

MH loop Modeling of NdFeB Anisotropic Bonded Magnet

F. Akagi and Y. Honkura*,
(Kogakuin Univ. , *Magnetdesign Corp.)

1. Introduction

The NdFeB anisotropic bonded magnet is one of the most important permanent magnets. It enables the achievement of complex shapes and is superior in strength to other magnets¹⁾. Therefore, it is useful for motors of hybrid vehicles (HV) and electric vehicles (EV), which are in demand because of their smaller size and higher-speed rotation. However, we are concerned about its demagnetization, which is called “magnetic fatigue”²⁾. We expect that the magnetic fatigue is caused by a high frequency field of 0.5 kOe at 10 kHz, a DC reverse field from 3 to 4 kOe, and a high temperature over 400 K. In our previous study, we showed that when the anisotropy field (H_k) of a grain-surface is lower than that of a main phase, the coercivity field H_c is much lower than H_k . However, the MH loop did not fit an experimental value.

In this study, the standard deviations of c-axis orientation distribution (σ_{C-axis}) and H_k distribution (σ_{Hk}) were investigated to fit the experimental MH loop of an NdFeB anisotropic bonded magnet.

2. Micromagnetic simulator

In this simulation, a one-grain model was assumed for the MH loop modeling of an NdFeB anisotropic bonded magnet¹⁾. A dynamic magnetic reversal process was calculated by using the Landau-Lifshitz-Gilbert equation as follows.

$$\frac{dM}{dt} = -\gamma(M \times H_{eff}) + \frac{\alpha}{M_s} \left(M \times \frac{dM}{dt} \right) \quad (1)$$

M is the magnetization, and M_s is the saturation magnetization. H_{eff} is the effective field, which is summed up as an external field, a static field, an anisotropy field, and an exchange field. γ is the gyromagnetic ratio, and α is the damping factor.

The one-grain model is shown in Fig. 1. The grain was divided into $16 \times 16 \times 16$ hexagonal prism cells, and each cell was 2 nm in diameter and 2 nm high. The grain was assumed to have a low H_k surface, which was painted grey in Fig. 1. The surface layer was 2 nm wide. The M_s was 1.61 T, the intercell exchange energy was assumed to be 0.5×10^{-11} J/m, and the damping constant was 1.0 at room temperature. The c-axis represented the perpendicular direction (z-axis direction) and changed from 0 to 3° every 1°, and the anisotropy constant K_u changed from 0.8 to 7.0 MJ/m³ every 0.2 MJ/m³ to fit the experimental MH loop of the NdFeB anisotropic bonded magnet. First, MH loops were calculated with every combinations of c-axes and K_u values. Next, each magnetization was multiplied by the constant in accordance with a statistical probability. Last, all magnetizations were summed up, and the MH loop modeling was completed.

3. Results and discussions

Fig. 2 shows the comparison of MH loops between simulations and the experiment. The experimental data was for magnetic particles of the NdFeB bonded magnet³⁾. For the simulation, the $\sigma_{Hk}/\langle H_k \rangle$ was 10 and 30 % when the σ_{C-axis} was 1°. Here, H_k is defined as $2K_u/M_s$. $\langle H_k \rangle$ was the average H_k , and the main phase $\langle H_k \rangle$ was 6077 kA/m. The H_k of the surface layer was 0.135 times lower than the main phase. From this result, the experimental MH loop fit the simulation loop for $\sigma_{Hk}/\langle H_k \rangle$ of 30 %. Therefore, the NdFeB bonded magnet is predicted to have a large distribution of H_k and a low distribution of c-axes.

Acknowledgments

We thank Dr. Mishima of Aichi Steel Corporation for his advice on the experimental bonded magnet. We also thank Hitachi Corp. for providing us with the use of this simulator.

References

- 1) Y. Honkura, Proceeding of 19th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnets and Their Application, Beijing, CHINA 2006, p.231.
- 2) F. Akagi and Y. Honkura, Proceeding of 38th Annual Conference on MAGNETICS in Japan, Symposium "Magnetic materials used for high speed motors," 4aB-6, 2014.
- 3) <http://www.magfine.net/magfine/images/MAGFINE%20CATALOG%20A4%20ENG%20BACK.pdf>.

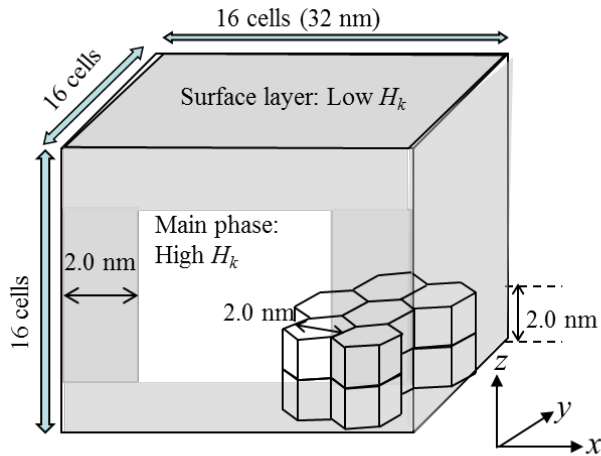


Fig. 1 Structural model of one grain.

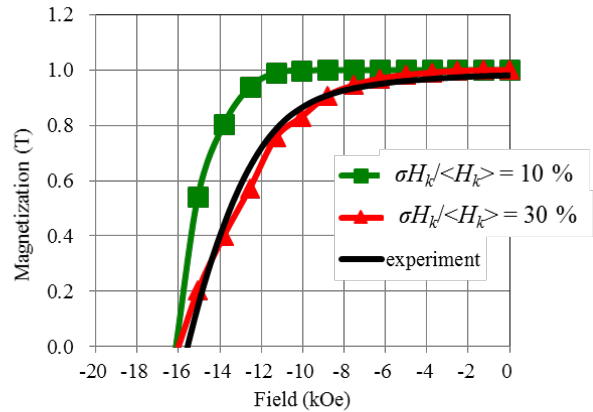


Fig. 2 Comparison of MH loops between experiment and simulations.

Behavior of a permanent magnet used for the high efficiency motor under the high frequency magnetic field

C.Mishima¹, T. Ariizumi², Y.Honkura³

(1 Aichi Steel. Corp. 2 TOEI INDUSTRY CO.LTD, 3 Magnedesign Corporation.)

The development of high efficiency motors is accelerating as energy problems become more serious. Many magnetic materials are used in high efficiency motors, and the demands on the properties of the magnetic materials are changing greatly by the use of power electronics¹⁾.

For example, in soft magnetic materials such as electrical steel, increases in iron losses of 20% to 60% caused by the inverter excitation have been reported¹⁾.

On the other hand, with hard magnets such as permanent magnets, the eddy current loss on the surface of the magnet cannot be neglected as the electric resistivity of rare earth sintered magnets is very low in comparison with ferrite sintered magnets.

As a result, the measurement and numerical analysis of losses under AC magnetic fields based on NdFeB sintered magnets has been studied^{2), 3)}.

With recent high speed motors, larger magnetic fields are applied to the magnet and the frequencies of those fields are higher, and as a result the problem of magnet losses will become more important.

We have manufactured a device to study the magnetic properties in a high AC magnetic field. With the device, we studied the magnetic properties of Nd sintered magnets, anisotropic bonded magnets and ferrite magnets.

The results show that while there is a large delay in the magnetization of Nd sintered magnets, this delay was small in Nd bonded magnets and the ferrite magnets.

This may be attributed to electrical resistivity.

However, it was difficult to perform the comparison of magnetic properties in high AC field with the normal BH tracer, because it was not possible to express the AC hysteresis with a magnetic unit.

This time, we have succeeded in expressing hysteresis with a magnetic unit.

Furthermore, we are remodeling the device to allow high frequency measurements while applying a static magnetic field to the magnet.

In this report, we report the outline of the device and results of a measurement.

Reference

- 1) K.Fujisaki : IEE Japan, MAG-13-149
- 2) K.Itoh, Y.Hashiba, K.Sakai, T.Yagisawa : T.IEE Japan, Vol.118-A (1998) p.182
- 3) K.Yamazaki, A.Abe: T.IEE Japan, Vo.127-D (2007) p.87



Fig.1 Experimental Apparatus

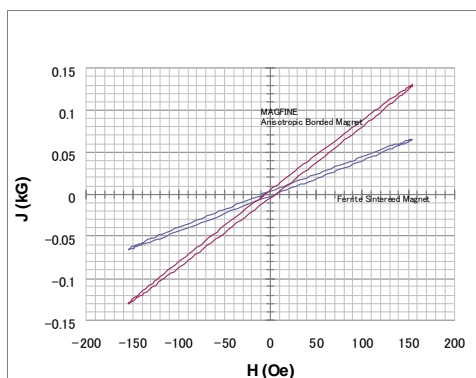


Fig.2 Minor loops in a high frequency magnetic field

Future Trend of Electrical Motor Drive System

Keisuke Fujisaki
(Toyota Technological Institute)

Electrical motors are used more than one-hundred years ago. At first DC motor was used because of battery power source¹⁾. After electrical power network was distributed as AC, AC electrical motors were driven by constant frequency and constant voltage such as 50 Hz or 60 Hz. So they were mainly used in fan, blower and compressor to give some force to water or air in water and sewage plant or so. They are considered to support the industrial revolution in modern society. However, the applications were limited in almost constant force or constant rotation speed condition, and the rotational speed control is difficult to be realized in high efficiency because of electrical power source problem. Power electronics technology²⁾ solves the problem. It makes it possible to realize the variable rotational speed efficiently^{3, 4)}. The variable speed requires the change of voltage and frequency of supplied electrical power source because of the electrical motor theory. The rotating speed should be controlled to be the same as the traveling speed of magnetic field in the stator core, which is decided by supplied frequency. When the frequency increases, supplied voltage should increase because of the Faraday's law of induction. By means of the power electronics technology, variable voltage and frequency are possible to be realized efficiently, and then electrical energy is used widely⁵⁾. Power device is used in it as a switching operation, which makes a high efficient electrical power conversion because voltage or current becomes zero and then the power loss becomes almost zero. Figure 1 shows the inverter circuit, a kind of power electronics technology, and IPM motor. The variable voltage is realized by changing the pulse-width and the variable frequency is realized by changing the pulse-timing in the output voltage as shown in Fig. 2. Then the electrical motor drive system is realized in transportation system such as electrical vehicle, hybrid ship or electrical airplane. Now is considered to be the second stage of electrical motor application. The closed connection between the electrical motor and the power electronics technology is indispensable. So their total system design is required as shown in Fig. 3 because each technology in the motor drive system is usually based on the different background⁶⁻⁸⁾.

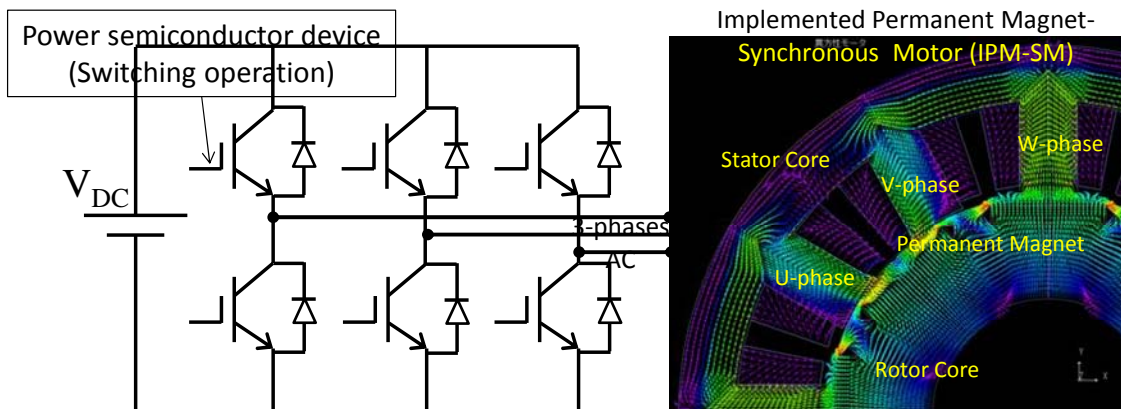


Fig. 1 Electrical motor drive system for speed control of electrical motor by power electronics technology.

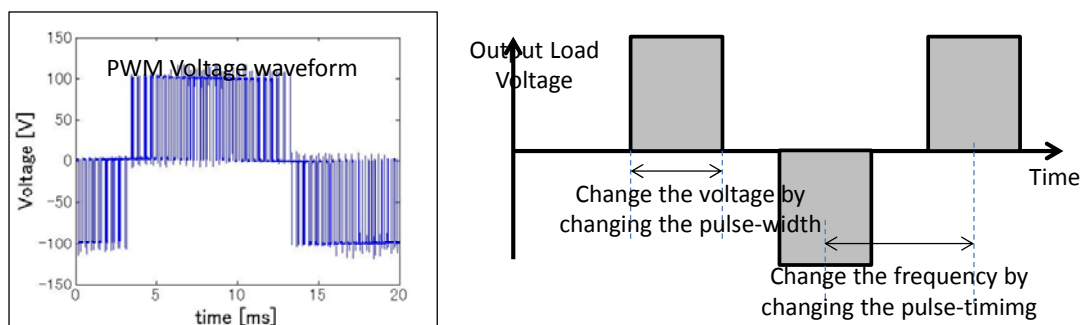


Fig. 2 Variable voltage and variable frequency realization by switching operation of power semiconductor device.

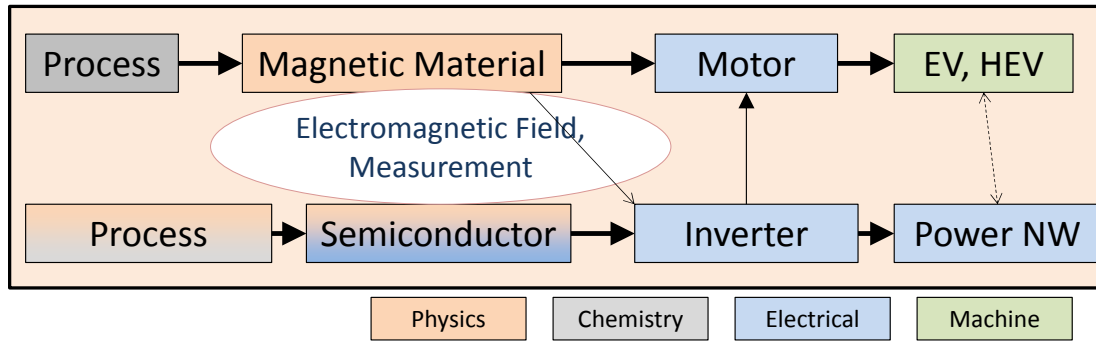


Fig. 3. Elementary technologies of motor drive system in electrical motor and power electronics.

The motor drive system usually moves with the vehicle in the transportation system. So there is a requirement for the downsizing and weight reduction of drive system. Because of electrical motor theory, the high rotational speed and then the high frequency operation are demanded in motor drive system as well as magnetic material⁸⁾. Usually electrical power of motor (P) is shown as

$$P = \omega T$$

Here, ω is rotational angle velocity, and T is electrical torque. Since magnetic saturation of magnetic material is usually limited as 2 [T] or so, the torque per unit volume is said to be almost constant. Maxwell stress's law shows that electrical force is proportion to the square of magnetic flux density. So in order to increase the electrical power, the increase of rotational speed is required.

However, the high frequency demand derives some new problems to be solved; 1. Increase of supplied voltage (extra step-up converter is required), 2. Increase of mechanical gear, 3. Bearing problem for high rotation, 4. Increase of iron loss of the motor, 5. Increase of centrifugal force of the rotor (high tensile strength steel superior to magnetic property is required).

Direct drive system is considered to be another trend for high rotational speed and high frequency. Electrical motor directly rotates the wheels. So it has superior characteristics as; 1. Low voltage, 2. Gear less or so, 3. No bearing problem, 4. Iron loss reduction, 5. Centrifugal force reduction. Vehicle weight is reported to deduce more than 30%. Which system is better is not now decided. But magnetic material is considered to be a key technology for future vehicle, because it is used not only in electrical motor but also in power electronics circuit⁹⁾.

Table 1 EV comparison of high speed and direct drive

	High Speed	Direct Drive
Electrical motor size	Small	Large
Supplied voltage	Large	Small
Mechanical gear	Large	Small
Mechanical bearing	Difficult	Easy
Iron loss	Large	Small
Centrifugal force	Large	Small
Drive shaft	Large	Small

Reference

- 1) Gee, William (2004). "Sturgeon, William (1783–1850)". *Oxford Dictionary of National Biography*. Oxford, England: Oxford University Press.
- 2) Robert W. Erickson, Dragan Maksimovic "Fundamentals of Power Electronics, second edition," Kluwer Academic Publishers, 2001.
- 3) K. Fujisaki, "Advanced magnetic material requirement for higher efficient electrical motor design," The 38th Annual Conference on Magnetics in Japan, Symposium "Challenge of Magnetics to Improve Energy Efficiency", 4aB-2, 2014.9
- 4) K. Fujisaki, "Electrical Energy and Magnetics," The 37th Annual Conference on Magnetics in Japan, Symposium "Challenge of Magnetics to Improve Energy Efficiency", 6pB-2, 2013. 9
- 5) Keisuke FUJISAKI, "Energy Management in Industry," The Journal of The Institute of Electric I Engineers of Japan Vol. 133(2013) No. 12, pp.821-824, 2013. (in Japanese)
- 6) K. Fujisaki, "Required Magnetic Property for Energy Magnetic Material," Oct.29-31, 2014, 3rd International Conference of Asian Union of Magnetics Societies (IcAUMS), A1-03, 2014.10.
- 7) K. Fujisaki, "Necessity and problem of Magnetic Material for Electromagnetic Actuator System," S22(1)-S22(4), Vol. 5, Annual Meeting of IEEJ, 2015.3. (in Japanese)
- 8) Yoshinobu HONKURA, Keisuke FUJISAKI, "Development on Recent Magnetic Material," The Journal of The Institute of Electrical Engineers of Japan Vol. 134(2014) No. 12, pp.828-831, 2014. (in Japanese)
- 9) K. Fujisaki, "Relation between future magnetic materials and power electronics technologies", The 202st Topical Symposium of the Magnetic Society of Japan, 2015.5. (in Japanese)

Hysteresis Model and Eddy Currents in FEM Analysis

Fumiaki Ikeda
Photon Co., Ltd.

Highly accurate analysis of magnetic fields requires faithful reproduction of the magnetization characteristics of magnetic materials. In the thermodynamic hysteresis model found in our last proposal to achieve such an analysis, the magnetization characteristics in three dimensions are determined by free energy and their history dependence is assumed to be associated with friction and other irreversible processes. The hysteretic magnetic field corresponding to friction determines the coercivity of a magnetic material. Application of the variational method to the thermodynamic potential not only enables us to formulate finite elements for numerical analysis, but also offers the advantage of simpler handling of spontaneous magnetization and hysteresis as compared to the conventional FEM analysis based on the weighted residual method. This model assumes a static nature of magnetic materials. The validation was made by extrapolating the static behavior of hysteresis based on the frequency characteristics of the measured data. However, in reality magnetic materials are generally subject to dynamic magnetic fields. Such dynamic elements must be introduced to the model in order to express the dynamic nature of the hysteresis.

The actual dynamic characteristics of a magnetic material are largely influenced by eddy currents, which are divided into two types. The first are macroscopic eddy currents by induced electromotive force from variable magnetic fields. The second are eddy currents caused by displacement of a domain wall (i.e., an interface separating domains), which does not affect the magnetic field at the macro level while contributing to the loss of the magnetic material.

Similar to the ordinary analysis of dynamic magnetic fields, the effects of the former type of eddy currents can be taken into account in FEM or other numerical methods designed for analyzing macroscopic phenomena when the electric conductivity of a target magnetic material is given.

Nevertheless, the latter type of eddy currents occurs within one domain at most. It is difficult for FEM to take these effects into account without any modification. For this reason, a model needs to be devised for expressing such a phenomenon on a macro scale.

Accordingly, an attempt was made to devise a necessary macro model by performing theoretical calculation of domain wall displacement in a simple one-dimensional model. The study proved that eddy currents do not manifest themselves on a macro scale and only negligibly influence the field distribution in a small domain as most of them cancel out each other.

Therefore, in a small domain the loss associated with this type of eddy currents can be evaluated by post-processing of the results of an analysis that ignores these currents. In a larger domain toward more macro scale, effects of these eddy currents are no longer negligible and must be taken into account during the analysis.

In some cases, conducting FEM analysis with macroscopic eddy currents is met with difficulties, as is the case with laminated electrical steel sheets. In order to make such an analysis possible, preliminary research was carried out as a part of necessary systematic research.

High density soft magnetic composite core of nanocrystalline FeSiBPCu alloys

A. Urata¹, Y. Kanamori¹, M. Yamaki¹, K. Okamoto¹, S. Sato¹, N. Nakamura², M. Nakaseko² and Y. Ozaki²

¹NEC TOKIN Corporation, Advanced Materials Research & Development Division, 7-1 Koriyama 6-chome, Taihaku-ku, Sendai 982-8510, Japan

²JFE Steel Corporation, Steel Research Laboratory, Iron Powder & Magnetic Materials Research Department, 1 Kawasaki-cho, Chuo-ku, Chiba 260-0835, Japan

Recently, growing concern about the global environmental and energy issues, the next generation vehicles (HEV, EV and FCV) and renewable energy (solar photovoltaic and wind generation) have been developed and become popular throughout the world. Therefore, down-sizing, high efficiency, and high power are demanded for those motor and power supply parts. As one of the candidate to meet the demand is a soft magnetic composite core manufactured by press forming process using soft magnetic alloy powder coated with insulating resin. There are several advantages of these cores, such as 3-dimensional magnetic isotropy, high flexibility of core design, high efficiency by reduction of eddy current loss and, low cost by a near net shape manufacture process. So, we have developed a composite core with high packing density and low loss using new high B_s nanocrystalline alloy powder produced by a high packing density forming method. In this paper, we have investigated magnetic properties of toroidal soft magnetic nanocrystalline composite cores and clarified the possibility of using high packing density nanocrystalline composite cores for high performance applications.

The base powder consists of FeSiBPCu nanocrystalline alloy powder with nearly 50 μm in median particle diameter and silicone resin of 2 wt% for electrical insulator and binder between the particles. The toroidal cores were formed by our method. Core loss at 400 Hz was evaluated by AC-BH curve tracer. Nanocrystalline structures were examined by X-ray Diffraction (XRD) with Cu- K_α radiation and analyzed by whole-powder-pattern decomposition method (WPPD).

Fig.1 shows the photo image of a nanocrystalline toroidal composite core of 56 mm in outer diameter 36 mm in inner diameter and 7 mm in thickness. In general, nanocrystalline alloy shows high hardness and it is difficult to high packing density forming. On the other hand, this composite core has high packing density of 83.4 %, as compared with normal press core of about 70 % in packing density.

Fig.2 shows the core loss at 400Hz of the nanocrystalline composite core as a function of maximum induction (B_m). The data of an Fe-Si composite core and non-oriented magnetic steel are also shown for comparison. The core loss at 400 Hz-1.0 T of the nanocrystalline composite core is 9.8 W/kg, corresponding to one-fourth of that of Fe-Si composite core, and superior to non-oriented magnetic steel²⁾.

Fig.3 shows the XRD patterns of the nanocrystalline composite core. The core consists of α -Fe grains of about 30 nm in diameter estimated by WPPD. As a result, the magnetocrystalline anisotropy³⁾ and magnetostriction⁴⁾ of this alloy are reduced, and the nanocrystalline core exhibits excellent magnetic properties.

In conclusion, the soft magnetic composite core with high packing density and nanocrystalline structure shows low core loss and large core B_s and is suitable for high performance next generation magnetic devices.

This work was supported by the NEDO project "Developing high-performance magnetic materials in pursuit of high-efficiency motors".

Reference

- 1) A. Makino, H. Men, T. Kubota, K. Kubota and A. Inoue, Mater. Trans., **50** (2009) 204.
- 2) K. Sadahiro, S. Gotoh and S. Uenosono, JFE TECHNICAL REPORT, 6 (2005) 1.
- 3) G. Herzer, IEEE Trans. Magn., **25** (1989) 3327.
- 4) G. Herzer, Mat. Sci. and Eng., **A133** (1991) 1.



Fig. 1 Photo image of nanocrystalline composite core.

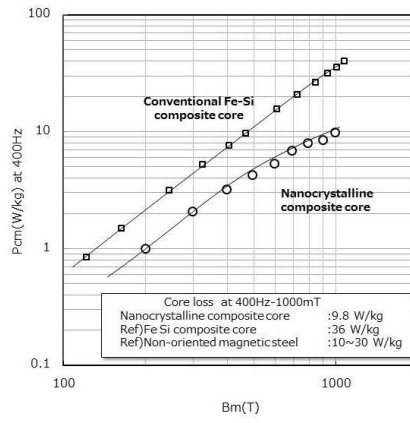


Fig. 2 Core loss at 400Hz of nanocrystalline composite core.

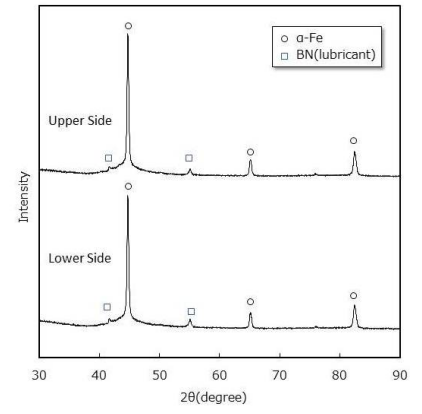


Fig. 3 XRD patterns of nanocrystalline composite core.

High-efficiency IPM motor design and iron loss evaluation

M. Nakagawa¹, Y. Sanga¹, T. Kondo¹, Y. Asano¹, A. Yamagiwa¹

Y. Inoue², M. Sanada², S. Morimoto²

¹Technology Research Association of Magnetic Materials for High-Efficiency Motors (MagHEM)

²Osaka Prefecture Univ.

The expectation for higher-efficiency motors has been increased because the demand for the motorized vehicles and the energy-saving consumer electrical appliances has been grown. For that reason, Motors and Magnetic Materials R&D Center, which is a branch of Technology Research Association of Magnetic Materials for High-Efficiency Motors (MagHEM), develops the design technology of high-efficiency interior permanent magnet synchronous motors (IPMSMs) applying the newly developed magnetic materials and the magnetic material evaluation technology. It is important to develop the design technology of high-efficiency IPMSMs to utilize the newly developed magnetic materials (i.e. high-remanence permanent magnets). High-remanence permanent magnets tend to be adopted as the motor structure is the same, because it is thought that the high efficiency motors can be obtained by using the high-performance materials. However, as shown in Table I, the efficiency of this motor decreases due to increase in the iron loss by using high-remanence permanent magnets in order to reduce the copper loss. Furthermore, the motor structures have a significant influence on the efficiency of the motor if the same magnets are adopted. Therefore, in order to increase the motor efficiency, it is necessary to evaluate the iron loss generated by the magnetic flux including the fundamental components and the harmonic components.

First, the authors developed an ultra-high-precision motor loss analysis system equipped with magnetic bearing in which there is no mechanical friction loss because the rotor is levitated. It enables to reduce the variation in the mechanical friction loss that is a cause of an error of motor loss evaluations, because the iron loss is estimated by subtracting obtained losses, such as the copper loss and the mechanical loss, from the total loss.

Second, because the iron loss density is distributed in the motor, it is necessary to develop a technique for evaluating local iron loss in order to design motors. Therefore, by using search coils and sensors (H coil) for measuring the magnetic field strength, we have developed a technique for evaluating local iron loss under excitation by an inverter. As measurement examples, we report the comparison result of the loss of the ring core using conventional electromagnetic steel sheets and FeBPCu nanocrystalline alloy ribbon.






Acknowledgments

The work is based on results obtained from the future pioneering program "Development of magnetic material technology for high-efficiency motors" commissioned by the New Energy and Industrial Technology Development Organization (NEDO).

[1] Y. ASANO, S. ARAKI, A. YAMAGIWA, K. OHYAMA "Trend of the Amount of Heavy Rare-earth Elements used in IPMSM for Air-conditioner and Action for the Future." The papers of Joint Technical Meeting on Motor Drive, Rotating Machinery and Vehicle Technology, IEE Japan, MD-14-074, RM-1-037, VT-1-009 (2014)

[2] M. Sanada, Y. Inoue, S. Morimoto, T. Kosaka "High efficiency IPM motor, high efficiency variable field motor" 35th Motor Technology Symposium (2015)

Table I Influences of remanence and rotor structures on motor losses (City-driving evaluation point)

Model	Type 1V-1	Type 1V-2	Type 1V-3	Type 2D	Type ∇
Rotor structure					
Remanence Br[p.u.]	1	1.143	1.268	1	
Current [p.u.]	1	0.892	0.813	1.054	0.973
Copper loss [p.u.]	1	0.796	0.660	1.110	0.947
Iron loss [p.u.]	1	1.152	1.327	0.786	0.914
Total loss [p.u.]	1	0.984	1.016	0.938	0.929

^{57}Fe -NMR による M 型 Ca フェライトの研究

高尾健太、宇治克俊、和氣剛、田畑吉計、中村裕之
(京大院工)

^{57}Fe NMR study of M-type calcium ferrites

K. Takao, K. Uji, T. Waki, Y. Tabata, H. Nakamura
(Kyoto Univ.)

【背景】

M 型フェライトは鉄原子が磁性を担う鉄系酸化物磁石であり、安価な磁石材として広範囲の用途に使われている。M 型フェライトは異なる 5 つの Fe サイトを有する複雑な構造を持ち、微視的磁性の情報を得ることは容易ではない。これまで M 型フェライトの微視的磁性評価には ^{57}Fe -メスバウア分光がよく用いられてきた [1]。メスバウア分光は測定が簡便な手法である。しかし、原理的なことが理由で分解能に限界があり、四重極効果によるスペクトルの分裂もあるため、構造が複雑な M 型フェライトではデータの解釈に曖昧さを残す欠点がある。一方で、NMR は分解能が高く、 ^{57}Fe -NMR では四重極効果もないため内部磁場の大きさを直接的に観測できるメリットがある。しかし、M 型フェライトは内部磁場が広く分布しているため、広い周波数領域の測定が必要であり、実験には多大な労力を要する。そのため NMR は微視的な評価手法として積極的には利用されてこなかった。我々は周波数自動掃引 NMR 装置を用いて測定労力を軽減し、M 型フェライトの系統的な測定を行っている。

本研究では Ca を含む M 型フェライトに ^{57}Fe -NMR 実験を適用した。Ca を含むフェライトは M 型フェライトの中でも高い磁気特性を有しており、近年製品化されている [2]。一方、その母物質である Ca フェライトの基礎物性は不明な点が多く、特に微視的な磁性は全く知られていない。本研究では La 置換 Ca フェライトの ^{57}Fe -NMR 測定を行い、微視的な磁性を評価する。

【実験方法】

La 置換の Ca フェライト ($\text{Ca}_{0.75}\text{La}_{0.5}\text{Fe}_{11.75}\text{O}_{19}$) の粉末試料 ^{57}Fe -NMR 測定を行った。試料は固相反応法により作製した多結晶試料と、CaO 自己フラックス法により作製した単結晶試料を砕いたものを用意した。それぞれの測定結果および他の M 型フェライトの ^{57}Fe -NMR 測定結果を比較し、Ca フェライトの 5 つの Fe サイトの内部磁場の強さや La 置換による電子状態の変化を評価する。

【結果・考察】

図 1 は La 置換 Ca フェライト多結晶試料の NMR 測定の結果である。測定は 4 K、ゼロ磁場下で行い、Fe サイト由来のスペクトルの詳細な形状が判明した。非置換 Sr フェライトの NMR 測定結果 [3] と比較すると $12k$ 、 $2a$ サイトはほぼ同じ周波数に観測されたが、 $4f_1$ 、 $4f_2$ サイトは低い周波数で観測された。また、69 MHz 付近に強度が小さく幅広いスペクトルが観測された。このスペクトルは Sr フェライトには存在しないものであり、その起源に興味を持たれる。Sr フェライトで、60 MHz 付近に観測される $2b$ サイトの信号の周波数が上昇した可能性や、Ca-La サイトの不均化に伴う新たな局所環境の Fe サイトの出現などが考えられるが、現在のところ不明である。今後の系統的实验が待たれる。

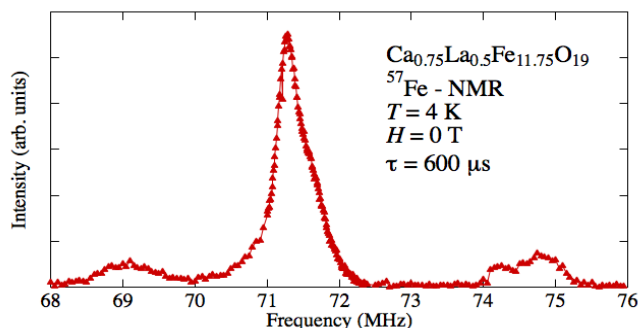


図 1. 多結晶 Ca フェライトの ^{57}Fe -NMR 測定

参考文献

- 1) G. Wiesinger et al., Phys. Stat. Sol. a **189** (2002) 499.
- 2) Y. Kobayashi et al., J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy **55** (2008) 7-541.
- 3) M. Küpferling et al., Phys. Rev. B **73** (2006) 144408.

La-Co 置換系 M 型 Sr フェライトの ^{57}Fe 核 NMR酒井宏典, 服部泰佑, 徳永陽, 神戸振作, 下田愛子*, 和氣剛*, 田畑吉計*, 中村裕之*
(原子力機構,* 京大) ^{57}Fe NMR study in La-Co substituted M-type Sr FerriteH. Sakai, T. Hattori, Y. Tokunaga, S. Kambe, A. Shimoda, T. Waki, Y. Tabata, and H. Nakamura
(JAEA,* Kyoto Univ.)

1 はじめに

M 型フェライト $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ は、六方晶系マグネトプランバイト型 (M 型) 結晶構造を有し、Sr の一部を La で、Fe の一部を Co で同時に置換すると磁気異方性が大きく向上し、飽和磁化も大きくなることを見いだされ、磁気応用上、有用な材料となった。しかしながら、この共置換系において、磁気異方性が向上する理由についてはよく分かっていない。M 型フェライトには、5 つの結晶学的に異なる Fe サイトが存在し、Co が Fe のどのサイトと置換しているのか、価数はどうなっているのか、中性子散乱¹⁾、Mössbauer 効果²⁻⁴⁾、核磁気共鳴 (NMR)⁵⁾ などの微視的磁気プローブ毎に、見解が異なっているのが現状である。本研究では、 ^{57}Fe 核 NMR 及び ^{59}Co 核 NMR を行い、他の微視的実験結果や第 1 原理計算結果などを相補的に考慮しながら、整合性のある解を目指している。本講演では、主に ^{57}Fe 核 NMR の実験結果について発表する。

2 結果および考察

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 及び、La-Co 共置換系 $\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x\text{Fe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}$ の粉末試料、フラックス法で育成された単結晶を用いて、ゼロ磁場 NMR 実験を行った。 ^{57}Fe 核は、自然存在比 2.2% で核スピン $I = 1/2$ をもち、強磁性体中の各 Fe サイトにおける内部磁場に呼応して、外部磁場ゼロで NMR を行うことが出来る。核磁気回転比が $\gamma_n = 1.4 \text{ MHz/T}$ と低いと、NMR 敏感核ではないが、強磁性体では巨視的磁気モーメントが高周波に対して大きく応答し NMR 強度が増強する効果があり、実験可能となる。特に、この NMR 信号増強効果は、典型的に磁区内で約 10^4 倍、磁壁内で約 10^{10} 倍と見積もられており、粉末 NMR スペクトルでは、磁区・磁壁からの NMR 信号を区別することが必要となる。

Fig. 1 に、温度 4 K で測定した $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の粉末試料、単結晶におけるゼロ磁場 ^{57}Fe 核 NMR スペクトルを示した。磁区内の信号に関しては、磁化容易軸が c 軸であるために NMR 励起用高周波 (rf) が c 軸垂直であるときに最も NMR 信号が観測され、完全に rf が c 軸平行であれば NMR 信号は消える。一方、磁壁では、磁化方向が隣接する磁区間で回転しているため、たとえ $rf \parallel c$ とセットしていても、磁壁増強 NMR 信号が観測されることが予想される。実際、Fig. 1 に示したように、単結晶 NMR スペクトルに明瞭な rf 方向依存性が観測され、磁区・磁壁信号の分離に成功した。NMR スペクトルの横緩和時間測定、外部磁場依存性などからも、この分離が妥当であることを確認した。このように単結晶試料を用いることで、各 Fe サイトにおける内部磁場を微視的に決定することが可能である。当日は、共置換系における ^{57}Fe 核 NMR の結果についても報告し、Mössbauer 効果の実験等との比較についても検討したい。

References

- 1) Y. Kobayashi, E. Oda, T. Nishiuchi and T. Nakagawa, *J. Cer. Soc. Jpn.* **119**, 285 (2011).
- 2) G. Wiesinger, M. Müller, R. Grössinger, M. Pieper, A. Morel, F. Kools, P. Tenaud and J. M. Le Breton and J. Kreisel, *physica status solidi (a)* **189**, 499 (2002).
- 3) A. Morel, J. M. Le Breton, J. Kreisel, G. Wiesinger, F. Kools and P. Tenaud, *J. Magn. Mater.* **242-245**, 1405 (2002).
- 4) J. M. Le Breton, J. Teillet, G. Wiesinger, A. Morel, F. Kools and P. Tenaud, *IEEE Transactions on Magnetics* **38**, 2952 (2002).
- 5) M.W. Pieper, F. Kools and A. Morel, *Phys. Rev. B* **65**, 184402 (2002).

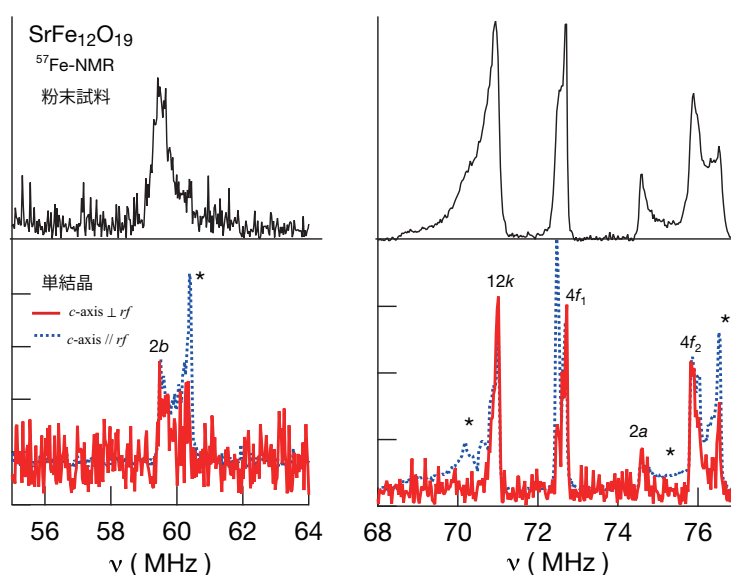


Fig. 1 温度 4 K で測定した $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の粉末試料、単結晶におけるゼロ磁場 ^{57}Fe 核 NMR スペクトル。単結晶のスペクトルは、高周波 (rf) 方向を磁化容易軸である c 軸平行に配置したもの、と、垂直に配置したものを示している。

単結晶 M 型 Sr フェライトの強磁場下 ^{57}Fe メスバウアー分光

永澤延元, 池田修悟, 下田愛子*, 和氣剛*, 田畑吉計*, 中村裕之*, 小林寿夫
(兵庫県立大, *京都大)

Single-crystalline M-type Sr hexaferrite with external magnetic fields
studied by ^{57}Fe Mössbauer spectroscopy

N. Nagasawa, S. Ikeda, A. Shimoda*, T. Waki*, Y. Tabata*, H. Nakamura*, and H. Kobayashi
(Univ. of Hyogo, *Kyoto Univ.)

はじめに

M 型 Sr フェライトである $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ は、空間群 No. 194 の六方晶 $P6_3/mmc$ のフェリ磁性体であり、室温下で結晶学的に等価でない 5 つの Fe サイトが存在している。この $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の Sr^{2+} を La^{3+} に、 Fe^{3+} を Co^{2+} で少量置換することで室温での保持力が向上するため、様々な永久磁石材料に利用されている。しかしながら、Fe の電子状態や、Fe サイトに Co^{2+} を置換することで Fe が受ける影響については未だ解明されていない。今回は M 型 Sr フェライトの単結晶の強磁場下 ^{57}Fe メスバウアー分光測定を行い、Fe の電子状態と置換による影響を調べたので報告する。

実験方法

^{57}Fe メスバウアー分光測定には c 軸（磁化容易軸）方向が薄く、その厚さが $50\ \mu\text{m}$ 程度の板状の単結晶試料を十数枚貼りあわせて、直径 $8\ \text{mm}$ 程度の大きさにした試料を用いた。また c 軸に対して平行に γ 線を入射し、 c 軸に対して垂直に外部磁場 H_{ex} を印加した。

実験結果

Fig. 1 に、 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ に対して強磁場下 ^{57}Fe メスバウアー分光測定の結果を示す。 $H_{\text{ex}} = 0\ \text{kOe}$ のスペクトルにおいて、Evans が提案しているモデル¹⁾を基準にフィッティングを行うと、得られたスペクトルとの良い一致を示した。また、 $H_{\text{ex}} \neq 0\ \text{kOe}$ のスペクトルについては、外部磁場を印加してもセンターシフトと四重極相互作用は変化しないという仮定のもと、良いフィッティング結果を得ることができた。これらのスペクトル解析から得られた超微細磁場 H_{hf} から、 H_{ex} の寄与を差し引くことで各 Fe サイトの内部磁場 H_{int} を求めることができる。 $H_{\text{ex}} = 0\ \text{kOe}$ で得られたスペクトルでは、 $\Delta m = 0$ の遷移による吸収がほとんど観測されなかった。これは、各 Fe サイトの内部磁場 H_{int} が磁化容易軸である c 軸と実験誤差の範囲内で平行であることを示している。

H_{ex} の増加と共に $\Delta m = 0$ の遷移によるピークの相対強度が大きくなっていることから、磁場印加によって H_{int} が H_{ex} と平行になる様に回転していくことがわかった。そして、 $H_{\text{ex}} = 30\ \text{kOe}$ では H_{int} の向きと H_{ex} の向きが平行になっており、この結果は磁化測定で得られた結果と一致した。また、 H_{int} が H_{ex} に依存しない Fe サイトと、 H_{ex} の増加と共に H_{int} が減少する Fe サイトが存在することがわかった。La-Co 置換系フェライト $\text{Sr}_{0.554}\text{La}_{0.456}\text{Fe}_{11.775}\text{Co}_{0.225}\text{O}_{19}$ についても同様の測定を行った結果、 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ では H_{ex} に依存しなかった $2a$ サイトの H_{int} が、 H_{ex} の増加と共に大きく上昇することがわかった。

参考文献

- 1) B. J. Evans, F. Grandean, A.P. Lilot, R. H. Vogel, and A. Gérard: *J. Magn. Magn. Mater.* **67** 123(1987).

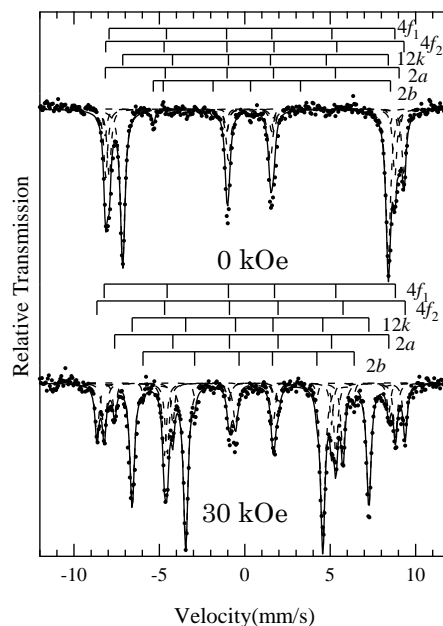


Fig. 1 Mössbauer spectra of the single crystalline samples $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ with external magnetic fields, at 150K.

