

中性子小角散乱による Nd-Fe-B 熱間加工磁石の初磁化過程の観察

斉藤耕太郎, 上野哲朗*, 矢野正雄**, 庄司哲也**, 佐久間紀次**, 真鍋明**, 加藤晃**, Elliot P. Gilbert***, 小野寛太
(高エネ研, *物材機構, **トヨタ自動車, ***ANSTO)

SANS observations of initial magnetization process in Nd-Fe-B hot-deformed magnets

K. Saito, T. Ueno*, M. Yano**, T. Shoji**, N. Sakuma**, A. Manabe**, A. Kato**, Elliot P. Gilbert***, K. Ono
(KEK, *NIMS, **TOYOTA Motor Corp., ***ANSTO)

1 はじめに

永久磁石材料の熱消磁状態から飽和磁気状態をつなぐ初磁化曲線には磁化過程を反映した形状が現れることが知られている¹⁾。しかし、初磁化曲線の形状の分類を含む初磁化過程に関するほとんどの研究はマクロな磁化測定及び各種顕微鏡を用いた試料表面の磁区観察に基づくものであり、他の手法を用いた異なる視点からの検証は少ない。中性子小角散乱 (SANS) は、試料内部の平均的な磁気的微小構造に関する情報を得ることのできる実験手法であり、永久磁石材料の磁化反転過程の研究において有用であることがわかっている^{2,3)}。本研究において、我々は Nd-Fe-B 熱間加工磁石の初磁化過程における試料内部の平均的磁区構造の変化を明らかにするため SANS 実験を行い、熱消磁状態から飽和磁化状態までの磁気的 SANS 強度の磁場依存性を測定した。

2 実験方法

熱間加工法により合成した Nd-Fe-B ナノ結晶磁石 ($\mu H_c = 1.8$ T)、及び Nd-Cu 合金と Pr-Cu 合金を Nd-Fe-B ナノ結晶粒間に浸透させた Nd-Cu 浸透磁石 ($\mu H_c = 2.2$ T)、Pr-Cu 浸透磁石 ($\mu H_c = 2.3$ T) をそれぞれ 0.14, 0.2, 0.2 mm の厚さに加工した試料を用いた。SANS 実験は Bragg Institute (ANSTO) の研究用原子炉 OPAL ガイドホールに設置された QUOKKA にて実施した。

3 結果および考察

図 1 に Nd-Fe-B 熱間加工磁石 (標準試料) と Pr-Cu 浸透磁石の熱消磁状態 (0 T) と飽和磁化状態 (10 T) の SANS パターンを示す。Nd-Cu 浸透磁石は Pr-Cu 浸透磁石とほぼ同様の測定結果を示したため省略した。熱消磁状態では試料内部に容易軸方向に伸びた磁壁が大量に存在していることから、両試料ともに容易軸と垂直な方向にこの磁壁に由来する磁気散乱が強く出ている。一方、飽和磁化状態では磁壁はほぼ消失し磁気散乱が非常に弱くなるため、c 面方向に扁平な主相のナノ結晶構造による核散乱を反映した楕円形が現れている。図 2 に示した容易軸と垂直な方向の SANS 強度の磁場依存性には、磁場印可による磁壁の消失に伴って磁気的 SANS 強度が減少していく様子が捉えられている。Pr-Cu 浸透磁石には標準試料にはないプラトーが現れており、これは Cu 合金の浸透の有無により磁化過程が異なることを示している。このプラトーは、浸透材により主相粒が磁気的に分離され粒間の磁壁の結合が弱くなったことで粒内で磁壁が移動しやすくなっていると考えることで説明できる。

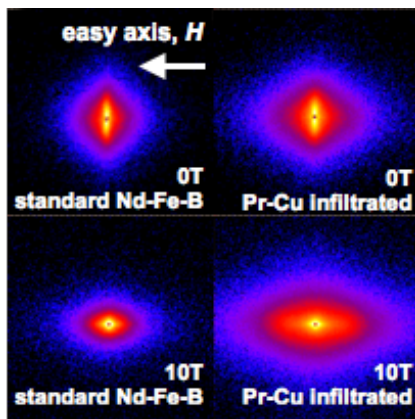


Fig. 1 SANS patterns of Nd-Fe-B hot-deformed magnet and Pr-Cu infiltrated magnet.

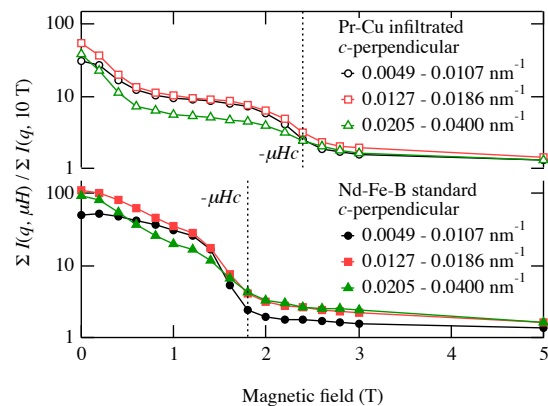


Fig. 2 Magnetic field dependence of SANS intensities for different Q ranges.

4 謝辞

本研究の一部は、文部科学省の委託事業である元素戦略磁性材料研究拠点 ESICMM の支援を受けて遂行された。

References

- 1) J. M. D. Coey, "Magnetism and Magnetic Materials", Cambridge University Press, (2009).
- 2) T. Ueno *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2103104 (2014).
- 3) K. Saito *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **117**, 17B302-5 (2015).

中性子小角散乱による Nd-Fe-B 熱間加工磁石の磁化反転過程の観察

上野哲朗^{1,2}, 斉藤耕太郎², 矢野正雄³, 原田雅史⁴, 庄司哲也³, 佐久間紀次³, 真鍋明³, 加藤晃³, Uwe Keiderling⁵, 小野寛太²
 (1) 物材機構, (2) 高エネ研, (3) トヨタ自動車, (4) 豊田中研, (5) HZB)

Observation of magnetization reversal process in Nd-Fe-B hot-deformed magnets by small-angle neutron scattering

T. Ueno^{1,2}, K. Saito², M. Yano³, M. Harada⁴, T. Shoji³, N. Sakuma³, A. Manabe³, A. Kato³, U. Keiderling⁵, K. Ono²

(¹NIMS, ²KEK, ³Toyota Motor Co., ⁴Toyota Central R&D Labs., ⁵HZB)

1. はじめに

高保磁力の磁石材料の開発はハイブリッド自動車・電気自動車のモーター用材料として望まれている。Kronmüller のモデルでは保磁力は $H_c = \alpha H_a - N_{\text{eff}} M_s$ として記述される。保磁力 H_c は異方性磁界 H_a 、飽和磁化 M_s 、微細構造によるパラメータ α 、及び有効反磁場係数 N_{eff} により決まる。Nd₂Fe₁₄B は高い異方性磁界と飽和磁化を示すため、Nd₂Fe₁₄B 系磁石は広く用いられているが、高温での保磁力低下が問題となる。そこで一部の Nd を Dy で置換して保磁力を増大させている。しかしながら重希土類である Dy は資源的な偏在性による供給不安のリスクがあるため、Dy 使用量の削減や Dy フリー磁石材料の開発が急務となっている。Nd₂Fe₁₄B 主相粒のサイズを小さくすることで Dy 置換なしで保磁力が増大することが知られている。Nd-Fe-B 熱間加工磁石は直径数 100 nm 程度の Nd₂Fe₁₄B 主相粒で構成されており、主相粒間に Nd-Cu や Pr-Cu の共晶合金を浸透することで保磁力が増大する。本研究では保磁力の微視的機構を明らかにするため、Nd-Fe-B 熱間加工磁石の磁化反転過程での中性子小角散乱 (SANS) 実験を行った。SANS は中性子の磁気散乱能と高い透過能力を利用してバルク磁石材料の結晶粒サイズ、粒界、磁区構造などの平均内部情報を得ることができる実験手法である。

2. 実験方法

試料には Pr-Cu 浸透量の異なる Nd-Fe-B 熱間加工磁石 (保磁力はそれぞれ浸透なし: 1.46 T、4% 浸透: 2.07 T、20% 浸透: 2.64 T) を用いた。SANS 実験はドイツ HZB の研究用原子炉 BER-II の小角散乱ビームライン V4 で行った。試料の平均的な c 軸方向に平行に外部磁場を印加し、SANS 強度の磁場依存性を調べた。

3. 結果および考察

Fig. 1(a) に磁場垂直方向の SANS 積分強度の磁場依存性を示す。磁場垂直方向の磁気散乱強度は磁場方向に平行な磁壁からの散乱を観測している。それぞれの磁場での積分強度を +5 T での積分強度で規格化しているため、磁気散乱強度の相対的な大きさを示している。積分強度は粒径 ($d = 160\text{--}300\text{ nm}$) に対応する q 範囲と粒径以下のサイズに対応する q 範囲でとった。浸透なし試料、Pr-Cu 浸透試料いずれも +5 T から磁場を弱めるとともに強度が増大し、保磁力において極大となる。その後逆磁場の増大と共に強度が減少する。これは保磁力近傍の狭い磁場領域で逆磁区が一気に生成していることを示唆する。さらに Pr-Cu 浸透量と共にピーク強度自体と、粒径以下 d /粒径相当 d ピーク強度比が減少する。これは浸透なし試料では粒内に磁壁が入った多磁区の割合が多いのに対して、Pr-Cu を浸透することで単磁区の割合が増加することを示唆する。Fig. 1(b) に保磁力での相対磁気散乱強度の d 依存性の Pr-Cu 浸透量による変化を示す。ピーク位置がそれぞれ浸透なし: $d \sim 100\text{ nm}$ 、Pr-Cu 4%: $d \sim 200\text{ nm}$ 、Pr-Cu 20%: $d \sim 400\text{ nm}$ であり、Pr-Cu 浸透量と共に高 d 側にシフトする。このピーク位置は平均的な磁壁間の距離に対応すると考えられるため、Pr-Cu 浸透量と共に磁壁間距離が増加していることを意味する。以上のように Pr-Cu 浸透によって単磁区率及び平均磁壁間距離が増加することがわかった。

謝辞

本研究は文部科学省の委託事業である元素戦略磁性材料研究拠点の支援を受けて実施された。試料作成は高効率モーター用磁性材料技術研究組合の支援のもと行った。SANS 実験は HZB で実施された (課題番号 MAT-04-2110)。

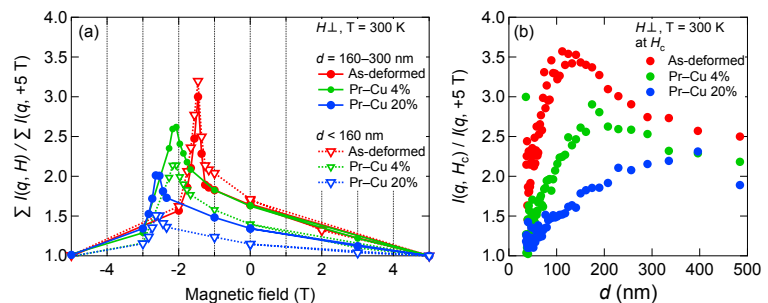


Fig. 1 Pr-Cu infiltration dependence of (a) integrated SANS intensities along the magnetic-field perpendicular direction¹⁾ and (b) SANS intensity at the coercive force normalized by the SANS intensity at +5 T for Nd-Fe-B hot-deformed magnets.

References

- 1) T. Ueno *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2103104 (2014).

Coercivity enhancement of hot-deformed Nd-Fe-B magnets by the eutectic grain boundary diffusion process

Lihua Liu^{ab}, H. Sepehri-Amin^a, M. Yano^c, A. Kato^c, T. Shoji^c, T. Ohkubo^a, and K. Hono^{ab}

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

^bGraduate School of Pure and Applied Sciences, University of Tsukuba, Tsukuba 305-8577, Japan

^cToyota Motor Corporation, Advanced Material Engineering Div., Susono 410-1193, Japan

Hot-deformed Nd-Fe-B magnets have high anisotropic microstructure composed of ultrafine grains that is comparable with single domain size of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ phase [1], indicating that they have the potential for higher coercivity. Coercivity, as extrinsic property, can be improved via modifications of grain boundary structure or its chemistry [2,3]. Nd has eutectic reactions with various types of Nd_xM_y compounds, where M includes Al, Cu, Ga, Zn, Mn, Co, Ni, and Fe. However, only a few eutectic systems, Nd-Cu and Pr-Cu, were explored for the eutectic grain boundary diffusion process [4]. In this work, we applied the low-melting-point eutectic alloy grain boundary diffusion process to 2 mm thick hot-deformed Nd-Fe-B magnets to adjust intergranular phase composition to achieve complete magnetic isolation.

Hot-deformed magnets with the composition of $\text{Nd}_{13.2}(\text{Fe,Co})_{\text{bal}}\text{B}_{4.7}\text{Ga}_{0.5}$ (at.%) in $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$ size were used as the starting materials. The eutectic grain boundary diffusion was carried out by coating the magnets with melted eutectic alloy ribbons, followed by heat treatment at proper temperature for 1 hour. The microstructures of the samples were studied using SEM/FIB (Carl ZEISS 1540EsB), TEM (Titan G2 80-200).

Demagnetization curves of the hot-deformed and diffusion-processed magnets of different heights are shown in Figure 1. After the heat treatment at 700°C for 1 h by $\text{Nd}_{90}\text{Al}_{10}$ diffusion process, coercivity can be increased from 1.26 T to around 2.45 T; by $\text{Nd}_{70}\text{Cu}_{30}$ diffusion process satisfactory magnetic property for the diffusion-processed sample can also be obtained, with coercivity of 2.26 T (Fig. 1a). However, NdAl-diffused magnets exhibited a poorer temperature dependence of coercivity than that of NdCu-diffused magnets. We find the good isolation between $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ grains provided by the intergranular Nd-rich phase compared with hot-deformed magnets (Fig.2) Based on SEM and detailed TEM results, the mechanism of coercivity enhancement as well as the thermal stability of the hot-deformed Nd-Fe-B magnets by grain boundary diffusion process will be discussed.

This work was in part supported by JST, CREST.

Reference

- [1] R. W. Lee, E. G. Brewer, and N. A. Schaffel, IEEE Trans. Magn. **21**, 1958 (1985).
- [2] H. Nakamura, K. Hirota, M. Shima, T. Minowa, M. Honshima, IEEE Trans. Magn. **41**, 3844 (2005).
- [3] H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, T. Nishiuchi, N. Nozawa, S. Hirose and K.Hono, Acta Mater, **63**, 1124 (2010).
- [4] H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, S. Nagashima, M. Yano, A. Kato, T. Shrefl and K.Hono, Acta Mater, **61**, 6622 (2013).

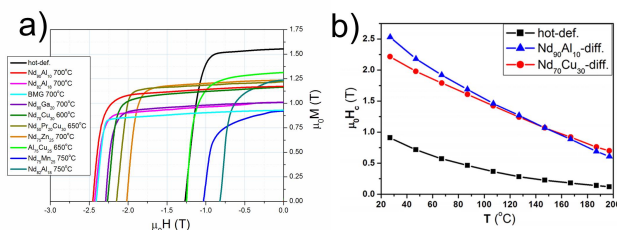


Fig.1 Demagnetization curves of the hot-deformed and diffusion-processed magnets a); temperature dependence of hot-deformed, NdAl-diffused and NdCu-diffused magnets b).

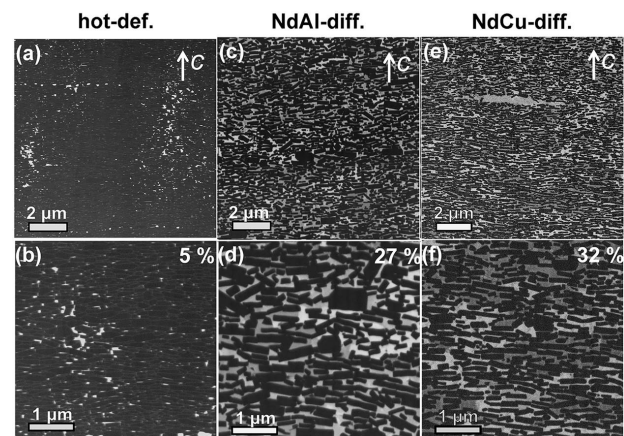


Fig.2 BSE-SEM images of the hot-deformed (a,b), NdAl-diffused(c,d) and NdCu-diffused magnets (e,f) with c-axis in-plane.

Effect of metallic glass infiltration on the coercivity and microstructure of Nd-Fe-B hot-deformed magnets

U.M.R. Seelam¹, L.H. Lihua¹, T. Akiya¹, H. Sepehri-Amin¹, T. Ohkubo¹, M. Yano², N. Sakuma², A. Manabe², A. Kato² and K. Hono¹

¹Elements Strategy Initiative Center for Magnetic Materials (ESICMM)

National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305-0047, Japan

²Advanced Materials Engineering Division, Toyota Motor Corporation, Susono 410-1193, Japan

Anisotropic hot-deformed Nd-Fe-B magnets have variety of high temperature applications such as servomotors and electric power steering motors. In order to raise their coercivity, grain boundary infiltration process using low melting eutectics, for example Nd-Cu and Nd-Dy-Cu was employed [1]. The binary eutectic of Nd-Cu is at 520 °C. In order to keep the infiltration temperature lower, and to possibly form an amorphous phase in the intergranular regions, further low melting alloy is preferred. In an attempt to realize the above, in the present work, a Nd-based bulk metallic glass (Nd-BMG) alloy with a nominal composition of Nd₆₀Al₁₀Ni₁₀Cu₂₀ (at.%) [2] was used for infiltration. The glassy alloy has a melting point at 481 °C, one of the lowest of all the Nd-based alloys. The study was extended to Pr-BMG (Pr₆₀Al₁₀Ni₁₀Cu₂₀) as well. The infiltration process was carried out at different temperatures between 600 and 700 °C. The resultant coercivity increased from 1.1 T up to 2.8 T (Fig.1), which is the highest value of coercivity achieved so far for the bulk magnets that do not contain the expensive heavy rare-earth elements Dy or Tb. High temperature coercivity also showed improvement (Fig.2). Formation of an amorphous phase in many intergranular regions was the most interesting feature of the microstructure (Fig.3). With detailed microscopic observations, crystallinity and chemistry of the intergranular phases were studied. After crystallization studies, it was found that coercivity does not majorly depend upon the crystallinity of the intergranular phase.

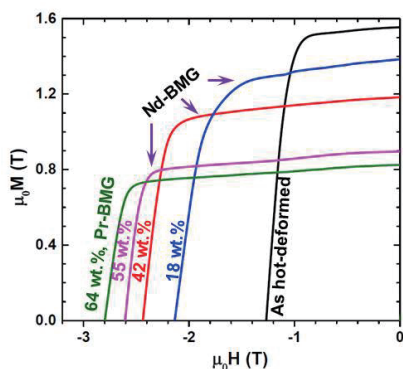


Fig.1: Magnetization curves before and after infiltration process

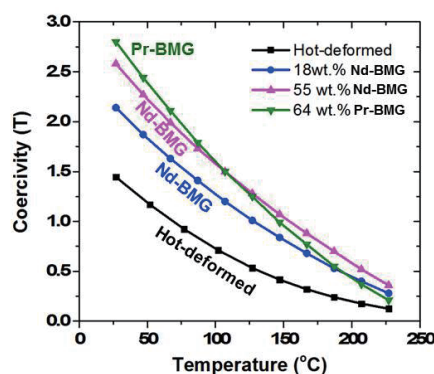


Fig.2: Temperature dependence before and after infiltration process

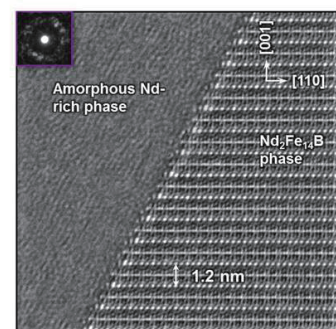


Fig.3: Amorphous grain boundary phase formation beside Nd₂Fe₁₄B phase

References:

- 1) H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, S. Nagashima, M. Yano, T. Shoji, A. Kato, T. Schrefl, K. Hono, *Acta Materialia* 61 (2013) 6622–6634
- 2) Q. Luo, W.H. Wang, *Journal of Non-Crystalline Solids* 355 (2009) 759–775

Nd-Cu 拡散処理をした熱間加工ネオジム磁石の FORC 法解析

蓬田貴裕¹, 菊池伸明¹, 岡本聡^{1,2}, 北上修¹, 秋屋貴博², H. Sepehri-Amin²,
大久保忠勝², 宝野和博², 日置敬子³, 服部篤³
(東北大学¹, ESICMM, NIMS², 大同特殊鋼(株)³)

FORC diagram analysis on hot-deformed Nd-Fe-B magnets with and without Nd-Cu diffusion process
T. Yomogita¹, N. Kikuchi¹, S. Okamoto^{1,2}, O. Kitakami¹, T. Akiya², H. Sepehri-Amin²,
T. Ohkubo², K. Hono², K. Hioki³, and A. Hattori³
(¹Tohoku Univ., ²ESICMM, NIMS, ³Daido Steel Co. Ltd.)

1. はじめに

First order reversal curve (FORC) 法は、磁性体の磁化反転に関する詳細な解析を行う上で有効な手法の一つである¹⁾。Preisach モデルに従うと、FORC ダイアグラムの解析を行うことにより保磁力と粒子間相互作用の分散の定量評価が可能である。これまでに多くの磁性体試料に対して適用がなされ、Nd-Fe-B 焼結磁石に対しての報告もなされている²⁾。しかしながら、その FORC ダイアグラムの結果は、Preisach モデルが予測するものとは大きく異なり、非常に複雑な磁化過程が示唆された。焼結磁石では、粒子サイズや形状のばらつきが大きく、これらの影響と磁化過程の影響の切り分けは容易ではない。一方、熱間加工磁石では、c 面に平行な薄いプレート状粒子が緻密に配列した構造を有している。本研究では、熱間加工 Nd-FeB 磁石の FORC 測定を行った結果について報告する。Nd-Cu 拡散処理 (grain boundary diffused, GBD) と未処理 (as-hot-deformed, AHD) 試料を用いた³⁾。

2. 実験方法

熱間加工 Nd-FeB 磁石は 3 mm × 4 mm、厚さが 0.3 mm 程度の薄板に切り出して測定を行った。c 面は板面に平行である。反磁界係数は回転楕円体近似で約 0.87 となる。測定には VSM を用いたが、最大印加磁場が 2.4 T であり室温では十分に試料を飽和させることができないため、150 °C で測定を行った。

3. 結果と考察

Fig. 1 に GBD 試料の FORCs を示し、Fig. 2 (a), (b) に AHD と GBD の FORC ダイアグラムの結果を示す。2 つの試料の保磁力は 150 °C で 0.3 T (AHD) と 0.7 T (GBD) と大きく異なるが、両者の FORC ダイアグラムは類似したパターンが得られ、縦軸方向に大きく伸び、横軸方向の狭いものとなった。この結果は保磁力分散が小さく、相互作用場が非常に大きいことを表している。この相互作用場は当然ながら反磁界を含むものであり、保磁力分散と相互作用場分散を定量的に評価するため、反磁界を平均場として扱う moving Preisach モデルを用いた解析を進めている。

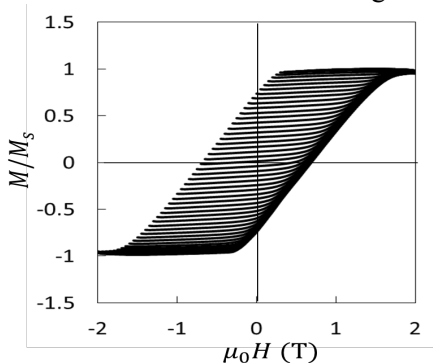


Fig.1. FORCs of GBD magnet

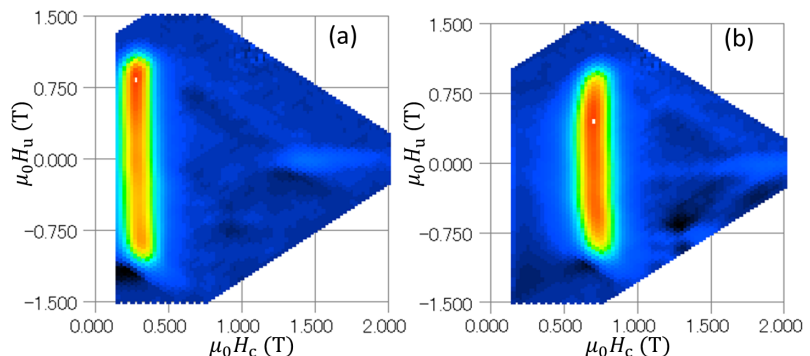


Fig.2. FORC diagrams of (a) AHD and, (b) GBD magnets

4. 参考文献

- 1) C. Pike et al., J.Appl.Phys. **85**, 6660 (1999)
- 2) T. Schrefl et al., J.Appl.Phys. **111**, 07A728 (2012)
- 3) T. Akiya et al., Scripta Materialia **81**, 48 (2014)

Nd リッチ Ga 添加 NdFeB 系焼結磁石の熱処理温度による組織および保磁力の変化

高田幸生、佐藤岳、佐々木泰祐*、大久保忠勝*、宝野和博*、加藤晃**、金子裕治、
(豊田中央研究所、*物質・材料研究機構、**トヨタ自動車)

Changes of microstructure and coercivity by annealing temperature for Nd-rich Ga-doped NdFeB sintered magnets

Y. Takada, T. Sato, T. Sasaki*, T. Ohkubo*, K. Hono*, A. Kato**, Y. Kaneko
(TOYOTA CENTRAL R&D LABS., INC., *National Institute for Materials Science,
**Toyota Motor Corporation)

はじめに

NdFeB 系焼結磁石において、Dy の添加・拡散に替わる保磁力の向上技術が検討される中、原料組成の調整により既存の作製プロセスでも高い保磁力を発現する Dy フリー磁石が報告されている^(1,2)。この磁石の特徴としては、Ga 添加によって、一般的な Nd-rich 相に加えて新たに $\text{Nd}_6(\text{Fe}, \text{M}(\text{= Al, Cu, Ga}))_{14}$ 相が粒界に形成されている点であり、焼結後の熱処理を施すことにより高い保磁力が得られると報告されている。

そこで本研究では、Nd リッチ Ga 添加 NdFeB 系焼結磁石について、熱処理温度を変えた場合の $\text{Nd}_6(\text{Fe}, \text{M})_{14}$ 相の生成状態と保磁力の関係を解析した。

実験方法

焼結磁石の原料合金には、昭和電工製のストリップキャスト合金(24.6Nd-7.87Pr-0.85B-0.13Cu-0.92Co-0.35Al-0.53Ga-Bal.Fe (mass.%))を用いた。約 $5.2 \mu\text{m}$ に微粉碎した粉末を成形・焼結することで磁石を作製した。

作製した磁石には、真空中で加熱温度 $400\sim 1000^\circ\text{C}$ 、保持時間 1 時間の熱処理を施し、磁気特性および微細組織を室温で評価した。

結果

図 1 に、作製した磁石の熱処理温度による保磁力の変化を示す。焼結直後の保磁力に対して、 $480\sim 700^\circ\text{C}$ の広範囲で 17 kOe 以上の高い保磁力を示した。 700°C 以上では熱処理温度の上昇に伴って保磁力は減少した。

図 2 に、熱処理を施した磁石の反射電子像を示す。保磁力が低い焼結直後では、粒界に Nd, Pr を 50 at.% 以上含む (Nd, Pr)-Fe-Ga 相(図中の■)および (Nd, Pr) 酸化物相(▲)が主として観測された。一方、高い保磁力を示した $480\sim 700^\circ\text{C}$ では三重点において $(\text{Nd, Pr})_6(\text{Fe, Ga})_{14}$ 相(●)の生成が確認された。特に、 600°C の場合では主相粒子間における $(\text{Nd, Pr})_6(\text{Fe, Ga})_{14}$ 相の生成が顕著となり、粒子の孤立化が促進した。しかし、保磁力が低下する 750°C では粒界に $(\text{Nd, Pr})_6(\text{Fe, Ga})_{14}$ 相は確認されず、焼結直後と同様に (Nd, Pr)-Fe-Ga 相および (Nd, Pr) 酸化物相が生成された。

以上から、Nd リッチ Ga 添加 NdFeB 系焼結磁石の保磁力の向上には、粒界における $(\text{Nd, Pr})_6(\text{Fe, Ga})_{14}$ 相の生成が寄与し、 $480\sim 700^\circ\text{C}$ の熱処理でその効果が顕著であることが明らかになった。

参考文献

- 1) 長谷川ら, 粉体粉末冶金協会春季大会予稿集, 202 (2013).
- 2) 山崎ら, 日本金属学会春季講演大会予稿集, S7-21 (2014).

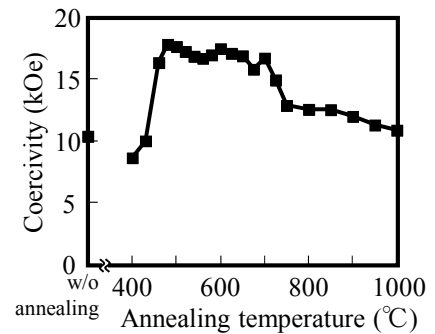


Fig. 1 Change of coercivity as a function of annealing temperature for the Ga-doped NdFeB magnets.

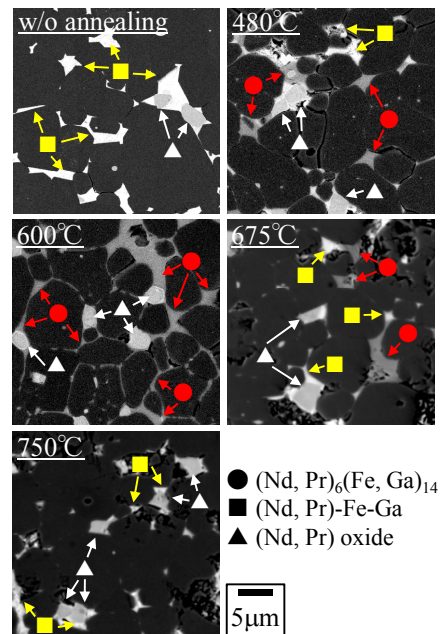


Fig. 2 Back scattered electron (BSE) images of the Ga-doped NdFeB magnets annealed at $480\sim 750^\circ\text{C}$.

Nd リッチ Ga 添加 Nd-Fe-B 磁石の微細組織解析

佐々木泰祐、大久保忠勝、高田幸生**、佐藤岳**、加藤晃***、金子裕治**、宝野和博
物質・材料研究機構、株式会社豊田中央研究所**、トヨタ自動車株式会社***

Microstructure characterization of Nd-rich Ga-doped Nd-Fe-B sintered magnet

T.T. Sasaki, T. Ohkubo, Y. Takada, T. Sato, A. Kato, Y. Kaneko, K. Hono

National Institute for Materials Science, Toyota Central Research Institute, Toyota Motor Corporation

はじめに

Nd-Fe-B 系磁石において、主相である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相のサイズやその配向度、2 粒子粒界に形成される Nd リッチ粒界相は、保磁力の向上を図る上で重要な組織因子であることは良く知られている。最近、Nd リッチ組成で、Ga を添加した Nd-Fe-B 系磁石において高い保磁力が得られることが報告されたが、その要因として、商用の Nd-Fe-B 系磁石にはみられない $\text{Nd}_6\text{Fe}_{14}$ 系の相の粒界 3 重点への形成が示唆されている^(1,2)。

本研究では、この Nd リッチ Ga 添加 Nd-Fe-B 系磁石中に存在する副相、および 2 粒子粒界に形成される Nd リッチ粒界相の構造、ケミストリーを SEM、TEM を用いて観察し、保磁力向上の要因について検討した。

実験方法

供試材として、昭和電工製のストリップキャスト合金($\text{Fe-24.6Nd-7.87Pr-0.85B-0.13Cu-0.92Co-0.35Al-0.53Ga}$ (wt.%) を原料合金として用いた焼結磁石を用いた。真空中で 480°C 、保持時間 1 時間の熱処理を施し、熱処理前後の微細組織を SEM (Carl-Zeiss Cross Beam 1540sB)、TEM (FEI Titan G2 80-200) を用いて観察した。

結果

熱処理によって、供試材の保磁力(μ_0H_c)は 1.0T から 1.8T まで向上した。焼結まま材において、2 粒子粒界への Nd リッチ粒界相の形成は確認されなかったが、図 1(a)の反射電子像に示す通り、熱処理後の試料の 2 粒子粒界には Nd リッチ粒界相が形成されていた。図 1(a)中の矢印で示す粒界相を、TEM を用いて観察すると、粒界相の幅は約 20nm 程度で(図 1(b))、商用ネオジム磁石において形成されるそれよりも非常に厚い。また、EDS マップ(図 1(c))中の黒線で示した領域から得た濃度プロファイル(図 1(d))からもわかる通り、この粒界相の Nd 濃度は 80at.% と、商用磁石に形成される Nd リッチ粒界相に比べて Nd 濃度が著しく高い。また、この Nd リッチ粒界相は Ia-3 構造を有しており、隣接する Nd リッチ相と同様の構造を有する。よって、熱処理による非磁性の Nd リッチ粒界相の形成が熱処理による高保磁力化の主要因であると結論できる。

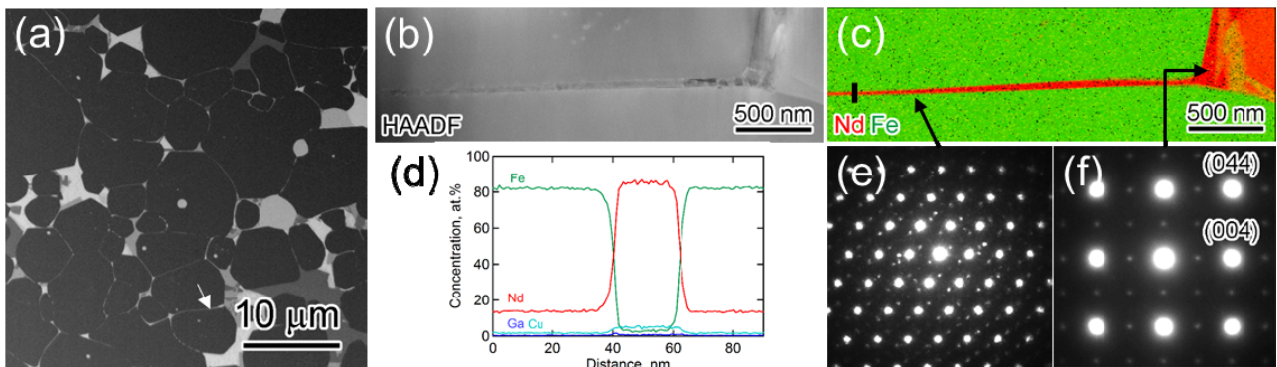


図 1 (a)熱処理材の反射電子 SEM 像、(b), (c): (a)中の矢印で示す Nd リッチ粒界相の HAADF-STEM 像、および Nd, Fe マップ。(d): (c)中の黒線部から得た濃度プロファイル、(e), (f): 粒界相、および Nd リッチ相より得られた電子線回折像。

参考文献

- 1) 長谷川ら、粉体粉末冶金協会春季大会予稿集, 202 (2013)
- 2) 山崎ら、日本金属学会春季講演大会予稿集, S7・21 (2014)

Grain boundary/Interface modification of Nd-Fe-B sintered magnets by low melting temperature Nd-TM (TM : Cu, Al, Zn) alloys

H. Sepehri-Amin¹, T. Ohkubo¹, Y. Kaneko², Y. Takada², A. Kato³, and K. Hono¹

¹Elements Strategy Initiative Center for Magnetic Materials, NIMS, Tsukuba 305-0047, Japan

²Toyota Central Research Institute, 41-1, Nagakute, 480-1192, Japan

³Toyota Motor Corporation, Advanced Material Engineering Div., Susono 410-1193, Japan

One way to enhance the coercivity of Nd-Fe-B sintered magnets with minimum use of Dy is known to be Dy diffusion process [1]. In this process, microstructure of Nd-Fe-B sintered magnets is modified to (Nd,Dy)₂Fe₁₄B shell and Nd₂Fe₁₄B core region. The mechanism of the coercivity enhancement in Dy-diffusion processed magnets has been reported to be increase of magnetocrystalline anisotropy field, $H_a = 2K_i/M_s$, at the Dy-rich shell region [2]. Our finite element micromagnetic simulation studies have shown that the main reason for the coercivity enhancement by Dy diffusion process is reduction of saturation magnetization of Dy-rich shell region with a comparable magnetocrystalline anisotropy constant to the core region. In addition, coercivity of Dy-diffusion processed Nd-Fe-B sintered magnets cannot be enhanced unless Nd₂Fe₁₄B grains are enveloped by a Nd-rich grain boundary phase. In this talk, we will present our efforts on how to reduce the saturation magnetization of the surface region of Nd₂Fe₁₄B grains by introduction of a non-ferromagnetic element at the surface of Nd₂Fe₁₄B grain combined with grain boundary modifications of large grain sized Nd-Fe-B sintered magnets.

Porous Nd-Fe-B sintered magnet which was partially sintered at 950°C with a composition of Nd_{14.5}Fe_{79.1}B_{5.97}Al_{0.37} (at.%) was selected as starting material. The average grain size in the porous Nd-Fe-B sintered magnet was ~6μm. The magnet was covered by various Nd-TM (RE : Nd, TM : Cu, Al, Zn, ...) powders followed by heat treatment at a temperature range of 550°C-800°C for 1-3h. The magnetic properties of the samples were measured using a SQUID-VSM. Microstructure of the samples were analyzed using SEM/FIB (Carl Zeiss 1540EsB) and TEM (Titan G2 80-200).

Nd-Cu diffusion process on porous Nd-Fe-B sintered magnets just enhanced the coercivity from 0.4 T to 1.3 T. This obtained coercivity is much lower than that of Nd-Cu diffusion processed hot-deformed Nd-Fe-B magnets with a coercivity of 2.3 T. Back scattered electron (BSE) SEM observations showed that Nd-Cu phases remain at the triple junctions as isolated Nd and NdCu grains rather than infiltration into the grain boundaries of ~6μm grain sized sintered magnets. However, diffusion process of porous sintered-magnet using Nd₈₂Al₁₈ alloy led to the coercivity enhancement from 0.4 T to 1.45 T. Fig. 1 shows SEM-BSE image of Nd-Al diffusion processed sintered magnet. A thick Nd-rich phase was formed at the grain boundaries. Composition analysis of the grain boundary phase showed that this phase is free from Fe and Co suggesting that the grain boundary phase is non-ferromagnetic. Al was found to diffuse into the surface of Nd₂Fe₁₄B grains and substitute for Fe forming Nd₂(Fe,Al)₁₄B shell and Nd₂Fe₁₄B core microstructure as shown in EDS maps in Fig. 1. Diffusion of Al into the Nd₂Fe₁₄B grain and its substitution for Fe decreases saturation magnetization of the surface region leading to the enhancement of the anisotropy field locally at the surface of Nd₂Fe₁₄B grains [3]. Although achieved coercivity in this work is just 1.45 T which is not as high as small grain sized Nd-Fe-B sintered magnets or Dy-diffusion processed Nd-Fe-B sintered magnets, the obtained microstructure can shed a light for development of a new process as a substitute for Dy-diffusion process to enhance the coercivity of Nd-Fe-B sintered magnets.

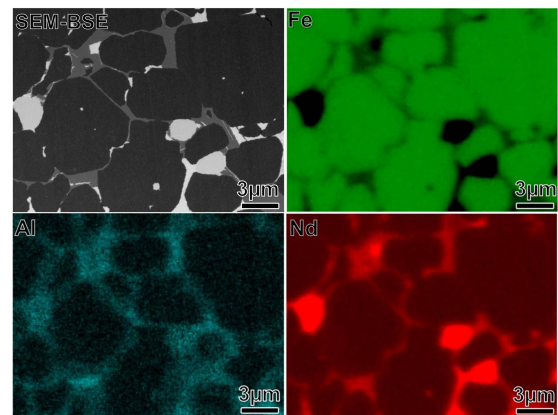


Fig. 1. Back scattered electron (BSE) SEM and EDS maps of Fe, Al, and Nd obtained from grain boundary and interface modified sintered Nd-Fe-B magnets. Nd₂(Fe,Al)₁₄B shell region can be found on the surface of Nd₂Fe₁₄B grains.

[1] K. T. Park, et al. Proceedings of the 16th workshop on rare-earth magnets and their applications, Sendai; 2000. p. 257–64.

[2] H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, K. Hono, Acta Mater. 61 (2013) 1982.

[3] W. Rodewald et al. IEEE Trans. Magn. MAG-24 (1988) 2, 1638.

Accurate measurement of hysteresis curve for Nd-Fe-B sintered magnet with superconducting magnet-based vibrating sample magnetometer

H. Nishio^{* **}, K. Machida^{**}, and K. Ozaki^{***}

(^{*}Research Institute for Measurement of Magnetic Materials, ^{**}Division of Applied Chemistry, Osaka Univ., ^{***}National Institute of Advanced Industrial Science & Technology)

Introduction

In recent years, there has been growing interest in the developments of a new measuring system for the hysteresis curve of large voluminal rare-earth magnets. There still remain some problems such as decrease in the maximum field (H_m), the magnetization distortion, and the drift in the hysteresis graph (HG) method, and the eddy current effect in the pulsed-field magnetometer (PF) method [1-3]. Therefore, we made the most use of a superconducting magnet (SCM)-based vibrating sample magnetometer (VSM). We compared the SCM-VSM method with the HG and PF methods to obtain accurate magnetic properties of Nd-Fe-B sintered magnets with very high coercivity (H_{cJ}) (≥ 2.1 MA/m).

Experiment

The sample was magnetized with an H_m of 5.6 MA/m. The inner diameter of SCM used for NbTi wire is 50 mm. The time for the measurement of a hysteresis curve was approximately 2.5 h. The applied field (H_{ex}) uniformity within 0.1% was 14 mm diameter sphere volume in the center of SCM. Magnetization (J) was calibrated at 1.0 MA/m by using the saturation magnetization of a Ni (99.9%) whose size was the same as that of sample. H_{ex} was calibrated by the nuclear magnetic resonance. The accuracy was better than $\pm 1\%$ after calibration for both J and H_{ex} . Particular attention was paid to accurate correction of demagnetizing field (H_d) for the cylindrical sample with diameter (D) of 10 mm and length (L) of 14 mm using a magneto-metric demagnetizing factor (N_m) depended on the differential susceptibility (dJ/dH_{ex}) [3, 4].

Results and Discussion

It was essential that the longer L of the sample be magnetized uniformly for these methods [3]. Fig. 1 shows the hysteresis and dJ/dH_{eff} curves of Nd-Fe-B sintered magnet with L -to- D ratio (L/D) of 1.4 for the SCM-VSM method, where H_{eff} is the effective field. These curves were corrected for the H_d . The definition of N_m was generally limited to $dJ/dH_{ex} \approx 0$. However, N_m was considered to be the functions of L/D and dJ/dH_{ex} [4]. The values of dJ/dH_{ex} in the hysteresis curves were 0.01-5.40 Tm/MA ($= 10^{-6}$ H/m) in the study. N_m of the cylindrical sample with $L/D = 1.4$ for the SCM-VSM method is obtained by $0.240 - 0.037 \log(1 + dJ/dH_{ex})$ on the condition of $0 \leq dJ/dH_{ex} \leq 10$ [4]. Table 1 shows the magnetic properties obtained from these methods for Nd-Fe-B sintered magnet. The squareness (H_k/H_{cJ}) obtained from PF method was much smaller than that of SCM-VSM method. It was suitable for the measurement of hysteresis curve for large voluminal rare-earth magnet.

Acknowledgement This 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). The authors thank Mr. K. Tamakawa and Mr. N. Sasaki of Tamakawa Co., Ltd., for providing a SCM-VSM system.

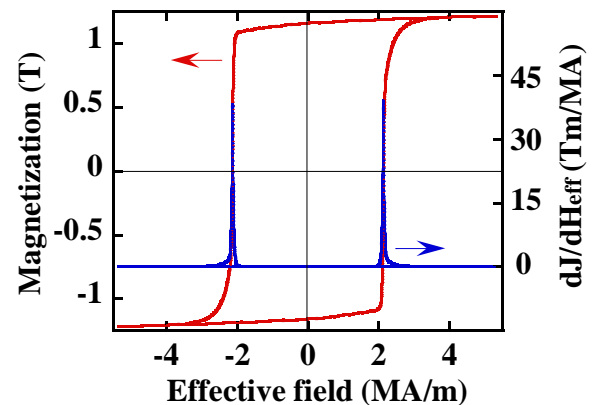


Fig. 1 J - H_{eff} and dJ/dH_{eff} curves of Nd-Fe-B sintered magnet.

References

- [1] L. Ludwig et al., *IEEE Trans. Magn.*, **38**, 211, 2002.
- [2] C. H. Chen et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **320**, L84, 2008.
- [3] H. Nishio, *IEEE Trans. Magn.*, **48**, 4779, 2012.
- [4] D. X. Chen et al., *IEEE Trans. Magn.*, **27**, 3601, 1991.

Table 1 Magnetic properties of Nd-Fe-B sintered magnet ($D = 10$ mm, $L = 14$ mm) measured by PF, HG, and SCM-VSM methods.

Method	Correction	J_m / B_r (T)	H_{cB} (MA/m)	H_{cJ} (MA/m)	H_k / H_{cJ}	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	dJ/dH_{eff} near H_{cJ} (Tm/MA)
PF	Ref. [3]	1.22 / 1.15	0.89	2.10	0.919	256	17
HG	Ref. [3]	1.21 / 1.18	0.90	2.03	0.941	268	12
SCM-VSM	Eq. of N_m	1.22 / 1.16	0.90	2.13	0.963	263	38

重希土化合物による Nd-Fe-B 焼結磁石の還元拡散粒界改質と磁気特性

大和玄弥、鄭 成賢、町田憲一
(大阪大工)

Reductive Diffusion Grain Boundary Modification for Nd-Fe-B Sintered Magnets using Heavy Rare Earth Compounds and Their Magnetic Properties

G. Yamato, S.-H. Jung, K. Machida
(Osaka Univ.)

はじめに

高保磁力成分である Dy や Tb を、融点が低く熱拡散させ易い粒界部を通して磁石内部へ熱拡散させる粒界改質法は、磁化を低下させることなく保磁力を優先して向上できるため、従来の製法では得られない高い磁化と保磁力とを併せもつ Nd-Fe-B 焼結磁石を実現できる [1]。特にこの場合、Al 等の異種元素をさらに添加することで、より効率よく Dy や Al を当該磁石内部に拡散導入することが可能となる。本研究では、 DyF_3 または TbF_3 を LiAlH_4 で加熱還元剤する粒界改質法を Nd-Fe-B 焼結磁石に適用し、磁化と保磁力との関係を調べたので報告する。

実験方法

用いた焼結磁石は信越化学工業(株)社製 N52 ($\text{Br}=1.43\text{T}$ 、 $\text{H}_{\text{c}j}=960\text{ kA/M}$ 、 $(\text{BH})_{\text{max}}=378\text{ kJ/m}^3$)で、使用に先立ち $3 \times 3 \times 2.8\text{ mm}^3$ に切断した。これらに対して、 DyF_3 または TbF_3 に適当量の LiAlH_4 と CaH_2 と混合して作製したスラリー状を表面に被覆し、 950°C 前後で 4 時間加熱後、引き続き 550°C で 2 時間アニール処理を施した。得られた磁石の磁気特性はパルス型磁化測定装置を用いて調べた。

結果と考察

図 1 は予備実験として、 TbF_3 と LiAlH_4 、 CaH_2 とを $700\sim 900^\circ\text{C}$ で 2 時間反応させた後の XRD パターンである。図より温度の上昇と共に、 Tb_3Al_2 合金に対応するピーク強度が増加することが分かる。同様の結果は DyF_3 の場合でも見られた。

他方、混合スラリーで表面に所定量の DyF_3 または TbF_3 を塗布した磁石片を 950°C 前後で加熱することで、保磁力が効果的に増大することが明らかになった。これを明確にするために、別途所定の温度で加熱した粉末 (図 1 参照) を粉砕してスラリーとしたものを、Nd-Fe-B 焼結表面に所定量塗布し、 950°C で 4 時間加熱処理した資料の減磁曲線を図 2 に示す。図より、 700°C から 950°C で予め加熱した各粉末とも保磁力が効果的に向上していることが分かる。しかし、明確に Tb_3Al_2 合金に帰属できるピークが観察されていない 700°C の粉末でも保磁力が向上しており、保磁力の向上が Tb_3Al_2 合金の形成によるかどうかは検討を要する。

参考文献

[1] 例えば、町田、李、金属、78 (2008) 760 など。

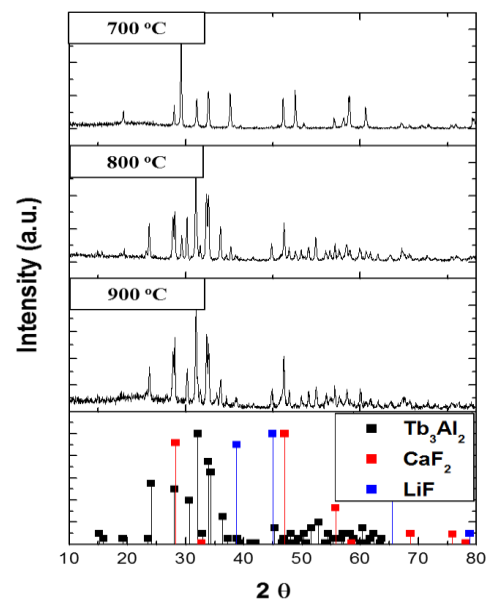


Fig. 1 XRD patterns for the Nd-Fe-B magnet pieces treated by a mixture of TbF_3 , LiAlH_4 , and CaH_2 powders.

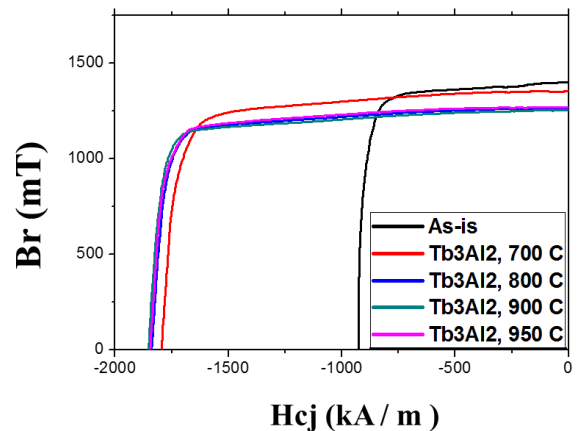


Fig. 2 Demagnetization curves for the Nd-Fe-B magnet pieces treated by a mixture of TbF_3 , LiAlH_4 , and CaH_2 powders.

走査型軟X線 MCD 顕微鏡によるネオジム焼結磁石の磁区観察

中村哲也^{*,**}, 小谷佳範^{*}, 広沢哲^{**}
 (*JASRI/SPring-8, **ESICMM/NIMS)

Development of soft X-ray MCD imaging technique under high magnetic field
 T. Nakamura^{***}, Y. Kotani^{*}, and S. Hirosawa^{**}
 (*JASRI/SPring-8, **ESICMM/NIMS)

緒言

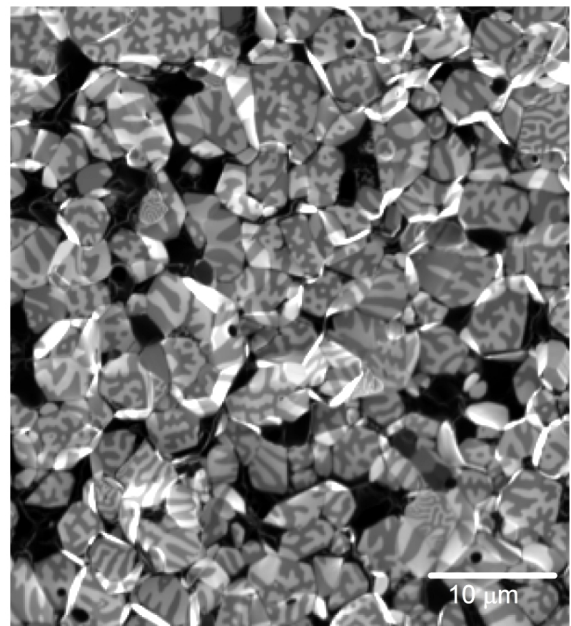
ネオジム永久磁石の研究において、磁区の磁場応答は、保磁力と微細組織の相関を解明するための主要な手掛かりである。特に、飽和磁化状態から残留磁化状態を経て磁化反転に至る過程の磁区変化は、保磁力機構を現象論的に理解する上で注目される。しかし、一般的な磁気顕微鏡では試料条件として平滑面を必要とするため、多くの場合に保磁力が著しく低下した研磨面を観察している。一方、大部分を粒界相で覆われた破断面では、表面であっても研磨面に比べて高い保磁力を維持することが知られている[1]。そこで本研究では、高い保磁力を維持する破断面に対して磁区の外部磁場変化を観察することが可能な走査型軟X線 MCD 顕微鏡を SPring-8 の BL25SU に整備した (MCD: Magnetic Circular Dichroism)。本講演では、装置概要、および、ネオジム焼結磁石の破断面に対する磁区観察結果について報告する。

方法

走査型軟X線 MCD 顕微鏡は、主に、位置調整機構付架台に同架した超高真空チャンバーと、チャンバー内部の軟X線集光光学系で構成される。軟X線集光レンズには、有効径が 310 μm で最外輪帯幅が 40 nm の FZP (Fresnel Zone Plate) を用いた。半値全幅が約 100 nm の円偏光軟X線集光ビームを走査し、全電子収量法による吸収測定を行い、MCD 効果を磁気情報として磁区像を得た。このとき、破断面の凹・凸に依存して合焦点からのズレを生じるが、ビーム径 ϕ 100 nm \sim ϕ 150 nm を許容した場合の焦点深度は約 10 μm であり、一般的なネオジム焼結磁石の平均粒径 5 μm の凹凸にも十分に対応することを確認している。

観察結果

右図は $\text{Nd}_{14.0}\text{Fe}_{79.7}\text{Cu}_{0.1}\text{B}_{6.2}$ 焼結磁石試料の破断面に対し、Fe L_3 吸収端 (707.9 eV) の左回り円偏光軟X線を入射して得た吸収強度分布である。横 45 μm 、縦 50 μm の領域を 150 nm ステップで走査した。濃い暗部は、Fe 濃度が低い Nd-rich 相に相当する。中間階調内のコントラストは軟X線 MCD 効果によるものであり、熱消磁状態の磁区に対応する。



謝辞

本研究の一部は、文部科学省の委託事業である元素戦略磁性材料研究拠点の支援を受けて行われました。また、本測定で用いた磁石試料は日立金属(株)様のご厚意によりご提供いただきました。

参考文献

[1] T. Nakamura *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 202404 (2014).

Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁区構造と結晶組織の関係

永石 知也、森本 祐治、竹澤 昌晃
(九工大)

Relationship between magnetic domain structure and crystal structure of Nd-Fe-B sintered magnet

T. Nagaishi, Y. Morimoto, M. Takezawa
(Kyushu Institute of Technology)

はじめに

Nd-Fe-B 系焼結磁石の微細な結晶組織は、その保磁力に大きな影響を及ぼすことが報告されている¹⁾。この保磁力発現の原理を明らかにするため、結晶組織と磁区構造の因果関係を解明する必要がある。本研究では、Nd-Fe-B 系焼結磁石について、同一視野で磁区観察と結晶組織の観察を行い、その相関を調べることで微細な結晶組織が、その保磁力にどのような影響を及ぼすかを明らかにすることを目的とした。そのために、観察結果から磁化反転領域を抽出し、結晶組織との比較を行ったので報告する。

実験方法

観察試料は、保磁力約 14 kOe、残留磁束密度約 13.9 kG の Nd-Fe-B 系焼結磁石で、観察面の寸法は着磁方向の長さ 5 mm、幅 1.8 mm である。試料は樹脂に埋め込まれており容易軸方向と平行な観察面を鏡面研磨している。磁区観察には、Kerr 効果顕微鏡を用いた。まず試料を磁化容易軸方向に+20 kOe で着磁し、そこから印加磁界を 1 kOe ずつ減少させ-20 kOe まで変化させた際の磁化過程の磁区観察を行った。その後、磁化反転箇所を各磁界強度ごとに抽出し、着色を施した。この結果と同一視野の EBSD による結晶方位分布測定結果、及び EPMA による組成分布の測定結果との比較を行った。

実験結果と考察

磁化過程の観察結果を Fig.1、EBSD 測定結果と Nd の EPMA 測定結果を Fig.2 と Fig.3 にそれぞれ示す。Fig.2 に示す、c 軸が配向方向に揃っている濃い赤色の部分において、結晶粒が集団で磁化反転する傾向があることが分かった。すなわち、配向が良い箇所ほど、磁化反転およびその周辺への伝播が容易に発生する結果が得られた。

しかし、c 軸が配向方向からずれている薄い赤色の部分でも磁化反転は起こっている。この場合、Fig.2 内の黒色の箇所が磁化反転箇所の周辺に存在することが多かった。Fig.3 に示す EPMA との比較を行ったところ、Fig.2 での黒色で示される磁化反転箇所周辺の粒界相あるいは欠陥相と考えられる部分で Nd などの希土類元素の濃度が高く、さらに O の濃度も高くなっていることが確認された。このため希土類酸化物が存在する粒界相あるいは欠陥相部分は、磁化反転の起点となり磁化過程に影響を与えていることが分かった。

参考文献

- 1) 宝野和博、大久保忠勝、H. Sepehri Amin : 日本金属学会誌, **76**, 2(2012).

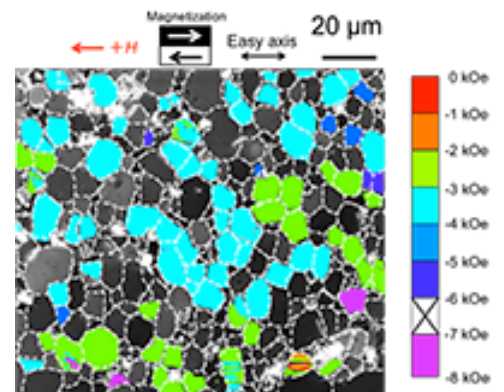


Fig.1 Magnetization reversal area at a the magnetization process.

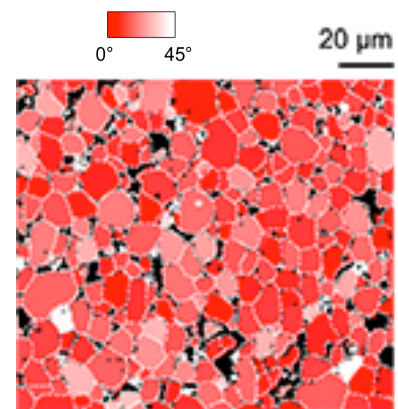


Fig.2 EBSD image.

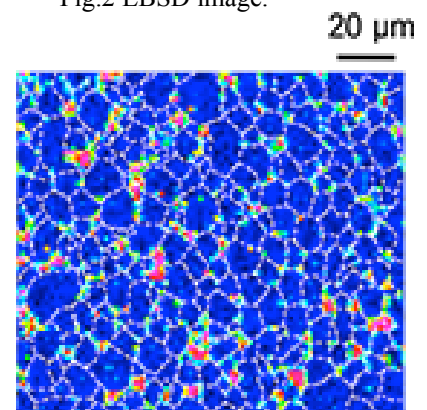


Fig.3 EPMA elemental map of Nd.

マイクロマグネティクスによる Nd-Fe-B 薄膜磁石の熱消磁状態の磁区構造解析

藤崎淳、古屋篤史、上原裕二、清水香老、安宅正、田中智大、大島弘敬*
(富士通株式会社、*株式会社富士通研究所)

Micromagnetic Simulation of Thermally Demagnetized Nd-Fe-B Magnet Thin-Films
J. Fujisaki, A. Furuya, Y. Uehara, K. Shimizu, T. Ataka, T. Tanaka, H. Oshima*
(Fujitsu Limited, *Fujitsu Laboratories Limited)

はじめに

近年環境問題への関心から、モータや発電機等に使用される永久磁石である Nd-Fe-B 磁石⁽¹⁾の高性能化への注目が高まっている。Nd-Fe-B 磁石の保磁力は磁化過程における反転核生成や磁壁のピンニング等に大きく依存し、またそれらは熱消磁状態や着磁状態での磁区構造に起因することが知られている。これまで Nd-Fe-B 磁石の特性に関して多くの数値シミュレーションが行なわれているものの、磁壁を詳細に取り扱った磁区構造の解析は今のところ十分にはなされていない。永久磁石の磁壁を表現する手法の一つとして、マイクロマグネティクスの手法がある。これは磁石内部を非常に細かい領域に分割し、その磁化状態を計算する手法である。ただし Nd-Fe-B 磁石では結晶粒径が数百 nm~数 μm である一方、磁壁厚さが 5nm 程度と薄いことが知られているため、磁壁を正しく扱うには 1nm 程度のメッシュ分割が必要となり、計算に用いるメッシュ数は非常に膨大になる。そこで我々は PC クラスタを用いた並列計算により、現実的な時間内での大規模シミュレーションを可能にした。今回は Nd₂Fe₁₄B 薄膜磁石における熱消磁状態を計算し、その磁区構造について考察を行う。

計算手法

本シミュレーションでは各磁化ベクトル \mathbf{m} について以下の Landau-Lifshitz-Gilbert(LLG)方程式⁽²⁾を解き、その磁化状態を求める。

$$(1 + \alpha_G^2) \frac{\partial \mathbf{m}}{\partial t} = -\gamma(\mathbf{m} \times \mathbf{H}_{eff}) - \gamma \alpha_G \mathbf{m} \times (\mathbf{m} \times \mathbf{H}_{eff}), \quad \mathbf{H}_{eff} = \mathbf{H}_{app} + \mathbf{H}_{ani} + \mathbf{H}_{exc} + \mathbf{H}_d,$$

$$\mathbf{H}_{ani} = \frac{2K_u}{\mu_0 M_s} (1 - \mathbf{k} \cdot \mathbf{m}) \mathbf{k}, \quad \mathbf{H}_{exc} = \frac{2A}{\mu_0 M_s} \nabla^2 \mathbf{m}, \quad \mathbf{H}_d = -\nabla U, \quad \nabla^2 U = \nabla \cdot (M_s \mathbf{m}),$$

ここで \mathbf{H}_{eff} は有効磁界、 α_G はダンピング定数、 γ はジャイロ磁気定数、 \mathbf{k} は異方性ベクトル、 K_u は異方性定数、 μ_0 は真空透磁率、 M_s は飽和磁化、 A は交換結合定数、 U は静磁ポテンシャルである。

計算結果

Fig. 1 に今回の計算の一例を示す。これは大きさ 960 nm×960 nm×30 nm の Nd₂Fe₁₄B 薄膜磁石モデル (要素数 5000 万) を用いて、PC クラスタにて 1500 コアを用いた並列計算を行った結果である。初期の磁化ベクトルを z 軸方向に上下ランダムに設定し、外部磁界をゼロに保った状態で磁化変化が収束するまで計算を行った。Fig. 1 は熱消磁状態の磁化を可視化したものであり、+z 方向を向く磁化ベクトルを赤色で、-z 方向の磁化ベクトルを青色で表現している。この例では、迷路磁区とバブル磁区が入り混じった複雑な多磁区状態が得られた。当日は、多結晶磁石や他の形状の磁石モデルも含めて、それらの計算結果について報告する。

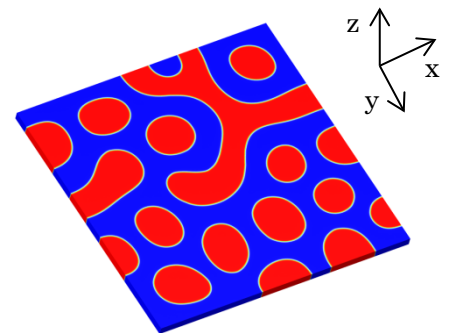


Fig.1 Thermally demagnetized state of Nd₂Fe₁₄B magnet thin-film in the micromagnetic simulation

参考文献

- 1) M. Sagawa, S. Fujimura, M. Togawa, H. Yamamoto and Y. Matsuura: J. Appl. Phys. 55 (1984) 2083
- 2) H. Kronmüller and M. Fähnle, "Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids", Cambridge University (2003)

Dy フリー異方性 NdFeB 磁粉を用いた

高耐熱性、高磁気特性を有する射出成形ボンド磁石の開発

新宅雅哉、野口健児、三嶋千里、御手洗浩成
(愛知製鋼株式会社)

Development of Dy free NdFeB anisotropic injection molding magnet with high heat resistance and high magnetic properties

M.Shintaku, K.Noguchi, C.Mishima, H.Mitarai
(Aichi Steel Corporation)

はじめに

NdFeB 異方性ボンド磁石は 160kJ/m^3 の高い磁気特性と優れた形状自由性を有しており、これらの特性を活かして、モータの小型・軽量化に貢献してきた⁽¹⁾。NdFeB 焼結磁石では、通常 Dy を添加することによって耐熱性を付与させているが、三嶋らは d-HDDR 処理後の NdFeB 磁石粉末に NdCuAl 合金粉末を混合し、高温で粒界拡散処理することによって耐熱性(高 iHc)の獲得に成功している⁽²⁾。磁石成形方法としては高密度化が可能な圧縮成形法と、複雑形状と一体成形が可能な射出成形法が知られている。射出成形磁石では、主に PA12 と PPS がマトリクスとして使用されるが、車載用等の耐熱性が要求されるモータ等には高融点を有する PPS のみが適用可能である。しかし、PPS では磁気特性が不十分であるため、適用が難しく、この点が NdFeB 異方性ボンド磁石の普及の障害の一つであった。今回は、磁気特性と耐熱性を併せ持つことが可能な熱可塑性樹脂として、PA66 をマトリクスとして用いた異方性ボンド磁石を開発したので、報告する。

実験

d-HDDR 処理後、NdCuAl を高温で粒界拡散処理することによって得られた NdFeB 異方性磁粉を 6.5wt% の PA66、20wt% の SmFeN 磁石粉末と混合し、その後、二軸混練機で混練することによってコンパウンドを作製した。さらにこれを金型キャビティに 1.8T の配向磁場を印加しながら射出成形することによって、ボンド磁石を得た。得られたボンド磁石は 4.0T で着磁後、直流 BH トレーサーを用いて磁気特性の測定を行った。

結果

図 1 に PA12、PPS、PA66 を用いて作製したボンド磁石の減磁曲線を示す。PA12 を用いた磁石は 8.7kG と高い Br を有しているが、PA12 の融点が 180°C であるため、使用可能温度は 120°C までとなっている。一方、PPS を用いた磁石は 7.4kG と Br が低くなっているが、PPS の融点が 280°C と非常に高いため 150°C の環境まで耐えることが可能である。最後に PA66 を用いた磁石は、Br が 8.3kG と PPS よりも 12% 高くなっている。また、PA66 の融点は 260°C であるため、PPS と同様で使用環境は 150°C まで可能である。当日は樹脂選定の背景、ロータに磁石をインサート成形したときの Flux 値についても、併せて報告する。

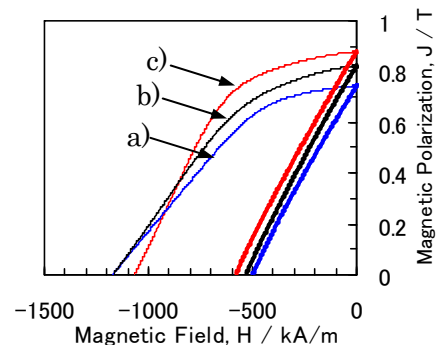


Fig.1. Demagnetization curve of various binder resin as a) PPS, b) PA66 and c) PA12

この成果は独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務の結果得られたものです。

参考文献

- 1) Y.Honkura, Proceeding of 19th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnets and Their Application, Beijing, CHINA 2006, pp. 231-239.
- 2) C.Mishima, K.Noguchi, et.al. Proceeding of 21st Workshop on Rare Earth Permanent Magnets and Their Application, Bled Solvenia 2010, pp. 253.

Nd-Fe-B 系 HDDR 粉末の磁気特性に及ぼす Pr 置換の影響

片山信宏、金子翔平、重岡都美、森本耕一郎
(戸田工業株式会社)

Influences of Pr substitution on magnetic properties of Nd-Fe-B HDDR powder

N. Katayama, S. Kaneko, K. Shigeoka, K. Morimoto
(Toda Kogyo Corp.)

はじめに

Dy フリーの Nd-Fe-B 系 HDDR 粉末に高保磁力を発現させる方法として、Nd-Cu や Nd-Al などの低融点共晶合金を粒界拡散させる方法¹⁾や原料合金に Al を添加し HDDR 条件を制御する方法²⁾が報告されている。しかしながらこれらの方法は、保磁力(H_cJ)を増大させると残留磁束密度(B_r)の減少を招くという問題点があった。著者らは、Nd 系磁性相とほぼ等しい飽和磁化(I_s)と 30%程度高い異方性磁界(H_a)をもつ Pr 系磁性相に着目し、Nd の一部を Pr で置換して粉末の磁気特性を調べた。その結果、粉末の B_r の低下を抑えながら約 18kOe まで H_cJ の改善が可能であることを確認したので報告する。

実験方法

Nd-Pr-Fe-Co-B-Ga-Zr 系合金を作製し、均質化熱処理後、水素吸蔵崩壊及び機械粉砕を行って粒径 150 μ m 以下の合金粉末とした。この粉末に既報の HDDR 処理²⁾を施し磁性粉末を得た。粉末の磁気特性は振動試料型磁力計により測定し、微細組織は FE-TEM により観察した。

実験結果

Fig. 1 に Pr 置換量を変化させて得た HDDR 粉末の磁気特性を示す。Pr 置換量の増加により、粉末の B_r をほぼ一定に保ちながら、 H_cJ を 3.0at%Pr で 11%、5.2at%Pr で 18%まで増大させることができた。この H_cJ 向上率は、Pr 置換量から予想される磁性相の H_a 増大率より大きく、保磁力増大には金属組織的要因もあることが示唆された。Fig. 2 には Pr 量が 0 及び 5.2at% の粉末の TEM 像を比較して示す。再結合磁性相結晶粒間の薄い Nd-rich 相の厚さが Pr 置換により増加しており、このことが H_cJ 向上に寄与していると考えられる。学会の際には得られた粉末の射出成形ボンド磁石の諸特性についても報告する。

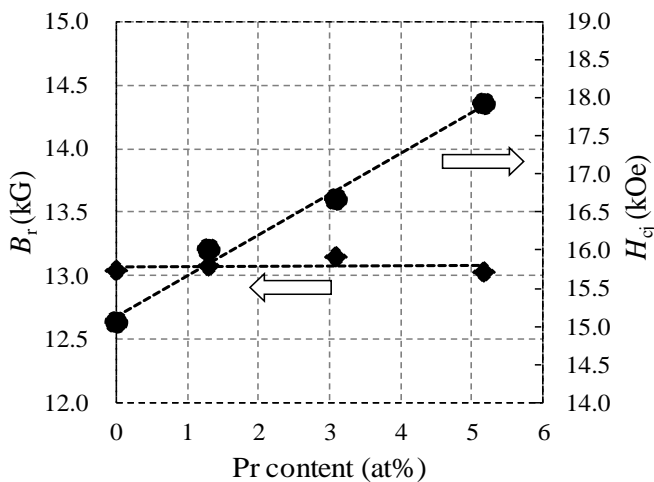


Fig. 1 Pr content dependence of magnetic properties for the HDDR powder.

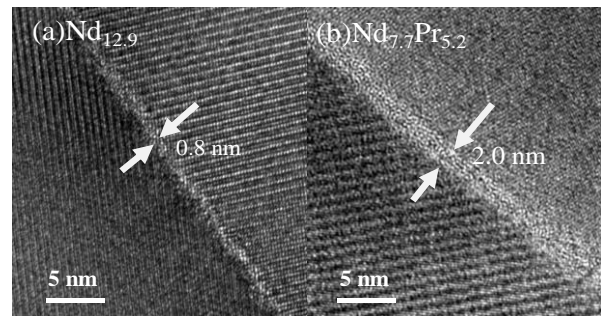


Fig. 2 FE-TEM images of the HDDR powders with Pr content of 0at% (a) and 5.2at% (b).

参考文献

- 1) H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, T. Nishiuchi, S. Hirosawa, K. Hono: Scripta Mater. 63 (2010) 1124
- 2) N. Katayama, K. Morimoto, H. Akamine, and M. Itakura, Proceedings of the 22nd International Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and Their Applications, 2012, pp. 221-224.

Nd-Fe-B 薄膜磁石の作製および磁気特性

馬闌、原佑輔、王斯遠、森迫昭光、劉小晰
(信州大学)

Fabrication and magnetic properties of Nd-Fe-B thin films
Chuang Ma, Yusuke Hara, Siyuan Wang, Akimitsu Morisako, Xiaoxi Liu
(Shinshu University)

はじめに

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 化合物を主相とする Nd-Fe-B 磁石は鉄を主成分とし、最も重要なハード磁性材料の一つである。Nd-Fe-B 磁石の磁化反転のメカニズムを解明することは、Nd-Fe-B 磁石の最大エネルギー積を改善するに重要である。本研究では、W/Nd-Fe-B/W/Ti 四層膜構造を用いて試料を作製し、磁気力顕微鏡を用いて、薄膜の熱消磁状態及び各磁化残留状態の磁区構造観察によって、高保磁力 Nd-Fe-B 薄膜の磁化機構の解明に試みた。

実験方法

薄膜形成にはパタリング装置を用いて、W(20 nm)/Nd-Fe-B(50 nm)/W(20 nm)/Ti(5 nm)のような構造で試料を作製した。薄膜形成後に 650 °C で 5 分間真空熱処理を施した。

真空熱処理を施した試料を VSM による磁気特性を測定した。MFM を用いて作製した試料の磁区構造を観察した。また、磁区構造の観察で使用した MFM プロブは当研究室で作製した CoFeO 高分解能プロブを用いた。

実験結果

Fig. 1 に測定に用いた試料の垂直方向の磁化曲線を示す。Fig. 2(a)に熱消磁状態の MFM 像を示す。熱消磁状態では、約 30~150 nm の非常に微細な磁区を観察された。この磁区のサイズは断面透過電子顕微鏡で観察した Nd-Fe-B 薄膜の結晶粒子とほぼ同様のサイズである。Fig. 2(b)は試料に+24 kOe の外部磁界を印加し、残留磁化状態での MFM 像を示す。残留磁化状態では、薄膜はほぼ同一磁化方向を持つことを確認できた。Fig. 3 には Fig. 1 の試料よりも保磁力が小さい試料の磁化曲線を示す。Fig. 4 に Fig. 3 で示した試料を+24 kOe の外部磁界を印加し、残留磁化状態で測定した MFM 像を示す。Fig. 4 と Fig. 2(b)を比較すると、保磁力の小さい試料では、残留磁化状態で一部の磁区がすでに反転していることを明らかにした。また、Fig. 2(c)は Fig. 1 で示した試料に+24 kOe から-24 kOe の外部磁界を印加した後の MFM 像を示す。この状態では、反転磁区のサイズは Fig. 2(a)より遥かに大きい、一部の磁区サイズは約 1 μm まで成長し、薄膜結晶粒子の平均粒子サイズより遥かに大きい。このことによって、磁化反転時に、粒子と粒子間に強い交換結合作用があると考えられる。

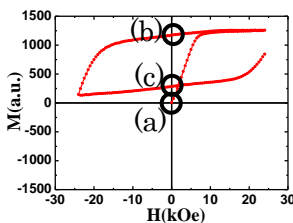


Fig.1 Hysteresis loop of Nd-Fe-B thin film

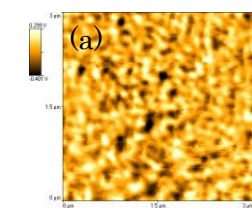


Fig.2(a) MFM image of Nd-Fe-B thin film at Virgin state

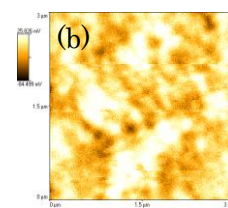


Fig.2(b) MFM image of Nd-Fe-B thin film at +24~0 kOe

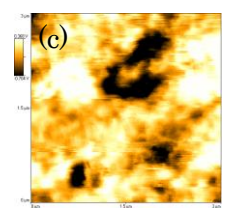


Fig.2(c) MFM image of Nd-Fe-B thin film at -24~0 kOe

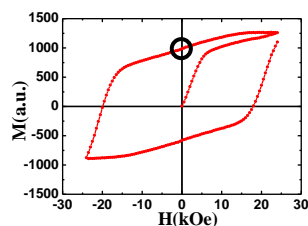


Fig.3 Hysteresis loop of Nd-Fe-B thin film

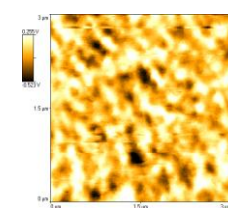


Fig.4 MFM image of Nd-Fe-B thin film at +24~0 kOe

界面方位制御型ナノコンポジット薄膜の構造と磁気特性

小川大介, 小池邦博, 宮崎孝道*, 水野善幸, 板倉賢**, 安藤康夫*, 加藤宏朗
(山形大, *東北大, **九州大)

Structure and magnetic properties of interface-orientation-controlled nanocomposite films

D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki*, Y. Mizuno, M. Itakura**, Y. Ando*, and H. Kato
(Yamagata Univ., *Tohoku Univ., **Kyushu Univ.)

はじめに

Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe 系ナノコンポジット磁石は, Nd-Fe-B 系磁石の理論値を上回る最大エネルギー積が得られることが期待されているが, 未だに低い値に留まっている. この問題を解決するために従来の Nd₂Fe₁₄B 相の配向制御や粒径制御の問題点に加えて, 我々は Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe 界面での結晶方位に着目している. Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe 界面の交換結合力は界面の結晶方位に依存して変化し, 符号まで変わり得ることが理論的に予想 [1]され, 実験的にも Nd₂Fe₁₄B(001)/ α -Fe(100)界面では正 [2]であり, 一方 Nd₂Fe₁₄B(100)/ α -Fe 界面では負の値 [3]をとることが示された. そこで, 高性能化の妨げとなる負の交換結合界面, つまり Nd₂Fe₁₄B の(100)面を含む *c* 面に垂直な面と α -Fe との界面を回避した, 結晶方位制御型の Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe ナノコンポジット 2 層膜を作製し, その構造や磁気特性を評価した.

実験方法

Si 基板上に下地層の Ta を 5 nm 成膜した後に, 最適化したスパッタ条件 (基板温度 $T_s = 600^\circ\text{C}$, Ar ガス圧 $P_{\text{Ar}} = 0.7 \text{ Pa}$, スパッタ電力 DC 150 W) で Nd-Fe-B 層を 40 nm 成膜した. 基板面直に *c* 軸が配向した Nd₂Fe₁₄B 粒子と α -Fe が負の交換結合となる界面形成を回避するため, 一度 Nd-Fe-B 層上に Ta を 50 nm 成膜し, Nd₂Fe₁₄B 粒子の上面 (*c* 面) と側面を覆った. その後, 逆スパッタ法により Nd₂Fe₁₄B 粒子上面の Ta 層を除去した後, Fe 層を $t_{\text{Fe}}=3\sim 10 \text{ nm}$ 成膜することにより, 界面結晶方位を制御した Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe 2 層膜の作製を試みた. Ta 層の逆スパッタ条件は, $T_s = \text{R.T.}$, $P_{\text{Ar}} = 0.7 \text{ Pa}$, RF 15 W, 一方 Fe 層のスパッタ条件は, $T_s = 300^\circ\text{C}$, $P_{\text{Ar}} = 0.2 \text{ Pa}$, RF 30 W である. Fe 層の上に酸化防止層として Mo 層を 10 nm 成膜した.

実験結果

層間の磁氣的結合を評価するために, 減磁過程におけるリコイル曲線を測定した. Fig. 1 は Fe 層厚 $t_{\text{Fe}}=3 \text{ nm}$, および 5 nm の試料におけるリコイル曲線から ΔM プロット [4]した結果である. 縦軸は, 減磁過程の第 2 象限において, 逆磁場 H を印加後にゼロ磁場に戻したときの磁化 $M_d(H)$ と残留磁化 M_r との差 ΔM ($=M_r - M_d(H)$) を, $2M_r$ で規格化した値である. 図より ΔM の値は, $H = 6 \text{ kOe}$ 付近で急激に増加しており, それよりも小さな磁場ではほぼゼロであった. すなわち, ハード相が磁化反転する $H = 6 \text{ kOe}$ よりも小さい磁場では, 磁化が M_r 近傍まで復元するというスプリングバック現象が起こっていることを示唆しており, ソフト/ハード磁性相間の「正」の交換結合が十分に機能していることがわかった.

謝辞

本研究は JST 産学共創基礎基盤研究プログラムの支援を受けて行われた.

参考文献

- [1] Y. Toga, H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **266**, 012046 (2011)
- [2] D. Ogawa, K. Koike, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, T. Miyazaki, and H. Kato, *J. Magn. Soc. Jpn.* **36**, 5 (2012)
- [3] D. Ogawa, K. Koike, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, T. Miyazaki, and H. Kato, submitted.
- [4] E. E. Fullerton, J. S. Jiang, C. H. Sowers, J. E. Pearson, and S. D. Bader, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 380 (1998)

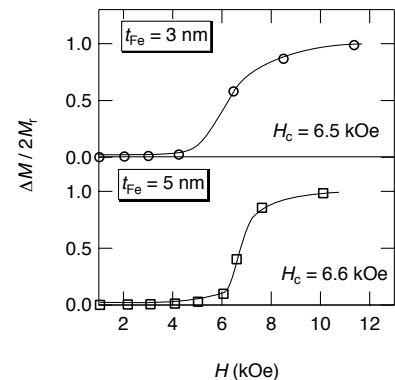


Fig.1 $\Delta M/2M_r$ versus reverse field for the SiO₂ / Ta(5 nm) / Nd-Fe-B(40 nm) / Fe(t_{Fe}) / Mo(10 nm) films

Sm-Co/Ta/ α -Fe 積層型ナノコンポジット厚膜磁石の磁気特性

古閑 浩晃*, 古川 雄也, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊

(長崎大学院 工学研究科)

Magnetic Properties of Sm-Co/Ta/ α -Fe Multi-Layered Nanocomposite Thick Film-Magnets.

Hiroaki Koga*, Yuya Furukawa, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotohi Fukunaga

(Nagasaki University)

はじめに

我々はNd-Fe-B系磁石に替わる高温下でも使用可能な代替材料としてキュリー温度の高いSm-Co系磁石に着目し、PLD (Pulsed Laser Deposition) 法を用いたSm-Co/ α -Fe積層型ナノコンポジット磁石膜を作製し、その特性を報告してきた。この磁石膜ではSm-Coと α -Fe層間でCoとFeが相互に拡散していることが確認され、意図しない結晶相の析出や保磁力の低下につながっている⁽¹⁾。そこで本研究では、層間の拡散を抑えるためにSm-Co層と α -Fe層間に高融点のTaバッファ層を挿入して磁気特性の向上を目指した。

実験方法

積層構造作製のため、Sm-Co, α -Fe, Taからなる複合ターゲットを用いた。Sm-Coと α -Feの面積比は3:1とし、TaをSm-Coと α -Feの境界に配置した。Taの面積はSm-Coと α -Feの交換相互作用を切らないために、その積層厚が1nm以下となる様に決定した。回転する複合ターゲットをパルスレーザ($\lambda=355$ nm)でアブレーションして、対面する基板の上に自動的に390周期のTM/Sm-Co/TM/ α -Fe超多周期積層構造を作製した。積層周期は約14nmであり、膜厚は6 μ m程度である。実験方法の詳細は文献⁽²⁾に示した。

実験結果

Fig.1に作製した磁石膜の結晶化後のX線回折パターンを示す。バッファ層を挿入した磁石膜の回折パターンでは、SmCo₃からの回折線が弱まり、SmCo₅からの回折線が強くなった。これは、層間でCoとFeが相互に拡散してSm-Co層の化学量論組成より少なくなっていたものが、バッファ層の挿入によりCoとFeとの層間での相互拡散が抑制され、Sm-Co層の組成がSmCo₅と近くなったことが原因と考えられる。

Fig.2に保磁力、残留磁化のバッファ層の厚み依存性を示す。実線はバッファ層を挿入しない膜の保磁力、残留磁化のそれぞれの平均値を表している。また、作製した膜のSm含有量はSm/(Sm+Co) = 17.6~19.5[at.%]である。非磁性であるTaを挿入したことによって若干、残留磁化が減少している。一方、保磁力は大幅に向上しておりバッファ層の挿入の有効性を示した。

Fig.3に保磁力と残留磁化の関係と作製した膜のヒステリシスループを示している。残留磁化の減少を抑制しつつ保磁力を向上できることが分かる。

本研究の結果、 $(BH)_{\max}$ はバッファ層を挿入しないものに比べ約15%向上し、 $(BH)_{\max}=59$ kJ/m³が得られた。

文献

- (1) A. Tou et al. :J. Appl. Phys **115**, 17A748 (2014).
- (2) 古閑浩晃他：電気学会マグネティクス研究会資料 MAG-14-179 (2014).

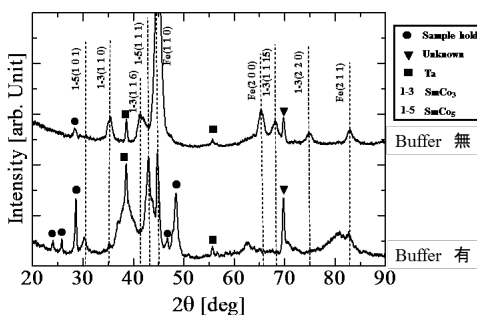


Fig.1 X-ray diffraction patterns for films with and without buffer layers.

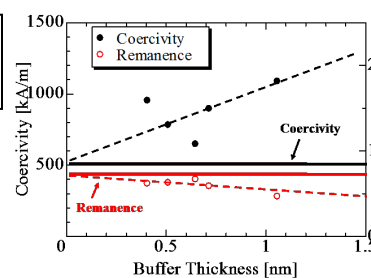


Fig.2 Coercivity and remanence as a function of buffer thickness.

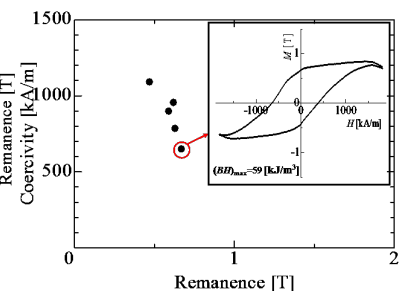


Fig.3 Relationship between coercivity and remanence, together with a hysteresis loop.

ポストアニーリングを用いて作製した異方性 Sm-Co 厚膜磁石の磁気特性

古川雄也、古閑浩晃、柳井武志、中野正基、福永博俊
(長崎大学)

Magnetic property of an anisotropic Sm-Co thick magnet prepared by post-annealing

Y. Furukawa, H. Koga, T. Yanai, M. Nakano, H. Fukunaga
(Nagasaki Univ.)

はじめに

Sm-Co/ α -Fe ナノコンポジット磁石は、高飽和磁化と高いキュリー温度を有するため、高温でも使用可能な磁石な候補の一つである。我々は既に等方性 Sm-Co/ α -Fe ナノコンポジット磁石を作製し、室温で 100 kJ/m^3 の最大エネルギーを報告しており^[1]、異方化することで磁気特性の向上が期待される。異方性磁石は成膜中に基板を加熱することによって得られるが、長時間 (60 min) の加熱によって Sm-Co 層と α -Fe 層間で原子拡散が起こり、積層構造が破壊されてしまう。一方、Nd-Fe-B 系磁石では2ステップ熱処理 (基板加熱+ポストアニーリング) を用いることで異方性磁石が得られることが報告されている^[2]。本研究では、異方性 Sm-Co/ α -Fe ナノコンポジット磁石を作製する前段階として、2ステップ熱処理を用いて異方性 Sm-Co 厚膜磁石の作製を試み、上記の方法の Sm-Co 系磁石に対する有効性を検討した。

実験方法

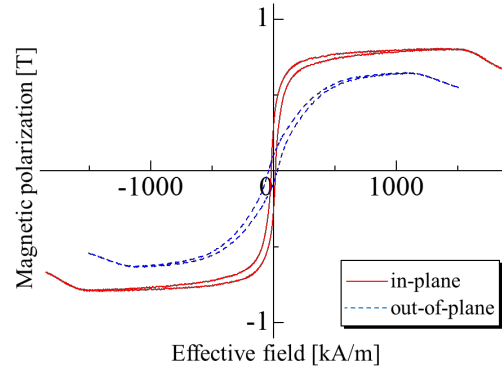
磁石膜の作製には PLD 法を用いた。回転する $\text{Sm}_{1.4}\text{Co}_5$ ターゲットに Nd:YAG レーザ ($\lambda=355 \text{ nm}$) を照射し、加熱された Ta 基板上に堆積させた。成膜中は、Ta 基板に電流を流し、ジュール熱を利用して基板を加熱した。成膜直後の磁石膜は軟磁性であったのでポストアニーリング (600°C で 0 min) によって磁氣的に硬化させた。

実験結果

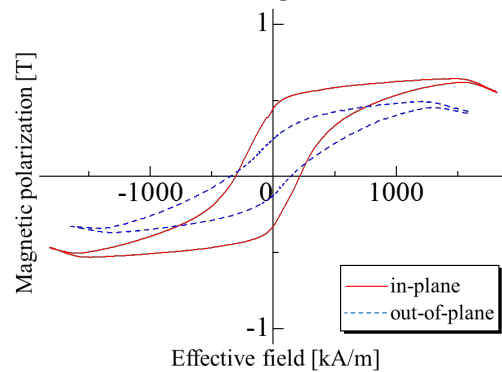
Fig.1 に基板温度 200°C で作製した Sm-Co 磁石膜の成膜直後(a)と熱処理後(b)のヒステリシスループを示す。成膜直後の膜は硬磁性を示さないが、面内方向に異方化していた。熱処理後は面内異方性を有したまま保磁力が増加した。

Fig.2 に等方性の Sm-Co 磁石膜(a)と基板温度 200°C で成膜した熱処理後の磁石膜(b)の X 線回折の結果を示す。どちらの試料も主に SmCo_5 からのピークが観察されるが、Fig.2(b)では面直方向に配向している(002)面からのピークが観察されず相対的に面内方向に異方化していることが了解される。超伝導 VSM (最大印加磁界 4800 kA/m) を用いて測定したヒステリシス曲線から面内および面直方向に磁化するために必要なエネルギーを計算し、異方性エネルギーを算出すると 400 kJ/m^3 程度であった。この値は、各結晶の磁化容易軸が面内方向でランダムに配向した場合の異方性エネルギーの理論値 10.7 MJ/m^3 ($K_{u1} = 17.2$

MJ/m^3 として計算)と比較すると低い値であり、今後成膜および熱処理条件の詳細な検討が必要である。



(a) As-deposited



(b) After post-annealing

Fig.1 Hysteresis loops

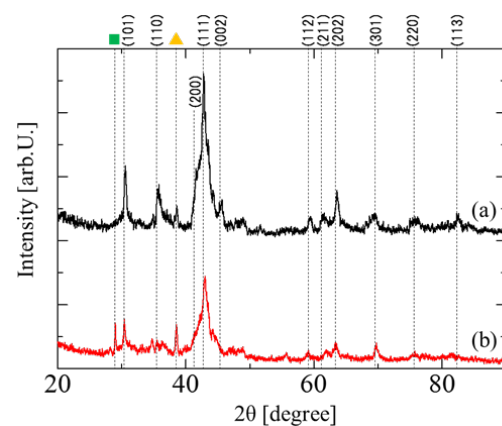


Fig.2 XRD patterns

[1] A. Tou, T. Morimura, M. Nakano, T. Yanai, and H. Fukunaga: *J. Appl. Phys.* **115**, 17A748 (2014).
[2] Ya. L. Linetsky and N.V. Kornilov: *J. Mater. Engineering and Performance* **4**, 188 (1995).

Nd₆(Fe, M)₁₄ 膜の磁気特性に及ぼす添加元素の影響

佐藤 岳、高田幸生、佐々木泰祐*、大久保忠勝*、宝野和博*、加藤 晃**、金子裕治
(豊田中央研究所、*物質・材料研究機構、**トヨタ自動車)

Influence of additive elements on magnetic properties of Nd₆(Fe, M)₁₄ films
T. Sato, Y. Takada, T. Sasaki*, T. Ohkubo*, K. Hono*, A. Kato**, and Y. Kaneko
(TOYOTA CENTRAL R&D LABS., *National Institute for Materials Science,
**Toyota Motor Corporation)

はじめに

Nd-Fe-B 系磁石では、Dy 削減の要求を発端に、これまでに微粒子化や粒界改質などによる保磁力の向上が検討されている。一方、Nd リッチ Ga 添加 Nd-Fe-B 焼結磁石で高い保磁力を得られることが近年報告されている^{1,2)}。この焼結磁石では、一般的な Nd リッチ相に加えて Nd₆Fe₁₄ 系合金相が粒界に生成しており、これまでの知見である粒界での Nd の濃化や Fe 濃度の減少とは異なった保磁力向上メカニズムが期待される³⁾。そこで本研究では、Nd₆Fe₁₄ 系合金相の保磁力への作用を明確にするため、添加元素を変えて Nd₆(Fe, M)₁₄ 膜を作製し、添加元素 M および添加量による磁気特性の変化を検討した。

実験方法

試料は、超高真空スパッタ装置(到達真空度 5×10^{-8} Pa 以下)で作製し、熱酸化膜付き Si 基板上に Ta 10 nm/ Nd₆Fe_{14-x}M_x 100 nm/ Ta 20 nm の膜構成とした。添加元素 M には Al, Si, Co, Ga を用いた。Nd-Fe-M 膜は、650°C に加熱した状態で Nd₆Fe₁₄ 組成層と Nd₆M₁₄ 組成層を交互に積層し、その後、加熱を 1 時間保持することで均質化を行い作製した。M 含有量 x は 0~2.7 となるように積層厚みで制御した。磁気特性の評価には VSM を用い、作製した試料の膜面内の方向について測定を行った。また、構造解析は XRD(Cu K α 線源)にて行った。

実験結果

図 1 に、Nd₆Fe_{12.6}M(= Al, Si, Co)_{1.4} 膜および Nd₆Fe₁₃Ga 膜の飽和磁化を示す。Si および Co の場合には、飽和磁化は添加無しの場合の 461 emu/cm³ に対し 10% 程度の増減であった。一方、Al の場合には 267 emu/cm³、Ga では 27 emu/cm³ に減少した。XRD 解析から、いずれの場合も Nd₂Fe₁₇ 相が生成したが、Al と Ga の場合には更に Nd₆(Fe, M)₁₄ 相の生成が確認された。

図 2 に、Al および Ga の添加量による飽和磁化の変化を示す。いずれも添加量に対して飽和磁化は直線的に減少し、Ga では含有量 x > 1 でほぼ 0 となった。この組成域では、Nd₂Fe₁₇ 相の生成は抑制され、Nd₆(Fe, M)₁₄ 相の生成が主として観察された。

以上のように、Ga や Al の添加で Nd₆(Fe, M)₁₄ 膜の飽和磁化の減少が顕著に見られ、Nd₆(Fe, M)₁₄ 相が Nd-Fe-B 磁石の粒界に生成した場合に、粒界の磁化を低減し Nd-Fe-B 結晶粒間の磁気的な相互作用を抑制することが明らかになった。

参考文献

- 1) 長谷川ら, 粉体粉末冶金協会春季大会予稿集, p.202 (2013).
- 2) 山崎ら, 日本金属学会春季講演大会予稿集, S7・21 (2014).
- 3) H. Sepehri-Amin, et al., Scripta Mater., **63**, 1124 (2010).

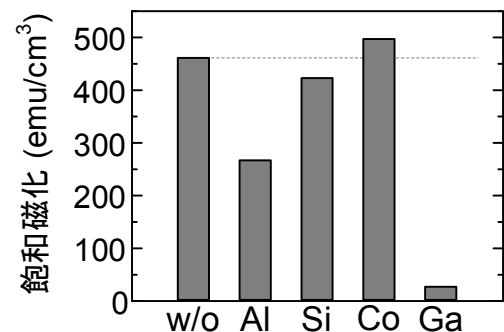


図 1 Nd₆Fe_{12.6}M(= Al, Si, Co)_{1.4} 膜および Nd₆Fe₁₃Ga 膜の飽和磁化. 添加無しの場合を w/o と表記.

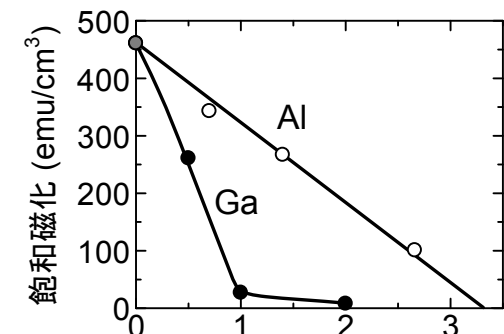


図 2 Nd₆Fe_{14-x}M(= Al, Ga)_x 膜の M 含有量 x に対する飽和磁化の変化.

ThMn₁₂ 型 (Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5}-N 粉における添加元素効果

佐久間紀次、鈴木俊治*、久野智子*、漆畑貴美子*、矢野正雄、加藤晃、真鍋明、小林久理眞*
(トヨタ自動車(株)、高効率モーター用磁性材料技術研究組合(MagHEM)、静岡理工科大*)

Elemental substitution effect on ThMn₁₂ phase stability of (Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5}-N powder

N.Sakuma, S.Suzuki, T.Kuno, K.Urushibata, M.Yano, A.Kato, A.Manabe, K.Kobayashi

(Toyota Motor Corporation, Technology Research Association of Magnetic Materials for High-Efficiency Motors (MagHEM), *Shizuoka Institute of Science and Technology (SIST))

はじめに

ThMn₁₂ 型結晶構造を有する 1-12 系強磁性物質は高い飽和磁化(M_s)と異方性磁界(H_a)を有し、Nd₂Fe₁₄B の磁気特性を超える可能性がある物質として注目されている¹⁾²⁾。これらの高い磁気特性の発現機構や、相安定化機構の解明は、本物質の高性能磁石化の可能性を見極めるために重要である。本発表では高い飽和磁化が報告²⁾された(Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5}-N 粉末の Zr, Co, Ti の添加効果について考察した。

実験方法

ストリップキャスト法によって作製した(Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5} 合金を溶体化処理後、粉碎分級して数十 μm 径の粉末とし、窒素ガス中で窒化処理を行った。試料の結晶構造評価には XRD(RIGAKU, SmartLab)、Cs-STEM(JEOL, ARM200F)、磁気特性評価には VSM(QuantumDesign, Inc. PPMS(9T))を用いた。

実験結果

(Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5}-N 粉末の [001] 方向からの STEM-EDX 結果を Fig.1 に示す。Nd と Fe の像から、原子分解能でそれぞれの元素サイトの識別ができていことがわかる。添加元素である Zr は Nd2a サイトに、Ti は Fe8i サイトに濃化していることが分かり、報告されている結晶構造解析結果³⁾と整合していた。安定化元素の Ti 量を減少させて Fe 比率を増やすと、Nd を中心とし Fe8i, Fe8j サイトで構成される 6 員環の [100] 方向の長さ(Fig.1 の原子モデル図参照)が縮むため構造が不安定となると推察される。そのため、Fe 分率が増加しても異方性磁界を損なわずに磁化の向上が可能であると推察される。当日は結晶構造や磁気特性の Zr 置換量依存性についても言及を行う。

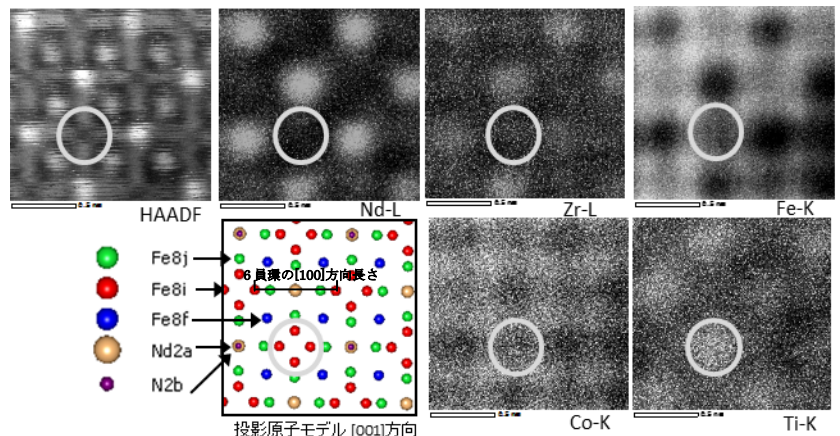


Fig.1 Element specific STEM-EDX mapping of (Nd_{0.7}Zr_{0.3})-(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}-Ti_{0.5}-N (Circle in center is a marker of Fe8i site)

謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の未来開拓研究プロジェクト 次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発の結果得られたものである。

参考文献

- 1) Y. Hirayama et al., *Scripta Materialia*, **95**, 70 (2015)
- 2) S. Suzuki et al., *AIP advances*, **4**, 117131(2014)
- 3) 小林久理眞ら, 日本金属学会春期講演大会, **S1-9** (2015)

ThMn₁₂系における窒化機構の解明

久野智子、鈴木俊治、漆畑貴美子、小林久理眞
佐久間紀次*、鷲尾宏太*、矢野正雄*、加藤晃*、真鍋明*
(静岡理科大学、*トヨタ自動車株式会社)

Analysis of nitriding mechanism in ThMn₁₂ new magnet materials

T. Kuno, S. Suzuki, K. Urushibata, K. Kobayashi
N. Sakuma, K. Wasio, M. Yano, A. Kato, A. Manabe
(Shizuoka Institute of Science and Technology,*Toyota Mortor Corporation)

はじめに

ThMn₁₂系窒化物では、高い磁気特性を示す新磁性化合物が見出された¹⁾。しかし、この新化合物の窒化機構の詳細は不明である。本研究では、従来研究されたNd(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₁Ti合金((I)試料)を標準試料として、(Nd_{0.7}Zr_{0.3})(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.5}Ti_{0.5}系新化合物(Ti, Co, Zr含有量を変更)((II)試料群)における窒素(N)原子の拡散及び窒化物生成機構について検討する。

実験方法

予備実験としてThMn₁₂系窒化物の窒素の再拡散の確認を行った。粒径<32 μmの(I)試料粉体をN₂ガス雰囲気中で窒化した試料と、同試料をさらにAr雰囲気中でアニールした試料を調製した。得られた粉体のN濃度分布を電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)で分析した。また、(II)試料群については、その組成(Ti, Co, Zr含有量)を変化させた合金を窒化し、窒素含有量を変化させた一連の化合物を調製した。得られた窒化物のThMn₁₂構造中の窒素の含有量、分布、占有サイトについて検討した。そして、(I)試料と同様に、窒素の再拡散を中心に窒化機構についても検討した。

実験結果

Fig.1は(I)試料をN₂ガス雰囲気中で450°C/4h窒化した試料のEPMAによるN濃度分布分析結果である。Fig.2は同条件で窒化後、Ar雰囲気中で450°C/48h熱処理した試料を同様にN濃度分布分析した結果である。重量増から算出したN量は前者が9.7at%、後者が11.0at%である。また、後者の試料は粒子表面の窒素が中心部へ拡散している。以上の結果から、ThMn₁₂系窒化物は熱処理によりN原子の再拡散が可能であることが明らかとなった。

一方、(II)試料群ではThMn₁₂構造中の窒素含有量が(Nd,Zr)(Fe,Co)_{11.5}Ti_{0.5}N_x表示でx>1の窒化物試料が得られた。この結果から、従来指摘された2bサイト以外の位置をN原子が占有している可能性が明らかになった。また、窒化とアニール条件の最適化により、既報の化合物¹⁾の物性に匹敵する比較的広い組成領域の試料群も見出されている。

報告時には、窒化及び再拡散時のThMn₁₂構造中の窒素原子の拡散機構と同係数²⁾についても報告する予定である。

謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の未来開拓研究プロジェクト 次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発の結果得られたものである。

参考文献

- 1) S.Suzuki et al. AIP Advances 4, 117131 (2014)
- 2) J.Crank, *Mathematics of Diffusion*, (Oxford University Press)(1956)

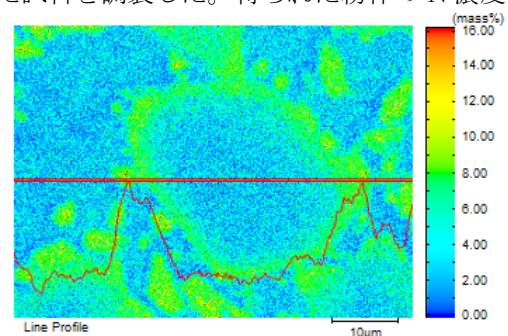


Fig.1 N-distribution in (I)-sample
(Nitrided at 723K for 4hrs)

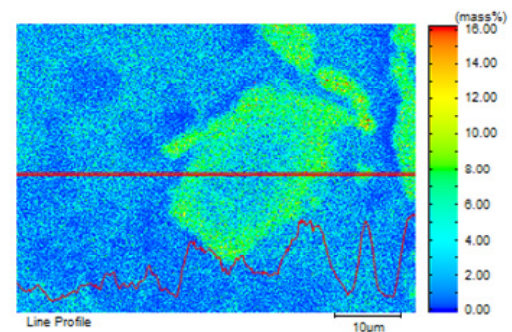


Fig.2 N-distribution in (I)-sample
(Annealed at 723K for 48hrs of Fig.1 sample)

ThMn₁₂ 構造を有する NdFe_{12-y}Ti_yN_x の Ti の効果

平山悠介、高橋有紀子、広沢哲、宝野和博
(物質・材料研究機構、元素戦略磁性材料研究拠点)

Effects of substitution with Ti on the NdFe_{12-y}Ti_yN_x compounds with ThMn₁₂ structure

Y.Hirayama, YK.Takahashi, S.Hirosawa and K.Hono

(The Elements Strategy of Initiative Center for Magnetic Materials, National Institute for Materials Science)

はじめに

R-Fe 系化合物 (R: 希土類元素) には多くの相が存在するが、ThMn₁₂ 相は鉄の含有量が最大であるために、大きな磁化が期待される。また、希土類元素の含有量が少なく、資源の観点からも非常に有用な材料である。近年、第一原理計算により、ThMn₁₂ 構造を有する NdFe₁₂N の飽和磁化は Nd₂Fe₁₄B のそれよりも大きな磁化を有する可能性が示唆された¹⁾。その後、薄膜法により、NdFe₁₂N_x 膜 (~70、~360 nm) の合成に成功し、その基本磁気特性 (異方性磁界、飽和磁化、キュリー温度) は、Nd₂Fe₁₄B のそれらを超える値を有することが報告され²⁾、再度注目が集まっている。しかしながら、報告されている NdFe₁₂N_x 膜は単相ではなく Fe の析出が抑制できておらず、保磁力については言及できていない。さらに、バルクでは NdFe₁₂N_x の合成に成功しておらず、NdFe₁₁TiN_x のように Fe をある程度 Ti 等で置換しなければ ThMn₁₂ 構造を得られないのが現状である³⁾。そこで、本研究では構造安定化元素として Ti 用い、 α -Fe 析出のないエピタキシャル NdFe_{12-y}Ti_y(N_x) 膜形成を MgO(100) 単結晶基板上に試み、その試料内での Ti の役割を評価した。

実験方法

試料作製には DC マグネトロン同時スパッタ法を用い、600°C に加熱した MgO(100) 基板上に下地層として W(001) をエピタキシャル成長させ、その上に約 50 nm の NdFe₁₁Ti (at. %) 膜を形成した。その後、15 mtorr の N₂ 雰囲気下、400°C において 1 時間窒化処理を行うことで NdFe₁₁TiN_x 膜を得た。構造評価には XRD (RIGAKU, SmartLab)、TEM (FEI, TitanG2) を、磁化曲線測定には VSM (Quantum Design, Inc. MPMS SQUID VSM) を用いた。

実験結果

Fig.1 に作製した試料の XRD 結果を示す。(a) は窒化前、(b) は窒化後の試料の測定結果である。(c) には参考として Ti を用いずに作製した NdFe₁₂N_x の XRD 測定結果を示す²⁾。いずれの試料からも、ThMn₁₂ 構造由来の (002)、(004) からの回折ピークが確認でき、c 軸が MgO(001) 面に垂直であるエピタキシャル NdFe₁₁Ti(N_x) の作製に成功した。また、Ti を置換させることで、 α -Fe の析出を抑制することができ、窒化後でも Fe の析出は見られなかった。

本発表では、詳細な磁化測定結果、TEM 観察結果を報告する。

参考文献

- 1) T. Miyake *et al.*, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **83**, 043702 (2014).
- 2) Y. Hirayama *et al.*, *Scripta Materialia* **95**, 70–72 (2015).
- 3) Ying-chang Yang *et al.*, *Solid State Commun.* **78** (1991)

317

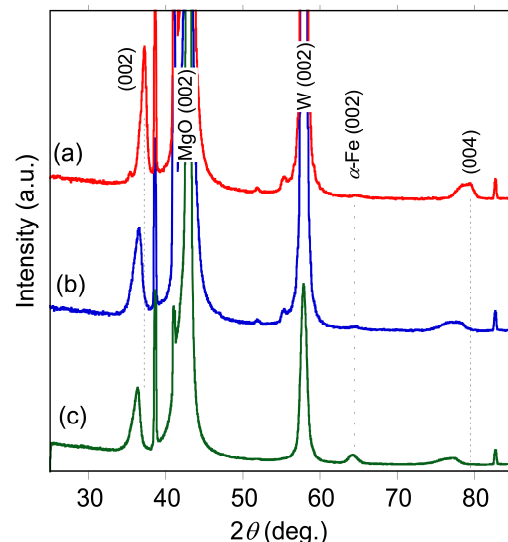


Fig.1 XRD spectra of (a)NdFe₁₁Ti and (b)NdFe₁₁TiN_x (c) NdFe₁₂N_x²⁾

急凝固法により作製した Sm-Fe-N 系合金急冷薄帯の固化成形

齋藤哲治

(千葉工業大学)

Magnetic properties of Sm-Fe-N melt-spun ribbons

Tetsuji Saito

(Chiba Institute of Technology)

はじめに

Sm-Fe-N 合金粉末は高温で分解するため Nd-Fe-B 磁石とは異なり、焼結により固化成形できないことが欠点となっていた。そのため、現在 Sm-Fe-N 磁石はボンド磁石として使用されている。最近、新しい固化成形法である冷間圧縮せん断法により Sm-Fe-N 合金粉末が固化成形できることがわかってきたが、冷間圧縮せん断法では板状の試料しか得られない⁽¹⁾。そこで、放電プラズマ焼結法により Sm-Fe-N 合金粉末が固化成形できるかどうかについて検討したところ、高温で分解する Sm-Fe-N 合金粉末も分解温度以下で放電プラズマ焼結することにより固化成形できることがわかってきた⁽²⁾。本研究では、急凝固法により作製した Sm-Fe-N 系合金急冷薄帯の放電プラズマ焼結法による固化成形について検討したので報告する。

実験方法

高周波溶解により Sm-Fe 合金を作製した後、急凝固法により Sm-Fe 合金急冷薄帯を作製した。次に、Sm-Fe 合金急冷薄帯に熱処理を施した後、窒素中で熱処理を施すことにより Sm-Fe-N 合金粉末を作製した。得られた Sm-Fe-N 合金粉末の固化成形を放電プラズマ焼結法で試みた。なお、焼結条件としては、雰囲気は真空中、焼結温度は 673–873K、焼結圧力は 100MPa とした。また、比較のため Sm-Fe-N 合金粉末の固化成形も放電プラズマ焼結法で試みた。得られた試料の密度はアルキメデス法で測定した。得られた試料の構造と組織は、X 線回折装置、透過型電子顕微鏡で調べた。得られた試料の熱磁気特性および試料のヒステリシス曲線は振動試料型磁力計で測定した。

結果および考察

放電プラズマ焼結法で Sm-Fe-N 合金粉末はバルクの磁石に固化成形できることが、その磁気特性は原料粉末に比べて大きく低下することがわかった。これは Sm-Fe-N 合金粉末が微細で熱に弱いためであると思われる。そこで、急凝固法により Sm-Fe-N 合金急冷薄帯を作製し、その固化成形を放電プラズマ焼結法で試みた。図 1 に Sm-Fe-N 合金急冷薄帯を放電プラズマ焼結法により 673–873K で固化成形した試料のヒステリシス曲線を示す。Sm-Fe-N 合金急冷薄帯を 673K で固化成形した試料は原料に用いた Sm-Fe-N 合金急冷薄帯と同様に高い保磁力を示すことがわかった。このことより、Sm-Fe-N 合金急冷薄帯は放電プラズマ焼結法で固化成形できることがわかった。しかし、Sm-Fe-N 合金急冷薄帯を 773K で固化成形した試料の保磁力は小さく、873K で固化成形した試料はほとんど保磁力を示さないことがわかった。このことより急凝固法により作製した Sm-Fe-N 合金急冷薄帯も高温では分解することがわかった。

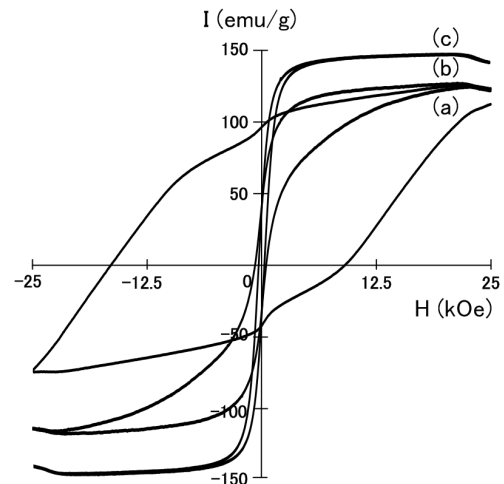


Fig.1 Hysteresis loops of Sm-Fe-N magnets produced by spark plasma sintering at (a) 673 K, (b) 773 K, and (c) 873 K.

