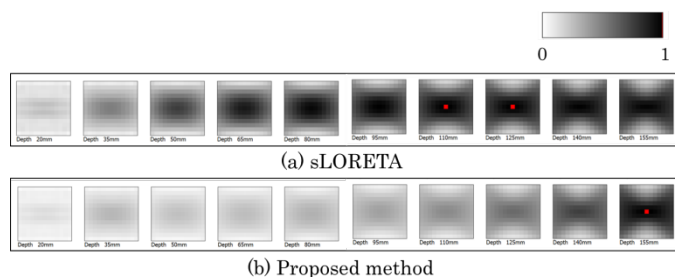


Fig.1 Simulation result of signal source estimate

参考文献

- 1) R.D. Pascual-Marqui : Methods Findings Exp. Clin. Pharmacol., 24, 5 (2002).

Component selection method of noise rejection based on Independent Component Analysis for MCGs

Morio Iwai(1), Koichiro Kobayashi(1), Masahito Yosizawa(1), Yoshinori Uchikawa(2), Francis M.Bui(3)

(1)Iwate University, (2)Tokyo Denki University, (3)University of Saskatchewan

[Background]

In recent years, a magnetocardiogram (MCG) measurement which can detect heart disease early has become important in clinical research. However, it is difficult to know the exact heart activity without noise rejection because MCGs are extremely small compared with the environmental magnetic noise. The most effective noise rejection method is that of using a magnetically shielded room (MSR). But, the MSR has problems on cost and weight. Then, MCG measurement without the MSR is desired.

To solve this problem, we studied noise rejection methods using independent component analysis (ICA). In many cases, noise rejection methods using ICA are performed qualitatively and manually because we must perform component selection with experimental judge from waveforms of components separated by ICA. We proposed new component selection method to carry out this process quantitatively and automatically.

[Algorithm]

The proposed method is based on average of autocorrelation function peaks. First, we calculate component's autocorrelation function which is time-shifted from 0 to T-1 seconds (T is measurement time and calculate blocks are 1 second). After getting autocorrelation function, we get that peaks and calculate average of that peak values. Finally, we distinguish noise from MCGs signal components using that value.

[Simulation]

We performed simulation to compare experimental judge from waveforms and the proposed method. Three simulation data (0, -10, -20 [dB]) this simulation used were made from row noise data and row MCGs signal data. These data were measured by using 64ch-SQUID magnetometer at the sampling frequency 500Hz.

[Result and Conclusion]

Fig.1 shows averages of peak values calculated from each components separated by ICA at 0 dB simulation data and those waveforms. Fig.2 shows averages of peak values calculated from each components separated by ICA at 0, -10, -20 dB simulation data and these averages are arranged in decreasing order. White bars indicate noise components by experimental judge from waveforms. Black bars indicate MCGs signal components by experimental judge from waveforms. Fig.1 and Fig.2 show first 8 components from high contribution ratio.

As shown in Fig.1, the proposed method can distinguish noise form MCGs signal components as experimental judge from waveforms. As shown in Fig.2, the boundary between peaks average of noise and MCGs signal components is 0.6 when simulation used simulation data at 0, -10, -20 [dB].

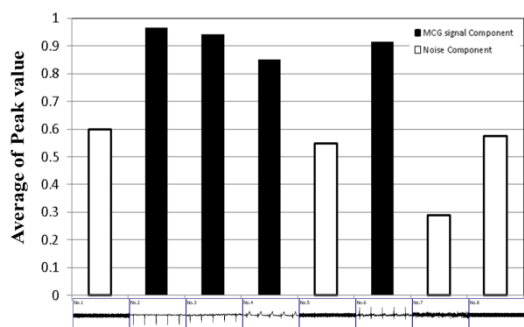


Fig.1 Average of peak values at 0dB

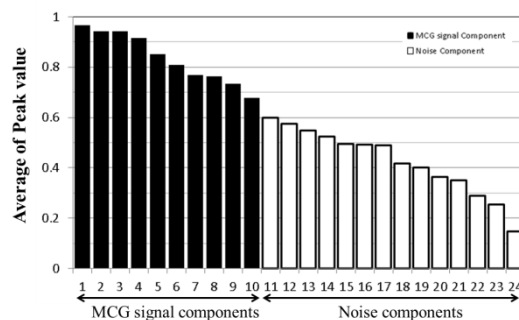


Fig.2 Average of peak values at 0, -10, -20 dB

充電式心臓ペースメーカを想定した充電状況推定方法の評価

佐藤拓, 酒井紀元*, 松木英敏**

(仙台高専 電気システム工学科, *東北大学大学院工学研究科, **東北大学大学院医工学研究科)