La 置換 M 型 Ca フェライトの単結晶合成と物性

宇治克俊、和氣剛、田畑吉計、中村裕之
(京大)

Growth and characterization of La-substituted M-type calcium ferrite single crystals

K. Uji, T. waki, Y. Tabata, H. Nakamura
(Kyoto Univ.)

はじめに

マグネトプランバイト型 (M 型) フェライト ($AFe_{12}O_{19}$, $A = Ca, Sr, Ba, Pb$) は、 Fe^{3+} ($3d^5$, $S = 5/2$) が磁性を担うフェリ磁性体であり、これを母相とした永久磁石は、低価格・化学的に安定・元素戦略上有利などの理由から市場の大半を占めている。現在主流の製品は $A = Sr$ の SrM フェライトで、Sr を La、Fe を Co で一部置換すると、磁気異方性が増大し、保磁力が向上することが知られている。近年、LaCo 置換 SrM フェライトに性能が勝るフェライト磁石として、LaCo 置換 CaM フェライトが開発された[1]。その母体となる非置換の $CaFe_{12}O_{19}$ は安定相として存在せず、La をいくらか添加することによって初めて CaM フェライトが安定になることが知られているが[2]、La 置換 CaM フェライトの物質固有の性質に関する報告は少ない。本研究では、La 置換 CaM フェライトの単結晶試料を作製し、その物性を評価した。

実験方法

単結晶試料は CaO 自己フラックス法により合成した。 $CaCO_3$ 、 $La(OH)_3$ 、 Fe_2O_3 を原料として $Ca : La : Fe = 2.9375 : 0.5 : 11.75$ となるように秤量し、メノウ乳鉢で 30 分混合後、白金るつぼ内で $1400^\circ C$ から $1200^\circ C$ まで $2.5^\circ C/h$ で徐冷した。相同定を XRD、SEM-WDX により行い、磁化測定を MPMS、微視的磁性を ^{57}Fe メスバウア分光法にて評価した。

実験結果・考察

図 1 はフラックス法により得られた薄板状の単結晶である。粉末 XRD を行った所、M 型フェライトに同定された。また、SEM-WDX による組成分析の結果、組成は $Ca_{0.49}La_{0.48}Fe_{12.03}O_{19}$ と判明した。多結晶の CaM フェライトは Fe が M 型フェライトの組成式より少ないとき安定化するため、Ca の Fe サイトへの侵入が疑われているが[3, 4]、A イオンと Fe の比が 1 : 12 の試料が得られた。

単結晶の磁化曲線を図 2 に示す。非置換の $SrFe_{12}O_{19}$ の磁化困難軸方向の磁化曲線は線形に増加するが、本系では $H = 0.5$ T 付近でメタ磁性転移的に磁化が急激に上昇した。格子の乱れなどにより局所的な磁気異方性が $SrFe_{12}O_{19}$ とは異なる可能性がある。今後 MPMS によって詳細な磁化曲線及び試料依存性を測定し、当日報告する予定である。得られた単結晶を用いた ^{57}Fe メスバウア分光の結果も当日報告する。

参考文献

- [1] Y. Kobayashi et al., J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy **55**, 7-541 (2008)
- [2] N. Ichinose et al., J. Phys. Soc. Jpn. **18**, 1700 (1963).
- [3] F. K. Lotgering and M. A. H. Huyberts, Solid State Commun. **24**, 49(1980)
- [4] 宇治克俊ほか, 粉体粉末冶金協会講演概要集 平成 27 年度春季大会, 222 (2015)



図 1 得られた単結晶

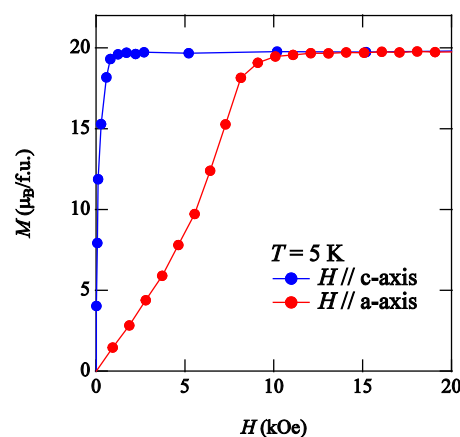


図 2 CaM フェライト単結晶の磁化曲線

La,Co 置換 M 型 Sr フェライトの単結晶育成及び磁気異方性の評価

森下翔、谷奥泰明、植田浩明、道岡千城、吉村一良
(京大院理)

Single crystal growth and characterization of magnetic anisotropy in La,Co-substituted M-type Sr ferrites

H. Morishita, Y. Tanioku, H. Ueda, C. Michioka, and K. Yoshimura

(Dept. of Chem., Grad. Sch. of Sci., Kyoto Univ.)

1. はじめに

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ は M 型フェライトに分類される六方晶の構造を持つ物質であり、磁気異方性が強く保磁力が高いため永久磁石材料として実用化されている。これまで磁石特性を高めるために様々な元素置換が行われてきたが、特に Sr を La に、Fe を Co に部分置換した $\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x\text{Fe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}$ は置換に伴い $x < 0.4$ では飽和磁化が減少せずに保磁力が増加する¹⁾。しかし、これまで行われてきた研究は焼結体に関するものであるが、磁気異方性を正確に評価するためには単結晶が必須である。本研究では、La 置換及び La,Co 置換体に対して、単結晶の磁気異方性を測定し、La 置換及び Co 置換それぞれの役割を解明することを目的とする。

2. 実験方法

La 置換 $\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ 及び La,Co 置換 $\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x\text{Fe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}$ の単結晶を、キヤノンマシーナリー製の赤外線加熱単結晶育成装置 SC-E15HD を用いて育成した。直径 5mm、長さ 120mm 程度の棒状の焼結体を作製し、Sr,La-rich なフラックスを用いて移動溶媒型浮遊帯域 (Traveling Solvent Floating Zone, TSFZ) 法にて 1mm/h の速度で成長させ、円柱状の単結晶を得た。

磁化測定は QUANTUM DESIGN 社の MPMS を用いて、 $T=5\text{K}\sim 300\text{K}$ 、 $H=0\sim 5\text{MA/m}$ の範囲で行った。このとき、反磁場の影響を極力減らすために、単結晶試料をおよそ $0.5\text{mm}\times 0.5\text{mm}\times 2\text{mm}$ の直方体状に整形し、長辺を磁場方向と平行にして測定した。

3. 結果

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ においては、TSFZ 法によって単結晶を合成可能である²⁾が、今回 La 置換及び La,Co 置換 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ においても TSFZ 法が有効であることが明らかとなった。図 1 は育成した結晶の一例であり、右側の複数ドメイン領域を除く直径 4mm、長さ 70mm 程度が単ドメインの単結晶となっている。

得られた試料を粉砕し、粉末 X 線回折測定を行ったところ、広い組成範囲において M 型フェライトが得られることが判明した (図 2)。磁化測定の結果、La 置換により、低温の異方性磁界が $x \leq 0.3$ までは減少するが、 $x \geq 0.4$ では逆に増加する。同時に、 $x \geq 0.4$ では磁化曲線がある磁場で急に立ち上がる振る舞いを見せ、このことは異方性磁界の増加と関係していると考えられる。また、La,Co 置換体においては、異方性磁界は増加し、組成によっては 2 MA/m を超える試料も得られた。

参考文献

- 1) K. Iida, Y. Minachi, K. Masuzawa, M. Kawakami, H. Nishio and H. Taguchi, J. Magn. Soc. Jpn. **23**, 1093 (1999).
- 2) H. Morishita, A. Amano, H. Ueda, C. Michioka and K. Yoshimura, Proc. of the 11th Inter. Conf. on Ferrites, S64 (2013).



Fig.1 A single crystal of $\text{Sr}_{0.6}\text{La}_{0.4}\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ grown using TSFZ method.

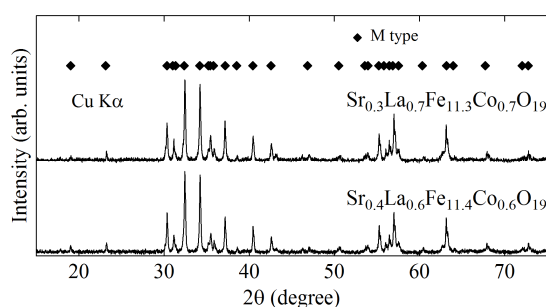


Fig.2 Powder X-ray diffraction patterns of $\text{Sr}_{0.3}\text{La}_{0.7}\text{Fe}_{11.3}\text{Co}_{0.7}\text{O}_{19}$ and $\text{Sr}_{0.4}\text{La}_{0.6}\text{Fe}_{11.4}\text{Co}_{0.6}\text{O}_{19}$.

FeCo 下地層を用いた Co フェライト薄膜の配向制御

原 佑輔 劉 小晰
(信州大学)

Tailoring perpendicular magnetic anisotropy in Co-ferrite thin films by FeCo underlayer

Yusuke Hara, Xiaoxi Liu
(Shinshu University)

はじめに

これまでは単結晶基板を用い、(001)面上に Co フェライトを成膜し垂直磁気異方性を示す¹⁾²⁾方法が用いられている。しかし我々是非晶質基板上に Co フェライトを形成し基板特性に依存せずに、垂直磁気異方性を示す試料の作成を試みた。また初期層に FeCo を成膜することによるヘテロエピタキシャル成長を試みた。FeCo を成膜する理由として Fig. 1 と Fig. 2 で示すように FeCo(200)面と CoFe_2O_4 の misfit ratio 2.1% と非常に小さくテロエピタキシャル成長が期待できる。

実験方法

対向ターゲット式スパッタ法を用い、ガラス基板上に薄膜を成膜した。真空到達圧力を 4.0×10^{-4} Pa 以下、スパッタガスは Ar、スパッタガス圧は 0.4 Pa。成膜後に電気炉内で熱処理を施すことにより、結晶成長をさせた。振動試料型磁力計 (VSM) にて磁気特性評価、X 線回折装置 (XRD) にて結晶構造解析を行った。

実験結果

Fig. 3 (a) では Co フェライト 単層の XRD 画像を示す。(311)面が回折線の最強ピークになっており、粉末回折法の結果からランダム配向となっていることが分かる。また Fig. 4 は Co フェライト単層の VSM 結果を示しており、この結果からも等方的な性質であることがわかる。これに比べて Fig. 3 (b) では初期層に FeCo 9nm を成膜しその後 Co フェライト 60nm を成膜した XRD 画像で、(400)面が回折線の最強ピークとなっており、優先的な(001)面配向した試料の作成に成功した。また Fig. 5 では Fig. 3 (b) での成膜条件の後 1000°C で熱処理をした結果を示しており、垂直方向に 8 kOe の保磁力を有する試料の作成に成功した。

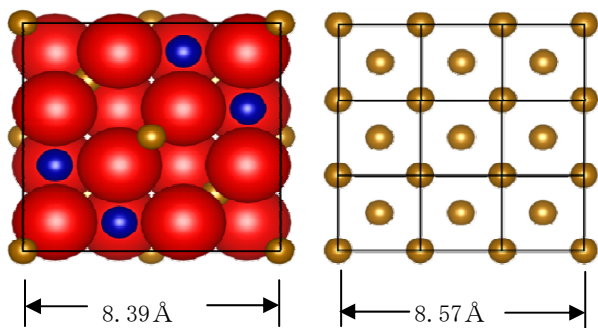


Fig.1 Ideal CoFe_2O_4

Fig.2 Ideal FeCo

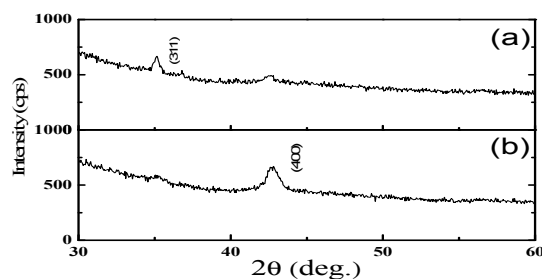


Fig.3(a) CoFe_2O_4 single layer

Fig.3(b) FeCo(9nm) / CoFe_2O_4 (60nm)

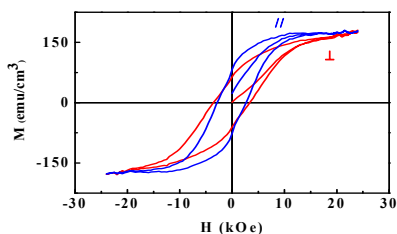


Fig.4 M-H loops of CoFe_2O_4 thin film

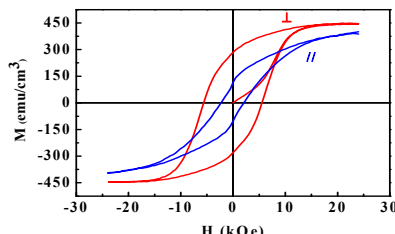


Fig.5 M-H loops of $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{FeCo}$ thin film

参考文献

- 1) Tomohiko Niizeki et al., Extraordinarily large perpendicular magnetic anisotropy in epitaxially-strained cobalt-ferrite $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4(001)$ ($x = 0.75, 1.0$) thin films, 103, 162407 (2013)
- 2) H. Zheng et al., Multiferroic $\text{BaTiO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ Nanostructures, VOL303 661 (2004)

電界による磁気秩序制御のための $\text{BiFe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ ($\text{M} = \text{Ga}, \text{Al}$) 粉体の合成

°五味 学、倉田憲治、沢村俊貴、横田壮司、*壬生 攻
(名古屋工業大学大学院 物質工学専攻、*機能工学専攻)

Synthesis of $\text{BiFe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ ($\text{M} = \text{Ga}, \text{Al}$) powder for magnetic order control by electric field

°M. Gomi, K. Kurata, T. Sawamura, T. Yokota and *K. Mibu

(Dept. of Mater. Sci. Engng., and *Engng. Phys. Electro. & Mecha., Nagoya Inst. of Tech.)

まえがき

磁界を必要としない磁気冷凍法として電界による構造相転移に伴う磁気秩序制御の可能なマルチフェロイック材料の利用が考えられる。この材料には、磁気秩序温度を室温を挟んで大幅に変えるため、電界による1次構造転移が要求される。本研究では、このような材料として、FeサイトをGaおよびAl置換した BiFeO_3 (BFO)を取り上げた。従来、このような置換は高温高压合成¹⁾でしか可能でなかったが、我々は常温低压でこれを可能とする新しい手法を開発した²⁾。本発表では置換量と結晶相の関係、磁気特性について報告する。

実験

$\text{BiFe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ ($\text{M} = \text{Ga}, \text{Al}, x=0\sim 0.5$)粉体は、各成分の硝酸塩を酢酸およびエチレングリコール中に溶解させた溶液を乾燥後、 300°C で硝酸塩を分解したものを前駆体として用いた。これを熱処理し、結晶性の粉体を得た。また、置換に伴う磁気秩序の変化をメスバウアー分光法により調べた。

結果

Fig. 1はGa置換に伴うXRD変化を示す。Ga量xの増加とともに $x=0.1\sim 0.2$ でBFOの示す菱面体晶相R(空間群R3c)から擬正方晶相T(空間群Cm)へ転移した。従来、Ga置換BFOは高温高压合成でのみ得られていたが、本手法では常圧低温で $x=0.4$ まで単相で得られることがわかった。一方、Al置換では、 $x=0.2$ 付近からT相の生成が見られたが、 $x=0.35$ 付近までR, T混相であり、それ以上の置換では異相の生成が観測された。

Fig. 2は、これらの粉末の室温におけるMössbauerスペクトルを示す。 $x=0$ では、反強磁性体($T_N=643\text{K}$)BFOに特有の非対称な6本の吸収ピークが観察される。Ga置換により新たに成長した擬正方晶相による吸収ピークが中心付近に現れ、 $x=0.2$ 以上ではT相のピークのみになった。これらの結果は、擬正方晶相が、室温では常磁性であることを意味する。T相が低い秩序温度を持つことは、c軸方向でのFe-O-Fe間距離が著しく伸び、交換相互作用が減少したとして理解される。強誘電体でのこのような磁氣的振舞いは、MPB近傍で磁氣的秩序—無秩序状態をR-T相転移を介して電氣的に制御可能であることを示唆している。

参考文献

- 1) A.A. Belik, D.A. Rusakov, T. Furubayashi, and E. Takayama-Muromachi, Chem. Mater., **24**, 3056 (2012).
- 2) J. Yan, M. Gomi, T. Yokota, and H. Song, Appl. Phys. Lett., **102**, 222906 (2013).

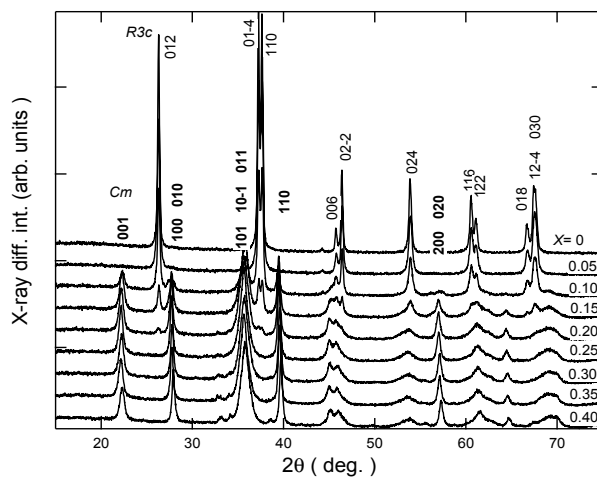


Fig. 1 XRD diagrams of $\text{BiFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_3$ powder at 300K.

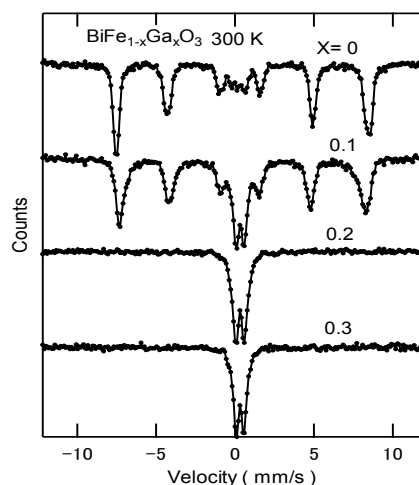


Fig. 2 Mössbauer spectra of $\text{BiFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_3$ powder measured at 300 K.

強磁性-強誘電性積層体の磁歪が電気磁気効果に与える影響

岩水大樹、籠宮功、柿本健一
(名古屋工業大学)

Influence of magnetostriction on magnetoelectric effect at ferromagnetic-ferroelectric laminated composites

H. Iwamizu, I. Kagomiya, K. Kakimoto
(Nagoya Institute of Technology)

緒言

電気磁気効果(ME 効果)とは、外部印加磁場(電場)によって電気分極(磁気モーメント)が誘起される現象であり、新規高機能電子デバイスへの応用が期待されている。特に強磁性-強誘電積層体は常温で高い ME 効果を示すことが知られている。この積層体は磁性体層で生じた磁歪が誘電体層へ伝搬することによって ME 効果を発現するため、ME 効果の大きさは試料に生じた磁歪の大きさや方向に大きく影響される。より効率よく積層体に磁歪を誘起できれば ME 効果を増大でき、デバイス応用においても有利である。そこで本研究では、強磁性 CoFe_2O_4 -強誘電性 BaTiO_3 積層体に着目し、磁歪に大きな影響を与える要素である、①各層の積層数、および②外部磁場印加方向の 2 点が、積層体の磁歪と ME 効果に与える影響を調べた。

実験方法

CoFe_2O_4 粉末と BaTiO_3 粉末をそれぞれスラリー化した後、テープキャスト法でシート状に成形した。切りだしたシート 10 枚を一層として交互に積層し、両表面が磁性体層となるよう合計 n 層($n=3, 5, 7$)積層した。その後 $1270^\circ\text{C} \times 2\text{h}$ の条件で共焼結し積層体試料を作製した。得られた積層体試料に直流磁場 H と交流磁場 h_0 を積層面に垂直に印加し、積層面と平行な面に誘起された電気分極を、電圧としてロックインアンプにて検出することで ME 効果を測定した。測定条件は直流磁場強度を $-3000 - +3000$ Oe、交流磁場強度を約 0.7 Oe、周波数を約 600 kHz とした。また同一試料に H 、および h_0 を異なる方向から印加し、磁場印加方向と ME 効果の大きさの関係について調べた。また、ひずみゲージを用いて試料の磁歪量を調べた。

実験結果

Fig.1 に積層数の異なる試料での ME 効果の測定結果を示す。層数が 3 層から 5 層に増える際に ME 電圧が増大しており、それ以降はほぼ一定の値を示した。また、ひずみゲージによる測定でも、同様に 5 層以降は一定の磁歪量を示した。これらのことから 5 層以上積層させることで、誘電体層に十分なひずみが伝搬し、ME 効果が増大したと考えている。次に積層面に垂直な面を電極面とし、外部磁場(h_0, H)の印加方向を変えて ME 効果を測定した結果を Fig. 2 に示す。印加方向 A, B, C, D において、同一試料にもかかわらず生じた ME 電圧が異なっており、本積層体は外部磁場に対して異方性を有していることが分かる。この異方性の原因として、磁性体層の磁歪量だけではなく磁歪方向と圧電特性の相関も関与していると考えており、当日は以上の観点から異方性が生じるメカニズムについて議論する。

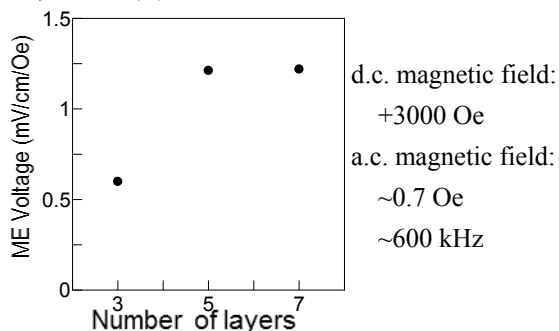


Fig.1 Difference in ME effect by
Number of layers

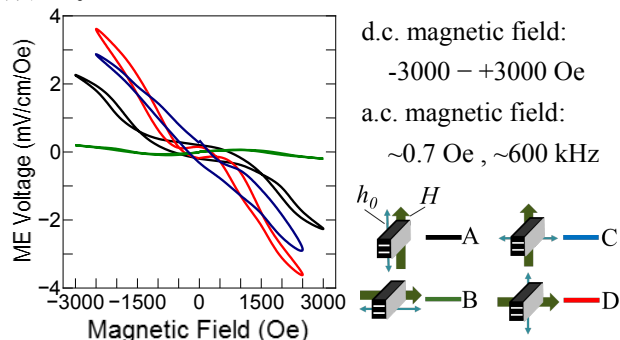


Fig.2 Relation between ME effect and the
applying direction of magnetic field

内在する Au ナノ粒子の局在表面プラズモン共鳴下における CoFe₂O₄ マトリックスの磁気異方性評価

西川祥子、佐藤徹哉
(慶大理工)

Evaluation of magnetic anisotropy of CoFe₂O₄ matrix under localized surface plasmon resonance
of Au nanocrystal

S.Nishikawa and T.Sato
(Keio Univ.)

はじめに

金属ナノ粒子の局在表面プラズモン共鳴 (LSPR) に伴って発生する局在増強電場は、周囲の媒質の磁気光学効果を増大させる働きがあることが報告されている。¹⁾ 磁気光学効果の増大は、局在増強電場がスピン軌道相互作用に影響を及ぼすことに起因するものと考えられるが、その詳細は未だ明らかではない。²⁾ 本研究では Au ナノ粒子の LSPR に伴って発生する局在増強電場によるスピン軌道相互作用の変調を利用して CoFe₂O₄ の磁気異方性の変化を観測することを目指す。

実験方法

Au ナノ粒子は以下の二通りの方法で作製した。まず、石英基板上に Au を蒸着し、アニールすることにより粒成長させた。次に、電子線リソグラフィを用いて Au ナノ配列を作製した。どちらのサンプルにおいても、その上から高周波マグネトロンスパッタで CoFe₂O₄ を堆積させ、アニールにより結晶化させた。このようにして作製したサンプルについて、吸収スペクトルとファラデー効果の測定を行った。さらに、ファラデー効果の磁場依存性の測定を行い、LSPR による CoFe₂O₄ の磁性への影響を調べた。

結果・考察

図 1(a) に粒成長法により作製したサンプルについて、ファラデー効果の磁場依存性を測定波長を変えて測定した結果を示す。(b) は Au ナノ粒子が埋め込まれた CoFe₂O₄ サンプルの他に CoFe₂O₄ のみのサンプルも用意し、それぞれの測定結果から保磁力の値の変化をプロットしたものである。

これにより、Au ナノ粒子を含むサンプルは、含まないサンプルと比較して 640 nm 付近で保磁力が減少傾向にあることが分かった。この波長は作製したサンプルの LSPR 波長と一致することから、LSPR により CoFe₂O₄ のスピン軌道相互作用の変調を介し、磁気異方性が変化したことを示唆する。しかし、磁化測定では保磁力の変化を観測することができなかった。これは、磁氣的に保磁力の変化を観測するには局在増強電場が十分でなかったためであると考えられる。

そこで今回は電子線リソグラフィを用いて Au ナノ配列を作製した。粒径分散を抑え、LSPR 波長における効果を増大させることで、磁化測定による保磁力の変化を観察することを目指す。

参考文献

- 1) S.Ozaki. et al., J. Appl. Phys. 106, 123530 (2009).
- 2) S.Tomita. et al., Phys. Rev. Lett. 96, 167402 (2006).

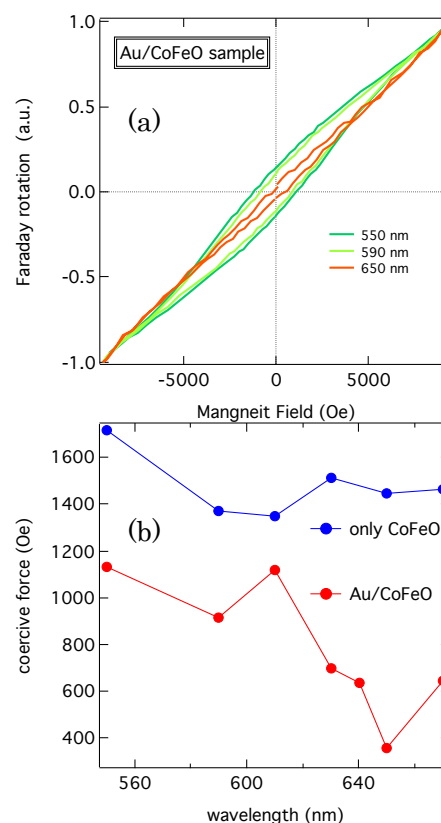


図 1. Au/CoFe₂O₄ サンプルのファラデー効果温度依存性 (a) と測定波長による保磁力の変化 (b)

鉄置換したヒボナイトの作製と磁気特性

名雲洋海、渡邊剛*、柿崎浩一、神島謙二
(埼玉大、*理研)

Synthesis and magnetic properties of Fe substituted hibonite
H. Nagumo, K. Watanabe*, K. Kakizaki, K. Kamishima
(Saitama Univ. , *RIKEN)

1. 緒言

六方晶 M 型フェライト $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ は、高保磁力永久磁石材料として用いられている。この $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ とヒボナイトと呼ばれる $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ の構造はよく似ている。

しかし、ヒボナイトの Al を Fe で置換したという報告は、ほとんどない¹⁾。Ca, Al, Fe という地殻に多く含まれている元素から M 型フェライトのような磁気特性を示す材料を作製することは、資源戦略の意味でも有用である。そこで本研究では $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ の Al を Fe で置換した材料を作製し、その磁気特性を調べた。

2. 実験方法

出発原料に CaCO_3 , $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Al_2O_3 を用いて粉末冶金法により試料を作製した。これらの粉末を目的の化学量論組成になるように秤量し、湿式混合、仮焼成、乳鉢粉碎、遊星ボールミル粉碎を経て原料粉を準備した。この原料粉を成型し、電気炉中で 5 時間本焼成して試料を作製した。

作製した試料の構造を粉末 X 線回折法により解析し、磁気特性は振動試料型磁力計(VSM)を用いて測定した。

3. 結果および考察

図 1 は 1300°C で本焼成した試料の X 線回折図を示す。Fe³⁺ のイオン半径が Al³⁺ のイオン半径よりも大きいいため、Fe³⁺ イオンの置換量に応じて、母物質の $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ のピークよりも低角度側へずれた。x=0, 1 ではヘマタイト相が主相となり、x \geq 2 ではヒボナイト相が主相となった。

図 2 は 1300°C で本焼成した試料の飽和磁化と保磁力の組成依存性を示す。保磁力の値は x=3 で最大となった。

図 3 は、1300°C で本焼成した試料のキュリー温度の組成依存性を示す。また、M 型フェライト $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ のキュリー温度は約 450°C である²⁾。Fe³⁺ イオンが存在するところに Al³⁺ イオンが置換され、超交換相互作用が小さくなり、キュリー温度が低下した可能性がある。

以上より、Fe 置換した $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ の作製に成功した。

4. 参考文献

- 1) J. B. MacChesney et al. , Int. Conf. Ferrites, Kyoto (1970) 158
- 2) 近角聰信, 強磁性体の物理(上), 裳華房 (1978) 230

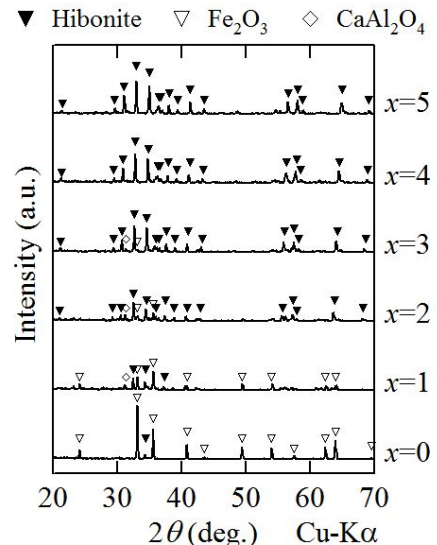


図 1 : $\text{CaAl}_x\text{Fe}_{10-x}\text{O}_{19-\delta}$ の X 線回折図

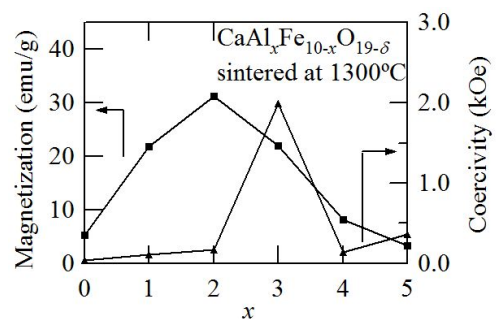


図 2 : $\text{CaAl}_x\text{Fe}_{10-x}\text{O}_{19-\delta}$ の飽和磁化および保磁力の組成依存性

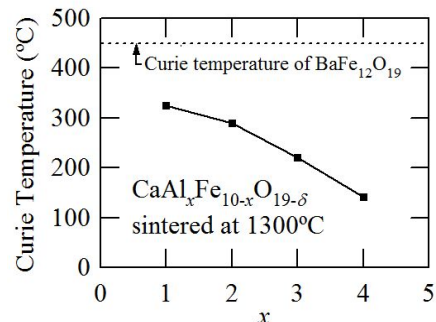


図 3 : $\text{CaAl}_x\text{Fe}_{10-x}\text{O}_{19-\delta}$ のキュリー温度の組成依存性

電界による磁気秩序制御のための $\text{BiFe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ (M= Ga, Al)エピタキシャル薄膜

°五味 学、小寺大喜、京兼広和、熊谷卓哉、横田壮司
(名古屋工業大学大学院 物質工学専攻)

$\text{BiFe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ (M= Ga, Al) epitaxial thin films for magnetic order control by electric field

°M. Gomi, D. Kodera, H. Kyoukane, T. Kumagai, and T. Yokota
(Dept. of Mater. Sci. and Engng., Nagoya Inst. of Tech.)

まえがき

最近、磁気熱量効果を利用した室温磁気冷凍技術が注目され、大きなエントロピー変化が期待できる1次磁気相転移を示す金属材料を中心に盛んに研究されているが、磁気冷凍には強力な磁界によるスイッチが必要となる。我々は、このような磁界を必要としない磁気冷凍法として電界による構造相転移に伴う磁気秩序制御の可能なマルチフェロイック材料の利用を考えている。本研究では、このような材料として、FeサイトをGaおよびAl置換した BiFeO_3 エピタキシャル薄膜の結晶相とモルフォトロピック相境界(MPB)の存在について検討した。

実験

エピタキシャル薄膜は、 $\text{Bi}_{1.15}\text{Fe}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_3$ (M= Ga, Al, $x=0\sim 0.5$)ターゲットを用いたRFマグネトロンスパッタ法により、(001) SrTiO_3 (STO)基板上に、基板温度 $350\sim 450^\circ\text{C}$ 、 $\text{Ar}/\text{O}_2=4/1$ 、 1 Pa にて作製した。結晶構造はXRD、逆格子マッピングにより評価した。

結果

Fig.1は、 450°C で成長させた $\text{BiFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_3$ 膜のXRD図である。 $x=0$ ではBFO菱面体晶相Rの[001]ピークが観察されるが、 x の増加とともに 39° 付近に擬正方晶T相の[001]ピークが急速に成長する。 $x=0.2$ では、T相のみがきれいに成長している。この相は、逆格子マッピングにより、厳密にはc軸が若干a軸方向に傾いた単斜晶(Mc)であることが明らかとなった。このようなT相は、従来、 LaAlO_3 等の格子定数の小さな基板を用いて圧縮応力誘起で生成することが知られていたが¹⁾、Ga置換によりそのような制約はなくなった Fig.2はGa置換に対する作製相図を示す。 $x=0.1$ 付近にMPBを持ち、 $x=0.4$ 以上ではGa置換による構造不安定性のため異相の生成が始まる。

参考文献

- 1) R.J. Zeches, et al., Science, **326**, 977 (2009).

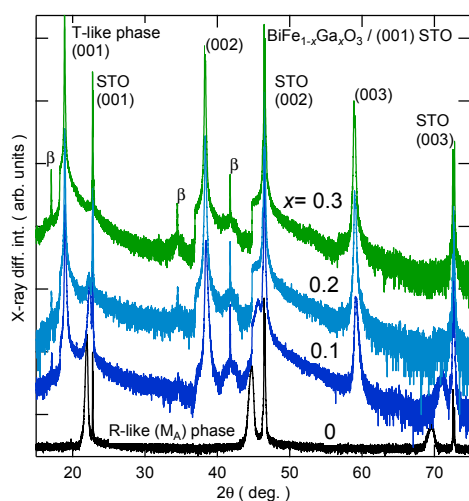


Fig. 1 XRD spectra of $\text{BiFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_3$ epitaxial thin films grown on (001) SrTiO_3 at 450°C .

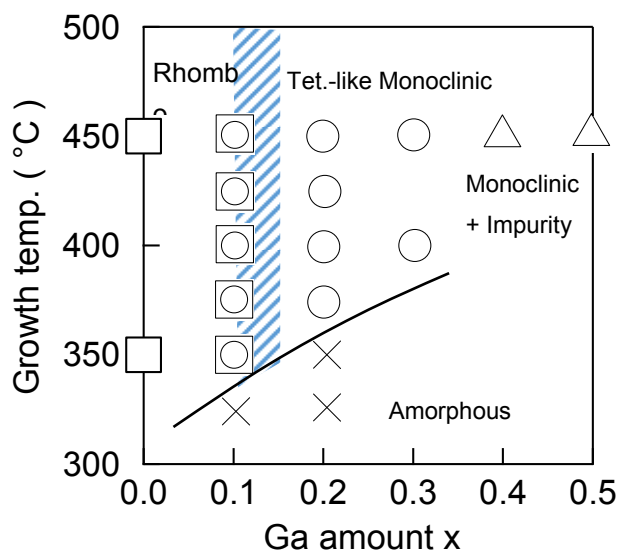


Fig. 2 Preparation phase diagram of $\text{BiFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_3$ epitaxial thin films grown on (001) SrTiO_3

残留応力により生成された磁区のモンテカルロ法解析

寺島 颯一、山口 克彦、内一 哲哉*、高木 敏行*
(福島大、*東北大)

Analysis of magnetic domain by residual stress using Monte Carlo method

K. Terashima, K. Yamaguchi, T. Uchimoto*, T. Takagi*
(Fukushima Univ. *Touhoku Univ.)

はじめに

本来、オーステナイト系ステンレス鋼は非磁性材料だが、経年劣化や歪みによって磁性を持つ。また、局所的な劣化を検出するために磁気的非破壊検査(NDE)の新規手法として、磁区観察顕微鏡とマイクロ磁気光学カー効果(μ -MOKE)磁力計を組み合わせた μ -Kerr 顕微鏡が開発された。Fig. 1 (a)は鏡面研磨を施した SUS304 の磁区観察像であり、結晶粒毎の磁区が明確に確認できた。また、磁区毎にスポットを当て磁化測定を行うと、磁気特性に差が見られた。これは結晶粒毎に磁気異方性を持っている為と考えられる。本研究では、ブロック毎に異方性の向きが異なるクラスターに対してモンテカルロ(MC)シミュレーションを行い、磁区観察像と磁気異方性の関係について検証した。

手法

計算に用いた磁気クラスターは、 $40 \times 50 \times 5$ に配置されたスピンベクトルで構成され、 $10 \times 10 \times 5$ のブロックに分けられる。セルはそれぞれ異なる向きの磁気異方性を持っており、Fig. 1 (b)は各ブロックの一軸磁気異方性の向きを表している。計算はメトロポリスサンプリングによる MC シミュレーションで行い、ハミルトニアンには(1)式を用いた。第一項が交換相互作用、第二項が一軸磁気異方性、第三項が印加磁場を与え、 S_i は i 番目のスピンベクトルであり、 $|S_i|=1$ とした。 S_{easy} はブロック毎の容易軸方向の単位ベクトルを表し、交換相互作用は同一セルに配置されたスピン間でのみ作用するものとした¹⁾。

$$H = -J \sum_{near} S_i S_j - K \sum_i (S_i \cdot S_{easy})^2 + B \sum_i S_i \quad (1)$$

結果

クラスターに対して面内方向に印加磁場を与えヒステリシスカーブの計算を行った結果、各ブロックの磁気特性が異なることが確認できた。また、減磁曲線のうち、磁場が 0.22 と -0.22 の時のスピン状態を確認すると、各スピンはセル毎に異なる向きをとっていた。これらの結果は各ブロックのもつ磁気異方性に起因したものである。Fig. 1 (c)には前述した2つのスピン状態の差をとったものを示した。セル毎に陰影が表れることは、磁区観察による結果と一致している。以上のことから、本シミュレーションで用いたモデルは妥当であり、磁区観察像における陰影は、結晶粒毎に方向が異なる磁気異方性に起因するものであるといえる。

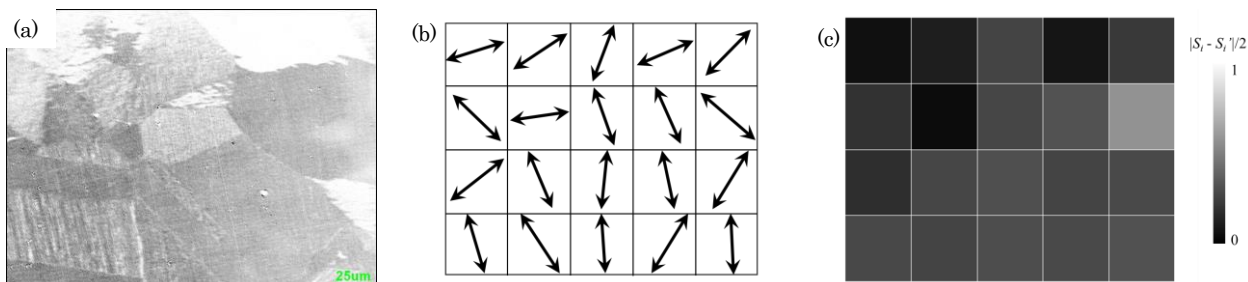


Fig.1 (a) Magnetic domain observation of SUS304. (b) The easy axis of magnetization for each block. (c) Differential image of $|S_i - S_j|/2$ between $B=0.22$ and $B=-0.22$. The white colour represents that $|S_i - S_j|/2 = 1$ and the black colour is $|S_i - S_j|/2 = 0$.

参考文献

- 1) K. Yamaguchi, K. Suzuki, O. Nittono, T. Uchimoto, T. Takagi, *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 47, 2011, pp. 1118-1121.

L1₀-FePt, CoPt 合金の磁気異方性に与えるスピン揺らぎの影響

小林尚史, 兵頭一茂, 佐久間昭正

(東北大)

First principles study for the effect of spin fluctuation on the crystalline magnetic anisotropy in L1₀-type ordered alloys

N. Kobayashi, K. Hyodo, and A. Sakuma

(Tohoku Univ.)

はじめに

K_u の温度依存性の一つの起源として, 強磁性体中のスピンの熱揺らぎが挙げられる. 絶対零度において磁化容易軸方向を向いている各サイトの磁気モーメントは, 温度が上昇するとそれぞれ異なる方向を向くようになり, 結果として平均の磁気モーメントが小さくなる. このようにスピンの熱揺らぎは磁気モーメントの減少として観測される. そこで本研究では K_u の温度依存性の起源とされているスピン揺らぎの大きさを変化させた場合の, K_u の値を理論的に調べることで, K_u の温度依存性に関する理解を得ることを目的とした.

計算対象は, 磁気異方性定数 K_u が高い FePt, CoPt とした. これらの合金は L1₀ 構造と呼ばれる Fe(Co) と Pt が交互に層状に重なった結晶構造を有している.

本研究では熱揺らぎによって磁気モーメントが取り得る方向を, 2つの方向に限った上で, スピン揺らぎを $(\text{Fe}\uparrow)_{1-x}(\text{Fe}\downarrow)_x\text{Pt}$ (スピン \uparrow, \downarrow 状態の原子比率 X) のようにスピン状態の不規則性として表現した.

計算は第一原理バンド計算手法の強結合線形マフィンティン軌道 (TB-LMTO) 法¹⁾ を用いて行った. また, 2方向の鉄原子スピンの不規則性の計算には, コヒーレントポテンシャル近似 (CPA) を用いた.

結果および考察

Fig.1(a),(b) はそれぞれ FePt, CoPt における M の X 依存性, K_u の X 依存性のグラフである. Fig.1 から FePt, CoPt いずれの場合もスピン揺らぎ X の増大とともに K_u が単調減少する傾向を示しており, 磁気異方性がスピンの空間的ゆらぎと密接に関係していることが理解される. このことは, 温度上昇に伴う結晶磁気異方性定数の低下がスピン揺らぎに基づくものであることを示唆している.

また, 双方の材料について K_u が M_s の α 乗に比例すると仮定し, 二つのグラフからフィティングによって α を求めたところ, FePt では $\alpha \approx 2.2$, CoPt では $\alpha \approx 1.9$ という結果が得られた. FePt に関しては, 岡本ら²⁾ による実験で, 磁気異方性定数は磁気モーメントの 2.1 乗に比例するという結果が得られており, 本研究の計算結果が, 実験の傾向をよく再現していることが判明した. この結果は, Callen-Callen³⁾ による現象論において磁気異方性定数は磁気モーメントの 3 乗に比例するという結果になっていることと比較して, 非常によい精度であることが分かる.

References

- 1) I. Turek, V. Drchal, J. Kudrnovský, M. Šöb, and P. Weinberger, *Electronic Structure Of Disordered Alloys, Surface and Interfaces*, Kluwer, Boston, USA, (1997).
- 2) S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami, T. Miyazaki, and Y. Shimada, *Phys. Rev. B* **66**, 024413 (2002).
- 3) H. B. Callen and E. Callen, *J. Phys. Chem. Solids*. **27**, 1271 (1966).

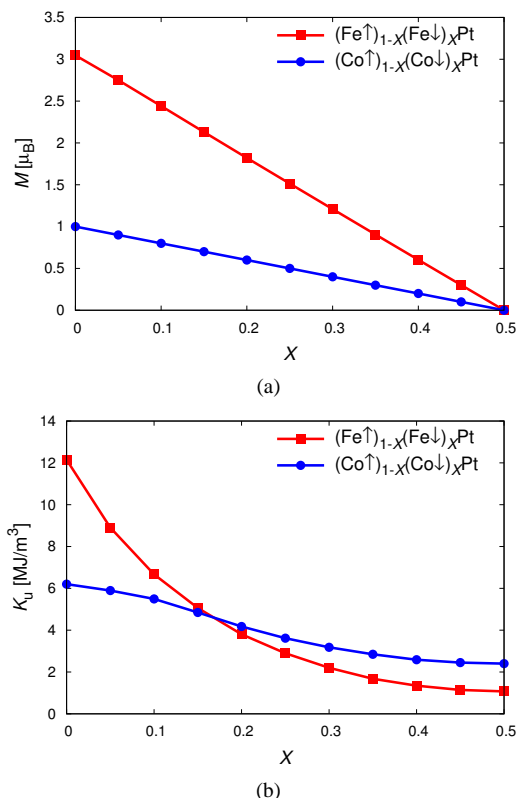


Fig. 1 Calculated magnetic moments (a) and anisotropy constants (b) of FePt and CoPt as a function of X .