参考文献

- 1) T. Saito, H. Sato, H. Takeishi, and N. Nakayama, Appl. Phys. Lett. vol. 89, 162511 (2006).
- 2) T. Saito, J. Magn. Magn. Mater., vol.320, pp.1893-1897 (2008).

Development of Super High Resolution Micro size Magnetic Sensors and Their Highlights Applications

Y. Honkura
MAGNEDESIGN CORP.

The trend of big data in Fig.1 creates the big progress of sensors towards to like bio sensors. Like bio sensors must have high performance in super high resolution, micro size, low power consumption, real-time, low cost and mass production. The like bio sensors must be archived by combination of sensor innovation and the sensor fusion smart system. In the field of magnetic sensors the developments of high resolution micro size magnetic sensors and their new applications such as wearable computer in Fig.2, medical applications in Fig.3, automotive driving systems, smart grid has been dramatically progressed.

MI sensor which consists of amorphous wire and MEMS coil must be most promising super high resolution micro size magnetic sensors. Recently the remarkable progress on MI sensor improved by pulse stimulation from MHz to GHz and fine pithed MEMS coil from 30 μm to 5μm in Fig.4 which gives the 100 times increase in sensitivity compared to that of MHz type MI sensor is reported. I propose GHz type MI sensor as GHz-spin rotation sensor (GSR sensor1)). This GSR sensor must measure the earth magnetism easily and apply to gyro compass which is used as motion sensor for wearable computer. Moreover it can detect bio magnetism of Pico tesla level and apply to heart magnetic cardiogram and magnetoencephalography.

The keynote speech will introduce the recent developments in super high resolution micro size magnetic sensors and their high light applications challenged in Silicon Valley.

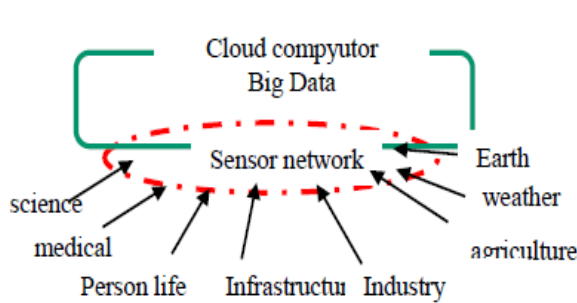


Fig.1 the ages of Big Data and the role of sensors
Market will increase from 10 B pieces /year to 100B pieces / year in 2020



Fig.2 Motion Fusion sensor size 4×4×1mm



Fig.3 magnetocardiography using SQUID

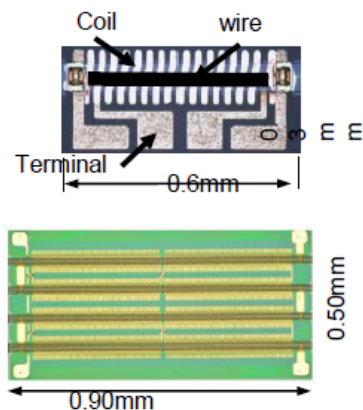


Fig.4 MI Element and coil pitch
Numbers of coil increased form 25 to 620 turns /mm

Reference

- 1) Y. Honkura; Nano plat form consortium symposium (2015).

High Sensitive Magnetic Field Sensor Using Amorphous Wire and Micro-fabricated Fine Pitch Coil

T. Kato, D. Oshima, and S. Iwata
(Nagoya University)

There were various types of magnetic field sensors available at present to measure the magnetic fields from electromagnet, motor, earth field, and bio-magnetic field. Among these sensors, only a SQUID magnetic field sensor is used to detect quite small magnetic field from biological activity, e.g., human brain and heart fields. However, low temperature facilities are required to operate SQUID sensors, and thus high sensitive magnetic field sensors operated at room temperature are desirable to detect the small bio-magnetic signals without large medical facilities. One of the candidates is a magneto-impedance sensor¹⁾ which is comprised of an amorphous ferromagnetic wire and winding coils; we refer to this sensor as an amorphous wire sensor.

The amorphous wire for the magnetic field sensor is known to have a special domain structure due to its induced magnetic anisotropy and shape anisotropy, i.e., magnetization in the wire surface layer points in the circumferential direction and one in the wire center points along the wire axis. When the wire is placed in the magnetic field, the surface magnetization canted slightly along the field direction. The pulse current flowing along the wire tends to rotate back the surface magnetization in the circumferential direction, which induce the induction voltage to the coil winding the wire. The ultimate sensitivity of the amorphous wire sensor will be the thermal stability of the domain structure. For the detection of the bio-magnetic field of around 1 pT, the thermal stability factor $K_u V$ should be larger than $M_s \times 1$ pT, where K_u , V , and M_s are the uniaxial anisotropy, volume, and magnetization of the wire, respectively. If we assume the $K_u = 1$ kerg/cc and $M_s = 1000$ emu/cc, which corresponds to saturation field of 2 Oe, the necessary dimension to have sufficient $K_u V$ for the detection of 1 pT is estimated to be $4 \mu\text{m} \phi \times 500 \mu\text{m}$, which is smaller than the present amorphous wire sensor.

The present amorphous wire sensor utilizes the wire of $15 \mu\text{m} \phi \times 500 \mu\text{m}$ and winding coil with a turn number N of 16 (coil pitch of $30 \mu\text{m}$), and it is reported to detect the magnetic field of 10 nT ²⁾. Since the sensitivity of the wire is roughly proportional to NL^2 / D^2 , where L and D are the wire length and diameter, respectively, the wire dimension of $5 \mu\text{m} \phi \times 900 \mu\text{m}$ and winding coil with a coil pitch of $2 \mu\text{m}$, corresponding to turn number of ~ 400 , are estimated to be required. In this talk, we describe the micro-fabrication of the amorphous wire sensor with a coil pitch of $5.5 \mu\text{m}$, and report the output of the sensor by flowing the pulse current in the wire under an external magnetic field. Figure 1 shows the optical micrograph of the micro-fabricated amorphous wire sensor with a wire dimension of $15 \mu\text{m} \phi \times 420 \mu\text{m}$ and coil turn number of 42. The output signal of this sensor was confirmed to have 3 times larger amplitude than that of commercially available magneto-impedance sensor which has a coil turn number of 16.

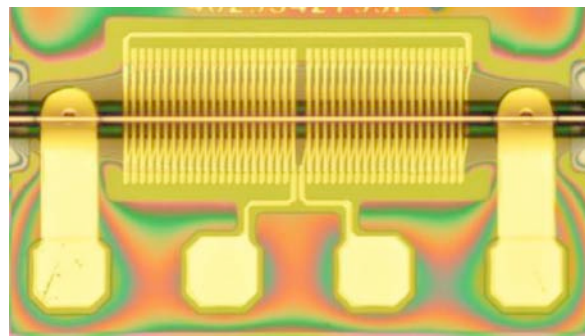


Fig. 1 Optical micrograph of the micro-fabricated amorphous wire sensor with a wire of $15 \mu\text{m} \phi \times 420 \mu\text{m}$ and winding coil with a pitch of $5.5 \mu\text{m}$.

Reference

- 1) L. V. Panina *et al.*, Appl. Phys. Lett., **65**, 1189 (1994).
- 2) N. Hamada *et al.*, PIERS Proc. 860 (2014).

Micromagnetic analysis of dynamic magnetization process in an amorphous wire for MI sensors

Y. Uehara, A. Furuya, K. Shimizu, J. Fujisaki, T. Ataka, T. Tanaka, H. Oshima*
(Fujitsu Ltd., *Fujitsu Laboratories Ltd.)

MI sensors based on the magneto-impedance effect in amorphous wires are nowadays widely used in electric compasses, thanks to their small size and high sensitivity [1]. Recently, MI sensors with ultrahigh sensitivity have been studied for application to wearable computers and medical devices [2]. To realize these applications, it is of prime importance to analyze dynamic magnetization process in amorphous wires. In this symposium, we introduce micromagnetic analysis of dynamic magnetization process in an amorphous wire by using Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) equation taking into account the eddy current.

A schematic structure of an MI sensor is shown in Fig.1. A pickup coil is wound around an amorphous wire. The amorphous wire has a circular magnetic anisotropy arising from the coupling between negative magnetostriction and frozen-in stress. Without external magnetic field H_{ex} , the magnetization in the wire forms the vortex structure in the yz plane, as shown in Fig.1. When H_{ex} is applied, the magnetization is tilted to the x direction by the field. As the pulse current whose change rate is in the order of MHz-GHz is applied, the magnetization turns back into the yz plane due to the Oersted field generated by the current. Simultaneously, the pickup coil detects the change in magnetic flux that arises from the rotation of the magnetization. Because of the high frequency of the current, it is necessary to take into account the eddy current effect in the wire to accurately calculate the dynamics of the magnetization process.

In the LLG simulation, the amorphous wire is treated by a 2D model, assuming that the magnetization distribution in the x direction is uniform. It is because their typical length (several hundred μm) is much larger than their diameter ($\sim 10 \mu\text{m}$), and can be approximated as infinite. The pulse current field including the eddy current effect is incorporated into the effective field in the LLG equation. Fig.2 shows the magnetization process with and without the eddy current effect in the wire. The diameter of the wire is $10 \mu\text{m}$, and the mesh size is 20 nm to compute the magnetic domain structures accurately. Saturation magnetization M_s , circular magnetic anisotropy H_k , and resistivity ρ are 1 T , 500 A/m , and $130 \mu\Omega\text{cm}$, respectively. The pulse current height is 0.39 A and the rise time is 0.8 ns . The initial magnetization is aligned in the axial (x) direction. The magnetization rotates toward the yz plane due to the circular anisotropy and the pulse current field. As shown in Fig.2, the eddy current affects the motion of the magnetization drastically. In this symposium, we will show some simulation results to understand the phenomena in the amorphous wire.

Reference

- 1) <http://www.aichi-mi.com/mi-technology/>.
- 2) T. Uchiyama *et al.*, IEEE Trans. Magn., 48, 3833 (2012).

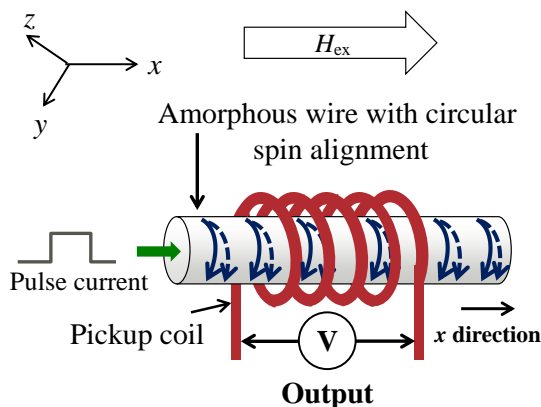


Fig.1 Structure of the MI sensor element

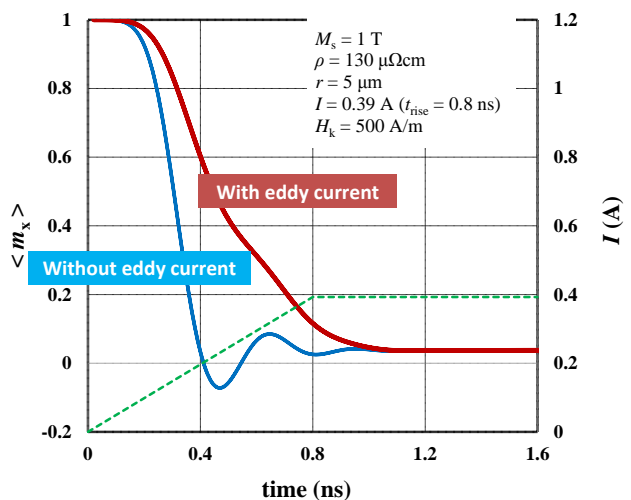


Fig.2 Response of magnetization in the wire to the pulse current with/without the eddy current effect

Signal-Noise Ratio Improvement of Magnetic Tunnel Junctions for Detection of Bio-Magnetic Field

K. Fujiwara¹, M. Oogane¹, D. Kato¹, J. Jono², H. Naganuma¹, M. Tsuchida² and Y. Ando¹

¹Department of Applied Physics, Graduate School of Engineering, Tohoku University,
Aoba-yama 6-6-05, Sendai 980-8579, Japan

²KONICA MINOLTA, INC., Tokyo, Japan

The discovery of large tunnel magneto-resistance (TMR) effect at room temperature in magnetic tunnel junction (MTJ) has spurred intensive investigation of MTJ applications for spin-electronics devices, such as magnetic random access memory and various magnetic field sensors. For sensor applications, low power consumption and small device size of MTJ make them prime candidates for next generation magnetic field sensor. In addition, from the feature that operate at room temperature, MTJ enables detection of bio-magnetic field (e.g. magnetocardiogram (MCG), magnetoencephalogram (MEG)) without liquid He (Fig.1). However, sensitivity and noise reduction are insufficient in MTJs have been developed. In this work, we fabricated MTJ with antiferromagnetic coupled bottom free layer for high sensitivity, and MTJs were connected series-parallel to reduce noise.

MTJ films were deposited on to thermally oxidized Si (001) wafers using DC/RF magnetron sputtering system. MTJs were micro-fabricated by photolithography process and Ar-ion milling. After micro-fabrication, MTJs were annealed 260 - 350 °C with applied magnetic fields of various directions. Fig.2 shows R - H curves of MTJ with CoFeSiB/Ru/CoFeB antiferromagnetic coupled free layer. High sensitivity of 115%/Oe was observed in single MTJ¹. Fig.3 shows a schematic image of signal and noise measurement. Series-parallel connected MTJs were placed in the center of the Helmholtz coil, the output voltage was amplified by the 100 dB amplifier and input to the oscilloscope. Fig.4 shows MgO barrier thickness dependence of signal voltage, noise voltage and S/N ratio measured from 18 Hz, 120 nT_{p-p} input magnetic field. Both signal and noise decreased with decreasing MgO thickness. From this relation of signal and noise, maximum 154 S/N ratio was acquired by 2.2 nm MgO thickness. The Detectivity D ($D = \text{noise}/\text{signal}$) of MTJs with 2.2 nm MgO barrier was 0.8 nT, this value is possible to measure cardiac magnetic field by performing integration of the order of 100 times.

Acknowledgment This work was supported by the S-Innovation program, Japan Science and Technology Agency (JST) and Center for Innovative Integrated Electronic Systems, Tohoku University.

Reference 1) D. Kato *et al.*, APEX, **6** (2013) 103004.

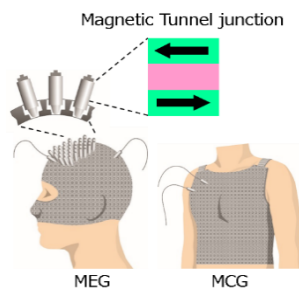


Fig.1 Schematic image of bio-magnetic field sensor using magnetic tunnel junctions.

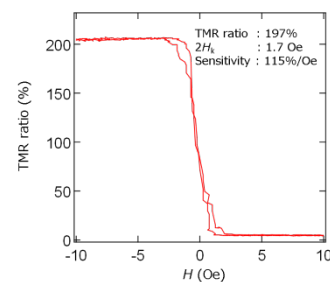


Fig.2 R - H curve of MTJ with CoFeSiB/Ru/CoFeB synthetic coupled free layer.

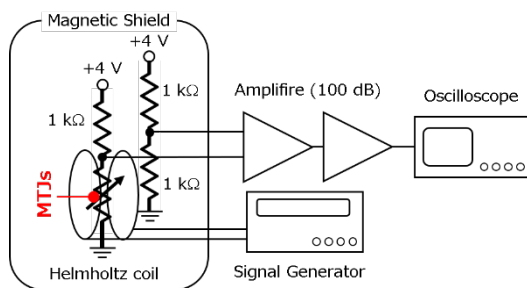


Fig.3 Schematic image of signal and noise measurement system.

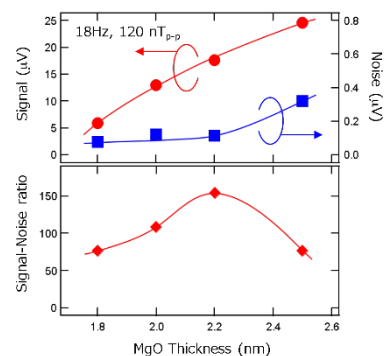


Fig.4 MgO barrier thickness dependence of signal voltage, noise voltage and

Development of pT resolution magnetic sensor utilizing MI element towards medical use

°T. Uchiyama

(Nagoya University)

Magnetization dynamics by pulse excitation in amorphous wire is limited in the surface layer by skin effect due to magnetic rotation. We have constituted highly sensitive linear micro magnetic field sensors utilizing Off-diagonal Magneto-Impedance (MI) effect. Recently we have succeeded in producing pico-Tesla (10^{-8} Oe) resolution MI sensors due to ultra-low intrinsic magnetic noise of amorphous wire¹⁾.

Superconducting quantum interference device (SQUID) have ultrasensitive, which have been utilized for bio-magnetic signals. For example, magnetocardiography (MCG) is a noninvasive technology that measures the magnetic field of the heart. It was developed for general-purpose use as a noninvasive, noncontact diagnostic tool for detecting obstructive coronary artery disease (CAD), and especially for detecting cardiac ischemia. Recently, MCG study using highly sensitive magnetic sensors, which can operate at room temperature, have been reported^{2,3)}.

We have tried to measure MCG signal using MI gradiometer. Fig.1 shows magnetic signal along with ECG sensor at 4 cm left the pit of the stomach. The subject was a man. A distance between from sensor head to a body surface is about 3 mm. The magnetic signal shown was averaged for ten times. The magnetic wave form was confirmed that is similar to the ECG wave form. By contacting sensor head to on shirts we recorded cardiac magnetic field of premature ventricular contraction as shown in Fig.2.

The SQUID has been also used to measure the human brain. The application of brain signals detection was developed in various fields. In medicine area, it could be implemented in such as brain injury inspection, diagnosis of neocortical epilepsy, telemedicine or cognitive functions research. And with advances in sensing technology, neuroprosthetics applications based on brain computer interfacing (BCI) could be improved and used to restore damaged hearing, sight or movement.

Event-related potentials (ERP) is one of the important biosignals of the brain which has a wide application in examining brain activity and cognitive functions. The P300 (or P3) is one of the ERP components which normally elicited in the process of making decisions. We have recorded of the waveforms of mean P300 magnetic field in occipital region elicited by audio stimuli, for several subjects. Brainwave measurement results of MI sensor will be presented and the results will be compared to SQUID's or EEG's results.

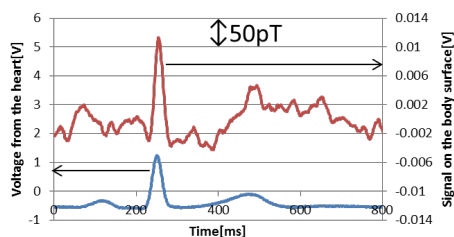


Fig.1. Voltage from the heart and Signal on the body surface at 4cm on the left of the pit of the stomach.

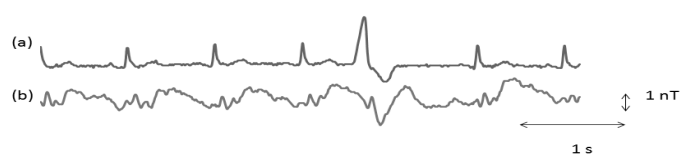


Fig.2. Recorded premature ventricular contraction of ECG in (a) and MCG by MI in (b).

Reference

- 1) T. Uchiyama, K. Mohri, Y. Honkura, L.V. Panina, *IEEE Trans. Magn.* 48(10), 3833-3889, (2012).
- 2) H. Karo and I. Sasada, *J. Appl. Phys.* 117, 17B322 (2015).
- 3) S. Yabukami, K. Kato, T. Ozawa, N. Kobayashi and K.I. Arai, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 38, 25-28 (2014).

Thermally stable magnonic sensors using spin wave differential circuits

Taichi Goto¹, Naoki Kanazawa¹, Hiroyuki Takagi¹, Yuichi Nakamura¹, Shingo Okajima², Takashi Hasegawa², Alexander B. Granovsky³, Koji Sekiguchi⁴, Caroline A. Ross⁵, Mitsuteru Inoue¹

¹Toyohashi University of Technology, 441-8580, Toyohashi, Japan

²Murata Manufacturing Co., Ltd., 617-8555, Kyoto, Japan

³Moscow State University, 119992, Moscow, Russia

⁴Keio University, 223-8522, Yokohama, Japan

⁵Massachusetts Institute of Technology, 02139, Cambridge, USA

Magnetic field sensors using spin wave propagating in the yttrium iron garnet (YIG) was proposed¹. Experimentally its high sensitivity, ~ 38 pT/Hz, was demonstrated with the artificial magnetic lattice (AML) composed of copper stripes onto YIGs^{2,3}, but the thermal instability of magnetization of YIGs prohibited spin waves from moving to device steps. To solve this issue, we used the spin wave differential circuit (SWDC) comprising two YIG films magnetized in opposite directions. Figure 1 shows the fabricated SWDC. This setup was put into the thermostat chamber and the magnetic-field sensitivity was measured by changing the applied field by Helmholtz coil. Figure 2 shows the thermal sensitivity of circuit A alone, B alone and SWDC. The obtained thermal stability of SWDC was -9.5×10^3 °K⁻¹. This was about 2×10^3 times better than single circuits. The sensitivity to the change of magnetic field was same with single circuit. This prototype of spin wave magnetic-field sensor can be miniaturized with decreasing of the thickness and wavelength of spin waves. Details of measurement setup, tuning method of actual device, and fundamental properties of magnonic crystals modulating propagation properties of spin wave will be discussed in the symposium.

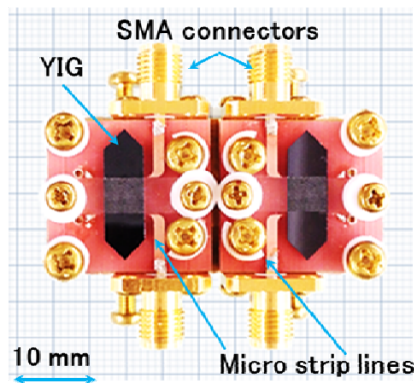


Fig. 1 Top view of the spin wave differential circuit composed of two YIG films placed onto four microstrip lines. Two YIGs are magnetized in opposite direction each other by bulk $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnets embedded in jig composed of brass. Four microstrip lines are electrically connected to the vector network analyzer.

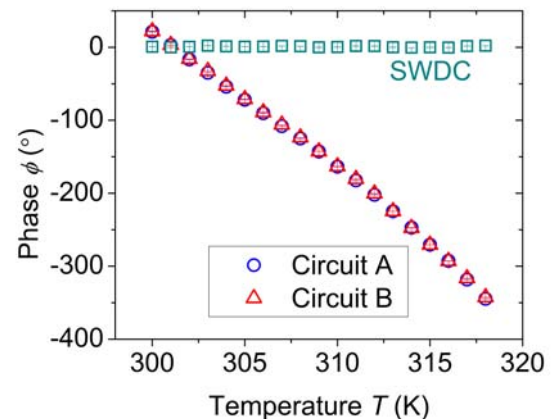


Fig. 2 Phase of spin wave versus temperature. Blue circles and red triangles show that of circuit A and B, respectively. Green squares show that of spin wave differential circuit.

Reference

- 1) M. Inoue, A. Baryshev, H. Takagi, P. B. Lim, K. Hatafuku, J. Noda, and K. Togo, *Appl. Phys. Lett.* 98, 132511 (2011).
- 2) N. Kanazawa, T. Goto, and M. Inoue, *J. Appl. Phys.* 116, 083903 (2014).
- 3) N. Kanazawa, T. Goto, J. W. Hoong, A. Buyandalai, H. Takagi, and M. Inoue, *J. Appl. Phys.* 117, 17E510 (2015).
- 4) T. Goto, N. Kanazawa, A. Buyandalai, H. Takagi, Y. Nakamura, S. Okajima, T. Hasegawa, A. B. Granovsky, K. Sekiguchi, C. A. Ross, and M. Inoue, *Appl. Phys. Lett.* 106, 132412 (2015).

低損失磁気-誘電 Co-AlN-SiO₂ ナノグラニューラー膜の作製

青木英恵、増本博、大沼繁弘*、山口正洋
(東北大、*電磁研)

Fabrication of Co-AlN-SiO₂ nano-granular films with low magnetic-dielectric loss
Hanae Aoki, Hiroshi Masumoto, Shigehiro Ohnuma* and Masahiro Yamaguchi
(Tohoku Univ., *Denjiken)

はじめに

透磁率・誘電率の高い材料をアンテナ素子へ導入すると、その波長短縮効果から実際の空間波長より物理長が小さくなり、素子を小型化できる。フェライトおよびその微粒子の複合体が主に研究されているが、2-6 GHz 帯の動作周波数が要求される次世代アンテナに応用できる多機能薄膜材料は見出されていない。我々は、Co 系ナノグラニューラー材料の磁性-誘電両特性の発現可能性について検討し、垂直磁化を持つなどの優れた高周波軟磁性膜を創製してきたが、アンテナ向け材料としては電気比抵抗が小さい($\sim 1 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$)という問題があった。GHz 帯で渦電流を抑えるという点からも、多層化や高電気抵抗化がこれまでに CoFe-SiO₂ グラニューラー膜の優れた高周波軟磁気特性が報告されている。タンデム法は粒径や粒子密度を制御し、均一なグラニューラー構造を形成する手法として古くから知られているが、近年、回転方向と垂直にわずかな磁気異方性が付与される点も見出されている¹⁾。

本研究では、タンデムスパッタ法を用いて、高周波帯域まで透磁率が高く、高抵抗なナノグラニューラー膜を作製することを目的とした。

実験方法

Co-AlN-SiO₂ ナノグラニューラー膜の作製は、二元 RF マグネトロンカソードを用いたタンデムスパッタで作製した。膜組成、結晶構造および微細構造は、それぞれ XRF(SEM-EDX), XRD および TEM で決定した。電気抵抗は 4 端子法で測定した。膜の静磁気特性は VSM で測定し、膜面内の飽和磁化、異方性磁界および保磁力を決定した。

実験結果と考察

膜の組成は Co₁₄-(AlN)₂₂-(SiO₂)₆₄ [at. %] であり、電気比抵抗は $1.8 \times 10^{-2} \Omega \text{cm}$ であった。XRD より膜に平均粒径 1-3 nm の Co 粒子が存在し、図 1 の膜の TEM 観察像から分かるように均一なグラニューラー構造であることが分かった。Co の粒子間にアモルファスの AlN-SiO₂ 相が存在し、この層が膜の高電気比抵抗に寄与していると考えられる。

膜面内の磁化曲線を図 2 に示す。膜の飽和磁界は 1500 G であり、面内に 20 Oe の異方性磁界を有する強磁性膜であることが分かった。報告者らはこれまでに、Co-AlN 系膜が従来のグラニューラー系膜よりも低い Co 組成範囲(30 at.% 以上)で強磁性を示すことを明らかにしてきた²⁾が、本報告の Co-AlN-SiO₂ 膜では 14 at.% の低 Co 組成の高抵抗膜においても良好な軟磁気特性を有する強磁性膜が得られた。

参考文献

- 1) M. Naoe et al., J. Magn. Magn. Mater., 391 (2015) 213.
- 2) H. Kijima et al., IEEE. Trans. Magn., 47 (2011) 3928.

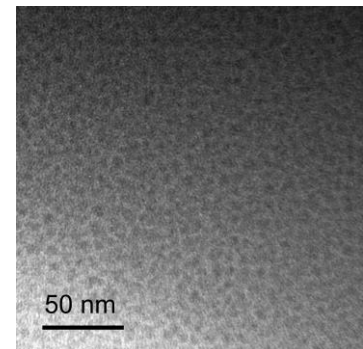


Fig.1 TEM image of Co-AlN-SiO₂ nano-granular film.

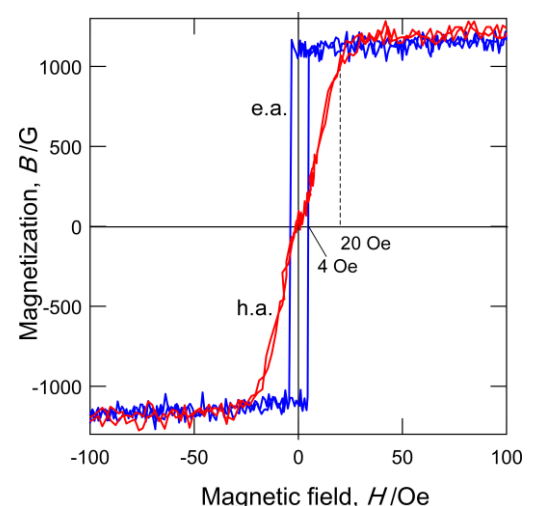


Fig.2 Magnetization hysteresis of Co-AlN-SiO₂ nano-granular film with magnetized easy(e.a.) and hard(h.a.) axis.

絶縁性 FeCo-MgF ナノグラニューラー膜の TMD 効果

小林伸聖, 岩佐忠義, 石田今朝男, 増本博*, 高橋三郎**, 前川禎通***
(電磁研, *東北大学際研, **東北大金研, ***原研先端基礎研)

TMD effects of FeCo-MgF insulating nanogranular films

N. Kobayashi, T. Iwasa, K. Ishida, H. Masumoto*, S. Takahashi**, and S. Maekawa***
(DENJIKEN, *FRIS, Tohoku Univ., **IMR, Tohoku Univ., ***ASRC, JAEA)

はじめに

粒径が数ナノメートルの磁性金属ナノグラニューラーと絶縁体マトリックスから成るナノ構造を有するナノグラニューラー膜は、そのナノ構造に起因した量子サイズ効果によって、様々な機能性を発現する。我々は、膜中の磁性金属の含有量が 20at.%程度以下の絶縁性を示す組成領域において、一対のナノグラニューラーペア間のトンネル伝導による電荷振動に起因する、大きな誘電率と磁気誘電効果、すなわち、TMD(tunnelling magneto-dielectric)効果が発現することを見出した¹⁾。ここでは、FeCo-MgF 系ナノグラニューラー膜に関し、膜中の Fe+Co 量とそれに伴う膜中のナノグラニューラーの数密度の変化と TMD 効果との関係を詳細に検討した結果について報告する。

実験方法

薄膜試料は、高周波スパッタ装置により、タンデム法によって作製した。ターゲットは FeCo 合金円板(75mm φ)と、MgF₂ 円板(75mm φ)を用いた。誘電特性評価には LCR メーターを用い、電気抵抗率は直流 4 端子法で測定した。磁化曲線は、AGM (alternating gradient magnetometer) で測定した。構造解析は XRD、組成分析は WDS によって行った。尚、各測定は室温で行った。

結果

Fig.1 には FeCo-MgF 膜の膜中の Fe+Co 量と TMD 効果およびトンネル型磁気抵抗効果 (TMR) の関係を示した。これらの膜は、グラニューラータイプの TMR を示すことが知られている²⁾。図に見られるように、Fe+Co が多い膜では TMR を示すが、磁性金属量が 20at.%以下では TMR は消失し、TMD が発現する。一方、XRD の結果から、Fe+Co 量の増加に伴い、膜中のナノグラニューラー数密度が増加していることがわかる。このことから、TMR を示す組成領域から Fe+Co 量の減少に伴って、膜中のナノグラニューラーの数密度が減少して隣り合うグラニューラー間隔が広がることにより、トンネル伝導のパスが切れ、伝導電子がナノグラニューラーペアに閉じ込められることによって、TMD 効果が発現すると考えられる。

参考文献

- 1) N.Kobayashi, H.Masumoto, S.Takahashi, and S.Maekawa, nature communications, 5:4417, DOI:10.1038/ncomms5417 (2014)
- 2) Kobayashi,S.Ohnuma,T.Masumoto,H.Fujimori, J.Appl.Phys.90(2001)pp.4159-4162

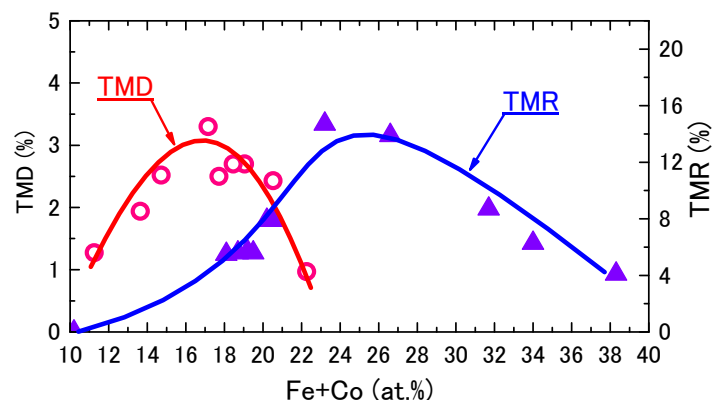


Fig.1. Dependence of the composition ratio of Fe+Co on TMD and TMR for FeCo-MgF nanogranular films.

$Co_2Fe(AlSi)-Al_2O_3$ グラニューラー多層膜における 磁気抵抗効果の熱処理温度依存性

石井良亮、藤原裕司、前田浩二、加藤剛志*、大島大輝*、神保睦子**、小林正、岩田聡*
(三重大工、*名古屋大工、**大同大)

Annealing temperature dependence of MR ratio of $Co_2Fe(AlSi)-Al_2O_3$ granular films

R. Ishii, Y. Fujiwara, K. Maeda, T. Kato*, D. Ohshima*, M. Jimbo**, T. Kobayashi, S. Iwata*
(Mie Univ., *Nagoya Univ., **Daido Univ.)

はじめに

グラニューラー膜に高スピン分極率を示す $Co_2FeAlSi$ (CFAS)¹⁾ を用いることで MR 比の向上が期待できるが、CFAS を規則化させるためには、540°C 以上での熱処理が必要であると報告されている。²⁾ これまでの我々のグループでは絶縁膜/CFAS/絶縁膜の構成でグラニューラー膜を作製していたが、300°C-400°C の熱処理で MR 比が低下した。これは熱処理により、微粒子間距離が大きくなりすぎたことが原因であると推測している。本研究では、多層構造を導入した $(Co_2Fe(AlSi)/AlO_x)_n$ のグラニューラー多層膜を作製し、熱処理を行ったのでその結果を報告する。

実験方法

薄膜作製は RF 及び DC マグネトロンスパッタリング法を用いた。スパッタガス Ar、1.0Pa 中で熱酸化膜付き Si 基板に $(Co_2FeAl_{0.5}Si_{0.5}(t_{CFAS})/絶縁体(t_{AlO}))$ を n 層堆積させた。また、 1.2×10^{-5} Pa 以下で 1 時間、200°C-600°C で熱処理を施した。TMR 効果は直流 2 端子法で最大印加磁界 ±15kOe で測定し、また、磁気特性は VSM 及び AGM で測定した。

実験結果

Fig. 1 は $t_{CFAS}=1.0$ nm の比抵抗の熱処理温度依存を示す。 $t_{AlO}=0.5, 1.0$ nm の時、熱処理温度の増加とともに比抵抗は減少した。比抵抗の値が $10^2 \mu\Omega \cdot cm$ 程度と金属の値に近くグラニューラー薄膜として成膜できていないことが原因と推測される。一方で、 $t_{AlO}=3.0, 4.0$ nm では、比抵抗は上昇していた。Fig. 2 は $t_{CFAS}=1.0$ nm の MR 比の熱処理温度依存である。 $t_{AlO}=0.5, 1.0$ nm では MR が得られなかった。 $t_{AlO}=3.0$ nm では 400°C まで MR 比は上昇し、最大 MR 比 5.5% を記録したが、その後減少した。 $t_{AlO}=4.0$ nm の時、熱処理温度 600°C まで MR 比は上昇し、600°C で最大 MR 比 6.0% を得た。 $t_{AlO}=3.0, 4.0$ nm、熱処理温度 600°C の試料の MR ループを Fig. 3 に示す。 $t_{AlO}=4.0$ nm では超常磁性的な特徴を示しているが、 $t_{AlO}=3.0$ nm では強磁性的な性質を示している。従って、 $t_{AlO}=3.0$ nm では微粒子が大きくなったことで MR が低下したものと考えられる。一方で、 $t_{AlO}=3.0$ nm の磁化曲線からは MR 曲線で確認されたほどの保磁力は確認されておらず、電流がグラニューラー膜全体を一様に流れていない可能性がある。

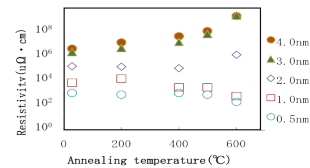


Fig. 1 Annealing temperature dependence of Resistivity

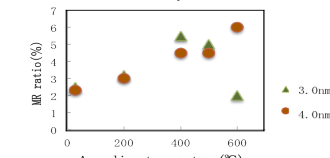


Fig. 2 Annealing temperature dependence of MR ratio

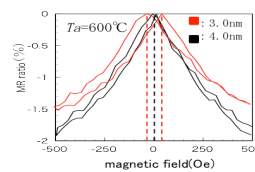


Fig. 3 MR loop at annealing 600°C

参考文献

- 1) N. Tezuka and N. Ikeda and S. Sugimoto and K. Inomata: Appl. Phys. Lett. 89, 252508 (2006)
- 2) W. Wang et al: Appl. Phys. Lett. 92, 221912 (2008)

単層 Fe-MgF₂ グラニューラー膜の微細構造と磁気特性

本庄周作¹、横野示寛¹、有田正志¹、福地厚¹、海住英生²、西井準治²、高橋庸夫¹
(北大情報¹、北大電子研²)

Microstructure and magnetic characteristics of single-layered Fe-MgF₂ granular films
S. Honjo¹, T. Yokono¹, M. Arita¹, A. Tsurumaki-Fukuchi¹, H. Kaiju², J. Nishii², Y. Takahashi¹
(Hokkaido Univ. IST¹, Hokkaido Univ. RIES²)

はじめに 強磁性体を単電子島とするトンネル接合において、クーロンブロッケードによる TMR の増大や単電子スピン伝導が極低温において報告されている¹⁾。この動作温度を 10 K 程度に上昇させることができれば TMR のゲート変調など種々の測定を容易に行うことができ、興味深い。これを念頭において、本研究においては自己組織化 Fe ナノ粒子からなる Fe-MgF₂ 単層グラニューラー膜に注目した。これまでに、同時蒸着膜や多層膜において、磁気特性・TMR 特性へのナノ粒子系の微細組織の影響が調べられているが²⁾、単層グラニューラー膜の場合にはその影響が顕著になると考えられる。ここではデバイス微細化の前段階として、この点について詳細に調べ、ナノ粒子系単電子トランジスタの作製条件を検討した。

実験方法 SiO₂/Si 基板上に数十 μm ギャップを持つ Au/Cr 電極を作製し、EB 蒸着 (~1×10⁻⁷ Pa) により MgF₂(50 nm)/Fe(*t* = 2.4-5.7 nm)/MgF₂(1 nm) を蒸着した。これらに対し、磁気光学 Kerr 効果(MOKE)を用いた磁化曲線、および磁気抵抗(MR)効果の測定(15 kOe)を行った。膜微細組織の分析には FEI 製 STEM (Titan3 G2) を用いた。

実験結果 Fe ナノ粒子が明るいコントラストとなる HAADF-STEM 像を Fig.1 に示す。*t* = 1.8 nm の試料では直径が 2-3 nm 程度の Fe 粒子が良好に分散している[Fig.1(a)]。また *t* = 2.8 nm では分散状態を保ちながら 4-5 nm への粒成長が確認できる[Fig.1(b)]。*t* = 4.0 nm では、粒成長と共に Fe 粒子の結合した二次粒子が見られるが、膜全体としては電流パスが分断された状態にあることが分かる[Fig.1(c)]。更に膜厚が増加した *t* = 5.4 nm では、迷路状の電流パスからなる連続膜の形成が確認された[Fig.1(d)]。Fig.2 に、対応する MOKE 磁化曲線から得られた保磁力の Fe 膜厚依存性を示す。不連続膜である *t* < 5 nm では膜厚の増加に伴い保磁力が上昇した、これは膜厚の増加に伴って Fe 粒子が粗大化したためであると理解できる。一方、*t* > 5 nm の試料では膜厚増加に伴い、保磁力が減少した。これは連続膜の形成により多磁区構造となったことによると考えられる。Fig.3 に TMR 比の膜厚依存性を示す。Fe 粒子のパーコレーション閾膜厚(~5 nm)を境として MR 比が激変している。また、二次粒子形成の閾膜厚(~3.5 nm)よりも薄い膜では TMR 比が増加した。*t* ~ 3.5 nm 付近においては 5 nm 程度の分散 Fe 粒子が形成されていると考えられ、超常磁性の影響を軽減した薄層グラニューラー系の研究に使用可能であると期待できる。

謝辞 本研究は科研費(25420279, 26630141)、および三菱財団による援助を受けて遂行された。また、結果の一部はナノテクノロジープラットフォーム事業(微細構造解析&微細加工、北海道大学)の下で得られたものである。

参考文献

1) K. Ono *et al.* J. Phys. Soc. Jpn. 66, 1261(1997), 2) K. Ono *et al.* Jpn. J. Appl. Phys. 41, 97 (2002).

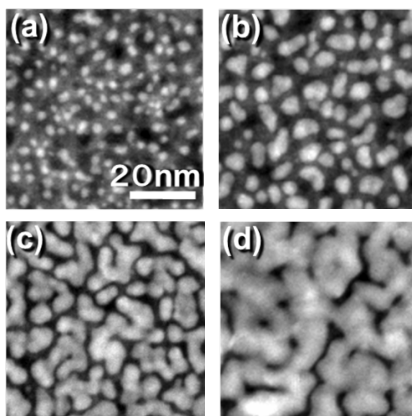


Fig.1 HAADF-STEM images of samples with *t* = (a) 1.8, (b) 2.8, (c) 4.0, and (d) 5.4 nm. The bright part corresponds to Fe.

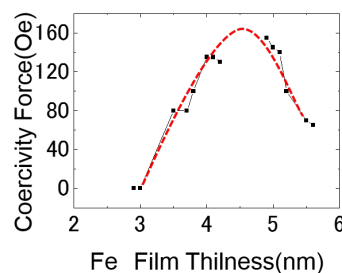


Fig.2 Fe film thickness dependence of Coercive force (at RT).

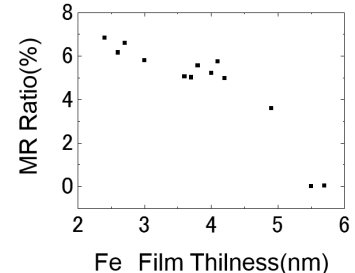


Fig.3 Fe film thickness dependence of MR ratio (at RT and 15 kOe).

(FeCoNbB)-(SiO₂) ナノコラムナー薄膜の高周波磁気特性

江口朋子、中川直之、米津麻紀、岡本佳子、末綱倫浩、末永誠一
(東芝研究開発センター)

High-frequency magnetic properties of (FeCoNbB)-(SiO₂) nanocolumnar films

T. Eguchi, N. Nakagawa, M. Yonetsu, K. Okamoto, T. Suetsuna, S. Suenaga
(Corporate Research & Development Center, Toshiba Corporation)

【諸言】

携帯電話や無線 LAN などの通信機器の動作周波数は高周波化しており、通信アンテナに用いる高周波用軟磁性材料の重要性が高まっている。高周波用軟磁性材料には、使用する周波数帯域において高透磁率・低損失の特性が求められる。我々は、これらの特性を実現する材料として、ナノグラニューラー構造よりも磁性金属充填率を高めたナノコラムナー構造薄膜について報告している⁽¹⁾。FeCo に Nb と B を添加したアモルファスナノコラムナー薄膜では、bcc-Fe 結晶の磁気異方性分散に起因する透磁率の損失 (μ'') が抑制される。本報告では (FeCoNbB)-(SiO₂) 薄膜において、磁場中斜入射成膜により面内一軸異方性を付与し、強磁性共鳴周波数 (f_r) の高周波化および透磁率損失係数 ($\tan \delta = \mu' / \mu''$) の低減を試みた。本研究により得られた新たな薄膜ナノ構造と高周波磁気特性について検証した。

【実験方法】

マグネトロンスパッタ装置を用い、Ar 雰囲気、100Oe の磁場中で石英基板上に膜厚 168nm の (FeCoNbB)-(SiO₂) 薄膜試料を作製した。基板とターゲット中心の成す角度は 25° とした。構造解析は X 線回折と TEM 観察にておこなった。試料の磁気特性は、試料振動型磁力計 (VSM) および高周波透磁率測定装置 (凌和電子: PMM-9G1) を用いて測定した。

【実験結果】

(((Fe₇₀Co₃₀)₉₆Nb₄)₉₀B₁₀)₉₃-(SiO₂)₇ 薄膜において、ナノサイズの FeCoNbB 扁平柱状体が SiO₂ 壁を介し傾斜して並んだ、新規ナノ構造を得た。図 1(a)(b) に表面 TEM 像、断面 TEM 像を示す。柱状体底面の短径は約 5nm、SiO₂ 壁の厚さは約 1nm であった。

図 2 に上記薄膜の高周波磁気特性を示す。柱状体が扁平かつ傾斜していることによる形状磁気異方性、磁場中成膜による誘導磁気異方性から、異方性磁界 3640e の大きな面内一軸異方性が発現した。その結果、 f_r は 7GHz 以上に高周波化した。飽和磁化は 1.31T であった。FeCo のアモルファス化、および f_r の高周波化により、 $\tan \delta = 0.390\% @ 1\text{GHz}$ となり、GHz 帯で低損失の優れた特性を得た。

参考文献

- 1) T. Eguchi, N. Nakagawa, M. Yonetsu, K. Okamoto, T. Suetsuna, S. Suenaga: J. Appl. Phys. **115**, p17A311 (2014)

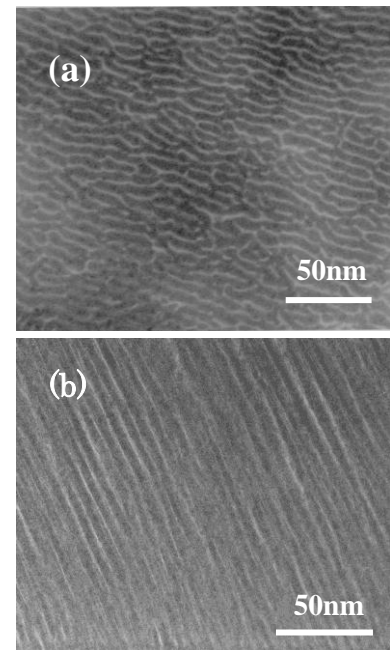


Fig. 1. TEM images of the (a) surface and (b) cross section of an (FeCoNbB)-(SiO₂) film

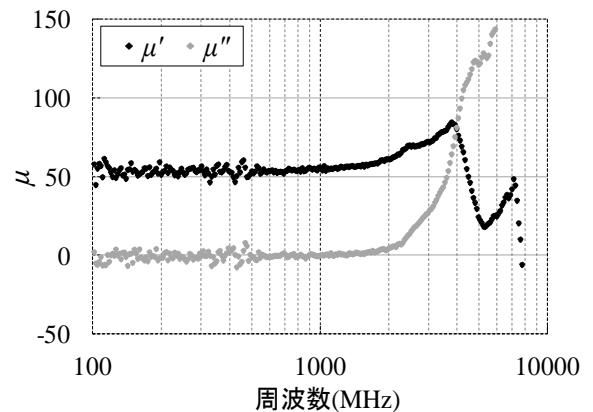


Fig. 2. Frequency dependence of permeability for the (FeCoNbB)-(SiO₂) film

FeCo 薄膜初期形成時における不連続応力変化

中込将成、林原久憲、高村陽太、中川茂樹
(東京工業大学院理工学研究科電子物理工学専攻)

Investigation of abrupt change of internal stress at the initial stage of FeCo thin film growth

Masanari Nakagome, Hisanori Hayashibara, Yota Takamura, and Shigeki Nakagawa
(Dept. of Physical Electronics, Tokyo Institute of Technology)

はじめに

対向ターゲット式スパッタ(FTS)法では形成する薄膜内部に生じる異方的な残留応力に起因する機能を磁性薄膜に付与できる^{1,2)}。これまで我々は FTS 装置に片持ち梁法を用いた応力の高感度 in-situ 測定システムを導入し、ガラス基板上に Ru や Ti 膜を堆積させた際の応力の初期形成過程を明らかにしてきた。一方で、FeCo 薄膜の場合は、初期形成過程の特定の膜厚(約 4nm)において、Ru や Ti では現れない不連続な応力の変化が起こることを確認してきたが、その原因は分かっていなかった³⁾。本研究では、応力測定に加え、電気抵抗率の in-situ 観測や X 線回折(XRD)測定を用いてこの不連続性の原因を明らかにすることを目的とした。

実験方法

FeCo 薄膜は、ガラス基板上に FTS 法を用いて Ar ガス圧 0.133 Pa で成膜した。応力は基板の一端を固定し膜の内部応力によるガラス基板のたわみ量をレーザー変位計により測定する片持ち梁法で in-situ 観測した。また、電気抵抗測定はガラス基板に Al 電極パターンを形成し、その電極間の抵抗を in-situ 観測した。さらに X 線回折(XRD)法を用いての FeCo 薄膜の結晶性の評価も行った。

実験結果

Fig. 1 の黒丸はガラス基板上に FeCo を直接堆積させたときの、FeCo 膜厚に対する応力と膜厚の積を表す。曲線の正負の傾きはそれぞれ引張応力、圧縮応力が優位に形成されていることを表す。0.5 nm までに観測される圧縮応力は、基板への粒子入射による基板のそりを反映している。1.0nm 以上での引張応力は島状成長による表面張力、2.5 nm 以上での圧縮応力は連続膜が形成されたことによる peening 効果の発現を表す。FeCo 膜厚が 4.0 nm までは応力は滑らかに変化するが、4.0 nm 程度で急激に引張応力が形成される。この不連続な応力の変化は成膜レートによらず常に 4.0 nm 程度の膜厚において現れる。

Fig. 1 の白丸は電気抵抗率と膜厚の積を表す。電気抵抗率は、島状成長の領域では大きな値となり、連続膜の領域ではほぼ一定となった。また、応力と同じ 4.0 nm で不連続に変化し、電気抵抗率は低下した。このような抵抗の減少は構造の相転移によって説明できる⁴⁾。

Fig. 2 に FeCo 薄膜の XRD パターンを示す。応力と電気抵抗率における不連続な変化が生じる前の試料(FeCo 膜厚 3.0nm)では回折ピークが検出されず、膜はアモルファスであると考えられる。一方で不連続な変化が起こった後の試料(FeCo 膜厚 5.0 nm)では FeCo(110)回折ピークが確認された。この結果は、不連続な変化の原因が結晶構造の変化であることを示唆している。

参考文献

- 1) 中川茂樹, 日本磁気学会「まぐね」 **8**, 107 (2013).
- 2) A. Hashimoto, K. Hirata, T. Matsuu, S. Saito, and S. Nakagawa, IEEE Trans. Magn. **44**, 3899 (2008).
- 3) 林原久憲, 中込将成, 高村陽太, 中川茂樹, 第 38 回 日本磁気学会学術講演会, 2pE-12, 2014
- 4) P. Duwez, R. H. Willens, and R. C. Crewdson, J. Appl. Phys. **36**, 2267 (1965).