System to estimate the rechargeable battery condition for rechargeable cardiac pacemaker

Taku Sato, Norimoto Sakai*, Hidetoshi Matsuki**

(Sendai National College of Technology, *Graduate School of Engineering, Tohoku Univ., **Graduate School of Biomedical Engineering, Tohoku Univ.)

はじめに

徐脈性不整脈の治療として絶大な治療効果をもたらす臓ペースメーカは体内植込機器として有名であるが、一時電池の電池消耗の度に外科手術により本体ごと取り替える必要がある。患者にとってはいつでも充電できて、ペースメーカの電池残量(充電状態)を把握できることが望ましい。そこで我々は非接触給電技術を採用した電池交換不要のペースメーカを開発している^[1]。本稿では非接触充電時の二次側インピーダンスが充電状況に対応して変化することに注目し、その変化を体外側パラメータから計測する方法を提案し、そのシステムを評価したので報告する。

実験方法

Fig.1 に実験回路を示す。ファンクションジェネレータとアンプにより 10 [kHz] の正弦波電圧をコイルに印加し、パワーメータにより各パラメータを得る。

チタン(金属)ケースの有無において、二次側インピーダンス(充電状況)を非接触充電中の一次側パラメータから下式を用いて推定を行った。

$$R_L = \frac{\omega^2 M^2}{(Z_1 \cos \theta - R_1)} - R_2 \quad (1)$$

結果および検討

Fig.2 にチタンケースの有無での実験条件における二次側インピーダンスの推定結果を示す。

チタンケース無しときは充電前半から後半にかけて正確な推定が可能であった。一方、チタンケース有りのときは充電が進むにつれて実際よりも低く推定されることが確認された。伝送コイル間にチタンケース(金属)が介在するとそれに渦電流損が発生して損失となり伝送効率が低下し、同じ受電電力を得るには送電電力が増加することになり、(1)式ではそれを考慮していない。そのためにFig.2 の様な推定の誤差が生じたものと考えられる。

そこで測定データを解析した結果、チタンケース有りのときの送電電力の増加分(金属の渦電流損)が一次電流の二乗に比例する傾向が確認された。その比例定数を等価的なチタンロス抵抗 R_T としてインピーダンス推定式に取り入れることで新たなインピーダンス推定式(補正式)を提案した。

Fig.3 に金属を考慮した新たなインピーダンス推定式による二次側インピーダンスの推定結果を示す。チタンケースが有るときでも充電前半から後半にかけて正確な推定を実現することが出来た。

まとめ

充電状況を一次側パラメータから推定する方法を金属ケースが有る場合についても検討し、従来の推定式

に金属の渦電流損をあらわすチタンロス抵抗 R_T を組み込む事で、金属がある場合においても充電状況の正確な推定を実現することが出来た。

謝辞 本研究はJSPS 科研費 26350687 の助成を受けたものである。

参考文献

[1] T. Sato, F. Sato, H. Matsuki, T. Sato, J. Magn. Soc. Jpn., Vol.32, No.1, pp29-35, 2008

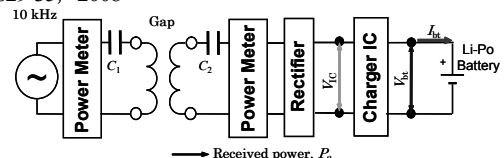


Fig.1 Experiment circuit.