Nd-Fe-B 薄膜磁石垂直磁気異方性の基板温度依存

王 斯遠 馬 闌 劉 小晰

信州大学

The Dependence of Crystal Orientation on deposition temperature of Nd-Fe-B thin films

Siyuan Wang Chuang Ma Xiaoxi Liu

Shinshu University

1. はじめに

情報化社会が進み、高容量の記録媒体の実現のために高記録密度の記録媒体が要求される。高記録密度の実現のため垂直磁気異方性でなければならないため、本研究では、Nd-Fe-Bに着目し、垂直磁気異方性の基板温度依存を研究テーマとし、試料の作製及び特性評価を行った。

2. 実験方法

対向ターゲット式スパッタリング装置 (FTS : Facing Targets Sputtering) と DC マグネトロンスパッタリング装置を用いて、薄膜を作製した。スパッタ時の真空到達圧力は 1.8×10^{-6} Torr とした。W/Nd-Fe-B/W/Ti の薄膜を熱酸化シリコン (SiO₂/Si) 基板上に作製した。薄膜形成後に真空熱処理装置を用いて、20分で650°Cまで加熱し、5分間真空熱処理後自然冷却させた。その時の真空到達圧力は 9.0×10^{-7} Torr とした。真空熱処理を施した試料を振動試料型磁力計 (以下VSM : Vibrating Sample Magnetometer) で初期磁化曲線およびヒステリシスループによる磁気特性を測定した。その時の最大印加磁場は24kOe とした。

3. 実験結果

Fig.1 (a) から (d) までは基板加熱をそれぞれ100°C、200°C、300°C、400°Cで、W/Nd-Fe-B/W/Ti 四層膜を20nm/50nm/20nm/5nm 作製し、真空熱処理を施した試料のヒステリシスループを示す。この4枚の試料を比較すると、磁性層を300°Cと400°Cで製膜した試料から、Nd-Fe-Bの垂直磁気異方性が温度に依存していることが分かった。

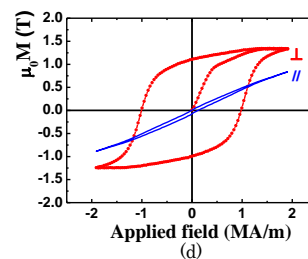
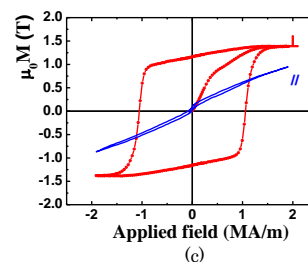
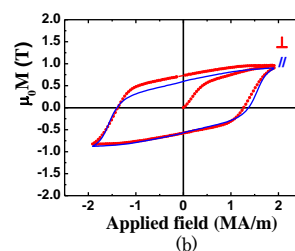
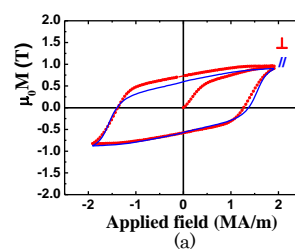


Fig.1 磁性層成膜温度で(a)は 100°C、(b)は 200°C、(c)は 300°C、(d)は 400°C

Tb₂₃Co₇₇ 垂直磁化膜のミクロスコピックな磁化過程の観察

安居院あかね、櫻井浩¹、鈴木宏輔¹、田久保翔太¹、劉小晰²

(原子力機構、群馬大院理工¹、信州大院工²)

Microscopic magnetization curves of Tb₂₃Co₇₇ film

Akane Agui, Hiroshi Sakurai¹, Kousuke Suzuki¹, Syouta Takubo¹, Xiaoxi Liu²

(JAEA, Gumma univ.¹, Sinsyu univ.²)

はじめに

我々はこれまでに、高輝度放射光を持つ板磁気コンプトン散乱の印加磁場依存性からスピン選択磁化測定を提案している全磁化測定とを組み合わせることで、全磁化曲線をスピン成分の磁化曲線(SSMH)、軌道成分の磁化曲線(OSMH)に分ける手法、さらにモデルフィッティングを利用して、スピン成分を構成元素別にした磁化曲線(ESMH)を得る手法を確立している^{1,2)}。本研究はTb₂₃Co₇₇膜についてこれらミクロスコピックな磁化曲線を測定したので報告する。

測定方法

磁気コンプトン散乱測定は大型放射光施設 SPring-8・BL08W で行った。RF スパッタリング法でアルミ箔の上にTi (30nm)/Tb₂₃Co₇₇ (200nm)を10層、成膜したものをTb₂₃Co₇₇膜試料とした。全磁化曲線はSQUIDで測定した。測定はともに、室温で行い、印加磁場は膜面に垂直に印加した。

測定結果

図1にTb₂₃Co₇₇膜の磁化曲線を示す。太線、◆、◇はそれぞれ全磁化曲線、SSMH、OSMHである。スピン成分と軌道成分の比を図2に示す。全磁化、スピン成分、軌道成分の保持力は一致していることが分かる。全磁化に対し、スピン成分は同じ向き、軌道成分は反対向きである。スピン成分と軌道成分はフェリ的な関係にある。図2にスピン成分と軌道成分の比を示す。スピン成分と軌道成分の向きが逆なため、比の値はマイナスになっている。スピン成分も軌道成分も明瞭なヒステリシスを示しているが、磁化反転に関わらず比の値はほぼ一定である。また値の絶対値は1より大きく、全磁化の発現は全磁場領域でスピン成分が支配的であることが分かる。

これまで我々は組成比の異なる垂直磁化膜についてミクロスコピックな磁化曲線について報告してきた³⁾。それらではスピンと軌道の成分の比は、磁化反転前後で異なり複雑な変化を示した。それらの結果と比較すると保持力が大きいとき、SSMHとOSMHは安定した磁化反転を示し、保持力が小さいと互に拮抗し複雑な挙動を示すようになって考えている。

参考文献

- 1) A. Agui et. al., Appl. Phys. Express, 4 (2011) 083002.
- 2) A. Agui et. al., J. Appl. Phys. 114 (2013) 183904.
- 3) S. Tabubo et. al, 磁気学会(2015).

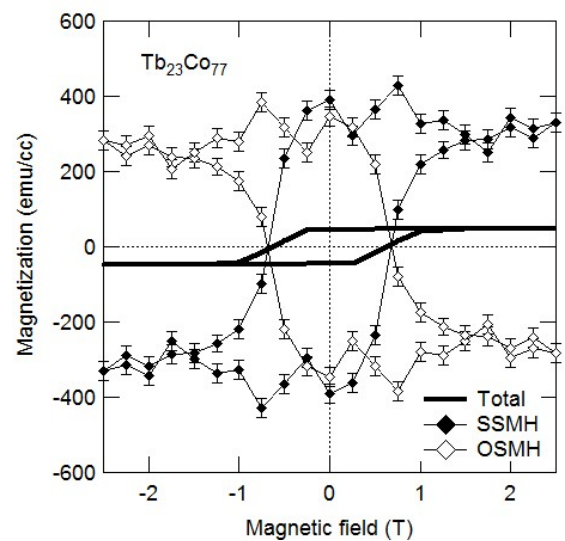


図1: Tb₂₃Co₇₇膜の磁化曲線。太線: 全磁化。
●: スピン成分。○: 軌道成分。

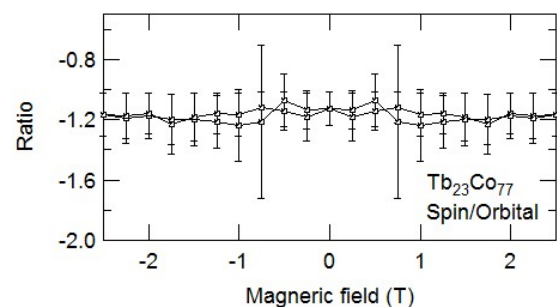


図2: スピン成分と軌道成分の比。

基板による応力の $\text{Nd}_{0.5}\text{Bi}_{2.5}\text{Fe}_4\text{GaO}_{12}$ 薄膜の磁気異方性への影響

箸中 貴大, 佐々木 教真, 石橋 隆幸 (長岡技科大)

谷山 智康 (東工大)

The effect of strain induced by substrates on magnetic anisotropy in $\text{Nd}_{0.5}\text{Bi}_{2.5}\text{Fe}_4\text{GaO}_{12}$ thin films

T. Hashinaka, M. Sasaki, T. Ishibashi (Nagaoka Univ. of Tech.)

T. Taniyama (Tokyo Inst. of Tech.)

1. はじめに これまでに我々は、有機金属分解 (MOD)法を用いて作製した磁気光学特性に優れた $\text{Nd}_{0.5}\text{Bi}_{2.5}\text{Fe}_4\text{GaO}_{12}$ (Bi2.5-NIGG)の磁気異方性について報告した[1]。今回は、Bi2.5-NIGG 薄膜と基板との格子不整合や熱膨張係数差に起因する薄膜中の残留応力が磁気異方性に及ぼす影響について調べた結果について報告する。

2. 実験方法 $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ (GGG) (100)基板上に、MOD法により Bi2.5:NIGG 薄膜を作製した。用いた MOD 溶液は、高純度化学研究所製 $\text{Nd}_{0.5}\text{Bi}_{2.5}\text{Fe}_4\text{GaO}_{12}$ 膜用溶液 NdBiFeGa-04(0.5/2.5/4/1)である。薄膜は MOD 溶液の塗布 (3000 rpm、60 秒)、乾燥 (100°C、10 分)、仮焼成 (450°C、10 分) を 5 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。そして、同じ工程をもう一度繰り返し、厚さを 0.4 μm とした。また、残留応力の影響を調べるために、GGG 基板を研磨により厚さを 0.1mm まで薄くした試料についても評価を行った。

3. 結果及び考察 Fig. 1 に Bi2.5-NIGG 薄膜の XRD 測定結果を示す。800 回折線の位置および逆格子マッピング測定の結果から Bi2.5-NIGG 薄膜と GGG 基板との格子不整合による歪みは緩和していることがわかった。一方、熱膨張係数の差による引っ張り応力が生じていることがわかった。Fig. 2 に波長 524 nm における Bi2.5:NIGG 薄膜のファラデーヒステリシスを示す。結晶磁気異方性における磁化容易軸は $\langle 111 \rangle$ であるが、薄膜中の残留応力により(100)基板上でも垂直磁気異方性が得られた。一方、基板を 0.1 mm まで研磨した試料では、回折ピークが基板、薄膜ともに低角側にシフトし、薄膜中の応力が低減していることが予想される。さらにヒステリシスに見られる保磁力の減少も、残留応力の減少を示唆している。

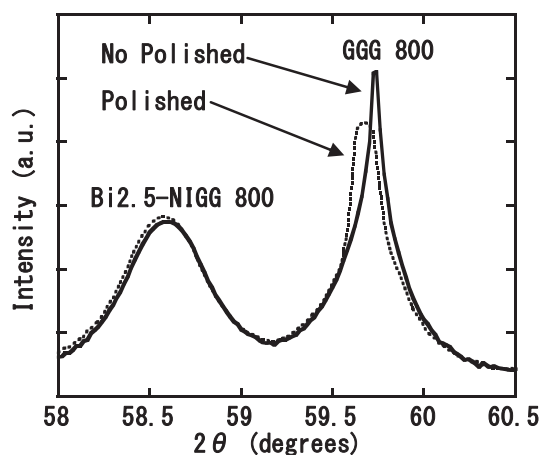


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of the Bi2.5-NIGG film on GGG (100)

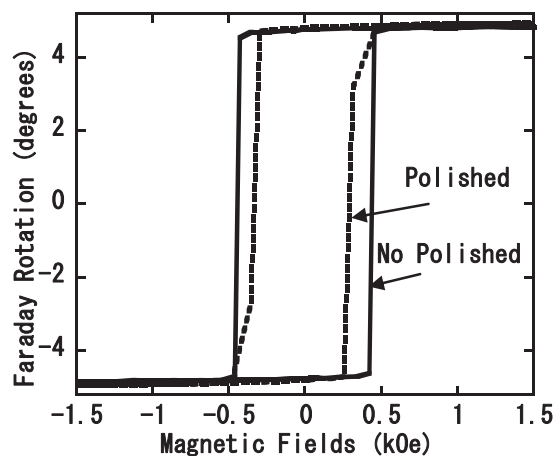


Fig. 2 Faraday hysteresis loops of the Bi2.5-NIGG film on GGG (100)

謝辞 試料を研磨して頂いた株式会社山口製作所に感謝いたします。この研究の一部は、東工大応セラ研共同利用研究および(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] M. Sasaki, G. Lou, T. Ishibashi, T. Kato and S. Iwata, IEICE Technical Report, Vol. 114, No. 505, MAG-15-36 (2015)

層状化合物強磁性体 ACo_2X_2 の磁気異方性

今井正樹, 菅野誉, 道岡千城, 楊金虎*, 陳斌*, 植田浩明, 吉村一良
(京大院理, *杭州師範大物理)

Magnetic anisotropy in ferromagnetic layered compounds ACo_2X_2
M. Imai, T. Kanno, C. Michioka, J. Yang*, B. Chen*, H. Ueda, and K. Yoshimura
(Kyoto Univ., *Hangzhou Normal Univ.)

はじめに

ThCr₂Si₂型構造の3d遷移金属化合物は鉄系超伝導体の発見¹⁾以来精力的に研究が行われている。Fig. 1に示すように、これらの層状化合物はT=遷移金属イオンにX=ニクトゲン、カルコゲンが四面体配位し、それらが稜共有してT₂X₂擬二次元面を形成し、A層と交互に積層している。T=Fe, Niでは超伝導が発現する一方で、Coでは面内に強磁性相互作用がはたらき磁気秩序を示す。例えば、 ACo_2Se_2 (A=K, Rb, Cs)はいずれもCoモーメントがab面内で強磁性的にそろい、A=K, Rbでは面間も強磁性的にそろう強磁性体であり、A=Csでは面間に反強磁性相互作用がはたらき反強磁性体である²⁾。さらに ACo_2P_2 (A=アルカリ土類金属, 希土類金属)でも面内に強磁性相互作用がはたらいておりA=Caでは面内強磁性のA型の反強磁性秩序を示し³⁾、A=Srでは基底状態では磁気秩序を示さないが、磁場の印加により強磁性体となる遍歴電子メタ磁性転移を示す⁴⁾。そしてA=Laでは KCo_2Se_2 と同様に強磁性磁気秩序を示す^{5), 6)}。

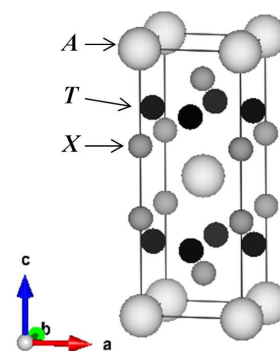


Fig. 1 The crystal structure of AT_2X_2 .

今回我々はこれらの層状コバルト化合物の強磁性状態における磁気異方性について発表を行う。

実験方法

ACo_2Se_2 (A=K, Rb, Cs), $KCo_2(Se_{1-x}S_x)_2$, $LaCo_2P_2$ の単結晶の育成を行い、得られた単結晶にa軸およびc軸方向に磁場を印加しSQUID磁束系による磁化測定を行った。

実験結果

いずれの単結晶試料でも強磁性転移温度以下ではab面を容易軸とする強い磁気異方性が見られた。 $LaCo_2P_2$ では磁気困難軸のc軸方向に磁場をかけた場合、温度2Kの状態では飽和させるのに50 kOe磁場を必要とした。さらに ACo_2Se_2 (A=K, Rb, Cs), $KCo_2(Se_{1-x}S_x)_2$ では異方性が強く、飽和させるにはさらに大きな磁場が必要である。これらの強磁性金属としては大きな磁気異方性は、層状の結晶構造やCoイオンのスピン-軌道相互作用に起因していると考えられる。

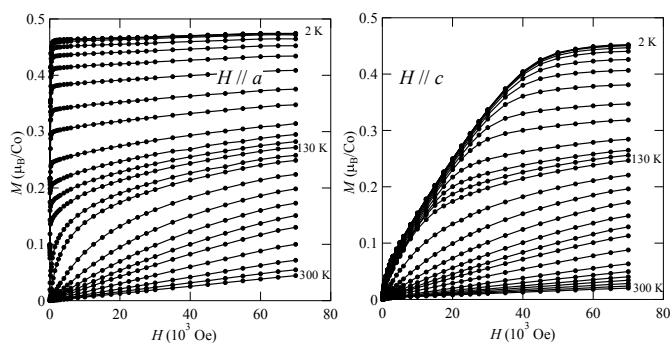


Fig. 2 Magnetization curves of $LaCo_2P_2$.

参考文献

- 1) M. Rotter, M. Tegel, D. Johrendt: *Phys. Rev. Lett.* **101**, 107006 (2008).
- 2) J. Yang, B. Chen, H. Wang, Q. Mao, M. Imai, K. Kazuyoshi, and M. Fang: *Phys. Rev. B*, **88**, 064406 (2013).
- 3) M. Reehuis, W. Jeitschko, G. Kotzyba, B. Zimmer, and X. Hu: *J. Alloys Compd.* **266**, 54 (1998).
- 4) M. Imai, C. Michioka, H. Ohta, A. Matsuo, K. Kindo, H. Ueda, and K. Yoshimura: *Phys. Rev. B*, **90**, 014407 (2014).
- 5) M. Reehuis, C. Ritter, R. Ballou, and W. Jeitschko: *J. Magn. Magn. Mater.* **138**, 85 (1994).
- 6) M. Imai, C. Michioka, H. Ueda, and K. Yoshimura: *Phys. Rev. B*, **91**, 184414 (2015).

非線形共役勾配法を用いた永久磁石の マイクロマグネティクスシミュレーションの高速化

田中智大、古屋篤史、上原裕二、清水香壺、藤崎淳、安宅正、大島弘敬*、
Norbert Požár**、小俣正朗**

(富士通株式会社、*株式会社富士通研究所、**金沢大学)

The Nonlinear Conjugate Gradient Method: An Energy Minimization Algorithm for the Speedup of Micromagnetic Simulation of the Permanent Magnets

T. Tanaka, A. Furuya, Y. Uehara, K. Shimizu, J. Fujisaki, T. Ataka, H. Oshima*, N. Požár**, S. Omata**
(Fujitsu Limited, *Fujitsu Laboratories Limited, **Kanazawa Univ.,)

はじめに

マイクロマグネティクスシミュレーションでは LLG 方程式を時間発展に従って解く手法 (以下、陽解法と呼ぶ) が一般的であるが、エネルギー最小化手法の一つである最急降下法を用いて高速に磁化反転過程を計算する手法が報告されている[1]。今回我々は、最急降下法より効率的なエネルギー最小化手法とされている非線形共役勾配法を用いて陽解法との計算速度及び計算精度の比較を行った。発表では永久磁石の磁化反転過程のシミュレーションを例に、非線形共役勾配法と陽解法それぞれにおける計算速度と計算精度についての比較を報告する。

計算方法

系の全エネルギーは異方性エネルギー、静磁界エネルギー、交換結合エネルギー、ゼーマンエネルギーからなる。非線形共役勾配法では、各ステップにおいて有効磁界による各磁化の勾配方向 \mathbf{g}^{now} に、以下の式で表される補正を加えて探索方向 \mathbf{d}^{now} を得る。

$$\mathbf{d}^{now} = P(-\mathbf{g}^{now} + \beta \mathbf{d}^{old})$$

ここで β は前のステップでの勾配方向等により決まるパラメータ、 \mathbf{d}^{old} は前のステップで使用した探索方向、 P は磁化ベクトルの法線方向への射影演算子である。 \mathbf{d}^{now} に沿って磁化を動かしてエネルギーの最小化を繰り返すことにより、補正がない場合に比べて少ない反復回数での収束が可能になる。本計算では、外部磁界を変化させ、各外部磁界ごとにエネルギー最小化を行い定常状態を求めることで磁化反転過程を計算した。計算に使用したモデルは一辺 34nm の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の多結晶構造であり、メッシュサイズは 1nm^3 である (Fig.1)。青色の部分は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶粒であり、黄色の部分は粒界層である。粒界層は軟磁性とした。

結果

Table 1 に非線形共役勾配法と陽解法での計算結果の比較を示す。保磁力は両手法で同じ値が得られている。さらに、非線形共役勾配法を使用した場合は陽解法に比べて高速になることがわかる (約 24 倍)。以上のことからマイクロマグネティクスシミュレーションにおいて非線形共役勾配法の優位性が確認された。

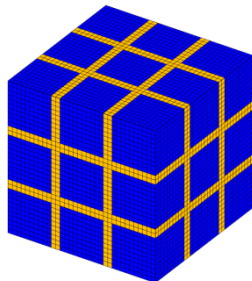


Fig.1: The structure of multi-grain permanent magnets.

Method	Coercivity [A/m]	#Evaluations	CPU-time [sec]
LLG	4.11×10^6	148344	40699
Present	4.11×10^6	3375	1647

Table 1: The comparisons between solving the LLG equation explicitly and the present nonlinear conjugate gradient method are shown. #Evaluation represents the number of evaluations of the magnetostatic potential.

参考文献

- 1) Exl, Lukas, et al. *Journal of Applied Physics* 115.17 (2014): 17D118.

LLG 方程式を用いた磁化反転時間と磁化反転確率の計算

秋田谷尚紀, 村岡裕明, Simon Greaves

東北大学電気通信研究所

Calculation of Magnetization Reversal Times and Probabilities Using the LLG Equation

Naoki Akitaya, Hiroaki Muraoka, Simon Greaves

RIEC, Tohoku University

まえがき

ハードディスクドライブ(HDD)の大容量化に伴い, 転送レートの向上も求められている. すでに HDD の転送レートは 1Gbps を超えており, これ以上の向上には記録磁化の反転時間を検討しておく必要がある. 磁化反転時間はダンピング定数に大きく依存するが, HDD の記録媒体のダンピング定数は 0.01 から 0.05 と小さいため, 反転が安定するのに時間がかかり, 歳差運動も激しい. そこで, ダンピング定数の磁化反転時間依存性についてマイクロマグネティックシミュレーションにより調べる.

計算方法

ここでは LLG 方程式によるシミュレーション[1]を行った. 最初に直方体の粒子をモデリングし, ダンピング定数を変化させて磁化反転時間を計算した. ダンピング定数は 0.01 から 0.1 まで変化した. 主な計算条件を表 1 に示す. 次に, 同じモデルで初期状態が上向きに磁化に短時間だけ下向きの磁界パルスを印加し, 印加が終了してから上下どちらに収束するかを調べて, 磁界パルス印加したときの反転確率についてシミュレーションを行った.

Table.1 Calculation Conditions

モデル	7 nm × 7 nm × 10 nm
異方性磁界定数	5.0×10^6 erg/cm ³
飽和磁化	500 emu/cm ³
印加磁界	20 kOe
印加磁界の角度	30 degree
温度	4.2 K

結果と考察

Fig.1 にダンピング定数の大きさによる反転時間への影響を示す. ダンピング定数が小さくなると反転時間が長くなった. 特に, HDD で使われている記録媒体のダンピング定数である 0.01 から 0.05 までの反転時間の増加が著しく, 0.01 のときには約 500 ps と非常に長くなった.

Fig.2 にダンピング定数が 0.01 のときの磁界パルスによる反転確率を示す. 横軸が印加した時間, 縦軸が反転確率となっている. Fig.1 からダンピング定数が 0.01 のときの反転時間は約 500 ps となっているが, Fig.2 では 300 ps 以下の領域でも粒子が反転している. これは, 印加磁界に角度があることから容易軸方向にも振動しながら歳差運動しているため, 磁化が下向きを向いているときに印加磁界がなくなるとそのまま下向きに収束し, 短時間の磁界パルスでも反転できたと考えられる.

以上より, 斜めに磁界パルス印加することでダンピング定数が小さい媒体でも反転時間を短くすることができると考えられる.

参考文献

- 1) S.Greaves, "Micromagnetic Simulations of Magnetic Recording Media", High Performance Computing on Vector Systems 2007, pp.229-244(2008)

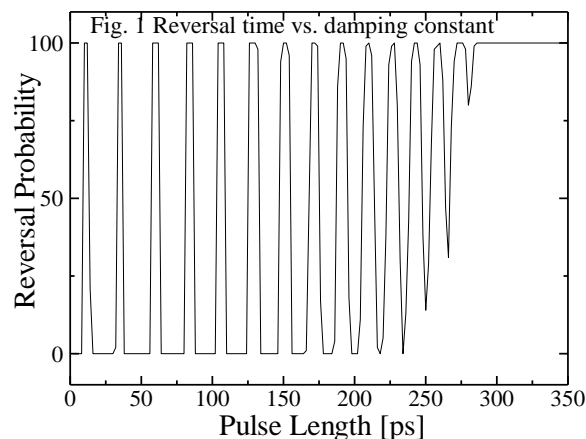
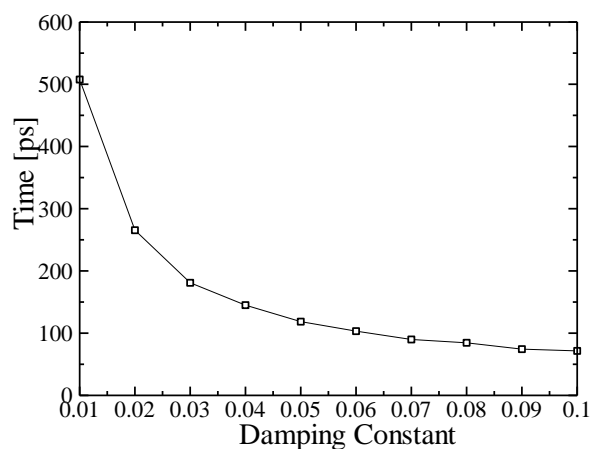


Fig. 2 Reversal probability vs. pulse length

ナノ Fe₃O₄ 粒のヒステリシス損シミュレーションと ハイパーサーミアへの適用性

小畑修二、米田守重*
(電機大理工, *日本電子専門)

Hysteresis loss simulations of Fe₃O₄ nanoparticles and adaptability for hyperthermia
S. Obata and M. Yoneda
(Tokyo Denki University, *Japan Electronic College)

はじめに

近年、ナノ磁性体の磁化特性の研究が飛躍的に進み、多くの実験結果が示されている。ナノ磁性は形状依存性を持ち、バルク磁性とは異なる様々な特徴を有することが明らかにされた。磁性アルブミンなども製造され、ナノ磁性体の人体への挿入が可能と成って、ヒステリシス損による癌の温熱療法が盛んに検討されている。しかしながら、こうしたヒステリシス損を求める計算理論は長らく存在せず、理論的な裏付けは皆無であった。本発表では、磁気双極子モーメント相互作用に基づき、ナノ磁性体のヒステリシス特性のシミュレーションを行い、ナノ Fe₃O₄ ヒステリシス損による癌の温熱療法の適用性を理論的に検討する。

計算理論

一般的スピン系の相互作用エネルギーは演算子@と磁気双極子モーメント μ を用いて

$$\hat{H} = \sum_{i>j} (J_{ij} \mu_i @ \mu_j + W_{ij}) - (\sum_i \mu_i) \cdot H \quad \dots (1)$$

と表され、磁気双極子モーメント間相互作用エネルギー W_{ij} は2点間の位置ベクトルを $d_{ij} e_{ij}$ として

$$W_{ij} = \frac{1}{4\pi\mu_0 d_{ij}^3} \{(\mu_i \cdot \mu_j) - 3(\mu_i \cdot e_{ij})(\mu_j \cdot e_{ij})\} \quad \dots (2)$$

と表される。演算子@にはハイゼンベルグモデル、イジングモデル、X-Yモデルなど様々な演算形式が有るが、本研究では古典スピン系とする。 J_{ij} は分子結合に於ける電子の静電場のエネルギーで形成され、量子化した分子軌道の電場エネルギーから固有状態として定まる。その為、スピン結合のエネルギーを与えるが磁場に対するヒステリシス特性は持たない。 W_{ij} と μH は磁場のエネルギーで、 W_{ij} は古典磁気双極子によるエネルギーを表す。ヒステリシス損は外部磁場と磁気モーメント磁場の為すエネルギーとして磁性体により消費され、熱エネルギーに変換される。この様に磁性に直接関わるエネルギーは W_{ij} となり、ヒステリシスは $W_{ij} - \mu H$ で決定される。従って、ヒステリシス特性だけを論ずるならば $W_{ij} - \mu H$ だけで良く、ヒステリシス損はこの項だけで求まる。エネルギー消費はこのシミュレーションのヒステリシス損から求める。

計算方法

計算は外場 H の変化ごとに全空間の W_{ij} について μ_i のモーメント方位を変え、最小状態を選択する。全スピンについてエネルギー計算を繰り返し行い、変化が無くなるまで繰り返し、基底状態を求める。系全体のエネルギーを決定する。 J_{ij} による磁化はキュリー温度 T_c に関わるがヒステリシス特性には大きく関わらないので Fig.1 では省いた。

1) Shuji Obata: Materials Transactions, **55** (2014) 1591-8.

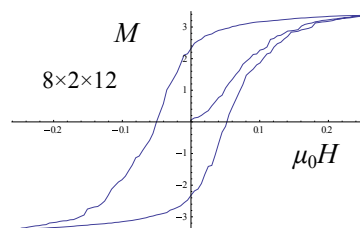


Fig.1 M-H curve of nano-Fe₃O₄

ハイパーサーミアの為のナノ Fe_3O_4 のヒステリシス計算法

米田守重、小畑修二*

(日本電子専門学校、*電機大理工)

Hysteresis calculation method in nano Fe_3O_4 for hyperthermia

M.Yoneda, S.Obata

(Japan Electronics College, *Tokyo Denki University.& School of Science & Engineering)

はじめに

最近、癌治療の手法として、癌細胞に磁性体を Implant して、交流磁場中の印加による誘導加熱で熱死させる磁性ハイパーサーミアに関する研究が注目されている。本講演では、誘導加熱過程について、使用する磁性ナノ粒子として、フェリ磁性体である Fe_3O_4 (マグネタイト) を想定した磁気ヒステリシス損の計算手法を理論的に検討し、その計算機シミュレーション結果について報告する。

シミュレーション手法と結果

Fe_3O_4 ナノ粒子は粒子合成が簡便で、粒子径の制御が容易であること、高い生体適合性を有していること等から、磁性ハイパーサーミア用 Implant 磁性体として用いられている。粒子径が約 20 nm 程度で超常磁性になることが知られ、交流磁場中で磁気モーメントの緩和遅れが生じることで、磁気ヒステリシス損が生じ、磁気エネルギーが熱に変換されると考えられている。磁気モーメントの緩和機構としては、Brown 緩和機構と Néel 緩和機構の二種類が存在することが知られている。我々は、独自に開発したシミュレーションの手法である Retarded Trace method^{1),2)}を用い、 Fe_3O_4 ナノ粒子に交流磁場を印加した場合の磁化のシミュレーションを行った。以下の図1と図2は、温度が $T=300[\text{K}]$ で、印加磁場の周波数がそれぞれ $2[\text{kHz}]$ と $10[\text{kHz}]$ の場合に結果を示している。

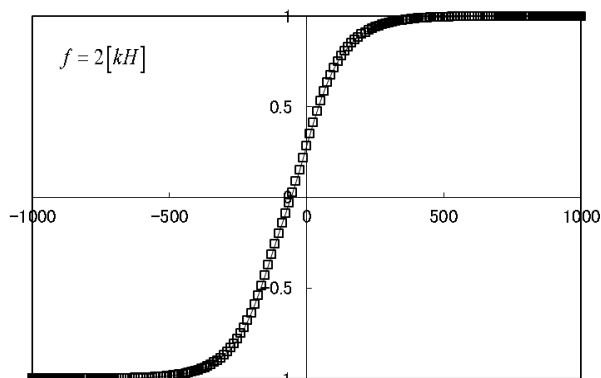


図 1

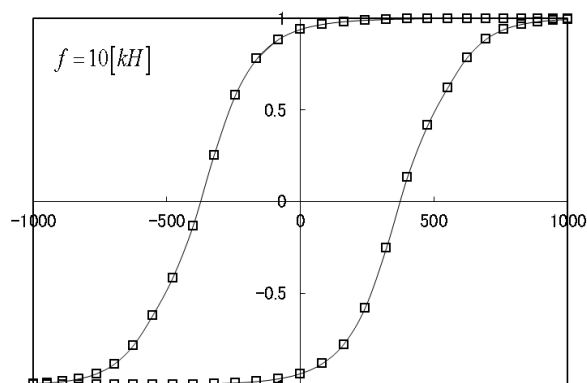


図 2

本講演でこのモデルをシミュレーションの手法として、一般化された Retarded Trace method を用い、温度、周波数、緩和時間等の各種条件及び、様々なナノ粒子内部とナノ粒子間の相互作用の各種パラメータによる磁化過程のシミュレーション結果について報告する予定である。

参考文献

- 1) S. Obata. Journal of the Magnetics Society of Japan 36(3), 161-168, 2012
- 2) S. Obata. IEEJ Transactions on Fundamentals and Materials, Vol.131(2011)No.10 P 838-845

マイクロマグネティック計算に依拠した渦電流発熱計算

吉田 和悦、 赤城 文子
(工学院大学)

Calculation method of eddy-current heat embedded in micromagnetic simulator

K. Yoshida, F. Akagi
(Kogakuin Univ.)

はじめに

導電性強磁性体の磁化変化に伴い生じる渦電流はその磁化過程に影響を与えることが知られている。一方近年、電気自動車の分野ではロータ部に用いられる永久磁石内部に生じる渦電流による発熱量を評価することが一つの課題となっている。本発表では、先に開発したマイクロマグネティックシミュレータに渦電流を導入し、そこから生じる熱量と昇温過程を計算することを試みた。

計算方法

磁束密度の時間変化により生じる電場 \vec{E}_1 をビオサバールの式を変形した式(1)から求める。この解では対象領域の表面で電場が法線成分をもつた

$$\vec{E}_1 = \frac{1}{4\pi} \int \frac{-\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \times \vec{r}}{|\vec{r}|^3} dv \quad (1)$$

め、表面に $\frac{2}{\epsilon_0} \cdot \frac{\partial \vec{E}_1}{\partial n}$ の量をもつ電荷を分布させたときに生じる電場 \vec{E}_2 を計算

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad (2)$$

し、 $\vec{E} = \vec{E}_1 + \vec{E}_2$ をもって境界条件を満たす電場とした¹⁾。渦電流 \vec{j} は式(2)

$$q = \frac{1}{\sigma} |\vec{j}|^2 \quad (3)$$

のオームの法則から求め、再度ビオサバールの式を用いて渦電流磁界を計算し、LLG方程式の実効磁界に加えた。このとき発生するジュール熱 q と

$$q = CT_{rise} \quad (4)$$

昇温温度 T_{rise} は式(3),(4)により計算できる。式中 σ と C はそれぞれ導電率と比熱を表す。ビオサバールの式

は差分法では重畳の理が成り立つので、高速フーリエ変換を適用して計算の高速化を図った。

計算結果

図1に導電性強磁性体を断熱環境中で1秒間高周波磁界に曝したときの上昇温度 T_{rise} の周波数依存性を示す。図に示すように温度 T_{rise} と周波数 f の間には、破線で示した $\log T_{rise} \propto 2 \times \log f$ の関係がおおむね成り立っているように見てとれる。この両者の関係を数値で比較したのが、表1である。表には、計算から求めた昇温温度 T_{rise} と、 $f=5$ MHzにおける昇温温度を基準として温度が周波数の2乗に比例すると仮定したときの予想温度を T_{pro} を記した。表に示した T_{pro} と T_{rise} とのずれを示す、 $deviation (= 1 - T_{rise}/T_{pro})$ は周波数が高くなるにつれて大きくなる。これは、高周波になるにつれ磁化が磁界変化についていけず、式(1)に示した磁束の時間微分値が減少するためである。このように本シミュレータでは微細領域における磁化の時間変化を忠実に反映して渦電流熱を計算することが可能であり、一般的に解析的な計算が困難な、磁壁移動による磁化過程にも適用することが可能である。

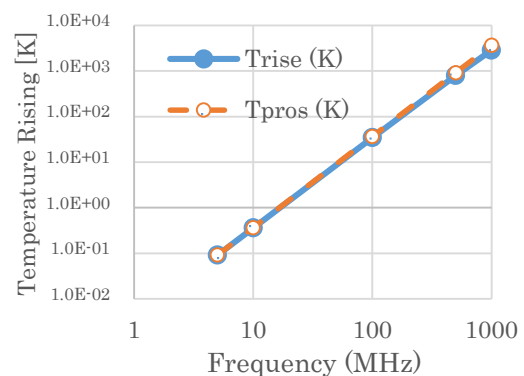


Fig.1 Relationships between temperature rising and frequency.

Amplitude of field = 50 kA/m,
Ku=5k J/m³, Ms= 1.0 T

Table 1 Deviation from the square of frequency.

Frequency [MHz]	Trise [K]	Tpro [K]	Deviation
5	0.09	0.09	0
10	0.36	0.37	0.02
100	34.3	36.5	0.062
500	878.8	913.3	0.137
1000	2833.0	3653.2	0.225

参考文献

- 1) Edward Della Torre and Jason G. Eicke, *IEEE Trans. Magn.* **33**, 1251(1997).

磁石内部の磁化反転過程における反磁場の効果

塚原宙、井波暢人、岩野薫、三俣千春¹、小野寛太
(高エネ研,¹ 物材機構)

Theoretical study of dipole field effects for reversal process within permanent magnet

H. Tsukahara, N. Inami, K. Iwano, C. Mitsumata¹, K. Ono
(KEK, ¹NIMS)

はじめに

高保磁力と大きな磁化を併せ持った永久磁石の開発には保磁力機構の詳細な解明が不可欠である。保磁力機構の解明には磁石内部も含めた磁化の情報が重要であり様々な研究がなされている。しかしながら Kerr 顕微鏡などの観測では磁石内部の磁化を直接観察する事は難しく、有限要素法を用いたマイクロマグネティクスシミュレーションにおいてもシミュレーションモデルの大きさの制限から磁石内部の磁化ダイナミクスを正確に計算する事は困難である。我々は周期境界条件を用いた有限差分法により磁石内部のマイクロマグネティクスシミュレーションを実行し、磁化反転の様子を磁気的エネルギーの変化も含め詳細に調べた。

計算手法

平均の厚みおよび結晶粒径が 32nm および 160nm の扁平粒子を z 軸方向 (Fig. 1 (c) 参照) に積み重ね、ナノサイズの粒子からなる磁石のモデルを作成した。また各粒子毎に容易軸方向に揺らぎを与え、粒子内および粒子間で異なる交換スティフネス係数を設定し粒子内および粒子間交換相互作用を区別した。磁化ダイナミクスは Landau-Lifshitz-Gilbert 方程式を周期境界条件下で解く事により求めた。また粒子の自己相互作用を防ぐために粒子の大きさに比べ非常に大きな周期系でシミュレーションを実行する必要があるため KEK のスーパーコンピュータを使用して計算した。シミュレーションでは $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ を想定し、飽和磁化 1281 emu/cm^3 、磁気異方性定数 $4.0 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ およびギルバートダンピング定数 1.0 を用いた。また交換スティフネス定数は粒子内および粒子間交換相互作用に対して $7.7 \times 10^{-7} \text{ erg/cm}$ および $7.7 \times 10^{-9} \text{ erg/cm}$ を用いた。容易軸は平均で z 軸から 11.6° 傾いている。

結果

シミュレーション結果から計算された z 軸方向の磁化 m_z の平均値を Fig. 1 (a) に、着磁状態からの各エネルギーの変化を Fig. 1 (b) に外部磁場の関数として示す。外部磁場の大きさが小さくなると各粒子の磁化が容易軸方向に傾くため異方性エネルギーは減少するが、保磁力近傍では急激に値を増す。これに対し反磁場エネルギーは保磁力に近づくと徐々に値を下げ、保磁力で不連続に値を下げる。保磁力での磁化の状態を Fig. 1 (c) に示す。磁化は粒子内でほぼ同じ向きを向いており m_z の符号が同じ粒子同士が領域を作り interaction domain が形成されている [1]。

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。スーパーコンピュータシミュレーションは、高エネルギー加速器研究機構 (KEK) の大型シミュレーション研究 (課題番号 14/15-01) により行われた。

[1] J. Thielsch, H. Stopfel, U. Wolff, V. Neu, T. G. Woodcock, K. Güth, L. Schultz, and O. Gutfleisch, J. Appl. Phys. **111** 103901 (2012).

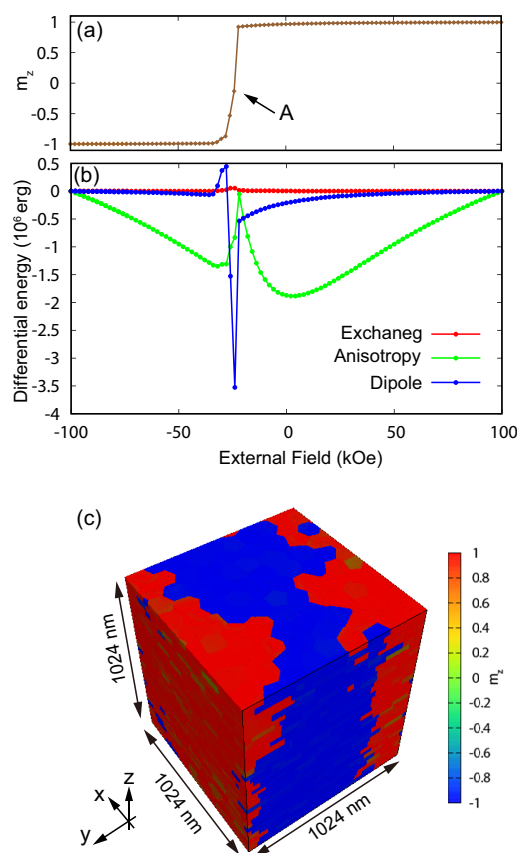


Fig 1: (a) The averaged m_z and (b) the differential energy as a function of the external field. (c) The magnetization at A which is located near the coercivity shown in (a).

マイクロマグネティクスシミュレーションを用いた 3D-MQCA NAND/NOR ゲートの提案

岩城圭亮、野村 光、中谷亮一

(大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻)

Numerical simulation study of 3D-MQCA NAND/NOR logic gate

K. Iwaki, H. Nomura, and R. Nakatani

(Graduate School of Engineering, Osaka Univ.)

磁性量子セルラーオートマタ(MQCA: Magnetic quantum cellular automata[1])をはじめとする微小磁性体を用いたデバイスは、低消費電力・低発熱といった特徴を持つ。このため、次世代を担う情報処理デバイスとして期待されている。MQCA 素子として、平面的に磁性体を配置した素子や[2], 近年では、三次元的な構造を有するものも提案されている [3]。しかしながら、三次元化した際の微小磁性体間の相互作用の複雑さのため、磁性多層膜を有するドットから構成される 3D-MQCA は未だ提案されていない。そこで、本研究では 3D-MQCA NAND/NOR ゲートの構造を提案し、OOMMF (the object oriented micromagnetic framework)を用いた動作検証を行う。

Figure 1 に、3D-MQCA NAND/NOR ゲートの概要図を示す。本素子は、3つの入力(Input)セルと一つの出力(Output)セルを有する。静磁気相互作用力により、InputA と Output は強磁性的に、InputB と Output, InputC と Output は反強磁性的に結合している。それぞれの Input から Output への漏洩磁場強度が、十分に近い値となるよう素子の幾何構造を決定している。

マイクロマグネティクスシミュレーション条件として、セルサイズは $5 \times 10 \times 5 \text{ nm}^3$ 、交換スティフネス定数 $A = 1.3 \times 10^{-11} \text{ A/m}$ 、飽和磁化 $M_s = 800 \text{ kA/m}$ とした。外部磁場は x-y 平面内でドットの磁化容易軸から 45° の向きに印加し、その強度を 0 kA/m から 100.5 kA/m まで 1.26 kA/m 刻みで変化させた。

Figure 2 に代表的なシミュレーション結果を示す。Fig. 2(a)は $(I_A, I_B, I_C) = (0, 0, 0)$ と設定した外部磁場を印加する前の磁化状態を、Fig. 2 (b)は外部磁場を 57.8 kA/m 印加した際の磁化状態を示す。この場合、InputB NAND InputC = Output となり、NAND ゲートとして動作していることがわかる。Input ならびに Output の取り得るすべての初期状態($2^4 = 16$ 通り)からシミュレーションを行った結果、外部磁場強度が 57.8 kA/m から 64.1 kA/m の間で本素子は、NAND/NOR プログラマブルゲートとして動作することが確認された。

本研究結果により、これまで二次元的な配置でのみ実現されていた MQCA 素子が三次元方向に拡張可能であることが示された。素子を三次元化することで、演算素子の密度を向上させることができる。さらに、ホログラフィックメモリとなど、三次元的な情報の書き込み、読み出しを行うデバイスとの融合も期待できる。

参考文献

- 1) R. P. Cowburn and M. E. Welland, *Science*, **287**, 1466(2000)
- 2) H. Nomura and R. Nakanani, *Appl. Phys. Express*, **4**, 013004(2011)
- 3) R. Lavrijsen, *et. al*, *Nature*, **493**, 647(2013)

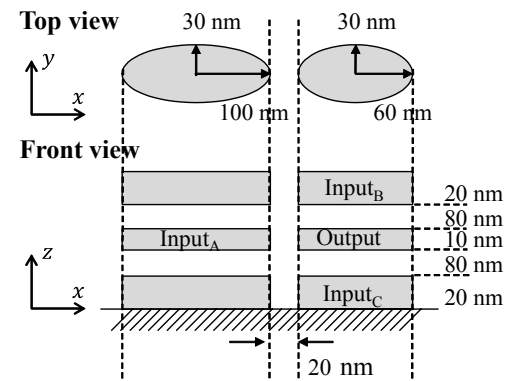


Fig.1 Schematic illustration of the 3D-MQCA NAND/NOR logic gate.

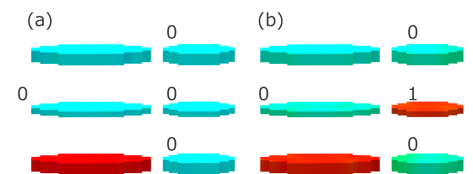


Fig.2 (a)Initial state and (b) logic operation result of the 3D-MQCA.