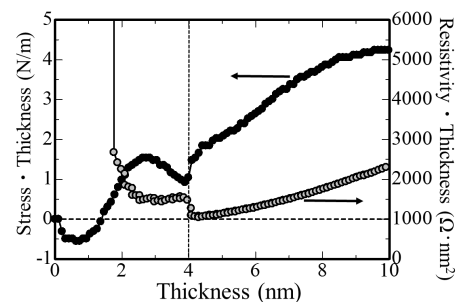


Fig. 1 Stress and resistivity as a function of nominal thickness of FeCo film

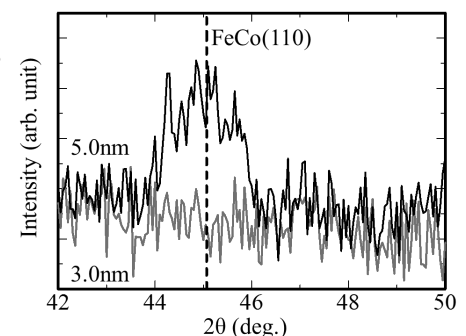


Fig. 2 XRD patterns of FeCo thin films

[Fe/C/Co/C]多層膜における正方晶歪と磁気異方性

藤島周, 新宅一彦*, 石尾俊二

(秋田大工資, *秋田県産業技術センター)

Tetragonal distortion and magnetic anisotropy of [Fe/C/Co/C] multilayer films

S.Fujishima, K.Shintaku, S.Ishio

(Akita Univ., *Akita industrial Technology Center)

はじめに

次世代永久磁石や情報記録媒体の性能向上には、高い結晶磁気異方性 (K_u) と高い飽和磁化 (M_s) とを兼ね備えた新材料の開発が必要不可欠である。T. Burkert¹⁾、G. Andersson²⁾、Y. Kota, A. Sakuma³⁾らの第一原理計算によれば、 $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$ におけるCoの組成が0.5-0.6、軸比(c/a)が1.2-1.25の値を取ったとき 10^7 erg/cm^3 をはるかに超える K_u を誘起することができる。本研究では、第三元素としてCを選択し、[Fe/C/Co/C]多層膜を作製することで、正方晶歪を有するFeCo合金膜を得ることを目的とした。

実験方法

製膜には、超高真空多元スパッタ装置(到達真空度は $3-6 \times 10^{-7} \text{ Pa}$)を用いた。マグネトロンスパッタ法により、基板温度を 200°C とし、MgO(001)単結晶基板上に下地膜としてRuを製膜した。その後、同温度においてFe/C/Co/Cを40層製膜した。磁気特性には振動試料型磁力計(VSM)、構造評価にはX線回折装置(XRD)を用いた。

実験結果と考察

Fig. 1はMgO(001)sub./Ru(20nm)/[Fe(x)/C(y)/Co(x)/C(y)]₄₀(x, y) = (0.14nm, 0.00nm)、(0.11nm, 0.01nm)、(0.098nm, 0.021nm)、(0.07nm, 0.035nm)の軸比c/a及び飽和磁化 M_s のC添加量依存性である。膜厚は、Fe+C及びCo+Cの合計膜厚が1原子層になるよう設計した。[Fe/Co]多層膜にC層を添加することにより、c/a値がわずかに増加する傾向が見られた。これは、一部のCがFeCo結晶に侵入したことによると考えられるが、添加量に対して期待していたほどの変化は見られず、Cが均一に分散していないと思われる。添加量50%に関しては、FeCo(002)ピークが観測されなかったため、c/aの算出ができなかった。 M_s に関しては、C添加量の増加に伴い減少する傾向が見られた。

これらの結果から、第三元素としてCを用いて正方晶歪の導入を試みたが、予想していたc/a値よりも低い値となった。しかし、界面近傍だけでなく、膜全体としてFeCoに格子歪を導入できたことは、材料探索の手法として多層膜が有効であることを示すと同時に、新たな材料設計のモデル構造ともなるため、応用的な観点からも重要である。

参考文献

- 1) T. Burkert et al., *Phys. Rev. Lett.*, **93**, 027203(2004)
- 2) G. Andersson et al., *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 037205(2006)
- 3) Y. Kota, and A. Sakuma, *J. magn. Soc. Jpn.*, **37**, 17-23 (2013)

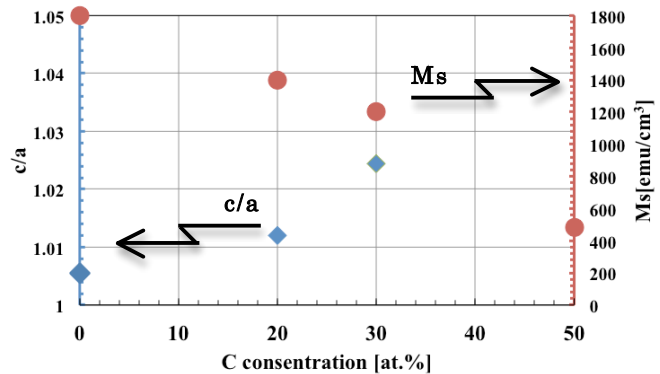


Fig. 1 c/a ratio and M_s as a function of C content for [Fe/C/Co/C] multilayers

MgO 及び SrTiO₃ 基板上に成長させた FeCoAl 薄膜の垂直磁気異方性

湯口嵩, 吉田真司, 金谷峻介, 高橋海里, 荒川明, 長谷川崇, 石尾俊二

(秋田大工資)

Perpendicular magnetic anisotropy of FeCoAl thin films grown on MgO and SrTiO₃ substrates

T. Kataguchi, S. Yoshida, S. Kanatani, K. Takahashi, A. Arakawa, T. Hasegawa, S. Ishio

(Akita Univ.)

はじめに

次世代永久磁石や磁気記録媒体の向上には、高結晶磁気異方性(K_u)、高飽和磁化(M_s)を兼ね備えた新材料が不可欠である。第一原理計算によると、 $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$ が $x=0.5\sim 0.6$ 、軸比(c/a)が 1.20~1.25、 $B2$ 規則度が 1.0 で、 $1.0\times 10^8 \text{ erg/cm}^3$ の高 K_u が発現すると報告されている¹⁾。本グループでは、MgO / Rh / FeCo 膜において、正方歪に起因する K_u と c/a の関係や、 K_u の FeCo 膜厚依存性を明らかにした²⁾。しかし、今後、正方晶 FeCo の実用化には厚膜化が課題であり、更に $2\times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ 以上の K_u を実現するには正方歪と $B2$ 規則構造の両立も重要である。本研究では、MgO 及び SrTiO₃ 基板上の FeCoAl 薄膜の垂直磁気異方性について報告する。

実験方法

本実験では MgO と SrTiO₃ の二種の酸化物単結晶基板を用いた。前者では、マグネトロンスパッタ法により、MgO(100) 基板上に Rh 膜を [001] 配向させた後に、基板温度を 200°C とし FeCoAl を製膜し、更に保護層として SiO₂ を室温製膜した。また、SrTiO₃(100) 基板では、最初 400°C で 60 分のベーキングを行った後、前者と同じ条件で FeCoAl 及び SiO₂ を製膜した。製膜後、規則化のため急速加熱熱処理装置を用いて熱処理を行った。磁気特性評価に極カー効果測定装置、構造評価に X 線回折装置を用い、 K_u の算出には振動試料型磁力計を用いた。

実験結果

Fig.1 には、MgO(100)sub. / Rh[20nm] / $(\text{FeCo})_{1-x}\text{Al}_x$ [2nm] ($x=0, 5, 10, 15, 20$) / SiO₂[5nm] について、XRD によって求めた c/a の Al 組成依存性を示した。 c/a は約 1.2 の値を示している。Fig.2 には、極カー効果で測定した室温の磁化曲線の測定結果を示している。磁化曲線は全て垂直磁気異方性を示しており、正方歪により垂直磁気異方性が誘起された事が分かる。

学会時には、酸化物単結晶基板を変えた際に伴う磁気異方性の変化等の実験結果についても報告を行う。

参考文献

- 1) Y. Kota and A. Sakuma, *Appl. Phys., Express* **5**, 113002 (2012)
- 2) 吉田, 湯口, 他 ; 第 39 回日本磁気学会発表予定 (2015)

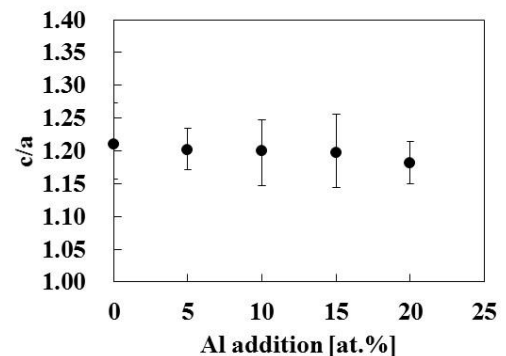


Fig.1 c/a ratio as a function of Al content for $(\text{FeCo})_{1-x}\text{Al}_x$ films.

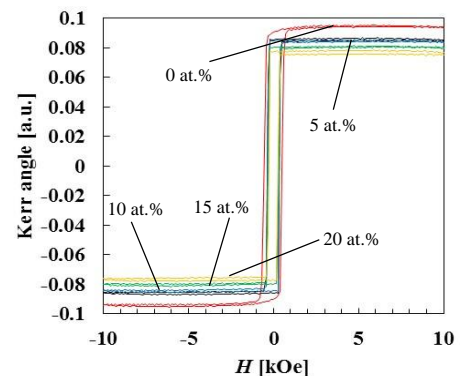


Fig.2 Magnetization curves of $(\text{FeCo})_{1-x}\text{Al}_x$ films measured by Polar Kerr effect.

MgO/Rh/Fe_{100-x}Co_x 膜の正方歪と一軸磁気異方性

吉田真司, 瀧口嵩, 高橋海里, 金谷峻介, 大宮裕之, 荒川明, 長谷川崇, 早坂浩二*, 斉藤伸*, 石尾俊二
(秋田大工資, *東北大学)

Tetragonally distorted structure and uniaxial magnetic anisotropy of MgO/Rh/Fe_{100-x}Co_x epitaxial film

S. Yoshida, T. Kataguchi, K. Takahashi, S. Kanatani, H. Ohmiya, A. Arakawa, T. Hasegawa, K. Hayasaka*, S. Saito*, S. Ishio
(Akita univ. *Tohoku univ.)

はじめに

高飽和磁化 Fe_{1-x}Co_x 合金に正方歪を導入すると高結晶磁気異方性を発現することが、第一原理計算により示されている¹⁾。これによると、 $x=0.5-0.6$ 、軸比(c/a)が 1.22-1.25 付近で一軸磁気異方性(K_u)が最大となり $K_u=1.0 \times 10^8 \text{ erg/cm}^3$ が予測される。実験では種々のバッファー層を用いたエピタキシャル成長によって FeCo に正方歪を導入が試みられている²⁾³⁾。しかし、依然として Fe_{1-x}Co_x の結晶構造と K_u との相関は明らかではない。本研究では、Rh バッファー層を用いて正方晶 FeCo を合成し、 K_u と正方歪 c/a の相関を調べた。

実験方法

マグネトロンスパッタ法により、基板加熱温度 300°C で MgO(100)基板上に Rh を(001)配向させた。その後、基板加熱温度 200°C で FeCo を成膜し、次いで保護層として Ru を室温成膜した。磁気特性評価にはカー効果、磁気トルクメーター、VSM、構造解析には XRD、TEM 及び走査透過電子顕微鏡 (STEM) を用いた。

実験結果

Fig.1 に MgO(100)sub./Rh(20.0nm)/Fe_{0.5}Co_{0.5}(3.0nm)/Ru (2.0nm) の HAAD-STEM 像(a)と SAD パターン(b)を示した。FeCo と Rh の界面は平滑であり、エピタキシャル成長していることが確認できる。(b)では、Rh の強い回折スポットに加え、FeCo の弱い回折スポットが観察され、正方歪をもった FeCo が形成されていることが解る。この時の c/a は 1.11 で、格子関係は FeCo(001)[110]/Rh(001)[100]/MgO(001)[100]となる

一軸磁気異方性(K_{u1})の大きさは膜厚に依存しており、膜厚が 1.5-2.5nm で、 $1.6 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ の最大値を示した。一方、上述のように、膜中は正方歪も誘起されており、正方歪も膜厚に依存している。そこで Fig.2 には Fe₅₀Co₅₀ の種々の膜厚での K_{u1} と c/a データを用いて、 K_{u1} と c/a の関係をプロットした (図中●)。図のように、 K_{u1} は c/a に依存しており、 $c/a=1.15-1.35$ で最大値となった。この結果は、Kota らの第 1 原理計算の結果 (図中○) とよく一致しており、正方晶 FeCo の一軸磁気異方性(K_{u1})は、正方歪に起因していることと結論できる。また、膜厚 10.0nm 以上($c/a=1.0-1.04$)付近でも、 $K_{u1}=0.5 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ の値が観察されるが、これは FeCo の B2 規則化ドメインの[001]配向に起因していると思われる。

参考文献

- 1) Y. Kota and A. Sakuma, *Appl. Phys. Express*, 5, 113002 (2012)
- 2) B. Wang et al, *J. Appl. Phys.*, 115, 133908 (2014)
- 3) L. Reichel et al, *J. Appl. Phys.*, 116, 213901 (2014)

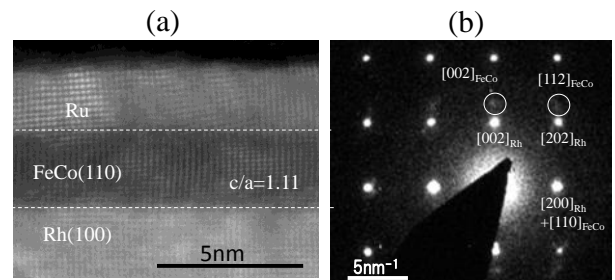


Fig. 1 (a) HAAD-STEM and (b) SAD images for the Rh/FeCo layer in the Rh/FeCo(3 nm)/Ru film.

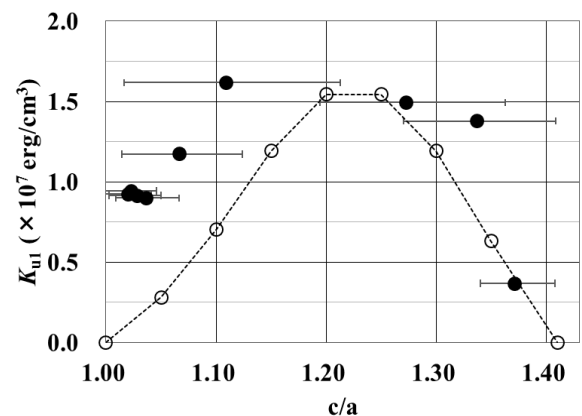


Fig. 2 K_{u1} as a function of c/a for Rh/Fe₅₀Co₅₀ films. The predicted magnetocrystalline anisotropy for Rh/FeCo with $S=0$ is also shown (open circles).

W/Fe (001)エピタキシャル多層膜の歪制御による垂直磁気異方性の発現

松本勇輝¹, 岡本聡¹, 菊池伸明¹, 北上修¹, 三浦良雄² (¹東北大, ²京都工芸繊維大)
 Strain controlled perpendicular magnetic anisotropy of W/Fe (001) epitaxial multilayers
 Y. Matsumoto¹, S. Okamoto¹, N. Kikuchi¹, O. Kitakami¹, Y. Miura²
 (¹IMRAM, Tohoku Univ, ²Kyoto Institute of Technology)

はじめに

これまでにエピタキシャル成長させた MgO (100) sub./W (10)/Fe (0.5)/W (3) (nm) 3層膜において $K_u = -2.1 \times 10^7$ erg/cc (300K), -3.5×10^7 erg/cc (10K) に達する巨大な負の垂直磁気異方性(面内容易面)が発現することを明らかにした[1]. これは Fe/W 界面における界面磁気異方性 ($K_s = -0.6$ erg/cm² (300K), -1.0 erg/cm² (10K)) に起因するものである. この試料においては厚い W 下地による格子整合のため, Fe 層が面内の引張り歪を受けている. 一般に磁性材料の磁気異方性は格子歪に極めて敏感であることから, 本試料では下地層や層構造を変えることで歪制御が可能であり, それに付随した磁気異方性の変化が期待される. 今回は Cr エピタキシャル下地を用いて, 歪制御を行った結果, 大きな正の垂直磁気異方性の発現を確認したので, その結果を報告する.

実験方法

分子線エピタキシー(MBE)によって, MgO sub./Cr (30)/W (t_w)/[Fe (2)/W (t_w)]₄/Cr (3) (nm) の Fe/W 多層膜を作製した. Fe 層の格子歪制御のため, Fe 層厚は 2 nm 一定とし, W 層厚を変化させた. 構造評価には RHEED および XRD, 磁気特性の評価には VSM および異常ホール効果(AHE)測定を行った.

実験結果

Fig.1 に Fe/W 多層膜の面直方向の磁化曲線の結果を示す. 反磁場を含む有効異方性磁場 H_k^{eff} は飽和磁場から評価した. W 層厚を薄くするのに伴い, H_k^{eff} が低磁場側にシフトする様子が観測された. Fe バルクの M_s を仮定して K_u を見積もった結果を Fig.2 に示す. W 層厚の減少に伴い, 磁気異方性が負から正に変化している様子が分かる. Fe と W では, バルクにおいて約 10% の格子ミスマッチが存在し, W 層厚の薄膜化に伴った歪制御の結果と判断できる. 第一原理計算によれば, バルク α -Fe の格子定数に整合した Fe/W では正の界面磁気異方性が生じることが予測されており, その挙動にも対応するものである. この K_u の起源として Fe/W 界面における界面磁気異方性を仮定すると, $K_s = 0.5$ erg/cm² と見積もられる. この値は面内磁気異方性として報告した W 層の厚い場合の $K_s = -0.6$ erg/cm² と同程度である. したがって, 歪制御を保った状態で Fe 層の薄膜化が出来れば, 10^7 erg/cc 台の垂直磁気異方性も十分に期待できる.

参考文献

- 1) Y. Matsumoto et al., IEEE Trans. Magn. (to be published)

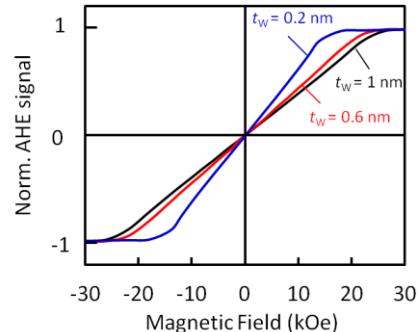


Fig. 1 Perpendicular magnetization curves of W/Fe multilayers

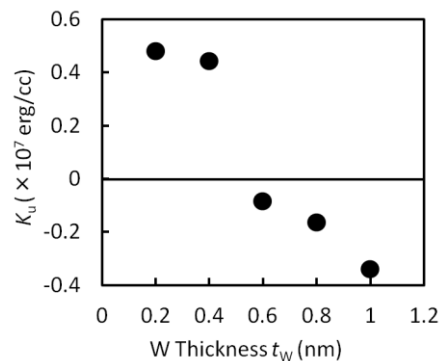


Fig. 2 W layer thickness (t_w) dependence of perpendicular magnetic anisotropy constant K_u of W/Fe multilayers

六方晶 $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜の原子層積層構造におよぼす下地層凹凸の影響

○タム キム コング^{a)}, 日向 慎太郎^{b,c)}, 斉藤 伸^{b)}

(^{a)}田中貴金属工業株式会社, (^{b)}東北大学, (^{c)}日本学術振興会特別研究員 (PD))

Effect of bumpy surface underlayer morphology on compositionally modulated atomic layer stacking of hcp $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ alloy film

○Kim Kong Tham^{a)}, Shintaro Hinata^{b,c)}, and Shin Saito^{b)}

(^{a)}TANAKA KIKINZOKU KOGYO K. K., (^{b)}Tohoku University, (^{c)}JSPS research fellow (PD))

はじめに 近年、マイクロ波アシスト磁気記録 (MAMR)¹⁾ はハードディスクが直面しているトリレンマ課題を打破する将来技術として注目されている。第一世代のMAMR媒体には、現行のグラニューラ媒体に用いられている六方晶CoPt合金を高軸結晶磁気異方性 (K_u) 化して用いることが提案されている²⁾。CoPt合金結晶粒の K_u をさらに高めるためには、スピン軌道相互作用を有効に活かすことが必要不可欠であり、これを達成するために我々はCoPt合金結晶粒中に、Fig. 1(a) に示す組成の異なる原子層の交互積層構造 (原子層組成変調構造) を実現することが有効であると考えている³⁻⁴⁾。一般にグラニューラ媒体の下地層表面には、磁性結晶粒の析出サイトを定めるためにnm寸法の凹凸構造を具備させる必要があることが知られているが、そのような表面形態を有する下地層上での原子層組成変調構造の実現の可能性は検討されていない (Fig. 1(b))。そこで、本研究では凹凸下地層の表面粗さおよび結晶粒径が $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜の原子組成変調構造および K_u に及ぼす影響を定量的に評価したので報告する。

実験結果 検討に用いた $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜は全て基板温度 300°C の下で、同一スパッタ条件で成膜した。下地Ru層の表面形状は成膜Arガス圧、成膜後の加熱温度、金属-酸化物グラニューラ型バッファ層⁵⁻⁶⁾の有無により変化させた。Fig. 2には、本検討で作製した下地層の二乗平均粗さ (R_q) と結晶粒径 (GD_{Ru}) との関係を示す。今回の検討における表面形状の変化幅は、 R_q では約0.4から2.0 nm, GD_{Ru} では6.7から12.5 nmであった。図中の等値線はこれらの下地層上に成膜した $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜の K_u および原子層組成変調割合を示す超格子回折線と基本回折線との積分強度比をLorentzおよび原子散乱因子で補正したCorrected $I_{\text{sup.}} / I_{\text{fund.}}$ である。また、挿入図には典型的な結晶粒径および表面粗さの下地上に積層した $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜の走査型電子顕微鏡の高角散乱環状暗視野 (HAADF) 像を示す。HAADF像は電子線の散乱体の電子密度を反映する特徴がある。大粒径かつ平坦な下地層上に作製した試料では明暗のコントラストを有する原子層が交互に積層している。これは $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜が平均組成としてPt-richな層とPt-poorな層とに組成変調を起こしていることに対応している。一方、小粒径かつ荒れた下地層上に作製した試料ではコントラストがついておらず、 $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金薄膜が不規則相として形成していることがわかる。 $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ 合金結晶粒の K_u を評価したところ、(R_q , GD_{Ru})の約(1.3, 7)から(0.5, 12) nmの変化により値が 1.3 から $1.7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ へと増大した。CoPt合金薄膜の知見をグラニューラ媒体の各磁性結晶粒の原子層組成変調構造の実現による高 K_u 化に活かすためには、平滑かつ小粒径で、深い空隙を有する下地層の作製が必要になると考えられる。

参考文献 1) J. G. Zhu et al., *IEEE Tran. Magn.*, **44**, 125 (2008). 2) K. Yamada et al., *Digest of the 24th Magn. Rec. Conference. TMRC*, **24**, 64 (2013). 3) S. Saito, et al., *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 3201205 (2014). 4) S. Saito et al., *Abstract of 59th Annual conference on Magnetic and Magnetism Material*, GU-03 (2014). 5) K. K. Tham et al., *J. Appl. Phys.*, **115**, 17B752 (2014). 6) K. K. Tham et al., *J. Appl. Phys.*, **117**, 17A923 (2015).

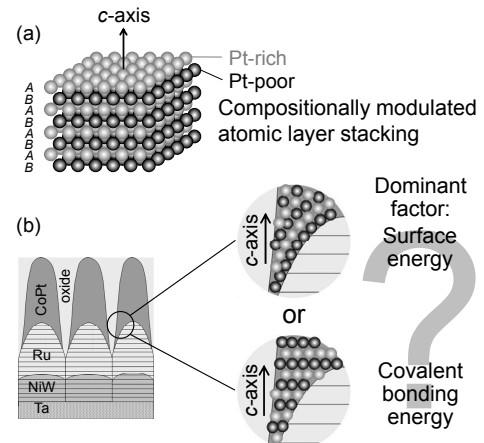


Fig. 1 (a) Compositionally modulated atomic layer stacking of a Co-Pt alloy film and (b) possible growth of Co-Pt alloy film on a bumpy surface underlayer.

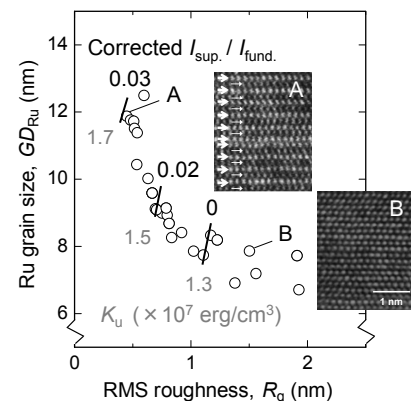


Fig. 2 Relation between the grain size and surface roughness for underlayers prepared in this experiment. Contour lines inside the graph show integral intensity ratio of the superlattice peak ($I_{\text{sup.}}$) and fundamental peak ($I_{\text{fund.}}$) and K_u of $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ films deposited on these underlayers. Insets show HAADF-STEM images of $\text{Co}_{80}\text{Pt}_{20}$ films deposited on underlayers with typical grain size and surface roughness.

下地層形態と Co 薄膜の微細構造の関係

大竹充・二本正昭

(中央大)

Relationship between Underlayer Morphology and Microstructure of Co Thin Film

Mitsuru Ohtake and Masaaki Futamoto

(Chuo Univ.)

はじめに 磁性薄膜デバイスでは、磁性層の結晶配向制御などを目的に非磁性下地層が用いられる。近年の垂直磁気記録用の Co 基合金グラニューラ媒体では、下地層の起伏も活用することにより、磁性結晶粒のサイズや分布の制御を行っている。しかしながら、下地層起伏が大きくなると、ファセットなどの基板面と平行な結晶面以外にも表面に存在することになり、磁性層の結晶成長に影響を及ぼすことが考えられる^{1,2)}。本研究では、基板面と平行なテラスが(111)であり、ファセットとして(11 $\bar{1}$)や(110)を持つ Au 下地層上に Co 薄膜を形成し、下地層形態と膜成長の関係を調べた。

実験方法 膜形成には超高真空分子線エピタキシー装置を用いた。MgO(111)単結晶基板上に 500 °C でヘテロエピタキシャル成長させることにより上述のファセットを持つ Au 下地層を形成し、その上に 300 °C で 100 nm 厚の Co 膜を形成した。構造解析には、RHEED, XRD, AFM, TEM, SAED を用いた。

実験結果 Fig. 1(a)に Au 下地層上に形成した Co 膜の断面 TEM 像を示す。Au 下地層は(111)テラスに加え、(11 $\bar{1}$)や(110)、(100)などのファセットを形成しており、テラスおよび各ファセット上において結晶方位の異なる Co 結晶が成長していることが分かる。Fig. 1(b)に Au(111)テラス上に形成された Co 結晶の HR-TEM 像を示す。ABAB \cdots (もしくは ACAB \cdots) 積層を基本とする hcp(0001)結晶が形成されていることが分かる。Fig. 1(c)に Au(11 $\bar{1}$)ファセット上に形成された Co 結晶の HR-TEM 像を示す。ファセット表面と平行に hcp(0001)結晶が形成されており、その結果、Co 結晶の c 軸が面直方向から約 60°傾いてしまっていることが分かる。当日は、(110)や(100)ファセット上に形成された Co 結晶の構造解析結果についても報告する。

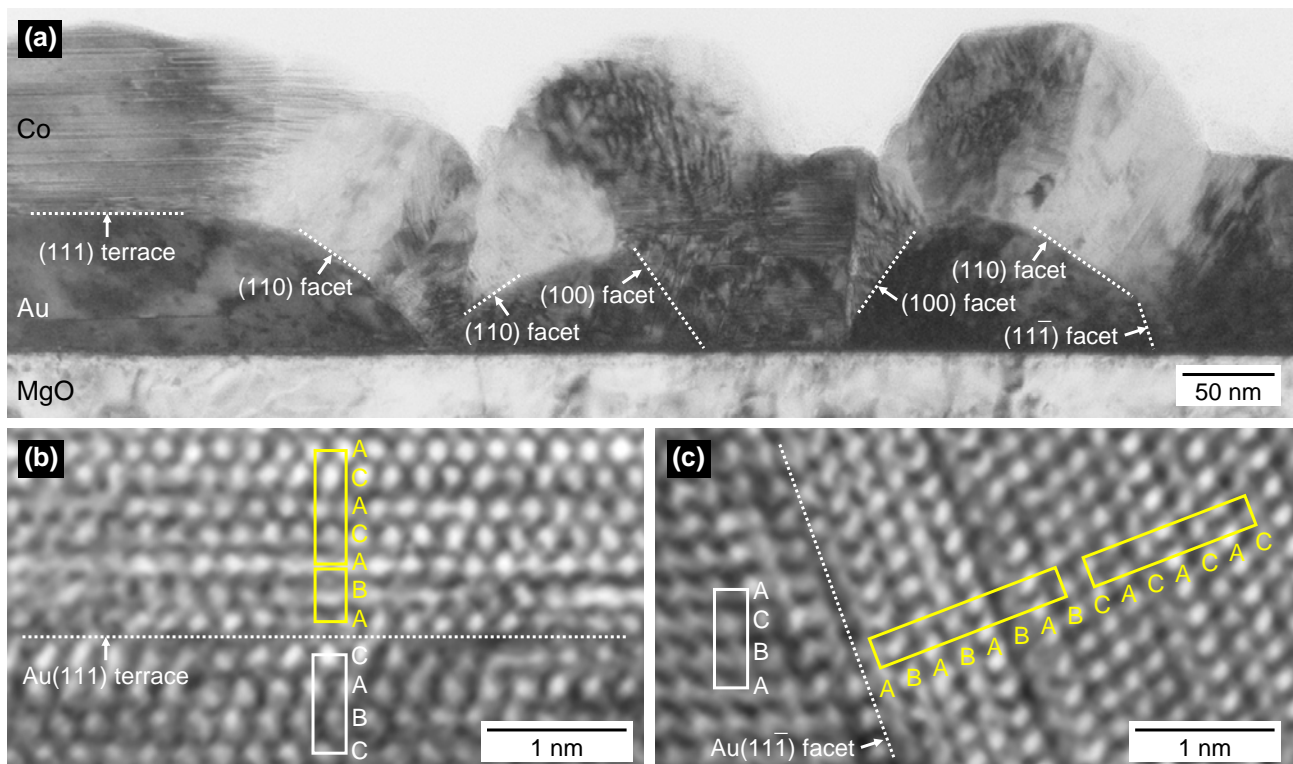


Fig. 1 (a) Cross-sectional TEM image observed for a Co/Au film deposited on MgO(111) substrate. [(b), (c)] HR-TEM images of Co crystals formed on (b) Au(111) terrace and (c) Au(11 $\bar{1}$) facet.

- 参考文献** 1) M. Takahashi and S. Saito: *J. Magn. Magn. Mater.*, **320**, 2868 (2008).
2) M. Ohtake, K. Kobayashi, and M. Futamoto: *IEEE Trans. Magn.*, **48**, 3207 (2012).

FeRh/BaTiO₃ ヘテロ構造において電界が磁気秩序に与える影響

飯島諒介、鈴木一平、伊藤満、谷山智康
(東工大)

Electric field effect on magnetic phase in FeRh/BaTiO₃ heterostructures

R. Iijima, I. Suzuki, M. Itoh, T. Taniyama
(Tokyo Tech.)

はじめに

CsCl 型 FeRh 合金は、室温で反強磁性を示し 380 K 付近で強磁性へと磁気転移する特異な物質として知られている。我々はこれまでにエピタキシャル FeRh/BaTiO₃ (BTO) ヘテロ構造において、BTO の構造相転移に伴う界面歪みが強磁性-反強磁性転移を誘起することを報告してきた[1]。また、FeRh の磁気秩序を電界で制御しようという試みも報告されている[2]。本発表では、FeRh を BTO(001) 基板上に成膜し、電圧印加により誘起される BTO の強誘電ドメイン変調と、それに伴う界面歪みが FeRh の磁気特性に与える影響について調査した結果について報告する。

実験方法

FeRh/BTO(001) ヘテロ構造を、Fe、Rh の同時蒸着による MBE 法を用いて BTO(001) 単結晶基板上に作製した。300 K における磁化の磁場依存性、およびその電界効果を縦磁気光学 Kerr 効果により測定した。磁場は面内で BTO(100) 方向に印加した。電界を薄膜面に対して垂直方向に印加しながら磁化の磁場依存性を測定することで電界効果について調査した。また、BTO の誘電ドメイン状態を初期化するために、450 K で磁化を飽和させた後、ゼロ磁場、ゼロ電場のもとで 300 K まで冷却し、種々の電圧で磁化の磁場依存性を測定した。

実験結果

初めに FeRh/BTO ヘテロ構造試料の磁気特性を明確にするために、磁化の温度依存性を評価した。その結果、400 K からの降温過程において、強磁性-反強磁性転移を示す磁化の減少が観測された。一方で、300 K においては完全な反強磁性状態ではなく、強磁性、反強磁性領域の共存状態であることが分かった。その試料に対して、電圧を印加した際の磁化曲線の変化を Fig. 1(a) に示す。電圧 100 V を印加することにより保磁力が減少していることが分かる。また、保磁力と電圧の関係 (Fig. 1(b)) から、電圧印加に伴う保磁力の変化が 20 V 程度で飽和することが分かる。この電圧印加に伴う保磁力の減少は、接合界面において電界印加に伴い BTO の強誘電 a-c ドメイン境界が移動し、c ドメインの領域が増大することにより、結果として FeRh 薄膜に圧縮歪みが印加され、FeRh の反強磁性領域が拡大したことに起因すると理解される。当日は、電界により誘起される強磁性-反強磁性転移の振る舞いについてより詳細な結果に基づいて議論する予定である。

参考文献

- 1) I. Suzuki, et al., Appl. Phys. Lett. **104**, 022401 (2014).
- 2) R.O.Cherifi, et al., Nature Mater. **13**, 345 (2014).

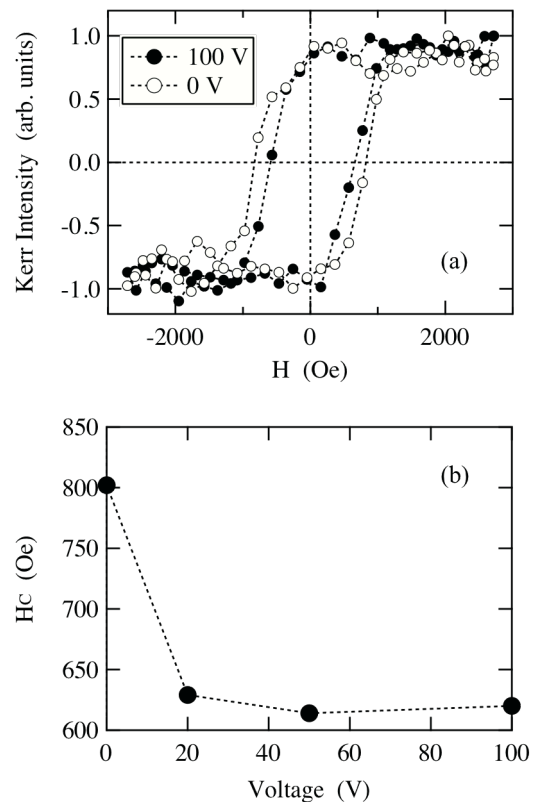


Fig. 1 (a) 電圧印加時および無印加時における FeRh/BTO の磁化曲線, (b) 保磁力の印加電圧依存性

基板相転移に伴う強磁性 Pd(100) 超薄膜の磁性の変化 II

櫻木俊輔, 小川智之*, 佐藤徹哉
(慶應大, * 東北大院工)

Change in magnetism of ferromagnetic Pd(100) ultra thin film by phase transition of the substrate II

S. Sakuragi, T. Ogawa*, and T. Sato
(Keio Univ., *Eng. Tohoku Univ.)

1 はじめに

近年、講演者らは SrTiO₃(100) 基板上にエピタキシー成長した Pd 超薄膜中に、Ni をも凌駕するほどの自発磁化が膜厚に依存して振動的に現れることを示した¹⁾。この振動現象の周期は第一原理計算による予想と完全に一致しており、超薄膜化により生じた *d* 電子の量子井戸状態に由来したバンドが Pd のフェルミエネルギー付近に周期的に現れることにより説明可能である。位相シフト量子化則によれば、金属中の量子井戸状態は膜厚の変化および、超薄膜中の電子の運動量や基板/薄膜界面のポテンシャル障壁の大きさに由来して変調されることが理解されている²⁾。よって、超薄膜への歪みの印加による膜厚の変化や、積層状態の変化に伴う界面電子状態の変化により量子井戸状態が変調されれば、Pd(100) 超薄膜中の磁性にも変化が生じることが予想される。そこで本研究では、SrTiO₃ が約 105 K で構造相転移を生じることを利用し、相転移点前後で生じる SrTiO₃/Pd 界面の変化に起因した Pd(100) 超薄膜の磁性変化について調査を行った。

2 実験方法

超高真空中にて、TiO₂ ステップ-テラス表面を有する SrTiO₃(100) 基板上に Pd をエピタキシー成長させた。それを超高真空チャンパーとフランジ接続された石英管に一度も大気に曝すことなく封入し、SQUID 磁力計を用いることで低温から室温までの磁化の温度依存性を測定した。冷却に伴う Pd の構造の変化を X 線反射率法 (XRR) を用いることで調べ、膜構造の変化と磁性の関係性を議論した。

3 結果および考察

SrTiO₃(100) 上の Pd(100) 超薄膜について磁化の温度依存性測定を行ったところ、SrTiO₃ の相転移温度付近において Pd の磁化に顕著な変化が観測された (Fig. 1)。この変化の傾向が冷却の回数に依存して不可逆に変化することから、冷却・昇温に伴い SrTiO₃/Pd の構造が不可逆に変化していることが示唆された。試料を室温から 10 K まで 6 回冷却した後に測定した磁化の温度依存性の結果を Fig. 2 に示す。冷却過程において 100 K 付近に磁化の大きな変化が見られるが、昇温過程において磁化の変化は観測されず、また昇温後に Pd の自発磁化が消失していることが分かった。この試料と同様の温度サイクルを施した試料について冷却前後における XRR 測定を行ったところ、プロファイルに明瞭な差が観測された (Fig. 3)。これは、冷却を繰り返し行うことで SrTiO₃/Pd 膜の構造に変化が生じたことを示唆する。温度変化による膜構造の変化の要因として、Pd と SrTiO₃ の比熱の違いやアンチフェーズドメインにて生じた膜構造の劣化が考えられ³⁾、界面構造の変化に伴うデッドレイヤーの形成および積層状態の変化により量子井戸状態が変調され、Pd の磁化に影響が与えられたと予想される。また、冷却・昇温の繰り返しにより膜構造が大幅に劣化し、Pd 中の量子井戸状態が保たれなくなった際に自発磁化が消失したと考えられる。

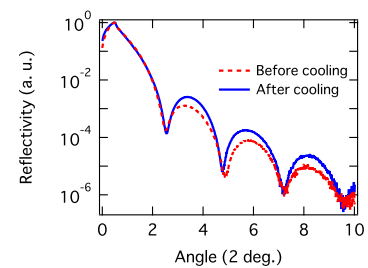
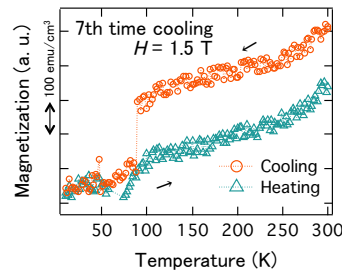
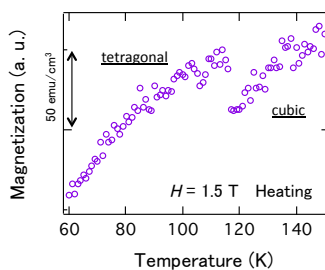


Fig. 1 Temperature dependent magnetization

Fig. 2 Magnetic properties after repetition by cooling

Fig. 3 Result of XRR before and after cooling

References

- 1) S. Sakuragi et al.: *Phys. Rev. B*, **90**, 3078 (2014).
- 2) T.-C. Chiang: *Surf. Sci. Rep.*, **39**, 181 (2000).
- 3) F. He, B. O. Wells, S. M. Shapiro, M. v. Zimmermann, A. Clark, and X. X. Xi: *Appl. Phys. Lett.*, **83**, 123 (2003).

Nb:SrTiO₃ 上の Pd(100)超薄膜の電圧印加による磁性への効果

糸谷良, 櫻木俊輔, 佐藤徹哉
(慶大理工)

Effect on magnetism by voltage application to Pd(100) ultra-thin film on Nb-doped SrTiO₃
Ryo Itotani, Shunsuke Sakuragi and Tetsuya Sato
(Fac. of Sci. and Tech., Keio Univ.)

はじめに

Pd(100)超薄膜が膜厚に対して振動的に強磁性を発現することは、第一原理計算および SrTiO₃ を基板として用いた実験によって確認されている¹⁾。これは薄膜に現れた量子井戸状態に起因するものであり、薄膜界面における散乱位相シフトが量子井戸の形成に関わっている。散乱位相シフトは、薄膜外への電子のしみ出しとして考えられ、その度合いを変えることで量子井戸状態を変調でき、結果として Pd の磁気的性質に変化が生じることが期待される。

本研究では基板に Nb ドープした SrTiO₃(NSTO)を用い、Pd/NSTO 界面に形成されるショットキー接合により量子井戸の変調を目指す。ショットキー障壁幅はバイアス電圧により変化させることが可能であり、これを利用して NSTO 側の位相シフトを変調させる。

実験方法

MBE 法を用いて NSTO(100)基板の上に Pd(100)超薄膜をエピタキシャル成長した。これを超高真空チャンバーに接続された石英管に封入し、SQUID 磁力計でその磁化の大きさを測定した。またこれとは別に、Ti/Au 電極を真空蒸着した Pd(100)/NSTO 試料を作製し、その電流-電圧特性を評価した。

実験結果

Pd(100)/NSTO の磁気測定から得られた、Pd の単位原子あたりの磁化と膜厚の関係を Fig.1 に示す。SrTiO₃ を基板として用いた実験¹⁾と比較すると、ピークを示す膜厚がずれる。これは、Nb をドープしたことにより界面状態が異なったためだと考えられる。また Fig.2 のショットキー特性より、Pd/NSTO 界面にはショットキー障壁が存在する。今後は、ショットキー障壁の制御によって位相シフトを変え、磁性の変調を試みる。

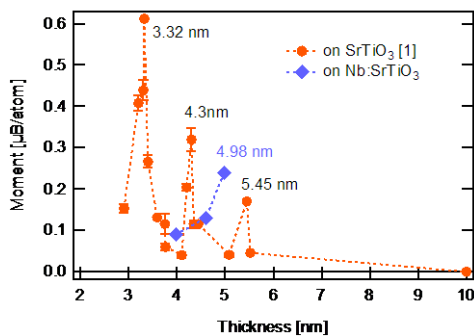


Fig.1 Thickness-dependent magnetic moment per Pd atom with different substrates (at 300 K).

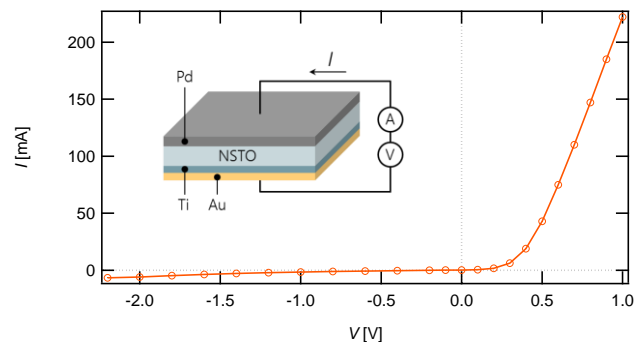


Fig.2 I-V characteristics of Pd/NSTO junction (inset: Schematic diagram of the sample).

参考文献

- 1) S. Sakuragi et al., Phys. Rev. B **90**, 054411 (2014).

STM 原子操作による単一有機分子の電子スピン状態の制御

太田奈緒香¹、中島脩平¹、N. K. M. Nazriq¹、中村浩次²、山田豊和¹
(千葉大院融合¹、三重大工²)

Control of electric spin states of single organic molecules with STM atom manipulation
Naoka Ohta¹, Shuhei Nakashima¹, N. K. M. Nazriq¹, Kohji Nakamura², Toyo Kazu Yamada¹
(Chiba Univ.¹, Mie Univ.²)

走査トンネル顕微鏡 (STM) は、探針を使って試料形状および電子状態を原子レベルの空間分解能で測定できる顕微鏡である。超高真空中で磁性膜を W 探針にコートすることで磁性探針が得られる。磁性探針を用いる STM をスピン偏極 STM とよぶ。磁気力顕微鏡 (MFM) と異なり、探針-試料間のスピン偏極トンネル電流を検出するため、試料の電子スピン状態分光測定できる。反強磁性膜を用いることで漏れ磁場の無い理想的な磁性探針とする [1]。

このスピン偏極 STM の技術を用いて、1 個の非磁性 π 電子系単一有機分子を介する伝導を計測したところ磁気抵抗が確認された [2]。この磁気抵抗の極性は、分子を挟む磁性電極を変えることで変化した [3]。磁性基板上的単一有機分子の STM 分光測定の結果、原因は、分子の π 電子状態と基板の d 電子状態の強い結合に伴い発現する新たなスピン偏極状態にあると分かってきた [4, 5]。

本研究で我々は、 π -d 電子状態結合を直接 STM 分光観察し、分子を介する磁気伝導の解明を目指す。 π -d 電子結合を直接見るため、原子レベルで平坦・清浄化した貴金属基板上に、単一有機分子と単一磁性原子を同時に吸着させた。STM 探針を用いて原子を動かし分子へ接近させていく。分子の横、さらに分子の側鎖の上、分子の中央に原子をのせることに成功した (物理吸着)。それぞれの状態で STM 分光測定を行い、分子内の各位置での局所電子スピン状態測定を行った。測定は全て、超高真空中、極低温で行った。得られた結果を第一原理計算の結果と比較検討した [6]。

また、貴金属でなく磁性基板上に吸着した非磁性 π 電子系分子に、STM 探針を用いて基板の磁性原子を注入することにも成功した (化学吸着)。注入後の分子の局所電子スピン状態測定結果と第一原理計算結果も原子注入されたことを示した。詳細を報告する [7]。

参考文献

- [1] T. K. Yamada and A. L. Vazquez de Parga, Appl. Phys. Lett. 105 巻, pp.183109, 2014 年.
- [2] S. Schmaus, T.K. Yamada, W. Wulfhekel, et al., Nature Nanotechnology, 6 巻, pp.185, 2011 年.
- [3] A. Bagrets, S. Schmaus, T.K. Yamada, W. Wulfhekel, et al., Nano Letters, 12 巻, pp.5131, 2012 年.
- [4] Y. Yamagishi, S. Nakashima, K. Oiso and T. K. Yamada, Nanotechnology, 24 巻, pp.395704, 2013 年.
- [5] S. Nakashima, Y. Yamagishi, K. Oiso, T. K. Yamada, Jpn. J. Appl. Phys. 52 巻, pp.110115, 2013 年.
- [6] T. K. Yamada, S. Nakashima, N. Ohta, N. K. M. Nazriq, and K. Nakamura, in preparation.
- [7] T. K. Yamada, N. Ohta, S. Nakashima, K. Nakamura, and A. L. Vazquez de Parga, in preparation.

逆ペロブスカイト窒化物交換結合膜における電流駆動磁化スイッチングの成長方位依存性

安藤 弘紀、黒木 庸次、羽尻 哲也、植田 研二、浅野 秀文
(名大院工)

Growth orientation dependence of current induced magnetization switching in exchange-coupled antiperovskite nitride bilayers

H. Ando, Y. Kuroki, T. Hajiri, K. Ueda, H. Asano
(Nagoya Univ.)

はじめに

近年、スピントランスファートルクは強磁性体のみならず、反強磁性体にも働き、その臨界反転電流密度 (I_c) は約 10^5 A/cm² と小さな値を示すことが理論予測されている[1]。そのため我々は I_c 低減に向けて逆ペロブスカイト窒化物磁性体であるハーフメタル強磁性体 Co_3FeN と反強磁性体 Mn_3GaN に注目してきた[2, 3]。これまでに $\text{Mn}_3\text{GaN}(001)/\text{Co}_3\text{FeN}(001)$ エピタキシャル積層膜において、異方性磁気抵抗 (AMR) 効果を用いた電流駆動磁化スイッチングを報告している。しかし Mn_3GaN の反強磁性は Mn イオンの磁気モーメントが (111) 面内で正三角形に配列することで発現するため、本研究では $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)/\text{Co}_3\text{FeN}(111)$ エピタキシャル積層膜の電流駆動磁化スイッチングについて調査したので報告する。

実験方法

反応性マグネトロンスパッタ法により $\text{MgO}(001)$ sub./ $\text{Mn}_3\text{GaN}(001)$ (20 nm)/ $\text{Co}_3\text{FeN}(001)$ (5 nm) 及び、 $\text{MgAl}_2\text{O}_4(111)$ sub./ $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)$ (25 nm)/ $\text{Co}_3\text{FeN}(111)$ (7 nm) 積層構造の作製を行った。MR 測定は試料を細線 (80 x 20 μm) 状に加工し、325 K で $H_{\text{FC}} = +10$ kOe の外部磁場中で 30 分間保持した後、外部磁場を印加したまま 4 K まで冷却した後、測定電流 $I = 0.1$ mA と測定磁場 H ($\parallel H_{\text{FC}}$) を平行にして行った。

実験結果

$\text{Mn}_3\text{GaN}(001)/\text{Co}_3\text{FeN}(001)$ 積層膜と $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)/\text{Co}_3\text{FeN}(111)$ 積層膜の AMR 曲線を Fig. 1-1, 1-2 にそれぞれ示す。交換バイアスによる H_{FC} の反対方向へのシフトが明瞭に観測され (Fig. 1-1(a), 1-2(a))、この時の AMR 比は負であることから、 Co_3FeN が大きなスピン分極率を有していることが示唆される[4]。 $H_a = -5$ kOe の外部磁場中で反転電流 (I_a) を 1 秒間流した後 AMR 曲線を測定したところ、 I_a が大きくなるに従い交換バイアスが正磁場側にシフトし、Fig. 1-1 では $I_a = 3$ mA ($I_c \approx 6 \times 10^5$ A/cm²)、Fig. 1-2 では $I_a = 2$ mA ($I_c \approx 2.4 \times 10^5$ A/cm²) で完全に反転した (Fig. 1-1(b)-(e), 1-2(b)-(e))。Fig. 2 には AMR 曲線から求めた交換結合磁界 (H_{ex}) の I_a 依存性を示す。飽和するときの挙動が (001) 積層膜では緩やかであるのに対し、(111) 積層膜では急峻である。このことと (111) 積層膜で I_c が (001) 積層膜より小さい原因は、 $\text{Mn}_3\text{GaN}/\text{Co}_3\text{FeN}$ 界面において、 $\text{Mn}_3\text{GaN}(001)$ 膜と $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)$ 膜では Co_3FeN との界面スピン配列が異なることと対応していると考えられる。

参考文献

- [1] A. S. Nunez *et al.*, Phys. Rev. B **73**, 2941 (2006).
- [2] H. Sakakibara *et al.*, IEEE Trans. Magn. **50**, 2600404 (2014).
- [3] H. Tashiro *et al.*, J. Koran Phys. Soc. **63**, 299 (2013).
- [4] S. Kokado *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **81**, 024705 (2012).

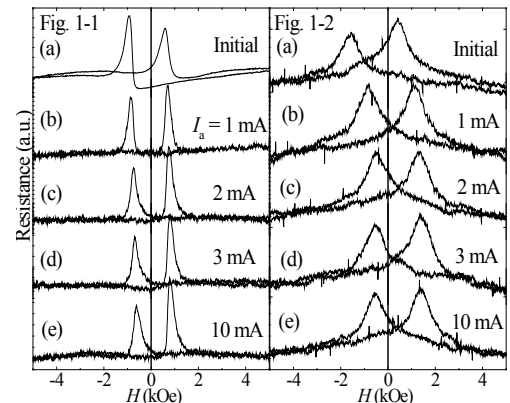


Fig. 1-1, 1-2. AMR curves for $\text{Mn}_3\text{GaN}(001)/\text{Co}_3\text{FeN}(001)$ (left) and $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)/\text{Co}_3\text{FeN}(111)$ (right) measured at 4 K (a) initial state and (b) - (e) after flowing I_a with $H_a = -5$ kOe.

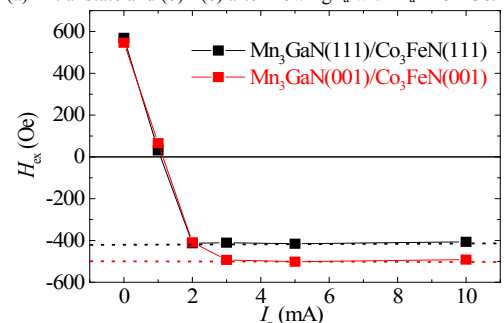


Fig. 2. H_{ex} of $\text{Mn}_3\text{GaN}(111)/\text{Co}_3\text{FeN}(111)$ (black line) and $\text{Mn}_3\text{GaN}(001)/\text{Co}_3\text{FeN}(001)$ (red line) plotted against I_a .

異方性磁気抵抗効果を用いたホイスラー合金 ハーフメタル強磁性／反強磁性 Fe₂CrSi/Ru₂MnGe 積層膜の研究

羽尻哲也, 松下将輝, 植田研二, 浅野秀文
(名大工)

Anisotropic magnetoresistance study of Heusler-type half-metal ferromagnet and antiferromagnet
Fe₂CrSi/Ru₂MnGe bilayer thin films
T. Hajiri, M. Matsushita, K. Ueda, and H. Asano
(Nagoya Univ.)

はじめに

近年, スピン偏極電流が強磁性体だけでなく反強磁性体にも作用し, 反強磁性体の磁気配列を変えうる事が報告されたことより [1,2], スピン偏極電流を用いた磁化スイッチングが注目を集めている。その際, 反強磁性相の磁化スイッチングに必要な臨界電流は強磁性に作用する場合よりも 10^{-1} ~ 10^{-2} 以上小さい事が予想されている [1]。反強磁性相に作用する磁化反転を観測する方法として, 交換結合した強磁性／反強磁性積層膜の異方性磁気抵抗 (AMR) 効果を用いる方法が提案されている [3]。一方で, AMR は強磁性体のハーフメタル性に関する重要な情報を含む [4]。そこでホイスラー合金で最も高いネール温度を持つ Ru₂MnGe [5]と, 同じホイスラー合金ハーフメタル強磁性 Fe₂CrSi の積層膜の作成を行ない, AMR 測定を行なった。

実験方法

ホイスラー合金 Fe₂CrSi および Ru₂MnGe は DC マグネトロンスパッタリングにより成膜を行なった。交換結合は 350 K で $H = +10$ kOe の外部磁場中で 30 分間保持した後, 外部磁場を印加したまま 4 K まで冷却する事で得た。MR 測定および電気抵抗測定は 4 端子法を用いた。

実験結果

Fig.1 に交換結合した Fe₂CrSi(10 nm)/Ru₂MnGe (20 nm)積層膜の $T = 4$ K における AMR 曲線を示す。磁場と電流の相対角が平行 ($//H$) および垂直 ($\perp H$) それぞれで, 保磁力 ($H_c \sim 700$ Oe) に起因するピークを観測した。また Fig.1(b)に示すようにそのピーク位置に注目すると, $//H$ のピークは $\perp H$ のピークに比べマイナス方向にシフトしており, FM/AFM 交換結合による磁場中冷却の反対方向へのシフト ($H_{eb} \sim 180$ Oe)を観測した。また交換結合した Fe₂CrSi/Ru₂MnGe 積層膜の比の角度依存性の測定も行い, $H = 4000$ Oe において約-1.0%の AMR 比を得た。

一方で, Ru₂MnGe 薄膜の電気抵抗-温度曲線において $T = 380$ K 近傍にピークが現れる事を見出した。このピークはネール温度に関連すると考えられ [6], 以前の報告 ($T_N = 353$ K [5]) よりもさらなるネール温度の上昇が期待される。

参考文献

- 1) A. S. Nunez *et al.*, Phys. Rev. B **73**, 214426 (2006).
- 2) X. L. Tang *et al.*, Appl. Phys. Lett. **91**, 122504 (2007).
- 3) H. Sakakibara *et al.*, J. Appl. Phys. **117**, 17D725 (2015).
- 4) S. Kokado *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **81**, 024705 (2012).
- 5) N. Fukutani *et al.*, IEEE Trans. Magn. **48**, 3211 (2012).
- 6) R. Asai *et al.*, J. Phys. Condens. Matter **15**, L463L468 (2003).

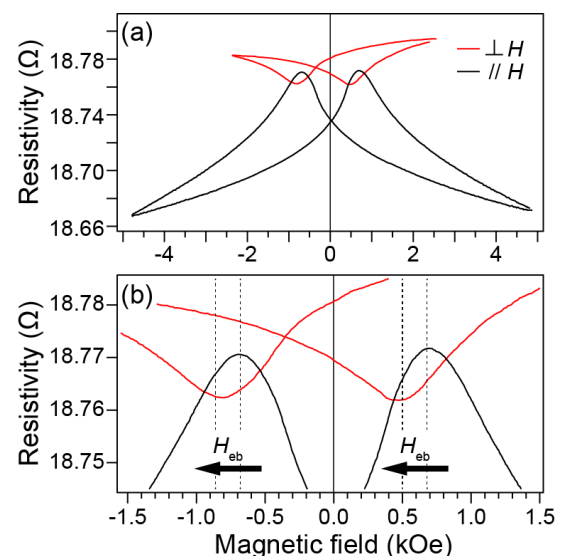


Fig.1 Anisotropic magnetoresistance curves of RMG/FCS exchange-coupled bilayers.