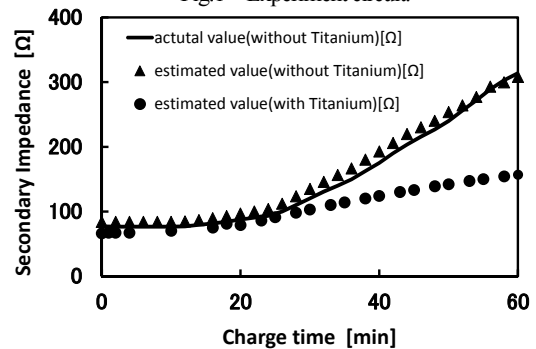


Fig.2 Estimated result of the secondary impedance.

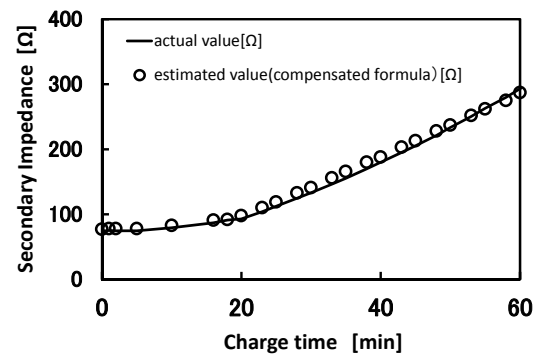


Fig.3 Estimated result of the secondary impedance with titanium.

血管内治療を目指した磁気アクチュエータとその励磁方法

柴田優花、高橋雅人、山田 努、竹村泰司
(横浜国立大学)

Magnetic actuator and excitation system for intravascular treatment

Y. Shibata, M. Takahashi, T. Yamada, Y. Takemura
(Yokohama National University)

はじめに

磁性体を用いたアクチュエータによる低侵襲な医療が注目されている^[1]。近年では磁気アクチュエータに磁界を印加することでトルクや推進力を与え、動脈硬化の病変を削る治療が想定されている^[2]。本研究では、従来とは異なる手法により、磁場勾配によって磁石に推進力を与えることを利用した磁気アクチュエータの実現を目指している^[3]。そこで、複数のコイルを集積させた励磁システムを考案し、磁場合成を用いた位置制御が可能であることを示した。また、血管内を想定した水流実験や、アレー状のコイルが作る合成磁場の検討により、現実的な励磁条件下で、アクチュエータの駆動が可能であることを示した。

実験方法

励磁システムの構成は Fig.1 に示した通りである。x, z 軸には直径 60 mm の励磁コイルを複数並べ、y 軸方向には直径 300 mm の大型コイルを 1 対配置している。径方向に着磁された直径 2.5 mm、長さ 10 mm の円柱状磁石を磁界が直交するように設置して、コイルから磁場を印加することで駆動させた。また、x または z 軸方向に配置した隣接するコイル対において 1 対ごとに流す電流の比率を変えて磁場勾配が 0 になる地点を変えていった。また、アレー化した複数のコイル対で同様に移動制御の実験を行い、より効率が良い励磁方法を検討した。また、水流実験を行うことで磁石の抗力を算出し、血流中での駆動に必要な磁場勾配の値を求めた。

実験結果

Fig.2 より、隣接するコイルに流す電流の比率を変えることで、アクチュエータの停止位置の制御が可能であることを示した。また水流実験によって、血流中での駆動に必要な磁場勾配が 9.1 kA/m² であることを算出した。対向するコイルアレーの磁界を合成させたとき、電流を 2 A ずつ流すと最大磁場勾配が 10 kA/m² であり、血流中での駆動に必要な磁場勾配の値を上回った。これは 2 対のコイルのときと比較しても、より低い電力で駆動に十分な磁場勾配が得られることを確認した。

参考文献

- [1] S. H. Kim et al., Artificial Organs, Vol. 37, issue 10, pp.920-926, 2013.
[2] C. Yu et al., Sensors and Actuators A: Physical, Vol.161, issue 1-2, pp.297-304, 2010.
[3] 高橋雅人 他, 第 38 回日本磁気学会学術講演会, 4aF-3, 横浜, 2014 年 9 月.