傾斜電界による磁壁移動のシミュレーション解析

村山 創、山田 啓介、仲谷 栄伸
電気通信大学、情報理工学研究科

Analysis of the domain wall motion induced by the slope electric field

Soh Murayama, Keisuke Yamada, and Yoshinobu Nakatani

Graduate school of Informatics and Engineering, University of Electro-Communications

はじめに

現在、磁壁駆動型デバイスは、省電力化を担う磁気記録装置として注目されている[1]。磁壁駆動型デバイスでは、磁壁の制御に外部磁界を用いる手法やスピン偏極電流を注入する手法が用いられている。しかしながらこれらの手法は、磁壁駆動のための閾電力が多く、その低減が課題となっている。近年、閾電力を低減する新たな手法として、電界による磁壁駆動方式が提唱されている[2, 3]。しかし、これらの研究では、電界だけではなく磁界も加えて磁壁の駆動を行っている。昨年我々は、傾斜電界により、電界のみで磁壁を移動させる手法を提案した[4]。この手法では、傾斜電界により磁性細線中の異方性磁界が場所ごとに変化するため [5, 6]、場所による磁壁エネルギーの差が生じ、この磁壁エネルギーの差から磁壁移動が起きると考えられる[7]。本研究では、この現象を理解するため、傾斜電界の解析モデルを作成し、シミュレーション結果との比較を行った。

実験結果

解析モデルは、外部磁界(H_e)と、ある位置(r)における磁壁エネルギーの変化($\partial\sigma/\partial r$)より磁壁に加わる圧力の式 [7] : $F(r) = 2M_s H_e - \partial\sigma/\partial r$ を用いた (M_s : 飽和磁化、 σ : 磁壁エネルギー、 $\sigma = 4\sqrt{AK_u}$ 、 A : 交換ステイフネス定数、 K_u : 磁気異方性)。外部磁界と磁壁エネルギーの変化が等しいと仮定し求めた実効磁界は、 $H_e = (\partial\sigma/\partial r)/2M_s$ で表される。本モデルにおいて、 $\partial\sigma/\partial r$ は傾斜電界より変化した磁壁エネルギーを用いる。また、シミュレーションで用いている磁性細線の膜厚は有限(3.9 nm)のため、反磁界(H^D)の影響を考慮した実効磁気異方性(K_u^{EFF})を用いた ($K_u^{EFF} = K_u - H^D M_s/2$)。反磁界 H^D は数値的に導出した値を使用した。これら全てを用いて、傾斜電界を磁界換算する解析式を式(1)に示す。

$$H_e = \frac{2\sqrt{A}}{M_s} \left(\frac{\sqrt{K_u - H^D M_s/2} - \sqrt{(K_u - \Delta K_u + r) - H^D M_s/2}}{r} \right), \quad (1)$$

この傾斜電界の磁界換算による磁壁移動速度を $V_{ext} = \gamma \Delta H_e / \alpha$ より算出した(ここで、 γ : 磁気回転比、 Δ : 磁壁幅パラメータ、 α : 損失定数)。図1の V_E と V_H は、シミュレーションで求めた傾斜電界と外部磁界 (H_{ext}) による磁壁移動速度の変化を表す。 V_{est} と V_E の比較より、計算結果と解析式がよく一致していることが確認された。また、傾斜電界 $\Delta K_u = 1.7$ Gerg/cm⁴での速度は、磁界の磁壁移動速度での 1.8 Oe 相当であった。 V_{est} と V_H の比較より、磁壁の移動度が、それぞれ一致していることが分かった。しかし、傾斜電界から求め換算した磁界(=1.8 Oe)とシミュレーションから求めた磁界(=2.5 Oe)では、それぞれの Walker field が一致しないことも分かった。この不一致は今後の研究課題である。

参考文献

- [1] S. S. P. Parkin, et. al., Science 320, 190 (2008).
 [2] A. J. schellekens, et. al., Nat. Commun. 3, 848 (2011).
 [3] D. Chiba, et. al., Nat. Commun. 3, 888 (2012).
 [4] 村山 創、仲谷栄伸他、日本磁気学会第 38 回学術講演会
 [5] M. Weisheit, et. al., Science 315, 349 (2007).
 [6] D. Chiba, et. al., Appl. Phys. Lett. 96, 192506 (2010).
 [7] T. Shiratori, et, al., J. Magn. Soc. Jpn 22, pp.47-50 (1998).

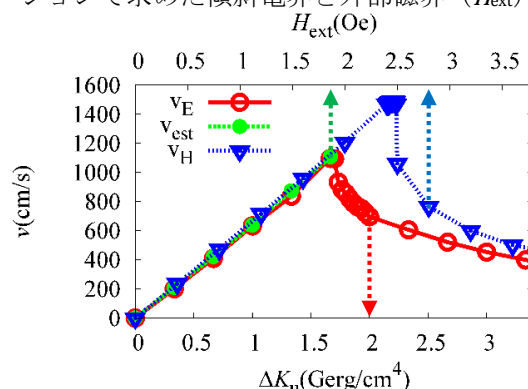


Fig 1 Comparison with analysis (V_{est}), the simulation results by the slope electric field (V_E) and by the magnetic field (V_H)

DM 相互作用下の磁壁磁場駆動における磁壁移動のシミュレーション解析

山田啓介、仲谷栄伸

電気通信大学 情報理工学研究所

Simulation of the field-driven magnetic domain wall motion under the Dzyaloshinskii-Moriya interaction

Keisuke Yamada, and Yoshinobu Nakatani,

Graduate School of Informatics and Engineering, The University of Electro-Communications,

はじめに

現在、ジャロシンスキー・守谷相互作用(DMI)が働く強磁性薄膜中の磁壁移動が注目を集めている[1-4]。DMI が働く強磁性薄膜では、Néel 磁壁構造が安定になるため、強い磁場領域まで steady motion による磁壁移動が起こり、また磁壁移動速度が Walker 磁場で最大数百 m/s と非常に速くなる[1,2]。しかし、これまで行われた 1 次元モデルによる解析や 2 次元モデルを用いたシミュレーションでは、Walker 磁場辺りまでの磁壁移動について報告しているが、それ以上強い磁場下、特に Precessional motion が起こる領域での磁壁移動を詳細に調べていない。この領域では、磁壁の湾曲やブロッホラインの生成・移動によって磁壁移動速度が変化するため[5]、細線の 2 次元モデルを用いて詳細に調べる必要がある。今回我々は、DMI を有する強磁性細線を用い、磁場駆動による磁壁移動シミュレーションを行い、特に Walker 磁場以上での移動速度について詳しく調べた。

結果

シミュレーションでは、2 次元のマイクロマグネティックモデルを用いた。強磁性細線は、厚さ 1.2 nm、幅 $w = 50, 100, 200$ nm の大きさとし、この細線を $2.0 \times 2.0 \times 1.2$ nm³ の直方体に離散化して計算を行った。材料定数は、Co/Ni 薄膜の値を用いた[6]。磁場(H_z)は、細線厚さ方向に $H_z = 0 \sim 1.5$ kOe の範囲で加えた。図 1 は、DMI 値(D)と磁場に対する磁壁移動速度を示した図で、図 1(a-c)はそれぞれ細線幅が $w = 50, 100, 200$ nm の結果である。図 1 より、Walker 磁場以上の磁場での磁壁移動速度は、DMI の値だけではなく線幅によっても変化し、数百 nm の細線幅を持つ細線においては、磁壁移動速度の breakdown 現象が最大 3 回起こることがわかった。

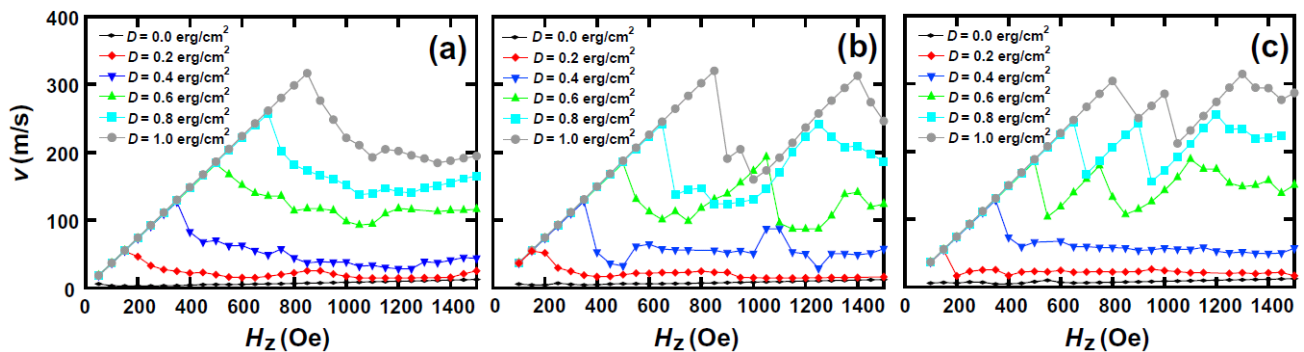


Fig. 1. Field-induced domain wall velocity for different value of the DMI parameter D . The results of the 2D calculation for the wire width (a) $w = 50$, (b) 100, and (c) 200 nm.

本研究は日本学術振興会の基盤研究(C)と特別研究員奨励費により助成を受けて行われた。

参考文献

- [1] A. Thiaville, *et al.*, *Europhys. Lett.* **100**, 57002 (2012). [2] O. Boulle, *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **111**, 217203 (2013).
 [3] S. Emori, *et al.*, *Nat. Mater.* **12**, 611 (2013). [4] K.-S. Ryu, *et al.*, *Nat. Nanotechnol.* **8**, 527 (2013).
 [5] K. Yamada, *et al.*, *Appl. Phys. Express.* **4**, 113001 (2011).
 [6] R. Hiramatsu, *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **53**, 108001 (2014).

Co/Ni 多層膜におけるスカーミオン安定性の検討

穂積 繁、山田 啓介、仲谷 栄伸
(電気通信大学 情報理工学研究科)

Study of the Skyrmion stability in ultrathin Co/Ni multilayers

S. Hozumi, K. Yamada, and Y. Nakatani

(Graduate School of Informatics and Engineering, University of Electro-Communications)

はじめに

近年、強磁性薄膜中におけるジャロシンスキー・守谷相互作用(DMI)効果を起源とするねじれた磁化構造で、スカーミオンと呼ばれる特徴的な構造が注目されている[1-4]。スカーミオンは、直径が数十から数百ナノメートルと小さく、低電流で駆動が可能などの特徴があるため、スカーミオンを利用したメモリが期待されている[3]。スカーミオンをメモリとして使用するには、記録した情報(=スカーミオン構造)を保持しなければならず、スカーミオン構造が安定的に存在できる条件を調べる必要がある。本研究では、DMI効果が有効的に働く強磁性体薄膜のCo/Ni多層膜に注目し、マイクロマグネティックシミュレーションを用いて、スカーミオン構造が安定的に存在する条件について調査した。

実験方法

Co/Niの材料定数は、飽和磁化 $M_s = 837 \text{ emu/cm}^3$ 、交換スティフネス定数 $A = 1.0 \text{ } \mu\text{erg/cm}$ とし、垂直磁気異方性定数 K_u を $4.0 \sim 6.0 \text{ Merg/cm}^3$ 、DMI定数 D を $0.0 \sim 2.0 \text{ erg/cm}^2$ と変化させた[5]。計算領域は、膜厚 1.2 nm 、幅 200 nm 、長さ 200 nm の直方体とした。具体的な実験方法は、計算領域にスカーミオンを初期状態として与え、それぞれの条件下におけるスカーミオンの有無やスカーミオン構造について調べた。

実験結果

Fig. 1に K_u と D を変化させた時のスカーミオン状態について図示する。 $K_u \leq 4.3 \text{ Merg/cm}^3$ の場合は、面内磁化構造になるため、スカーミオンは現れない。 $K_u = 5 \text{ Merg/cm}^3$ の場合、 $D \geq 1.1 \text{ erg/cm}^2$ では多磁区構造となり、 $D \leq 0.4 \text{ erg/cm}^2$ ではスカーミオンが消滅した。 $0.5 \leq D \leq 1.0 \text{ erg/cm}^2$ では、スカーミオン構造が安定して存在し、スカーミオンの直径は D の増加と共に大きくなった。 $K_u \geq 4.4 \text{ Merg/cm}^3$ の条件では、スカーミオン構造が安定して存在する条件は、 K_u の増加と共に D の値も増加する必要があることがわかった。

Fig. 2は、Fig. 1におけるスカーミオン存在時とスカーミオンを消滅させた際のエネルギー差を示した図である。赤色(青色)は、スカーミオン存在時のエネルギーの方が高い(低い)条件を示している。白色は、エネルギー差がない条件である。例えば、両者のエネルギー差がない条件がメモリに適した条件と考えると、白色の領域(Fig. 1より直径 100 nm)の条件がメモリに適した条件と考えられる。

講演ではスカーミオン生成・消滅時のエネルギーバリアと熱安定性についても報告する予定である。

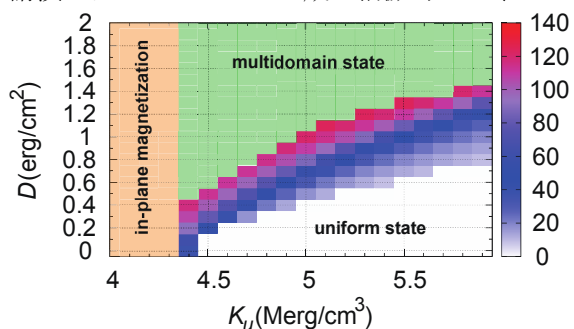


Fig. 1 垂直磁気異方性、DMI定数及びスカーミオンの直径の関係

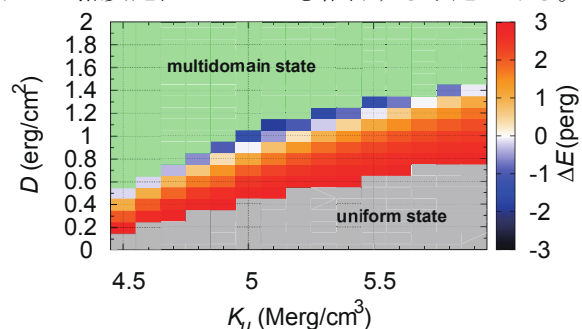


Fig. 2 スカーミオン存在時と消滅時のエネルギー差

参考文献

- [1] T. H. R. Skyme, Proc. Roy. Soc. Lond. A **31**, 556 (1962). [2] X. Z. Yu, *et al.*, Nature. **465**, 901-904 (2010).
 [3] J. Iwasaki, *et al.*, Nat. Nanotechnol. **8**, 742-747 (2013). [4] S. Rohart, *et al.*, Phys. Rev. B **88**, 184422 (2013).
 [5] R. Hiramatsu, *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **53**, 108001 (2014).

磁界掃印 CPW-FMR 測定による Ni-Fe 薄膜のダンピング定数の評価

遠藤 恭, 山口 正洋 (東北大工)

Study on the Damping Constant of Ni-Fe Thin Films Using Field-domain CPW-FMR Measurements

Yasushi Endo, Masahiro Yamaguchi (Tohoku Univ.)

はじめに 強磁性共鳴 (Ferromagnetic Resonance: FMR) 測定は, バルクや薄膜からなる磁性体のダンピング定数 α を評価する測定法の1つとして知られている¹⁾. 近年, 外部磁界を固定して, ベクトルネットワークアナライザを用いて周波数掃印させたコプレーナウェーブガイドによる強磁性共鳴 (Coplanar waveguide-FMR: CPW-FMR) 測定がいくつかの研究グループにより提案されている²⁻⁴⁾. この測定では, CPWの狭い信号線上に高周波磁界を集中させることができるために, cavityを用いた従来のFMR測定とは異なり, 幅広い周波数帯域で磁性薄膜だけでなく微小磁性体の計測が可能である. また, 磁性薄膜における磁化の過渡応答も計測できる. 本研究では, 新たに周波数を固定して外部磁界を掃印させたCPW-FMR測定により, Ni-Fe薄膜におけるダンピング定数 α の膜厚依存性を検討した. また, 得られた結果について, 従来の周波数掃印させたCPW-FMR測定により評価した結果との比較検討を行った.

実験方法 CPWの作製には, フォトリソグラフィ, DCマグネトロンスパッタおよびリフトオフ法を用いた. 作製したCPWの形状は一端が終端された1ポート型形状であり, その膜構成はガラス基板 (厚さ: 550 μm , 比誘電率 ϵ_r : 7.0) 上に製膜させたCr (5 nm)/Cu (300 nm)/Cr (5 nm)積層膜である. CPWの線路長, 信号線幅, グラウンド線幅および信号線とグラウンド線間のギャップ幅は1000, 50, 88 および12 μm とした. 薄膜試料の作製には, RFマグネトロンスパッタを用いた. 薄膜の構成は, 熱酸化Si基板上に製膜した3-50 nm厚のNi-Fe薄膜である.

作製したNi-Fe薄膜における保磁力と飽和磁化の評価にはVSMを, またダンピング定数 (α) の評価には, 磁界掃印および周波数掃印CPW-FMR測定を用いた.

結果 磁界掃印CPW-FMR測定により得られた5 nm厚のNi-Fe薄膜における s_{11} の実部の外部磁界による変化を図1に示す. いずれの周波数帯においてもディップが観測され, その位置は周波数の増加とともにより高い磁界側へ移動している. これらのディップはNi-Fe薄膜のFMRに起因している. したがって, 観測されたFMRピークの半値幅 ΔH と, そのときの周波数 f との関係からダンピング定数 α を算出した.

図2は磁界掃印および周波数掃印CPW-FMR測定により求めたNi-Fe薄膜における α の膜厚依存性である. いずれの測定の場合も, α の膜厚に対する変化はほぼ類似している. すなわち, 10 nm厚より薄い膜厚では α は急激に低下している. この原因は, より薄い膜厚において物質固有のダンピングに加えて膜表面で外的要因によるダンピングが発生していることによるものと考えられる. また, 3 nm厚の場合には磁界掃印と周波数掃印の測定により α の値が大きく異なっている. この差異は観測されたFMRピーク波形の対称性の違いに由来するものと考えられる. 一方, 10 nm厚以上の膜厚において α はほぼ一定であり, その値は0.009~0.011程度であり, Ni-Feのバルク値(0.007)に比べて大きくなっている. この原因は, 主に膜中の磁気不均一性 (磁化の異方性分散) によると考えられる.

謝辞 本研究は科研費基盤研究(B) (No. 26289082), 挑戦的萌芽 (No. 26630296), 情報ストレージ研究推進機構(SRC)の協力のもとで行われた.

- 参考文献**
- 1) J. H. E. Griffiths, Nature 148, 670 (1946).
 - 2) G. Counil *et al.*, J. Appl. Phys. 95, 5646 (2004).
 - 3) M. Toda *et al.*, J. Magn. Soc. Jpn. 31, 435 (2007).
 - 4) Y. Endo *et al.*, J. Appl. Phys. 109, 07D336 (2011).

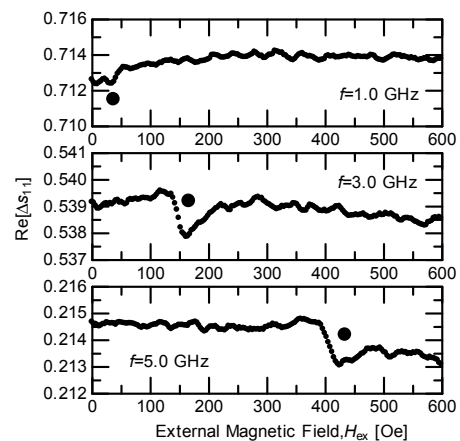


Fig. 1 Field dependence of $\text{Re}[\Delta s_{11}]$ for CPW with 5-nm-thick Ni-Fe film at frequencies.

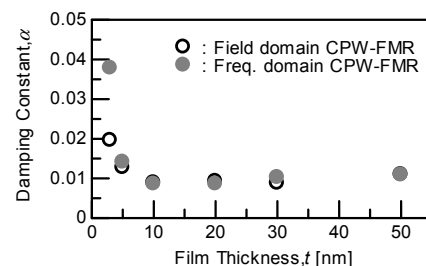


Fig. 2 Thickness dependence of damping constant α for Ni-Fe film measured with field domain and frequency domain CPW-FMR measurements.

マイクロ波磁場により励起された Co/Pt 多層膜 ドットのナノビーム X 線磁気円二色性測定

菊池伸明¹, 岡本聡¹, 北上修¹, 島津武仁¹, 鈴木基寛²
(¹ 東北大, ²JASRI/SPring-8)

Nano-beam XMCD measurement on a Co/Pt multilayer dot excited by microwave field

N. Kikuchi¹, S. Okamoto¹, O. Kitakami¹, T. Shimatsu¹, M. Suzuki²
(¹Tohoku Univ., ²JASRI/Spring-8)

はじめに

Pt を含む多層膜や合金は大きな磁気異方性を発現できることから応用上も重要であり、幅広い研究の対象となっている。磁性層と Pt 層を積層した場合、その界面においては Pt 原子に大きな磁気モーメントが誘起されることが知られている[1]。また、そのような系においては、磁性金属単層に比べてダンピングが著しく大きく増加することが報告されており[2]、その理解が重要となっている。しかしながら、一般的な磁気的・電気的測定手法では界面で分極した Pt の挙動のみを分離して議論することは困難である。そこで、本研究においては元素選択性を持つ X 線磁気円二色性 (X-ray Magnetic Circular Dichroism : XMCD) を用いることで、rf 磁場により励起された Co/Pt 多層膜ドット中の分極した Pt 原子の挙動について調べた。

実験方法・結果

Co/Pt 多層膜は MgO(100)基板上に sub./Ta(0.5)/Pt(1)/Ru(24)/Pt(0.5)/[Co(1.4)/Pt(0.5)]₆/Ru(10)の構成で DC マグネトロンスパッタリングにより成膜した。数字は各層の膜厚で単位は nm である。多層膜を電子線リソグラフィ・Ar イオンエッチングにより直径 3 μ m のディスク状に加工し、異常 Hall 効果(AHE)検出用の電極および高周波磁界印加用の伝送線路 (幅 3 μ m) を形成した。伝送線路を用いて膜面内方向の rf 磁場を発生すると、強磁性共鳴条件において歳差運動が誘起されることで膜面に垂直な磁化成分が変化する。この変化を異常 Hall 効果および XMCD により検出した。なお、XMCD の測定は SPring-8 のビームライン BL39XU にて実施し、Pt の L₃ 吸収端を用いた。磁化の垂直成分に感度を持つように X 線は膜面に垂直に入射した。図 1 に、異常 Hall 効果により測定した直径 3 μ m のドット一つの磁化曲線を示す。点線は rf 磁場を印加せずに、実線は周波数 $f_{rf}=3$ GHz、振幅約 400Oe の rf 磁場を印加した状態で測定した結果である。直流磁場 H_{dc} は膜面に垂直に印加し、掃引方向は正から負方向である。 $H_{dc}=3$ kOe 近傍に強磁性共鳴による明瞭なディップが現れており、その形状は大振幅の歳差運動を反映して非対称な形状を示す。図 2 に、 $f_{rf}=2.8$ GHz の rf 磁場下で測定した XMCD (実線) の結果を、異常 Hall 効果 (●) の結果と合わせて示した。いずれも飽和値で規格化し、磁化の垂直成分 M_z として示した。XMCD の測定は約 300 nm 径のナノビームで行い、ドットの中心付近で計測した。強磁性共鳴ピークの位置・形状・強度が双方の測定手法においてよく一致しており、Co 層に挟まれた Pt 層がほぼ一様に歳差運動をしていることが示唆された。

参考文献 [1] M. Suzuki *et al.*, PRB 72, 054430 (2005), [2] S. Mizukami *et al.* APL 96, 152502 (2010)

謝辞 本研究の一部は、文科省「ナノマクロ物質・デバイス・システム創製アライアンス」および科研費、JST「戦略的イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)」ならびに SRC からの援助の下行われた。

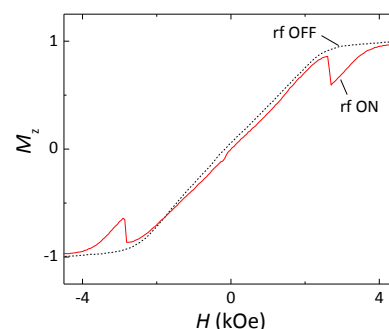


Fig. 1 AHE curves of single Co/Pt multilayer dot measured with and without rf fields ($f_{rf}=3$ GHz).

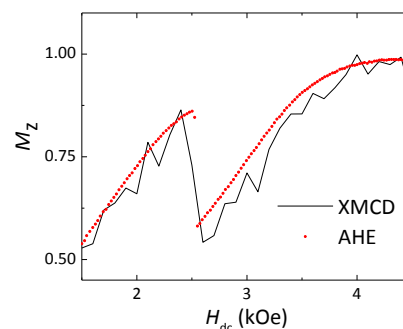


Fig. 2 Magnetization curves of a Co/Pt multilayer dot measured by XMCD and AHE under application of rf field ($f_{rf}=2.8$ GHz).

マイクロ波アシスト磁化反転と強磁性共鳴の 同一 Co/Pt ナノドット試料での測定

草薙勇作, 岡本 聡, 菊池伸明, 北上 修, 島津武仁
(東北大)

Relationship between microwave assisted magnetization switching and ferromagnetic resonance of Co/Pt nanodots.

Y. Kusanagi, S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami, and T. Shimatsu
(Tohoku Univ.)

はじめに

マイクロ波アシスト磁化反転 (MAS: Microwave Assisted magnetization Switching) は次世代超高密度記録技術の有力候補として注目を集めている。MAS においては、磁気モーメントに GHz 帯域の交流磁場を印加することで磁気モーメントの歳差運動が誘起され、その結果反転磁場が大幅に低減される。励起モードとしては、ドット径に依存して一様励起だけでなく、高次のスピン波励起も MAS 挙動に大きく影響することが MAS 実験とシミュレーションの比較から分かっている¹⁾。しかし、実際の励起モードと MAS 挙動の相関は実験的にはまだ確認されていない。本研究では励起モードと MAS 挙動の関係を調べるために、異常 Hall 効果による強磁性共鳴測定 (AHE-FMR: Anomalous Hall Effect based Ferromagnetic Resonance)²⁾ と MAS 実験を同一の Co/Pt ナノドット試料に対して行ったので、その結果について報告する。

実験方法と結果

実験に用いた膜構成は、MgO sub./Ta(2 nm)/Pt(25 nm)/[Co(1.1 nm)/Pt(0.5 nm)]₅/Pt(10 nm) とした。成膜には DC マグネトロンスパッタを用いた。この多層膜を EB リソグラフィにより加工し、同一基板にドットアレイを形成した。AHE 測定用の電極およびマイクロ波交流磁場印加用の Cu 線路もあわせて形成した。ドットアレイのドット直径は 80 ~ 1000 nm でドット間距離は 60 ~ 200 nm とした。ドットアレイの配置領域は約 $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ である。MAS, FMR いずれの測定でも dc 磁場 H_{dc} を膜面に垂直に -6 ~ 6 kOe の範囲で印加し、Cu 線路に高周波電流を印加し交流磁場 $h_{rf} = 200$ Oe を膜面内に印加した。AHE-FMR 測定では歳差運動による磁化の垂直成分の変化を異常 Hall 電圧の変化量として検出する。ただし、得られる信号が微弱であるため高周波電流を矩形波で振幅変調し、同期した Hall 効果の変化をロックインアンプで検出した。Fig. 1 にドット直径 160 nm, ドット間距離 60 nm のドットアレイで得られた異常 Hall 電圧の変化量 ΔV_{AHE} を示す。交流磁場周波数 f_{rf} の増加に伴い高磁場側にシフトする複数のディップが確認できる。高磁場側のディップ (Fig. 1 の \blacktriangledown) は一様モード ($m=1$)、低磁場側のディップ (Fig. 1 の \triangleleft) は高次のモード ($m=2$) によるものである。Fig. 2 に AHE-FMR 測定より得られた共鳴磁場 H_r と MAS 測定より得られた反転磁場 H_{sw} を交流磁場周波数 f_r の関数として示す。図中の H_{sw} のエラーバーは反転磁場の分散を表している。 H_{sw} はアシスト効果により f_{rf} の増加に伴い単調に減少し $f_{rf} = 3 \sim 10$ GHz の範囲で最大 0.8 kOe の H_{sw} の低減が確認できた。これは過去に Co/Pt ナノドットで報告された結果³⁾ に比べ小さな H_{sw} 減少であり、またブロードな MAS 挙動となっている。この原因としてはドット間距離が狭いことによる粒子間相互作用の影響が考えられる。 H_r は $m=1, 2$ いずれのモードも f_{rf} に対して線形な変化を示しており、今回得られた MAS 効果は $m=1$ の一様モードの点線におおよそ対応する結果が得られた。

参考文献

- 1) M. Furuta *et al.*, *J. Appl. Phys.* **115**, 133914 (2014).
- 2) N. Kikuchi *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **105**, 242405 (2014).

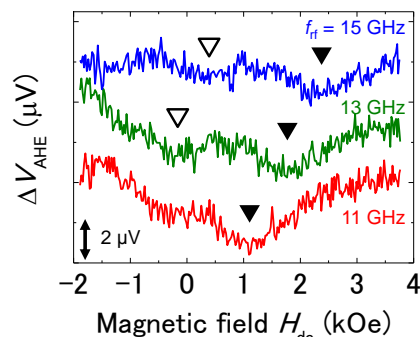


Fig. 1 AHE voltage change ΔV_{AHE} as a function of dc field H_{dc}

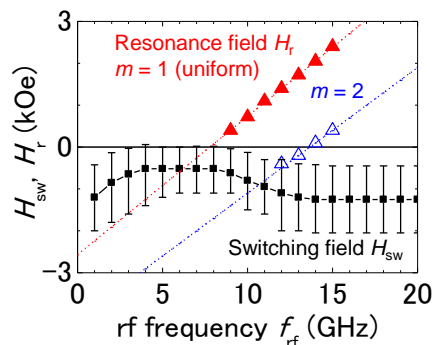


Fig. 2 Resonance field H_r and switching field H_{sw} as a function of rf frequency f_{rf} .

Switching probability analysis on epitaxial Co/Pt multilayer single nanodots

B. Lao, S. Okamoto, N. Kikuchi, and O. Kitakami

(Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University)

Magnetization switching is a fundamental function of various magnetic devices, such as magnetic recording, spintronics, permanent magnets, and so on. Thus understanding the magnetization switching behavior in a single small magnetic particle is essentially important to develop the high performance magnetic devices. The underlying physics of magnetization switching has been discussed through various experiments and simulations in Co/Pd and Co/Pt multilayers [1-3], which are important materials for practical applications due to their tunable perpendicular magnetic anisotropy. Through these large number efforts, it has been widely accepted that a nucleation of a reversed domain with a dimension of domain wall width initiates the magnetization reversal of the dot. These previous experiments, however, were carried out in polycrystalline samples, many of intrinsic switching properties would be hidden behind some distributions of magnetic and geometric properties. In this study, we have investigated the magnetization switching behavior in a series of single nanodots of epitaxially grown Co/Pt multilayer.

The film structure is Sapphire(001)/Pt 20/[Co 0.8/Pt 0.5]₄/Pt 1.5 (in nm). All deposition processes are performed at room temperature after substrate annealing at 800 °C for 1 h. The epitaxial growth of Co/Pt film with fcc (111) structure is well confirmed by x-ray diffraction measurements. The Co/Pt film is patterned into single nanodots with diameters d varying from 120 nm to 1.6 μm by using electron beam lithography and Ar ion etching. Subsequently, the Pt underlayer is patterned into a cross-shaped electrode for anomalous Hall effect (AHE) measurements. An example of scanning electron microscope (SEM) image of a Co/Pt dot of $d = 200$ nm is shown in Fig. 1. The magnetization switching of the dots is detected by an AHE curve under a vertical dc field H_{dc} from an electromagnet.

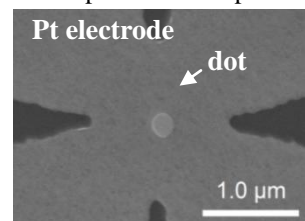


Fig.1. SEM image of a single dot with $d = 200$ nm with a Pt electrode.

Magnetization curves of the single Co/Pt dots exhibit a rectangular shape, and show a Stoner-Wohlfarth like angular dependence of coercivity, which suggesting a nucleation reversal mechanism in the dots with bi-stability magnetized states. To analyze the switching process, switching probability P_{sw} of the dot is evaluated by repetition of magnetization curve measurements. The P_{sw} plotted as a function of H_{dc} is well fitted by the Néel-Arrhenius law $P_{sw} = 1 - \exp\{-tf_0 \exp[-E_b/k_B T]\}$. The behaviors of P_{sw} changes drastically below and above $d = 400$ nm, indicating the change of energy barrier E_b . The fitting analysis on the P_{sw} by assuming a simple energy barrier function of $E_b = E_0(1 - H_{dc}/H_0)^n$ gives the intrinsic switching field H_0 and energy barrier height $E_0/k_B T$, as shown in Fig. 2. Note that these two parameters exhibit dramatic change at $d \sim 400$ nm, strongly indicating the change of reversal mechanism. For $d < 400$ nm, the value of E_0 can be well explained by the single barrier of reversed embryo. On the other hand, $d > 400$ nm, the evaluated value of E_0 by assuming simple energy barrier function is hard to be explained, suggesting the somewhat complicated reversal mechanism, such as multi-barrier.

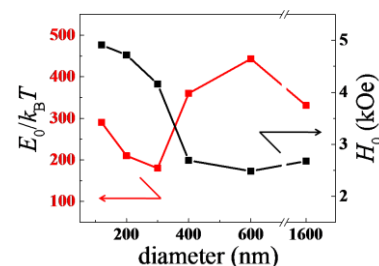


Fig.2. $E_0/k_B T$ (black circle) and H_0 (red square) as functions of dot diameter d .

Reference

- 1) J. W. Lau, X. Liu, R. C. Boling, and J. M. Shaw, Phys. Rev. B, **84**, 214427 (2011).
- 2) N. Kikuchi, S. Okamoto, and O. Kitakami, J. Appl. Phys. **109**, 07B904 (2011).
- 3) M. Delalande, J. de Vries, L. Abelmann, and J. C. Lodder, J. Magn. Magn. Mater., **324**, 1277-1280 (2012).

強磁性細線アレイにおけるスピン波励起と検出

葛西伸哉¹、塚原宙²、平山重之^{1,3}、三谷誠司^{1,3}、三俣千春¹、小野寛太²
(物材機構¹、高エネ研²、筑波大院数理³)

Spin wave coupling in ferromagnetic wire arrays

S. Kasai¹, H. Tsukahara², S. Hirayama^{1,3}, S. Mitani^{1,3}, C. Mitsumata¹, and K. Ono²
(NIMS¹, KEK², University of Tsukuba³)

はじめに

近年、スピントロニクス分野では、純スピン流を用いた磁化ダイナミクスの励起と制御が注目を集めている。中でもスピンホール効果は高効率に純スピン流を生成することができるため、現在精力的に研究が行われている^{1,2)}。本研究では特異なスピン波バンド構造を有するアンチドット格子におけるスピン流誘起ダイナミクスに注目をした。強磁性細線アレイから構成されるアンチドット構造は、細線および交点から構成される振動子の結合系としてとらえることができるため、スピン波相互作用を調べるうえで良いモデル系となることが期待される。

実験方法

試料はRFスパッタ方で成膜した Permalloy/Pt 二層膜を、電子線リソグラフィーおよび Ar イオンミリング法を用いることで作製した。図1に典型的な試料のSEM像を示す。線幅は100 nm、格子の周期は500 nmである。高周波電流を試料に印加することによって、交流磁場およびスピン流を生成し、異方性磁気抵抗効果を用いたホモダイン検波によって、スピン波の検出を行った。また周期的境界条件を課した Landau-Lifschitz-Gilbert 方程式を数値的に解くことによって、スピン波ダイナミクスの詳細について検討を行った。

結果

図2に $\theta=60-90^\circ$ におけるスペクトルを示す。 $\theta=90^\circ$ では単一の共鳴ピークが観測されているのに対して、 $\theta=60-80^\circ$ では二つのピークに分裂する様子が明瞭に観測されている。これは、図中 a 方向の細線と、b 方向の細線で有効磁場の大きさが異なるためである。一方、低磁場側に現れるピークの強度は高磁場側に現れるピークの強度よりも大きい。マイクロマグネティクス計算によれば、 $\theta=90^\circ$ の場合には交点部分の磁化が動かないのに対して、 $\theta=80^\circ$ の場合には、交点部分に磁化の運動が誘起されている。言い換えれば、外部磁場の方向によって、交点を介したスピン波相互作用の強度が制御可能であることを表している。

参考文献

- 1) V. E. Demidov *et al.*, Nat. Mater.11, 1028 (2012)
- 2) S. Kasai *et al.*, Appl. Phys. Lett. 104, 092408 (2014)

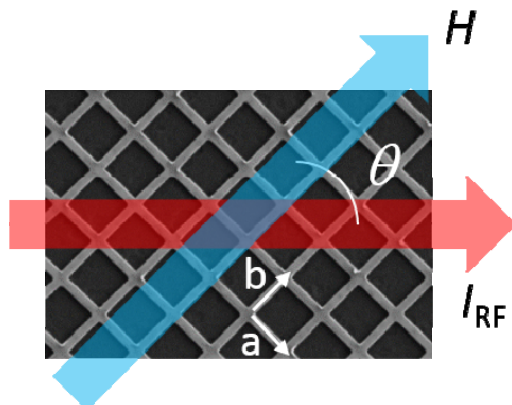


Fig. 1 SEM image of a sample.

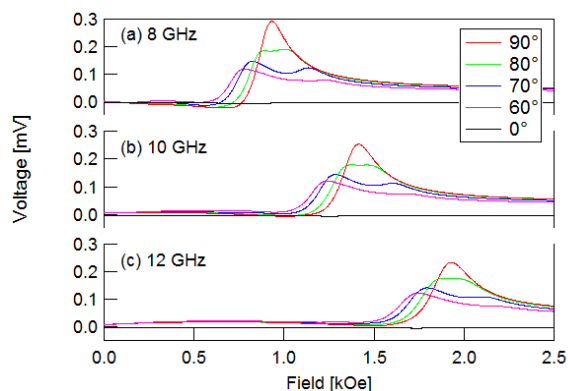


Fig. 2 ST-FMR spectrum under various conditions.

Pt(2nm)/GdFeCo(100nm)二層膜における電流駆動磁壁移動

黒川雄一郎、川本将也、栗野博之)
(豊田工業大学)

Current induced domain wall motion in Pt(2nm)/GdFeCo(100nm) bilayer magnetic wires
Yuichiro Kurokawa, Masaya Kawamoto and Hiroyuki Awano
(Toyota Technological Institute)

序論

電流による磁壁の駆動は、レーストラックメモリをはじめとした新規な磁気メモリや論理素子への応用が期待されるスピントロニクス新しい研究分野である。これまでの研究で、我々のグループでは磁気光学記録媒体などに用いられる TbFeCo では磁壁を駆動するための臨界電流密度が $5.8 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ という小さな値になることを発見した。GdFeCo は TbFeCo と同じく磁気光学記録媒体に用いられる希土類磁性材料である。今回の研究ではこの GdFeCo を用いて電流駆動磁壁移動を観察した。

実験方法

試料の成膜はスパッタリング装置を用いて行った。GdFeCo を 100nm 成膜後に試料の酸化を防ぐために 2nm の Pt 層を GdFeCo 上に堆積した。試料の細線への加工は電子ビームリソグラフィとリフトオフ法を用いて行った。加工した細線の幅は 1.5 μm で、長さは 20 μm である。この細線に 20ns のパルス幅を持つパルス電流を印加することで電流駆動磁壁移動を観察した。電流駆動磁壁移動はカー効果顕微鏡を用いて観察した。

実験結果

Fig. 1 に Pt/GdFeCo 磁性細線の電流密度に対する磁壁速度を示した。図によると Pt/GdFeCo 磁性細線の臨界電流密度は $1.16 \pm 0.04 \times 10^{11} \text{ A/m}^2$ 程度である。また、電流密度 $J = 1.55 \times 10^{11} \text{ A/m}^2$ 程度で磁壁速度 $v = 36 \text{ m/s}$ に到達することが分かった。さらに、磁壁は電流によって、電流方向に駆動されることも分かった。通常の電流駆動磁壁移動では、伝導電子のスピ角運動量の受け渡しによって磁壁を駆動するので、磁壁は電流とは逆方向、電子の移動方向と同じ方向に移動する。一方、最近の研究ではスピン軌道相互作用の大きい重金属と磁性体の界面ではスピンホール効果とジャロシンスキー・守谷相互作用の発現によって電流方向に磁壁が移動することが示されている。しかしながら、これらの効果は界面で発現するため、長距離の相関を持たず厚い細線では発現しないと考えられる。実際に、Ueda らによると、Pt[Co/Ni]_n 多層膜の場合、その膜厚が増していくと界面の影響が小さくなり、6.6nm 以上の Co/Ni 膜厚では磁壁が電流方向とは逆に駆動することが示されている。¹⁾ 今回の研究では、我々は 100 nm という、非常に厚い GdFeCo 磁性膜を用いている。このことから、今回の我々の結果は、GdFeCo 磁性細線中ではスピンホール効果やジャロシンスキー・守谷相互作用といった界面における相互作用が従来の磁性細線に比べ界面から十分に長い距離であっても維持されることを示していると考えられる。

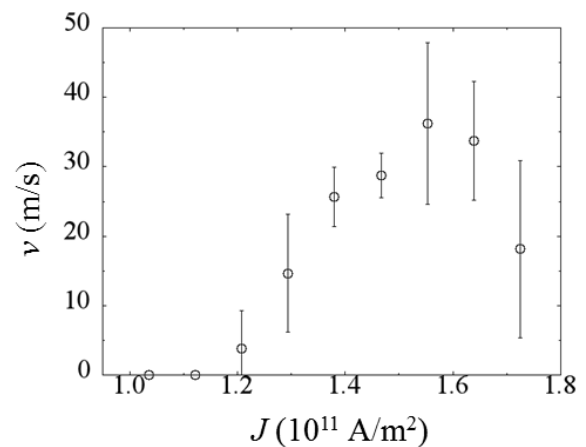


Fig. 1 GdFeCo 磁性細線における磁壁速度 v と電流密度 J との関係

参考文献

- 1) K. Ueda, K. J. Kim, Y. Yoshimura, R. Hiramatsu, D. Chiba, H. Tanigawa, T. Suzuki, E. Kariyada and T. Ono, Appl. Phys. Express **7**, 053006 (2014)

[Co/Pd]磁性細線への磁区形成における軟磁性下地層の効果

奥田 光伸^{1,2}、宮本 泰敬¹、川那 真弓¹、宮下 英一¹、斎藤 信雄¹、林 直人¹、中川 茂樹²
 (¹NHK 放送技術研究所、²東京工業大学大学院)

Effect of Soft Underlayer on Formation of Magnetic Domains in [Co/Pd] Nanowire

M. Okuda^{1,2}, Y. Miyamoto¹, M. Kawana¹, E. Miyashita¹, N. Saito¹, N. Hayashi¹ and S. Nakagawa²
 (¹NHK, ²Tokyo Institute of Technology)

はじめに

近年、磁性細線における磁壁の電流駆動に関する研究¹⁾に注目が集まり、レーストラックメモリ²⁾に代表される新しい原理のメモリが提案されている。とりわけ磁性細線を並列に複数配置し、それらの磁区を電流印加によって同期駆動できれば、並列アクセスによる超高速磁気記録デバイスを実現することが期待される³⁾。そこで我々は、[Co/Pd]垂直磁化磁性細線中の磁区をパルス電流により高速駆動させる新しい記録デバイスの基礎研究を進めている。HDD用磁気ヘッドに内在するTMR型再生ヘッド部を、2次元コンタクトスキャンすることによって試料の表面磁化状態を観察するnano-MDS (Magnetic Domain Scope for wide area with nano order resolution)⁴⁾法を用いて、同じく内在する記録ヘッド部によって磁性細線中に磁区を形成した後、パルス電流印加によりその磁区を駆動し、再生ヘッド部によりその変異を検出することに既に成功している。しかしながら再生ヘッドによる駆動磁区の検出感度は非常に高いものの、記録ヘッドによる磁区形成が安定して実現できていないため、記録ロスを生じる問題があった。今回、ハードディスク媒体と同様に[Co/Pd]層の下部に軟磁性下地層(SUL)を導入し、その磁路安定効果と記録効率の向上について検証したので報告する。

実験方法

イオンビームスパッタ法および電子線リソグラフィにより、それぞれ(a)SULなし、(b)Ni₈₁Fe₁₉ SUL(30 nm)、(c)Ni₇₉Fe₁₆Mo₅ SUL(30 nm)、の上に[Co/Pd]垂直磁化多層膜を表面熱酸化Si基板上に30 nm堆積して磁性細線を作製した。細線幅は150 nm、細線長は20 μmとした。nano-MDSの記録ヘッド部により、下向き磁界を印加しながら磁性細線表面を走査してその磁化方向をすべて下向きにそろえて初期化した後、記録ヘッドを細線上の任意点で固定して上向き磁界を印加し、その記録磁区構造の変化を再生ヘッド部によって観察した。

実験結果

Fig.1は(a)、(b)、(c)、それぞれのSUL条件において、[Co/Pd]磁性細線と記録ヘッドの細線幅方向の相対位置に対する、安定した磁区形成に必要な臨界記録ヘッド電流の関係を示したものである。磁性細線の中心ではすべての細線において、ほぼ同じヘッド電流で磁区を形成することができているが、SULがない細線では記録ヘッドが中心から離れると磁区を形成するために大きな電流を必要とすることがわかった。このことから、SULを設けることにより、記録ヘッドからの磁束が細線中に集中する磁路が形成され、磁性細線端部においても安定に磁区を形成しやすくなるものと考えられる。講演では、SUL磁性膜の材料組成と形状の変化に対して、臨界記録ヘッド電流の変化や記録した磁区の電流駆動の挙動について報告する。

参考文献

- 1) H. Tanigawa *et al.*: *Appl. Phys. Express*, **2**, 053002 (2009).
- 2) S. S. P. Parkin *et al.*: *Science*, **320**, 190 (2008).
- 3) 宮本他: 映像情報メディア学会誌, **68**, (1), J34 (2014).
- 4) 近松他: 日本磁気学会会報まぐね, **6**, (6), 357 (2011).

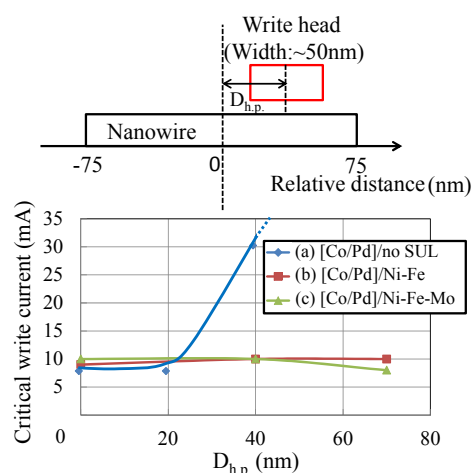


Fig.1 Relative distance between the center of nanowire and write-head dependence of critical current for writing magnetic domains.