Ni₂MnAl/*X* (*X*: Fe, Co, Co₂MnSi) 積層膜における交換結合磁界の評価

土屋朋生, 杉山知子, 窪田崇秀, Teodor Huminiuc*, 廣畑貴文*, 高梨弘毅
(東北大学金属材料研究所, *ヨーク大学)

Exchange bias field of epitaxially grown Ni₂MnAl/*X* bilayers (*X*: Fe, Co, Co₂MnSi)

Tomoki Tsuchiya, Tomoko Sugiyama, Takahide Kubota, Teodor Huminiuc, Atsufumi Hirohata and Koki Takanashi
(Institute for Materials Research, Tohoku Univ., * The University of York)

緒言

ハードディスクドライブ (HDD) の磁気センサや磁気ランダムアクセスメモリ (MRAM) などのスピントロニクスデバイスにはスピンバルブ構造が用いられている。スピンバルブ中の反強磁性体は交換磁気異方性により隣接する強磁性層の磁化の固定する役割を担っている。Mn₃Ir は高交換結合磁界と高ブロッキング温度を両立する魅力的な材料であるため、スピンバルブ構造に広く用いられているが、Ir は希少金属であり、元素戦略的な観点から使用量の削減が望まれる。Mn₃Ir を代替する材料として反強磁性体のホイスラー合金に着目した。反強磁性ホイスラー合金は、Co-Fe 合金やハーフメタルホイスラー合金などのスピン偏極率が高い強磁性体材料と格子整合性が良く特性の向上が期待できる。他方、反強磁性ホイスラー合金を用いた交換バイアス効果の研究は少なく、系統的な実験による知見の蓄積が必要である。本研究では、反強磁性ホイスラー合金の中でも比較的ネール温度が高い B2 構造の反強磁性体ホイスラー合金 Ni₂MnAl [1]を用い、種々の強磁性材料 *X* (*X*: Fe, Co, Co₂MnSi) とのエピタキシャル積層薄膜を作製し、その結晶構造、磁気特性を系統的に調査することを目的とした。

実験方法

薄膜試料は MgO(100)単結晶基板上に DC マグネトロンスパッタ法を用いて作製した。Ni₂MnAl の膜厚は 100 nm とし、成膜温度を室温から 600°C の範囲で変化させた。Ni₂MnAl 薄膜上に強磁性体の *X* (*X*: Fe, Co, Co₂MnSi) とキャップ層の Al をそれぞれ 3 nm、室温で成膜した。Co₂MnSi を積層させた試料のみ、Ni₂MnAl 層の成膜温度は室温で固定し、キャップ層成膜後に真空中で 1 T の磁場を印加しながらポストアニールを行った。ポストアニールの温度は 300 °C、又は、400、500°C とした。Ni₂MnAl 薄膜の組成はコスパッタ法により化学量論組成に調整し、他の材料は単体又は合金のターゲットを用いて作製した。結晶構造は X 線構造回折法 (XRD)、磁気特性は超伝導量子干渉磁束計 (SQUID) により測定した。

結果

XRD の結果から、室温から 600°C の成膜温度で B2 構造の Ni₂MnAl が、MgO (100)単結晶基板上に (001) 配向でエピタキシャル成長していることが確認された。全ての強磁性層との積層構造において、交換磁気異方性による磁化曲線のシフトが測定温度 10 K で観察された。作製した試料で最も大きい交換結合磁界 H_{ex} が確認された試料は、Co₂MnSi を積層させた後に 400°C でポストアニールを行った試料であり、その大きさは 163 Oe であった。一軸磁気異方性エネルギー J_k は強磁性層が Co₂MnSi の時に 0.04 erg/cm²、Fe の時に 0.03 erg/cm²、Co の時に 0.02 erg/cm² であった。 J_k の強磁性材料依存性について、強磁性層と Ni₂MnAl との間の格子不整合度の差が一つの要因となり得ると考えられる。

謝辞

本研究の一部は JST 国際科学技術共同研究推進事業 (SICORP-EU, HARFIR) および新素材共同研究開発センター共同利用研究 (課題番号: 15G0413) の支援を受けて行われた。

参考文献

- [1] X. Y. Dong, et al., J. Cryst. Growth 254, 384 (2003).

リアクトルのエアギャップ部における磁束フリンジ現象の解析

木島剛
(JFEスチール)

Analysis on the Magnetic Flux Fringing Phenomenon at Air Gap Portion of a Reactor
Gou Kijima, Misao Namikawa
(JFE Steel)

1. はじめに

リアクトルでは磁気飽和抑制を目的として、鉄心の脚部にエアギャップが挿入される。エアギャップでは磁気抵抗を減らすべく、磁束の通過する断面積を鉄心の断面積よりも大きくしようとして磁束が膨らむ。この現象は磁束のフリンジング(fringing)と呼ばれ、幾何学的な仮定からフリンジング幅はエアギャップ長の半分であると見積もられる場合が多い。一方で、エアギャップ付近では磁束の集中に起因した漏洩磁束が発生するため、測定した磁束をフリンジング磁束と漏洩磁束に区別することは原理的に難しい。そのため磁束のフリンジング幅はリアクトルの損失やインダクタンスなどの性能に大きな影響を及ぼすにも関わらず、これまで定量的に評価されてはこず、どのような因子に影響されているのかも明確にされてこなかった。

そこで本研究は2D-電磁気FEMシミュレーションを実施すると同時に電磁気学的な議論を行い、磁束のフリンジングの大きさが何に影響されているかを解析した。

2. 計算方法

本研究では磁束のフリンジングの大きさを、鉄心端部を通過する磁束のフラックスラインが最も鉄心と離れた時の距離として定義する(図1)。

図2に示すモデルを用いて、2D-電磁気FEMシミュレーションを実施した。その際、エアギャップ部の長さを1.0mmから3.0mmまで変化させて、磁束のフリンジングの大きさを評価した。また、コイル(銅)は脚部周りに35turns巻かれているものとし、そこに直流150Aの電流が流れているとした。鉄心素材の特性は6.5%珪素鋼のものを用いた。

3. 結果と考察

図3に計算によって求めたフリンジング幅とエアギャップ長の関係を示す。これを見ると、エアギャップ長が大きくなるほど、フリンジング幅も大きくなる。だが、フリンジング幅の大きさは、幾何学的な仮定に基づく見積もり(=エアギャップ長の半分)よりは明らかに小さい。そこでMaxwellの方程式を基に、エアギャップ中の磁束の流れを対象として解析的にフリンジング幅を導出したところ、以下の式(1)を得た(導出方法の詳細は発表にて報告)。この式は、FEM計算によって得られた結果と良い一致を示した(図3)。また式(1)によると、フリンジング幅はエアギャップ長のみならず、リアクトル脚部の幅にも影響されることがわかった。

$$L_f = \sqrt{\frac{\pi}{4A}} L_a^{\frac{1}{2}} L_g^{\frac{3}{2}} \quad \dots(1) \quad L_f: \text{磁束フリンジング幅} \quad L_a: \text{リアクトル脚部の幅} \quad L_g: \text{エアギャップ長} \quad A \text{は定数}$$

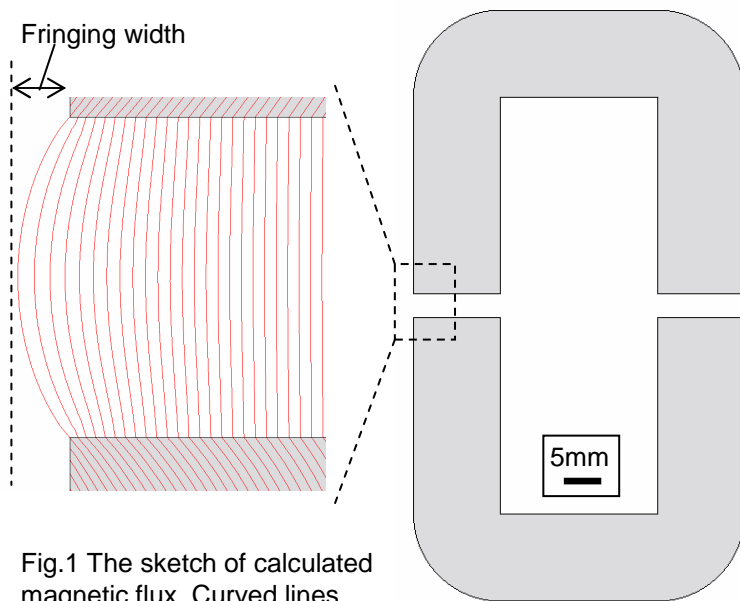


Fig.1 The sketch of calculated magnetic flux. Curved lines indicate flux line.

Fig.2 Simulation model of a reactor.

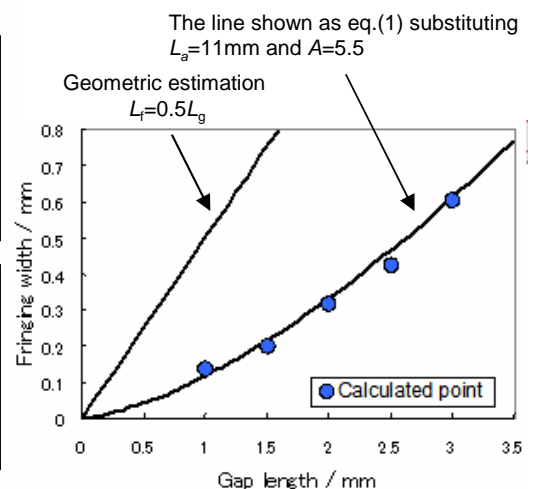


Fig.3 The relationship between fringing width and air gap length.

MW 級 DC-DC コンバータ用高周波アモルファス トランスの巻線構成に関する考察

田中秀明, 中村健二, 一ノ倉理
(東北大学)

Consideration of Winding Arrangement of High-frequency Amorphous Transformers for
MW-class DC-DC Converters

H. Tanaka, K. Nakamura, O. Ichinokura
(Tohoku University)

はじめに

近年, 国内外で大容量洋上風力発電の導入が進んでいる。Fig. 1 は, 永久磁石同期発電機 (PMSG) を用いたシステムの一例であり, PMSG から得られた出力を一端整流し, 整流後に DC/AC 部で高周波の方形波電圧を生成し, これをトランスによって昇圧後, 再び整流して, 高圧直流送電 (HVDC) を行う。本システムでは, 高周波化によるトランスの小型化に加え, 送電距離が長い洋上風力発電において, HVDC による送電損失の低減が期待される。前稿では, この高周波トランスにアモルファス金属を用いることを提案し, トランスの小型化・高効率化が可能であることを示した⁽¹⁾。

本稿では, 高周波化に伴う近接効果を抑制する巻線配置に関して, 解析および実験により検討を行った。

近接効果を抑制可能な巻線構成に関する考察

Fig. 2 に, 解析および実験に用いたアモルファストランスの形状・寸法と巻線配置を示す。同図(a)は通常配置であり, 1 次巻線と 2 次巻線が左右の脚に別々に施されている。一方, 同図(b)は 1 次巻線と 2 次巻線が 1 層毎交互に配置されている。Fig. 3 に, アモルファストランスの外観を示す。同図に示すように, 巻線は平角銅線を用いている。

Fig. 4(a)に, 有限要素法で求めた巻線抵抗の周波数依存性を示す。同図(b)は実測値である。これらの図を見ると, 1 次巻線と 2 次巻線を 1 層毎交互に配置することで, 高周波化に伴う巻線抵抗の増加を抑制できることが了解される。これは 1 次巻線と 2 次巻線を交互に並べることで, 各々の巻線からの漏れ磁束が打ち消され, 近接効果が抑制されたためである。なお, 通常配置における計算値と実験値の誤差は, 解析モデルの規模の制限から 2 次元解析となり, その結果, 電流密度の 3 次元分布を考慮できなかったためであると推察される。

参考文献

- 1) 田中, 中村, 一ノ倉, 電学研資 MAG-14-29 (2014)

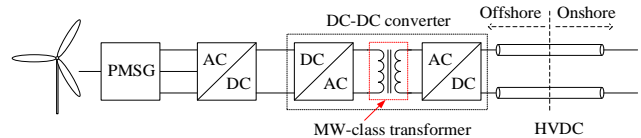
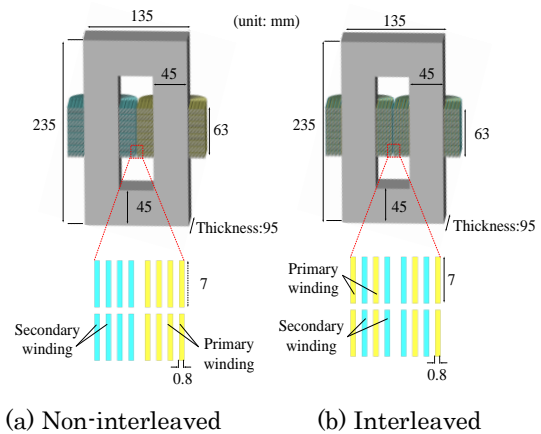


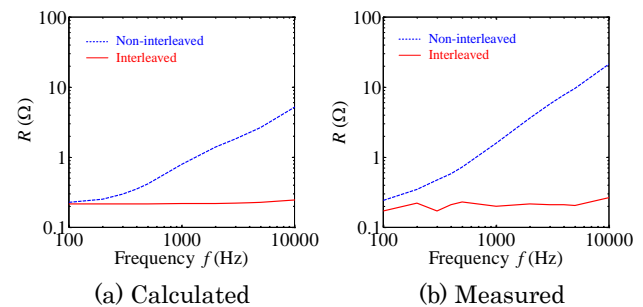
Fig. 1 An example of a system configuration of wind-power generation system using PMSG.



(a) Non-interleaved (b) Interleaved
Fig. 2 Shape and winding arrangement of the test amorphous transformer.



Fig. 3 Appearance of the test amorphous transformer.



(a) Calculated (b) Measured
Fig. 4 Comparison of frequency dependence of the winding resistances of the amorphous transformer.

RNAに基づく重ね巻型3相一体可変インダクタの鉄損算定

中村健二, 山田雄太, 大日向 敬*, 有松健司*,
 小島武彦**, 山田 真**, 松本亮平**, 瀧口雅也**, 一ノ倉 理
 (東北大学, *東北電力, **富士電機)

Iron Loss Calculation for Concentric-Winding type Three-Phase Variable Inductor
 based on Reluctance Network Analysis

K. Nakamura, Y. Yamada, T. Ohinata*, K. Arimatsu*,
 T. Kojima**, M. Yamada**, R. Matsumoto**, M. Takiguchi**, O. Ichinokura
 (Tohoku University, *Tohoku Electric Power Co., Inc., **Fuji Electric Co., Inc.)

はじめに

先に筆者らは、直流制御巻線と交流主巻線を重ねて磁脚に施した、重ね巻型3相一体可変インダクタを提案し、良好な特性を有することを明らかにした¹⁾。本稿では、リラクタンスネットワーク解析(RNA)に基づき、重ね巻型3相一体可変インダクタの鉄損の算定を行ったので報告する。

重ね巻型3相一体可変インダクタの鉄損算定

Fig. 1に、重ね巻型3相一体可変インダクタの試作器の諸元を示す。鉄心材料は0.35 mm厚の無方向性ケイ素鋼板である。

RNAモデルの導出に際しては、まず解析対象である磁心を、Fig. 2(a)のように複数の要素に分割し、各分割要素を同図(b)に示すような3次元の単位磁気回路で表す。ここで、図中の非線形磁気抵抗 R_{mr} 、 $R_{m\theta}$ は、分割要素の寸法と材料の $B-H$ 曲線から求める。一方、鉄損を表すインダクタンス R'_r 、 R'_θ は、分割要素の寸法と材料の鉄損曲線から求める。

鋼板上に流れる渦電流については、Fig. 2のRNAモデルとFig. 3の電気回路モデルを連成することで考慮する。すなわち、Fig. 2(b)の積層方向への漏れ磁束 ϕ によって生じる起電力を、Fig. 3の電気回路に与えることで渦電流を求め、求めた渦電流によって生じる起磁力を、Fig. 2(b)に示すRNAモデルに返す。

Fig. 4に、上述のRNAモデルを用いて求めた鉄損の算定値と実測値を示す。この図を見ると、鉄損を精度良く算定できていることがわかる。

なお、本研究はJST研究成果展開事業A-STEPの支援を受け行った。

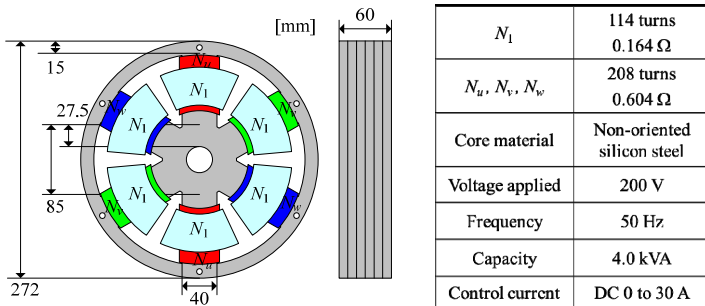
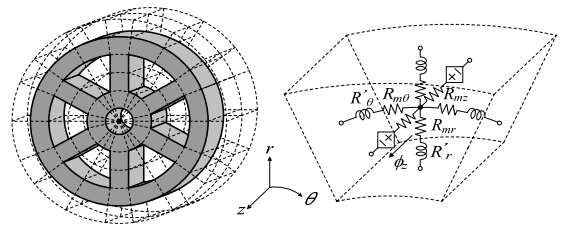


Fig. 1 Specifications of a trial 4 kVA concentric-winding type three-phase variable inductor.



(a) Core division (b) 3D unit magnetic circuit
 Fig. 2 3D RNA model of the variable inductor.

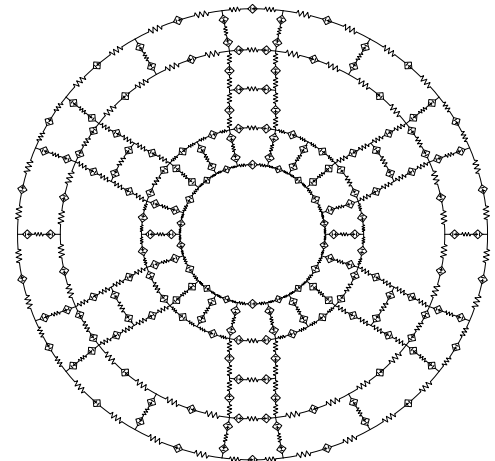


Fig. 3 Eddy current circuit model.

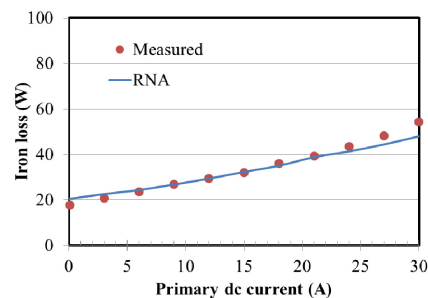


Fig. 4 Iron loss characteristics of the concentric-winding type three-phase variable inductor.

参考文献

- 1) K. Nakamura, *et al.*, “Development of Concentric-Winding type Three-Phase Variable Inductor”, *IEEE Trans. Magn.*, (2015) (in press).

カルボニル鉄/エポキシ複合材料バルクコアインダクタを用いた 1MHz スイッチング降圧 DC-DC コンバータの特性評価

上野敦也、杉村佳奈子、曾根原誠、佐藤敏郎、佐藤紘介*
(信州大学、*長野県工業技術総合センター)

Evaluation of 1 MHz switching DC-DC converter using Carbonyl-iron/epoxy composite bulk core inductor

A.Ueno, K.Sugimura, M.Sonehara, T.Sato, K.Sato
(Shinshu Univ., *Nagano Prefecture General Industrial Technology Center)

はじめに

小型化と高効率化を両立する SiC GaN パワーデバイス MHz 帯スイッチング DC-DC コンバータの開発の機運が高まっている。それに付随して、コンバータ主回路のトランスやリアクトルに対しても 1MHz を越える高い周波数で動作することが求められるが、現在、数百 kHz 帯 DC-DC コンバータ用インダクタに多用されているダストコアや Mn-Zn フェライトコアの MHz 帯での応用可能性は今のところ不明であるのが実情である。一方、筆者らは、1.1 μm 径の微細なカルボニル鉄粉とエポキシ樹脂からなる複合材料⁽¹⁾ (以下、CIP/Epoxy と略す) を用いて高周波うず電流損の低減が期待される MHz 帯用バルクコアを試作した。

本稿では、CIP/Epoxy バルクコアを用いてパワーインダクタを作製し、Mn-Zn フェライトコアインダクタと比較して Si-MOSFET を用いた 1MHz スイッチング DCDC コンバータに適用した結果について述べる。

実験方法

CIP/Epoxy 複合材料は比透磁率が約 7.5 であり、ギャップレス磁心でインダクタを試作した。また、比透磁率 2300 の Mn-Zn フェライトコアを用いたインダクタではインダクタンスと直流重畳特性が複合材料磁心インダクタのそれらとほぼ同一となるよう巻数及びギャップ長を調整した。

Fig.1 に 1MHz スイッチング降圧 DC-DC コンバータの回路構成を示す。USB バス電源への応用をモチーフとして、18V 入力 -5V・2A 出力を電源仕様に設定し、Si-NMOSFET を主スイッチに、Si-SBD を還流ダイオードに用いた

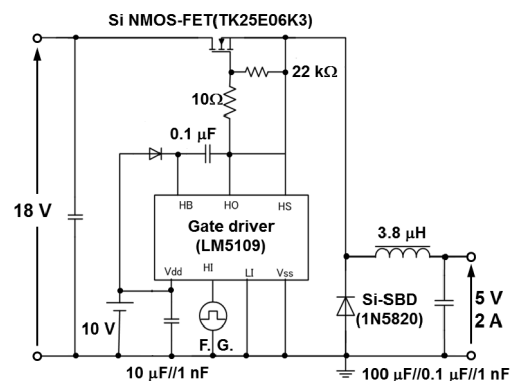


Fig.1 Circuit diagram

実験結果

Fig.2 に電力変換効率の出力電流特性を示す。5V・2A 出力時の効率は、CIP/Epoxy バルクコアインダクタを用いた場合が 87.1%、Mn-Zn フェライトコアインダクタを用いた場合は 86.1% となり、出力電流を広く変化させた場合においても CIP/Epoxy バルクコアインダクタを用いた方が効率が高いことが示された。また、5V・2A 出力時のインダクタ損失は Mn-Zn フェライトコアインダクタの場合が 278 mW、CIP/Epoxy バルクコアインダクタの場合が 243 mW であった。

参考文献

(1) Y. Sugawa et al., *IEEE Trans. Magn.*, 49 (7), 4172 (2013)

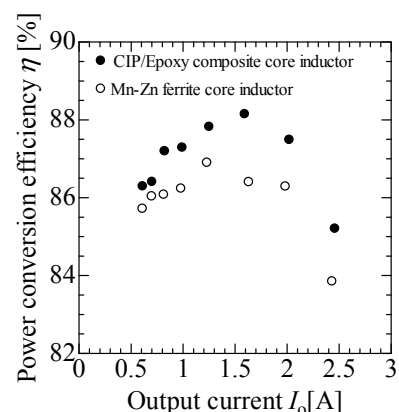


Fig.2 Output current I_o characteristic of power conversion efficiency

高周波 LC 発振器の基本特性とゲート駆動回路への応用

石橋 尚之, 魏 秀欽, 甲木 昭彦, 広川 正彦*
(長崎大, *TDK)

Fundamental characteristics of high-frequency LC oscillator and its application to gate driver

N. Ishibashi, X. Wei, A. Katsuki, M. Hirokawa*
(Nagasaki University, *TDK Corporation)

はじめに

集積回路技術の進歩による電子機器の小型化に伴って、電源装置にも小型化が強く求められている。スイッチング周波数の高周波化を行う場合、高効率を得られる共振型コンバータが賞用される。その出力電圧は基本的にスイッチング周波数で制御されることから、自励型の LC 発振回路によるゲート駆動回路が提案されている。本稿では、最も基本的な発振周波数特性などについて検討したので報告する。

LC 発振回路の発振周波数

実験回路を Fig. 1 に示す。MOSFET による自励型 LC 発振回路である。RC スナバ回路を構成するキャパシタンス C_1 をパラメータに取って、抵抗 R_1 と発振周波数 f_{osc} の関係を測定した結果が、Fig. 2 である。

文献 1) では発振周波数が式(1)で表されるとしている。

$$f_{osc} = 1/2\pi\sqrt{L(C_1 + C_{iss} + C_3)} \quad (1)$$

ここで、 C_{iss} は MOSFET の入力容量である。Fig. 2 を見ると R_1 によって f_{osc} が影響を受けていることが分かるが、式(1)では説明できない。

そこで、スナバ回路を RC 並列回路に等価変換して R_1 の影響を C_1 に反映させた結果が Fig. 3 である。実験結果と傾向は似ているが数値は大きく異なっている。式(1)から得られる数値は、Fig. 3 のグラフを左に延長した場合の漸近値である。

次に、逆伝達容量 C_{rss} によるミラー効果の影響を考慮して C_{iss} を補正し、さらにインダクタに用いた直流電源用チョークコイルについて大振幅動作の影響を考慮して L を補正した場合の f_{osc} を、Fig. 4 に示す。Fig. 2 と大体一致していることが分かる。

外部負荷との結合回路

発振出力を外部スイッチ素子のゲート・ソース間に印加するために、片側のスナバ回路を結合回路に交換した場合の特性についても検討した。結合回路の定数を適当に選ぶと、発振回路をほぼ対称動作させることができる。

参考文献

- 1) P. Shamsi, et al., *IEEE Trans. Power Electron.*, Vol. 27, No. 8, pp. 3725-3733 (2012)

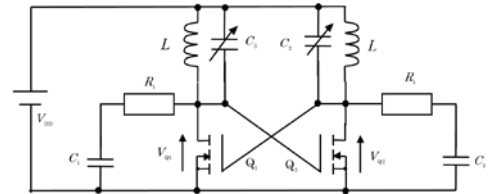


Fig. 1. High frequency LC oscillator for gate driver.

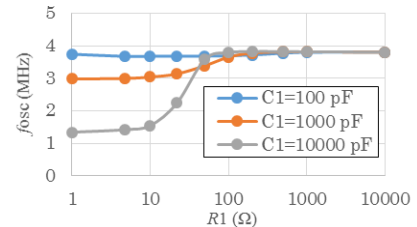


Fig.2. Measured data on oscillation frequency.

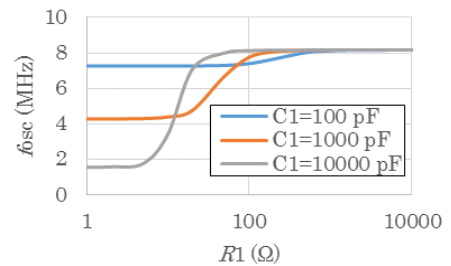


Fig.3. Analyzed oscillation frequency in consideration of RC snubbers.

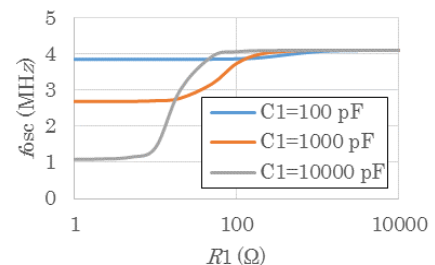


Fig.4. Analyzed oscillation frequency in consideration of RC snubbers, reverse-transfer capacitance in MOSFET, and large swing operation in inductors.

EV 用走行中非接触給電システムにおける 分割コイルを用いた受電側漏洩磁界低減に関する検討

青木秀太¹, 佐藤文博^{1,2}, 宮原敏¹, 松木英敏¹, 田倉哲也³
(¹ 東北大, ² 東北学院大, ³ 東北工業大)

Reduction of Leakage Magnetic Field from Receiving Side by Separated Coil
for Contactless Charging System for Moving Electric Vehicles

S. Aoki¹, F. Sato^{1,2}, S. Miyahara¹, H. Matsuki¹, T. Takura³
(¹Tohoku Univ., ²Tohoku Gakuin Univ., ³Tohoku Institute of Tech.)

はじめに

実質的に EV 普及の妨げとなっている短い航続距離と長いエネルギー充填時間という課題を解決する為、我々は電磁誘導方式による走行中非接触給電を提案している。実用化には、送受電コイルから放射される漏洩電磁界の低減が必要である。我々は先行研究において漏洩電磁界低減効果を有する送電側多極コイルを提案し、低減効果と給電特性について一定の効果を確認した¹⁾。その結果システム全体のうち、受電側のスパイラルコイルから発生する漏洩電磁界が大半を占めており、受電コイルの漏洩電磁界の低減対策が必要である。そこで本研究では著者がこれまで検討を行ってきた分割コイル²⁾を走行中非接触給電の受電コイルとして導入し、コイルから放射される磁界強度及び送電側多極コイルとの結合係数を有限要素解析により求め、スパイラルコイルとの比較検討を行った。

漏洩磁界の比較と送電コイルとの結合係数分布

分割コイルは 2 つのコイルから発生する磁界が互いに逆極性となる様に構成する事で、磁界の打ち消し作用によって遠方の漏洩磁界を低減する効果を有する。加えて分割コイル間に間隔を与える事で磁束の広がり調整し送電コイルとの磁気結合を確保できる。Fig.1 に分割コイルと比較対象であるスパイラルコイルの外観と、両コイルを周波数 100 kHz, 電流 1 A で励磁した時の各軸上 10 m 地点における磁束密度の解析値を示す。各コイルには磁性材料として、600×600×8 mm の初透磁率 2400 のフェライトを設定しており、分割コイルでは磁性材料間に 200 mm の間隔を与えている。また、解析には電磁界解析ソフト Maxwell[®]3D を使用した。Fig.1 より、分割コイルはスパイラルコイルと比較し x,y,z 軸上それぞれ 51, 75, 87 ポイントの低減を確認し、漏洩磁界低減に有効である事が示された。次に送電側多極コイルの外観と、送受電コイル間の y 軸上における結合係数分布の解析値を Fig.2 に示す。送受電コイルのギャップは 170 mm と設定している。分割コイルを選択する事により、スパイラルコイルと比較し約 25% の結合上昇が確認でき、高効率給電の可能性を示唆する事が出来た。以上の結果より、受電側に分割コイルを選択する事によって漏洩磁界を低減しつつ高効率給電が行えると考えられる。

参考文献

- 1) 青木秀太, 松木英敏 他, 2015 年電子情報通信学会 WPT 研究会, 信学技報(2015-28) pp.43-48
- 2) 青木秀太, 松木英敏 他, 平成 26 年度スピノクス研究会講演概要集 pp.24

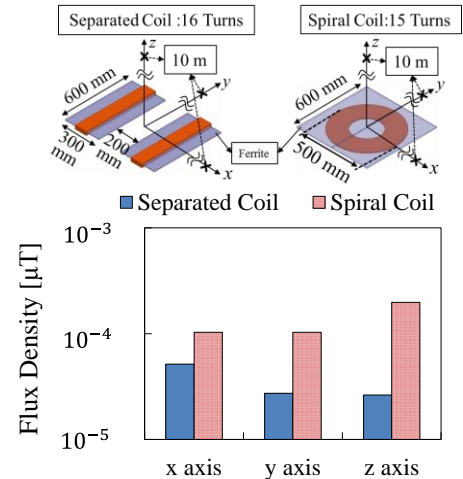


Fig.1 Receiving Coil Model and Comparison of Magnetic Flux Density.

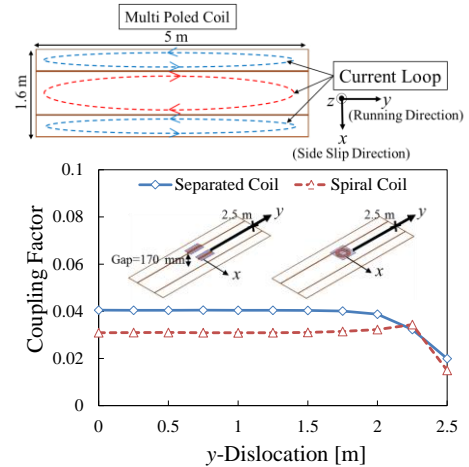


Fig.2 Feeding Coil Model and Coupling Factor Between Feeding and Receiving Coil on y Axis.

電磁誘導型ワイヤレス給電におけるインダクタンス補償方法による効率への影響

田倉哲也, 野中崇*, 佐藤文博**, 松木英敏***

(東北工業大学, *八戸工業高等専門学校, **東北学院大学, ***東北大学)

Effects of Inductance Compensation Methods on Efficiency via Inductive Power Transmission

T. Takura, T. Nonaka*, F. Sato** and H. Matsuki***

(Tohoku Institute of Tech., *Hachinohe National College of Tech., **Tohoku Gakuin Univ., ***Tohoku Univ.)

はじめに

バッテリーへの充電を想定した際に、充電状態によって負荷が変動して見えることから、電磁誘導型ワイヤレス給電方式において負荷に印可される出力電圧を安定化することは非常に重要な課題である。出力電圧を安定させる方法として、トランス T 型等価回路のインダクタンスを補償する方法^{1), 2)}がある。この方法では、入力電圧が負荷にそのまま印可される形となるため、負荷によらず出力電圧を安定させられる。しかし、伝送効率が最大となる条件³⁾から外れるため、高効率を達成するために必要な結合係数と Q 値の条件が変わるだけでなく、一次側からみた力率の低下も懸念される。そこで本稿では、一次側に並直列コンデンサを接続する方法を提案し、インダクタンス補償方法の比較から最大伝送効率の条件について検討した結果について報告する。

式の導出及び解析結果

本稿における電磁誘導型ワイヤレス給電方式の T 型等価回路を Fig.1 に示す。一次側には並直列に、そして二次側には直列にコンデンサを接続している。図における $L_i - M$ をコンデンサで補償したときの最大伝送効率 η_{\max} は以下の式で表される。

$$\eta_{\max} = \left(1 + 2 \left(1 + \sqrt{1 + (1 + r_1/r_2)\alpha} \right) / \alpha \right)^{-1}$$

ここで、 α は結合係数 k とコイルの Q 値より、 $k^2 Q_1 Q_2$ としている。LC 回路の共振条件で二次側を補償したとき³⁾と比較して巻線抵抗比 r_1/r_2 の項が追加された形となっている。上式より、一次側と二次側に同じコイルを用いたとき ($r_1/r_2 = 1$) の α と最大伝送効率の関係を Fig.2 に示す。結果として、同形状コイルを用いた場合、最大伝送効率 90% 以上を維持しつつ電圧の安定化を図るためには、700 以上の α 値が必要となり、この値は LC 共振条件で 90% 以上を達成するために必要な α 値の約 2 倍となっている。

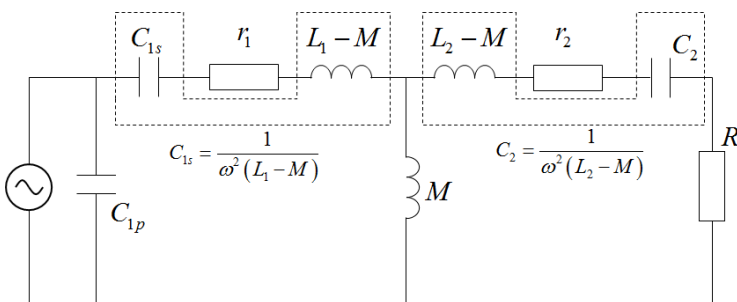


Fig.1 Equivalent circuit.

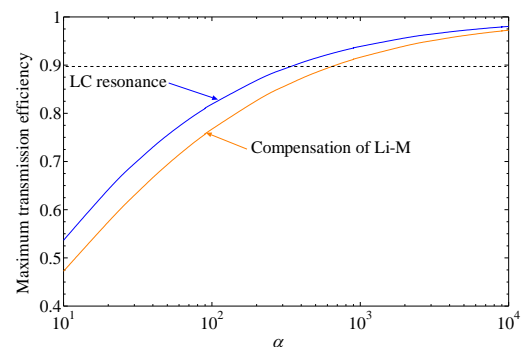


Fig.2 Maximum transmission efficiency η_{\max} vs α .

参考文献

- 1) G. B. Joung and B. H. Cho, *IEEE Trans. Magn.*, vol. 13, no. 6, pp. 1013-1022, 1998.
- 2) T. Nayuki, K. Nemoto, and T. Ikeya, *Electric Power Engineering Research Laboratory Rep.*, no. H09015, 2010.
- 3) T. Takura, H. Matsuki, *et al.*, *J. Magn. Soc. Jpn.*, Vol.35, pp.132-135 (2011).

複数中継コイルを用いた非接触給電での伝送効率と磁場分布の関係

酒井紀元¹, 佐藤文博^{1,2}, 宮原敏¹, 松木英敏¹, 田倉哲也³
 (東北大,^{*}東北学院大,^{**}東北工業大)

Relationship between Transmission Efficiency and Magnetic Field Distribution

at Contactless Charging System by Utilizing Repeater Coils

N. Sakai¹, F. Sato^{1,2}, S. Miyahara¹, H. Matsuki¹, T. Takura³

(¹Tohoku Univ., ²Tohoku Gakuin Univ., ³Tohoku Institute of Tech.)

はじめに

非接触電力伝送技術において、充電機器の位置自由度向上のために、送受電機器以外に中継コイルを用いた伝送技術の研究が盛んに行われている。^{[1][2]} 複数の中継コイルを用いる際に、受電コイルの配置場所によって伝送効率が著しく低下するという問題^[3]がある。そこで本研究では、複数中継コイル使用時において各経路に受電コイルを配置する際に、接続する負荷を 50 Ω 固定と最適負荷とした 2 パターンについての磁場分布を電磁界解析ソフトにより解析し、経路による効率と磁場分布の関係について検討したので報告する。

検討方法

送受電コイル、及び中継コイルは同仕様とし、作成したコイル仕様を Table1 に示す。使用周波数は 100 kHz とした。送受電コイル、及び中継コイルにはコンデンサを挿入し、共振させている。Fig.1 に解析モデルを示す。中継コイル 2 個使用時において受電コイルの配置場所を変えた時の磁場分布を電磁界解析ソフト Maxwell[®]3D により解析した。この時、受電コイルに接続する負荷は 50 Ω 固定で接続した場合と経路ごとに最適負荷を接続した場合の 2 パターンとした。なお、水平方向へ配置した全てのコイル間 Gap を 10 mm とし、隣接コイル間の結合係数は 0.031 である。また送電電力として 10 W 固定とした場合について解析した。

解析結果

Fig.2 に中継コイル 2 個使用時における各経路に順番に受電コイルを配置した際の磁場分布を示す。Fig.2(a) は 50 Ω 接続時、Fig.2(b)は最適負荷接続時についての解析結果を示している。Fig.2(a)の結果より、最適負荷からずらした場合の磁場分布はどちらのコイル配置でも低効率な給電であり、磁場分布が不均一となっている。次に Fig.2(b)の結果より、効率が良いコイル配置では磁場分布が均一に形成されている。一方で、効率が悪いコイル配置では磁場分布が不均一であり、中継コイルでの損失が非常に大きい。これらの結果を比較すると経路 1 においては 50 Ω 接続時と最適負荷時での磁場分布がどちらも不均一となっているため、高効率な給電とするには磁場分布を均一となるように設計する必要があると考えられる。

Table1 Coil Specifications at 100 kHz.

Inductance L [uH]	17.6
Resistance r [Ω]	0.0225
Quality factor	491

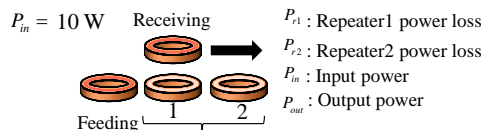


Fig.1 Analysis model.

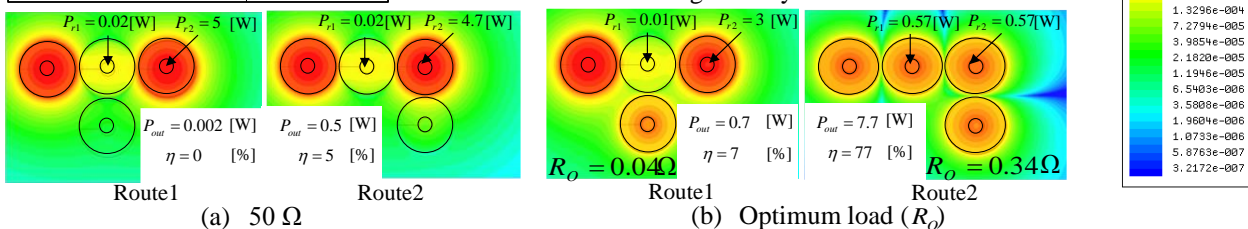


Fig.2 Relationship between transmission efficiency and magnetic field distribution.

参考文献

- [1] Koh Kim Ean, Yoichi Hori, other, IEICE WPT2012-37.
- [2] 太田佑貴, 他, 電気学会マグネティックス研究会, MAG-14-37, pp.47-51(2014)

共振型ワイヤレス給電向け中央絞込型コアコイル構造の検討

大島弘敬, 下川聡
(株式会社富士通研究所)

Center-constricted magnetic core-coil structures for resonant wireless power transfer

Hiroataka Oshima, Satoshi Shimokawa
(Fujitsu Laboratories Ltd.)

はじめに

離れた場所に配線なしで効率良く電力を伝送するための技術として、共振コイルを用いたワイヤレス給電技術が注目されている^{(1),(2)}。給電効率はコイル間の結合効率 k とコイルの Q 値の積 kQ で決まる⁽²⁾。より高効率を実現するために kQ を増加させる方法として、磁気コアの利用が考えられる。しかし、多くの給電対象となる機器にはサイズや重量などに制限がある。特に面対向配置型コイルにおいては、薄い板状のコアでは反磁界によって比透磁率 μ_r の効果が低減されてしまうため、大きな効果が得られないという問題があった。

検討方法

本検討では、一定のサイズの中で kQ を増加させる一手法として、Fig.1に示す中央絞込型コアコイル構造を検討した。円板状コアの厚さ方向の中央部(厚さ y)を絞り込んで直径を小さくするとともに、あわせて共振コイル径も小さくする。もう一方のコイルは断面図の上下方向にあるとする(面対向配置)。本構造を絞り込みのない場合と比較すると、まず、コイル抵抗 r はコイル径に比例して減少する。一方で、上下部(各厚さ x)を貫く磁束の多くはコアを通してコイル内側に集められ、コイルの鎖交磁束(よって相互インダクタンス M_{12})は比較的減少しないと考えられる。 $kQ = \omega M_{12} / (r_1 r_2)^{1/2}$ と表されるため⁽²⁾(ω は角周波数)、本構造による kQ の増加が期待される。電磁界シミュレータ⁽³⁾を用いてそれらの回路定数を求めて kQ を計算した。

計算結果

上下部直径 D_0 を100 mmで固定し、中央部直径 D_c を変化させて kQ の計算を行った。Fig.2に、絞り込みの無いとき($\beta = 1$)の値で規格化された kQ を $\beta = D_0/D_c$ に対してプロットした結果を示す。対向するコイルは直径500 mm、距離100 mmとした。空芯コイルのみならず絞り込みの無い場合と比較しても、本構造によってより大きな kQ が得られている。すなわち、コアの厚さや外径を増さずに高効率化できる可能性があるといえる。引き続きコア損失などの複素透磁率の効果や、形状や各種パラメータの影響の調査を行っていく。

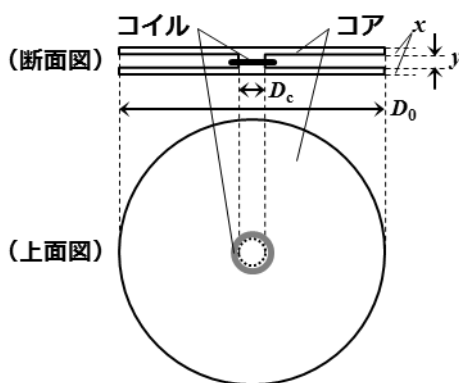


Fig.1. Schematic of core-coil structure.

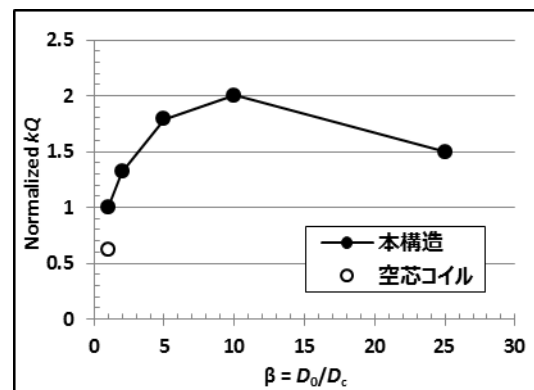


Fig.2. Simulated kQ as a function of $\beta = D_0/D_c$.

(計算条件)

周波数 f	100 kHz
比透磁率 μ_r	1000
上下部直径 D_0	100 mm
上下部厚 x	5 mm
中央部直径 D_c	D_0/β
中央部厚 y	10 mm
コイル線幅	1 mm
コイル線厚	0.1 mm
ターン数	1

参考文献

- (1) Kurs *et al.*, Science **317**, 83 (2007).
- (2) 松木英敏 監修, 非接触電力伝送技術の最前線, シーエムシー出版 (2009).
- (3) Shimokawa *et al.*, Proceedings of IEEE MTT-S IMWS-IWPT, 219 (2011).

Mathematica を用いた共振型電磁誘導式ワイヤレス給電の過渡解析

土井達也
(足利工大)

Transient Analysis of Resonant Electromagnetic Induction Type Wireless Power Transfer by Mathematica
DOI Tatsuya
(Ashikaga Inst. of Tech.)

緒言

走行中の電気自動車等, 受電デバイスが送電コイル上を移動する磁気結合式ワイヤレス給電では送受電コイル間の相互インダクタンスや受電側負荷が変動する。移動体用ワイヤレス給電システムの電氣的な過渡状態についての検討例は比較的少ない⁽¹⁾。しかし, 共振周波数時の RLC 回路や磁気誘導結合回路では特有の過渡状態が生じることが古くから知られており⁽²⁾, 移動体を前提としたワイヤレス給電の過渡状態の検討は必要不可欠である。

本報告では, 共振型電磁誘導式ワイヤレス給電システムの簡略化モデルを用いた, 電氣的な過渡解析について報告する。最初に, 電磁誘導式ワイヤレス給電システムの等価回路を示す。次に, Mathematica の関数 NDSolve による回路方程式(連立微分方程式)の数値解法について述べる。最後に, 受電デバイスの負荷や送受電デバイス間の磁気結合や負荷が変化する場合の計算結果を報告する。

検討モデルと解法

Fig.1 に, 送電と受電コイル各 1 個が平行に配置された共振型電磁誘導式ワイヤレス給電の等価回路を示す。送電及び受電コイルはいずれも, 巻数 3turns, 1 辺 300mm の方形コイルである。負荷は純抵抗 1Ω , 送受電コイル間距離は 200mm である。C は送受電各デバイスの共振周波数が 1MHz とする値とした。電源は, 周波数 1MHz で実効値 20V の正弦波交流とした。

Fig.2 に, Mathematica の関数 NDSolve で計算した送電及び受電電流の数値解の計算結果を示す。初期値は, 各状態変化時の電流値及び磁束不変の原理に基づいて得られた初期値とした。図中, $t=0\sim 20\mu\text{s}$ は SW1 が On, SW2 は Off である。 $t=20\mu\text{s}$ で SW2 が On になり, 相互インダクタンス $M=300\text{nH}$ である。 $t=120\mu\text{s}$ で $M=600\text{nH}$, $t=220\mu\text{s}$ で $M=300\text{nH}$, $t=320\mu\text{s}$ で $M=0\text{nH}$ と変化させた。Fig.2 の結果から, 相互インダクタンスが 2 倍になっても受電電流が磁気結合に応じて増加せず, 回路パラメータや諸条件によっては設計通りに動作しないことがわかる。

Fig.3 に各電流波形の周波数スペクトラムを示す。Fig.3 の結果では, 電源周波数の 5 倍まで比較的高いノイズレベルとなった。

参考文献

- 1) 加藤昌樹, 居村岳広, 堀洋一:「中継器による走行中ワイヤレス給電の相互結合を考慮した等価回路解析」, 信学技報, WPT2012-38, 2012.
- 2) 大類浩, 吉久信幸:「過渡現象要論」コロナ社, 1955.

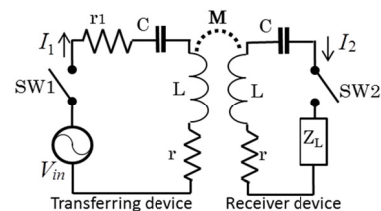


Fig. 1 An equivalent circuit.

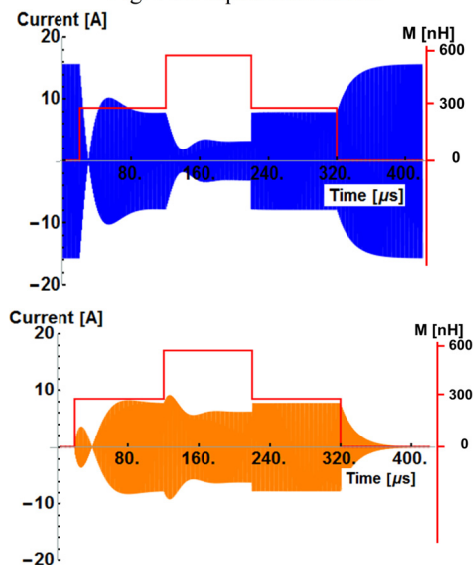


Fig. 2 Calculated current waveforms of transmitting (upper) and receiving (lower) current.

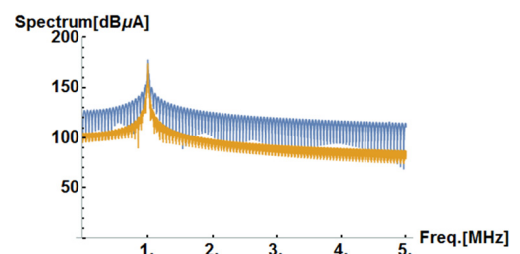


Fig. 3 Spectrum of current waveforms.

Granular Nanostructures and Magnetic Properties of FePt-C/FePt-SiO₂ Films

LURAN ZHANG¹, LIWANG LIU¹, KOUJI HAYASAKA³, SHUNJI ISHIO^{1,2}

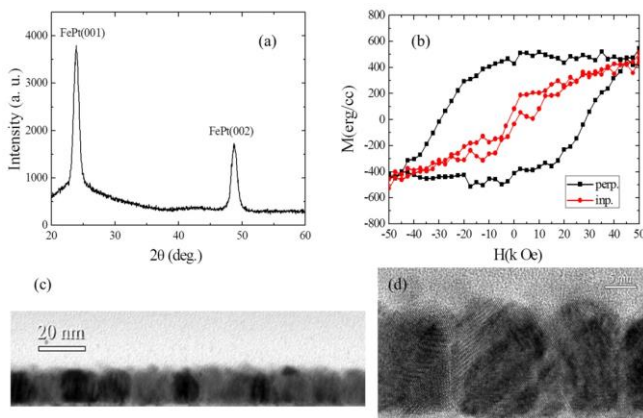
¹ Venture Business Laboratory, Akita University, Akita, Japan

² Department of Materials Science and Engineering, Akita University, Akita, Japan

³ Nanotechnology Platform of the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology (MEXT), Japan, Center for Integrated Nanotechnology Support, Tohoku University

The $L1_0$ ordered FePt is one of the most promising candidates for heat assisted magnetic recording (HAMR) media due to its high bulk magnetocrystalline anisotropy energy constant K_u of $\sim 7 \times 10^7$ ergs/cc. For HAMR media, $L1_0$ FePt-X(segregant) thin films must have high coercivity and small, uniform and columnar shape FePt grains. Various segregants, such as C, TiO₂, SiO₂ and etc.¹⁻³ have been doped to FePt film to obtain desired properties. By doping amorphous SiO₂ and TiO₂ can fabricate the (001) textured FePt films with columnar grains. However, these FePt films exhibited poor perpendicular anisotropy because their phase separation tendency is too weak to isolate FePt grains in the lateral direction⁴. FePt-C granular films realize high K_u and well-isolated FePt grains with small grains. But the doped C easily diffused to the surface at the relatively higher fabrication temperature of FePt films. This resulted in second nucleation and the formation of double layer structure with increased media thickness⁵. In this work, we successfully fabricated columnar structured FePt film with large coercivity by using FePt-C/FePt-SiO₂ bilayer structure. Granular nanostructures and magnetic properties of FePt-C, FePt-SiO₂ and FePt-C/FePt-SiO₂ films have been investigated.

Fig. 1(a) shows an XRD pattern of the FePt-C30vol%(4 nm)/FePt-SiO₂ 45vol%(4 nm) film. The wide background peak between 17° and 35° corresponds to the amorphous glass substrate. The (001) and (002) peaks of the $L1_0$ FePt structure are clearly observed with a missing (111) peak, indicating the FePt grains are strongly (001) textured. The high degree of chemical ordering of $L1_0$ FePt manifests itself as a large integrated peak intensity ratio $A(\text{FePt}_{001})/A(\text{FePt}_{002})=2.2$. Fig. 1(b) shows the magnetization curves of the film. Coercivity of the out-of-plane direction is about 28.5 kOe. Fig. 1(c) and (d) show the cross-sectional TEM bright field images of the film. It is evident that only one layer of well-isolated columnar FePt grains which are about 10 nm in diameter and 13 nm in height is epitaxially grown on the MgO intermediate layer. It can be seen that the FePt-SiO₂ layer is successfully grown on the FePt-C layer without forming the second layer. Note that the 8 nm thickness of FePt-C/FePt-SiO₂ is thicker than the critical thickness of FePt-C single-layer formation (4 nm). It means that the FePt-SiO₂ layer suppress the phase separation between FePt and C.



Reference

- 1) S. D. Granz, K. Barmak, and M. H. Kryder, *Eur. Phys. J. B* **86** 81, (2013).
- 2) L. Zhang, Y. Takahashi, A. Perumal, K. Hono, *J. Magn. Mater.* **322**, 2658 (2010).
- 3) Y. Ding, J. Chen, B. Lim, J. Hu, B. Lui, G. Ju, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 032506 (2008).
- 4) B. S. D. C. S. Varaprasad, M. Chen, Y. K. Takahashi, and K. Hono, *IEEE Trans. Magn.* **49**, 718 (2013).
- 5) J. S. Chen, B. C. Lim, J. F. Hu, B. Liu, G. M. Chow and G. Ju, *Appl. Phys. Lett.* **91**, 132506 (2007)

Fig. 1. (a) XRD pattern, (b) magnetization curves and (c), (d) cross sectional TEM images of FePt-C30vol%(4 nm)/FePt-SiO₂ 45vol%(4 nm) film.