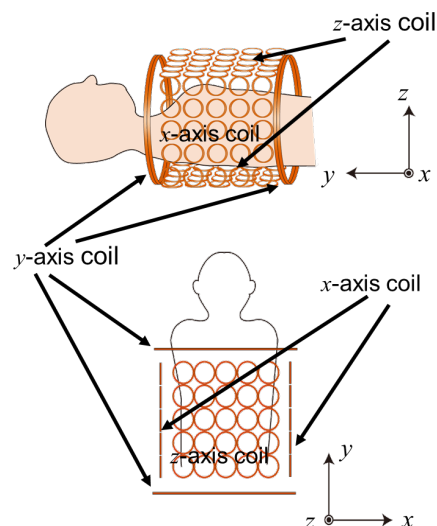


Fig. 1 Excitation system

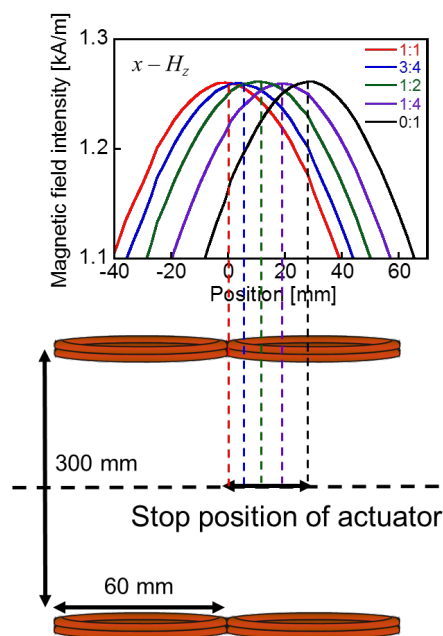


Fig. 2 Current ratio and stop position of actuator

低磁場で屈曲する磁気屈曲ガイドワイヤの構造の考案

後藤渉、栢修一郎、石山和志 (東北大学 電気通信研究所)

An invention of the magnetically-bended guidewire by a low magnetic field

W. Goto, S. Hashi, K. Ishiyama (RIEC Tohoku Univ.)

はじめに

カテーテル等の医療器具に先行して挿入されるガイドワイヤの操作には高度な技術が要求され、医師の熟練度により施術時間や成功率が異なるという問題がある。この問題を解決するために、ガイドワイヤ先端を磁気的に屈曲させる方法が検討されている。我々は磁気トルクにより屈曲させる方法を検討してきたが^[1]、取り付け磁石をガイドワイヤの径(約0.5~0.8mm)程に小型化すると、90°以上の屈曲に300~700kA/m程の大きな磁界が必要と推測された。そこで、より低磁場で大きな屈曲を達成するために、新たにガイドワイヤ先端の構造を考案し実験を行ったので報告する。

実験方法

Fig.1に示すように、(a)既存のガイドワイヤ先端軟性部にネオジウム磁石を取り付けた場合、(b)球型ネオジウム磁石を鎖状に接続した構造の場合の2パターンに対して印加磁界に対する屈曲角度の変化を測定した。先端のネオジウム磁石は(a)、(b)ともに同じサイズとし、屈曲させる長さとはともに10mmとした。また、先端の磁石に発生する磁気トルクを最大とするため、磁界を先端の磁石と直交する方向に印加した。

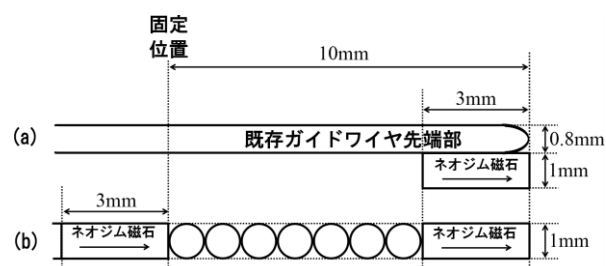


Fig. 1 The Structures of guidewire tips, (a) existing guidewire with a cylindrical magnet, (b) a structure of chained spherical magnets