反応性 MBE 法によるエピタキシャル $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ 薄膜の作製

荒木真人、*柳瀬隆、*島田敏宏、*長浜太郎
(北大院総化、*北大工)

Fabrication of epitaxial $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ thin films by reactive Molecular Beam Epitaxy method

M.Araki, T.Yanase, T.Shimada, T.Nagahama

(Hokkaido Univ. of Graduate school of Chemical Sciences and Engineering,

*Faculty of Engineering, Hokkaido University)

はじめに

スピネルフェライト (MFe_2O_4 : M = Fe, Co, Ni, Sn, etc) はハーフメタル性、スピフィルター効果、高いキュリー点などから室温動作可能な素子の材料としてスピントロニクス分野において高い関心を集めている[1]。なかでもエピタキシャル SnFe_2O_4 薄膜の作製報告は少なく[2]、電気特性および磁気特性に関する詳細な報告はない。そこで本研究では反応性分子線エピタキシー法によって $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ を作製し、表面構造及び磁気ヒステリシスの観測を行った。

実験方法

$\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ は反応性分子線エピタキシー法によって作製した (ベースプレッシャー: $\sim 10^{-8}$ Pa)。基板は $\text{MgO}(100)$ を用い、チャンバー内において 800°C でアニール後、 400°C でバッファー層として $\text{MgO}(20\text{ nm})$ を蒸着した。 $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ (30 nm) の作製は基板温度 300°C で O ラジカル雰囲気下 (4×10^{-4} Pa) において Fe, Sn の同時二元蒸着によって行った。蒸着レートは 0.3 \AA/s である。その後、基板温度 300°C 、 O_2 雰囲気下 (4×10^{-4} Pa) でアニール処理を行った。最上層にはキャップ層としてアモルファス Al_2O_3 を室温で 2 nm 蒸着している。また、比較のために同様の手順で Fe_3O_4 の作製も行った。ただし、 Fe_3O_4 は O_2 雰囲気下で蒸着を行っている。

実験結果

図 1 に作製した $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ の RHEED 像を示す。エピタキシャル成長が確認され、 MgO の回折パターンに対して 2 倍周期の回折パターンが表れており、これはスピネル型物質に特徴的である。AFM による評価から平均面粗さは 0.30 nm と平坦性の高いことが分かった。XPS による評価から組成は $x = 0.6$ である。Van der Pauw 法によって電気抵抗率の測定を行った。作製した $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ と Fe_3O_4 の電気抵抗率それぞれは $2.80 \times 10^{-2} \Omega\text{ cm}$ 、 $6.75 \times 10^{-3} \Omega\text{ cm}$ となった。 SnFe_2O_4 は正スピネル型構造であり、Sn を含むことで Fe_3O_4 と比較して B サイト中 Fe イオンの $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ の比が小さくなり抵抗率が增大したことが予想される。磁気特性評価のため磁気光学カー効果 (MOKE) により磁気ヒステリシスの観測を行った (図 2)。Sn の添加により飽和磁場が増大し、角形性の低下が観測された。



図 1. $\text{MgO}(100)$ 上の $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ エピタキシャル膜の $[100]$ 方向の RHEED 像

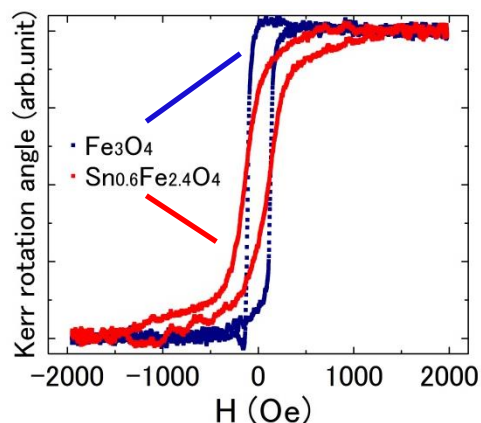


図 2. Fe_3O_4 と $\text{Sn}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ の MOKE 測定結果 ($\pm 2000\text{ Oe}$)

参考文献

- 1) T. Nagahama, *et al* Appl. Phys. Lett. 105, 102410 (2014).
- 2) R. K. Gupta, *et al* Front. Mater. 1, 10 (2014)

エピタキシャル $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AlO}_x/\text{Fe}$ トンネル接合の伝導特性評価

佐々木駿, 長浜太郎*, 島田敏宏*

(北大院総合化学院、*北大院工学研究院)

Evaluating transport property of epitaxial $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AlO}_x/\text{Fe}$ tunnel junctions

S. Sasaki, T. Nagahama*, T. Shimada*

(Hokkaido Univ. of Graduate School of Chemical Sciences and Engineering,

Hokkaido Univ. of Graduate Faculty of Engineering*)

はじめに

Fe_3O_4 はフェルミ面近傍において 100%のスピンの分極率を示すハーフメタルという性質を持つと予測されており^[1]、また T_c が 860 K と高いため、トンネル接合の電極材料として期待されている。負のスピンの分極率を持つことから、 Fe_3O_4 を用いたトンネル接合では巨大な負の TMR 効果が得られると考えられているが、ハーフメタルとして期待されているほどの大きな TMR 比は得られていない^[2]。また、正の TMR 比が得られたとする報告もある。そこで本研究では、 Fe_3O_4 を用いたトンネル接合を作製し、ハーフメタル性を持つとされる Fe_3O_4 のトンネル伝導機構を明らかにすることを目的としている。

実験方法

本研究では到達真空度 $1.0 \times 10^{-7} \text{Pa}$ の超高真空中で反応性 MBE 法を用いて製膜を行った。作製した接合の構造は $\text{MgO}(110)$ 基板/ $\text{MgO}/\text{NiO}/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{AlO}_x/\text{Fe}/\text{Au}$ とした。基板上の MgO 層はバッファー層であり、 NiO 層は Fe_3O_4 層への Mg 拡散防止の役割を果たしている。製膜後の結晶性の確認には RHEED を用いた。また、磁気伝導特性の評価をするためにフォトリソグラフィ、イオンミリング、スパッタを用いて多層膜に微細加工を施し、I-V 測定および磁気抵抗効果の測定を行った。

実験結果

Fe_3O_4 層は 300°C で反応性蒸着後、 $600^\circ\text{C} \cdot \text{O}_2$ 雰囲気中で 30 分間アニールを行った。RHEED は良好なストリークを示し、平坦性の高い膜が得られた。また、 AlO_x 層は O_2 雰囲気中に室温で蒸着を行い、その後 150°C で 30 分間アニール処理を施した。この多層膜を微細加工して得られた $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の素子の I-V 特性は非線形の形状を示し、トンネル電流が確認された (Fig.1)。室温での磁気伝導特性の測定結果からはおよそ -5% の TMR 比が得られた (Fig.2)。

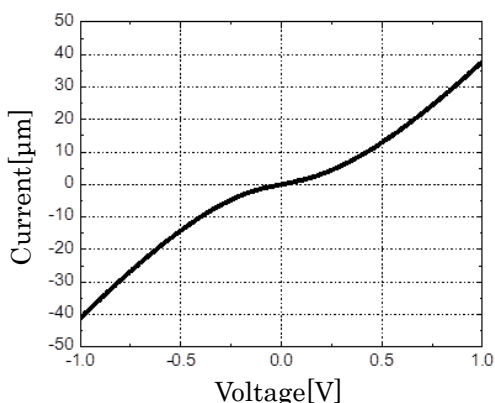


Fig.1 I-V measurements for Fe_3O_4 MTJs

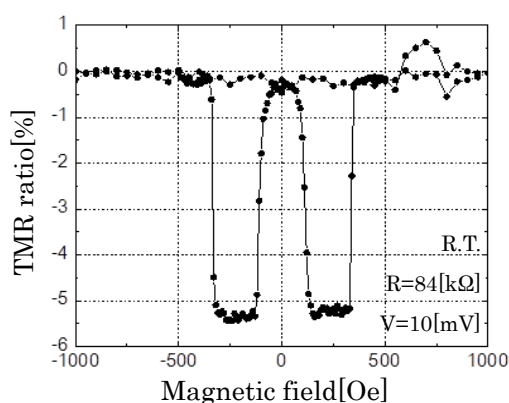


Fig.2 TMR observed for Fe_3O_4 MTJs

参考文献

1. A. Yanase and K. Siratori, *J. Phys. Soc. Jpn.* **53** (1984) 312.
2. T. Nagahama, Y. Matsuda, K. Tate, T. Kawai, N. Takahashi, S. Hiratani, Y. Watanabe, T. Yanase, and T. Shimada, *Appl. Phys. Lett.* **105** (2014) 102410

MBE 法を用いた LiTi_2O_4 エピタキシャル薄膜

及びスピフィルター接合の作製

高城拓也、*長浜太郎、*島田敏宏

(北海道大学大学院総合化学院、*北海道大学工学研究院)

Fabrication of LiTi_2O_4 epitaxial films and spin-filter junctions by MBE

T.Takagi, *T.Nagahama, *T.Shimada

(Grad. Sch. of Che. and Eng., Hokkaido Univ. *Grad. Sch. of Eng., Hokkaido Univ.)

【Introduction】

In recent electrical device industry, spintronics is a crucial technique which develops the memory technology from volatile to non-volatile. In the research field, high functional materials are required to realize novel spintronic devices. For example, Fe_3O_4 are predicted as half metal, that have 100% of spin polarization, and CoFe_2O_4 is expected to be spin filter tunnel barrier. These oxides have spinel structure, so that spinel oxides are considered to be important materials. From the viewpoints of the epitaxial growth, the conductive spinel materials are suitable as the electrodes, although Pt has been used as the electrode in the spinel spintronic devices. If the materials with spinel structure are used as the electrodes, significant improvement in the magnetotransport properties is expected. LiTi_2O_4 are reported as an electrically conductive oxide with a spinel structure. Recently, Chopdekar et al. ¹⁾ and Kumatani et al. ²⁾ succeeded in the fabrication of the epitaxial LiTi_2O_4 thin films by PLD method. In this study, we fabricated high-quality LiTi_2O_4 epitaxial films and spin-filter junctions by molecular beam epitaxy (MBE) and examined transport properties.

【Experiments】

Films were fabricated by an MBE system. The first sample structures were $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)/\text{LiTi}_2\text{O}_4$. LiTi_2O_4 thin films were formed by reactive deposition at 300°C in an O_2 atmosphere, and then were annealed for 30 minutes in vacuum. The second sample structures were $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)/\text{LiTi}_2\text{O}_4/\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Au}$ spin-filter tunnel junctions. CoFe_2O_4 layer were formed on LiTi_2O_4 thin films by reactive deposition at 300°C in an O_2 atmosphere. Al_2O_3 layer were deposited at R.T. in an O_2 atmosphere. Co and Au layer were deposited at R.T. in Vacuum. Partial pressure of O_2 was 4.0×10^{-4} Pa. The epitaxial growth and the surface structure were observed by RHEED and AFM.

【Results】

Fig.1 shows the RHEED pattern of LiTi_2O_4 grown on $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ at 300°C and annealed at 700°C . The clear streak pattern was observed. From the AFM measurements, the surface roughness Ra was estimated at 0.23 nm. These results indicated that LiTi_2O_4 was flat epitaxial film. Fig. 2 shows MOKE hysteresis loop of $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)/\text{LiTi}_2\text{O}_4/\text{CoFe}_2\text{O}_4$. This figure indicated that CoFe_2O_4 on LiTi_2O_4 thin films shows good magnetic property. On the presentation, we will discuss about the tunneling properties.

【References】

- 1) R.V. Chopdekar et al, Physica C 469 1885-1891 (2009)
- 2) A. Kumatani et al, Appl. Phys. Lett. 101, 123103 (2012)

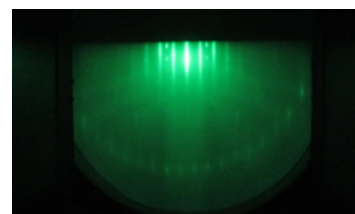


Fig.1 RHEED pattern of LiTi_2O_4 (60nm)

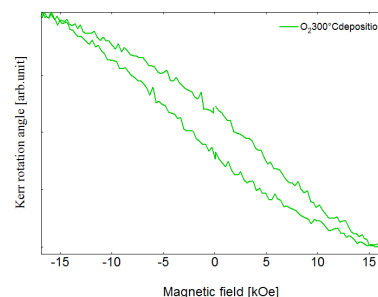


Fig.2 MOKE hysteresis loop of CoFe_2O_4 (10nm) on LiTi_2O_4 thin film.

PLD 法で作製したエピタキシャル成長フェライト薄膜の

結晶化に及ぼす製膜時の磁場印加の影響

熊坂航、*篠崎和夫、坂元尚紀、鈴木久男、脇谷尚樹

(静岡大、*東工大)

Effect of applying magnetic field during deposition on crystallization of epitaxial ferrite thin film by PLD

Kumasaka Wataru, *Shinozaki Kazuo, Sakamoto Naonori, Suzuki Hisao, Wakiya Naoki

(Shizuoka Univ, *Tokyo Tech)

はじめに

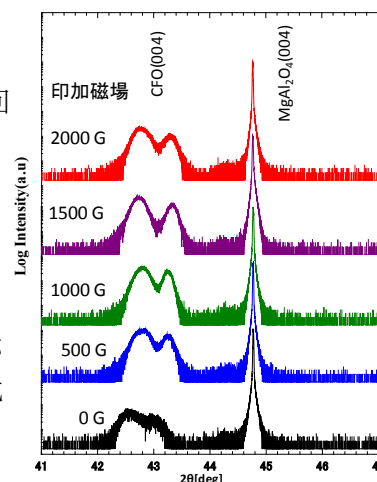
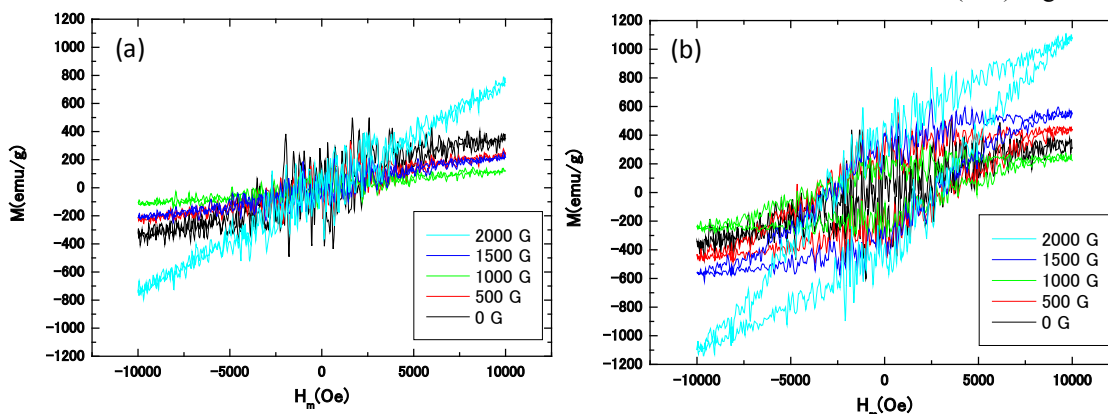
我々は成膜中に磁場を印加した PLD 法(ダイナミックオーロラ PLD 法)を用いることにより、フェライト薄膜の磁化の増加^[1]や、フェリ磁性を示す ZnFe_2O_4 薄膜の作製成功してきた^[2]。これは、磁場の印加によりプラーム中の電子と陽イオンの再結合が抑制され、高い運動エネルギーを有する陽イオンが基板に衝突することにより非平衡性が高まるためであると考えている。本研究の目的はスピノーダル分解を示す $\text{CoFe}_2\text{O}_4\text{-Fe}_3\text{O}_4$ の薄膜をダイナミックオーロラ PLD 法で作製した際に磁場が薄膜の結晶構造と磁気特性に与える影響を明らかにすることにある。

実験方法

CFO($\text{Co}_{1.7}\text{Fe}_{1.3}\text{O}_4$)薄膜は成膜時に 0~2000 G の磁場を印加し、 $\text{MgAl}_2\text{O}_4(001)$ 基板上に作製した。薄膜の結晶構造は高分解能 X 線回折(ATX-G)によって解析した。薄膜の組成と膜厚は同条件で $\text{Si}(001)$ 基板上に成膜した薄膜の蛍光 X 線分析(XRF)によって求めた。磁気特性は VSM により評価した。

実験結果

Figure 1 に XRD 測定結果($2\theta/\omega$ スキャン)を示す。これから、成膜時の磁場の印加は薄膜の結晶性とピーク分離を向上させることが明らかになった。また、成膜時に印加する磁場を大きくすると磁化が増加することも示された (Fig. 2)。微構造との関係は現在検討中である。

[1] T. Kubo, N. Wakiya et al. *J. Mat. Sci. Eng.*, **485** (2011) 221.[2] N. Wakiya et al. *J. Magn. Magn. Mater.*, **310** (2007) 2546.Fig.1. XRD patterns of CFO thin film on (001) MgAl_2O_4 .Fig. 2 (a) Parallel and (b) perpendicular hysteresis loops of CFO thin film on (001) MgAl_2O_4

Epitaxial growth of cobalt ferrite (111) thin films on sapphire (0001) substrate using RF sputtering

Ritesh Patel, Yuki Hisamatsu, Takeshi Tainosho, Sonia Sharmin, Hideto Yanagihara and Eiji Kita
(Institute of Applied Physics, University of Tsukuba)

A previous report showed that the cobalt ferrite (CFO) (111) thin films grown by different methods present difficulties with regard to thin films quality and magnetic properties [1, 2]. This suggests that the magnetic properties of the CFO(111) films are dependent on film thickness and deposition parameters. In this study, we report the magnetic properties of CFO(111) thin films grown on α -Al₂O₃(0001) at different deposition temperatures. The purpose of this research is to understand the optimum temperature conditions for growth of better quality CFO(111) thin films.

Epitaxial thin films of Co_xFe_{3-x}O₄ (CFO) (111) were grown on single crystal α -Al₂O₃(0001) substrates using RF sputtering. A metallic alloy target of CoFe (Co: Fe=1:3) was used, for reactive sputtering. The total pressure of Ar and O₂ gas inside the sputtering chamber was maintained at 0.5 Pa. These substrates were annealed at growth temperature for one hour under vacuum prior to deposition. The films were deposited at various substrate temperatures (T_s) of 300°C, 400°C, 500°C, 550°C, and 600°C.

The RHEED pattern was ascertained before and after the experiment to observe the structural growth of the films. RHEED measurements show a spotty pattern at low temperatures but a streaky pattern at higher temperatures. X-ray reflectometry suggested that film thickness was about 50 nm. In the magnetic hysteresis loops presented in Figure 1(a) out-of-plane saturation magnetization increased with the increase of T_s and reached to 381 emu/cm³ as $T_s = 600$ °C. Figure 1(b) shows that the saturation magnetization is larger at a higher growth temperature, close to the bulk value of CFO. This suggests that single crystalline thin films may develop at higher temperatures.

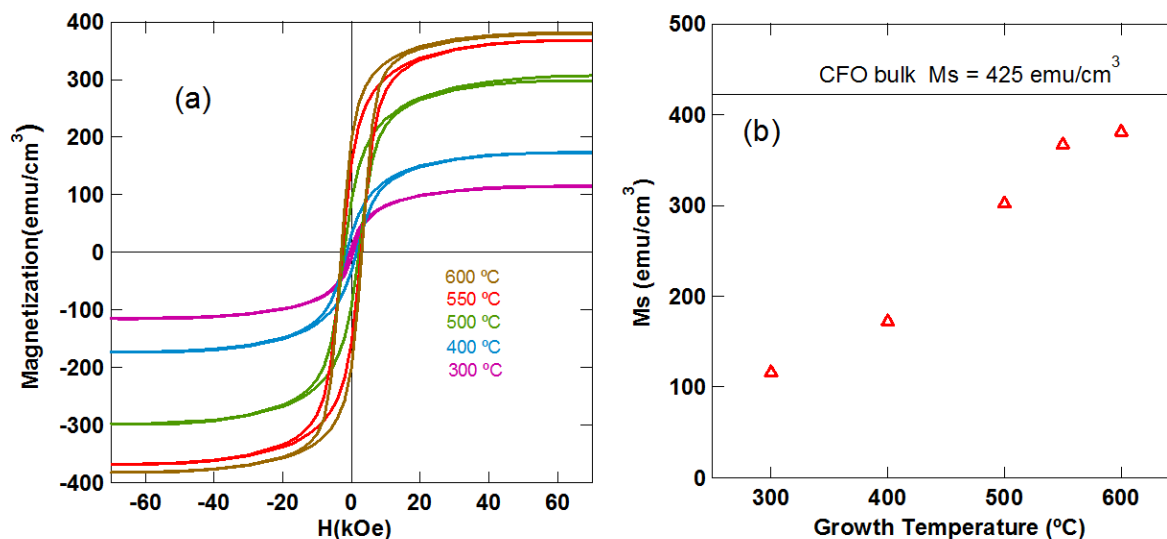


Fig. 1(a) M-H loops of CFO (111) thin films grown at different temperature. , (b) Saturation magnetization (out of plane) vs. Growth temperature of CFO (111) thin films

Reference

- 1) H. Yanagihara *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **109** (2011) 07C122.
- 2) C.-W.Cho *et al.*, *J. Magn. Magn. Mater.*, **368** (2014) 149–154.

反磁界分布制御による磁性薄膜磁気センサの 小型・高感度化に関する検討

大江 駿, 菊池 弘昭, 植竹宏明, 藪上 信, 中居 倫夫, 栢 修一郎, 石山 和志
(岩手大学, 東北学院大学, 宮城県産業技術総合センター, 東北大学)

Miniaturization of thin-film based magnetic field sensor with high sensitivity
by controlling distribution of demagnetizing

S. Oe, H. Kikuchi, H. Uetake, S. Yabukami, T. Nakai, S. Hashi, K. Ishiyama
(Iwate Univ., Tohoku-Gakuin Univ., ITIM, Tohoku Univ.)

1. 緒言

磁性体に直接高周波電流を通電し外部磁場に対するインピーダンス変化を利用した磁気インピーダンスセンサはMIセンサとも呼ばれ、高感度磁界センサとして用いられている。このセンサは外部磁界を印加した際の透磁率の変化が感度に大きく影響し、素子を小型化する場合、反磁界の低減が課題の一つである。MIセンサ素子の形状は矩形状のものが多く、その場合反磁界には分布が存在し(素子端部で強く、中央部で弱い)、センサ感度を低減することがわかっている⁽¹⁾。本研究ではこの問題を改善するために反磁界分布が均一になると期待できる楕円状センサ素子を作製し、矩形状センサ素子との比較を行った。

2. 実験方法

素子には $\text{Co}_{85}\text{Nb}_{12}\text{Zr}_3$ アモルファス薄膜を用い、フォトリソグラフィとスパッタリングにより成膜・加工した。作製素子の形状は矩形、楕円共に幅 50, 40, 30, 20, 10, 5 μm 、長さ 1 mm、厚さ 2 μm とした。素子の幅方向が磁化容易軸となるように磁界中熱処理により一軸異方性を付与した。インピーダンスの測定は素子中央部の 0.5 mm の範囲を用い、ネットワークアナライザにより行った。入力電力は -10 dBm、周波数は 100 MHz とした。測定時にはヘルムホルツコイルにより素子長手方向に磁界を印加した。

3. 実験結果

Fig. 1には矩形状と楕円状素子(幅 50 μm)の外観写真を示す。素子部は 1 mm 長であるが、センシング部分(通電箇所)は 0.5 mm とした。Fig. 2 は Fig. 1 の素子に -10 dBm, 100 MHz の高周波電流を通電した場合におけるインピーダンスの直流磁界依存性を示した図である。矩形状素子より楕円状素子の方が感度 (dZ/dH 値)、インピーダンス値の変化量ともに大きくなった。Fig. 3 は素子幅を 50 ~ 5 μm まで変化させた場合の ΔZ_{total} の推移を表した図である。 ΔZ_{total} は $Z_m - Z_0$ で定義され、 Z_m はインピーダンスの最大値、 Z_0 は磁界 0 でのインピーダンスを表している。インピーダンスの変化量は素子幅 20 μm までは楕円状素子の方が高く、形状を楕円に変えたことによる改善がみられた。一方、幅 10 μm 以下では矩形状センサ素子の変化が大きい。素子幅を狭くすることにより幅方向の反磁界が大きくなり、楕円状素子の方が容易軸の制御が困難になったことが原因と考える。解析結果についての詳細は会議で報告する。

文献

(1) H. Kikuchi, et al, *Sens. Acua. A*, **230**, pp. 142-149 (2015).

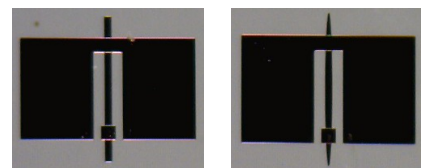


Fig. 1 Rectangle(left) and Ellipsoid(right) sensor elements.

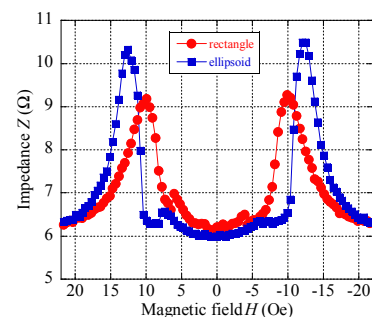


Fig. 2 Field dependence of impedance Z for 50 μm wide elements at 100 MHz, -10dBm.

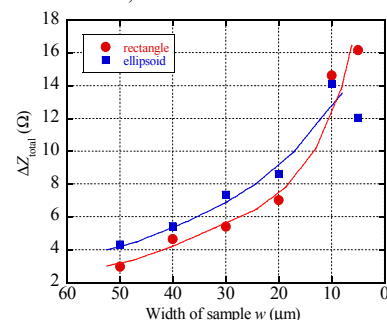


Fig. 3 Width dependence of ΔZ_{total} at 100MHz, -10dBm.

高感度マルチコア MI 素子の開発

下出晃広、濱田典彦、山本道治
(愛知製鋼)

Development of high sensitivity multi core MI element

A. Shimode, N. Hamada, M. Yamamoto
(Aichi Steel Corporation)

はじめに

MI センサは、MI (Magneto-Impedance, 磁気インピーダンス) 効果を利用した小型で高感度、且つ低消費電力の磁気センサであり¹⁾、主に携帯電話やスマートフォン、タブレット向けの電子コンパスとして使用されている。その原理は、アモルファス磁性ワイヤの周りにピックアップコイルを巻き、外部磁場によるインピーダンス変化をピックアップコイルの出力電圧に変換するものである。メッキによるコイル形成方式の MI センサでは、アイチ・マイクロ・インテリジェントによって AMI306 が商品化されている²⁾。その磁気分解能は μT オーダーであるが、さらなる高感度化・低ノイズ化が求められている。一方、高感度に特化した巻線コイル方式の MI センサも商品化されている²⁾。この MI センサにおいては、感磁体であるアモルファス磁性ワイヤを複数本設置したマルチコア型のセンサヘッドにすることにより、感度が飛躍的に向上し、ノイズを低減できることが報告されている³⁾。

本研究では、前述のマルチコア型のセンサヘッドを採用した MI 素子の新設計により、大量生産に適したフォトリソ法とメッキによるコイル形成方式ながら、従来 (AMI306) と比較して飛躍的に高感度化・低ノイズ化に成功した MI 素子の開発とその特性について報告する。

マルチコア MI 素子の設計

感磁体として、回転液中紡糸法で製造されたほぼ零磁歪の CoFeSiB 系アモルファス磁性ワイヤを使用し、その磁気特性は熱処理により調整した。また、MI 素子はフォトリソ法とメッキにより作製した。

MI 素子の高感度化・低ノイズ化のため、反磁界に及ぼすワイヤ長の影響、及び MI センサ特性に及ぼすワイヤの磁気特性、ピックアップコイルのコイルピッチの影響を調査した。さらに、マルチコア型のセンサヘッドにすることでさらなる高感度化・低ノイズ化を図った。

本研究で試作したマルチコア MI 素子の外観を Fig.1 に示す。その素子サイズは、 $1.5\text{mm} \times 1.7\text{mm} \times \text{厚 } 0.5\text{mm}$ である。

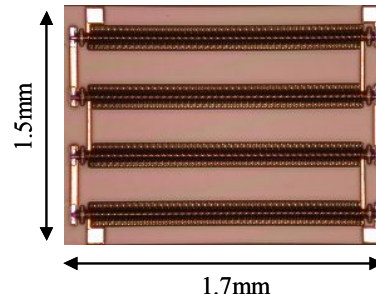


Fig.1 Appearance of developed MI element

マルチコア MI 素子の特性評価

感磁ワイヤに通電させるパルス発生回路、及びピックアップコイルの出力を処理する信号処理回路を MI 素子に組み合わせ、MI センサを構成した。また、MI センサのノイズ密度は、3重磁気シールドボックス内のゼロ磁場雰囲気中で FFT アナライザにて測定した。測定したノイズ密度を Fig.2 に示す。開発したマルチコア MI 素子の周波数 10Hz におけるノイズ密度は、 0.1nT であり、従来品 (AMI306) と比較して約 100 分の 1 となった。

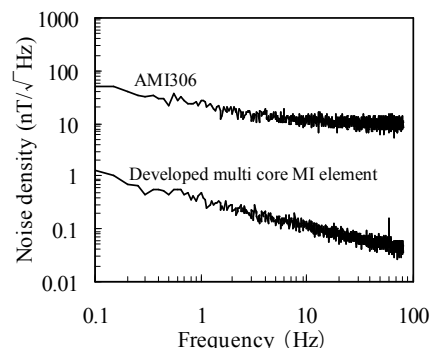


Fig.2 Noise density of developed MI element

参考文献

- 1) L. V. Panina and K. Mohri: Applied Physics Letter, 65(1994), 9, 1189-1191
- 2) AICHI MICRO INTELLIGENT Corporation Web site: <http://www.aichi-mi.com/>
- 3) T. Uchiyama et al, Intermag 2013, DG-05, Chicago, (2013)

アモルファスワイヤを利用した磁界センサの高感度化

宋タンニ, 内山剛, 蔡長梅*, 下出晃広*

(名古屋大学, *愛知製鋼)

High sensitivity magnetic sensor with amorphous wire

D.Song, T.Uchiyama, C.Cai*, A.Shimode*

(Nagoya Univ., * Aichi Steel CORP.)

1. はじめに

アモルファスワイヤの磁気インピーダンス効果を利用した磁界センサ (MI センサ) は、工業用途から生体磁気計測まで、幅広い分野で応用されている。MI センサは、CMOS-IC 回路による高周波パルス電流をワイヤに励磁することにより、ワイヤに巻いたコイルに生じた誘導起電力のピークを検出し、アナログスイッチにより出力する。コイル出力型の MI センサの出力感度は、コイルの巻き数に依存して増加する。現在、生体磁気検出に求められる磁界センサの磁気分解能は pT(ピコテスラ)レベルである。

本研究では、微小磁界の検出に向けて、直径 25 μ m のアモルファスワイヤを利用し、MI センサの出力感度の向上とセンサシステムのノイズを評価することを目的として実験を行った。

2. 直径 25 μ m のアモルファスワイヤの磁気特性

MI 素子の高感度化 (低ノイズ化) に向けて、愛知製鋼 (株) は、ヒステリシスを低下させるため、ワイヤの軟磁気特性を改善した。また、ワイヤの直径 D と長さ L の比 (L/D) が 400 以上での場合、反磁界がほぼゼロとなり、感度を最大限に引き出すことができると考えられる。⁽¹⁾

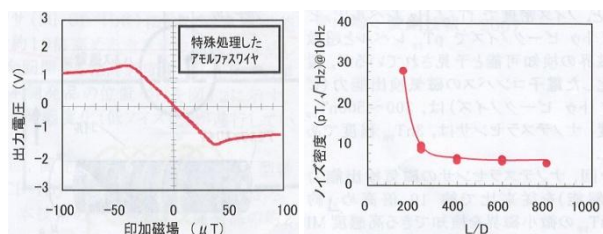


図 1. 直径 25 μ m アモルファスワイヤの磁気特性 (愛知製鋼)

3. 実験方法

MI 素子に印加された外部磁界を変化させ、巻き数の異なるコイルに生じた誘導起電力のピークを出力として測定し、出力電圧と外部磁界の相関よりセンサ感度を算出した。また、コイル巻き数が 800 ターンの場合の出力ノイズ

参考文献

- 1) 高感度 MI センサ “ナノテスラセンサ” の開発, 愛知製鋼
- 2) T. Uchiyama, A. Yamaguchi and Y. Utsumi, Magn, Soc. Jpn., 34,533(2010)

電圧波形を FFT 処理することで出力ノイズの周波数スペクトルを求めた。今回の実験で使用したアモルファスワイヤの長さは 10mm とした。

4. 実験結果

図 2 にコイルの巻き数が 100~800 ターンの時のセンサ感度を示す。実験によって、コイル巻き数が 400 ターン以上での場合、100kV/T の高感度な磁界検出特性が得られることが分かった。図 3 に MI センサの出力ノイズスペクトルを示す。1Hz におけるノイズレベルは 20pT/Hz^{1/2} であり、10Hz~500Hz におけるノイズレベルは 5 pT/Hz^{1/2} 以下であり、以前の我々の報告⁽²⁾ に比べて、有意に減少したことがわかった。

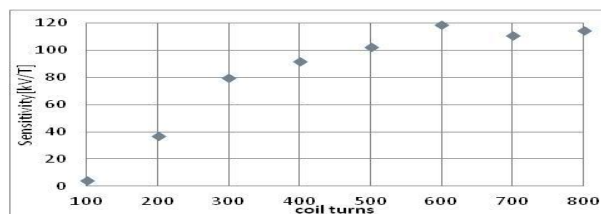


図 2. MI センサ出力感度

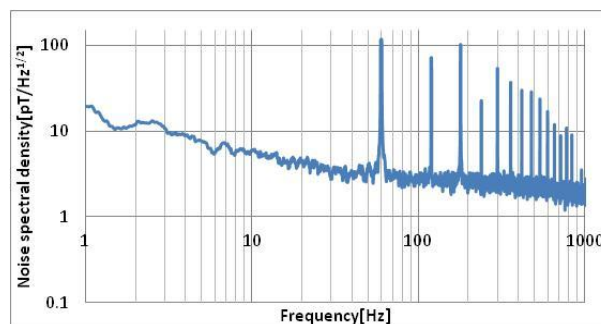


図 3. MI センサの磁気分解能

今後は、微小磁界を検出することに向けて更なる高感度化とシステムノイズの減少を目指し、センサ回路構成を検討する予定である。

集積化を目的とした TAD による磁気インピーダンスセンサ

呉鵬、渡辺高元*、内山剛
(名大、* (株) デンソー)

Magneto-Impedance Sensor Based on TAD for Circuit Integration

P. Wu, T. Watanabe*, and T. Uchiyama,
(Nagoya Univ., *DENSO CORP.)

はじめに

近年、スマートフォンやウェアラブルデバイスを構成するために、センシングシステムは集積化され、より高性能になりつつある。磁気インピーダンスセンサ (MI センサ) は、アモルファスワイヤの磁気インピーダンス効果 (MI 効果) を利用しており、現在集積化された MI センサ (MIIC) が実現されている。最近、我々はピコテスラ (10^{-12}T) オーダーまで測定可能な MI センサを開発し、さらに TAD (Time A/D converter)、FPGA (Field Programmable Gate Array) と組み合わせることによりセンサの高分解能及び低ノイズ化を検討している。現在研究室で試作している高感度 MI センサの駆動回路は CMOS IC、アナログ素子 (抵抗、キャパシタ、バッファおよびスイッチ) により構成されている。この回路は集積化が難しいため、高感度な MI センサの集積化に向けて TAD、FPGA により回路を構成した高分解能 MI センサの開発を目的として、本研究を行った。

実験方法

従来組み込まれていた CMOS インバータ、抵抗、キャパシタを FPGA に置き換え、更に、高利得アナログ増幅回路を TAD に置き換えることにより、サンプルホールド回路を取り除くことで MI センサをデジタル集積回路で構成した。TAD の出力は FPGA 内で信号処理され、パソコン (PC) へデータの送信が行われる。

実験結果

Fig. 1 は MI センサを 500kHz、1MHz、5MHz のクロックで駆動した時のシステムの出力である。外部磁界に対する出力は線形性を得ることができた。5MHz の場合、磁化検出分解能は 22.2pT/LSB で最大となった。

Fig. 2 は 450pT の振幅で 10Hz の正弦磁界を印加した時のパワースペクトル密度から、SN 比を求め、サンプリングホールド回路を含んだシステムと比較したものである。集積化したシステムでは、 10Hz 以下のノイズを低減させることができた。

まとめ

集積化した MI センサは 22.2pT/LSB の分解能を有し、高い SN 比が得られた。今後、FPGA 内で LPF 信号等のリアルタイム処理を実現することで、生体信号計測等様々な分野への応用が期待できる。

参考文献

- Shingo Tajima, et al., "High Resolution Magneto-impedance Sensor with TAD for Low Noise Signal Processing," *Proc. IEEE INTERMAG*, 2014.

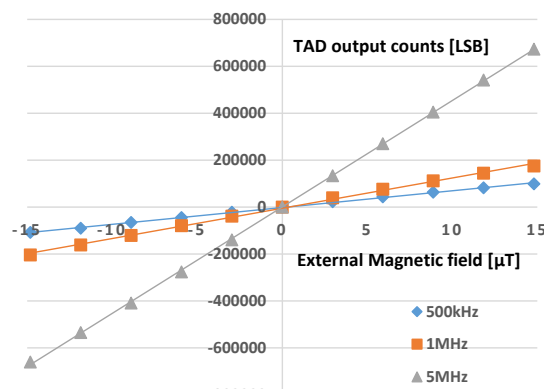


Fig. 1. Operation characteristics of the MI sensor system in different operation clock when the external magnetic field is changed.

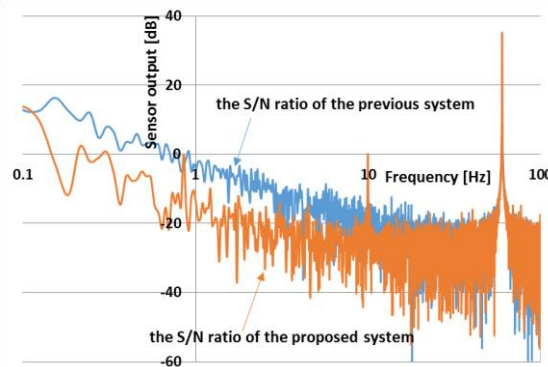


Fig. 2. The S/N ratio of the system by frequency analysis.

異物検知用超高感度ナノテスラセンサの開発

Development of Super Highly-sensitive nT Sensor for Foreign Substance Detective

蔡長梅、濱田典彦、下出晃広、森正樹、山本道治

愛知製鋼株式会社

はじめに

MI 効果とは、アモルファス磁性ワイヤに高周波電流あるいはパルスを通電すると、外部磁界によって磁性体のインピーダンスが極めて大きく変化する電磁現象である¹⁾。この MI 効果を利用した低ノイズ MI センサ (MI-CB-1DK)²⁾は、10Hz で 20 pT/Hz^{0.5} のノイズ密度を有している。2006 年に商品化されて以来、食品、アパレル製品、非磁性の工業製品などの鉄系異物検知として活用されている³⁾。しかし、用途によってセンサ出力が容易に地磁気の中で飽和するなどいくつかの課題があった。そこで我々は、10Hz で 10 pT/Hz^{0.5} の低ノイズ密度を維持すると同時に地磁気で飽和しない MI センサ (MI-CB-1DH) の設計をした (Fig.1)。また、このセンサで市場ニーズである直径 0.3mm の微小鉄系の異物検出に成功した。

ナノテスラセンサの設計

このナノテスラセンサは、1 方向の磁気を検知する磁気ヘッド (MI 素子) とその MI 素子を動作させる電子回路から構成している。(1)MI 素子: 長さ 6 mm のアモルファスワイヤ (FeCoSiB) の周りに 30um の銅線で作られたピックアップコイルを巻く。コイルのターン数は 300 である。(2)電子回路設計: 低周波数側のカットオフ周波数を 0.1Hz にすることにより、地磁気などの静磁場において、移動体が発する磁場変化を高感度で検出することを実現した。

異物検出の検証結果

食品中の異物検出の場合には、ステンレス鋼の加工設備から出てくる鉄系金属粒子が混入することがある。直径 0.3mm の鉄球を 10mm の距離から一定の速度で移動させた時の結果を Fig.2 に示している。十分な信号が検出された。

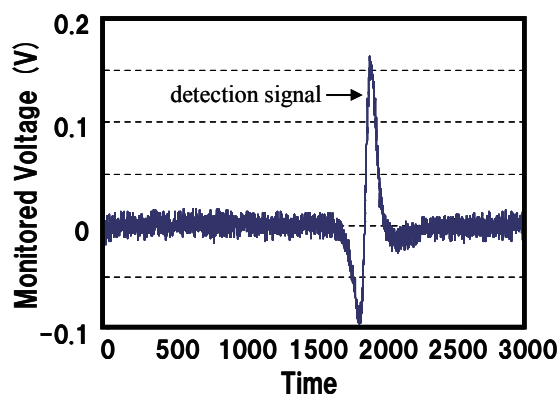
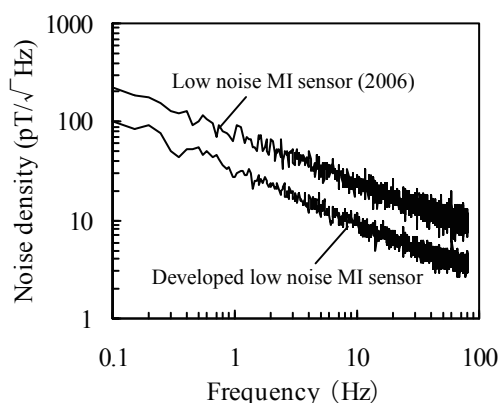


Fig.1 Noise density of developed low noise nT sensor

Fig.2 Detective result of a particle with a size of 0.3 mm

参考文献

- 1) L.V.Panina, K.Mohri, Magneto-Impedance Effect in Amorphous Wires, Appl. Phys. Lett., 65(1994)
- 2) N. Hamada et al, Intermag 2011, FF-08, Taipei, (2011)
- 3) T. Uchiyama et al, Intermag 2013, DG-05, Chicago, (2013)

一次グラジオメータ型 MI センサによる食品内異物検知

滝谷貴史、王可望、内山剛、青山均*
(名古屋大学、*愛知製鋼)

Foreign substance detection in food by using primary gradiometer type MI sensor

T. Takiya, K. Wang, T. Uchiyama, H. Aoyama
(Nagoya University, *Aichi steel)

はじめに

アモルファス磁性ワイヤに高周波正弦電流を通電した場合、外部磁界によって磁性体のインピーダンスが極めて大きく変化する MI (Magneto-Impedance) 効果が発生する¹⁾。この現象を利用した MI センサは、pT (ピコテスラ) から mT (ミリテスラ) の磁気が検出可能であり、生体磁気計測 (脳磁場計測等) への応用が研究されている²⁾。高感度な磁界センサは外部磁界の影響を受けやすく、磁気シールドを必要とするが、MI センサは地磁気下で安定動作可能なため、空間的な磁界の差分をとるグラジオメータとすることで外乱磁界の影響を低減可能である³⁾。

本稿では、環境外乱磁界の影響を抑制した一次グラジオメータ型 MI センサを用いて SUS304 鋼球の磁気信号を検出し、本センサの食品内異物検知システムへの応用を検討した。

実験方法

$\phi = 0.3\text{mm}$ の SUS304 鋼球を回転台に乗せ、一次グラジオメータ型 MI センサを用いてヘッドから鋼球までの距離を 30 mm とした場合の磁気信号を検出した。回転台の回転速度は毎分 15 m とし、使用したセンサヘッドの MI 素子は $\phi = 25\ \mu\text{m}$ 、長さ 10 mm で、ピックアップコイルの巻き数は 700 回とした。

実験結果

Fig.1 に MI センサの出力信号 E_{out} を示す。鋼球がヘッドを通過した際の最大出力電圧は 19 mV_{p-p} であり、0.689 nT の磁気信号に相当する。VSM を用いて測定した SUS304 鋼球 ($\phi = 0.3\text{mm}$) の残留磁気モーメントは 347 μemu であるため、鋼球から 30 mm 離れた位置の磁界は 0.8 nT であり、一次グラジオメータ型 MI センサを用いて SUS304 鋼球の磁気信号を検出可能であることを明らかにした。

食品パッケージ内異物検知システムに本センサを用いる場合、例えば、一般的な冷凍食品の形状は 230 × 140 × 30 mm であるため、ベルトコンベアの上に本センサを配置することで金属異物を検知可能と考えられる。食品異物検知には X 線方式や SQUID 磁気センサ方式等があるが、X 線方式の SUS 金属球の検出下限は $\phi = 0.4 \sim 1.0\ \text{mm}$ であるため、今回の測定結果は有意義であり、かつ X 線を照射できない食品にも使用可能である。また、SQUID 磁気センサ方式と比較した場合、磁気シールドや冷却システムを要さないためセンシング機構の小型化および低価格化が期待できる。

参考文献

- 1) L. V. Panina and K. Mohri : Applied Physics Letter, 65(9), pp.1189-1191, (1994)
- 2) T. Uchiyama, K. Mohri, Life Fellow, IEEE, Y. Honkura, and L.V. Panina: IEEE Trans. Magn., Vol.48, No.11, pp. 3833-3839, Nov 2012
- 3) T. Utciyama : Journal of the Japanese Society for Non-Destructive Inspection , Vol.63, pp.562-566, Nov. 2014

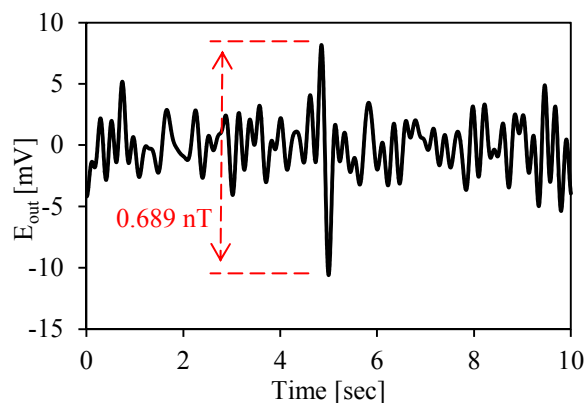


Fig. 5 Output of MI sensor

二層成形した磁性複合材の界面層の誘電率・透磁率推定

三橋敏史, 三浦健司, 長田洋, 関野登, 小林正彦, 木口実, 大友祐晋
(岩手大, 森林総研, エア・ウォーター・エコロッカ株式会社)

Estimation of permittivity and permeability of interlayer for double-layered magnetic composites

T. Mitsuhashi, K. Miura, H. Osada, N. Sekino, M. Kobayashi, M. Kiguchi, Y. Ohtomo
(Iwate University, Forestry and Forest Products Research Institute, Air Water Ecoroca Inc.)