Simulation of $L1_0$ FePt microstructure by using phase field model

L. W. Liu¹, K. Ohsasa², T. Koyama³, L. Y. Liang⁴, L. R. Zhang¹, and S. Ishio^{1,2}

¹Venture Business Laboratory, Akita University, Gakuen Machi 1-1, Tegata, Akita 010-8502, Japan

²Department of Materials Science and Engineering, Akita University, Gakuen-machi 1-1, Tegata, Akita 010-8502, Japan

³Department of Materials Physics and Energy Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya University, Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya 464-8603, Japan

⁴Mathematics and Computer Science Division, Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois 60439, USA

Heat Assisted Magnetic Recording (HAMR) media demands $L1_0$ FePt-X(segregant) thin films should have small and columnar FePt grains with high coercivity. In this work, the influence factors to form the columnar FePt grains were studied by using 3D phase field model based on Koyama's model.¹⁾

Fig. 1 shows the 3D microstructure of the FePt-X thin films with increasing the film thickness ($L1_0$ FePt: yellow, Al FePt: red, X: cyan). The simulated volume is $50 \times 50 \times (t=2-10)$ nm³ and using isotropic atomic mobilities. The interfacial energy is 1.82 J/m². Fig. 1(a) shows the morphology of the FePt-X thin films when t is 2 nm, and the columnar FePt grains can be seen clearly. Fig. 1(b) shows the FePt-X microstructure when t is 5 nm. The bilayer FePt grains start to form and the interconnected FePt grains increase. Fig. 1 (c-d) shows that the FePt grains are layer by layer or semi-spherical shape when the FePt-X thickness varies from 8 nm to 10 nm.

Fig. 2 shows the variations of 3D microstructure of the FePt-X thin films with the different mobility M_{cz} values and the same mobility $M_{cx}=M_{cy}=1.0$. The volume is $50 \times 50 \times 10$ nm³. Fig. 2 (a)-(b) shows the number of bilayers of FePt grains reduces when M_{cz} is decreased from 0.5 to 0.1. When M_{cz} continues to decrease to 0.01 and 0.001, the microstructure of the FePt-X thin films almost fully become the columnar shape as shown in Fig. 2(c) and Fig. 2(d). These results clearly demonstrate that selecting the materials with the anisotropic mobility of atom diffusion as a segregant is vital to prepare the columnar microstructure of the FePt-X thin films.

References

1) T. Koyama, and H. Onodera, *Mater. Trans.*, 44(8) 1523-1528, (2003).

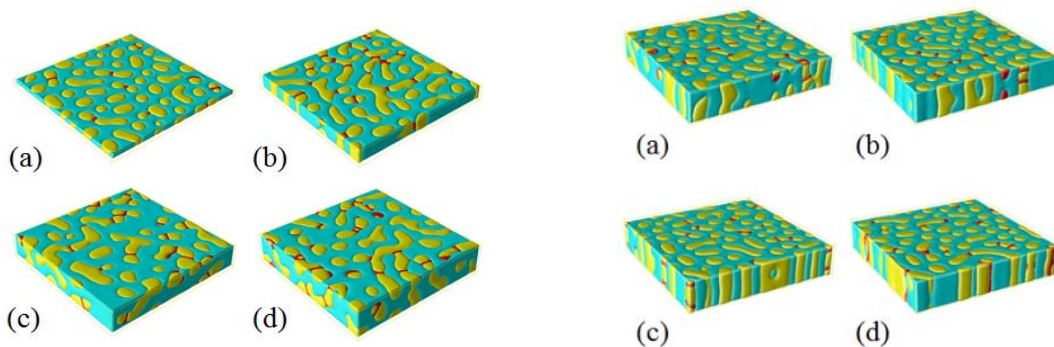


Fig. 1 The variations of the FePt-X thin films microstructure with different film thicknesses: (a) 2 nm; (b) 5 nm; (c) 8 nm; (d) 10 nm.

Fig. 2 The FePt-X thin films microstructure with decreasing M_{cz} at $t = 10$ nm: (a) 0.5; (b) 0.1; (c) 0.01; (d) 0.001.

Effect of amorphous Cr-Ti texture inducing layer on highly (002) textured large grain $\text{Cr}_{80}\text{Mn}_{20}$ seed layer for $L1_0$ ordered FePt-C granular film

Seong-Jae Jeon^{a)}, Shintaro Hinata^{a,b)}, and Shin Saito^{a)}

^{a)}Tohoku University, ^{b)}JSPS Research Fellow (PD)

Introduction Heat-assisted magnetic recording media has attracted much attention for future hard disk drive owing to the high magnetocrystalline anisotropy of $L1_0$ ordered FePt ($K_u \sim 7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$)¹⁾. In order to improve signal to noise ratio, it is necessary to fabricate the medium in which the grains are magnetically isolated such as FePt-C based granular film. For large perpendicular anisotropy, controlling the c -axis (002) orientation of the FePt, corresponding to the magnetic easy axis, toward normal to the film is required. In general, the preferred crystal orientation of the FePt can be adjusted by means of hetero-epitaxial growth from (002) textured MgO underlayer. However, it is reported that the misalignment of the (002) grains normal to the film is caused by angular distribution of the MgO (002) orientation^{2, 3)}. Origin of the angular distribution is regarded due to the absence of the epitaxy growth of the MgO underlayer, which is directly deposited on an amorphous film. In this study, method to suppress the angular distribution is proposed by introducing a new concept of layered structure.

Concept of layered structure The proposed structure consists of the magnetic layer (ML)/under layer (UL)/seed layer (SL)/ texture-inducing layer with amorphous structure (a -TIL) as shown in Fig.1. Developing the SL with having the highly (002) texture-crystalline film, key idea of the concept, can be described when satisfying the high wettability of SL on a -TIL. The liquid phase of sputtered atoms of the SL tends to spread out on the a -TIL before solidification. Since the crystal terrace, evolved during solidification from liquid phase, possesses the largest surface area on the top surface compared to the other surfaces, the main contribution to the sheet texture evolution results from the top surface. And consequently, the large grain size with highly textured SL can be realized. Typically, the condition of high wettability is defined as Young relation written below $\gamma_{\text{SL}} > \gamma_{\text{in}} + \gamma_{a\text{-TIL}}$ where γ_{SL} is surface energy of SL, γ_{in} is interfacial energy, and $\gamma_{a\text{-TIL}}$ is surface energy of a -TIL. Since there is still lack of information on γ_{in} , expectation for high wettability by using the interfacial energy is difficult. However, it can be rationalized by taking into account the quantitative value between γ_{SL} and $\gamma_{a\text{-TIL}}$. Accordingly, condition favorable for the high wettability can be a high value of $\gamma_{a\text{-TIL}}$ and a lower value γ_{SL} . Thus, we have investigated to enlarge the grain size of SL by changing the quantitative value of $\gamma_{a\text{-TIL}}$.

Experimental results CrMn and Cr-Ti were introduced as the SL and a -TIL, respectively⁵⁾. In order to enlarge the grain size of SL, two methods were presented. (1) High wettability; changing the compositions of Cr-Ti a -TIL owing to the higher γ_{Ti} (2.570 J/m^2) than γ_{Cr} (2.056 J/m^2)⁵⁾. (2) Promoting the adatomic mobility of the SL; elevating the substrate temperature. The film structure used in this study consists of CrMn (30)/Cr_{100-x}Ti_x (20)/Ni₆₀Ta₄₀(2)/glass substrate. Substrate temperature was elevated before CrMn deposition. The temperature varied from RT to 600 °C. Ti composition (x) in the Cr_{100-x}Ti_x a -TIL varied from 0 to 100 at.%. Figure 2 shows the dependence of the full width of half maximum at CrMn (002) diffraction ($FWHM_{002}$) on the grain diameter (GD) of the CrMn SL with various fabrication conditions of Cr-Ti TIL. The $FWHM_{002}$, degree of the angular distribution, was evaluated by rocking curve profile (not shown in this abstract). The GD was estimated by Scherrer equation using CrMn (110) diffraction measured by in-plane XRD. As shown in the figure, the $FWHM_{002}$ decreases from 10.5 deg to 3.4 deg with increase of the GD from 11.4 nm to 15 nm. The result indicated that the remarkable progress in reducing the one-third value of the angular distribution was accomplished by increase of 3 nm of GD . It is expected that the epitaxy from CrMn, MgO to FePt-C can be improved by introducing Cr-Ti a -TIL.

Reference 1) M. H. Kryder *et al.*, *Proceedings of the IEEE*, **96**, 1810 (2008). 2) S. Wicht *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **114**, 063906 (2013). 3) J. Wang *et al.*, *Acta Mater.*, **91**, 41 (2015). 4) S. J. Jeon *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **117**, 17A924 (2015). 5) L. Z. Mezzy *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **21**, 1596 (1982).

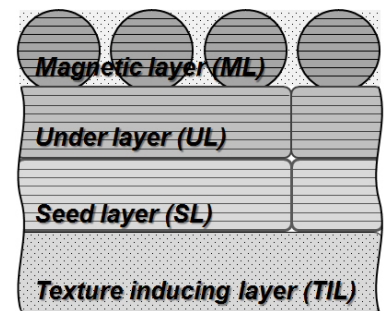


Fig. 1 Concept of layered structure for suppressing the (002) texture distribution of FePt-C medium.

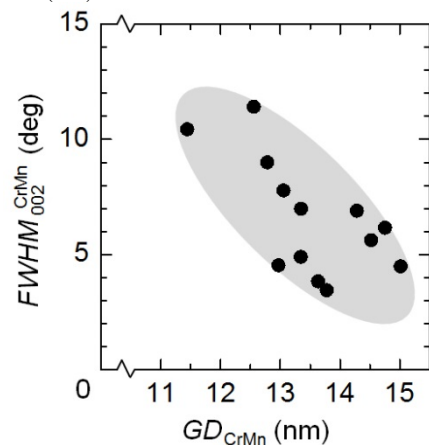


Fig. 2 $FWHM_{002}$ for CrMn seed layer dependence on grain diameter GD_{CrMn} with various fabrication conditions of Cr-Ti TIL.

Switching field distribution of FePt-C/FePt exchange coupled perpendicular media

J. Wang¹, Y.K. Takahashi¹, J.Y Kim², K. Hono¹

¹ National Institute for Materials Science, 1-2-1, Sengen, Tsukuba 305-0047, Japan

² Seagate Technology, 47010 Kato Road, Fremont, California 94538, USA

Since the grain size of the recording media has to be reduced, a magnetic material with high K_u must be applied for the concern of thermal stability. However, high K_u media require high writing field in order to write the information onto the media. Due to the physical limitation where the maximum attainable head field is about 1.7 T^{-1} , the writability of such media becomes a challenge. In this work, by increasing FePt soft layer thickness in FePt-C/FePt exchange coupled granular/continuous (CGC) perpendicular media, we successfully reduced the coercivity field from 4.9 to 1.4 T without sacrificing thermal stability. Meanwhile, the switching field distribution (SFD) of the bilayer media also got significant improved. Both of these advantages make FePt-C/FePt CGC media here a potential candidate for extremely high areal density recording media which is writable meanwhile thermal stable.

FePt-C 10 nm/FePt X nm exchange coupled granular/continuous perpendicular bilayer films were DC magnetron sputtered on single-crystalline MgO (001) substrates. Bottom hard layer was deposited by the co-sputtering using Fe, Pt and C targets at a substrate temperature of 600°C under 0.48 Pa Ar while the top relative soft FePt layer was sequenced co-sputtered at a lower substrate temperature of 400°C . The soft FePt layer thickness was varied from 2 to 15 nm.

Figure 1 shows the in plane and cross-sectional TEM images of MgO(001)/FePt-C 10nm/FePt Xnm CGC perpendicular bilayer films with different soft FePt capping layer thickness. Fig.1 (a) & (b) illustrate the TEM images of single FePt-C 10nm layer without soft capping layer. One can see that the single FePt-C layer gives a well-isolated nano granular structure with average grain size around $10.2 \pm 1.5 \text{ nm}$ (Inset of Fig. 1a). For bilayer film with 5 nm capping soft FePt layer, due to the inter-diffusion at FePt-C/ FePt interface, FePt grains grow larger with average grain size around 12 nm and the capping soft FePt growth epitaxially on the top of each individual hard FePt grains forming identical grains. Further increase the layer thickness to 10 or 15nm, one can detect soft FePt gains island on the top of bottom FePt grains, finally forming continuous soft FePt layer which is typically CGC structure. On the other hand, magnetization curves (Fig. 2) of the exchange coupled bilayer with various soft FePt layer thicknesses indicate that the introduced capping soft FePt layer also holds perpendicular magnetic anisotropy (PMA) and can effectively reduce the covercivity field H_c (4.9 to 1.4T) though direct exchange coupling at the FePt-C/ FePt interface. Furthermore, SFD analysis with ΔH (M, ΔM) method² shows that the direct exchange coupling at the interface can significantly narrow the SFD (33% to 6%) by increasing soft FePt layer thickness. However, decline of SFD with 15nm capping soft FePt layer can be attributed to the degradation of PMA.

Reference

- 1) Koji Matsumoto, Akhihiro Inomata, and Shin-ya Hasigawa, Fujitsu Scientific & Technical Journal 42, 158 (2006).
- 2) A. Berger, B. Lengsfeld and Y. Ikeda, J. Appl. Phys., 99, 08E705. (2006).

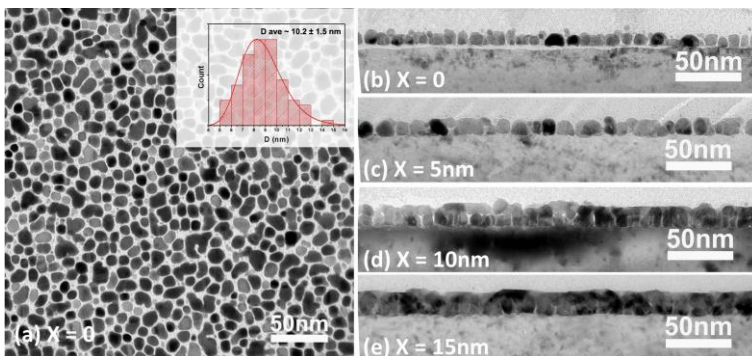


Fig. 1 In plane and cross-sectional TEM images of FePt-C10nm/FePt Xnm exchange coupled media (Inset: FePt grain size distribution)

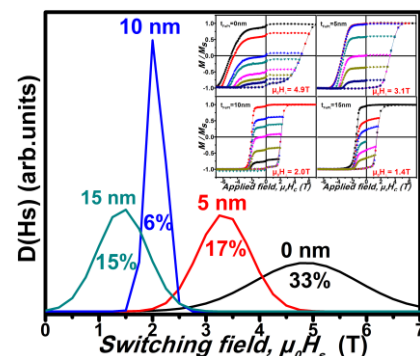


Fig.2 Switching field distribution and corresponding out-of-plane magnetization curves of FePt-C 10 nm/FePt X nm exchange coupled media.

Microstructure and magnetic properties of $L1_0$ ordered FePt-C nanogranular films: Influence of graded structure with different C volume fraction

Himanshu Pandey, A. Perumal, J. Wang, Y. K. Takahashi, and K. Hono

Magnetic Materials Unit, National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305-0047, Japan

$L1_0$ ordered FePt nanogranular thin films are considered as one of the leading candidates for heat assisted magnetic recording media [1] with areal density beyond 1 Tbits/in². Considering the feature of its high magnetocrystalline anisotropy, it is possible to fabricate thermally stable FePt particles with size down to 4 nm [2]. Hence, enormous efforts are being made to produce FePt grains with minimum size, high coercivity and columnar growth with the aspect ratio of more than 1.5. However, to realize the nanogranular structure in FePt films, various spacer materials such as C, SiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, TiO₂, Cr₂O₃, etc must be used. Although the spacer materials help to reduce the grain size below 7 nm with narrow size distribution, the magnetic properties degrade due to reduction in degree of $L1_0$ ordering and enhancement of misaligned FePt grains.

Therefore, in this study, we present FePt-C granular films deposited as graded layer structure with different C volume fraction by co-sputtering FePt alloy and C targets on single crystalline (001) MgO substrate as a model system. The graded structure was implied to suppress growth of randomly oriented grains on top of FePt granular layer [3] and thickness of FePt-C film was optimized for obtaining a single layered structure with columnar growth. Crystal structure and degree of $L1_0$ ordering were analyzed using X-ray diffraction (XRD) with Cu- $K\alpha$ radiation ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Microstructure was characterized by using transmission electron microscope (TEM, FEI Technai F20 and F30). The room temperature magnetic properties were measured by superconducting quantum interference device vibrating sample magnetometer (SQUID-VSM) with an applied magnetic field up to ± 70 kOe.

The present investigation reveals that the average FePt grain size as shown in Fig.1 decreases with increasing C volume fraction. The cross sectional TEM analysis confirmed the column growth of FePt grains without the formation of second layer of FePt grain. A minimum grain size of around 6.5 nm and the pitch distance of 7.6 nm is achieved with perpendicular coercivity of 4.4 Tesla (see inset of Fig.1). A systematic investigation on the effect of C volume fraction and graded structure on the degree of ordering, microstructure refinement with columnar growth and the resulting magnetic properties will be discussed in detail.

This work was supported by the Advanced Storage Technology Consortium (ASTC).

Reference

1. L. Zhang, Y. K. Takahashi, A. Perumal, and K. Hono, *J. Magn. Magn. Mater.* **322** (2010) 2658.
2. D. Weller, G. Parker, O. Mosendz, E. Champion, B. Stipe, X. Wang, T. Klemmer, G. Ju, and A. Ajan, *IEEE Trans. Magn.* **50** (2014) 3100108.
3. B.S.D.Ch.S. Varaprasad, M. Chen, Y.K. Takahashi, and K. Hono, *IEEE Trans. Magn.* **49**, (2013) 718.

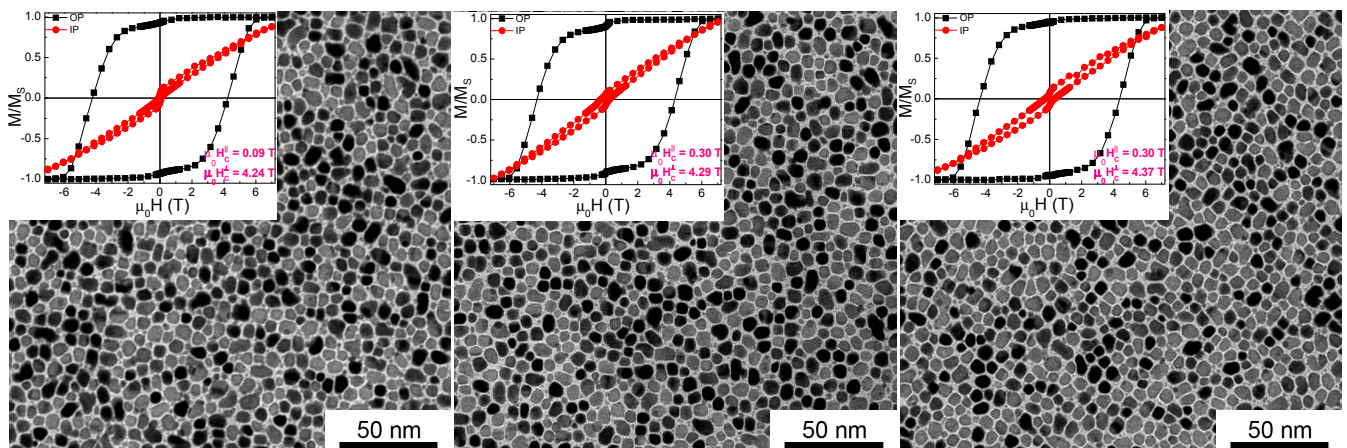


Fig. 1: Plane view TEM images of FePt-C thin films with different carbon volume fraction in graded structure. Room temperature M-H loops are plotted in the inset.

MgAl₂O₄ 及び MgO 基板上に作製した FePt 薄膜の構造と磁気特性

岩間弘樹、土井正晶、嶋敏之
(東北学院大工)

Structure and magnetic properties for FePt thin films prepared on MgAl₂O₄ and MgO substrates

H. Iwama, M. Doi and T. Shima

(Graduate School of Engineering, Tohoku Gakuin University)

はじめに

磁気記録媒体は垂直磁気記録方式が用いられ飛躍的に記録密度が増加した。今後更なる高密度化が求められているが、高密度化により磁性粒子の縮小に伴う熱揺らぎの問題が深刻化する。次世代の磁気記録媒体の材料には高い結晶磁気異方性を有する材料が求められている。そこで注目を集めているのが $L1_0$ 型 FePt 規則合金であり、 $L1_0$ 型 FePt 規則合金は高い結晶磁気異方性($K_u = 7.0 \times 10^7$ erg/cc)を有する事から次世代の磁気記録媒体材料として期待され多くの研究がなされている(1 ~ 3)。しかしながら、FePt 薄膜の磁化過程については未だ十分に解明されていない。そこで本研究では $L1_0$ 型 FePt 規則合金の格子定数の近い MgAl₂O₄ (MAO)(100) 及び MgO(100)単結晶基板を用い、配向性及び規則度を調べ優れた FePt 薄膜を作製するため、その構造、表面形態および磁気特性を評価し、磁化過程について詳細に調べた。

実験方法

全ての試料は超高真空多元スパッタ装置を用いて作製した。到達真空度 8.5×10^{-7} Pa 以下及び Ar ガス圧 0.2 Pa にて成膜を行った。基板に MAO 単結晶基板及び MgO 単結晶基板上に基板温度 $T_s = 700^\circ\text{C}$ にて FePt 層 (10 nm)成膜した。FePt 層の成を Fe_xPt_{100-x} (at. %) ($x = 46.1 \sim 50.8$)と変化させた。評価には膜組成は電子線マイクロアナライザ(EPMA)、結晶構造は X 線回折装置(XRD)、表面形状は原子間力顕微鏡(AFM)及び磁気特性は超伝導量子干渉計(SQUID)を用いて行った。

実験結果

全ての試料において X 線回折パターンより $L1_0$ 型 FePt 相の基本反射ピークである FePt(002)及び超格子反射ピークである FePt(001)、FePt(003)が観察された。Fig. 1 に Fe の組成を変化させた時の a 軸のグラフを示す。a 軸の格子面間隔はいずれの単結晶基板においても Fe_{47.2}Pt_{52.8}(at. %)の際に面間隔が最大を示し、それ以降 Fe の組成が増加するに伴い面間隔が縮小することが得られた。Fig. 2 に Fe の組成を変化させた時の保磁力のグラフを示す。保磁力は MAO 単結晶基板においては Fe の組成が増加するに伴い増加し、Fe_{48.3}Pt_{51.7} (at. %)の時に最大 54.2 kOe が得られた。MgO 単結晶基板においても同様に Fe の組成が増加するに伴い増加し、Fe_{49.3}Pt_{50.7} (at. %)の時に最大 57.8 kOe が得られた。また、いずれの基板においてもさらに Fe の組成が増加するに伴い保磁力の減少が確認された。

参考文献

- 1) T. Shima *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **81**, 1050 (2002).
- 2) T. Shima *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **99**, 033516 (2006).
- 3) T. Seki *et al.*, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **44**, 335001 (2011).

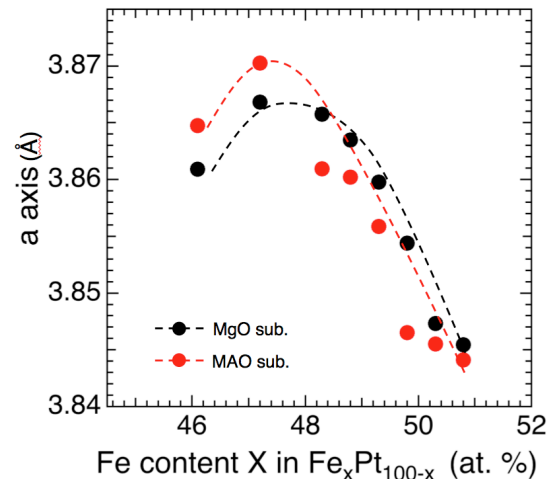


Fig. 1. a axis as a function of Fe content.

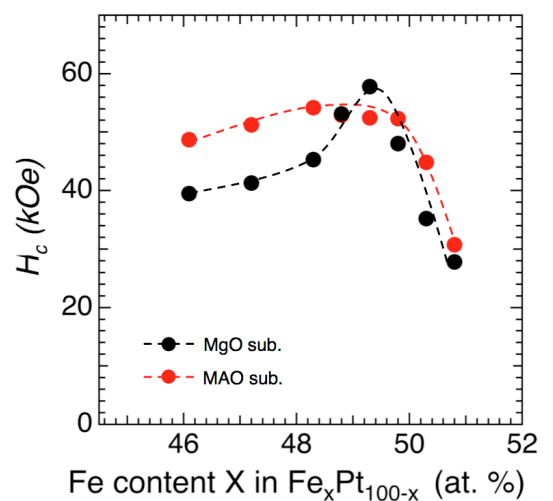


Fig. 2. H_c as a function of Fe content.

MgO 下地層上に形成した FePt 合金薄膜の結晶配向解析

野口陽平・中村将大・落合亮真・大竹充・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**
(中央大, *東京藝大, **山形大)

Characterization of Crystallographic Orientation of FePt Alloy Thin Films Formed on MgO Underlayer

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

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

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

はじめに L_{10} 型構造を持つ FePt 規則合金は 10^7 erg/cm³ オーダーの一軸磁気異方性エネルギーを持つ。そのため、この合金薄膜は高密度垂直記録媒体や MRAM などへのデバイス応用に向けて、研究が盛んに行われている。デバイス応用では、磁化容易軸である c 軸を基板面に対して垂直に配向させる必要があり、(001)配向した下地層もしくは(001)単結晶基板が用いられる。しかしながら、膜中に c 軸が面直に向いた(001)結晶に加えて、面内に向いた(100)結晶が混在する場合は報告されている。(100)配向の解析には HR-TEM¹⁻³⁾や面内 XRD⁴⁾法が有効である。我々は、これまで、単結晶基板上に形成した FePt 膜に対して面内 XRD 法を用いた配向解析を行ってきた⁵⁾。本研究では、熱酸化 Si 基板上に FePt/MgO 膜を形成し、結晶配向評価を行った。

実験方法 試料の作製には超高真空マグネトロンスパッタリング装置を用いた。熱酸化 Si 基板上に 200 °C で 10~100 nm 厚の MgO 下地層を形成し、その上に 10 nm 厚の FePt 膜を形成した。その後、600 °C で熱処理を施すことにより、 L_{10} 相へ規則化させた。構造評価には RHEED および XRD、磁化曲線測定には VSM を用いた。

実験結果 Fig. 1(a-1)–(c-1)に 10~100 nm 厚の MgO 下地層上に形成した FePt 膜の面外 XRD パターンを示す。いずれの場合も、FePt(001)超格子反射が観察されており、 c 軸が面直に向いた FePt(001)結晶が形成されていることが分かる。また、10 nm 厚の MgO 下地層上に形成した FePt 膜では (Fig. 1(a-1))、FePt(111)反射も認められる。FePt(001)結晶に加えて(111)結晶が混在していることが分かる。一方、下地層厚が 40 nm を超えると、

FePt(111)反射は消失しており、このことは FePt 膜で FePt(001)結晶が優先成長していることを示している。基本反射と超格子反射の強度比から算出した FePt 膜の規則度は、下地層厚 10~100 nm に対して 0.5~0.6 とほぼ一定であった。Fig. 1(a-2)–(c-2)に面内 XRD パターンを示す。全ての下地層厚の場合において、強度が弱い FePt(001)超格子反射が観察されており、 L_{10} (100)結晶が混在していることが分かる。

参考文献

- 1) K. Sato, B. Bian, and Y. Hirotsu: *J. Appl. Phys.*, **91**, 8516 (2002).
- 2) Y. K. Takahashi, K. Hono, T. Shima, and K. Takanashi: *J. Magn. Magn. Mater.*, **267**, 248 (2003).
- 3) A. Perumal, Y. K. Takahashi, T. O. Seki, and K. Hono: *Appl. Phys. Lett.*, **92**, 132508 (2008).
- 4) S. Jeong, T. Ohkubo, A. G. Roy, D. E. Laughlin, and M. E. McHenry: *J. Appl. Phys.*, **91**, 6863 (2002).
- 5) M. Ohtake, A. Itabashi, M. Futamoto, F. Kirino, and N. Inaba: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2104204 (2014).

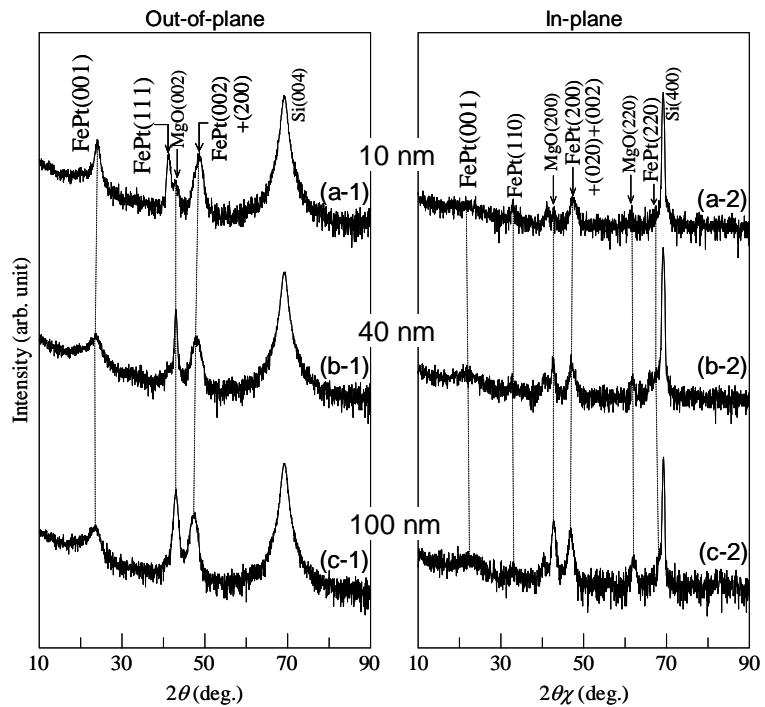


Fig. 1 (a-1)–(c-1) Out-of-plane and (a-2)–(c-2) in-plane XRD patterns of FePt films deposited on MgO underlayers of (a) 10, (b) 40, and (c) 100 nm thicknesses.

MgO(001)基板上に形成した FePt/FePd 二層薄膜の構造解析

中村将大・落合亮真・野口陽平・大竹充・二本正昭・桐野文良*・稲葉信幸**

(中央大, *東京藝大, **山形大)

Structure Analysis of FePt/FePd Bilayer Films Formed on MgO(001) Substrate

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

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

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

はじめに $L1_0$ 構造を持つバルク FePt および FePd 合金は、それぞれ、 6.6×10^7 および 1.8×10^7 erg/cm^3 の K_u を持つため、これらの薄膜は高密度磁気記録媒体や MRAM などへの応用に向けて研究されている。デバイス応用では、高規則化に加えて、磁化容易軸である c 軸が面直に向くように方位制御する必要がある。しかしながら、(001)配向下地層や単結晶基板上にこれらの合金膜を形成した場合、 c 軸が面直に向いた(001)結晶に加え、面内に存在する(100)結晶が混在する場合は報告されている¹⁻³。我々は、これまで、MgO(001)基板上に 10~40 nm 厚の FePt および FePd 膜を形成し、結晶配向について調べてきた^{4,5}。FePt 膜では、僅かに $L1_0(100)$ 結晶が混在したが、FePd 膜は、 $L1_0(001)$ 結晶のみから構成されていることが分かった。本研究では、FePt/FePd 二層膜を形成することにより、FePt 層の配向制御を試みた。

実験方法 試料作製には超高真空 RF マグネトロンスパッタリング装置を用いた。MgO(001)基板上に 200 °C で FePt(40-x nm)/FePd(x nm) もしくは FePt(10-y nm)/FePd(y nm) 二層膜を形成した。製膜後、 $L1_0$ 相への規則化を促進させるために、600 °C での熱処理を施した。構造評価には RHEED, XRD, 磁気特性評価には VSM を用いた。

実験結果 作製したすべての膜で、エピタキシャル成長していることを RHEED 観察で、 $L1_0$ 相に規則化していることを面外 XRD 測定で確認した。 c 軸が面内に向いた(100)結晶の有無を調べるために、面内 XRD 測定を行った。Fig. 1(a) に FePt(40-x nm)/FePd(x nm) 膜の面内 XRD パターンを示す。いずれの二層膜 ($x = 10 \sim 30$ nm) でも $L1_0(001)$ 反射が認められ、 $L1_0(100)$ 結晶が混在していることが分かる。Fig. 1(b) に総膜厚を 10 nm へ減少させた場合の結果を示す。FePt : FePd 層厚比を 1 : 3 とした試料では $L1_0(001)$ 反射が観察されていない。 c 軸が面直に向いた $L1_0(001)$ 結晶からなる膜構造が実現できている。Fig. 2 に面内および面外 XRD 測定の結果から算出した面内格子間隔 a と面外間隔 c を示す。総膜厚を 40 から 10 nm へ、さらに FePd 層厚を増加させると、面内格子は膨張し面外格子が収縮する傾向が認められる。このような格子歪が c 面配向の促進に寄与していることが考えられる。

参考文献

- 1) K. Sato, B. Bian, and Y. Hirotsu: *J. Appl. Phys.*, **91**, 8516 (2002).
- 2) Y. K. Takahashi, K. Hono, T. Shima, and K. Takanashi: *J. Magn. Magn. Mater.*, **267**, 248 (2003).
- 3) H. Ho, J. Zhu, A. Kulovits, D. E. Laughlin, and J. Zhu: *J. Appl. Phys.*, **116**, 193510 (2014).
- 4) A. Itabashi, M. Ohtake, S. Ouchi, F. Kirino, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **37**, 358 (2013).
- 5) M. Ohtake, A. Itabashi, M. Futamoto, F. Kirino, and N. Inaba: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2104204 (2014).

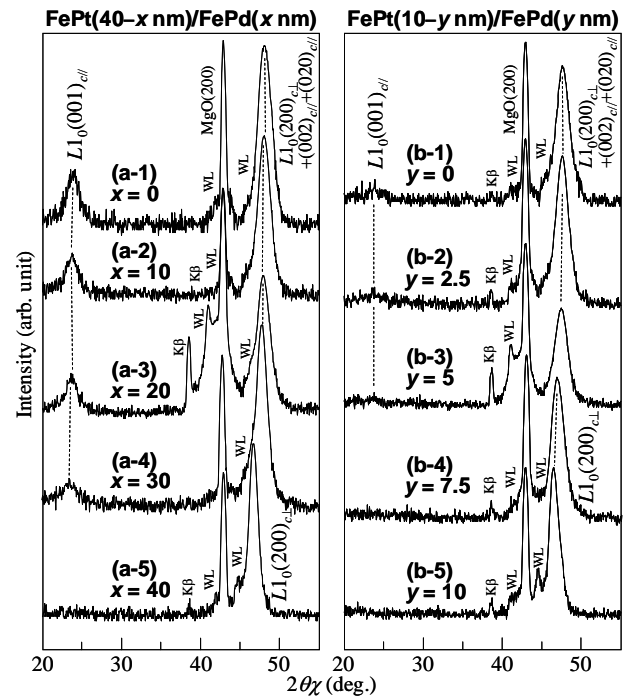


Fig. 1 In-plane XRD patterns of (a) FePt(40-x nm)/FePd(x nm) and (b) FePt(10-y nm)/FePd(y nm) bilayer films deposited on MgO(001) substrates.

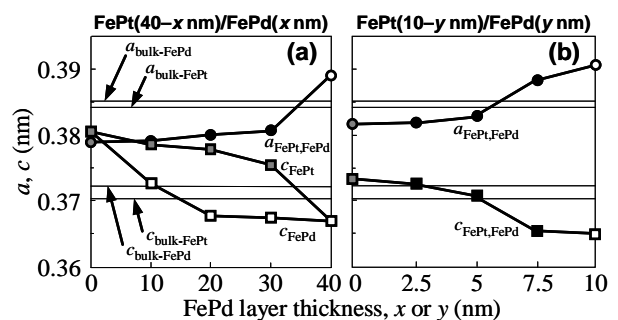


Fig. 2 Lattice parameters, a and c , of (a) FePt(40-x nm)/FePd(x nm) and (b) FePt(10-y nm)/Pd(y nm) bilayer films.

Cr シード層による MgO/FePt-C の配向性改善

城山泰祐、Varaprasad, B. S. D. Ch. S., J. Wang, A. Felicia、高橋有紀子、宝野和博
(物質・材料研究機構)

Improvement of texture for MgO/FePt-C by Cr seed layer
T. Shiroyama, B. Varaprasad, J. Wang, A. Felicia, Y.K. Takahashi and K. Hono
(National Institute for Materials Science)

はじめに

次世代超高密度磁気記録方式として提案されている熱アシスト方式用記録媒体として、MgO 下地上に $L1_0$ 規則構造をもつ FePt-C ナノグラニューラー膜の研究が盛んに行われている。以前、我々は FePt-C ナノ粒子の c 軸配向性について、MgO(001)単結晶基板上とガラス基板上に成膜した多結晶 MgO(001)下地上において比較解析を行い、多結晶 MgO の配向性不良が FePt-C ナノ粒子の配向性不良に大きく影響していることを示した¹⁾。また、Cr(002)膜は MgO との格子整合性が良く、成膜後のアニールにより結晶性と表面平滑性が改善されることから、MgO(002)/ホイスラー合金等の磁性薄膜の配向性向上を目的としても利用されている²⁾。

我々は、ガラス基板上に成膜した FePt-C ナノグラニューラー膜の C 軸配向性向上を目的として、多結晶 MgO 膜の下地に Cr(002)膜を挿入し、成膜条件の種々検討を行った。そして、Cr(002)膜の挿入が、FePt-C 膜の特性向上に有用であることを確認した。さらに、Cr(002)層の有無が、多結晶 MgO や FePt-C の特性に対してどのように影響したのかを考察したので、その検討内容について報告する。

実験方法

製膜は超高真空マグネトロンスパッタ装置を用いて行った。まず、ガラス基板上に NiTa(100nm)を製膜し、続いて、Cr(5~20nm)を室温で製膜後 600°C30 分アニールし、MgO(10nm)を室温にて製膜した。さらに、それらの Cr/MgO 下地上に FePt-C(10nm)膜を、3.6mTorr Ar ガス雰囲気下、基板温度 550°C、Fe、Pt、C の 3 元同時スパッタによって製膜した。試料の構造は、X 線回折にて、平面及び断面構造形態は透過型高分解能電子顕微鏡により評価した。また、磁気特性は超伝導量子干渉振動試料型磁力計にて行った。

実験結果

図 1 に Glass/NiTa/Cr/MgO の MgO(002)ロックンカーブを示す。Cr 層が厚い程、MgO の配向性は向上するが、Cr 20nm でも Cr が無い場合とほぼ同じカーブとなった。また、図 2 に MgO/FePt-C の磁気特性の Cr 層(15nm)有無による違いを示す。Cr 層の挿入により、面内保磁力が約半分となり、また面直方向のループは角形性が改善されている。このことは、Cr 層の挿入により、MgO(002)の配向性が改善されていないにも関わらず、FePt-C 微粒子の c 軸配向性が向上したことを意味している。講演では、微細構造観察からこの原因についても議論する。

参考文献

- 1) J. Wang et al., Acta Mater. **91**, 41 - 49 (2015).
- 2) J. Okabayashi et al., Appl. Phys. Lett. **103**, 102402 (2013).

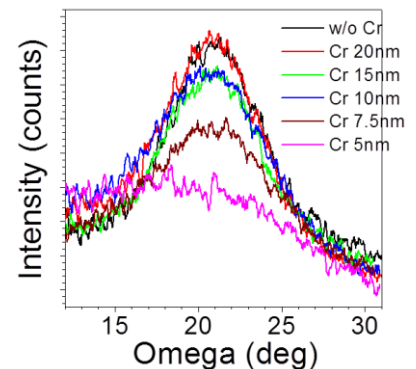


Fig.1 MgO(002) rocking curve of Glass/NiTa/Cr/MgO.

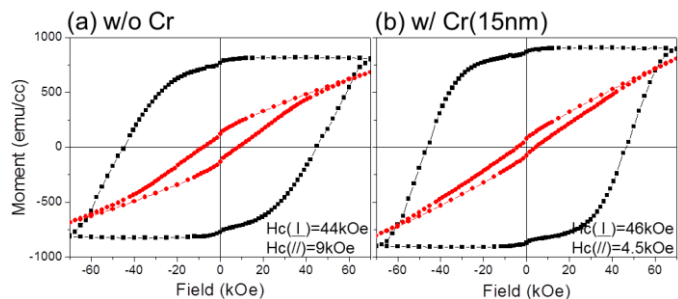


Fig.2 Magnetic properties of MgO/FePt-C (a)w/o and (b) w/ Cr(15nm).

FePt 媒体における円偏光誘起磁化反転

高橋有紀子¹、R. Medapali²、石岡邦江¹、J. Wang¹、葛西伸哉¹、宝野和博¹、E.E. Fullerton²
(¹ 物材機構¹、Univ. of California San Diego²)

Helicity-dependent all-optical switching in FePt media

Y.K. Takahashi¹、R. Medapali²、K. Ishioka¹、J. Wang¹、S. Kasai¹、K. Hono¹ and E.E. Fullerton²
(¹ NIMS¹、UCSD²)

はじめに

ハードディスクドライブ(HDD)の更なる記録密度向上には磁気記録媒体の微細化が必要不可欠である。媒体を構成する強磁性微粒子の微細化に伴い生じる熱安定性の問題を解決するために FePt などの高い異方性(Ku)を持つ材料が次世代媒体材料として検討されている。高 Ku 材料を用いた媒体は高い反転磁界を必要とするため、熱や高周波磁場などを用いたエネルギーアシスト磁化反転方式を使う必要がある。熱や高周波磁場による磁化反転のエネルギーアシストの他に、近年円偏光の極性により無磁場中で磁化反転制御が可能な円偏光誘起磁化反転が次世代記録技術の1つとして注目されている。本研究では、円偏光誘起磁化反転の FePt 媒体への応用を念頭に、円偏光照射による FePt 媒体の磁化変化について検討を行った。

実験方法

FePt-C グラニューラー薄膜は、Fe、Pt、C の3つのターゲットを用いたコスパッタ法で MgO 単結晶基板上に作製した。成膜時の基板温度は 600°C である。円偏光照射による磁化反転はファラデー像およびホール素子により評価した。円偏光には、波長 800nm、周波数 10kHz のフェムト秒レーザーを用いた。サンプルへの熱の影響を最小限にするために、チョッパーにより周波数を 1kHz に低減した。ホール素子は、ホトリソと Ar イオンミリングを用いた微細加工で作製した。

結果

Fig.1 に FePt-C グラニューラー薄膜の面内の TEM 像を示す。平均粒子径が 9.1 nm の FePt 粒子が C マトリックス中に均一に分散している。Fig. 2 に FePt-C グラニューラー薄膜より作製したホール素子の異常ホール抵抗(AHE)曲線と円偏光を照射した後のホール抵抗をそれぞれ(a)(b)に示す。AHE 曲線より薄膜の保磁力は 42.5 kOe である。(b)より円偏光による磁化変化は全体の磁化に対して約 13%である。円偏光を照射することにより極性に応じた磁化変化が観測されているが、照射回数の増加に伴い磁化変化量が小さくなっている。円偏光を照射した後に測定した AHE 曲線は照射前に測定したものと同一であったため、照射回数による磁化変化の減少は熱による破壊的なダメージによるものではなく、円偏光照射による膜の磁化状態の変化によるものと考えられる。以上のことから、円偏光照射量を最適化することにより高効率な磁化変化および再現性のある磁化変化が実現できると考えられる。

参考文献

- 1) C-H. Lambert *et al.*, Science**345**, 1337 (2014).

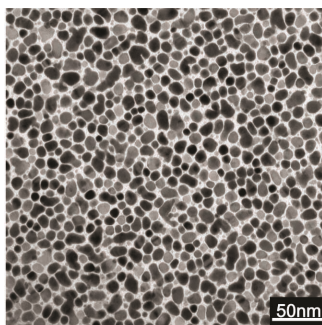


Fig. 1 TEM image of FePt-C granular film.

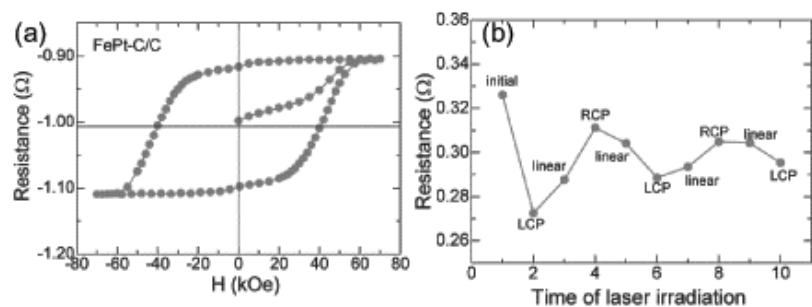


Fig. 2 (a) AHE curve and (b) Resistance after the laser irradiation in Hall cross of FePt-C granular film.

FeCuPt 孤立ナノ磁性微粒子形態・磁気特性の 微粒子形成過程における Fe・Cu・Pt 薄膜-基板界面依存性

小林廉¹, 今里真之¹, 小笠原亜紀¹, 塚本新²

(¹日本大学大学院理工学研究科, ²日本大学理工学部)

Fe, Cu, Pt Interfacial Effect Dependency in the Fabrication Process of
Isolated FeCuPt Nano Particles and Induced Magnetic and Shape Properties
Ren Kobayashi¹, Masayuki Imazato¹, Aki Ogasawara¹, Arata Tsukamoto²

(¹Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ., ²College of Science and Technology, Nihon Univ.)

1.はじめに 超高密度熱アシスト用垂直磁気記録媒体等への応用として、我々は熱酸化 Si 基板上に Pt / Fe 多層薄膜を作製し急速昇温熱処理 (Rapid Thermal Annealing: RTA) を施すことによる $L1_0$ -FePt 孤立磁性微粒子の形成¹⁾を報告した。RTA の粒子形成の起点は基板上での金属原子の拡散による粒子核形成²⁾であり、さらに数 nm の金属超薄膜を利用することから、金属薄膜と熱酸化 Si 基板との界面が微粒子形態や磁気特性を決定づける大きな要因になると考えた。そこで界面と粒子形態および磁気特性の相関を明らかとするためエキシマ光による基板表面改質および金属薄膜の層構成を変えた多層薄膜にて粒子を作製し評価・検討を行った。

2.実験方法 使用する基板は熱酸化 Si 基板とし、エキシマ光照射時間を 0, 5, 30 sec とした。DC マグネトロンスパッタ法を用い Fig.1 に示す組成比 Fe₄₃ Cu₁₄ Pt₄₃(積層膜厚 $T_s = 1.88$ nm) の薄膜を Fe, Cu, Pt, がそれぞれ最下層となるよう 3 つの層構成にて作製した。これらの薄膜に対し、真空度 $<3.0 \times 10^{-3}$ Pa 雰囲気下にて昇温速度約 90 °C / sec, 目標到達温度 600 °C の RTA を行い、その後粒結合抑制のため窒素導入による急速冷却³⁾を行った。作製した微粒子の観察には走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM), 磁気特性の評価には超伝導量子干渉素子型磁束計 (Superconducting Quantum Interface Device Vibrating Sample Magnetometer : SQUID VSM) を用いた。

3.結果 Fig.2 に各条件にて作製した微粒子の表面 SEM 像および平均粒径 (D_p), 粒子数密度 (N_p) の測定結果, Fig.3 に膜面垂直方向へ磁場印加を行い VSM 計測した磁化曲線を示す。Fig.2 より N_p は最下層が Fe, Cu, Pt の順に大きいことを確認した。これは酸化還元電位の観点から、熱酸化 Si 基板と接合する最下層の金属薄膜との酸化傾向が強いほど粒子形成密度は高密度となることを示唆している。そこで更なる N_p の増加を図り、熱酸化 Si 基板に対し Si-O, O-O 等の分子結合を分断することができるエキシマ光照射を行ったが、その寄与は小さいことが確認できる。一方 Fig.3 よりエキシマ光による基板表面改質を行うことで Fe, Cu が最下層のサンプルにおいては保磁力 (H_c) が低減していることが確認できる。これは規則合金化に熱酸化 Si 基板と金属薄膜との界面近傍原子が大きく寄与していることを示唆している。しかし Pt が最下層のサンプルにおいては基板表面改質による磁気特性の変化は小さく、基板による寄与を受けにくいと考えられる。以上の結果より N_p の大きさは熱酸化 Si 基板と界面を形成する金属薄膜に大きく依存しており、磁気特性はエキシマ光による基板表面改質を行うことにより変化していることから、熱酸化 Si 基板と金属薄膜との界面近傍の原子が粒子の規則合金化に大きく寄与していると考えられる。

4.謝辞 本研究の一部は、情報ストレージ研究推進機構及び文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業 (S1311020) の助成により行った。

5.参考文献

- 1) A. Itoh, Y. Itoh, A. Tsukamoto, K. Nakagawa, "IEICE technical report. Magnetic recording.", 105 (167), 13 (2005).
- 2) H. Zeng, M. L. Yan, N. Powers, and D. J. "Sellmyer: Appl Phys.Lett." 80, 2350, (2002).
- 3) A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa, "J. Magn. Soc. Jpn.", 36, 62-65(2012).

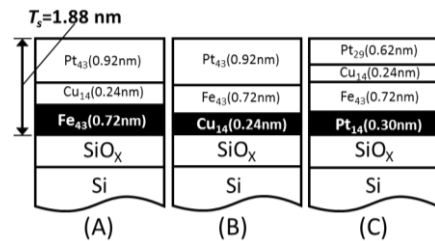


Fig.1 Layer design of FeCuPt thin films.

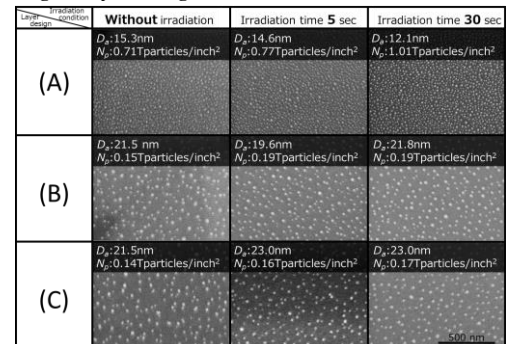


Fig.2 Sequence of SEM images in (A) (B) (C) for different irradiation conditions.

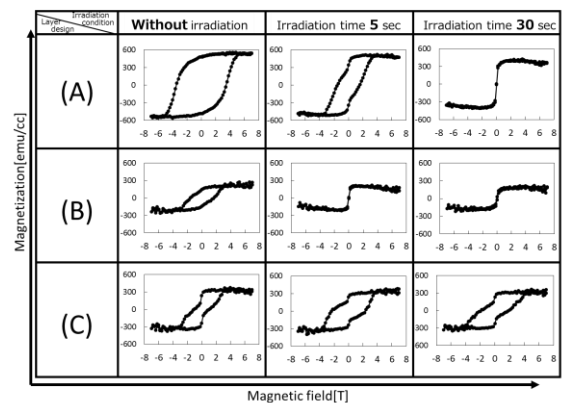


Fig.3 Magnetization VS magnetic field in (A) (B) (C) measured with SQUID VSM at R.T.

急速昇降温熱処理による FePt 孤立微粒子形成の組成依存性

今里真之¹⁾、小笠原亜紀¹⁾、塚本新²⁾日本大学大学院理工学研究科¹⁾、日本大学理工学部²⁾

Compositional dependency of Isolated FePt grains fabricated by RTA

Masayuki Imazato¹⁾, Aki Ogasawara¹⁾, Arata Tsukamoto²⁾Graduate School of Science and Technology Nihon University, Japan¹⁾College of Science and Technology, Nihon University, Japan²⁾

はじめに

磁気記録媒体の高密度化のためには磁性微粒子の微細化、高密度化が不可欠である。平坦な熱酸化 Si 基板上に成膜した連続膜状の Pt/Fe 超薄膜に対して、急速昇降温熱処理(Rapid Thermal Annealing and Rapid Cooling Process :RTA)を施すことのみにより孤立した FePt 微粒子群を形成可能¹⁾であること、また形成される微粒子径、形成密度は積層金属膜厚に依存すること²⁾を報告している。本報告では、積層膜厚を一定とし、成膜時の組成比を変化させた金属超薄膜に対する急速昇降温熱処理により形成した $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ 孤立微粒子の形成粒サイズ、結晶構造の組成依存性について報告する。

実験

DC マグネトロン法を用いて $\text{Pt}_{100-x}/\text{Fe}_x$ ($x = 50, 55, 57, 63.7$) 総積層金属膜厚 1.88 nm を熱酸化 Si 基板上に成膜し、真空下にて約 $90^\circ\text{C} / \text{sec}$ の昇温速度にて昇温させ到達温度約 600°C とし熱処理を行った。形成した FePt 孤立微粒子の形状観察には走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope :SEM)を用いた。結晶構造解析には X 線回折装置(X-Ray diffraction :XRD)を用いた。Figure 1 に形成した各組成における FePt 孤立微粒子群の表面 SEM 像を示し、Table 1 に平均粒径(D_a)、形成粒子密度(N_p)、粒径分散(S_tD)を示す。Figure 2 に各組成における XRD プロファイルを示す。Table 1 より、 $x=57$ の組成比において、平均粒径が最少、形成粒子密度が最大となる。また、Figure 2 より $x=50$ において明瞭なピークは見られず、 $x=55$ において不規則相を示す(111)ピークが観察されたが、 $L1_0$ 構造化した微粒子は存在しないと考えられる。また磁気ヒステリシス計測からも高い磁気異方性を示す特性は得られなかった。一方、 $x=57, 63.7$ において $L1_0$ -FePt(001)、(002)の回折ピークが観察されたことより、 $x=55$ と 57 の組成に $L1_0$ 構造化した FePt 微粒子群の規則合金化する組成の境界が存在すると考えられる。また、約 4 T 以上の保磁力を示した。以上より、本手法により形成される微粒子群は、組成比により大きくその形状、粒サイズ、規則合金化、結果として磁気異方性が変化、相関を持つことが示唆された。

謝辞 本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構、文部科学省私立大学戦略的研究基盤支援事業 (S1311020) の助成により行ったものである。

参考文献

- 1) A. Itoh, A. Tsukamoto, S. Okame and K. Mizusawa: *J. Magn. Soc. Jpn.* **36**, 62-65(2012)..
- 2) J. Tsukioka, T. Ubana, A. Tsukamoto, and A. Itoh *J. Magn. Soc. Jpn.* Vol. **38**, No.3-2, pp.143-146 (2014).
- 3) Watanabe, K., The Research Institute for Electric and Magnetic Materials, Japan. Private Communication (1992).
- 4) Cabri, L., Feather. *Can. Mineral.* **13**, 117 (1975)

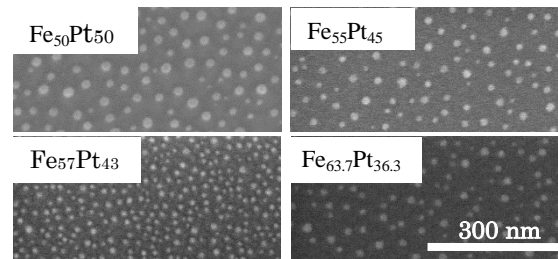


Figure 1 SEM planer view of isolated $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ grains in various compositions.

Table 1 Average grain diameter(D_a), Standard deviation of diameter (S_tD), areal density of grains (N_p) for isolated $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ grains in various compositions.

Composition	D_a (nm)	S_tD (nm)	N_p (T particle / inch ²)
$\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$			
$\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$	22.4	5.13	0.24
$\text{Fe}_{55}\text{Pt}_{45}$	19.6	2.86	0.24
$\text{Fe}_{57}\text{Pt}_{43}$	14.3	2.25	0.76
$\text{Fe}_{63.7}\text{Pt}_{37.3}$	17.4	3.00	0.27

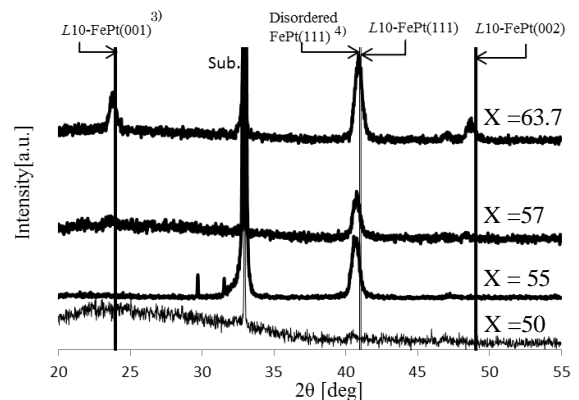


Figure 2 XRD profiles for isolated $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ grains in various compositions.