実験結果

測定したパターン(a)及び(b)における印加磁界と屈曲角度の関係を Fig. 2 (a), (b)にそれぞれ示す。Fig. 2より、(b)の構造で(a)よりも極めて低磁界で同程度の屈曲角度を達成できていることがわかる。また、Fig. 3に屈曲時の1例の写真を示す。(a)では180kA/mで83°の屈曲であるが、(b)では1.2kA/mでも93°の屈曲をしている。また、磁界を取り除くと、(b)の構造でも(a)と同様元の方向に戻ることが確認できた。今回、球型磁石を用いた新しい構造を考案し、磁石の体積が増加したことで、屈曲に必要な磁界の低減を実現し、球型磁石を用いることで、Fig. 3(b)に示すようななだらかな弧を描く屈曲を達成できた。今後はこの構造の力学的モデル化、及び既存のガイドワイヤが有していた機能を保持しているか等検討の必要がある。

参考文献

- [1] 平木, 栢, 石山: 平成25年電気学会全国大会講演論文集, 2号, pp.199 (2013).

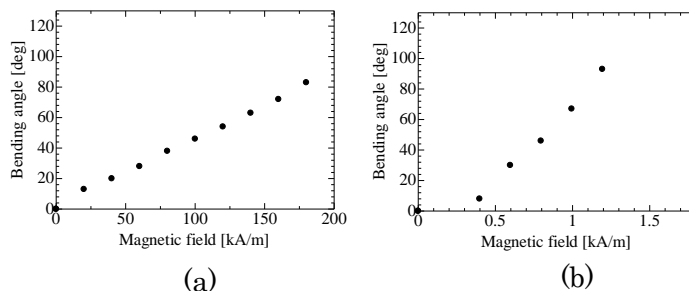


Fig. 2 The Relation between magnetic field and bending angles, (a) existing guidewire with a cylindrical magnet, (b) a structure of chained spherical magnets

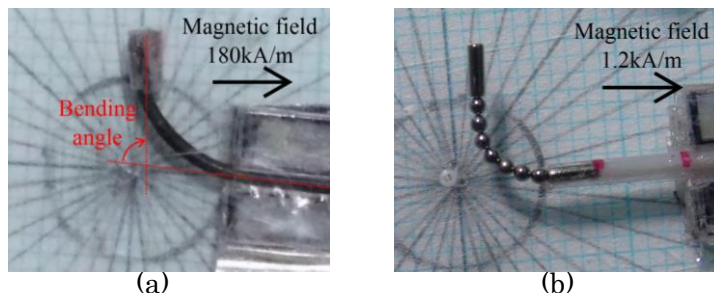


Fig. 3 The Photographs of bended guidewires, (a) existing guidewire with a cylindrical magnet, (b) a structure of chained spherical magnets

交流磁界は発芽に影響を及ぼすか

林 周、*平田 恵啓、**内貴 猛、**八田 貴
(株式会社フォレストック、*北海学園大学、**岡山理科大学)

Alternative magnetic fields might affect germination

A. Hayashi, Y. Hirata, T. Naiki and T. Hatta

(Forestec Co., Ltd., Hokkai-Gakuen Univ. and Okayama University of Science.)

はじめに

地球上の動植物は常に地磁気に晒されているため、50 μT 程度の直流磁界は生物にまったく影響を及ぼさないと考えられている。一方、超電導コイルが生成する高磁界下ではモーゼ効果により水面の移動が起こることが知られており、直流高磁界は生態系に何らかの影響を与えることは推測できる。他方、交流磁界が及ぼす生体影響については様々な研究¹⁾が行われているが、統一的な見解は得られていない。

そこで我々は、地磁気程度の振幅の交流磁界が種子の発芽に及ぼす影響を調べた。

実験方法

試料には小麦(農林61号)の種子を用いた。照射する光の条件を一定とし、かつ温度を0.1度の精度でコントロールするため、実験は小型インキュベータ内で行った。寒天培地を入れたシャーレ内に小麦種子を置き、湿度100%を保つために本体と蓋を密閉封入した。磁界はソレノイドコイルと電流制御回路を用い、振幅が5 μT 、周波数が10 kHzの矩形交流磁界を発生させた。磁界の印可方向をそろえるため、シャーレはソレノイドコイルの中心に配置した。照射光の光源に赤色LEDを用い、同一の光量となるように定電流で駆動した。発芽の様子はインキュベータ内に設置したWebカメラを用い1時間間隔で撮影し、得られた画像から発芽に要する時間を求めた。一回あたり30個の小麦の発芽観測を4回行った。再現性を高めるため、岡山理科大学に加えて北海学園大学でも簡易設備での実験を行った。