はじめに

再生プラスチック・磁性粉・木粉等を混練することで電波吸収するための磁気・誘電損失を付与した混練型 WPC (Wood Plastic Composites) が提案されている¹⁾。混練型 WPC 製造過程で用いられているプラスチック多層成形技術は、電波吸収体の広帯域性や、整合の容易さ、意匠性の付加等においても有効な技術であると考えられるが、二層成形時において生じる界面凹凸の電磁特性に対する影響が懸念される。本研究では、簡易的に作製した磁性複合材二層成形体の界面凹凸部分の誘電率・透磁率を S パラメータ解析によって推定することを試みた。

試料作製と透磁率・誘電率推定手法

母材がポリプロピレン、混合媒質が Mn-Zn フェライト磁性粉の複合材料において、圧密前の磁性粉体積割合が 5% (M5) と 40% (M40) の二種類の平板型成形体を準備し、それらを重ねて熱圧縮することで平板二層型成形体を作製した。外観から、M5 層と M40 層の厚さ (平均値) はそれぞれ、4.16 mm, 3.15 mm であったが、界面の凹凸が認められた。その凹凸部を界面層としたとき、外観写真からその界面層厚さはおよそ 0.28 mm と見積もられた。二層型成形体と M5, M40 単層の複素比誘電率と複素比透磁率は、VNA で同軸管法を用いて測定した S パラメータに Nicolson-Ross 法を適用することで求められた。界面層の S パラメータは、二層型成形体の S パラメータから界面層以外の M5 層, M40 層部分の成分を取り除くディエンベディング (De-embedding) 手法により推定された。具体的には、二層成形体の S 行列を T 行列に変換し、T 行列の両側から M5 の T の逆行列と M40 の T の逆行列を乗ずることにより、界面層の T 行列を求めた。その後、S 行列に再度変換し、均質材料と同様に Nicolson-Ross 法を適用した。

実験結果

Fig. 1 には、本手法により求めた界面層の誘電率実部を示す。算出された界面層の誘電率実部は M5 層, M40 層の誘電率実部より高い値を示した。他の定数 (透磁率実部, 誘電率虚部, および透磁率虚部) は誘電率実部のような大きな違いは見られなかった。測定精度に関してまだ改善の必要があると考えられるが、この手法による結果から、界面層における誘電率実部は二層のものより相当大きな結果であったため、界面の凹凸による電界の擾乱の発生などの電磁的な現象が関わっていると考えられる。

参考文献

- 1) 三浦他, 第 63 回日本木材学会大会研究発表要旨集, I28-P-AM04 (2013) .

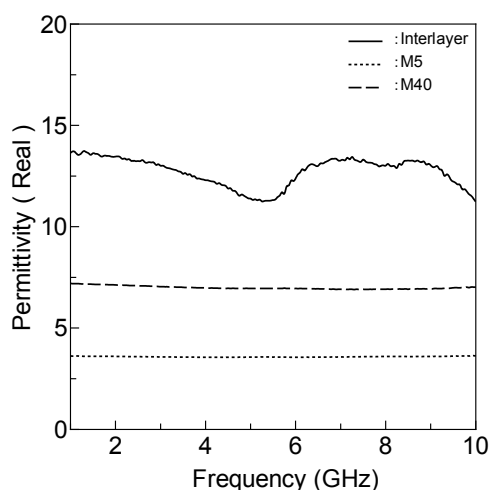


Fig. 1 M5, M40 とディエンベディング法により求められた界面層の誘電率実部

マイクロストリップ型プローブによる極薄膜透磁率評価

楠 洗介, 藪上 信*, 小澤哲也*, 植竹宏明*, 山田 洋, 宮澤 安範**, 内海 良一**, 島田 寛***
(仙台高等専門学校, *東北学院大学, **東栄科学産業, ***東北大学)

Permeability measurement of magnetic thin film by microstrip probe

K. Kusunoki, S. Yabukami*, T. Ozawa*, H. Uetake*, H. Yamada, Y. Miyazawa**, R Utsumi**, Y. Shimada***
(Sendai National Collage of Technology, *Tohoku Gakuin University, **Toei Scientific Industrial co., ltd, ***Tohoku University)

1 はじめに インピーダンス整合を考慮したマイクロストリップ型プローブを磁性膜に近接させることで、非破壊に数 nm 程度の極薄膜の透磁率計測を試みた。

2 計測方法 Fig. 1 は計測システムの構成、及び磁性薄膜の配置を模式的に示した図である。プローブは2本のセミリジッドケーブルと直線マイクロストリップ線路で構成されている。磁性薄膜にレジスト(厚さ約 4 μm)を塗布し、マイクロストリップ導体を磁性薄膜に近接配置することで透磁率を評価する。直線マイクロストリップ線路に流れる高周波電流は線路の幅方向に高周波磁界を励磁することになるため、困難軸方向の透磁率が高周波インピーダンスに対応する。プローブは同軸ケーブルを介してネットワークアナライザ(アジレントテクノロジー製 8722ES)に接続し、薄膜の容易軸方向へ約 1147 Oe の直流磁界を印加し、飽和させた状態でネットワークアナライザをキャリブレーションする。その後、直流磁界を解除して透過係数(S_{21})を測定する。その透過係数を用いて、(1)式よりインピーダンスを算出する。線路に高周波電流が流れると、渦電流が表皮効果によって磁性膜の膜厚方向へ一次元的に偏ること、インピーダンス Z_s が決定されることを仮定し、(2)、(3)式を用いて Newton-Raphson 法により、複素透磁率を最適化する¹⁾。

$$Z_s = 50(1 - S_{21})/S_{21} \quad (1)$$

$$Z_s = \frac{k_s \rho l}{2w} \coth\left(\frac{k_s t}{2}\right) \quad (2)$$

$$k_s = \frac{(1+j)}{\sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_r \mu_0}}} \quad (3)$$

ただし、 ρ は抵抗率、 l は試料長さ、 w は試料幅、 t は膜厚、 f は周波数、 μ_r は複素比透磁率である。

3 計測結果 Fig. 2 に CoNbZr 薄膜(25 mm × 25 mm, 厚さ 5 nm) にレジスト(約 4 μm 厚)を塗布した状態で透過係数を測定し、透磁率へ換算した結果を示す。CoNbZr 薄膜は RF スパッタ法により成膜した。磁化容易軸へ約 100 Oe の直流磁界を印加して、

透過係数の測定を行った。●○は最適化法により求めた測定値であり、点線、及び破線は LLG 方程式と渦電流を考慮した理論値²⁾である。強磁性共鳴の周波数付近を含めて、理論値及び測定値は約 7 GHz まで概ね一致し、極薄膜の透磁率を測定出来ていることが確認できる。

謝辞 本研究の一部は JST 復興促進プログラムの成果である。

参考文献 1) T. Kimura, S. Yabukami, T. Ozawa, Y. Miyazawa, H. Kenju, and Y. Shimada, *Journal of the Magnetics Society of Japan*, **38**, 87 (2014).
2) Y. Shimada, J. Numazawa, Y. Yoneda and A. Hosono, *J. Magn. Soc. Jpn.* **15**, 327 (1991).

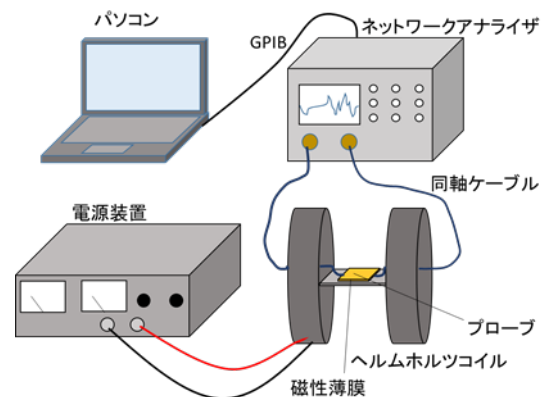


Fig. 1 Schematic of measurement system.

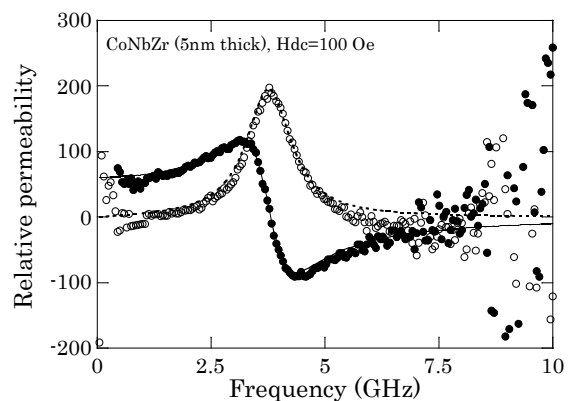


Fig. 2 Permeability of CoZrNb film(25 mm × 25 mm, 5nm thick).

基板の誘電率を考慮した短絡MSLによる磁性薄膜の透磁率測定

武田 茂, 発知富夫*, 本村貞美*, 鈴木洋介*
(有) Magnotech, *キーコム 株

Permeability measurement of magnetic thin film by the shielded short-circuited MSL considering the substrate permittivity

S. Takeda, T. Hotchi*, S. Motomura*, and H. Suzuki*
(Magnotech, Ltd., *KEYCOM Corp.)

はじめに 短絡MSL(Micro Strip Line)を用いて磁性薄膜の透磁率を測定する方法はよく知られている¹⁾。この場合、基板の誘電率の影響を無視できない。今回、この影響を積極的に取り入れた解析方法を開発した。

実験方法 Fig.1 に測定治具の断面図を示す。ここで、図中の諸元は、 $h_1=0.6\text{mm}$, $h_2=3.7\text{mm}$, $l=5\text{mm}$, $d=0.5\text{mm}$ である。 t は膜厚である。磁性薄膜の面は地導体に接している。感度を上げるためには、 h_1 を d にできるだけ近づける必要がある。結果として、コネクタから見たアドミタンスは基板の誘電率の影響を強く受ける。まず、試料無しの状態でVNAによりコネクタからの反射パラメータ S_{11o} を測定する。次に、試料を装荷し、静磁界(5kOe)を紙面に垂直方向に印加して、 S_{11o} を測定する。そして、静磁界を取り除き、 S_{11s} を測定する。

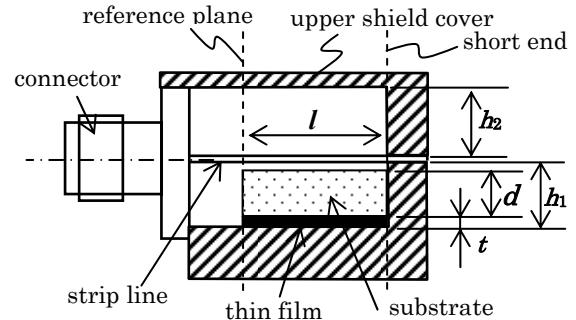


Fig.1 Cross sectional drawing of shielded short-circuited microstrip line with magnetic thin film,

解析方法 解析の基本的手法は集中定数近似に従う²⁾。 S_{11o} と S_{11s} から試料が置かれている部分 l の実効誘電率 ϵ_{eff} を導き出す。次に、 ϵ_{eff} を考慮して、 S_{11o} と S_{11s} から実効透磁率 μ_{eff} を求める。磁性薄膜の l 部分に対する結合係数を η とすると³⁾、薄膜の複素透磁率 $\mu = \mu' - j\mu''$ は、 $\mu' = (\mu_{\text{eff}} - 1)/\eta + 1$, $\mu'' = \mu''_{\text{eff}}/\eta$ である。最後に、 $\beta l = 2\pi/\lambda = 2\pi(\epsilon_{\text{eff}} \mu_{\text{eff}})^{1/2} l / \lambda$, < 1.4 を用いて、測定結果が集中定数近似内にあるかどうかの判定を行う²⁾。この範囲内にある場合は、測定結果は $\pm 5\%$ の誤差内にある。1.4を超えても、誤差は増えるが測定結果の定性的な議論はある程度可能である。

実験結果 Fig.2 に実効誘電率 ϵ_{eff} と実効透磁率 μ_{eff} の測定結果及び判定結果 βl を示す。 βl は 10GHzまで 1.4以下であり集中定数近似が成立している。Fig.3 に実際の磁性薄膜の透磁率の測定結果を示す。

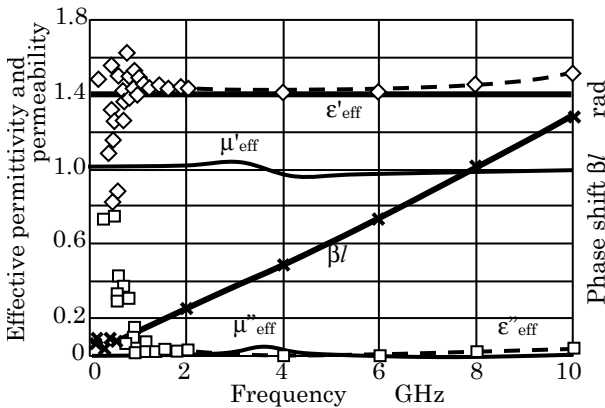


Fig.2 The measurement results of ϵ_{eff} , μ_{eff} , and βl of test fixture with the magnetic thin film on 5mm square glass substrate of 500 μm thickness,

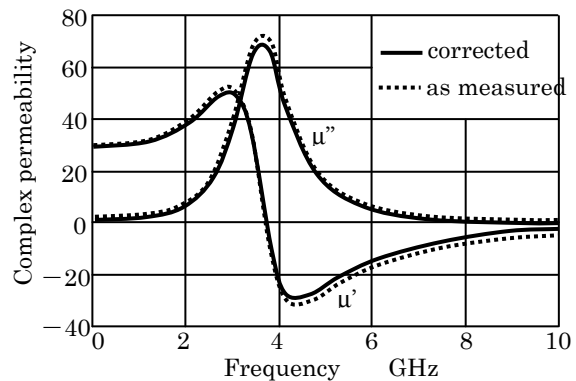


Fig.3 The measured complex permeability of magnetic thin film with 1.45 μm thickness on 5mm square glass substrate with 500 μm thickness (prepared by H.Kijima).

最後に、興味深い磁気特性を有する磁性薄膜を提供いただきました東北大学 青木(旧姓木島)英恵博士、電磁材料研究所 直江正幸博士、中央大学 川井哲郎研究員に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) D.Pain, M.Ledieu, O.Acher, L.Adenot, and F.Fuerverger, *J. Appl. Phys.*, **85**, 5151 (1999),
- 2) S. Takeda, S. Motomura, T. Hotch, and H. Suzuki, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **39**, 116-120(2015),
- 3) S. Takeda, S. Motomura, T. Hotch, and H. Suzuki, *J. Jpn. Soc. of Powder and Powder Metallurgy*, Vol.61, (2014), No.S1, pp.S303-S307,

Measurement of complex permeability of Co- and Ti-substituted Sr-M by short-circuited coaxial transmission line method

Ranjit Sai,¹ Shigeru Takeda,² Yasushi Endo,¹ Hanae Aoki¹ and Masahiro Yamaguchi¹

¹Department of Electrical Engineering, Tohoku University, Sendai, Miyagi, 980-8579, Japan.

²Magnontech Ltd., □787-16 Juroken, Kumagawa, saitama, 360-0846, Japan

The recent trend of mobile communication technology directs the usage of X-band (8-12 GHz) frequencies in near future. As a result, the study of various hexaferrite materials, owing to their moderate permeability and very low loss, has surged up over the last few years,¹ while the challenging task of accurate measurement of magnetic characteristics beyond 10 GHz has also attracted a lot of interest. Among various measurement techniques, non-resonant type measurement with the help of simple transmission line offers easy, accurate and broadband measurement. In this report, high frequency (up to 30 GHz) magnetic characterization of Co- and Ti- substituted Sr-based M-type hexaferrite particles (SrCoTiFe₁₀O₁₉, will be called SrCoTiM hereafter) is demonstrated by adopting coaxial transmission line based measurement technique. Instead of the usual lumped element approximation that induce large model errors in case of measurements beyond a few GHz, the new lumped element expression of short-circuited transmission line is used to restrict the model error within permissible limit.²

SrCoTiM powder was procured and mixed with epoxy resin (at 5:1 volume ratio in favor of ferrite) to make a semi solid paste, which was then used to form a thin layer of ~200 μm. A toroid-shaped sample with inner and outer diameter of 3 mm and 7 mm respectively was punched out from that thin sheet of ferrite. Frequency dispersion of complex relative permeability of the sample was estimated by analyzing reflection coefficients (s_{11}) obtained by placing the sample at the short-end of the transmission line fixture. It is to be noted that the distributed element expression for the input impedance of short-circuited transmission line was judiciously approximated by considering only the first two terms of its Taylor series expansion. This slight modification in the analysis increases the range of measurable frequencies and accuracy. Magnetic hysteresis of SrCoTiM, measured by room temperature VSM, shows saturation magnetization of ~200 emu/cc and coercivity of ~330 Oe (Fig. 1b). Moreover, it is found that the saturation is attained gradually over a wide span of fields. The saturation field, which can be viewed as the anisotropy field of well-formed ferrite particles, is believed to be around 7000 Oe. The measured FMR, found to be ~20.6 GHz as shown in Fig 1c. More than one FMR peaks can be attributed to the presence of particles with wide size distribution (Fig. 1a). The loss (μ'') profile is found to be negligible up to 15 GHz, while μ' is independent of frequency up to 12 GHz, which in turn, indicates that the material could be well suited for various application such as inductors for X-band and electromagnetic noise suppressor for Ku-band. However, the measurement above 26 GHz requires further investigation.

In essence, high frequency magnetic characterization up to 26 GHz of an important class of hexaferrite is demonstrated by using a simple short-circuited coaxial transmission line equipped with a slightly modified analysis technique.

Reference

¹ V.G. Harris, IEEE Trans. Magn. **48**, 1075 (2012).

² S. Takeda, T. Hotchi, S. Motomura, and H. Suzuki, J. Magn. Soc. Japan **39**, 116 (2015).

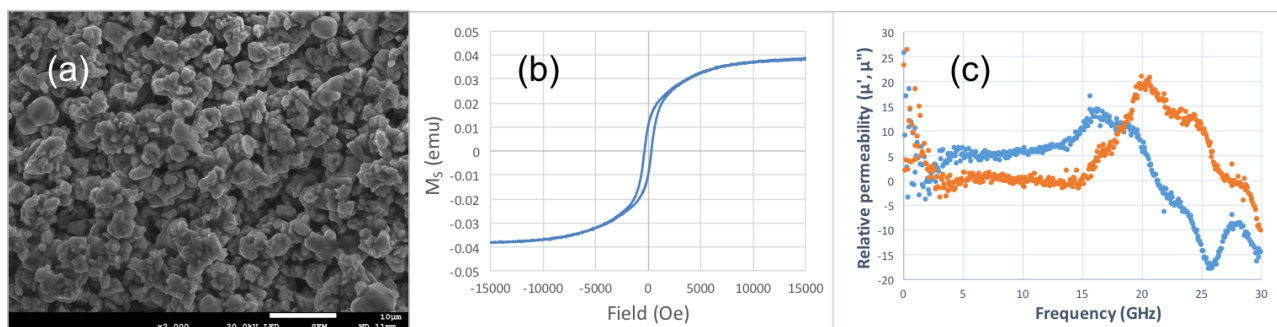


Fig. 1: (a) SEM image, (b) Hysteresis plot and (c) complex permeability spectra of SrCoTi-M+epoxy mixture

うず電流検査法による導電性・磁性マーカの計測に関する研究

南谷 保, 山田 外史
(金沢大学)

Research on detection of conductive and magnetic markers using eddy-current testing approach
Tamotsu Minamitani, Sotoshi Yamada
(Kanazawa University)

はじめに

うず電流検査法(ECT)は非破壊検査の一種で主に非磁性導体の表面キズの探傷, PCBのパターン欠損, 金属粒の検出などに利用されており, 筆者らは, GMR (Giant Magneto-Resistance) 素子を用いて, 導電性インクの検出に関する研究を行ってきた^{1),2)}. 現在, 紙幣などの有価証券はセキュリティ対策として磁性マーカが印刷されている. 上記の手法を用い導電性と磁性マーカを同時に読み取り, マーカの種別が可能になるとセキュリティ向上が期待できる. そこで, 筆者らは GMR 素子を用いた ECT 技術により, 導電性と磁性マーカの種別の可能性を検討したので報告する.

うず電流検査法によるインク検出の原理

Fig.1 に示す ECT プローブは, GMR 素子とミアンダコイルで構成されており, GMR 素子は x 方向の磁界の検出, 励磁コイルは励磁電流により z 方向に高周波交流磁界を発生する. マーカが x 方向に移動すると, 導電性マーカの場合はうず電流により生じる磁界の x 成分, 磁性マーカの場合は磁束の収束による生じる磁界の x 成分を GMR 素子で検出する.

Fig.2 は有限要素法 (2次元) による, z 方向に均一な高周波磁界中 (5MHz, 1mT) におけるマーカ (2×0.05 mm) の 0.3mm 上部の磁束密度の x 成分のシミュレーション結果である. (a)が導電性マーカ ($\sigma = 6 \times 10^7 \text{ S/m}$), (b)が磁性マーカ ($\mu^* = 10$) を示す. これより, マーカの両端で磁束密度がピークを示し, 導電性マーカと磁性マーカでは波形が反転することがわかる.

導電性・磁性マーカの測定結果

Fig.3(a)は導電性マーカ (2×20×0.035 mm, 銅箔), Fig.3(b)が磁性マーカ (2×20×0.05 mm, 磁性インク) の出力の測定結果である. 計測条件は励磁周波数 5MHz, 励磁電流 200mA で, GMR 素子とマーカの間隔は 0.2mm である. これより, マーカの両端のピーク, 波形の反転がシミュレーションと同様な結果を得た. これは, 出力波形により, 導電性マーカと磁性マーカの識別の可能性を示している.

研究の一部は, 科学研究補助金基盤研究(C)(課題番号 26420384)により行われた.

参考文献

- 1) T.Minamitani,S.Uraoka,Y.Ikehata, S.Yamada , Digest of 2015 JIEE Annual Conference, 2-115 , 2015.
- 2) T.Minamitani,S.Uraoka,Y.Ikehata, S.Yamada , JIEE Technical paper of Magnetic meeting, MAG-14-139, pp.1-4 , 2015.

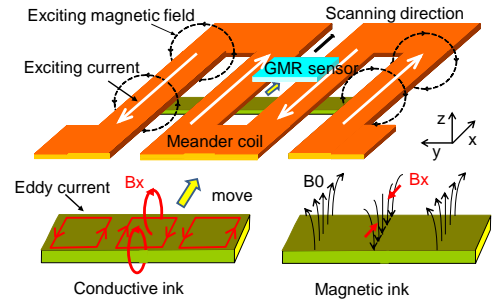
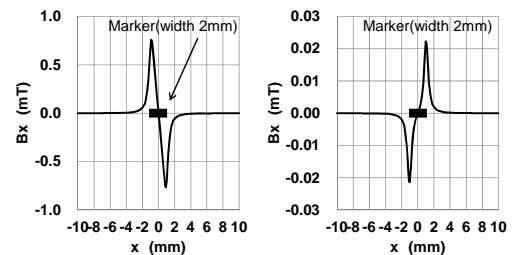
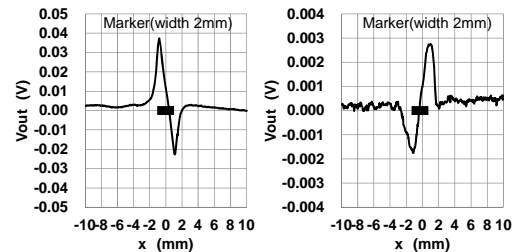


Fig. 1 Principle of ECT inspection of maker.



(a) Conductive marker (b) Magneteic marker

Fig. 2 Simulation by FEM analysis.



(a) Conductive marker (b) Magneteic marker

Fig. 3 Difference of detected signals among conductive and magnetic markers.

複合扁平磁性微粒子コンポジットを用いた マイクロインダクタの電気特性評価

遠藤恭¹, 佐藤寛之¹, エルデネバットウヌボルド¹, 宮崎孝道¹, 山口正洋¹, 鎌田博², 高橋正仁²,
坂元真彦², 米田茂², 加藤直也², 萬恭明³, 安井隆³ (¹東北大工, ²光電子(株), ³(株)リコー)

Study on the electric performance of micro-inductors with magnetically soft spheres and flakes composite

Y. Endo¹, H. Sato¹, U. Erdenebat¹, T. Miyazaki¹, M. Yamaguchi¹, H. Kamada², M. Takahashi²,
M. Sakamoto², S. Maita², N. Kato², Y. Yorozu³, T. Yasui³
(¹Tohoku Univ., ²Hikaridenshi Co., LTD, ³Ricoh Co., Ltd)

はじめに 近年, 小型携帯端末において多機能化が進み, また内蔵されている LSI の低電圧・大電流駆動化にともなうて, 電子機器内の電源回路における消費電力は増大している. そのため, 電池の使用時間の向上と電源-配線間での損失を減少させる方法の一つとして, DC-DC コンバータのワンチップ化が提案されている¹⁾. しかしながら, この方法では DC-DC コンバータの高さが増加することが予想され, 半導体素子と比べて寸法が大きくエネルギー密度の低いインダクタの小形・低背化が課題である. したがって, 高いインダクタンス密度が必要であり, 高飽和磁化を有する磁心材料を用いることが進められている. 本研究では, 高飽和磁化を有する複合扁平磁性微粒子コンポジットを用いたマイクロインダクタを試作し, その電気特性を評価した結果を報告する.

実験方法 マイクロインダクタの設計指針として, スイッチング周波数 6 MHz で 5 W 級のバックコンバータへの適用を想定した. 電気特性に関しては, 定格電流 1 A においてインダクタンス 0.5 μH 以上, 直流および交流抵抗 0.1 および 2 Ω 以下とし, また寸法に関しては高さ 0.5 mm 以内および外径 3.0 mm 以内とした. マイクロインダクタの設計・試作を行うにあたり, インダクタの素線にはコイル単体の直流抵抗を抑制するために丸線を, また, 複合微粒子としては, サブミクロン径の Fe-Cr-B-Si-C 球形微粒子と, 平均粒径 50 μm , 厚さ 3 μm の Fe-B-Si-C 扁平微粒子を選択した. なお, 扁平微粒子については, 球形状から扁平形状への加工時に発生する応力の緩和を図り, 良好な軟磁気特性と表面の絶縁性を保持するため, Ar ガス加圧下で 350°C, 1 時間熱処理を施した²⁾.

インダクタの試作に関しては球形および扁平微粒子とエポキシ系樹脂のコンポジットを治具に滴下し, コイルを埋め込み, 圧力配列²⁾によりコイルから発生する磁束の方向に沿って扁平微粒子を一様に並べた上で, 熱硬化させて成形した. 試作したインダクタの寸法は高さ 0.52 mm, 外径 3.0 mm とおよそ設計指針を満足している. インダクタの電気特性はインピーダンスアナライザ(4294A, Agilent Co.)による実測をもとに周波数 110 MHz まで評価した.

結果 試作したマイクロインダクタにおける電気特性の周波数依存性を図 1 に示す. インダクタンス L は周波数の増加にともなわずかに減少した. 周波数 6 MHz での L の値は 0.53 μH であり, 空心コイルの場合 ($L=0.072 \mu\text{H}$) と比較して 7 倍程度高くなった. また, 直流抵抗 R_{DC} は約 0.05 Ω となり, 抵抗 R_{AC} は周波数の増加とともに増大した. 周波数 6 MHz での R_{AC} は 1.4 Ω となった. この R_{AC} の挙動は Fe-B-Si-C 扁平微粒子内の磁気損失および巻線の表皮効果によると考えられる. また, Q 値は周波数 3 MHz 付近で最大となり, その値は 17.2 であった. さらに, 周波数 1 MHz における直流重畳特性測定からインダクタンスの変化率を検討した. 変化率はおよそ 20 %程度であり, Fe-B-Si-C 扁平微粒子だけを用いた場合²⁾とほぼ同等であった. 以上の結果は, 複合微粒子コンポジットを用いたインダクタが定格電流 1 A の設計指針を満足していることを示している.

謝辞 本研究の一部は, JST 復興促進プログラム(マッチング促進)「次世代個人情報端末に有用な超小型電源の開発」による支援を受けて行われた.

参考文献 1)S.C.O' Mathuna *et al.*, *IEEE Trans. Power Electron.*, **38**, 585 (2005).. 2)Y. Endo *et al.*, IINTERMAG 2015 Abstract DH-08 (2015).

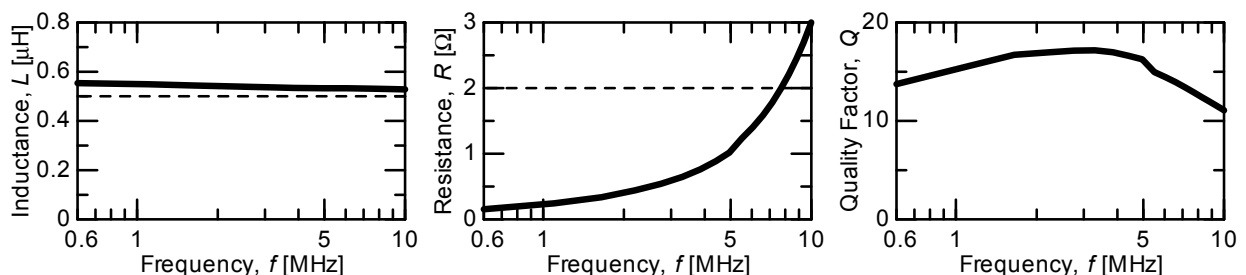


Fig. 1 Frequency dependence of electric performances in the micro-inductor with magnetically soft spheres and flakes composite.

イットリウム鉄ガーネットを用いた 三端子スピン波位相干渉素子の開発

後藤太一, 金澤直輝, 高木宏幸, 中村雄一, ロス キャロライン*,
グラノフスキー アレクサンダー**, 岡嶋伸吾***, 長谷川隆***, 関口康爾****, 井上光輝
(豊橋技科大, *マサチューセッツ工科大, **モスクワ大, ***村田製作所, ****慶応大)

Development of spin-wave interference logic element using yttrium iron garnet

T. Goto, N. Kanazawa, H. Takagi, Y. Nakamura, C. A. Ross*,

A. B. Granovsky**, S. Okajima***, T. Hasegawa***, K. Sekiguchi****, M. Inoue

(Toyohashi Univ. of Tech., *MIT, **Moscow State Univ, ***Murata Mfg. Co., Ltd., ****Keio Univ.)

はじめに

スピン波は、原理的に膜厚を制御することで波長を数十ナノメートルにまで短縮可能で、微細な位相干渉ロジック回路が作製可能と考えられており、これまでの CMOS を用いた演算素子のデザインルールに縛られない素子の開発が期待されている。これまでに、パーマロイ ($\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$) 薄膜中を伝搬する静磁表面モードのスピン波を用いた、位相干渉実験が報告されており¹⁾、スピン波の波動性を用いた演算素子が提案されている。本稿では、これをデバイスに発展することを目的に、スピン波伝播媒体にダンピング定数の小さい単結晶イットリウム鉄ガーネット (YIG, $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$) 膜を用い、さらに、大規模集積回路に適した膜面内方向の磁化均一性が高く非相反性が無い、静磁前進体積モードのスピン波を用いて、位相干渉素子を作製した。

実験方法

GGG (gadolinium gallium garnet) 基板上に、形成された膜厚 $16\ \mu\text{m}$ の単結晶 YIG 膜を長方形に加工しスピン波導波路を形成した。これを $5\ \text{mm}$ 間隔で誘電体基板上に形成された三本の銅製のマイクロストリップライン上に装荷した。バイアス磁界 $3\ \text{kOe}$ を膜面に対して垂直に印加し、信号発生器により入力パワー $0\ \text{dBm}$ 、周波数 $4\ \text{GHz}$ の正弦波信号を Fig. 1 中の EX1 端子と EX2 端子に入力した。EX1 端子に入力する高周波信号の位相を、位相調整器を用いて連続的に変化した。EX2 端子の位相は固定した。オシロスコープに接続された DT 端子によって YIG 導波路中央におけるスピン波の振幅変化を測定した。同時に、当該素子を、有限要素法を用いて高周波電磁界解析を行った。

実験結果・まとめ

EX1 に入力する高周波信号の位相を 0 から 2π まで変化した結果、EX1 端子と EX2 端子の位相差が 0 のとき DT 端子部分のスピン波振幅が最大、位相差が π のときに最小になった。これら最大値と最小値から計算した位相干渉アイソレーション値は、 $25\ \text{dB}$ であり、文献 1) と比較し約 10% 向上した。高周波電磁界解析結果とよく一致し、端子間距離をより長くできること、スピン波の端面反射を抑制することで性能向上が見込めること、膜厚を薄くすることでデバイスサイズを小型化できることを示唆した。

講演会では、素子構造の詳細及び、スピン波無反射構造を導入することによる特性改善結果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) N. Sato, K. Sekiguchi, and Y. Nozaki, Appl. Phys. Express, **6**, 063001 (2013).

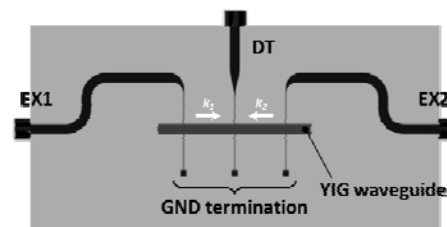


Fig. 1 Three-port spin-wave interference logic element. EX1 and EX2 ports excite spin waves, and DT port detects the spin-wave interference.

外部印加磁界によるパーマロイ細線中の定在スピンの波制御

今村謙汰, 牙暁瑞, 大藪周平, 田中輝光, 松山公秀
(九州大学大学院システム情報科学府)

Controlling of synthesized standing spin wave configuration in a permalloy strip with external fields

K. Imamura, X. Ya, S. Oyabu, T. Tanaka, K. Matsuyama

(Graduate School of Information Science and Electrical Engineering, Kyushu University)

はじめに

強磁性体中を伝搬するスピン波は、位相情報の利用による論理演算デバイスへの応用が提案されている^[1-3]。入力電力を効率的にスピン波励起に利用できる定在スピン波は、デバイスの小型化・省電力化が期待できる。本研究では、外部印加磁界の変化に対するパーマロイ細線中の定在スピン波の様態変化を、電気的出力として検出した。また、磁性体内部における磁化状態の解析をマイクロマグネティックシミュレーションにより行った。得られた実験結果より、スピン波論理演算デバイスにおける外部磁界制御機能の適用可能性を示す。

実験方法

作製素子と測定系の概略図を Fig. 1 (a) に、光学顕微鏡により撮影した素子を Fig. 1 (b) に示す。素子は一般的なリソグラフィ法により作製した。スピン波導波路には、蒸着法により製膜したパーマロイ(厚さ $d = 48$ nm, 幅 $w = 50$ μm)を使用した。Fig. 1 (a) に示すように、シグナルジェネレータより 2 本の非対称コプレーナ伝送線 (GE1, GE2) にマイクロ波電流を入力し、スピン波を励起させる。パーマロイ細線中に生じる定在スピン波は、静磁場表面波(MSSW)モードである。中央に配置したピックアップコイル (DE) により定在波からの漏れ磁束をスペクトラムアナライザにより電気的出力(P_{out})として検出した。GE1, GE2 により励起されるスピン波の位相差($\Delta\phi$)は、それぞれの伝送線に接続したフェーズシフタによって変化させる。

実験結果

Fig. 2 (a) に外部磁界スイープ測定により検出された出力強度を示す。GE1, GE2 に入力したマイクロ波電流の周波数は 5GHz である。測定は $\Delta\phi = 0$ (実線), π (破線) の場合で行った。それぞれの測定で、外部磁界の変化に対して P_{out} に明確な極大点と極小点が交互に現れる周期的な強度変化が観測された。ピーク値を示す H_b では、磁性体内部で特定次数の定在スピン波が形成されていることがシミュレーションによって確認された。Fig. 2 (b) に $\Delta\phi$ を $0 \sim \pi$ rad の範囲で変化させた場合の P_{out} を示す。 $H_b = 156$ Oe のとき、 $\Delta\phi$ が増加すると P_{out} は連続的に増加し、 $\Delta\phi = 0, \pi$ rad 間には約 7 dBm の出力差が存在する。一方、 $H_b = 180$ Oe のとき、 $\Delta\phi$ の増加に対し P_{out} は減少し、数十 Oe のオーダーで P_{out} の $\Delta\phi$ 依存性が反転していることが分かった。これは、位相を情報媒体とするスピン波デバイスに対し、外部磁界により動作制御する機能を付加できる可能性を示した結果である。

参考文献

- [1] M. P. Kostylev et al., Appl. Phys. Lett., 87, 153501 (2005).
- [2] A. Khitnum et al., Superlatt. Microstruct., 38, 184 (2005).
- [3] Y. Urazuka et al., J. Appl. Phys., 115, Art. No. 17D115 (2014).

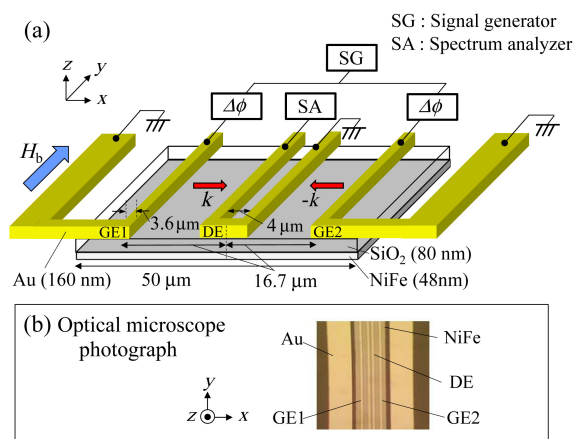


Fig. 1. (a) Schematic figure of a fabricated sample and experimental set up. The SWs are emitted from the generators and inductively picked up with an overlaid inductor. (b) Optical microscope photograph of the functional area.

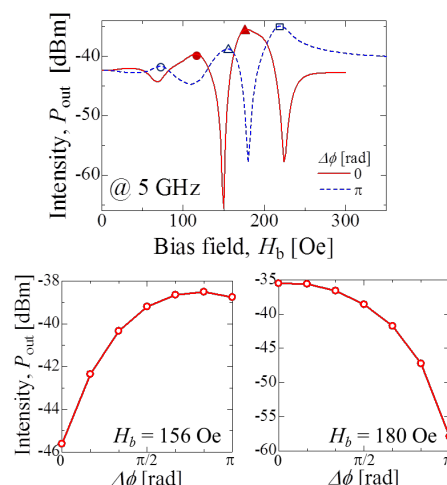


Fig. 2. (a) Measured output intensity modulation with external bias field H_b . (b) The output intensity P_{out} in varying the $\Delta\phi$.

交換結合膜細線における定在スピン波励起の計算機シミュレーション

牙暁瑞, 今村謙汰, 大藪周平, 田中輝光, 松山公秀
(九州大学大学院 システム情報科学府)

Numerical simulation on standing spin wave excitation in exchange-coupled multilayer strips

X. Ya, K. Imamura, S. Oyabu, T. Tanaka, and K. Matsuyama

(Graduate School of Information Science and Electrical Engineering, Kyushu University)

はじめに

近年, hard / soft 交換結合膜の exchange spring 効果を利用したマイクロ磁気デバイスの動作高周波化に関する報告がなされている¹⁾. 本研究では, 交換結合膜の層構造を変化させることにより, スピン波共鳴周波数が任意に設定できることをマイクロマグネティックシミュレーションによって示した. さらに, 数十 GHz の動作周波数域での信号処理機能への応用可能性についてシミュレーションにより検証した.

計算方法

2層構造の垂直磁化細線(上: soft 層, 下: hard 層)を想定したスピン波デバイスの計算モデルを Fig. 1 に示す. 磁性細線を構成する各磁性層の膜厚比および総膜厚を変えて, 定在スピン波(SSW)の共鳴周波数および出力電圧を LLG 方程式の数値計算により求めた. 2本の導体線(Generator 1, 2)によりスピン波を励起し, 中央に配置した誘導検出コイル(Detection area)により干渉波を検出する.

soft 層と hard 層の材料パラメータは, 飽和磁化 $M_s = 1000$ emu/cc (soft, hard), 垂直一軸異方性 $H_k = 13$ kOe (soft), 20 kOe (hard), soft-hard 層間の交換定数は $A = 1.0$ $\mu\text{erg}/\text{cm}$ とした.

計算結果

2本の導体線に逆位相($\Delta\phi = \pi$)のマイクロ波交流電流を印加した場合, 電流磁界の磁性細線幅方向の分布から, 定在スピン波の2次モードが最低次の共鳴モードとなる. 2次モード共鳴周波数 f_{res} の hard 層厚/総膜厚比(t_h / t_t)に対する依存性を Fig. 2 (a) に示す. 総膜厚は 15 nm から 35 nm まで変えている. t_h / t_t が増大するとともに, 細線の実効的な垂直磁気異方性が大きくなり f_{res} が高くなる. 総膜厚が薄いほど f_{res} は線形的に増大するが, 膜厚が厚い場合の増加傾向は非線形となるのが分かる. これは膜厚が交換長より厚くなると, 層間の交換結合を介した実効的な磁気異方性強度の増大効果が膜厚方向全体に及ばなくためと考えられる. 出力電圧 V_{out} と t_h / t_t との関係性を Fig. 2 (b) に示す. t_h / t_t が増加すると, V_{out} は低下する. これは実効的な異方性が大きくなることスピン波励起振幅が小さくなるためである.

Fig. 3 (a), (b) は $t_t = 15$ nm, $t_h / t_t = 0.2, 0.8$ の各場合について, 入力電流位相差 $\Delta\phi = 0, \pi$ に対する出力電圧の励起周波数依存性を示している. 励起周波数を2次モード共鳴周波数(5.2 GHz ($t_h / t_t = 0.2$), 16.5 GHz ($t_h / t_t = 0.8$))に設定することにより, いずれの層構成においても, 位相差に依存した 40 dB 以上の出力電圧比が得られている.

参考文献

1) S. Pal, *et al.*, *J. Appl. Phys.* **115**, 17D105 (2014)

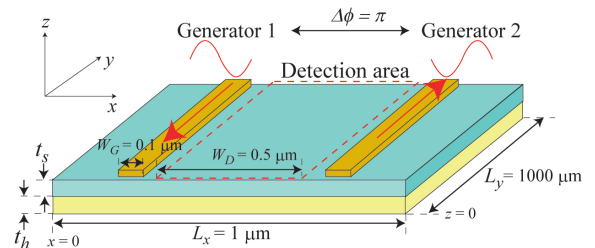


Fig. 1. Schematic of designed exchange-coupled bilayer strips, consisted of SW guide consists of magnetic strip with soft layer and hard layer, inductively coupled SW generators (width: W_G) and detector (width: W_D).

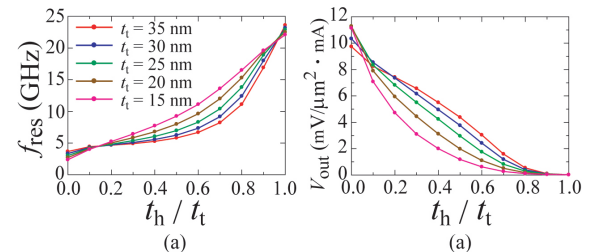


Fig. 2. The dependence of the resonance frequency f_{res} (a) and voltage value V_{out} (b) on the layer thickness ratio t_h / t_t .

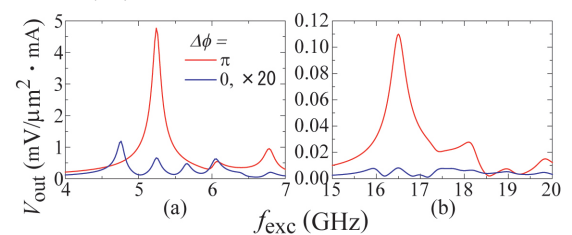


Fig. 3. The inductive output voltage comparing phase differences between two generators are 0 and π , when $t_h / t_t = 0.2$ (a) and $t_h / t_t = 0.8$ (b).