SMR におけるビット信頼度への隣接ビットの影響

鈴藤稜太, 岡本好弘, 仲村泰明, 大沢寿, 金井靖*, 村岡裕明**
(愛媛大学, *新潟工科大学, **東北大学)

Influence of adjacent bits to bit reliability in SMR

R. Suzuto, Y. Okamoto, Y. Nakamura, H. Osawa, Y. Kanai* and H. Muraoka**
(Ehime University, *Niigata Institute of Technology, **Tohoku University)

はじめに

ハードディスク装置(HDD : hard disk drive)の記録方式として採用されている瓦磁気記録(SMR : shingled magnetic recording)¹⁾において, 各ビットの記録状態はその隣接ビットの影響を大きく受ける. 本稿では, 離散 Voronoi 図に基づくグラニューラ媒体モデルを用いた SMR シミュレーションによって, 記録系列パターンごとにビット信頼度を算出し, 隣接ビットの影響について検討する.

ビット信頼度の算出

離散 Voronoi 図に基づくグラニューラ媒体モデル²⁾に対して, 二等辺三角形の主磁極を持つ記録ヘッド³⁾を用いて SMR する. ここで, ビット長 $l_c = 7.3$ nm, トラックピッチ $l_p = 22.1$ nm と設定した 4 Tbit/inch² の面記録密度を想定する. また, 記録系列には 40950 ビットの PRBS(pseudo-random bit sequence)を用いる. 次に, 検査対象トラックにおいて, 記録系列と等しく磁化されている磁性粒子を構成するピクセルを注目する範囲内でカウントする. ただし, その範囲を注目するビットの前後 2 ビットと両側隣接トラックの 5 ビットで, 計 15 ビットとする. ピクセル数に基づいてビット信頼度マップを作成する. また, ビット信頼度マップをパターン数で平均したのち, 注目するビット内の信頼度を積分し, $N_{pM} \times r_p$ で除算することで注目ビットの信頼度を算出する. ただし, N_{pM} は 1 ビットセルを構成する全ピクセル数, r_p は磁性粒子の充填率である.

隣接ビットの影響

Fig.1 に, 記録系列パターン(注目ビットとその両側のビットの記録系列)が “101” の場合のビット信頼度マップを示す. 図において, 縦軸はクロストラック方向, 横軸はダウントラック方向をそれぞれ表し, 注目するビットの中心を原点としている. また, カラーバーは, カウントしたピクセル数を表している. Fig.1 を見ると, ビット上側が右に傾いて記録され, 注目するビット内に前のビットの情報が記録されて滲んでいることがわかる. Fig.2 に, 記録系列パターンが “000”, “100”, “001”, “101” の場合のビット信頼度をそれぞれ示す. 図から, 注目するビットの両側に反転がない “000” の場合の信頼度が最も高く, 両側に反転のある “101” の場合が最も低いことがわかる. また, 前に反転のある “100” と後ろに反転のある “001” の場合を比較すると, ビット上側への前ビットの滲みのため “100” の方が信頼度が低くなることから, 前のビットの影響が大となることがわかる.

参考文献

- 1) R. Wood et al., IEEE Trans. Magn., **45**, 917 (2009).
- 2) M. Yamashita et al., IEEE Trans. Magn., **E96-C**, 1504 (2013).
- 3) Y. Kanai et al., IEEE Trans. Magn., **46**, 715 (2010).

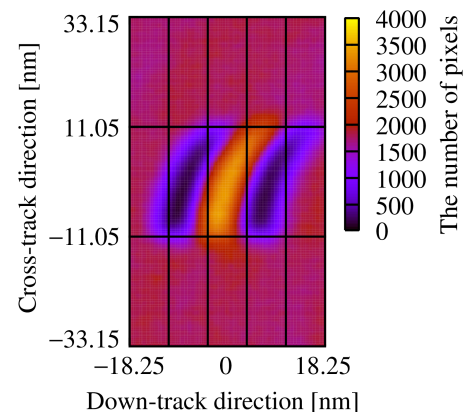


Fig.1 Bit reliability map for recording sequence pattern “101”.

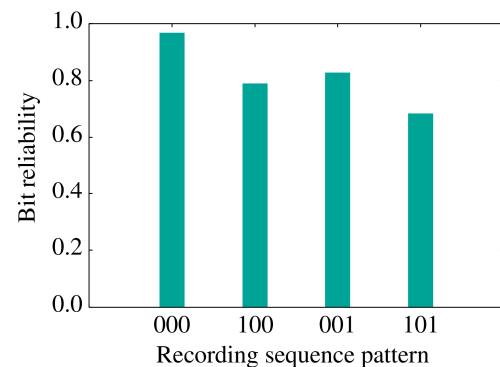


Fig.2 Bit reliability for recording sequence

DWDD を用いた瓦書記録読出し方法の検討

林田洋喜、山田啓介、仲谷栄伸
(電気通信大学)

A study of shingled write recording reading method using the DWDD

Hiroki Hayashida, Keisuke Yamada, and Yoshinobu Nakatani

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

はじめに

ハードディスクの高密度記録化を実現する次世代の記録方式として、瓦書記録方式(SWR : Shingled Write Recording)が期待されている[1]。瓦書記録方式では高密度記録化のために、データトラックを重ねて記録し、狭いトラック幅を実現する。しかし、トラック幅の縮小によりデータトラック内の磁区が小さくなり漏れ磁界強度が低下するため、再生信号の読み出しが困難になる。そこで、微小な磁区の情報を容易に読み出す技術として光磁気記録に利用された磁壁移動検出(DWDD : Domain Wall Displacement Detection)方式を応用する方法が考えられる[2]。DWDD では記録媒体は、移動層、スイッチング層、記録層の3層で構成される。ここでスイッチング層は熱によって磁気特性を失いやすい材質で構成する(Fig. 1(a))。読み出しの際には、読み出したい情報を持つ記録層の媒体上部に熱を与えることでスイッチング層の交換磁界を切断し、移動層の磁区を拡大する(Fig. 1(b))。この方式を磁気記録に応用することで、磁区拡大によって漏れ磁界強度が上昇し、記録層の情報の読み出しを容易にできることが期待される。そこで、本研究ではシミュレーションを用い、瓦書記録された記録媒体において、DWDD 方式を用いて磁区拡大した場合の漏れ磁界の計算を行った。磁区拡大の有無によって、媒体の漏れ磁界強度と再生信号のSNR(Signal-to-Noise Ratio)の変化を調べることで、磁区拡大の優位性について検討した。

計算モデル・条件

記録媒体のモデルとして Fig. 1 に示すように3層の磁性層を有する $10\text{ nm} \times 10\text{ nm} \times 12\text{ nm}$ の磁性粒子が2次元的に配置されている領域を用いた。計算領域のサイズは $130\text{ nm} \times 130\text{ nm} \times 12\text{ nm}$ とし、この領域に $10\text{ nm} \times 10\text{ nm}$ の磁区が市松模様状に記録されているとした。計算セルは $1\text{ nm} \times 1\text{ nm} \times 1\text{ nm}$ として計算を行った。磁区拡大による磁界強度上昇の効果を高めるため、移動層の飽和磁化を 1600 emu/cm^3 、スイッチング層と記録層の飽和磁化を 1000 emu/cm^3 とし、再生ヘッドの位置は媒体上部から 4 nm 上方として媒体からの漏れ磁界を求めた。

結果

磁界強度の指標として磁界面積(磁界の漏れ幅×強度)を調べ、磁区拡大の有無の比較を行った。Fig. 2 は拡大磁区の直径 d と磁界面積の関係を示す。磁区拡大を行うことによって磁界面積は拡大し(実線)、 $d=30\text{ nm}$ で最大2.5倍になることがわかった。これらの結果より、磁区拡大によって磁界強度が向上することがわかった。講演では媒体SNRの計算結果について報告する予定である。

参考文献

- [1] S. Greaves *et al.*, IEEE Trans. Magn., **45**, 3823-3829 (2009).
[2] T. Shiratori, *et al.*, J. Magn. Soc. Jpn **22** pp.47-50 (1998).

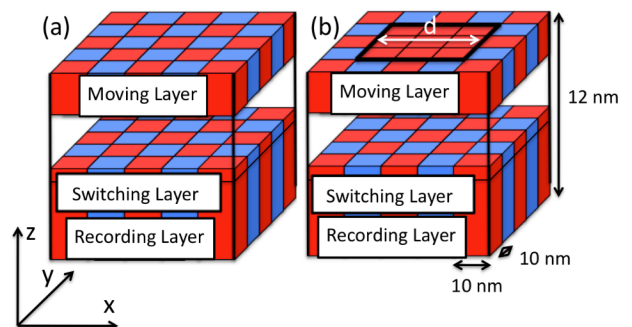


Fig. 1 : Simulation model of (a) without, (b) with domain expansion.

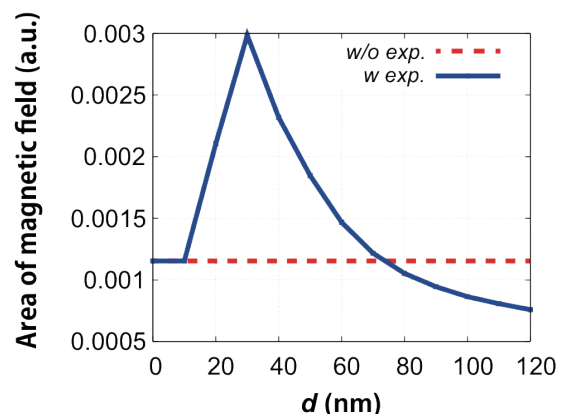


Fig. 2 : Relationships of the domain expansion with diameter and the area of magnetic field.

表面平滑 L₁₀ FeMnPt ドットパターンの磁気特性と磁化過程

長谷川崇, 佐々木香(院生), 小野凌(学生), T. Thomson*, 石尾俊二
(秋田大工資, *University of Manchester)

Magnetization process of L₁₀ FeMnPt dot pattern

Takashi Hasegawa, Kaori Sasaki, Ryo Ono, Thomas Thomson*, Shunji Ishio
(Akita Univ., *Univ. of Manchester)

はじめに

ビットパターンドメディアにおける表面平滑性の保持は重要な課題の一つである。イオン照射は磁性薄膜を削ることなく磁気特性のみを変化させることができる。これまでに我々は L₁₀ FePt の Fe サイトを Mn で置換することで、L₁₀-A1 結晶構造変態に伴う強磁性-常磁性相変化を得て、さらに微細加工マスクを併用したイオン照射によりナノドットパターンの作製を行った¹⁾。本研究では、L₁₀ FeMnPt パターンの磁区観察と磁化反転磁場の角度依存性の評価を行った。

実験方法

マグネトロンスパッタリング法により MgO 基板上に Fe, Mn, Pt を室温で同時成膜し、急速熱処理 (300 K/s, 973 K, 20 min) を行った。次いで微細加工マスクを併用したイオン照射 (Mn⁺, 4 keV, 3.0 × 10¹⁵ ions/cm²) を行った。磁気特性評価では、磁気力顕微鏡 (MFM) による磁区観察と、Pt-L3 吸収端における X 線磁気円二色性 (XMCD) の磁気ヒステリシス測定を室温で行った。

実験結果

Fig.1(a)は、イオン照射直後の L₁₀ FeMnPt パターンの垂直残留磁化状態の MFM 像である。ここには示していないが AFM 像より得られた表面凹凸は最大で約 1.2 nm であった。MFM 像よりドット径は約 100 nm と見積もられ、スペーシング領域は非磁性であることがわかる。Fig.1(b)は、120 μm 角のパターン領域におけるマクロな XMCD 磁気ヒステリシス曲線である。磁化容易軸と困難軸の磁化曲線の高磁場側への外挿から求めた磁気異方性定数 (Ku) は 7.6 × 10⁶ emu/cm³ であり、連続膜の Ku と同程度の値が得られた。Fig.1(c)は、XMCD 磁気ヒステリシス曲線から得られた反転磁場 (H_r) の角度依存性である。連続膜は 1/cosθ に近い関数でフィットされるのに対し、ドットパターンでは Stoner-Wohlfarth (SW) モデルに類似する傾向がある。これより磁化過程は、連続膜では磁壁移動型、ドットパターンでは一斉磁化回転による反転磁区のニュークリエーションが支配的であることが示唆される。(参考文献: ¹⁾T. Hasegawa et al., Abstracts of 58th MMM (2013), p.p.287-288 (CT-06). 謝辞: 本研究は NEDO 若手グラント(11B0700d)の助成を受けて行われた。また本研究の一部は大型放射光施設 SPring-8(BL39XU)(課題番号 2014B1826)で行われた。)

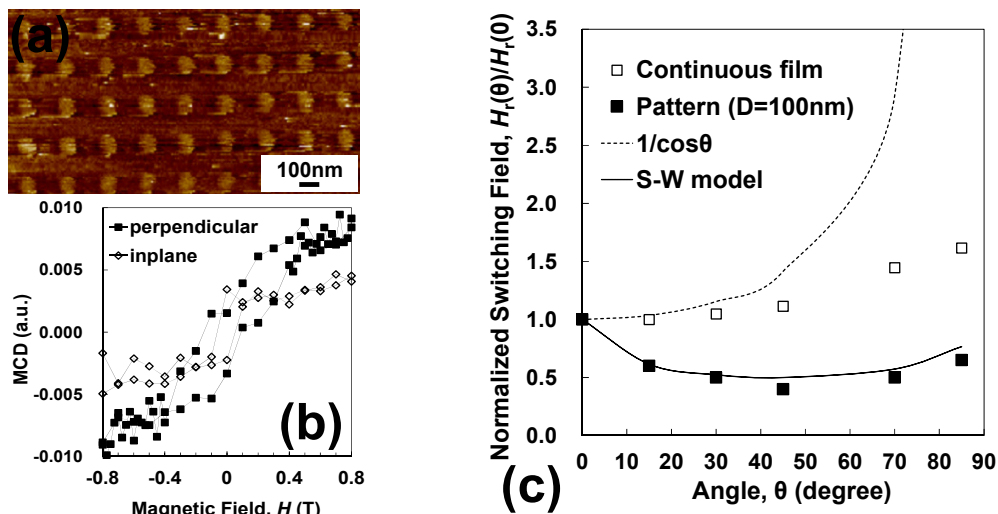


Fig. 1. (a) MFM image and (b) XMCD hysteresis curves of the dot pattern with 100 nm in diameter. (c) Angular dependence of normalized switching fields.

熱処理およびイオン照射による CrPt₃ 膜の構造および磁性制御

福田憲吾, 大島大輝, 加藤剛志, 岩田聡, 綱島滋*
(名古屋大学, *名古屋産業科学研究所)

Control of structure and magnetic properties of CrPt₃ films by heat treatment or ion irradiation

K. Fukuta, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata, S. Tsunashima*
(Nagoya Univ, *NISRI)

はじめに

局部的にイオンを照射することで磁気的なパターン構造を作成する手法は、表面形状にほとんど影響を与えないため、物理エッチングなどのプロセスと比べて低コストでビットパターン媒体(BPM)を作製する技術として期待されている。我々はこれまでこの手法で作成した BPM に関する報告を行ってきたが¹⁾、イオン照射による非磁性化において、どのような構造変化が起きているかについての議論は不十分であった。そこで、熱処理温度を変えて生成した CrPt₃ 膜とイオン照射された CrPt₃ 規則合金膜の磁気特性および結晶構造を比較することで、イオン照射によって生じる構造変化について議論した。

実験方法

超高真空蒸着法を用いて 20nm の CrPt₃ 膜を成膜した。規則度の見積もる場合には、基板として(001)配向させやすい MgO(001)単結晶基板を使用した。一方、垂直磁気異方性を見積もる場合には、垂直磁化膜が得られる石英ガラス基板を用いた。超高真空チャンバー内で基板を 600°C に保ち、CrPt₃ を 20nm 成膜した後、別の真空チャンバーに移し、L1₂ 規則化促進のため 700~850°C で 15 分間熱処理をした。結晶構造は X 線回折法、磁気特性は交番磁界勾配磁力計を用いて評価した。

実験結果

Fig.1 は熱処理温度と 001, 002 ピークの積分強度および飽和磁化の関係を示している。図からわかるように、熱処理温度の上昇に伴い 001 ピーク、002 ピークの積分強度が増加しているが、001 ピークと 002 ピークの積分強度比はほぼ一定となった。これより見積もられる規則度もほぼ一定で、その値は約 0.8 であった。一方、飽和磁化 M_s は熱処理温度の上昇に伴い単調に増加していることがわかる。次に Fig.2 に石英ガラス基板上に成膜した CrPt₃ 膜の飽和磁化とトルク曲線から求めた K_u の関係を示す。一般に強磁性体では $K_u \propto M_s^{2-3}$ の関係があるが²⁾、ここでは $K_u \propto M_s$ に近い傾向が得られている。イオン照射をした場合も同様の関係を示すことが報告されており³⁾、熱処理温度による構造変化とイオン照射による構造変化は似た傾向を示すことが分かった。Fig.1 および Fig.2 から、CrPt₃ 膜は、微視的には強磁性の L1₂ 規則相と非晶質のような非磁性の相に分離した構造となっており、その体積の割合の変化が、 M_s および K_u の変化につながっている可能性がある。

参考文献

- 1) D. Oshima et al., IEEE Trans., Magn., vol. 49, 3608 (2013)
- 2) W. J. Carr, Jr., Phys., Rev., vol. 109, p.1971 (1958)
- 3) T. Kato et al., J. Appl. Phys., **106**, 053908 (2009)

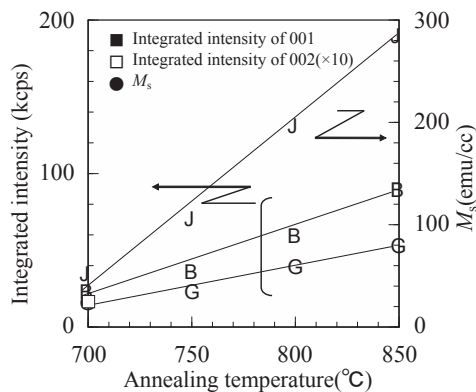


Fig. 1 Annealing temperature dependences of 001 and 002 peak intensities and M_s of CrPt₃ films fabricated on MgO(001) sub.

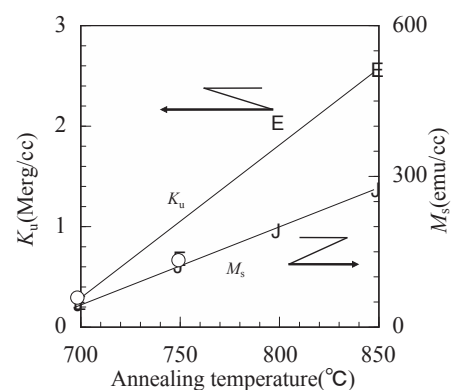


Fig. 2 Annealing temperature dependences of K_u and M_s of CrPt₃ films fabricated on SiO₂ sub.

L1₀-MnGa (001) 配向膜への低エネルギーイオン照射による非磁性化

松永隆雅, 根来翼, 大島大輝, 加藤剛志, 岩田聡, 綱島滋
(名古屋大学, 名古屋産業科学研究所)

Control of magnetism of L1₀-MnGa(001) films by low energy ion irradiation

T. Matsunaga, T. Negoro, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata, S. Tsunashima
(Nagoya Univ., Nagoya Industrial Science Research Institute)

はじめに

イオン照射によって垂直磁化膜を局所的に非磁性化させることでビットパターン媒体を作製する手法により, 表面平坦性が良く, 高い記録面密度の媒体を低コストで作製することができるものと期待される. これまで我々は L1₀ 規則相で大きな垂直磁化を持つ MnGa 膜に 30keV の Kr⁺イオンを照射することで非磁性化できることを示すとともに, これを利用した高密度ビットパターン膜の作製を報告してきた¹⁾. しかし, 更なる高密度化のためには, イオンの低エネルギー化および MnGa 膜の薄膜化が必須である. 本研究では, MnGa 膜厚を 15 nm から 5 nm に薄膜化し, MnGa の飽和磁化, 保磁力, 磁気異方性を検討するとともに, 低エネルギーイオンでの非磁性化を行った.

実験方法

RF マグネトロンスパッタリング装置により Cr(2 nm) / MnGa(5 ~ 15 nm) / Cr(20 nm) / MgO(001) を以下のように成膜した. まず, MgO 基板に Ar イオンエッチングを行い, 600℃で 10 分間, 真空中で熱処理を行った. その後, 400℃まで徐冷して, Cr(20 nm) をスパッタ成膜した. 成膜後 600℃で 60 分加熱処理し, 200℃まで徐冷後, MnGa をスパッタ成膜した. MnGa 層の L1₀ 規則化のため 400℃で 30 分の熱処理を行った. 最後にこれを 100℃以下に徐冷して, Cr 保護膜をスパッタ成膜した.

実験結果

Fig. 1 は, MgO 基板上に作成した MnGa 膜 (5, 10, 15 nm) の膜面垂直方向の磁化曲線である. 全ての膜で角形比 1 の垂直磁化膜となっているが, 飽和磁化は膜厚 10 nm までは 400 emu/cc 程度であるのに対し, 5 nm では 300 emu/cc 程度へ減少している. 膜厚の減少に伴う飽和磁化の減少は, MnGa の初期成長層の磁化がバルク値に比べて小さいためと考えられる.

Fig. 2 は, 膜厚の異なる MnGa 膜に 10 keV の Kr⁺イオンを照射した際の磁化の照射量依存性を示している. なお, 磁化の値は照射前の値を 1 として規格化した. これまで報告してきた 30 keV のイオン照射と異なり, 10 keV の Kr⁺イオンを MnGa(15 nm) に照射した場合, 1×10^{15} ion/cm² でも完全に非磁性化できないことがわかる. 一方, 膜厚を 10 nm, 5 nm とした場合, 両者とも 3×10^{14} ion/cm² で完全に非磁性化できることが分かる. すなわち, MnGa 膜の薄膜化により, 低いイオンエネルギーで非磁性化が可能となることが分かった.

参考文献

- 1) D. Oshima et al., IEEE Trans.Magn., **49**, pp. 3608-3611 (2013)

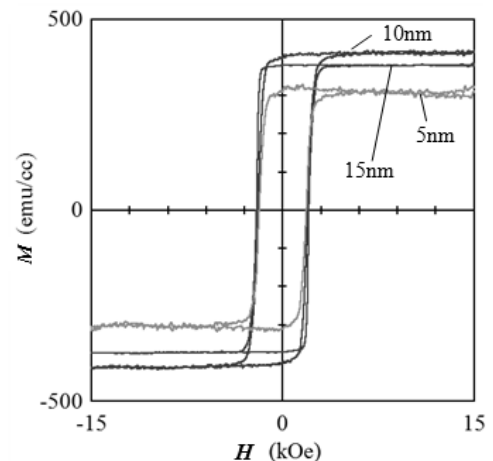


Fig. 1 Hysteresis loops of MnGa films with thicknesses of 5, 10, and 15 nm. The loops were taken applying a field along the film normal direction.

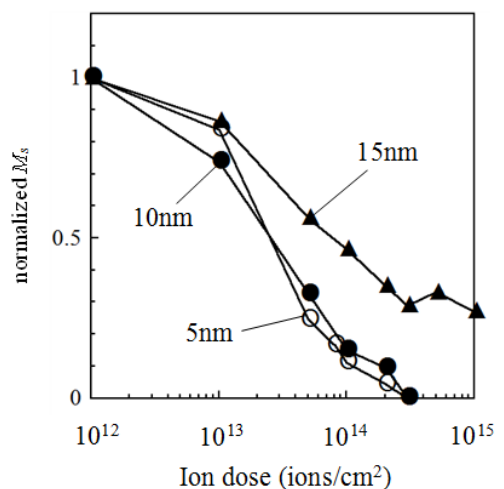


Fig. 2 Ion dose dependence of magnetization of MnGa films with thicknesses of 5, 10, and 15 nm irradiated by 10 keV Kr⁺ ions.

傾斜異方性 2 層交換結合複合(ECC)ドットの磁化反転

本多 直樹, 山川 清志*

(東北工業大学, *秋田県産業技術センター)

Magnetization reversal of 2-layer exchange coupled composite (ECC) dots with inclined anisotropy

Naoki Honda, Kiyoshi Yamakawa*

(Tohoku Institute of Technology, *Akita Industrial Technology Center)

はじめに

交換結合複合ドット(ECC dot)は熱磁気安定性を保ちながら磁化反転磁界を低減できる¹⁾. 我々は単純なスピンモデルを用いて4層構造まで解析し, 3層構造が反転磁界低減効果と反転磁界の印加磁界角度依存性低減効果に有効とし²⁾, 最適化した3層ECCドットのビットパターン媒体では4 Tdot/in²のシングル記録でも十分な記録シフトマージンを示すことをシミュレーションで示した³⁾. ここでは傾斜異方性を導入することで, 2層構造でも3層構造に近い磁化反転特性が得られる可能性を報告する.

解析モデル

ECCドットの反転磁界をFig. 1中に示すようなスピンモデルで解析した²⁾. ハード層(第1層)とソフト層(第2層)の飽和磁化 M_s , 異方性磁界 H_k , 体積 V 及び層間交換結合エネルギー J をハード層のパラメータで規格化して用いた. 反転磁界は平均した異方性エネルギーに対応するSW粒子の反転磁界で規格化した h^* を求めた. 反転磁界は最少エネルギーパスで磁化が反転する磁界として求めた.

規格化反転磁界

Fig. 1にハード層の異方性角度を 0° (垂直)から 20° まで変えた場合の規格化反転磁界 h^* の層間交換結合依存性を示す. M_s と V は両層で同じとした. 異方性の角度が傾くに従いより小さな規格化反転磁界を示すことが分かる. ECCドットの反転磁界低減効果は磁化傾斜によるため, 異方性の傾斜でより大きな効果が得られたと考えられる. 次に, Fig. 2に異方性角度垂直と 10° の場合について規格化反転磁界 h^* のソフト層の規格化異方性磁界依存性を示す. h^* は傾斜異方性の場合に小さいが, ソフト層の異方性磁界を大きくするとより大きく低減できることを示している. ソフト層に異方性がある場合も, 異方性の傾斜により印加磁界による磁化傾斜が効果的に働くためと考えられる. 応用上もソフト層の磁化揺らぎを低減できる効果が期待できる. Fig. 2で矢印で示したドットに対して, Fig. 3に h^* の印加磁界角度依存性を垂直方向での値で規格化して示す. 傾斜異方性を用いることで, 90° 近辺での角度依存性も小さくなり, 最適化した3層ECCに近い特性となった²⁾, 2層膜ECCでも高密度記録の可能性が期待される.

参考文献

- 1) R. H. Victora, X. Shen, IEEE Trans. Magn., vol. 41, pp. 537-542, 2005. 2) N. Honda, J. Magn. Soc. Jpn., vol. 37, pp. 126-131, 2013. 3) N. Honda, K. Yamakawa, IEEE Trans. Magn., vol. 50, p. 3002504, 2014.

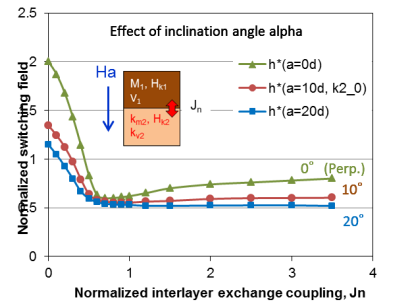


Fig. 1 Interlayer exchange coupling dependence of normalized switching field, h^* , for 2-layer ECC dots with various inclined anisotropy angles.

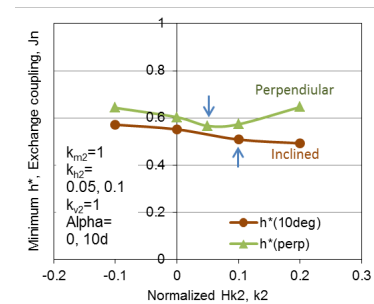


Fig. 2 Normalized soft layer anisotropy field, H_{k2} , dependence of normalized switching field for ECC dots with perpendicular and inclined anisotropy.

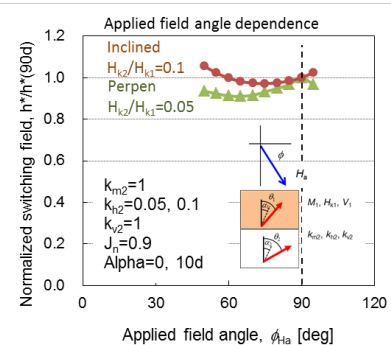


Fig. 3 Applied field angle dependence of normalized switching field for ECC dots with perpendicular and inclined anisotropy.

熱アシスト磁気記録におけるプラズモニック導波路 温度上昇抑制のための構造検討

林慶彦, 田村京介, 芦澤好人, 大貫進一郎, 中川活二
(日本大学)

Study of plasmonic waveguide structure to suppress head temperature rise
for heat assisted magnetic recording

Yoshihiko Hayashi, Kyosuke Tamura, Yoshito Ashizawa, Shinichiro Ohnuki, and Katsuji Nakagawa
(Nihon University)

はじめに

数 Tbit/inch² の高い磁気記録密度を実現する手法として、近接場光を用いた熱アシスト磁気記録が注目されている。我々は、伝搬型表面プラズモンを励起し、先端部へ収束するプラズモニック導波路 (PW: Plasmonic Waveguide) により記録媒体表面 $10 \times 10 \text{ nm}^2$ の領域に集光できることを報告している¹⁾。このとき表面プラズモンが収束する先端部では、エネルギー密度が高いため記録媒体を記録温度に加熱した際にヘッド先端部が高温となることが問題となっている。本報では、ヘッドの温度上昇を抑制する先端構造について検討した。

シミュレーションモデル

電磁界解析には時間領域差分法を、熱伝導解析には有限要素法を用いた。磁極と PW を組み合わせた構造を Fig. 1 に示す。Fig. 1 中の金属薄膜先端部は Fig. 2(a) に示す台形型 (上底 5 nm、下底 20 nm) のプラズモンアンテナとなっており、先端に向かって 5° 傾いている。今回、金属薄膜先端部の温度上昇を抑制するため、Fig. 2(b) に示すように先端部台形アンテナの高さ h を 9 nm (従来は 35 nm) とした。誘電体導波路のクラッド中に、コアからギャップ 190 nm をあけて厚さ 100 nm の金属薄膜を、PW として配置している。真空波長 780 nm、電界の振幅 1 V/m の p 偏光の光をクラッドとコアの境界で入射角 60° で入射した。

PW に照射した光により励起した表面プラズモンが、アンテナ先端部へ収束し、記録媒体を記録温度に加熱する際のヘッドの温度上昇の解析を行った。

金属薄膜先端部温度上昇量の先端構造依存性

金属薄膜先端部のプラズモンアンテナの高さ $h = 35 \text{ nm}$ および 9 nm の場合の先端付近の温度分布図を Figs. 3(a)、(b) にそれぞれ示す。記録媒体を記録温度 (150°C) に加熱した際、 $h = 35 \text{ nm}$ ではアンテナ先端部が 372°C まで温度上昇するのに対し、 $h = 9 \text{ nm}$ ではアンテナ先端部温度上昇が 210°C に抑えている。アンテナの高さ h が低い場合、最も高温になるアンテナ先端部の熱が、隣接するプラズモニック導波路金属部分へ容易に熱伝導できることが、アンテナ先端部の温度上昇抑制の原因だと考えられる。

まとめ

熱アシスト磁気記録にプラズモニック導波路を応用する際、先端部の温度上昇は変形や破損などの問題となる。今回、ヘッド先端部のアンテナ高さ h を低減し、高温部の熱を逃がしやすい構造とすることにより、温度上昇量を 210°C に抑制可能であることを示した。

謝辞 本研究の一部は、科研費基盤研究(C) No. 23560413、平成 25~29 年度文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業 (S1311020)、および情報ストレージ研究推進機構の助成を受けて行われた。

参考文献 1) K. Tamura, Y. Ashizawa, S. Ohnuki, and K. Nakagawa, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **38**, 131-134 (2014).

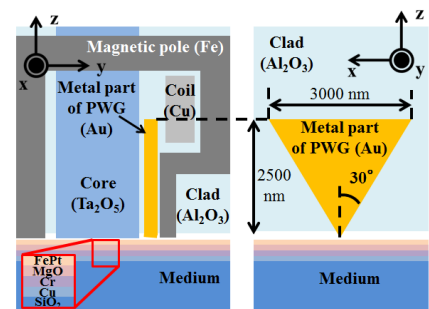


Fig. 1 A model of magnetic head with a plasmonic waveguide.

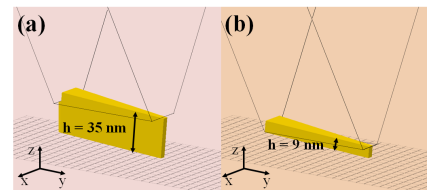


Fig. 2 Antenna structure of the plasmonic waveguide. The antenna heights are 35 nm (a) and 9 nm (b), respectively.

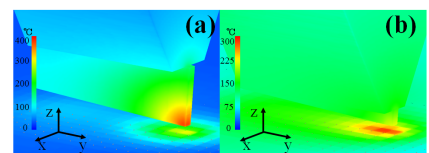


Fig. 3 Temperature distribution around the tip of the plasmonic waveguide. The antenna heights are 35 nm (a) and 9 nm (b), respectively.

熱アシスト磁気記録媒体の異方性定数比の検討

湯浅優, 赤尾達也, 磯脇洋介, 小林正, 藤原裕司
(三重大)

Study on anisotropy constant ratio for Heat Assisted Magnetic Recording media
Y. Yuasa, T. Akao, Y. Isowaki, T. Kobayashi, Y. Fujiwara
(Mie Univ.)

はじめに

熱アシスト磁気記録 (HAMR) 媒体では異方性定数 K_u とともにキュリー温度 T_c を指定する必要があるが、 K_u は T_c の関数である。そこでバルクの Fe-Pt の K_u に対する膜の K_u の本質的な比、異方性定数比 K_u/K_{ubulk} を導入した。^{1,2)} K_u/K_{ubulk} が同じであれば K_u が異なっても媒体の作製難易度は同じであるが、 K_u/K_{ubulk} を大きくすることは難しい。そこで K_u/K_{ubulk} を小さくする HAMR の設計を考える。

研究結果

本研究では情報の安定性を考慮して媒体設計を行った。主な条件として (1) 情報の長期安定性 $K_u(T_a)V_m/(k_B T_a) \geq TSF_{10}$ と、(2) 記録時の情報安定性 $\Delta T/\Delta x(y) \leq \partial T/\partial x(y)$ を考える。 T_a はドライブの最高動作温度であり、 $T_a = 330$ K とした。 TSF_{10} は統計的に算出された熱揺らぎ指標である。 $\Delta T/\Delta x(y)$ は媒体が要求する温度勾配であり、 $\partial T/\partial x(y)$ は熱伝導シミュレーションによって得られた温度勾配である。

HAMR の最大書き換え数を 10^4 回^{1,2)} から 10^7 回に変えた。

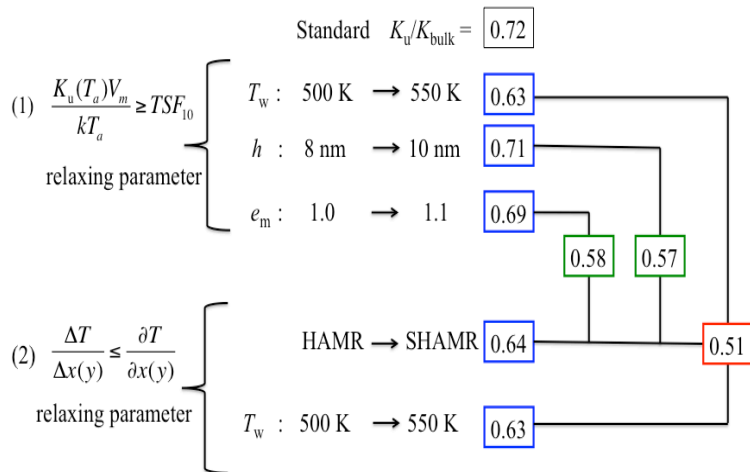
Table 1 に結果を示すが標準パラメータ値^{1,2)} で計算した K_u/K_{ubulk} は 0.72 であった。条件 (1) を緩和できるパラメータは書き込み温度 T_w と記録層膜厚 h 、グレイン間交換結合 e_m の利用³⁾ であり、条件 (2) を緩和できるパラメータはシングル磁気記録 (SMR) と HAMR を組み合わせた SHAMR の利用と T_w である。 T_w を標準パラメータ値の 500 K から 550 K に高くすると K_u/K_{ubulk} は 0.63 に下がった。しかし h を厚くしたり、 e_m を利用しても、律速が条件 (2) のためそれぞれ 0.71 と 0.69 と K_u/K_{ubulk} の低減にあまり効果がなかった。

SHAMR の利用は $\Delta T/\Delta x(y)$ を下げられるので K_u/K_{ubulk} は 0.64 に下がった。 T_w の上昇は $K_u(T_a)$ を大きくできるだけでなく $\partial T/\partial x(y)$ も大きくできる。さらに、 e_m と SHAMR を同時に利用すると、 T_w を上昇させなくても K_u/K_{ubulk} は 0.58 まで下げられ、 h を厚くして同時に SHAMR を利用しても、0.57 まで低減できる。 T_w を高くできる場合には、SHAMR と組み合わせることによって、 K_u/K_{ubulk} をさらに 0.51 まで下げられる。

HAMR の媒体設計では律速条件が (1) か (2) かを区別することが重要である。そして、律速条件を緩和できるパラメータを改善することが必要である。

本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構 (SRC) の助成のもとに行われました。ここに謝意を表します。

Table 1 Media design guidelines



参考文献

- 1) T. Kobayashi et al.: J. Magn. Soc. Jpn., 39, 8 (2015)
- 2) T. Kobayashi et al.: to be published in J. Magn. Soc. Jpn.
- 3) Y. Isowaki et al.: J. Magn. Soc. Jpn., 38, 1 (2014)

赤外光を用いたキュリー温度測定システムの開発

○赤羽 浩一, 佐藤 春彦, 斉藤 伸 (東北大学)

Development of the Curie temperature measurement system using infrared light

K. Akahane, H. Sato, and S. Saito (Tohoku Univ.)

1. はじめに 熱アシスト記録方式は、垂直磁気記録ハードディスクの記録密度増大を実現する次世代記録方式の有望な候補である。熱アシスト記録では磁気モーメントを反転させるために熱が使用されるため、グラニューラ媒体の記録層として用いられる金属強磁性材料の磁気特性の温度依存性を把握することが必須となる。中でもキュリー温度 (T_C) とその分散は書き込み時に反転磁区を形成する上で重要な物性である。我々は、これらの特性の簡単かつ迅速な測定手段として、光学特性に現れる伝導電子のスピン依存散乱現象に注目している。一般に金属強磁性体の抵抗の温度依存性には、格子振動に伴う抵抗の温度依存性に重畳して原子磁気モーメントの配列秩序に依存した抵抗の温度変化が現れることが知られており、磁気相転移点で変化勾配に変化が現れることが知られている。グラニューラ媒体では粒界相として酸化物等の絶縁体が用いられることがあるため、我々は光の周波数帯での伝導電子の散乱現象の計測を試みた。課題は 400°C 以上への昇温下でも信号検出可能な光学系の構築と試料の酸化の抑制である。本講演では、伝導電子の光学応答が可視光よりも顕著に現れる中赤外光を用い、真空槽内に設置した試料からの反射率の温度依存性を測定する装置を開発し、強磁性薄膜ならびに熱アシスト磁気記録用グラニューラ薄膜の T_C の検出を試みた結果を報告する。

2. 実験結果 Fig. 1 に今回開発した装置の光学系及び真空加熱チャンバーを示す。プローブ光にはシリコンチップ上に微細加工された薄膜抵抗体による輻射赤外光源を用い、受光器には液体窒素冷却型 InSb 赤外検出器を用いた。光学系の検出波長域はおおよそ 2-6 μm である。試料室は真空引き可能な構造とし、斜め入射用ポートと 600°C まで昇温可能なセラミックヒーターを設けた。排気装置はドライポンプとターボポンプとを組み合わせ、到達真空度 10^{-4} Pa 台を実現した。プローブ光の波長と高温部からの輻射光を弁別する手段として、赤外光源を 133 Hz の正弦波電流で駆動し光強度変調をかけると共に、検出器の出力をロックインアンプで増幅した。レンズや窓には ZnSe 材及び CaF_2 材を用い、ミラーには金蒸着膜を用いた。

Fig. 2 には一例として、入射角 45 度の場合の MnSb 薄膜の反射率の温度依存性を示した。(a) は構築した光学系で実測した実験結果である。スパッタ薄膜の構造変化による光学特性の変化の影響を排除するため、2 回昇降温を繰り返した後の 3, 4 回目の昇温時のデータを示している。(b) は各温度での可視-近赤外光領域の誘電率スペクトルから振動子モデルによりドルーデ項をフィッティングして波長 5 μm での反射率を計算し、温度に対してプロットし直した計算結果である。(a) によると 320°C 付近で光学特性の温度変化傾向が異なっており、文献によるとこの温度が MnSb 薄膜の T_C と対応することがわかった。この結果は計算結果ともよく一致している。講演では、加熱部からの輻射を抑制するための光学系の工夫、試料酸化防止のための真空加熱チャンバーの構造について説明すると共に、熱アシスト媒体に用いられる FePt-C グラニューラ薄膜を測定した結果についても報告する。

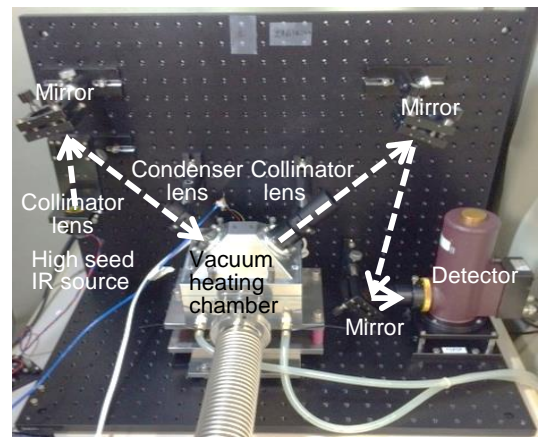


Fig. 1 The setup of IR reflection measurement system with vacuum heating chamber. White broken arrows correspond to an optical path.

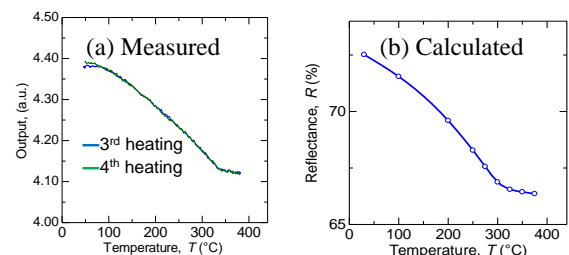


Fig. 2 (a) measured and (b) calculated reflectance as a function of temperature for a MnSb film.

Optically induced demagnetization in $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{77-x}\text{Co}_x$

Souliman El Moussaoui¹, Hiroki Yoshikawa², Tetsuya Sato^{1,3}, Arata Tsukamoto¹

(¹College of Science and Technology, Nihon Univ., ²Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ., ³College of Industrial Technology, Nihon Univ.)

The manipulation of the magnetic order in a ferrimagnet by the use of an ultrafast laser radiation has seen growing interest since the work published by Beaurepaire et al.¹⁾ In GdFeCo rare earth (RE)-transition metal (TM) amorphous alloys, it has been demonstrated that all optical switching (AOS) can occur in these materials and the magnetization reversal can be triggered in a sub-picosecond timescale²⁾. The magnetization reversal within this material is found to be achieved via a transient FM-like state where the RE and TM moments are parallelly aligned³⁾. Such reversal can be triggered every time when the two sub-lattices are brought out of their equilibrium state by a heat pulse alone⁴⁾. In terms of applications, this mechanism could revolutionize the industry of magnetic recording and information technologies. Therefore, in sight of the large interest that has been paid to the study of this reversal mechanism, an important aspect is to determine the parameters that could boost this reversal process.

In order to achieve such a goal, we have investigated the optically induced demagnetization dynamics in GdFeCo RE-TM amorphous alloy when changing the Fe/Co constituent ratio. For that purpose, $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{77-x}\text{Co}_x$ thin films were fabricated with magnetron sputtering technique, where the Co composition x was varied from 0 to 15 atomic percent while keeping the Gd composition fixed. The obtained samples exhibit strong out-of-plane anisotropy and equivalent coercive fields.

The ultrafast demagnetization dynamics of the thin films is measured with the Faraday effect in a stroboscopic pump-probe experiment. Fig.1 displays the normalized Faraday signal obtained in $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{77}$ and $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{67}\text{Co}_{10}$ as a function of the elapsed time after exposing the sample to an ultrashort laser radiation. As it can be deduced from the graph, the difference in demagnetization dynamics for $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{77}$ and $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{67}\text{Co}_{10}$ is of significant importance when considering the AOS phenomena. Our primary findings, which will be presented during this talk, could lead to important indications for the engineering of new magnetic media.

Reference

- 1) E. Beaurepaire et al., Phys. Rev. Lett.76, 4250 (1996)
- 2) C. D. Stanciu et al., Phys. Rev. Lett. 99, 047601 (2007)
- 3) I. Radu et al., Nature 472, 205 (2011)
- 4) T.A. Ostler et al., Nature comm. 3, 666 (2012)

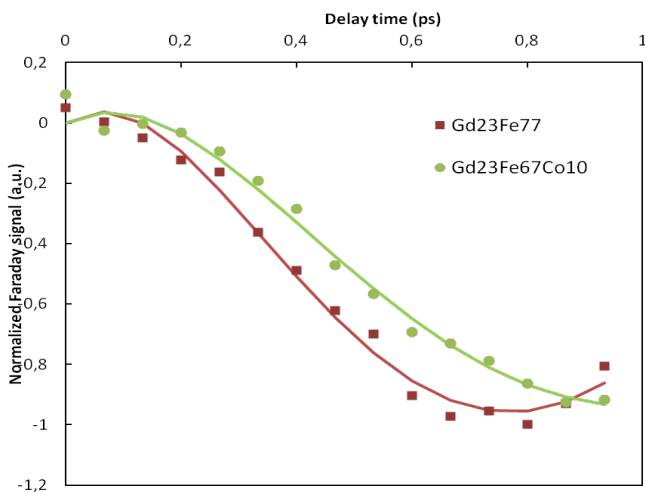


Fig.1 Demagnetization dynamics of $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{77}$ and $\text{Gd}_{23}\text{Fe}_{67}\text{Co}_{10}$ amorphous alloys measured with Faraday pump-probe set-up in the time range [0, 1ps]. The solid lines are fits obtained from double exponential function.

誘電体中間層を有するGdFeCo二層膜における全光型磁化反転現象

寺下進之佑, 吉川大貴, 佐藤哲也^{***}, 塚本新^{**}

(日本大学大学院理工学研究科, *日本大学生産工学部, **日本大学理工学部)

All-optical magnetization switching in the GdFeCo double layer films with dielectric intermediate layers
Shinnosuke Terashita, Hiroki Yoshikawa, Tetsuya Sato^{***} Arata Tsukamoto^{*}

(Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ., ^{*}College of Industrial Technology, Nihon Univ.,
^{**}College of Science and Technology, Nihon Univ.)

はじめに 近年, 希土類(RE)-遷移金属(TM)フェリ磁性合金薄膜に数十フェムト秒オーダーの極短時間パルスレーザー光を照射することのみで, 全光型磁化反転現象 (All-Optical Magnetization Switching: AOS) を誘起することができる^[1]. また, この AOS は円偏光照射することで, 外部磁場を印加せずに偏光面の回転方向に一意に対応した磁区の形成も可能である^[2]. この AOS は従来の磁気記録原理とは異なり非常に短い作用時間で磁化反転が可能であることから, 磁気記録の飛躍的高速化への応用が期待されている. 本稿では, 偏光に依存せず常に磁化反転を生じるタイプの AOS^[3]による多値磁気記録手法への応用を目的とし, 誘電体中間層を有する GdFeCo 二層膜試料に着目した. 二つの磁性層 (Layer I 及び Layer II) の間には, 磁気交換結合の分断を目的として SiN 誘電体を挿入している. これにより各層の磁気応答を独立させ, 磁化の向きに選択性を持たせ, 磁場を用いない全光型多値磁化状態形成を検討した.

実験方法 試料には Magnetron Sputtering 方式により作製した SiN(60nm)/[Gd₂₇Fe_{63.9}Co_{9.1} (10 nm) : Layer I]/SiN(5 nm)/[Gd₂₂Fe_{68.3}Co_{9.7} (10 nm) : Layer II]/SiN(5 nm)/glass sub. を使用する. 試料に中心波長 800 nm パルス幅 90 fs (半値全幅) のレーザー光 (直線偏光) を照射し, 室温にて磁化反転を誘起し, 偏光顕微鏡を用いて, 形成磁区を磁気光学像にて観察する. 試料を透過した光の偏光面が磁気光学ファラデー効果により回転する. この透過光が検光子を通過することで光強度変化に変換される. これにより, 磁気光学像の黒白の濃淡で磁化の向きを判断できる.

結果と考察 本試料は異なる組成比の磁性層を二種類有し, 各層の磁化の向きにより層全体でのファラデー回転角 θ_F が決まる. 各種外部磁場における θ_F の推移を Fig.1(a) に示す. 単一パルス光照射実験で得られた磁気光学像を Fig.1(b) に示し, A~D の領域内の輝度値のラインプロファイルを Fig.2 に示す. 磁気光学像の各輝度値は磁化曲線の θ_F に対応しており, Fig.1 (b) は A~D の四種の磁化状態が形成していることがわかる. これらは, 二層膜構造に AOS を用いて極短作用時間で磁化状態を任意に変えられることを示している. また, 本実験では, 単一パルス照射のみで C→B, A→D に磁化状態が遷移する. これは磁気履歴を伴う外部磁場制御においては実現しえない遷移過程である. さらに AOS は保磁力が極大となる磁化補償現象近傍領域においても誘起されることが確認出来ており^[4], 本報告は, 大きな外部磁場を要する磁性層を持つ薄膜においても, レーザー光を照射することで, 各層の磁化の向きを任意に変化させることが可能であることを示す. これは各種磁性薄膜材料における磁化動特性計測・評価及び制御方法の確立に要求が高まっている中で, 多層膜において任意に各層の磁化の向きを変えることは磁化動特性制御にも有用な手段となる可能性を示している.

謝辞

本研究の一部は文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業 (S1311020) の助成を受けて行ったものである.

参考文献

- [1] C.D. Stanciu, F. Hansteen, A. V. Kimel, A. Kirilyuk, A. Tsukamoto, A. Itoh, and Th. Rasing: Phys. Rev. Lett. 99, 047601 (2007).
- [2] S. Kogure, A. Tsukamoto, A. Itoh: MAG-13-67 (2013).
- [3] T.A. Ostler, et al: Nature Comm 1666, 3:666 (2012)
- [4] H. Yoshikawa, S. Kogure, A. Tsukamoto, A. Itoh: J. Magn. Soc. Jpn. 5pA-1 (2013).

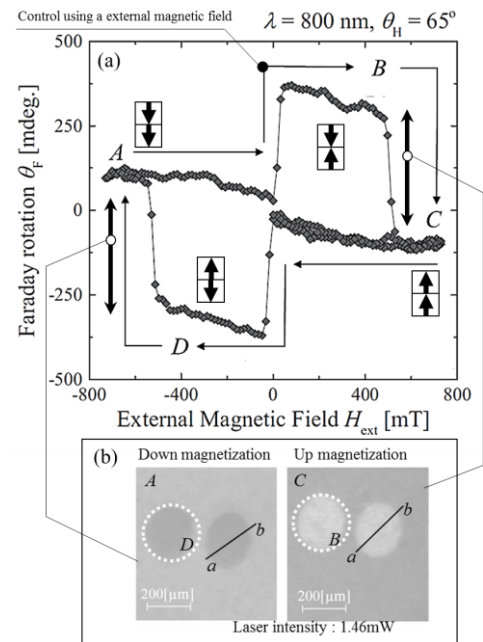


Figure.1 (a) Faraday hysteresis loop of GdFeCo double layer films. (b) Magnetic contrast of GdFeCo after laser irradiation with single linear polarized laser pulses

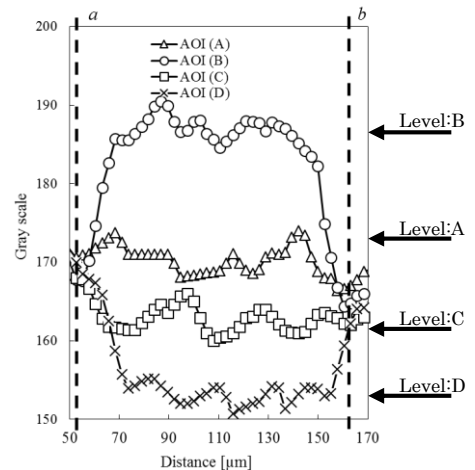


Figure.2 The line profile of magneto-optical images in Fig.1 (b)

全光型磁化反転の磁性層膜厚依存性

吉川大貴¹, 寺下進之佑¹, 植田涼平¹, Souliman EL Moussaoui², 佐藤哲也^{2,3}, 塚本新²
 (¹ 日本大学大学院理工学研究科, ² 日本大学理工学部, ³ 日本大学生産工学部)

The magnetic layer thickness dependency of all-optical magnetization switching
 Hiroki Yoshikawa¹, Shinnosuke Terashita¹, Ryohei Ueda¹, Souliman El Moussaoui², Tetsuya Sato^{2,3}, Arata Tsukamoto²
 (¹ Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ., ² College of Science and Technology, Nihon Univ.,
³ College of Industrial Technology, Nihon Univ.)