結果・考察

Fig. 1に発芽率を示す。磁界の有無によらず発芽は実験開始から5時間以降で確認でき、26時間で発芽率がほぼ100%になった。磁界を印可しない場合21時間で発芽率が51.3%になるのに対して、磁界印可時発芽率は41.6%、22時間では68.3%に対して55.8%の発芽率となった。これらより、1時間程度ではあるが交流磁界の印可により、小麦の発芽が抑制されることが確認できた。

今回用いた5 μT を超えるより大きな磁界の印可で、さらなる発芽抑制も期待されるが、試作システムではソレノイドコイルの発熱が大きくなるため、温度上昇を伴わない磁界印可方法の検討が必要となる。

今後は小麦以外の様々な植物の磁界影響を調べる一方、遺伝子レベルでも影響があるのかを、シロイロナズナを用いて実験する予定である。

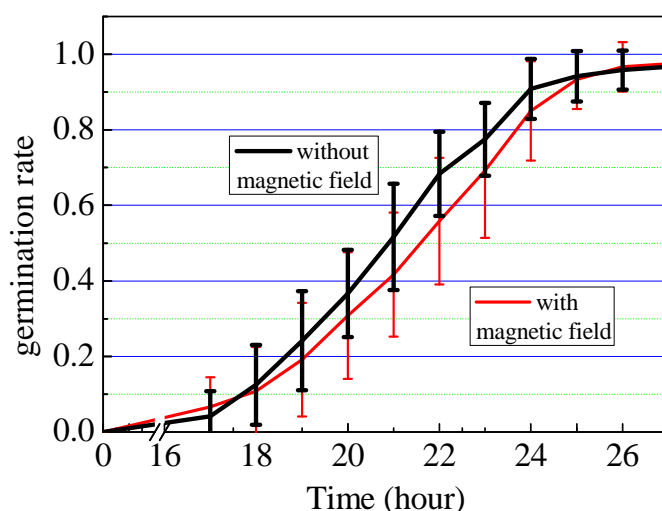


Fig. 1 Effects of the magnetic field for germination rates. (N = 120)

参考文献

- 1) A. Yano, Y. Ohashi, T. Hirasaki, and K. Fujiwara: *Bioelectromagnetics*, **25**,572 (2004)

肺がん細胞へのドキソルビシン作用に対する交流磁界曝露影響

松居大輔, 牛丸透, 萩原章希, 柿川真紀子
(金沢大学)

Effect of ELF magnetic fields on anticancer drug Doxorubicin potency to human lung cancer cells
Daisuke Matsui, Toru Ushimaru, Shoki Hagihara, Makiko Kakikawa
(Kanazawa University)

はじめに

がんの治療法として化学療法が用いられているが、抗がん剤はがん細胞の増殖を抑制する働きがあるが正常細胞にも作用するために副作用が生じてしまう。先行研究における大腸菌の実験系では交流磁界曝露により薬剤作用が増強し、薬剤の違いにより増強度が異なることを確認している。今回は、ヒト細胞株 A549 において抗がん剤シスプラチンの作用が交流磁界曝露(50 mT, 60 Hz, 24 h)により 1.1 倍(生存率は非曝露群の 50%減)に増強したことから、種類の異なる薬剤であるドキソルビシンの作用に対する交流磁界影響などを測定した結果を報告する。

磁界発生装置および薬剤作用への磁界影響の評価方法

今回、実験対象としてヒト肺がん細胞株 A549 を使用した。この細胞は接着培養系細胞でありディッシュに接着しながら増殖していく。その増殖速度は $\times 2/\text{day}$ である。使用した交流磁界発生装置は実験領域(縦 90 mm \times 横 90 mm \times 高さ 40 mm)において、周波数 60 Hz, 磁束密度 50 mT \pm 10%, 温度 36.5 $^{\circ}\text{C}$ である。上記の交流磁界発生装置を CO₂ インキュベータ内に設置し用いた。