無電源回転センサに用いる磁気ワイヤにおける磁壁移動

竹渕哲聡¹ 山田 努¹ 小川雄一郎² 竹村泰司¹

(¹横浜国立大学 ²ニッコーン株式会社)

Magnetic domain wall movement in magnetic wires for battery-less rotation sensor

A. Takebuchi, T. Yamada, Y. Ogawa², Y. Takemura¹

¹Yokohama National University, ²Nikkoshi Co., Ltd

はじめに

磁気ワイヤ等における大バルクハウゼンジャンプを伴う急峻な磁化反転は、検出コイルにパルス電圧を誘起する。この電圧を出力とする磁気センサが広く研究されてきた⁽¹⁻³⁾。ひねり処理加工した FeCoV ワイヤ（以下、複合磁気ワイヤと記述する）においても印加磁場の時間変化に無依存のパルス出力が得られ、様々な実験結果が報告されてきた⁽⁴⁻⁵⁾。この現象を利用する磁気センサは、外部電源が不要であること、動作温度範囲が広いことなどの特徴を有する。我々は、これらの特徴を生かして、無電源センサや振動エネルギーを電気エネルギーに変換するエネルギーハーベスティング素子への応用に注目している⁽⁶⁾。

実験方法・結果

本稿では、ローター等に装着した磁石による励磁条件下での、複合磁気ワイヤの出力特性及び磁壁移動を検討した結果を報告する。ひねり処理加工した FeCoV ワイヤ（線長 25 mm、線径 0.25 mm）の 2 箇所、ワイヤに直接巻きつけた幅 1 mm、巻き数 50 turn の検出コイルを設置した。その 2 つのコイルで検出した FeCoV ワイヤの磁化反転に伴うパルス出力を Fig. 1 に示す。両パルスの時間差から磁壁移動速度が求まるとともに⁽⁶⁾、コイル位置を変化させることにより磁化反転するワイヤの領域を特定することができる。さらに励磁用磁石として、3 mm×3 mm×5 mm の NeFeB 磁石を回転軸に磁石を取り付け、その回転に伴いワイヤ線長方向に双方向の磁場を印加するような配置 (Fig. 2) での実験結果も当日報告する。

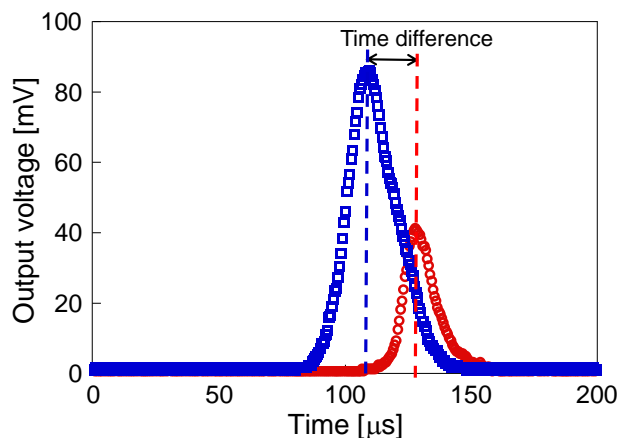


Fig. 1 Waveforms of output voltages detected by two pickup coils.

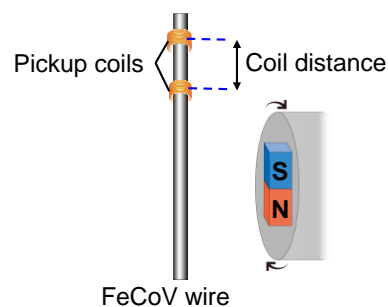


Fig. 2 Configuration for measurement of induced voltage from FeCoV wire.

参考文献

- 1) R. Malmhall, K. Mohri, F. B. Humphrey, T. Manabe, H. Kawamura, J. Yamasaki, I. Ogasawara, *IEEE Trans. Magn.* **23**, 3242 (1987).
- 2) M. Va'zquez, C. Go'mez-Polo, D.-X. Chen, A. Hernando, *IEEE Trans. Magn.* **30**, 907 (1994).
- 3) J. R. Wiegand and M. Velinsky, U.S. Patent 3,820,090, (1974).
- 4) S. Abe, A. Matsushita, and M. Naoe, *IEEE Trans. Magn.* **33**, 3916 (1997).
- 5) T. Kohara, T. Yamada, S. Abe, S. Kohno, F. Kaneko, Y. Takemura, *J. Appl. Phys.* **109**, 07E531 (2011).
- 6) 溝口健人, 芹沢諒平, 山田努, 増田純夫, 小川雄一郎, 河野志郎, 金子文夫, 竹村泰司: 第 38 回日本磁気学会学術講演会、5aD-6、横浜、2014 年 9 月。

磁気ワイヤを用いた振動型発電素子における励磁方法の検討

竹渕哲聡、亀田直哉、山田努、竹村泰司
(横浜国立大学)

Examination of excitation in electric generating element of vibration type using magnetic wire
Akitoshi Takebuchi, Naoya Kameda, Tsutomu Yamada, Yasushi Takemura
(Yokohama National University)

はじめに

熱ひねり加工を施した FeCoV 複合磁気ワイヤは、大バルクハウゼンジャンプと呼ばれる高速な磁壁移動によって急峻な磁化反転を生じ、検出コイルを設置することでこの磁化反転からパルス出力が得られる^{1),2)}。この出力は無電源で得られることや外部磁界の時間変化に依存しないなどの特徴を有しており、エネルギー・ハーベスティング素子への応用が着目されている。我々は振動型発電素子への応用を背景に、励磁用磁石の位置や往復動作（以下、ストローク）の量に対する出力の依存性について測定し、磁石のストロークについて検討した。

実験方法

ストローク位置と出力については、FeCoV 複合磁気ワイヤに二つの検出コイルを設置し、その上を励磁用磁石がワイヤと垂直方向にストロークするように配置した。磁石のストローク位置は、ワイヤの中央もしくは端の二箇所を検討した。また、幅の広い検出コイルを巻いたワイヤの端に磁石を配置し (Fig. 1)、磁石のストローク量の変化に対する出力の依存性を測定した。

実験結果

中央励磁の結果、同じ大きさで逆符号の出力が観測され、端部励磁では大きさの異なる同符号の出力が得られた。これは Fig. 2 のように磁石の左右で磁化の向きが逆であることを示す。よって、中央励磁では逆相のコイルを用い、端部励磁ではワイヤ長を調整することで最適化が望める。ストローク量については Fig. 3 に示すように、正方向への半ストロークが 2 mm から出力が観測され、6 mm 付近で飽和した。これは今回用いた磁石において、2 mm の位置で大バルクハウゼンジャンプに必要な 20 Oe の磁界が印加され、6 mm の位置で最大の磁界が印加されることを示している。よって、発電量を必要とするなら 6 mm、より小型化を目的とするならば 2 mm のストロークで発電が可能であり、以上より小型振動発電素子への有用性が示された。

謝辞：FeCoV 磁性線は、ニッコーシ株式会社のご好意により、提供いただいたものです

参考文献

- 1) R. Malmhall, et al., IEEE Trans. Magn., 23(5), 3242, 1987.
- 2) M. Vazquez, et al., IEEE Trans Magn., 30(2), 907, 1994.

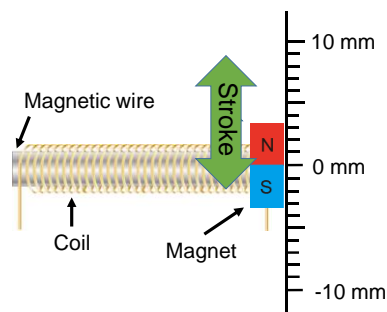


Fig. 1 Configuration of magnetic wire, magnet and detection coil

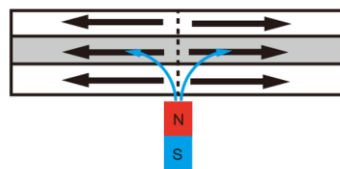


Fig. 2 State of magnetization in the magnetic wire from magnet vibration

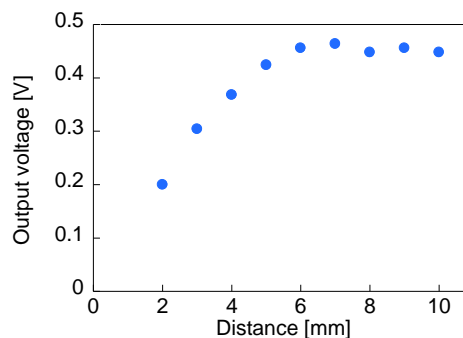


Fig. 3 The output voltage measured by detection coil

冷間圧延及び熱処理が変態誘起塑性鋼の磁気特性に与える影響

佐々木康至、小原遼、小林悟、北條智彦、村上武、鎌田康寛
(岩手大工)

Effect of cold rolling and heat treatment on magnetic properties for transformation-induced plasticity steels

K.Sasaki R.Obara S.Kobayashi T.Hojo T.Murakami Y.Kamada

(Iwate University)

背景

近年、燃料費の高騰及び環境負荷の軽減のため自動車業界では軽量かつ安全性の高い材料が求められており、高い加工性と安全性をもつ変態誘起塑性 (TRIP) 鋼が注目されている。変態誘起塑性鋼はベイナイト中の残留オーステナイト (γ 相) が外部からの応力を受けるとマルテンサイトに変態するが、特に、 γ 相の体積分率やその形態が TRIP 鋼の機械的特性に大きな影響を与えることが知られている。本研究では、冷間圧延および熱処理により γ 相の体積分率や微細組織を制御した TRIP 鋼の磁気特性を詳しく調べ、TRIP 鋼の磁気的破壊評価の可能性について検討した。

実験方法

組成が異なる 2 つの試料 A, B (γ 相の体積分率 $f_{\gamma_0}=21 \sim 24\%$) を用いた (表 1) [1, 2]。熱処理 (450°C 1h) もしくは 50%冷間圧延を行った円盤型試料について、X 線回折による構造評価及び集合組織評価、磁気ヨークもしくは試料振動型磁力計 (VSM) を用いた BH ループ測定を実施した。微細組織の異相性が磁気特性に与える影響を調べるため、特に、磁気特性の励磁方向依存性に着目した。

実験結果

試料 A, B ともに、熱処理もしくは冷間圧延後、飽和磁化の顕著な増大を示した。炭素量を考慮した飽和磁化計算から、大部分の残留 γ 相が強磁性相に変態したことを確認した。これは X 線回折解析結果と一致する。一方、BH 曲線から求めた保磁力は、熱処理後は減少し冷間圧延後は増加を示すが、磁気ヨークを用いた測定では、いずれの場合も保磁力の顕著な励磁方向依存性は観測されなかった。VSM を用いた詳細測定により、冷間圧延試料 (特に試料 A) で僅かに観測されたのみ (圧延方向に励磁した場合に 10%程度保磁力が増大) である。この結果は、強磁性 α 相の集合組織 (冷間圧延により $\{110\}\langle 111 \rangle$ から $\{111\}\langle 110 \rangle$ へ変化) に対して転位密度の増大とともに強磁性 α 相の集合組織の変化が磁気特性変化に影響を与えていることを示唆している。

Steel	C	Si	Mn	Al	Nb	Mo	N	T _A	f _{γ0}
A	0.40	1.47	1.50	0.04	-	-	-	400°C	21.4%
B	0.40	0.49	1.48	0.96	0.024	0.10	-	400°C	23.5%

Table1: The composition of measuring samples

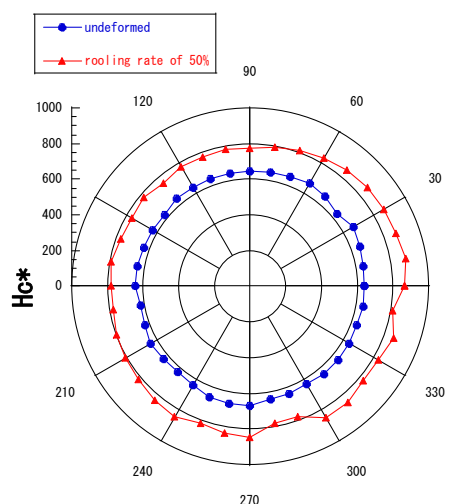


Fig1 Dependence of coercivity on excitation direction for steel A before and after cold rolling

参考文献

- [1] Effects of Alloying Elements on Impact Properties of Ultra High-Strength TRIP-Aided Bainitic Ferrite Steels, T. Hojo, J. Kobayashi, T. Kajiyama and K. Sugimoto, 津山工業高等専門学校紀要 第 52 号(2011) pp.9-16.
- [2] Fatigue Properties of Nitrogen Added Ultra High-Strength Low Alloy TRIP-Aided Steels, T. Hojo, J. Kobayashi, and K. Sugimoto, Materials Science & Technology 2013 Conference (MS&T'2013) Proceedings.

生分解性ポリマーと酸化鉄からなる複合粒子の発熱特性

岡智絵美、牛丸和乗、堀石七生*、柘植丈治、北本仁孝
(東工大、*べんがらテクノラボ)

Heat generation of composite particles composed of biodegradable polymer and iron oxide
Chiemi Oka, Kazunori Ushimaru, Nanao Horiishi*, Takeharu Tsuge, Yoshitaka Kitamoto
(Tokyo Institute of Technology, *Bengala Techno Lab.)

緒言

磁性ナノ粒子を複合化した薬剤担体は、外部磁場を利用して目的部位までの誘導が可能であることから、標的性を高めた薬剤輸送の担体として期待できる。磁性粒子の中でも、酸化鉄ナノ粒子は生体適合性に優れており、磁気薬剤担体への応用が盛んに研究されている。我々の研究でも、酸化鉄ナノ粒子と生分解性ポリマーとを複合化した、新規磁気薬剤担体の開発を行ってきた¹⁾。磁気薬剤担体は磁気誘導だけでなく、交流磁場印加時における発熱を利用した、温熱治療および薬剤放出制御も期待できる。そこで今回は、これまで作製してきた複合粒子の発熱特性について評価を行った結果を報告する。

実験方法

既報¹⁾に則った方法で作製した、酸化鉄ナノ粒子および複合粒子分散溶液 500 μL を調製し、それぞれの発熱特性および複合化に伴う発熱特性の変化を調べた。交流磁場の発生にコイルを、温度測定に光ファイバー温度計を利用したシステムにより、磁場印加に伴う溶液の温度変化を測定し、それぞれの粒子の発熱を評価した。測定には 2 MHz、3.4 kA/m_{rms} の交流磁場を用い、測定時間は 30 min である。

実験結果

Fig. 1 に示すのは、平均粒子径 8 nm である酸化鉄ナノ粒子を用いて作製した複合粒子の SEM 画像である。複合粒子は生分解性ポリマー粒子コアの周囲に酸化鉄ナノ粒子が集積したコア-シェル型の構造を有している。発熱測定実験には、この複合粒子、および比較のために複合粒子作製に用いた酸化鉄ナノ粒子の分散溶液を使用した。

30 min の交流磁場印加に伴う温度変化を観察した結果を Fig. 2 に示した。いずれの分散溶液でも明らかな温度上昇が観察された。30 min 後の温度上昇は酸化鉄ナノ粒子 14 K および複合粒子 11 K だった。複合粒子形成に伴う発熱特性変化の要因としては、酸化鉄ナノ粒子間相互作用の大きさの変化および酸化鉄ナノ粒子の自由度の変化が挙げられる。発表では、複合粒子分散溶液中に含まれる酸化鉄ナノ粒子の量を明らかにし、複合粒子形成に伴う発熱特性の変化について調査した結果を報告する。

参考文献

- 1) C. Oka, K. Ushimaru, N. Horiishi, T. Tsuge, and Y. Kitamoto, *J. Magn. Magn. Mater.*, **381**, 278 (2015).

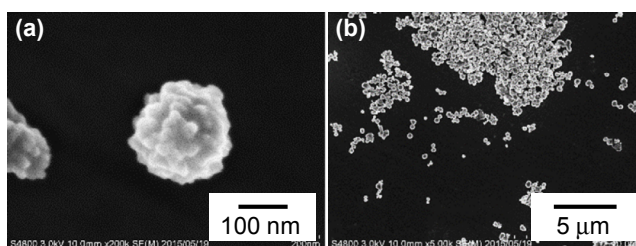


Fig. 1 SEM images of core-shell composite particles (magnification (a) $\times 200,000$ and (b) $\times 5,000$)

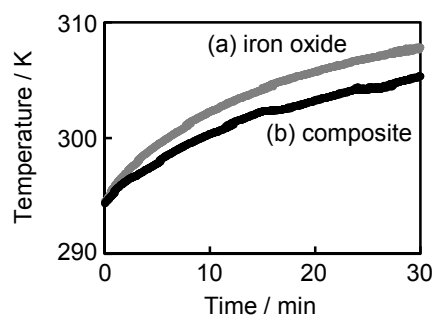


Fig. 2 Temperature changes of suspensions of (a) iron oxide nanoparticles and (b) composite particles in AC magnetic field (2 MHz, 3.4 kA/m_{rms})

磁気ハイパーサーミア用発熱体としての 金めっき球体 LSMC ペロブスカイト試料の作製

赤井勇樹, 中川貴, 前田貢太郎, 清野智史, 山本孝夫
(大阪大学)

Preparation of gold plated LSMC perovskite sphere samples for magnetic hyperthermia
Y. Akai, T. Nakagawa, K. Maeda, S. Seino, T. A. Yamamoto
(Osaka University)

1. 研究背景

磁気ハイパーサーミアとは、交流磁場によって発熱する発熱体を体内に集積あるいは挿入して、体外からの磁場印可により発熱体周辺のみを選択的に加熱し、がん組織を効果的に殺傷する治療法である。磁気ハイパーサーミア用発熱体に求められる性質として以下の7点等が挙げられる、①発熱温度を正確に制御可能、②患部に集積する発熱体の量を正確に制御可能、③磁場強度に対して発熱特性が不変、④印可磁場の向きに対して発熱特性が不変、⑤体内へ容易に挿入可能、⑥弱磁場でも発熱すること、⑦生体適合性を持つこと。先行研究^[1]で既に、①～④を満たす $(La,Sr)(Mn,Cu)O_3$ を報告した。本研究ではさらに⑤～⑦の条件を満たすため、注射で挿入できる1mm以下の球形 $(La,Sr)(Mn,Cu)O_3$ に金をめっきした試料を合成した。金めっきにより、ヒステリシス損失に加え、渦電流損失による発熱も期待でき、金属イオンの溶出も防ぐことができると考えられる。

2. 実験

錯体重合法を用いて $(La,Sr)(Mn,Cu)O_3$ 粉末試料を作製し、アルギン酸ナトリウムを用いた球状ゲル作製方法により直径1mm以下の球状 $(La,Sr)(Mn,Cu)O_3$ 試料を作製した^[1]。得られた試料の組成と構造をプラズマ発光分光分析、X線回折により評価した。また、球状試料に無電解ニッケルボロンめっきを行った後、金の電解めっきを行った。この球状試料の温度-磁化曲線(DC 500Oe)と交流磁場中での発熱特性を測定した。発熱特性の評価実験では、がん腫瘍に模したPAGゲル(1ml)中に球状試料(300mg)を挿入し、1MHzの交流磁場を印可してゲル内の温度を測定した。また、溶出試験として金めっき球状試料を生理食塩水(37°C)に1週間浸し、溶出した金属イオン量をプラズマ発光分光分析により測定した。

3. 結果と考察

プラズマ発光分光分析から、試料の組成は

$La_{0.685}Sr_{0.337}Mn_{0.940}Cu_{0.038}$ であった。また、温度-磁化曲線からキュリー温度は68°Cであった。球状試料の交流磁場中での発熱特性をFig. 1に示す。金めっき前を破線で、金めっき後を実線で示している。金めっき前の試料は15Oe-rmsではほとんど発熱しなかったのに対し、金めっき後の試料は低磁場でも十分な発熱量が得られた。これは金めっきすることで、磁性体のヒステリシス損失に加えて、金の渦電流損失による発熱が発生したためと考えられる。また、溶出試験では、金属イオンはほとんど溶出しなかった。以上のことから、金めっきにより生体適合性と発熱特性が向上したことが示された。

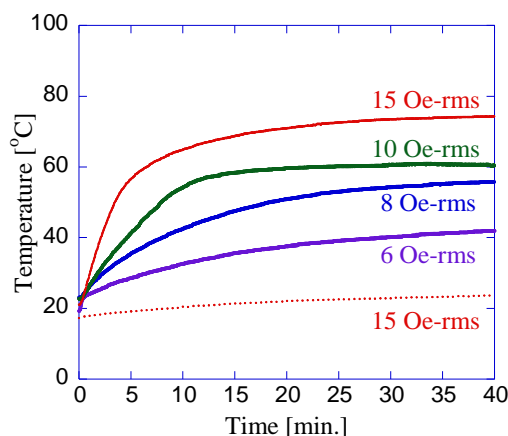


Fig.1 Temperature changes in PAG gel under 1MHz magnetic fields of different strength

参考文献

[1] M. Horiki *et al.*, J. Magn. Magn. Mater. 329 (2013) 49-52.

金属系磁性粒子を用いた高発熱体の磁気特性と医療等への応用

柴田優花¹ 大多哲史¹ 山田 努¹ 深瀬美紀子² 藤田雄一郎² 竹村泰司¹
 (¹横浜国立大学 ²大同特殊鋼株式会社)

Magnetic properties and medical applications of high heating agents using metallic magnetic particles

Y. Shibata¹, S. Ota¹, T. Yamada, M. Fukase², Y. Fujita², Y. Takemura¹

¹Yokohama National University, ²Daido Steel Co., Ltd.

はじめに

がんの温熱治療（ハイパーサーミア）は、傷跡や副作用等の患者負担が軽微な治療法として期待されている。磁性ナノ粒子は、抗体を結合させることによる腫瘍選択性などの機能化や、注射や点滴等による低侵襲な体内への導入といった利点があり、発熱体として広く研究されている¹⁾。しかしながら腫瘍部に集約可能な濃度（重量）の磁性ナノ粒子から温熱治療に十分な発熱を得ることは容易ではなく、高発熱体のさらなる研究開発が求められている。

今回、金属系磁性粒子を作製し、その高発熱特性を含む磁気特性を明らかにしたので報告する。またシート状材料としたときの発熱特性も検討し、ワイヤレスでかつ火気や通電が不要な発熱体として温熱治療以外の用途も期待される。

金属系磁性粒子の磁気損失

がん温熱治療に必要な発熱量やそれを実現するための磁性ナノ粒子の磁気特性及び励磁条件が明確になってきているが²⁾、他方、人体サイズの空間分布を維持しつつ、十分な強度及び周波数の磁界を発生させることも容易ではない。そこで30~50 kHz程度と比較的低周波数領域の励磁でも、高い発熱を示す磁性粒子という観点から本研究を報告する。

作製した材料は、Feを含む金属合金の磁性粒子である。種々の粒径をもつ粒子を作製、評価しており、粒径は、1~10 μm程度の範囲である。Fig. 1に磁化曲線の一例を示す。粉末状のサンプル及びそれをシート状に加工したサンプルの直流磁化特性である。両サンプルとも、 $H=4\text{ kA/m}$, $f=50\text{ kHz}$ の励磁下において25°C程度の発熱が得られた。サンプル形状等が異なるために発熱温度での比較評価は困難であることと、温度測定からSLP (Specific Loss Power)を見積もることの不確かさも指摘されているために³⁾、我々は交流磁化曲線から磁気損失を定量評価している⁴⁾。磁化曲線からシート状サンプルが粒子状サンプルに対して約2.6倍のSLPを示すことがわかった。低励磁条件で高い発熱が期待されることからバイオ医療応用に限らず、さらにシート状という選択肢も存在することで期待される用途等も報告する。

参考文献

- 1) Q.A. Pankhurst, J. Connolly, S. K. Jones, J. Dobson, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **36**, R167 (2003).
- 2) H. Mamiya, B. Jeyadevan: *Sci. Rep.*, **1**, 157 (2011).
- 3) R.R. Wildeboer, P. Southern, Q.A. Pankhurst: *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **47**, 495003 (2014).
- 4) H. Kobayashi, A. Hirukawa, A. Tomitaka, T. Yamada, M. Jeun, S. Bae, Y. Takemura: *J. Appl. Phys.*, **107**, 09B322 (2010).

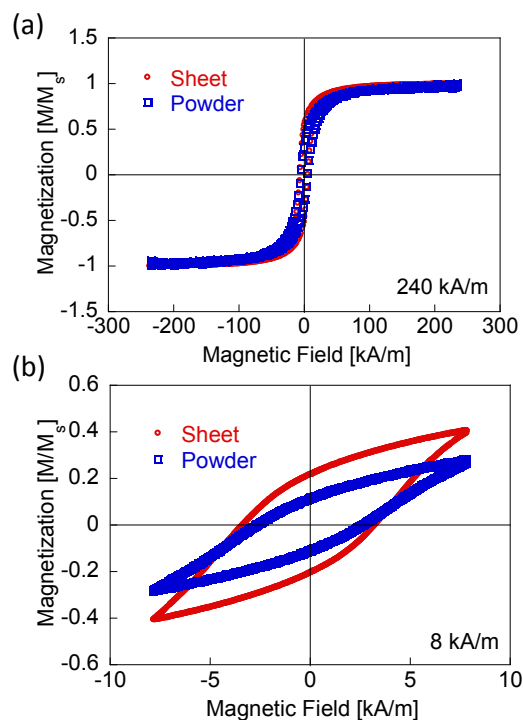


Fig. 1 DC magnetization curves of metallic magnetic particles in powder-state and sheet-state. (a) $H = 240\text{ kA/m}$, (b) $H = 8\text{ kA/m}$.

磁気ナノ粒子の粒径分布および溶媒の粘性が 磁気ハイパーサーミアの発熱効率に及ぼす影響

笹山 瑛由、田邊 一博、辻村 尚貴、吉田 敬、圓福 敬二
(九州大学)

Effect of Size Distribution of Magnetic Nanoparticle and Solvent Viscosity on
Heating Efficiency for Magnetic Hyperthermia

Teruyoshi Sasayama, Kazuhiro Tanabe, Naotaka Tsujimura, Takashi Yoshida, Keiji Enpuku
(Kyushu University)

1. はじめに

ナノサイズの強磁性体である磁気ナノ粒子の表面に、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る。その磁気マーカーを交流磁場で発熱させる、磁気ハイパーサーミアが注目されている。磁気ハイパーサーミアにおける発熱効率は、磁気ナノ粒子の粒径分布に依存するほか、ネール緩和およびブラウン緩和などの緩和時間に依存し、その緩和時間は磁性体のコア粒径や溶液の粘性から影響を受ける。

本研究では、代表的な磁気マーカーである Resovist (富士フィルム RI ファーマ) の他、Resovist より磁気的に分別した MS1 (コア粒径: 21.6 nm)、MS2 (10.7 nm)、MS3 (6.2 nm)¹⁾ に関して、溶媒を水 (液相)、glycerol (半固相)、gypsum (固相) と変更してヒステリシスループの測定を行い、磁気ナノ粒子の粒径分布および溶媒の粘性が磁気ハイパーサーミアの発熱効率に及ぼす影響について検討を行った。

2. 方法²⁾

交流磁場の生成にはリッツ線 (ϕ 0.1 mm, 600 本) を 64 回巻いたソレノイドコイル (内径 20 mm、長さ 40 mm) を用いた。磁化検出には単線 (ϕ 0.2 mm) を 9 回巻いた検出コイルを用いた。磁気ナノ粒子により検出コイルに誘起された電圧を A/D コンバータ (NI PXIe-5122, 100 MS/s) にて取得し、その電圧値を積分することで磁化 M を求めた。磁界 H はシャント抵抗 (N4L, HF006) に流れる励磁電流を計測して求めた。

3. 結果

図 1 に 10 mT (rms)、20 kHz で励起したときの MS1 のヒステリシスループを示す。液相、半固相、固相の順にループ面積が小さくなっている。図 2 に同条件で MS1、MS2、MS3、Resovist を励起したときの SAR (Specific Absorption Rate) 値を示す。MS1、Resovist、MS2、MS3 の順に、また、液相、半固相、固相の順に SAR 値が減少しており、粒径や溶媒の粘性が発熱効率に対して大きく影響を与えることが確認できた。

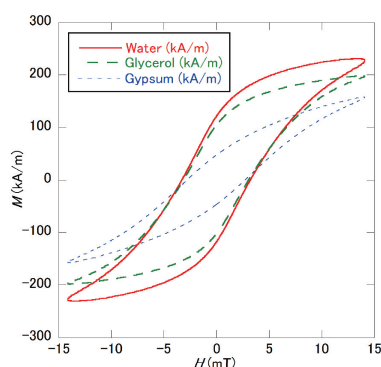


Fig. 1 Hysteresis loop of MS1 at 10 mT (rms).

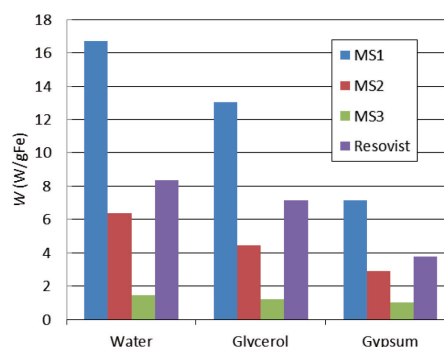


Fig. 2 Effect of viscosity on SAR values for MS1, MS2, MS3, and Resovist at 10 mT (rms).

参考文献

- 1) T. Yoshida, N. B. Othman, and K. Enpuku, J. Appl. Phys. 114, 173908 (2013)
- 2) T. Sasayama, T. Yoshida, K. Tanabe, N. Tsujimura, and K. Enpuku, Proc. Intermag 2015

磁性ナノ粒子の磁気緩和特性とその液中濃度・粘度依存

北口 了一、大多 哲史、山田 努、竹村 泰司
(横浜国立大学)

Relaxation time properties of magnetic nanoparticles and their dependences on density and viscosity
Ryoichi Kitaguchi, Satoshi Ota, Tsutomu Yamada, Yasushi Takemura
(Yokohama National University)

はじめに

現在、磁性ナノ粒子を用いたバイオ医療応用に向けた研究が活発に行われている。既に我々は粒子濃度の異なる液中粒子、及び固体中粒子に関して交流磁化測定を行い、発熱効率の濃度依存性に関する研究を報告しているが^[1]、本研究では液中分散された磁性ナノ粒子について、溶液の粘度および溶液中の粒子濃度が異なる複数のサンプルを用意した。各サンプルについて交流磁化測定を行い、磁気緩和特性及び発熱効率の評価を行った。

実験方法

本実験では、市販されている磁性流体（株式会社シグマハイケミカル、M-300、一次粒径 11 ± 3 nm、二次粒径 52 ± 15 nm のマグネタイト Fe_3O_4 ）を試料として用いた。また、試料、グリセリン、水を任意の比率で混合し同粘度で粒子濃度の違うサンプル、同濃度で溶液粘度の違うサンプルを複数用意し磁気緩和特性の測定、及び濃度・粘度依存特性の測定を行った。印加磁界強度は 4 kA/m とし、直流磁化特性は試料振動型磁力計 (VSM) を用いて測定した。交流ヒステリシス曲線は 300 Hz - 300 kHz で測定を行った。また測定は室温 25°C のもと行った。

実験結果

Fig. 1 に 5 kHz 、 4 kA/m での濃度依存のヒステリシスループを示す。粒子濃度が高くなるに従い、 4 kA/m での磁化の低下が確認できる。

交流磁化測定において、磁性ナノ粒子の発熱量を表す指標として Specific loss power (SLP) というものがある。ここではその SLP を H^2f で割った Intrinsic loss power (ILP) を発熱効率の指標とし、粒子濃度の異なる液中粒子、及び固体中粒子の発熱効率を検討した (Fig. 2)。濃度が高くなるにつれ ILP が減少し、磁気緩和がピークとなる周波数が減少していることが確認できる。これは粒子間の双極子相互作用により磁気モーメントの回転が抑制されたためと考えられる^[2]。

この研究を踏まえ、溶液の粘度を変え磁化特性の測定を行い、発熱効率の評価を行った結果についても報告する。

謝辞: 本研究の一部は JSPS 科研費 26289124 の助成を受けたものです。

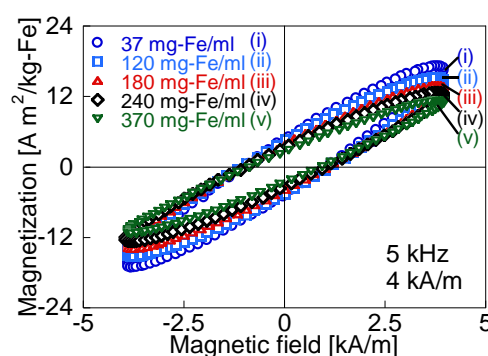


Fig. 1 ヒステリシスループ

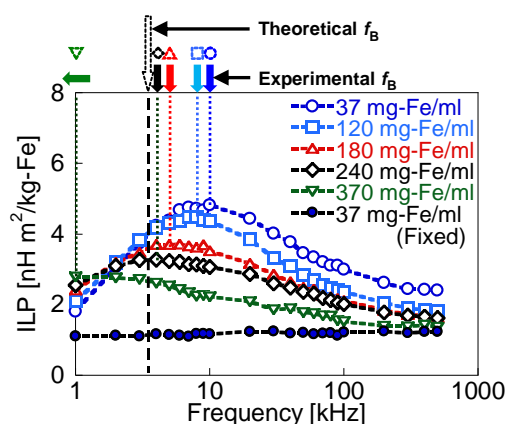


Fig. 2 ILP 周波数特性

参考文献

- [1] S. Ota, T. Yamada, and Y. Takemura *J. Appl. Phys.*, **117**, 17D713 (2015)
- [2] D. Serantes, D. Baldomir, C. Martinez-Boubeta, K. Simeonidis, and M. Angelakeris, *J. Appl. Phys.* **108**, 073918 (2010)

Thermodynamics of magnetic suspensions in correlation with temperature dependence of magnetic susceptibility

S. B. Trisnanto¹, Y. Kitamoto¹

¹Tokyo Institute of Technology, Yokohama 226-8052, Japan

In a thermodynamic circumstance, single-domain magnetic nanoparticles behave uniquely as they can exhibit superparamagnetism at room temperature, followed by spin-glass-like transition at low temperature. Experimentally, these two behaviors can be easily identified from the absence of hysteresis in the field strength-dependent magnetization curve, and the presence of thermo-remanent magnetization in the temperature-dependent magnetization curve, respectively. Maxwell relation additionally describes that the total entropy of such ferromagnetic system decreases with increasing the applied magnetic field (for a given temperature), and it increases with increasing temperature (for a given magnetic field). Referring to this magneto-caloric effect¹⁾, the change of magnetic entropy due to a magnetic field fluctuation is thermodynamically contributable to the temperature rise in magnetic suspension observed during the irradiation of alternating magnetic field. Therefore, understanding thermodynamic processes of dynamically-magnetized magnetic suspension and the corresponding measurable-parameters are of importance in optimizing the heat generation of magnetic nanoparticles used for practical application of magnetic hyperthermia.

The particle movement in fluidic medium, as well as spin fluctuation, is strongly affected by thermal energy in addition to the availability of external magnetic field. For constant magnetic field, increasing temperature will amplify both the random Brownian motions and the spontaneous flipping of magnetic moments, giving rise to a lower magnetization value. A sufficiently-high temperature will completely randomize the magnetic moments so that paramagnetism appears with respect to Bloch's law. Hence, the change of magnetic entropy (i.e. spin entropy) is associable with the temperature-dependent magnetic susceptibility. To investigate the entropy change due to alternating magnetic field, we recorded complex magnetic susceptibility of two types of magnetic suspension containing: sodium α -olefin sulfonate-coated iron oxide nanoparticles (Specimen 1) and carboxydextran-coated iron oxide nanoparticles (Specimen 2) at 30°C to 50°C under 6.5 Oe rms magnetic fields with frequency of 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, and 1000 kHz. We found in both specimens that the decrease of magnetic susceptibility χ in higher temperature was clearly observable at 1 kHz, but increasing frequency of the applied field to 1 MHz resulted in a less temperature-dependence of χ (Fig. 1a). Meanwhile, the gradient of magnetic susceptibility upon temperature $d\chi/dT$ estimated from the linear regression of Fig. 1a further convinces that temperature has a small contribution to the high-frequency relaxation-dynamics in the respective specimens (Fig. 1b). Here, Fig. 1b also means that the change of magnetic entropy is negligible at higher frequency.

Reference

- 1) N. A. de Oliveira and P. J. von Ranke, Phys. Rep., **489** (2010) 89-159.

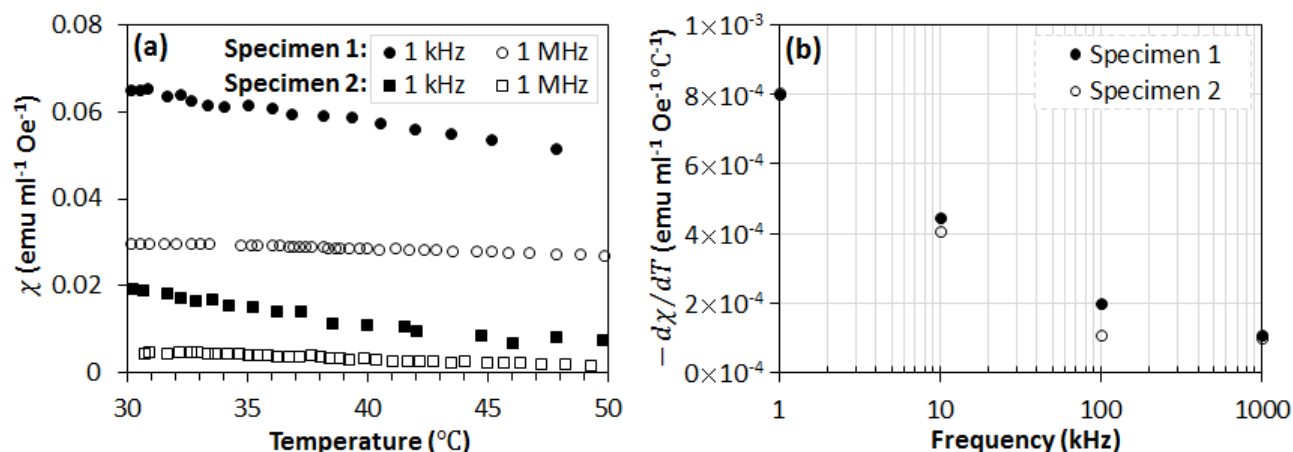


Fig. 1 Measurement result of (a) temperature-dependent magnetic susceptibility and (b) the respective gradient of magnetic susceptibility upon temperature

高密度 FePt ナノドットの形成と電子輸送特性の外部磁場依存性

満行優介、牧原克典、加藤剛志、大田晃生、岩田聡、宮崎誠一
(名大院工)

High-Density Formation of FePt Alloy Nanodots on SiO₂ and Their Electron Transport Properties
Yusuke Mitsuyuk, Katsunori Makihara, Takeshi Kato, Akio Ohta, Satoshi Iwata, and Seiichi Miyazaki
(Nagoya Univ.)

序論

熱酸化 SiO₂ 薄膜上に形成した耐酸化性の高い極薄金属積層膜をリモート H₂ プラズマ処理 (H₂-RP) することにより、合金ナノドットを高密度(面密度: $\sim 10^{11} \text{cm}^{-2}$)一括形成できることを報告している¹⁾。本研究では、ナノドット化しても室温で強磁性を示す L1₀ 規則合金 FePt に着目し、Pt/Fe 極薄積層膜に外部非加熱で H₂-RP 処理を施し、金属原子の表面マイグレーションと凝集を促進することで、FePt 合金ナノドットの高密度・一括形成を試みるとともに、形成したナノドットの外部磁場印加時における電子輸送特性を定量評価した。

実験方法

p-Si(100)基板を 1000°C ドライ酸化により形成した SiO₂ 膜(膜厚 $\sim 3 \text{nm}$)上に、電子線蒸着に Fe (1.4 nm) / Pt (1.7 nm) 二層膜を形成した。その後、外部非加熱で、H₂-RP 処理を行った。磁界中の電子輸送特性は、磁性 CoPtCr コート Si カンチレバー ($H_c \sim 220 \text{Oe}$) を用いて評価した。外部磁場は、試料直下に永久磁石を配置することで、0.5 \sim 4.5 kOe の範囲で変化した。

結果および考察

SiO₂ 膜上の Pt/Fe 積層膜に H₂-RP 処理を施した後の AFM 表面形状像において、ナノドットの形成が認められ、表面形状像から算出した平均ドット高さおよびドット面密度は、それぞれ $\sim 5.0 \text{nm}$ および $\sim 5 \times 10^{11} \text{cm}^{-2}$ であった (Inset in Fig. 1)。また、形成したナノドットの XRD パターンでは、FePt(001) および (002) ピークが明瞭に認められ、L1₀ 相の形成を確認した。Pt 箔で覆った熱電対を用いて、H₂-RP 処理時の温度変化を測定した結果、Pt 表面が $\sim 600^\circ \text{C}$ まで加熱されることから、H₂-RP 処理における加熱によって規則合金化したと解釈できる。形成した FePt 合金ナノドットの面内および面法線方向に外部磁場を印加し、磁化曲線を評価した結果 (Fig. 1)、L1₀-FePt 相の磁気異方性に起因すると考えられる保磁力が観測され、その値は面内および面法線方向で各々 ~ 0.31 , $\sim 0.52 \text{kOe}$ であった。任意ドットの I-V 特性 (Fig. 2) では、無磁場において、Tip バイアス -3V 近傍で電流レベルの増大が僅かながら認められた。磁性コート AFM 探針の磁化方向と同一方向の外部磁場 0.5 kOe を印加した場合、無磁場の場合と比べ、顕著な変化は認められないものの、0.6 kOe 印加では、 -1.5V で大幅に電流レベルが増大し、0.6 kOe 以上の磁場印加では、顕著な変化は認められなかった。一方、同様の手法で形成した CoPt 合金ナノドットでは、印加磁場の増大に伴い、しきい値電圧が徐々に低減することもわかっている。さらに、FePt 合金ナノドットでは、外部磁場 4.5 kOe 印加後、外部ゼロ磁場下 50 分後においても、4.5 kOe の場合と同じ I-V 特性を示した。さらに、探針磁化方向と逆方向に 0.5 kOe 印加した場合でも、4.5 kOe 印加と同様の I-V 特性を示したが、印加磁場 0.6 kOe では、初期の I-V 特性と同程度の電流レベル・しきい値となった。これらの結果から、探針とドットの磁化方向が平行、反平行の場合で I-V 特性のしきい値電圧が大きく変調されると解釈できる。

結論

Fe (1.4 nm) / Pt (1.7 nm) 積層膜への H₂-RP 照射によって、L1₀-FePt 合金ドットを面密度 $\sim 4.8 \times 10^{11} \text{cm}^{-2}$ で高密度形成でき、面法線方向の保磁力は $\sim 0.52 \text{kOe}$ であった。また、外部磁場印加時における FePt 合金ドットの局所電気伝導特性を磁性 AFM 探針を用いて評価した結果、探針と L1₀-FePt ナノドットの磁化方向に依存した電子輸送変化を室温で観測できた。

参考文献

1) K. Makihara et al., Abst. of IC-PLANTS 2012, P-65.

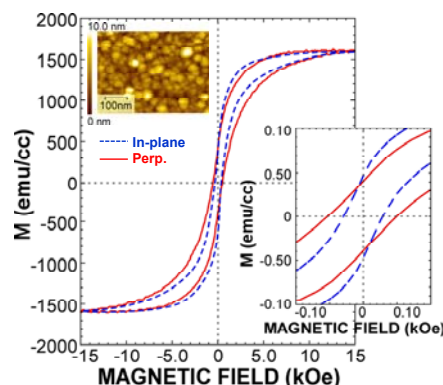


Fig. 1 Hysteresis Loops of FePt-NDs at room temperature. An AFM image of FePt-NDs is also shown in the inset.

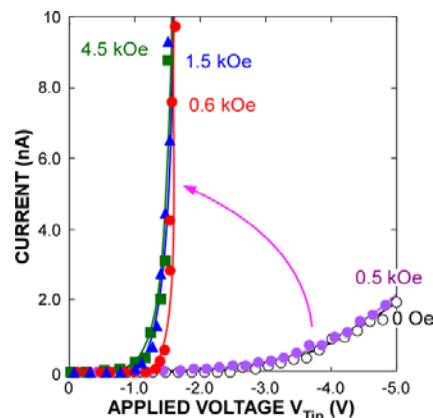


Fig. 2 I-V characteristics of the FePt alloy-NDs with and without magnetic field (0.5 \sim 4.5 kOe) at room temperature.

高密度 FePt ナノドットスタック構造の電子輸送特性

満行優介、牧原克典、加藤剛志、大田晃生、岩田聡、宮崎誠一
(名大院工)

Electron Transport Properties of High Density FePt-NDs Stacked Structures

Yusuke Mitsuyuk, Katsunori Makihara, Takeshi Kato, Akio Ohta, Satoshi Iwata, and Seiichi Miyazaki
(Nagoya Univ.)

序論

熱酸化 SiO₂ 薄膜上に形成した極薄 Pt/Fe 積層膜をリモート H₂ プラズマ(H₂-RP)処理(外部非加熱)することで、L1₀規則合金 FePt ナノドットを高密度(面密度: ~10¹¹cm⁻²)一括形成でき、外部磁場印加時における FePt 合金ドットの局所電気伝導特性を磁性 AFM 探針を用いて評価した結果、FePt ナノドットの磁化方向を反映した電子輸送変化が室温で観測できることを明らかにしている。本研究では、初期膜厚を精密制御することで異なるサイズの FePt ナノドットを形成し、その磁化特性を評価するとともに、サイズの異なる FePt ナノドットを極薄 Si 酸化膜を介して二層スタックした構造において、非磁性 AFM 探針を用いて局所電気伝導特性を評価した。

実験方法

p-Si(100)基板を 1000°C、2%O₂dry 酸化により形成した Si 熱酸化膜(膜厚: ~2.0 nm)上に、EB 蒸着により Fe (0.9~3.6 nm) / Pt (1.1~4.4 nm)を膜厚比一定にして積層した。その後、60 MHz 高周波電力の誘導結合により励起・生成した高密度水素プラズマを用いて、Pt/Fe 積層膜表面に外部非加熱で H₂-RP 処理を施し FePt 合金ナノドットを形成した。サイズの異なる FePt ナノドットの二層スタック構造は、平均高さ 5.1nm の FePt ナノドット形成後、EB 蒸着により SiO_x 薄膜(~2.0nm)堆積を行い、引き続き、Fe (2.3 nm) / Pt (2.8 nm)積層膜成膜後、H₂-RP 処理により平均高さ 7.9 nm の FePt ナノドットを形成した。Si 基板裏面には、Al コンタクト層を蒸着形成した。局所電気伝導特性は、非磁性 Rh コート Si カンチレバーを用いて評価した。外部磁場印加では、試料直下に永久磁石を配置し、0.5~4.5 kOe の範囲で磁界を変化させた。

結果および考察

いずれの Fe/Pt 二層膜厚においても、FePt ナノドットの形成が認められ、室温で保磁力が認められた。また、室温での保磁力を表面形状像から算出した平均ドット高さでまとめた結果(Fig. 1)から、サイズの増加に伴う保磁力の増大が確認できる。この結果をもとに、保磁力の異なる FePt ナノドットを極薄 SiO_x層を介した積層構造(上部ドット: H_{c⊥} ~ 2.5 kOe、下部ドット: H_{c⊥} ~ 0.5 kOe)を形成し、非磁性探針を用いて外部印加磁場中での局所電流-電圧(I-V)特性を評価した(Fig. 2)。初期状態では、Tip バイアス -7.0V 近傍で電流レベルの増大が認められる。これに対し、外部磁場 0.5 および 1.5 kOe 印加した場合は、無磁場に比べ僅かに電流値が減少し(I in Fig. 2)、2.5kOe 以上の磁場を印加した際、大幅な電流レベルの増大・しきい値電圧の低下が認められた(II)。尚、FePt ナノドット単層では、非磁性 AFM 探針を用いた場合、外部磁場有無による I-V 特性の変化は認められない。これらの結果は、I-V 特性が上下のドットの磁化の平行、反平行により大きく変化し、保磁力の小さなドットの磁化状態を制御することで電子輸送の制御が可能であることを示している。

結論

異なるサイズの規則化合金 FePt ナノドットの積層構造の局所電気伝導特性を非磁性 AFM 探針を用いて評価した結果、ナノドットの保磁力差を反映した電子輸送変化を室温で観測できた。

参考文献

1) R. Fukuoka et al., Abst. of MORIS2013, Omiya, We-P-07.