抗がん剤ドキソルビシンは、シスプラチンと作用機序が異なること、また肺がんの治療で多く用いられている抗がん剤であることから A549 細胞に適するため選択した。

本研究では交流磁界影響の評価方法としてコロニーアッセイ法を用いた。コロニーとは、ディッシュに接着した単一細胞が増殖を繰り返し、肉眼で確認できるほどのサイズとなった 1 つの細胞集団のことである。コロニーアッセイでは、細胞の増殖能により薬剤作用をコロニー数で評価を行うことが出来る。同数の細胞を 2 枚のディッシュに撒き A549 が増殖期において同量のドキソルビシンを添加し、一方は磁界曝露し他方は磁界曝露せずに 24 時間反応させたのち抗がん剤を取り除いた。その後培地を入れ替えコロニーアッセイ法により評価した。

実験結果および考察

抗がん剤ドキソルビシンを添加し、磁界非曝露を 1 としたときの曝露の細胞生存率の相対比のグラフを Fig.1 に示す。Fig.1 より、抗がん剤ドキソルビシンを用いた場合、磁界曝露群において非曝露群と比べて細胞生存率の減少がみられることから磁界曝露によりドキソルビシンの作用が増強したことが確認できた。また、同様の実験をシスプラチンで行った先行研究の結果を Fig.2 に示す。Fig.2 より、シスプラチンを用いた先行研究との比較によりその増強度はシスプラチンでの同様の実験よりも小さいものであることがわかる。今回、ヒト肺がん細胞において抗がん剤の種類の違いにより交流磁界への影響が異なることが確認できた。今後、さらに他の薬剤の作用に対して交流磁界曝露したときの影響について評価していく。

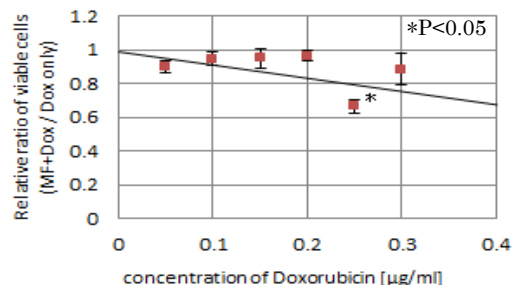


Fig.1 Effect of ELF magnetic fields on Doxorubicin potency

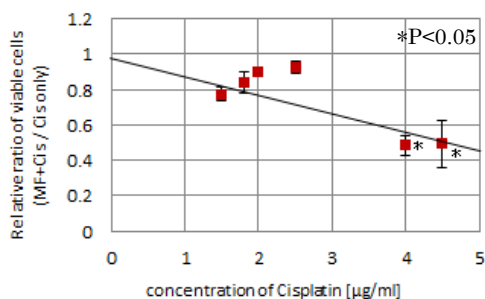


Fig.2 Effect of ELF magnetic fields on Cisplatin potency

直接給電法の適用を目指した大脳皮質刺激に関する基礎的検討

倉田 絵莉¹, 佐藤 文博^{1,2}, 宮原 敏¹, 松木 英敏¹,
鈴木 迪諒³, Griffin St. Clair³, 西村 幸男³
(¹東北大, ²東北学院大, ³生理学研究所)

Experiment of the Cerebral Cortex Stimulation for Direct Feeding Method

E. Kurata, F. Sato, S. Miyahara, H. Matsuki, M. Suzuki, G. St. Clair, Y. Nishimura
(¹Tohoku Univ., ²Tohoku Gakuin Univ., ³National Institute for Physiological Sciences)

はじめに

電気刺激療法に用いる刺激電極として、我々は直接給電法による完全埋込電極を提案している¹⁾。本方式では被刺激対象近傍に小型の刺激素子を埋め込み、体外装置から発生させた近傍電磁界により非接触で体内へ給電・通信を行い電気刺激する。これまでの検討では本システムの機能的電気刺激への適用を目指し、体内素子が出力する刺激パルスによりマカクサルの上肢の筋で刺激実験を行い、運動機能再建に成功している。

様々な電気刺激療法の中でも、大脳皮質運動野刺激療法は上肢の麻痺症状と疼痛の改善に効果があると知られている。そこで今回は大脳皮質に対する直接給電システムの適用を目指して、マカクサルの大脳皮質運動野に対する刺激実験を行ったのでその結果について報告する。

実験構成と結果

マカクサル二頭 (5.4 kg, 6.5 kg) の運動野, 計 12ヶ所に電気刺激を行い, 運動機能再建が可能か確認する実験を行った。本実験は大脳皮質に対して電気刺激が可能か確認することが目的のため刺激素子は埋め込まず, 脳に慢性的に埋め込まれた電極から体外に延ばされたコネクタに体内制御回路の出力端子を接続し刺激を行った。刺激パルスは 20 発でパルス幅は 0.5 ms とした。刺激電圧は, 刺激を行う前に測定した生体抵抗の値をもとに決定した。本システムでは刺激電圧を 0 V ~ 30 V まで制御することが可能である。

計 12ヶ所刺激したうち 10ヶ所で運動を確認した。平均刺激電流は 1.1 mA で最大 1.3 mA, 最小 0.70 mA だった。他 2ヶ所では 2 mA 入力しても運動が確認されなかったため刺激を終了した。このうち一頭の刺激箇所と誘発された運動を Fig. 1 に示す。Fig. 2(a) は実験の様子であり, 大脳皮質運動野への直接給電法による電気刺激により, 掌を握る動作を誘発できた。Fig. 2(b) はこのときの深指屈筋の筋電図を示し, 大脳運動野への電気刺激により筋活動があることが分かる。このとき刺激電圧は 4.5 V であった。本実験より直接給電法による電気刺激で運動機能再建可能であることを確認した。以上より直接給電システムは大脳皮質運動野刺激療法に適用可能であると考えられる。

参考文献

- 1) K. Kato *et al.*, "Bidirectional communication system for magnetic direct feeding FES," IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 47, No.10, October, 2011

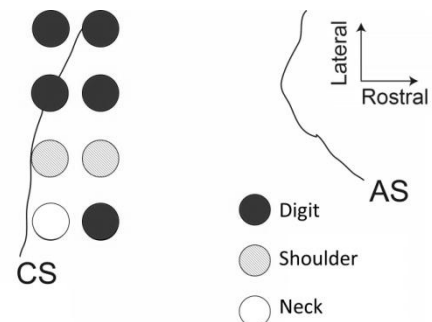
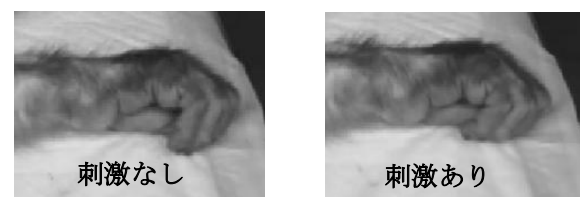
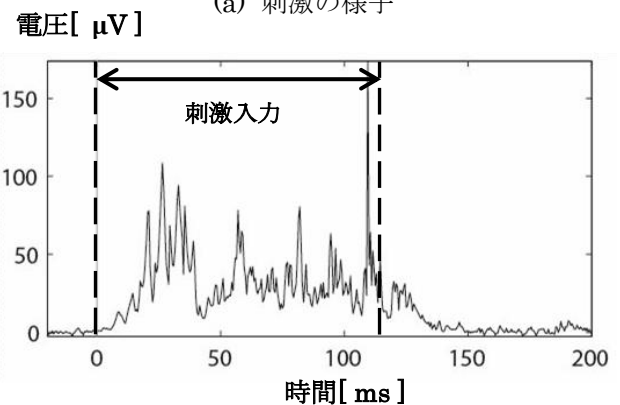


Fig. 1 刺激箇所と誘発運動



(a) 刺激の様子



(b) 筋電図 (深指屈筋)

Fig. 2 刺激結果