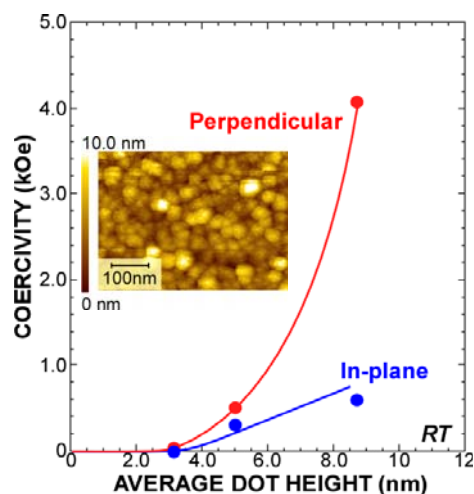


Fig. 1 In-plane and out-of-plane coercivities of FePt-NDs as functions of average dot height. A typical AFM image of FePt-NDs is shown in the inset.

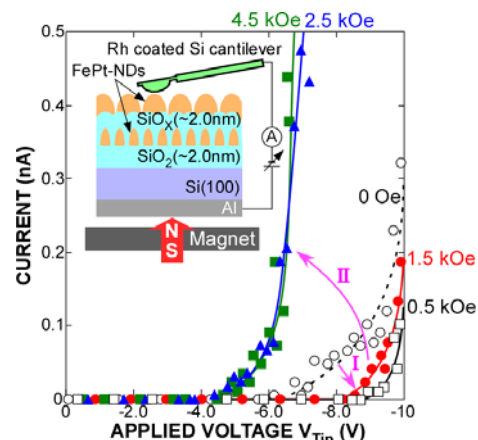


Fig. 2 I-V characteristics of a double stack FePt-NDs sample taken with and without magnetic field (0.5~4.5kOe) at room temperature. Schematic view of an experimental set up for the local I-V measurements is shown in the inset.

擬単結晶 γ' -Fe₄N 薄膜の異常ホール効果

鹿原 和樹¹, 角田 匡清¹, 古門 聡士²
(¹東北大, ²静岡大)

Anomalous Hall effect in pseudo-single-crystal γ' -Fe₄N films

K. Kabara¹, M. Tsunoda¹ and S. Kokado²
(¹Tohoku Univ., ²Shizuoka Univ.)

はじめに

γ' -Fe₄N は、面心立方構造の Fe の体心位置に N 原子が侵入した構造であり、Fe と N の電子軌道混成による伝導電子の負のスピンの極性が報告されている[1]。また、この特徴を反映したインバーストンネル磁気抵抗効果[2]、インバース電流誘起磁化反転[3]、及び負の異方性磁気抵抗効果(AMR) [4]が報告されている。特に AMR 効果では 50K 以下の低温で AMR 比が急激に増大し、30K 以下では AMR 曲線に $\cos 4\theta$ 成分が発現する特異な現象を示している[5]。我々は、AMR 効果と N サイト規則度の関係について調査し、AMR 効果の低温における特異な現象は結晶場効果によるものであると明らかにしてきた[6, 7]。AMR 効果は強磁性体のスピンの軌道相互作用に起因するものであり、異常ホール効果など他の電流磁気効果でも γ' -Fe₄N の特異な磁気伝導特性を観察できることが予測される。それより本研究では、規則度を変化させた γ' -Fe₄N 薄膜の異常ホール効果について検討を行った。

実験方法

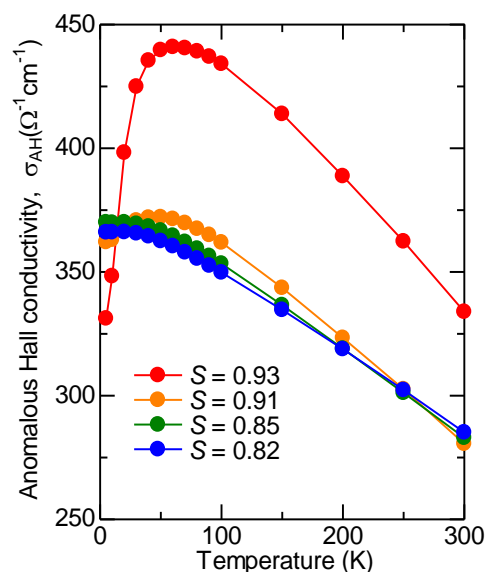
試料の作製にはマグネトロンスパッタ装置を用いて、MgO 単結晶基板上に Fe₄N(50nm)/Ta(2nm)の膜構成で成膜を行った。Fe₄N 層は、Ar+25%N₂の混合ガスによる反応性スパッタ法で形成し、Fe₄N 層成膜直後に真空装置内で 50~300°C の範囲で温度を変化させた加熱処理を施した。室温まで冷却した後、酸化防止層の Ta を成膜した。結晶性評価は X 線回折法(XRD)により行い、Fe₄N(100)、Fe₄N(200)の回折強度比から N サイト規則度(S)を算出した。フォトリソグラフィプロセスとイオンミリングにより、各試料に 0.2mm 幅、7mm 長のホールバーを形成し、異常ホール効果と縦抵抗率の同時測定を直流 4 端子法により行った。

実験結果

図には、異常ホール伝導率($\sigma_{AH} = \rho_{AH} / (\rho_{AH}^2 + \rho_{xx}^2)$)の測定温度依存性を示す。ここで、 ρ_{AH} は異常ホール抵抗率、 ρ_{xx} は縦抵抗率を表している。S = 0.93 の試料では、測定温度が低下するにつれて増大していた σ_{AH} が 50K 以下では急激に減少し、5K では室温における値よりも低くなる現象が起きている。また他の Fe₄N 試料について見てみると、S = 0.91 の試料でも低温における σ_{AH} の減少がわずかに見て取れるが、S = 0.85, 0.82 の試料では低温における σ_{AH} の減少はほぼ見られなくなっていることがわかる。本実験結果は、上述した Fe₄N 薄膜の AMR 効果の低温での特異な現象が、S を低下させた場合に見られなくなっていくこと[6]とよく対応している。すなわち、50K 以下では結晶場分裂による 3d 軌道の縮退解消が顕著となり、軌道角運動量が凍結したことによって、異常ホール伝導率が減少したものと考えられる。

参考文献

- [1] S. Kokado *et al.*, Phys. Rev. B **73**, 172410 (2006)
- [2] K. Sunaga, *et al.*, J. Appl. Phys. **102**, 013917 (2007)
- [3] S. Isogami *et al.*, Appl. Phys. Express **3**, 103002 (2010)
- [4] M. Tsunoda *et al.*, Appl. Phys. Express **2**, 083001 (2009)
- [5] M. Tsunoda *et al.*, Appl. Phys. Express **3**, 113003 (2010)
- [6] K. Kabara, *et al.*, Appl. Phys. Express **7**, 063003 (2014)
- [7] S. Kokado *et al.*, Phys. Status Solidi C **11**, 1026 (2014)



Mn₄N 薄膜の異方性磁気抵抗効果と異常ホール効果

鹿原 和樹¹, 角田 匡清¹, 古門 聡士²
(¹ 東北大, ² 静岡大)

Anisotropic magnetoresistance effect and anomalous Hall effect of Mn₄N films

K. Kabara¹, M. Tsunoda¹ and S. Kokado²
(¹Tohoku Univ., ²Shizuoka Univ.)

はじめに

γ -Fe₄N は fcc Fe と体心位置の N の電子軌道混成により少数スピン電子が主として伝導に寄与し[1]、その結果としてインバーストンネル磁気抵抗 (TMR) 効果[2]、負の異方性磁気抵抗 (AMR) 効果[3]等の特徴的な磁気伝導特性が観測される。 γ -Fe₄N の類型材料である Mn₄N は、fcc Mn の体心位置に N が入ることによりフェリ磁性となり低飽和磁化を示す。加えて薄膜においては垂直磁気異方性[4]が報告されていることから、垂直磁化方式強磁性トンネル接合を用いたスピントロニクスデバイスへの応用が期待できる。本研究では、Mn₄N 薄膜のスピントロニクスデバイス応用に鑑みて、その磁気伝導特性 (AMR 効果及び異常ホール効果) について調査を行った。

実験方法

Mn ターゲットを用いて Ar+8%N₂ の混合ガスによる反応性マグネトロンスパッタ法で MgO 基板上に 100 nm の薄膜を堆積させた。N サイト規則度促進を目的として、堆積直後に成膜装置内で 120~390°C の範囲で温度を変化させて加熱処理を施した。冷却後、酸化防止層として Ta を 2nm 成膜した。X 線回折法 (XRD) を用いて結晶性評価を行い、Mn₄N(110)、Mn₄N(220) の回折強度比から N サイト規則度 (S) を算出した。フォトリソグラフィプロセスとイオンミリングにより、各試料に 0.2mm 幅、7mm 長のホールバーを形成し、直流 4 端子法を用いて AMR 効果及び異常ホール効果の測定を行った。

実験結果

Fig.1 の挿入図に $S=0.94$ の Mn₄N 薄膜の印加磁場角度に対する抵抗変化率を示す。300K では AMR 曲線は $\cos 2\theta$ 形状であり、その符号は正だが 100K 以下では AMR 比が負に変化するとともに、 $\cos 4\theta$ 成分が重畳している。また、Fig.1 は S を変化させた各試料の AMR 曲線から求めた $\cos 2\theta$ ($\cos 4\theta$) 成分のフーリエ係数 C_{20} (C_{40}) の測定温度依存性を示す。 $S=0.94$ の試料では 100K 程度から C_{20} が負へ急激に増大し、150K から C_{40} 成分が重畳している。しかし、 S 低下に伴い、 C_{20} の急激な増大と C_{40} の重畳現象が減衰している。Kokado らによれば C_{40} の出現は結晶場効果によるものであり[5]、 S 低下に伴う C_{40} の減衰は、Mn₄N でも Fe₄N[6] 同様に結晶場効果による AMR の変化が低温で現れたことによると考えられる。Fig.2 に各試料における異常ホール伝導率の温度依存性を示す。 $S=0.94$ では異常ホール伝導率が 150K から急激に減少しているが、 S 低下に伴い 150K 以下の急激な減少が消失している。講演では、低温における異常ホール伝導率の急激な減少と結晶場の相関についても議論する。

参考文献

- [1] S. Kokado *et al.*, Phys. Rev. B **73**, 172410 (2006)
- [2] K. Sunaga, *et al.*, J. Appl. Phys. **102**, 013917 (2007)
- [3] M. Tsunoda *et al.*, Appl. Phys. Express **2**, 083001 (2009)
- [4] Y. Yasutomi *et al.*, J. Appl. Phys. **115**, 17A935 (2014)
- [5] S. Kokado *et al.*, Phys. Status Solidi C **11**, 1026 (2014)
- [6] K. Kabara, *et al.*, Appl. Phys. Express **7**, 063003 (2014)

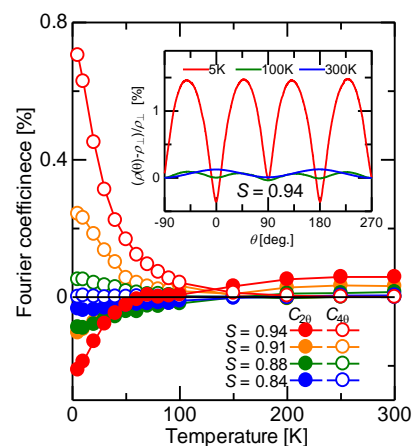


Fig.1 Fourier coefficients for C_{20} and C_{40} determined from the AMR curves (inset).

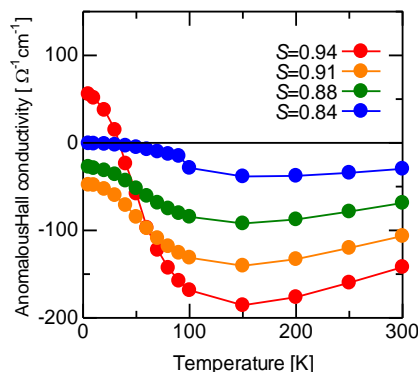


Fig.2 The measurement temperature dependence of anomalous Hall conductivity.

Improvement of MR output in $\text{Co}_2\text{MnGa}_{0.25}\text{Ge}_{0.75}$ Heusler alloy based CPP-GMR devices through composition tuning

S. Li, Y. K. Takahashi, Y. Sakuraba, T. Furubayashi, and K. Hono

National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047, Japan

Many recent investigations have shown that the usage of Heusler alloy is an effective way to enhance the MR output in current-perpendicular-to-plane giant magnetoresistance (CPP-GMR) devices due to its half-metallic nature as predicted by band structure calculations. We have developed highly spin polarized $\text{Co}_2\text{MnGa}_{0.25}\text{Ge}_{0.75}$ full Heusler alloy and achieved large MR output by using it as ferromagnetic electrode in CPP-GMR devices [1]. In our previous study, DO_3 -disorder was found with annealing temperature (T_a) higher than 450 °C in the CoMnGaGe film with the composition of $\text{Co}_{52.7}\text{Mn}_{25.6}\text{Ga}_{6.1}\text{Ge}_{16.5}$. The DO_3 -disorder (Co antics) is thought to decrease the spin polarization of Co-based Heusler alloy based on the band structure calculations [2]. MR output was thus degraded due to the appearance of Co antics in our previously study using CoMnGaGe film. In this work, we report an improvement of MR output in CPP-GMR device by suppressing the Co antics through the composition tuning in CoMnGaGe Heusler alloy.

Epitaxial CoMnGaGe thin films with the composition of $\text{Co}_{46.4}\text{Mn}_{28.8}\text{Ga}_{7.1}\text{Ge}_{17.7}$ (refer to Mn-rich CMGG) or $\text{Co}_{52.7}\text{Mn}_{25.6}\text{Ga}_{6.1}\text{Ge}_{16.5}$ (refer to Co-rich CMGG) were prepared by using $\text{MgO}(100)$ single crystal substrate in ultra-high vacuum magneto-sputtering system. CPP-GMR devices were fabricate through conventional EB lithography and Ar ion milling process. Anisotropy magneto resistance (AMR) measurement was performed in a physics property measurement system (PPMS) and GMR measurement was performed in the CPP-geometry.

Fig. 1 shows AMR as function of T_a in Mn-rich CMGG film and Co-rich CMGG films with thickness of 50 nm, deposited on MgO substrate. The amplitude of negative AMR reaches maximum at $T_a=500$ °C, and then decreases with further increasing T_a . This can be interpreted by the reduction of spin polarization caused by Co antics at high T_a in Co-rich CMGG film, which has been discussed in our previous work [3]. On the other hand, AMR in Mn-rich CMGG film shows monotonic relation with T_a up to 650 °C, which might indicate suppressed Co antics in Mn-rich CMGG film by increasing the concentration of Mn. Fig. 2 shows CPP-GMR output as function of T_a in Mn-rich CMGG film and Co-rich CMGG films based CPP-GMR devices. The Mn-rich CMGG film based CPP-GMR devices show more robust dependence of T_a . It is gives strong evidence of suppressed Co antics in CMGG film thus leading to lager spin polarization. The ΔRA drops at high T_a might be due to the chemical diffusion between Mn and Ag in case of Mn-rich CMGG film based CPP-GMR devices.

[1]Y. K. Takahashi et al, J. Appl. Phys. **113**, 1223901 (2013) [2]S. Picozzi et al, J. Phys.: Condens. Matter, **19**, 315215 (2007) [3]Y. Sakuraba et al, Appl. Phys. Lett. **104**, 172407 (2011)

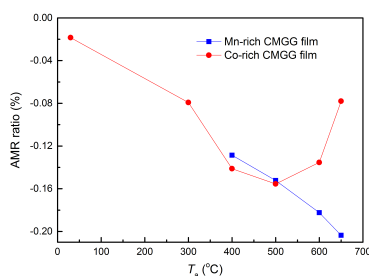


Fig. 1 AMR as function of T_a in Mn-rich (blue square) and Co-rich CMGG (red circle) films.

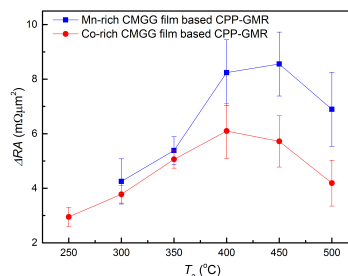


Fig. 2 ΔRA as function of T_a in Mn-rich (blue square) and Co-rich CMGG (red circle) films based CPP-GMR devices.

CPP-GMR devices using $\text{Co}_2\text{Fe}(\text{Ga}_{0.5}\text{Ge}_{0.5})$ full Heusler alloy and a AgZn alloy spacer

NIMS¹, Univ. Tsukuba², °Ye Du,^{1,2} T. Furubayashi,¹ T. Sasaki,¹ Y. Sakuraba,¹ Y. K. Takahashi,¹ K. Hono^{1,2}

The current-perpendicular-to-plane giant magnetoresistance (CPP-GMR) devices with a metallic spacer layer have been considered to be promising for read sensors of ultrahigh density hard disk drives (HDDs). Using a Ag spacer layer, the MR ratios have reached over 50% with the resistance-change area product (ΔRA) reaching 9-12 $\text{m}\Omega \mu\text{m}^2$. However, a room-temperature ΔRA of at least 15 $\text{m}\Omega \mu\text{m}^2$ is required to use CPP-GMR as a read sensor for the areal density of over 2 Tbit/in². In this work, we report a very large MR output obtained from the CPP-GMR devices that use CFGG Heusler alloy as ferromagnetic layers combined with an Ag-Zn alloy spacer.

Fully epitaxial multi-layer stacks of Cr(10)/Ag(100)/CFGG(10)/AgZn(5)/CFGG(10)/Ag(5)/Ru(8) (thickness in nm) were deposited onto (001) MgO single-crystalline substrates at room temperature (RT) by ultrahigh vacuum magnetron sputtering with a base pressure lower than 4×10^{-7} Pa. The CFGG and AgZn layers were deposited from alloy targets. The compositions of the deposited films examined by the induced coupled plasma analysis were $\text{Co}_{47.2}\text{Fe}_{25.9}\text{Ga}_{13.5}\text{Ge}_{13.4}$ and $\text{Ag}_{50.2}\text{Zn}_{49.8}$ (at%). The top CFGG layer was annealed right after deposition with annealing temperature (T_{an}) ranging from 350°C to 630°C. The samples were fabricated into CPP-GMR devices using electron beam lithography and Ar milling. The area of the pillar was measured by scanning electron microscopy. The microstructure was characterized by transmission electron microscopy (TEM).

Intrinsic MR ratio of 25.6% with ΔRA of 10.9 $\text{m}\Omega \mu\text{m}^2$ was obtained in the sample annealed at 350°C and MR ratio of 59.6% with ΔRA of 21.5 $\text{m}\Omega \mu\text{m}^2$ in the sample annealed at 630°C (Fig. 1). The structure of AgZn was found to be B2 in the as-deposited state; however, it changes to fcc after annealing at 350°C. At 630°C, Zn diffuses out of the spacer region (Fig. 2). The diffusion of Zn at 630°C improves the degree of ordering in CFGG, thereby enhancing the MR output. This work shows that the CPP-GMR devices with the AgZn spacer layer are promising for readers for high-density HDDs. The method for obtaining high spin polarization by utilizing the diffusion of Zn would be useful not only for CPP-GMR but also for other spintronic applications.

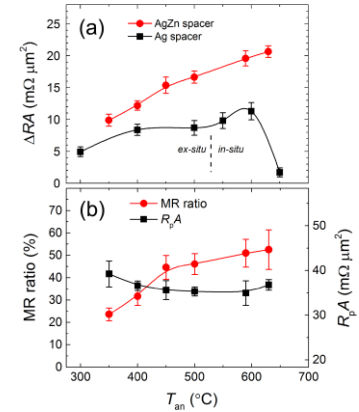


Fig. 1 Annealing temperature dependence of (a) ΔRA for AgZn, Ag spacer and (b) MR ratio and intrinsic $R_p A$ for AgZn spacer.

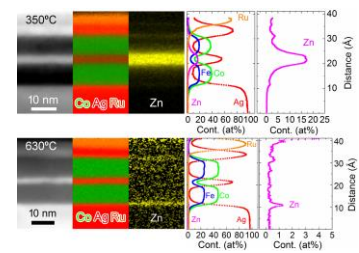


Fig. 2 HAADF-STEM images and EDS mappings for thin film stack of MgO/Cr(10)/Ag(100)/CFGG(10)/AgZn(5)/CFGG(10)/Ag(5)/Ru(8) annealed at 350°C and 630°C.

Magnetization dynamics in mag-flip spin-torque oscillator with Heusler alloy $\text{Co}_2\text{FeGa}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ electrodes for microwave assisted magnetic recording

S. Bosu, H. Sepehri-Amin, Y. Sakuraba, M. Hayashi, and K. Hono

National Institute for Materials Science, Tsukuba, Japan

The main challenges for practical use of microwave assisted magnetic recording (MAMR) for next generation high areal density magnetic recording are development of a mag-flip STO¹⁾ consisting of the in-plane magnetized field generating layer (FGL) and the perpendicular magnetized spin-injection layer (SIL) that is able to generate a large H_{ac} from FGL with a frequency over 20 GHz at small bias current density $J_C < 1.0 \times 10^{12} \text{ A/m}^2$. Solid understanding of underlying mechanism of the large angle out of plane (OPP) mode uniform precession²⁾ is equally essential. In this study we have investigated the oscillation behavior in a mag-flip STO device (Fig. 1(a)) with a 100 nm diameter circular pillar using well established highly spin polarized ferromagnetic Heusler alloy,

$\text{Co}_2\text{Fe}(\text{Ga}_{0.5}\text{Ge}_{0.5})$, for SIL/FGL to reduce J_C . $\Delta R-H_{ex}$ curves with H_{ex} slightly tilted $\theta \sim 7^\circ$ from the film normal are shown in Fig. 1 (b) for different negative dc bias currents I_{dc} . When $|I_{dc}| > 7.5 \text{ mA}$ a sudden jump to the intermediate resistance state at high H_{ex} region appears in the $R-H$ curves, indicating excitation of magnetization dynamics by the reflected spin current from the SIL interface. Fig. 1(c) presents detection of rf signal at $f \sim 12 \text{ GHz}$ with large H_{ex} . In addition, the frequency systematically decreases with reducing H_{ex} following Kittle's equation. The rf frequencies as a function of H_{ex} are also plotted for different I_{dc} in Fig. 1(d). The blue shift of f with increasing I_{dc} at high H_{ex} region indicates detection of OPP mode STO for the bias current density $J_C \sim 0.95$ to $1.15 \times 10^{12} \text{ A/m}^2$, which is close to the limit of desired J_C for practical application.

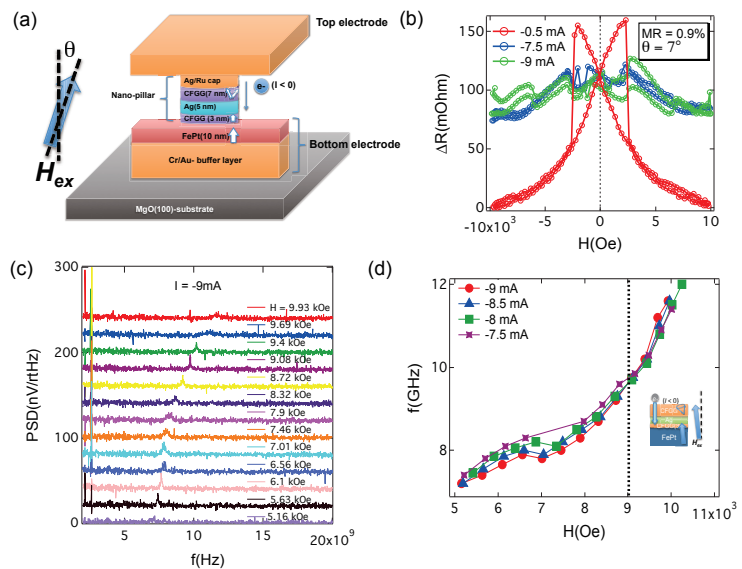


Fig.1: (a) Schematic diagram of the nano pillar STO device structure (b) $\Delta R-H_{ex}$ curves for different I_{dc} , (c) rf spectra at $I_{dc} = -9.5 \text{ mA}$ measured under various H_{ex} , and (d) frequency as a function of H_{ext} for $I_{dc} = -7.5 \text{ mA}$ to -9 mA ($J_C \sim 0.95$ to $1.15 \times 10^{12} \text{ A/m}^2$).

References:

- 1) J. Zhu *et al.*, IEEE Trans. Magn. 44, 125 (2008)
- 2) A. Takeo *et al.*, Intermag Conference 2014 (AD-02),

スピネル障壁層を用いた強磁性トンネル接合膜の作製

佐々木麻季, 角田匡清
(東北大)

Fabrication of magnetic tunnel junction with spinel barrier layer

Maki Sasaki and Masakiyo Tsunoda
(Tohoku University)

はじめに 現在, MgOを障壁層とした強磁性トンネル接合 (MTJ) 素子が盛んに研究されており, 高い磁気抵抗変化率 (TMR比) が得られている. MTJの磁気ヘッド応用には低い面積抵抗積 (RA) が求められるが, CoFe, Fe, Fe₄N等の強磁性電極とMgOの結晶格子が大きなミスフィットを持つため, 障壁層の極薄化が困難であった. スピネル(MgAl₂O₄)はCoFe等の強磁性電極との格子不整合が小さなことからMTJの性能を改善するためにトンネル障壁として近年研究され, これまでに, CoFe/spinel/CoFe-MTJ, Fe/spinel/Fe-MTJ等において100%を超える大きなTMR比が得られている¹⁻³⁾. 我々の研究グループでも, RFスパッタリング法によってスピネル障壁層を形成したMTJで60%を超えるTMR比を得ている⁴⁾. 本研究では, Sukegawaら²⁾の手法に倣い, スピネル障壁層を自然酸化法で形成したMTJを作製し, そのTMR特性の評価を行った.

実験方法 CoFe/Mg₂₂Al₇₈/Oxi/CoFeB-MTJ及びCoFe/Mg/Oxi/CoFeB-MTJを作製した. また, MgとMgAl層の膜厚比を変化させて障壁層の組成の異なるCoFe/(Mg/Mg₂₂Al₇₈)/Oxi/CoFeB-MTJを作製した. MgO単結晶基板に下部CoFe強磁性層をエピタキシャル成長させ, その上に障壁層を形成した. 障壁層は金属膜を成膜した後, ガス圧3Paの純酸素を用い, 酸化時間を50sから200sの間で変化させて自然酸化を行った. 金属膜の合計膜厚は1.1nmとし, 障壁層形成を1回の酸化もしくは膜厚を分割して複数回の酸化により行った. 作製したMTJの磁気特性評価はVSM, TMR特性はCIPTを用いて測定した.

実験結果 Fig.1 に作製したMTJの障壁層の組成に対するTMR比をプロットしたものを示す. Mg₆₀Al₄₀からMg₅₀Al₅₀の付近でTMR比80%程度を確認した. 分割酸化ではMg₇₀Al₃₀付近で40%程度を確認した.

Fig.2は, 作製したMTJの障壁層の組成に対するRAをプロットしたものである. RA値は分割酸化を行った場合の方が少し高くなった. これは, 一度の酸化で酸化しきれていなかったものが, 分割酸化により酸化されたためだと考えられる.

現在, Sukegawaらの報告のような大きなTMR比が得られていない. これは障壁層の結晶化が不十分であることが考えられる. 現在, 分割酸化ごとに真空中赤外線加熱を行うことでTMR比の向上を試みており, 講演会当日発表する予定である.

参考文献

- 1) H.Sukegawa et al., *Appl.Phys.lett.* **96**, 212505 (2010)
- 2) H.Sukegawa et al., *Appl.Phys.lett.* **105**, 092403 (2014)
- 3) B. S. Tao et al., *Appl.Phys.lett.* **105**, 102407 (2014)
- 4) M.Tsunoda et al., *JAP* **177**, 17D703 (2015).

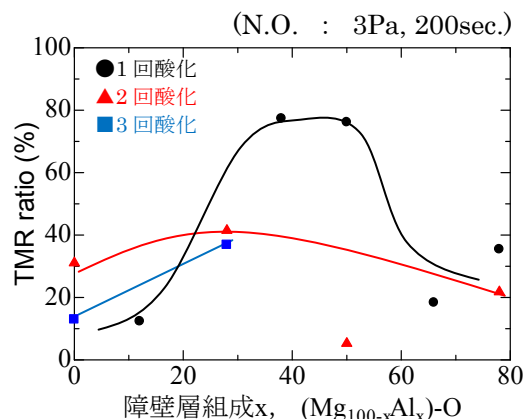


Fig.1 障壁層の組成に対する TMR 比

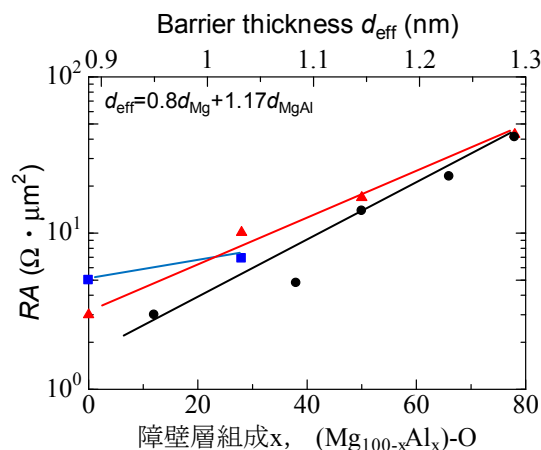


Fig.2 障壁層の組成に対する RA

(Al,Ti)-N 障壁層を用いた強磁性トンネル接合膜の作製

酒井康貴, 小林宗平, 角田匡清
(東北大学)

Fabrication of magnetic tunnel junction with (Al,Ti)-N barrier layer

Yasutaka Sakai, Shuhei Kobayashi and Masakiyo Tsunoda

(Tohoku University)

はじめに 強磁性トンネル接合膜(MTJ)素子を高密度 HDD 用の読み取りヘッドに応用するためには, 低接合抵抗(RA), 高磁気抵抗(MR)比が要求される. 結晶質 MgO を障壁層材料として使用した MTJ の場合には, 成膜直後に真空中加熱を施すことによって MgO 膜厚 0.75 nm で $RA=1.6 \Omega\mu\text{m}^2$, MR 比=210% が得られることを我々のグループでは確認している¹⁾. しかし, MgO 膜厚 0.7 nm 以下では MR 比が急激に減少するため, 膜厚低減によるさらなる低 RA 化は難しく, MgO に代わる新たな障壁層材料の開発が求められている. Zn 添加により MgO のバンドギャップが低下することに着目し, (Mg,Zn)-O を障壁層とした MTJ の報告がされている²⁾が, MgO 障壁層 MTJ に比べて MR 比は低下している³⁾. この原因は Zn の添加により MgO の結晶性が低下し, その結果として Δ_1 電子のコヒーレントトンネルの効果が低減したためであると考えられる. そこで我々は, 第三元素添加によるトンネル障壁高さ低減効果を非晶質または微結晶障壁層によって確認することを考えた. 我々のグループでは非晶質 Al-N 障壁層 MTJ において MR 比=50%, $RA=10^4\sim 10^5 \Omega\mu\text{m}^2$ であることを報告している⁴⁾. また, Ti-N は岩塩型構造の良導体であり, (Al,Ti)-N の結晶構造は Ti 組成 30% 以下では Al-N の結晶構造であるウルツ鉱型構造を保つことが報告されている⁵⁾. そこで本研究では添加第三元素として Ti を選び(Al,Ti)-N 障壁層 MTJ を作製し, その TMR 特性を評価した.

実験方法 試料はマグネトロンスパッタ装置を使用し, 抵抗率測定用(Al,Ti)-N 薄膜, CoFeB/Al-N or (Al,Ti)-N/CoFeB-MTJ を作製した. 抵抗率測定用(Al,Ti)-N 薄膜の形成には Ar と N_2 の混合ガスを用いた反応性スパッタ法, MTJ の障壁層形成には反応性スパッタ法と Al or (Al,Ti)薄膜成膜後のプラズマ窒化法をそれぞれ用いた. MTJ の TMR 特性は CIPT, 結晶構造解析は XRD, 組成分析は XRF, 磁化過程は VSM をそれぞれ使用して評価を行った.

実験結果 Fig.1 に(Al_{1-x}Ti_x)-N 薄膜の抵抗率の Ti 濃度(x)依存性を示す. この結果から, (Al,Ti)-N の結晶構造がウルツ鉱型構造を保つ $x \leq 0.3$ の場合には, Al-N に比べて最大で 2 桁程度の減少が確認できる. また, $x=0.3$ 程度で抵抗率が大きく減少していることは, (Al,Ti)-N の結晶構造が $x=0.3$ を境にしてウルツ鉱型構造から岩塩型構造に変化したためである. Fig.2(a), (b)には MTJ の RA および MR 比の Ti 濃度依存性をそれぞれ示す. Fig.2(a)に示した Ti 濃度による RA の変化は Fig.1 と対応しており, より高 Ti 濃度では RA のさらなる減少が期待できる. 一方, Fig.2(b)からは Al-N に Ti がわずかに固溶することにより MR 比が激減することが分かる. これは窒化前の Al 薄膜に Ti が固溶することで金属結晶粒が微細化した結果, 粒界での窒化が促進され, 下部電極層まで窒化が進行したことが原因であると考えられる. また, 反応性スパッタ法によって作製した(Al,Ti)-N にプラズマ窒化法を施すことによって MR 比が向上した. これは窒化プロセスを変えることで MR 比が向上することを意味しており, MR 比を維持しつつ低 RA 化の実現が期待される.

参考文献 1) S. Isogami *et al.*, Appl. Phys. Lett, **93**, 192109 (2008). 2) Y. Uehara *et al.*, J. Magn. Soc. Jpn., **34**, 311 (2010). 3) Y. Kurosaki *et al.*, 35th MSJ Annual Meeting. (2011). 4) S. Yoshimura *et al.*, Appl. Phys. Lett, **97**, 10C920 (2005). 5) D. Holec *et al.*, Scripta Materialia, **62**, 349 (2010).

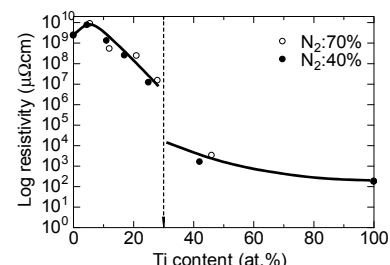


Fig.1 Resistivity of (Al,Ti)-N thin film.

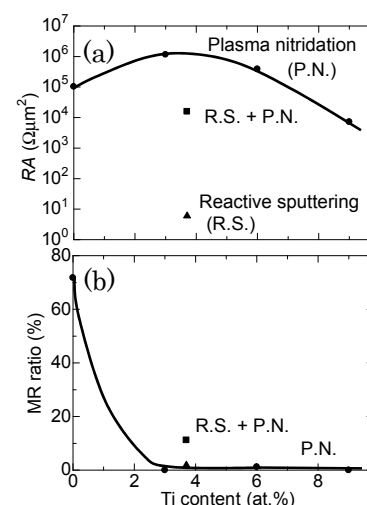


Fig. 2 (a) RA and (b) MR ratio (Al,Ti)-N barrier MTJs.

CoFe₂O₄ を用いた垂直磁化型スピフィルター素子の作製

梶田博樹¹、柳瀬隆²、島田敏宏²、長浜太郎²
(北大院総化¹、北大工²)

Fabrication of perpendicular magnetized spin filter junctions using CoFe₂O₄

H. Kajita¹, T. Yanase², T. Shimada², T. Nagahama²

(Hokkaido Univ. of Graduate school of Chemical Sciences and Engineering¹

Faculty of Engineering, Hokkaido Univ.²)

導入

コバルトフェライト (CoFe₂O₄) は逆スピネル型構造をとっており、比較的大きな磁気異方性、793K の高いキュリー点、そして絶縁体としてよく知られている。このような特性によってスピフィルターのような応用が期待されている。近年、MgO(100)基板上にエピタキシャル成長した CoFe₂O₄ が垂直磁気異方性を有し、高い保磁力を示したという報告がされている¹⁾。L1₀型 FePt 合金のような垂直磁化膜と組み合わせることで垂直磁化型スピフィルターの作製が可能と考えられる。そこで本実験では CoFe₂O₄ の垂直磁化過程の改善を行い、垂直磁化型スピフィルターの作製を試みる。

実験方法

CoFe₂O₄ は MgO(100)基板上に反応性 MBE 法を用いて作製した。膜構成は MgO(100)基板/ Cr (20 nm)/MgO (2 nm) or Pt (3 or 10 nm)/CoFe₂O₄ (t=2-10 nm)/MgO (2 nm)とした。CoFe₂O₄ 層は 4×10⁻⁴ Pa の酸素ラジカル雰囲気下、300°C で Co と Fe の同時二元蒸着のより行った。このとき、リニアシャッターを用いてウェッジ状にした。蒸着後、4×10⁻⁴ Pa の酸素ラジカル雰囲気下で様々な温度(300°C、450°C、600°C)でアニールを行った。エピタキシャル成長は RHEED により、薄膜の表面形状は AFM により確認した。磁気特性は室温において光学磁気カー効果 (MOKE) を用いて測定した。

結果

Pt 上に蒸着し 450°C アニールした CoFe₂O₄ の RHEED 像を図 1 に示す。明瞭なストリークパターンが得られ、エピタキシャル成長していることが確認できた。AFM より平均面粗さは 0.21 nm で平坦性が良いことが分かった。図 2 に CoFe₂O₄ の磁気ヒステリシス曲線を示す。磁場は薄膜に対して垂直に印加した。ヒステリシス曲線より明白な垂直磁化が確認された。面内に印加した場合はヒステリシスが確認されなかった。これより作製した CoFe₂O₄ は垂直磁気異方性を有していることが示唆される。MgO 上に蒸着した CoFe₂O₄ に比べ Pt 上に蒸着した CoFe₂O₄ の方が大きな保磁力を示し、角形比もよくなっていることがわかる。このことから Pt 層を挿入することにより CoFe₂O₄ の垂直磁化過程が改善していることが予想される。また、垂直磁化型スピフィルター素子を作製し、性能を評価する。

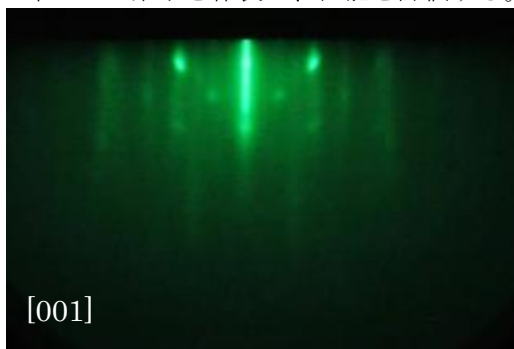


図 1. Pt 上に蒸着した 450°C アニールした CoFe₂O₄ の RHEED 像

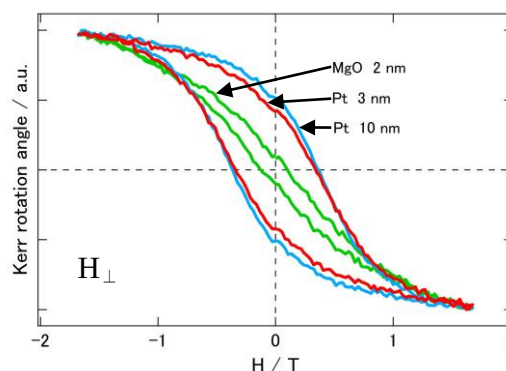


図 2. CoFe₂O₄(t=10 nm)の MOKE 曲線

参考文献

- 1) H. Yanagihara *et al.*, J. Apply. Phys. **115**, 17A719 (2014).

超薄 $\text{Co}_2\text{FeAl}/\text{MgAl}_2\text{O}_4$ エピタキシャル積層構造 を用いた垂直磁化膜の作製

介川裕章、J. P. Hadorn、大久保忠勝、宝野和博、三谷誠司
(物材機構)

Fabrication of perpendicular magnetization films using an ultrathin $\text{Co}_2\text{FeAl}/\text{MgAl}_2\text{O}_4$ epitaxial stack
H. Sukegawa, J. P. Hadorn, T. Ohkubo, K. Hono, and S. Mitani
(NIMS)

はじめに

酸化物層と強磁性層との界面に誘起される強い垂直磁気異方性を利用した垂直磁化膜構造が近年大きな注目を集めている。特にスピン注入書込型磁気ランダムアクセスメモリ (STT-MRAM) への応用にむけて、高いトンネル磁気抵抗 (TMR) 比が得られる MgO バリアと CoFeB を組み合わせた構造が盛んに研究されている¹⁾。また、強磁性体層として Fe^{2+} や Co_2FeAl (CFA) 合金³⁾を用いることによっても MgO との界面に大きな垂直磁気異方性が誘起されることが報告されている。一方、これらの強磁性体と MgO との間には3~4%程度の格子不整合が存在するため、これらの界面においてミスフィット転位や格子ひずみの導入によって構造が乱されうるといった問題がある。 MgAl_2O_4 をベースとするバリアは、MTJのバリア層として高いTMR比が得られることに加え⁴⁾、 MgO に比べ強磁性体との格子不整合を小さくできることから、より理想的な界面構造の作製が期待でき垂直磁気異方性をさらに向上できる可能性を秘めている。本研究ではエピタキシャルCFA超薄膜と MgAl_2O_4 薄膜を積層させることにより大きな垂直磁気異方性が得られたことを報告する。

実験方法

多層膜構造はマグネトロンスパッタ装置を用いて作製し、主な膜構造として $\text{MgO}(001)$ 単結晶基板上にCr層をバッファとして、CFA (t_{CFA}) /Mg (0.2 nm) /MgAl (t_{MgAl}) /Oxidation/Ru保護層 (2 nm) とした。CFA層はCo-Fe-Alの合金ターゲットから成膜を行った。また、MgAl層の酸化にはプラズマ酸化法および自然酸化法を用いた⁴⁾。作製した多層膜は真空中熱処理(熱処理温度 T_{ex})を行った後、VSMを用いて磁気特性評価を室温で行った。また構造解析にはHAADF-STEMを用いた。

実験結果

MgAl層酸化条件を t_{MgAl} に応じて最適化することにより、 $T_{\text{ex}} \geq 200^\circ\text{C}$ で垂直磁気磁化膜が得られた。例として Fig. 1 には、 $t_{\text{CFA}} = 1.0$ nm、 $t_{\text{MgAl}} = 0.45$ nm の膜厚に対し5 Paの酸素雰囲気化で10分間の自然酸化により作製したCFA/ MgAl_2O_4 構造の磁化曲線 ($T_{\text{ex}} = 200^\circ\text{C}$) を示している。この曲線から垂直磁化膜として得られていることがわかる。 $t_{\text{CFA}} = 1.0$ nmを用いた場合、垂直磁気異方性エネルギー K_{eff} は最大 4×10^6 erg/cm³程度と大きな値が得られることもわかった。HAADF-STEM像による解析から作製した積層膜はCFA、 MgAl_2O_4 層とも(001)方位にエピタキシャル成長しており、界面にミスフィット転位がほとんど存在しない格子整合構造が得られていることが確認された。これらの結果は MgAl_2O_4 を用いて高品質な垂直磁化膜構造を実現可能であることを示している。本研究の一部は、革新的研究開発推進プログラム (ImPACT) により委託されて行われた。

参考文献

- 1) 例えば S. Ikeda *et al.*, *Nature Mater.* **9**, 721 (2010). 2) J. W. Koo *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **103**, 192401 (2013). 3) Z. C. Wen *et al.*, *Adv. Mater.* **26**, 6483 (2014). 4) H. Sukegawa *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **105**, 092403 (2014).

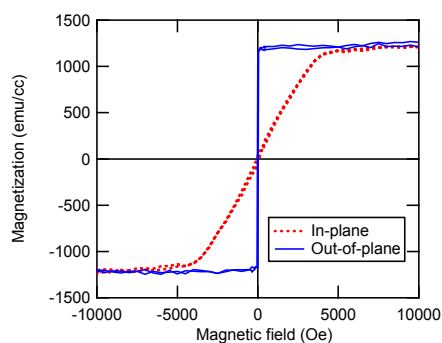


Fig. 1 Magnetization loops for a CFA ($t_{\text{CFA}} = 1$ nm)/Mg (0.2 nm)/MgAl ($t_{\text{MgAl}} = 0.45$ nm)-Ox multilayer annealed at $T_{\text{ex}} = 200^\circ\text{C}$ measured at room temperature.