序論

数十フェムト秒程度の超短パルス光をフェリ磁性薄膜に照射することで全光型磁化反転現象(all-optical magnetization switching: AOS)及び熱磁気的多磁区形成現象(thermo-magnetic nucleation: TMN)を誘起することができる。AOSは磁場駆動型のTMNと誘起原理が異なり、各副格子のスピンダイナミクスの差異に起源を有し、外部磁場を要せずいずれの初期磁区構造に対しても反転できることを特徴としている¹⁾。また、同磁性層を有しながら、電子・スピン・格子の各系・系間の非断熱的エネルギー散逸過程が顕在化するフェムト〜数十ピコ秒の時間領域での磁気光学応答が異なる層構成試料群において、超短パルス光照射により形成された磁区の検討から、AOSとTMNはそれぞれ異なる層構成依存性を有していることが明らかとなった²⁾。本稿では更に空間的なエネルギー散逸の検討を行うために、膜厚のみ異なる一様なアモルファス金属磁性薄膜の試料群に対し、同様に超短パルス光照射により形成された磁区のサイズの照射光強度依存性を評価した。

実験方法

Magnetron Sputtering方式により作製したSiN(60 nm)/Gd₂₅Fe_{65.6}Co_{9.4}(*t* nm)/SiN(5 nm)/glass sub. (*t* = 10 ~ 30 [5 nm 毎])薄膜に中心波長800 nmパルス幅90 fs(半値全幅)のガウシアンレーザー光照射により室温にて磁化反転を誘起し、形成磁区を偏光顕微鏡の磁気光学像にて観察する。本試料群では、膜厚ごとに正味の磁気特性が異なる。*t* = 15 (0.5 emu/cc)近傍に磁化補償点を有し、 $|t - 15|$ にほぼ比例して正味の磁化は最大50 emu/cc程度まで増大する。

実験結果

Fig.1に上記超短単一パルス光を各試料(横軸)に照射し形成される磁区サイズ(円面積)を各照射光強度毎(縦軸)に示す。いずれの膜厚でもAOS形成磁区サイズは照射光強度に一意に対応し、高強度側(白円)ではそれぞれある照射エネルギー密度閾値 W_{th} 以上の領域で反転磁区が形成され、正味の磁化にはほぼ依存しない³⁾。そして、 W_{th} を膜厚*t*で規格化した単位体積当たりの平均照射エネルギー密度閾値はいずれの膜厚においても、ほぼ一定の値を示す。これは形成磁区サイズが W_{th} により決定され、かつその後の磁壁移動等を生じないことを示す。

しかし、低強度(灰円)では単位体積当たりの平均照射エネルギー密度閾値は最大約10倍程の大きな値を示す。また、磁区形成が始まる照射光強度は膜厚*t*に正比例する。これらの結果は、AOSによる磁区形成には膜厚方向に平均的に十分なエネルギーを与える必要がある事を示している。

謝辞

本研究は平成25~29年度文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業(S1311020)の助成を受けて行った。

参考文献

- 1) T. A. Ostler, J. Barker, R. F. L. Evans, R. W. Chantrell, U. Atxitia, O. Chubykalo-Feseko, S. El. Moussaoui, L. Le Guyader, E. Mengotti, L. J. Heyderman, F. Nolting, A. Tsukamoto, A. Itoh, D. Afanasiev, B.A. Ivanov, A.M.Kalashnikova, K. Vahaplar, A. Kirilyuk, Th. Rasing and A. V. Kimel: *Nature Comm* **1666**, 3:666 (2012).
- 2) 吉川大貴, 佐藤哲也, 塚本新, 伊藤彰義: 第38回日本磁気学会学術講演会予稿集, 3aA-8 (2014).
- 3) H. Yoshikawa, S. Kogure, T. Toriumi, T. Sato, A. Tsukamoto, and A. Itoh: *J. Magn. Soc. Jpn.* **38**, 139 (2014).

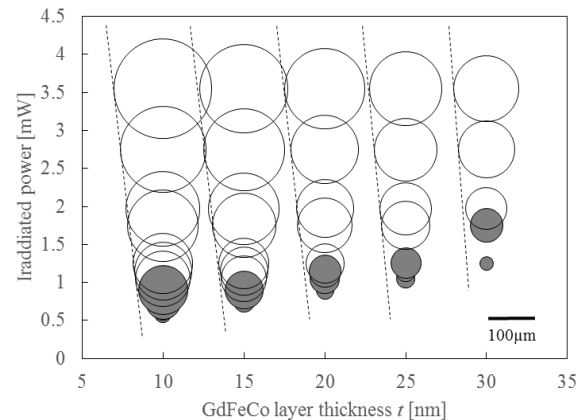


Fig. 1 The layer dependence of created domain sizes by AOS in the films SiN(60 nm)/Gd₂₅Fe_{65.6}Co_{9.4}(*t* nm)/SiN(5 nm)/glass sub. (*t* = 10 ~ 30 [by 5nm]).

希土類遷移金属 GdFeCo フェリ磁性薄膜における 磁気静特性及び磁化動特性の膜厚依存性

植田涼平¹, 吉川大貴¹, 塚本新²

(¹ 日本大学大学院理工学研究科, ² 日本大学理工学部)

Thickness Dependence of Static and Dynamic Magnetic Properties in Rare-earth Transition Metal Ferrimagnetic GdFeCo Thin Films

R. Ueda¹, H. Yoshikawa¹, A. Tsukamoto²

(¹ Graduate School of Science and Technology, Nihon Univ., ² College of Science and Technology, Nihon Univ.)

はじめに 磁性薄膜では、磁性層の膜厚ごとに膜の全体積に占める界面近傍領域の体積の割合が大きく変化するため、磁気的特性も変化すると考えられる。そして磁気的特性には、磁気異方性エネルギー K_u や飽和磁化 M_s 、保磁力 H_c に代表されるような磁気静特性と、Gilbertダンピング定数 α や歳差運動周波数 f に代表される磁化動特性がある。これらの特性は磁気記録において重要な指標となるが、磁化動特性のパラメータはサブピコ秒のスケールで歳差運動をする磁化の動きを計測する必要があるため、評価が難しい。そこで、磁気静特性のパラメータから磁化動特性のパラメータを見積もることが求められるが、両特性の相関の有無が問題となる。本報告では磁気静特性のみならず、動特性にも大きな組成、温度依存性が報告されている¹⁾フェリ磁性GdFeCo薄膜に着目し、10 nm~25 nmの膜厚範囲において、磁気静特性である正味の飽和磁化 M_s と磁気異方性エネルギー K_u 、磁化動特性である歳差運動周波数 f 、ダンピング定数 α の膜厚依存性を検討する。

磁気静特性の評価 測定試料は、DCマグネトロンスパッタ法により作製したSiN (60 nm) / Gd₂₂Fe_{68.2}Co_{9.8} (t nm) / SiN (5 nm) / glass sub. (t = 10, 15, 20, 25) を用いる。まず、超伝導量子干渉素子型磁束計を用い、膜面垂直方向と膜面内方向に磁場を印加した際の磁化曲線を計測した。飽和磁化 M_s と磁気異方性エネルギー K_u の膜厚依存性をFig. 1に示す。 M_s は膜厚が厚くなるとともに減少する。また、膜厚に依存しない界面の磁化を M_{sf} emu/cm²と、膜厚に依存する内部の磁化を M_v emu/ccと仮定し、 $M_s \cdot t$ emu/cm²を次のように示す。

$$M_s t = M_v t + M_{sf}$$

$M_s \cdot t$ の膜厚依存性を評価した結果、 $M_v = 54.85$ emu/cc, $M_{sf} = 1.0 \times 10^4$ emu/cm²を得た。これは、今回の膜厚範囲においては、 M_{sf} が大きいため、特に膜厚が薄いほどその寄与が大きくなることを意味している。一方、磁気異方性エネルギー K_u に関しては、本測定範囲においてほぼ一定の値であり、 2.7×10^5 erg/ccであった。本膜厚範囲においては、主に正味の磁化 M_s に膜厚依存性を生じることが明らかとなった。

磁化動特性の評価 中心波長800 nm, パルス幅90 fs (半値全幅) のレーザーを光源としたポンプ・プローブ法により、膜面法線から72°傾けた外部磁界 $H_{ext} = 178$ mTを印加し、磁化応答を室温にて測定した。測定結果をFig. 2に示す。歳差運動周波数 f 、Gilbertダンピング定数 α 共に膜厚が薄くなるとともに減少している。 f の膜厚に対する変化は、 f は実行磁界 H_{eff} (異方性磁界, 自己減磁界, 印加磁界のベクトルの和) に比例する¹⁾が、磁気静特性の K_u が一定かつ M_s が減少することにより相対的に垂直磁気異方性磁界が増加し、結果として H_{eff} が増加する傾向と対応している。一方、 α については前述の通り磁気静特性との相関が依然明らかではないが、膜厚の減少とともに α 値も減少する傾向が見られ、 M_s の膜厚依存性ととも、界面近傍での実効的な希土類金属の組成比が低い領域の存在を示唆している。

謝辞 本研究の一部は、文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業(S1311020)の助成により行った。

参考文献

- 1) A. Tsukamoto, T. Sato, S. Toriumi, and A. Itoh "Precessional switching by ultrashort pulse laser : Beyond room temperature ferromagnetic resonance limit", *Journal of Applied Physics*, vol. 109, 07D302 (2011).

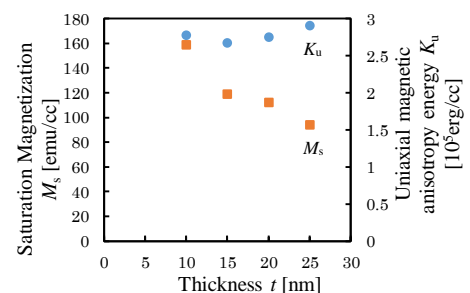


Fig. 1 Thickness dependence of saturation magnetization M_s and uniaxial magnetic anisotropy energy K_u in GdFeCo thin films.

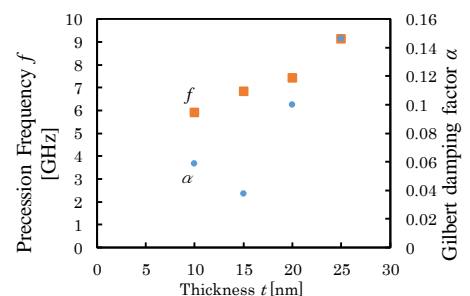


Fig. 2 Thickness dependence of precession frequency f and Gilbert damping factor α in GdFeCo thin films.

多結晶 Bi 薄膜におけるスピン変換

江本裕行¹、安藤裕一郎^{1,2}、江口学²、新庄輝也²、仕幸英治³、伏屋雄紀⁴、○白石誠司^{1,2}

1. 阪大院基礎工、2. 京大院工、3. 大阪市大院工、4. 電通大先進理工

Spin Conversion in polycrystalline Bi thin Films

H. Emoto¹, Y. Ando^{1,2}, G. Eguchi², T. Shinjo², E. Shikoh³, Y. Fuseya⁴, M. Shiraishi^{1,2}

1. Osaka Univ., 2. Kyoto Univ., 3. Osaka City Univ., 4. Univ. Electro-communication

1. はじめに

ビスマス(Bi)は Nernst-Ettingshausen 効果[1]、Shubnikov-de Haas 振動[2]、Seebeck 効果[3]など様々な効果が最初に発見された物質として知られ、その豊かな物性は広く研究者の興味を喚起している。スピントロニクス観点から見ると、Bi は非放射性元素の中で最大のスピン軌道相互作用(SOI, 1.8 eV[4])を有し、またそのバンド構造が L 点における狭バンドギャップ(10 meV)の Dirac 的線型バンド構造[5]であることから、電荷(スピン)の高速移動や SOI によるスピン制御・スピン変換など、こちらも様々な物性が発現することが期待され、近年大きな関心を集めている。2013 年の Rojas-Sanchez らによる Bi/Ag 系における逆 Rashba-Edelstein 効果(IREE)の発見[6]は逆スピンホール効果(ISHE)[7,8]に次ぐ Bi 系での新たなスピン変換効果としてこの分野に更なる注目を集めるきっかけとなったが、Bi/Ag 界面に注入されたスピン流は NiFe の強磁性共鳴下でのスピンポンピングによるものであったため、NiFe の自発的 ISHE[9]などの spurious な効果との切り分けが十分でない、という問題が残っている。本研究ではスピン源に磁性絶縁体であるイットリウム=鉄=ガーネット(YIG)を用いることでこの問題を回避しながら Bi におけるスピン変換物性を精査した[10]。

2. 実験結果

Bi は抵抗加熱法を用いて YIG 上に成長させた。Bi 膜厚は 10-60 nm と変化させた。X 線回折実験からこの Bi は多結晶構造を有していることがわかった。YIG からの純スピン流注入のために試料を ESR 装置 (JEOL, FA-200、TE₀₁₁ キャビティ) 中にセットし 9.12 GHz の高周波磁場を印加した。スピンポンピング実験は室温で行った。

IREE は Bi と接合物質との界面における Rashba 効果とその界面で形成される 2 次元電子系が起源であるため、スピン変換によって生成された電流は Bi の膜厚に依存しないが、ISHE はスピン緩和長の距離スケールにおけるスピン散乱が起源のため、Bi 膜厚依存性を持つという本質的違いがある。Bi は半金属、YIG は絶縁体であるため両者の界面には一定の無視できない界面電場が存在すると期待されるが、実験結果は生成電流量が Bi 膜厚に対して明瞭な依存性を有しておりスピン変換機構が IREE でなく ISHE であることを強く示唆する。また ISHE を記述する理論式からスピン緩和長は約 20 nm と見積もられた。

講演では実験結果の詳細を紹介しながら Bi のスピン緩和機構も議論する。

参考文献

1. A. V. Ettingshausen and W. Nernst, *Annalen der Physik und Chemie* **265**, 343 (1886).
2. L. Shubnikov and W. J. de Haas, *Comm. Phys. Lab. Leiden*, **207d**, 35 (1930).
3. T.J. Seebeck, *Abh. Alad. Wiss. Berlin* **289**, 1820 (1822).
4. D. Shoenberg and M.Z. Uddin, *Proc. R. Soc. London, Ser. A* **156**, 687 (1936).
5. M. H. Cohen and E. I. Blount, *Phil. Mag.* **5**, 115 (1960).
6. J.-C. Rojas-Sanchez et al., *Nature Comm.* **4**, 3944 (2013).
7. D. Hou et al., *Appl. Phys. Lett.* **101**, 042403 (2012).
8. H. Emoto, Y. Ando, E. Shikoh, Y. Fuseya, T. Shinjo and M. Shiraishi, *J. Appl. Phys.* **115**, 17C507 (2014).
9. A. Tsukahara, Y. Ando, Y. Kitamura, H. Emoto, E. Shikoh, M.P. Delmo, T. Shinjo and M. Shiraishi, *Phys. Rev. B* **89**, 235317 (2014).
10. H. Emoto, Y. Ando, G. Eguchi, E. Shikoh, Y. Fuseya, T. Shinjo and M. Shiraishi, submitted.

伝導性 d 軌道電子を用いたスピン輸送の実現

大島諒¹、安藤裕一郎²、新庄輝也²、松崎功佑³、須崎友文³、白石誠司²
 (¹阪大院基礎工、²京大院工、³東工大応セラ研)

Detection of the Spin Transport with Itinerant d-orbital Electrons

R. Ohshima¹, Y. Ando², T. Shinjo², K. Matsuzaki³, T. Susaki³, and M. Shiraiishi²
 (¹Osaka Univ., ²Kyoto Univ., ³MSL, Tokyo Tech.)

はじめに

電子スピンの伝達は主に伝導電子を介して達成されてきたが、通常局在して磁性を担う d 軌道電子はこのスピン輸送へのキャリアとしての寄与は小さく、その特性は不明瞭である。近年注目を集めている酸化物絶縁体界面に形成される 2 次元電子系は d 軌道電子がキャリアを担うことが知られており[1]、それを用いたスピン輸送特性は従来の s 軌道電子を用いた結果と起源の異なる結果が得られることが期待できる。本研究では共に酸化物絶縁体である LaAlO₃ (LAO) と SrTiO₃ (STO) の界面に形成される 2 次元系におけるスピン輸送の観測に成功したので報告する。

実験方法

Fig. 1 に示すように、LAO/STO 基板にスピン注入源として Ni₈₀Fe₂₀ (Py)、検出電極として白金 (Pt) を成膜した。Py から注入されたスピンが LAO/STO 界面を伝搬し、Pt においてスピン流から電流へと変換することでスピン輸送を観測した。スピンの注入方法にはスピンポンピング法[2, 3]、電流への変換には逆スピンホール効果[4]をそれぞれ用いた。

実験結果

Fig. 2 に実験結果を示すが、Py の強磁性共鳴下における、Pt からの明瞭な起電力が観測できた。これはスピン源から注入されたスピンの検出電極における観測、つまりスピン輸送の達成を示唆する結果と言える。逆スピンホール効果による起電力は通常共鳴点に対称なローレンツ型を示すため、解析を用いて対称成分と非対称成分の分離を行いその電圧の大きさを評価したところ、逆スピンホール効果による起電力の大きさを 0.47 μV と見積もった。また、その極性は逆スピンホール効果の理論式通りの振る舞いを示した。一方、非対称成分も同様に見積もったところ 1.62 μV と対称成分に比べて大きく、スピン輸送における常とは異なる振る舞いが見られた。講演では LAO/STO 界面でのスピン輸送を裏付けるさらなる実験結果と、その信号についての詳細を議論する。

参考文献

- 1) M. Salluzzo *et al.*, Phys. Rev. Lett. **102**, 166804 (2009).
- 2) Y. Tserkovnyak *et al.*, Phys. Rev. Lett. **88**, 117601 (2002).
- 3) S. Mizukami *et al.*, Phys. Rev. B **66**, 104413 (2002).
- 4) E. Saitoh *et al.*, Appl. Phys. Lett. **88**, 182509 (2006).

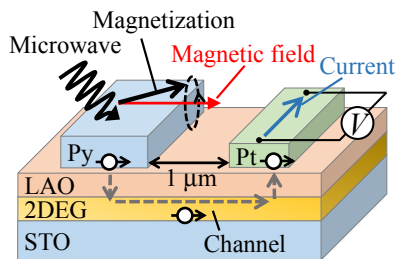


Fig. 1 Measurement concept

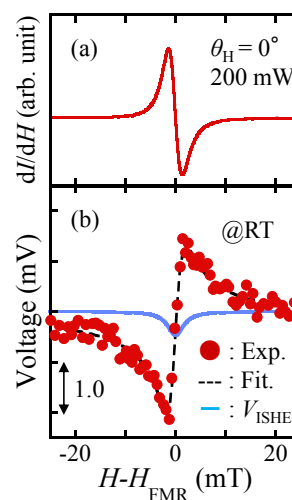


Fig. 2 (a) Ferromagnetic resonance signal and (b) voltage at this point (red circles are experimental data, black break line is fitting curve and blue solid line is electromotive force of inverse spin Hall effect)

第一原理計算を用いた FePt, FePd 合金の異常ホール伝導度の規則度依存性

兵頭一茂, 小田洋平*, 佐久間昭正

(東北大, *福島高専)

First-principles study on the dependence of anomalous Hall conductivity on degree of order in FePt and FePd alloys

K. Hyodo, Y. Kota*, and A. Sakuma

(Tohoku Univ., *Fukushima National College of Technology)

はじめに

$L1_0$ -FePd, FePt 合金は価電子数・結晶構造の観点で類似の材料であるが, その異常ホール伝導度 (σ_{xy}) の起源は大きく異なるとされている. 実際に先行研究^{1),2)}において, FePt の σ_{xy} は電子の散乱を必要としない内因性機構が主要な起源であるのに対し, FePd の σ_{xy} は電子散乱から生じるサイドジャンプ機構が支配的であるという結果が得られている. これらの先行研究では, 内因性機構の σ_{xy} を理想的な結晶における第一原理計算の値とし, 電子散乱が起源の σ_{xy} をこの計算値と実験で得られた値との差として求めている. このような結果に対して, 計算からも電子散乱を考慮した電子状態から σ_{xy} を計算し, 散乱の効果を議論することが, σ_{xy} の理解を深めるために重要である.

以上の背景から本研究では, 電子散乱の強さを結晶の規則度で表現し, 不規則 2 元合金 FePt, FePd における σ_{xy} の規則度に関する依存性を調べた. また比較のため, σ_{xy} と併せて σ_{xx} についても計算を行った.

計算手法として局所スピ密度近似に基づいた強結合線形マフィンティン軌道法を用い, Fe サイトと Pd(Pt) サイトを不規則配列させた合金について異なる規則度での σ_{xy} を計算した. 不規則合金の電子状態は coherent-potential 近似から計算した. σ_{xx} 及び σ_{xy} の計算には Kubo-Streda 公式³⁾ の Fermi-surface 項を用いた.

結果および考察

Fig. 1(a) は FePt, FePd 合金における σ_{xx} の, 規則度 (S) 依存性の結果である. 両者の σ_{xx} は S の低下と共に共通して単調に低下し, 規則度の低下が散乱の増加として振る舞うことを確かめた. また, σ_{xx} の値については, 全ての S で FePd の方が FePt より 5 倍程度大きな値となっている.

Fig. 1(b) は二つの合金の σ_{xy} の S 依存性である. FePt の σ_{xy} は S の減少に伴う電子散乱の増加に対し, σ_{xx} とは逆に単調に増加する結果となった. また, FePd については $S = 1$ から 0.9 に規則度が低下した際, σ_{xy} は 4 倍程度に上昇し, 散乱により σ_{xy} が大きく増加した. 加えて, $S = 0.9$ の σ_{xy} は実験値¹⁾ $\sigma_{xy} = 806(\Omega^{-1}\text{cm}^{-1})$ にほぼ一致し, 有限の電子散乱を考慮することで実験値をよく再現できることが分かった. $S = 0.9$ から S がさらに低下すると, σ_{xy} は単調に減少していき, 最終的に $S = 0$ での σ_{xy} は $S = 1$ と比較して 2 倍程度大きな値となった.

結果として FePt, FePd について σ_{xy} の S 依存性を比較すると, FePd のみが $S = 0.9$ 近傍でピークを持つが, 両者とも $S = 1$ からの低下に対し σ_{xy} が増加することが明らかとなった. 講演ではさらに, それぞれの合金における σ_{xy} の規則度依存性の起源に関し, σ_{xx} の値や電子状態の観点から議論する.

References

- 1) K. M. Seeman *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **104**, 076402 (2010)
- 2) P. He *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **109**, 066402 (2012)
- 3) P. Streda *et al.*, *J. Phys. C: Solid State Phys.*, **15**, L717 (1982)

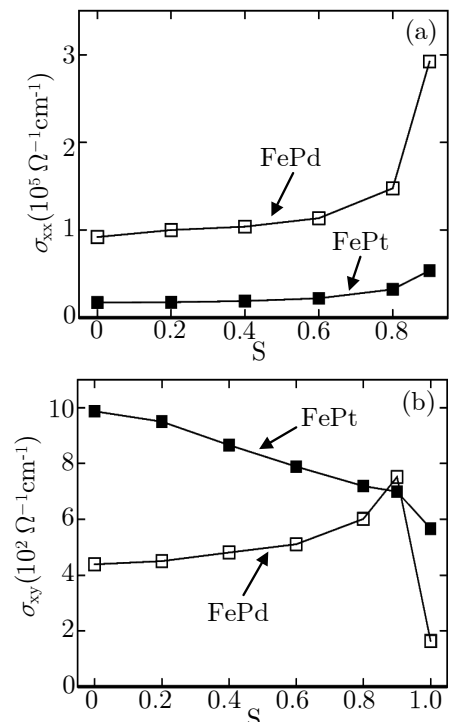


Fig. 1 calculated (a) σ_{xx} and (b) σ_{xy} values in FePd, FePt alloys as a function of long-range order parameter S

異常ネルンスト効果の規則合金薄膜材料依存性

水口将輝^{1,2}、長谷川浩太¹、桜庭裕弥¹、窪田崇秀³、水上成美³、高梨弘毅¹
 (¹東北大金研、²JST-さきがけ、³東北大 WPI)

Material dependence of anomalous Nernst effect in ordered-alloy thin films
 M. Mizuguchi¹, K. Hasegawa¹, Y. Sakuraba¹, T. Kubota², S. Mizukami², K. Takanashi¹
 (¹IMR-Tohoku Univ., ²JST-PRESTO, ³WPI-Tohoku Univ.)

はじめに

強磁性規則合金は、その多様な機能性から、スピントロニクス材料として注目を集めている。しかしながら、熱とスピントロニクスの相関を取り扱う「スピントロニクス」の分野^[1]では、規則合金の特性に関しては未解明な部分が多い。我々は、これまでに $L1_0$ 型規則合金 FePt 薄膜について、熱磁気効果の一つである異常ネルンスト効果の系統的な測定を行ってきた。その結果、 $L1_0$ 型 FePt が比較的大きな異常ネルンスト効果を示すことを見出し^[2]、異常ネルンスト効果を用いた熱電素子の開発の可能性について、報告した^[3]。本研究では、熱スピン流から電圧への変換過程についてさらに考察を深めるため、様々な規則合金系薄膜における異常ネルンスト効果の測定を行った。特に、規則合金の磁気異方性と異常ネルンスト効果の関係について、詳細な検討を行った^[4]。

実験方法

超高真空マグネトロンスパッタリングにより試料を作製した。作製した規則合金材料は、 $L1_0$ 型 FePt、 $L1_0$ 型 FePd、 $L1_0$ 型 MnGa、 $D0_{22}$ 型 MnGa である。試料の膜厚は 30 nm とした。参照試料として、[Co (0.2 nm) / Ni (0.4 nm)]₂₀ の多層膜試料も分子線エピタキシー法により作製した。作製した薄膜の磁気特性の評価を超伝導量子干渉計 (SQUID) を用いて行った。異常ネルンスト効果の測定は、薄膜面内方向に温度勾配を付与した状態で、物理特性測定装置 (PPMS) により試料面直方向の磁場を掃引し、薄膜面内で温度勾配と垂直方向に発生する異常ネルンスト電圧を 4~300 K の温度範囲で測定した。

実験結果

図 1 に、様々な規則合金薄膜について測定した 300 K での異常横ゼーバック係数の絶対値と磁気異方性の関係を示す。磁気異方性の増加に従い、異常ネルンスト効果が概ね単調に増加することが分かった。これは、熱スピン流からネルンスト電圧への変換の機構において、スピン軌道相互作用が強く関与していることを示す結果である。また、それぞれの材料について、異常ネルンスト効果の温度依存性の測定を行った。温度の増加にともない、規則合金ではネルンスト角が増加する一方、Co/Ni 多層膜では逆にネルンスト角が減少することが明らかになり、材料系に依存して散乱機構が異なることが示唆された。

本研究の一部は、科学研究費補助金・基盤(S) (25220910)および JST さきがけ研究の支援を受けた。

参考文献

- [1] G. E. W. Bauer *et al.*, Phys. Rev. B, **81**, 024427 (2010).
- [2] M. Mizuguchi *et al.*, Appl. Phys. Express, **5**, 093002 (2012).
- [3] Y. Sakuraba, M. Mizuguchi *et al.*, Appl. Phys. Express, **6**, 033003 (2013).
- [4] K. Hasegawa, M. Mizuguchi *et al.*, Appl. Phys. Lett., *in press*.

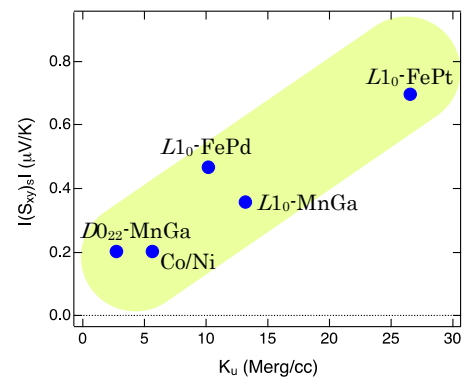


Fig. 1 Material dependence of absolute value of anomalous term of transverse Seebeck coefficient ($|(S_{xy})_s|$) at 300 K as a function of K_u .

スピンゼーベック効果を用いた Ni-Zn フェライト熱電変換素子の研究

佐知嵩之, 竹本洋祐, 若松孝志, 栗巢普揮, 赤井光治, 山本節夫
(山口大)

Spin Seebeck effect in Ni-Zn ferrite thermoelectric conversion elements

T. Sachi, Y. Takemoto, T. Wakamatsu, H. Kurisu, K. Akai and S. Yamamoto

(Yamaguchi Univ.)

はじめに

エネルギーハーベスティング技術としてスピンゼーベック効果を利用した熱電変換技術が注目されている。¹⁾ スピンゼーベック効果を利用すれば磁性絶縁体を用いて熱電発電が可能である。本研究では、フェライト薄膜を Si 基板上とポリイミド(PI)フィルム基板上に成膜してスピンゼーベック素子を作成し、比較検討した。

実験方法

RF マグネトロンスパッタ装置を用いて、Si 基板及び PI フィルム(Upilex-50S、宇部興産株、耐熱温度 290 °C)上に、YIG フェライト薄膜と Ni-Zn フェライト薄膜をとともに膜厚 100 nm で堆積し、その上に電極として Pt 薄膜を膜厚 6.7 nm ほど成膜して、熱電変換素子を作成した。

Si 基板上への Ni-Zn フェライト薄膜のスパッタ堆積は、室温と 200°C の基板温度で行った後に、結晶化を行うために大気中で 1000°C でのポストアニール処理を行った。PI フィルム基板の場合には、フェライト薄膜を室温でスパッタ堆積したのみで、ポストアニールは行わなかった。

実験結果と考察

Fig.1 に、Si 基板上に室温でスパッタ成膜した Ni-Zn 薄膜のポストアニール前後での M-H ループを示す。ポストアニールを行うと飽和磁化が大幅に増加し、角形比が大きくなった。Fig.2 に、Si 基板上に室温でスパッタ成膜した YIG フェライト薄膜と Ni-Zn フェライト薄膜の熱電変換起電力 E_{ISHE} の磁場依存性を示す。YIG フェライト薄膜では起電力は全く出なかった。YIG フェライト薄膜を結晶化させるためには 1000°C 程度でのポストアニール処理が不可欠である。²⁾ Ni-Zn フェライト薄膜ではポストアニール前の試料では 0.4[$\mu\text{V}/\text{K}$]であった起電力が、ポストアニール後の試料では 0.5[$\mu\text{V}/\text{K}$]に増加した。これはポストアニールによって結晶性が向上し、飽和磁化も増加したことによる。起電力はヒステリシスを描き、スピンゼーベック効果による起電力であると確認した。

基板に PI フィルムを用いた場合には、Ni-Zn フェライト薄膜を室温でスパッタ成膜すると、薄膜が基板から剥離する問題が生じた。そこで、下地層として ZnO 薄膜を導入することで解決した。Fig.3 に、PI フィルム上に成膜した Ni-Zn フェライト薄膜の起電力 E_{ISHE} の磁場依存性を示す。0.2[$\mu\text{V}/\text{K}$]の起電力を観測した。

まとめ

Pt 電極/Ni-Zn フェライト薄膜/ZnO 下地膜構造をスパッタ法で PI フィルム基板上に作成し、スピンゼーベック効果による起電力 0.2[$\mu\text{V}/\text{K}$]を得た。

参考文献

- 1) 内田健一, 齊藤英治, “熱・音波を用いたスピン流生成技術,” *Magnetics Society of Japan*, Vol.8, No.1, pp.18-20 (2013).
- 2) S. Yamamoto, et al., “Post-annealing effect of YIG ferrite thin-films epitaxially grown by reactive sputtering,” *Physica Status Solidi*, (a) 201, No.8, pp.1810-1814 (2004).

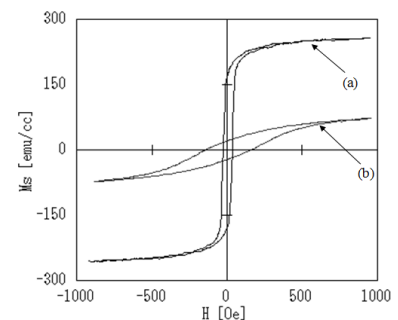


Fig.1 M-H loops for Ni-Zn ferrite/Si-sub. (sputtered at room temperature), (a) Post-annealed at 1000 °C, (b) As-deposited.

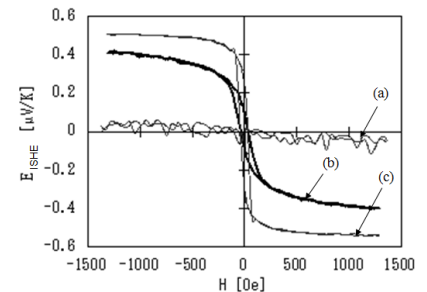


Fig.2 Magnetic field H dependence of the electromotive force E_{ISHE} in YIG/Si-sub. and Ni-Zn ferrite/Si-sub. sputtered at room temperature. (a) YIG ferrite: as-sputtered, (b) Ni-Zn ferrite: as-deposited, and (c) Ni-Zn ferrite: post-annealed at 1000°C.

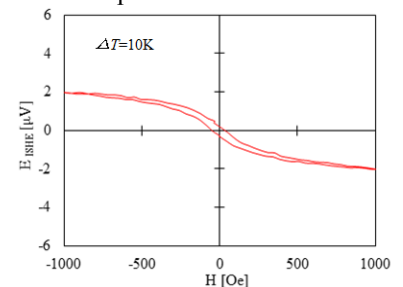


Fig.3 Magnetic field H dependence of the electromotive force E_{ISHE} in Ni-Zn ferrite thin films on the polyimide film substrate.

強磁性共鳴による磁性体加熱効果と熱スピン注入

山野井一人^A, 横谷有紀^A, 植松銀河^A, 家形諭^B, 木村崇^{A,C}
(九大物理^A, 福工大^B, スピン物性セ^C)

Heating effect and thermal spin injection by the ferromagnetic resonance

K. Yamanoi^A, Y. Yokotani^A, G. Uematsu^A, S. Yakata^B, T. Kimura^{A,C}

(^ADept. of Physics, Kyushu Univ., ^BFIT, ^CResearch Center for Quantum Nano-spin Sciences.)

はじめに

強磁性体/非磁性体界面に熱勾配が存在すると、熱スピン注入を介して、スピン流が生成できる⁽¹⁾。上記の現象は、電気の代わりに熱を利用したスピン流生成手法であり、新たなスピンドバイスの創生が期待される。一方で、強磁性薄膜においては、磁化のダイナミクス時のダンピングにより発熱が生じることが知られている⁽²⁾。特に、強磁性共鳴(FMR)時の同現象は、FMRヒーティング効果と呼ばれている。この手法を用いるとFMRを励起することで、強磁性体のみを局所的に加熱可能なため、強磁性体/非磁性体構造において高い熱勾配が生成され、高効率な熱スピン注入が期待される。FMRは、マイクロ波などを用いてワイヤレスで励起可能であり、更に、FMR周波数は、物質や形状などで制御できるため、マイクロ波・熱・スピンの融合による新奇デバイスの創出が期待できる。今回我々は、FMR時の強磁性体の温度上昇を簡便、且つ定量的に評価する手法を開発したので報告する。

実験方法

試料は、導波路的な役割を持つCu細線とその直下に埋め込まれた強磁性細線からなる。この試料に、高周波を重畳した電流を流し、直流抵抗の磁場依存性を測定し、更に、直流抵抗の温度依存性と比較することで、共鳴時の温度上昇を定量的に評価した。

実験結果

Fig. 1に、強磁性細線としてCoFeAlを採用した際のCu細線抵抗の磁場依存性を示す。ここで、重畳された高周波電流の周波数は16 GHzである。FMR時にCu細線の直流抵抗が上昇しているのが確認され、更に、この抵抗変化 ΔR_{Cu} は、照射するマイクロ波強度の増大と共に大きくなることを確認した。この抵抗変化と直流抵抗の温度依存性を比較することで、マイクロ波印加時の温度変化 ΔT を定量的に算出した。Fig. 2に示すように、高強度なマイクロ波照射時においては、系の温度が10度近く上昇することが確認できる。他の強磁性体に関しても同様の加熱効果が観測されたが、物質間では顕著な違いは観測されなかった。

更に、上記実験に加えて、本技術を熱スピン注入技術へと高度化し、逆スピンホール効果を用いて熱スピン注入効率を評価したところ、室温にて約0.1 (V/m)程度の電界を生成できることが分かった。

参考文献

- 1) S. Hu, H. Itoh and T. Kimura. NPG Asia Mater. **6**, e 127 (2014)
- 2) F. L. Bakker, J. Flipse, A. Siachter, D. Wagenaar, and b. J. van Wees. Phys. Rev. Lett. **108**, 167602 (2012)

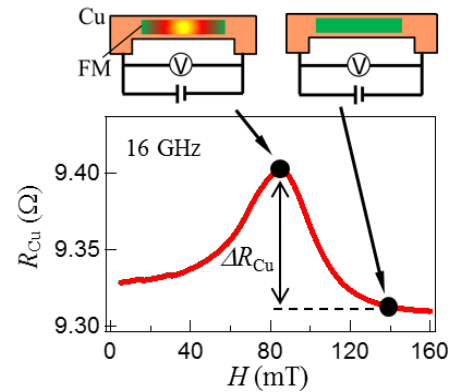


Fig.1 高周波磁界印加時のCu細線抵抗の磁場依存性。

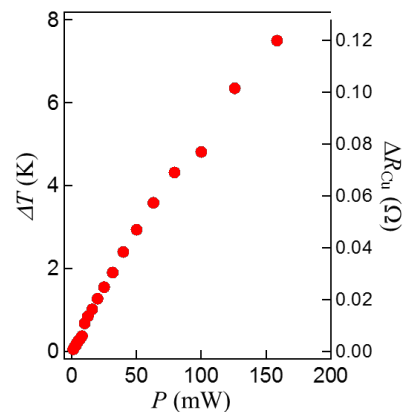


Fig.2 FMRによる温度変化の入力マイクロ波強度依存性。

Current induced domain wall motion in TbFeCo alloys with various magnetizations

M. Quinsat, S. Nakamura, T. Shimada, Y. Ootera, H. Morise and T. Kondo
Corporate R&D Center, Toshiba Corporation, Kawasaki 212-8582, Japan.

Reducing the threshold current J_{th} of domain wall (DW) motion induced by spin transfer torque in perpendicularly magnetized nanowires is of technological importance, especially when only small current sources are available to drive the DW devices. In Co/Ni multilayers in which $J_{th} \sim 40 \text{ MA/cm}^2$, it has been shown that J_{th} is determined solely by the intrinsic energy difference between Neel and Bloch DW configurations [1]. By using materials having lower magnetization (M_s) than Co/Ni multilayers, e.g. amorphous TbFeCo ferrimagnetic alloy, smaller energy difference is expected [2]. In Tb alloys, J_{th} of 5 MA/cm^2 has been reported [3], while the influence of extrinsic DW pinning [4] has been shown [5].

In this report, we discuss the role of M_s on J_{th} in wires made of amorphous Tb alloys of various compositions, in which M_s range between 35 and 150 emu/cm^3 . To avoid etching damages to the magnetic materials, we directly deposited 9 nm thick Tb alloys wires on $2 \mu\text{m}$ wide Alumina bridges; we expect the properties of wire's films unaltered from the ones of plain films. We then measured DW velocities v - J (Fig.1), from which we extracted the current corresponding to the onset of DW motion by current J (Fig.2).

With the same fabrication method for the Co/Ni and Tb alloys wires, we obtained current values similar to literature (Fig.1). In Tb alloy wires, we obtained decrease of J_{th} when decreasing the M_s (Fig.2). Independent measurements of the DW pinning-strength a_H from v - H dependence, suggest that decrease of a_H may also contribute the observed reduction of J_{th} .

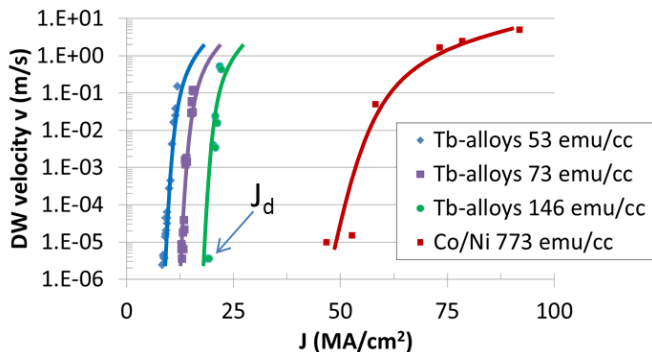


Fig.1: DW velocity vs. applied current J for Tb-alloys and Co/Ni multilayers wires (trend lines to guide the eye only).

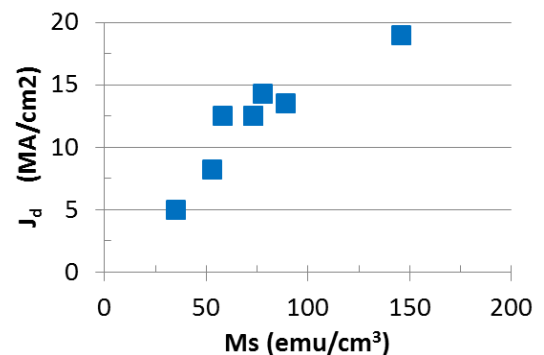


Fig.2: Onset current J_d obtained from v - J characteristics vs. M_s in Tb alloys.

Reference

- 1) T. Koyama, D. Chiba, K. Ueda, K. Kondou, H. Tanigawa, S. Fukami, T. Suzuki, N. Ohshima, N. Ishiwata, Y. Nakatani, K. Kobayashi, and T. Ono, Nature Materials 10, 194 (2011).
- 2) G. Tatara and H. Kohno, PRL 92, 086601 (2004).
- 3) D.-T. Ngo, K. Ikeda, and H. Awano. Appl. Phys. Express, 4, 093002 (2011).
- 4) S.-W. Jung, W. Kim, T.-D. Lee, K.-J. Lee, and H.-W. Lee., APL 92, 202508 (2008).
- 5) S. Li, H. Nakamura, T. Kanazawa, X. Liu, and A. Morisako. IEEE Trans. on Mag. 46, 6 (2010)

Co/Ni 細線における電流誘起磁壁移動実験

田浦皓士, 田中輝光, 松山公秀
(九州大学)

Measurement of current-induced domain wall shift in Co/Ni wire

K. Taura, T. Tanaka and K. Matsuyama
(Kyushu Univ.)

はじめに

垂直磁気異方性を有する Co/Ni 細線における電流誘起磁壁移動はレーストラックメモリ¹⁾などへの応用が期待され、近年、盛んに研究されている。本研究では、細線の一部に軟磁性薄膜と Co/Ni 人工格子膜とを交換結合させた ECC 構造部を設けて、これを簡易的な磁壁導入方法として利用し、Co/Ni 細線の電流誘起磁壁移動実験を行った。

実験方法

ガラス基板上に Ti/Au を下地層として Co/Ni 人工格子膜(Glass sub./Ti(5 Å)/Au(750 Å)/[Co(2 Å)/Ni(8 Å)]₈)を形成した。Co/Ni 上部に Co(20 Å)を成膜することで交換結合(ECC)部を作製した。電極および導体線部には Ti(5 Å)/Au(1000 Å)を蒸着法により形成し、リフトオフ法によりパターンを形成した (Fig. 1)。細線部の線幅は 20 μm である。膜厚方向外部磁界により ECC 部の磁化を局所的に反転させることで、細線部と ECC 部との境界近傍に磁壁を設定した。細線部にレーザーを照射し、極 Kerr 効果を利用して磁壁の移動を確認した。測定に用いたレーザーの有効半径は 5 μm である。

実験結果

Kerr 出力の変化は磁化の方向の変化によって生じるが、本研究のように磁場を印加し、さらに電流を流すような場合には磁気余効による磁化反転を考慮する必要がある。そこで磁壁移動による Kerr 出力の変化を検出するために、電流の向きを変えて Kerr 出力を測定し、その差分をとることで、スピン移行トルクによる磁壁移動を評価した。Fig. 2 に Kerr 出力の差分と印加電流との関係を示す。印加磁界 -795 Oe の場合、電流値が 21 mA 以下の場合には Kerr 出力に差が生じていないことから磁壁の移動は生じていないと考えられる。一方、電流値 21 mA で大きな差分出力が得られていることから、電流方向に依存した電流閾値で磁壁の移動が生じたと推測される。本研究では Co/Ni 細線の下部に下地層として Au を用いているため、電流の大部分は下地の Au 層を流れていると考えられるが、電気抵抗率と膜厚から単純計算すると電流密度 $5.5 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ の電流が Co/Ni 部分に流れていると推測される。これは報告例のあるディピニング電流値よりもかなり小さな値であり、印加磁界によりディピニングがアシストされた結果であると推測される。また、さらに大きな電流の場合には、電流印加によるジュール熱に起因する磁気余効の影響が大きくなるため、磁壁移動による差分出力が小さくなったと考えられる。印加磁界が -740 Oe の場合には磁界によるディピニングのアシスト効果が小さくなるため磁壁が移動する電流閾値が 30 mA に増加している。逆に印加磁界が 690 Oe の場合には差分出力が観測されていないことから、逆磁区が形成できていない又は電流閾値が測定範囲外の大きな値になっていると推測される。

参考文献

1) S. S. P. Parkin, M. Hayashi, and L. Thomas, Science 320,190 (2008).

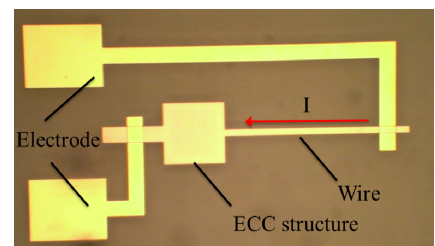


Fig.1 Experimental setup of current-induced domain wall shift in Co/Ni wire.

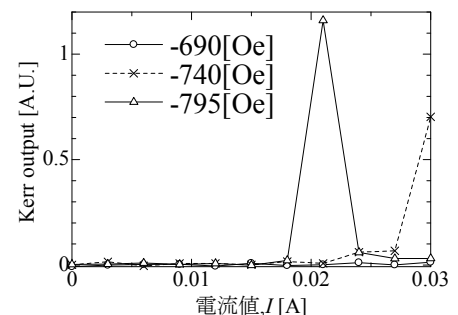


Fig.2 Differential voltage for Kerr output measured at -690, -740 and -795 Oe of reverse field.

垂直磁気異方性を持つ磁性細線に生成した

バブル磁区の電流下での挙動

田中雅章, 住友翔, 足立紀子, 金沢大樹, 本多周太*, 壬生攻, 栗野博之**
(名古屋工業大学, *関西大学, **豊田工業大学)

Current-induced dynamics for magnetic bubble domains in perpendicularly magnetized wires

M. A. Tanaka, S. Sumitomo, N. Adachi, H. Kanazawa, S. Honda*, K. Mibu, H. Awano**
(Nagoya Institute of Technology, *Kansai University, **Toyota Technological Institute)

はじめに

垂直磁気異方性を有する強磁性細線中の磁区や磁壁は、伝導電子によるスピントランスファートルクによりその位置を移動させることができ、スピントロニクスデバイスへの応用が試みられている[1]。我々はフェリ磁性体の希土類(RE)–遷移金属(TM)合金 TbFeCo 細線上に生成したバブル磁区の電流印加による形状の変化が、TbFeCo 細線の飽和磁化の大きさに強く依存することを見出した[2]。強磁性細線に非磁性金属が隣接する場合、電流印加時の磁壁の振る舞いは伝導電子によるスピントルクだけでなく、様々な方向のトルクを受ける。この原因は非磁性金属側からのスピホール効果の影響やラッシュバ効果などが関係していると考えられている。本研究では TbFeCo の組成を調整して、飽和磁化及び磁化を支配する元素を変えた場合のバブル磁区の挙動を調べた。

実験方法

酸化膜付き Si 基板上に電子線描画装置を用いたリフトオフ法とスパッタリング法を用いて、線幅数十 μm の TbFeCo/Pt 構造または TbFeCo/Ta 構造の細線を作製した。TbFeCo は、その組成を変えることで、飽和磁化を変えた。また Tb の磁化が dominant な RE dominant 試料と Fe, Co の磁化が dominant な TM dominant 試料を用意した。細線全体の磁化を上向きに飽和させた後、下向き磁場中で細線の中心をレーザーで加熱して細線上にバブル磁区を生成した。細線に直流電流を流し、バブル磁区の様子をカー光学顕微鏡で観察した。

実験結果

図 1(a)に Pt/TbFeCo/Pt 構造の TM dominant 試料に磁化方向下向きのバブル磁区を生成し、面直方向に 100 Oe の磁場を印加しながら $5.7 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ のパルス電流を 10 回印加した結果を示す。初期位置からバブル磁区が中心軸に対して左に傾きながら変形していることがわかる。また、バブル磁区の磁化方向を上向きにすると右に傾きながら変形することが確認できた。一方、図 1(b)に RE dominant 試料を用いると TM dominant 試料と変形方向が左右反対になることもわかった。これらの結果は、スピントルクのスピントランスファートルクだけでは説明できず、スピホール効果などが影響していると考えられる。

参考文献

- 1) D. Chiba *et al.*, Appl. Phys. Express, **3**, 073004 (2010).
- 2) M. A. Tanaka *et al.*, Appl. Phys. Express, **8**, 073002 (2015).

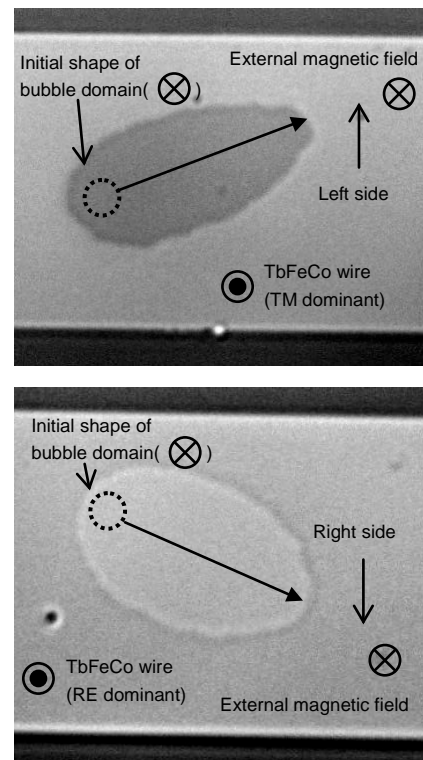


Fig. 1 Kerr images of current-induced dynamics of bubble domains in TbFeCo wires; (a) TM dominant. (b) RE dominant.

電流誘起有効磁場測定における熱の影響

河口真志、森山貴広、水野隼翔、山田貴大、柿塚悠、小山知弘*、千葉大地*、小野輝男
(京都大、*東京大)

Thermal artifacts in the current induced effective fields measurement.

M. Kawaguchi, T. Moriyama, H. Mizuno, K. Yamada, H. Kakizakai, T. Koyama*, D. Chiba*, T. Ono
(Kyoto Univ., *Univ. of Tokyo)

はじめに

近年、強磁性金属多層膜を舞台として電流に誘起される有効な磁場が精力的に研究されている。この有効磁場は、磁化の動力学の観点からはスピンオービットトルクとも呼ばれ、スピン軌道相互作用を起源としていると考えられている。その大きさはアンペールの法則に従って電流によって誘起される古典的なエルステッド磁場に比べて一桁以上の値が報告されている¹⁾。これらを利用して省電力な磁化操作が期待できるため基礎・応用両面で注目を集めている。

この有効磁場を研究するにあたって、様々な測定方法が開発されてきた。その中で最も簡潔で広く行われているものが、電圧を検出する方法である。これらの方法では、磁化の変化が引き起こす抵抗変化を通して間接的に有効磁場の大きさを決定する。しかしながら、直接測定しているものは電圧であるため、有効磁場によるものではない電圧の寄与を捨ってしまう可能性がある。その中で最も注意すべきものは熱起電力による寄与である。有効磁場は電流によって誘起されるため、その測定を行う際に電流を流す必要があり、発熱によって温度勾配が生じる。強磁性体中において温度勾配が存在することで、異常ネルンスト効果による起電力が生じる。この異常ネルンスト効果による起電力は磁化と温度勾配に依存するため、有効磁場による電圧変化と同じような外部磁場・電流依存性を持つ可能性があり、注意深く分離する必要がある。今回、我々は異常ネルンスト効果による起電力の寄与を分離する方法を考案し、測定を行った。本講演ではその結果を報告する。

実験方法

スパッタで製膜されたFeを強磁性層とする金属多層膜を30 μm幅の細線に加工し、電流を流しながら細線幅方向の電圧を測定した。このとき、外部磁場を面内に印加して磁化を面内に飽和させ、外部磁場の方向を回転させて角度依存性を調査した。この測定を異なる電流方向についてそれぞれ行った。得られた電圧から横抵抗を算出し、電流方向の異なる二つのデータの差分をとった。その結果について考察を行い、データをフィッティングすることによって有効磁場の大きさを決定するとともに、フィッティングパラメータの外部磁場強度に対する依存性から有効磁場によるものではない電圧の寄与を決定した。

実験結果

MgO(2.2 nm)/Fe(*X* nm)/Pt(1.7 nm)/Ta(2.2 nm)/GaAs sub.における、異常ネルンスト効果によるものと考えられる起電力と、有効磁場による起電力の比を図1に示す。ここで、符号が負であることは、異常ネルンスト効果を考慮しない場合には有効磁場の大きさが過小評価されることを示している。実験の結果、異常ネルンスト効果による寄与は場合によっては有効磁場の大きさの数十%程度に達することがわかった(図1)。この結果は、電流誘起有効磁場の測定において熱による影響を注意深く取り除く必要があることを示している。

参考文献

- 1) M. Kawaguchi *et al.*, *Appl. Phys. Express*, **6**, 113002 (2013).

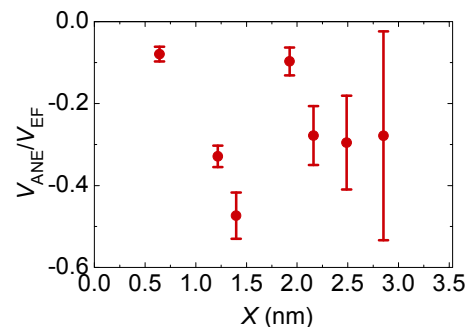


図 1. 様々な試料における異常ネルンスト効果による電圧。外部磁場強度が100 mTの場合における V_{ANE} と有効磁場による電圧 V_{EF} の比。

Pt/Fe 超薄膜における g 因子のスピントルク依存性

水野隼翔、森山貴広、河口真志、永田真己、田中健勝、小山知弘*、千葉大地*、小野輝男
(京大化研、*東大工)

Spin torque dependence of the g -factor in Pt/Fe ultrathin films

H. Mizuno, T. Moriyama, M. Kawaguchi, M. Nagata,
K. Tanaka, T. Koyama*, D. Chiba*, and T. Ono
(ICR, Kyoto Univ., *The Univ. of Tokyo)

はじめに

近年、磁気多層膜の界面における垂直磁気異方性は強い関心もたれ、垂直磁気異方性のメカニズムの解明を目指した研究がなされている。その起源として、界面における局在電子スピンの軌道磁気モーメントの異方性が提案されている[1]。そこで、我々はスピン偏極電流や電界が界面における軌道磁気モーメントの異方性に与える影響に注目し、研究を行っている。 g 因子は、磁化の歳差運動軸方向の軌道磁気モーメントを反映するため、軌道磁気モーメントの異方性の見積りに有用であるという報告[2]を踏まえ、今回、垂直磁気異方性を有する Pt/Fe 超薄膜の g 因子がスピン偏極電流によって受ける影響に関して、強磁性共鳴測定を用いて調査を行った。

実験方法

スピン軌道相互作用の強い系である Pt(3 nm)/Fe(x nm) ($x=0.56-0.86$ nm) 傾斜膜を GaAs sub./Ta(5 nm) 上にスパッタ成膜後、図 1 のように素子加工した。高周波電流 I_{rf} を注入し、外部磁場 H_{ex} を図の方向に印加することで、Fe 層には磁気共鳴由来の直流電圧が発生する。周波数を固定した状態で外部磁場を掃引しながらこの直流電圧を検出することで、Fe 膜における強磁性共鳴を観測した。さらに、直流電流 I_{dc} を加えることで、スピンホール効果により Pt 層から Fe 層へスピン偏極電流が注入される。今回、スピン偏極電流を注入した状態で、共鳴周波数の外部磁場依存性を測定した。

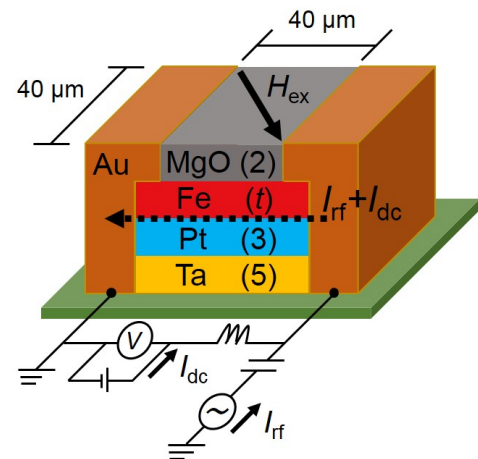


図 1. 測定の概略図

実験結果

直流電流と高周波電流を同時に印加した場合と、高周波電流のみの場合における、共鳴周波数 f の外部磁場依存性をそれぞれ図 2 に示す。両者には共鳴磁場の違いが見られた。キツテル方程式によると、このシフトは g 因子または有効磁場 $4\pi M_{eff}$ 、あるいはその 2 変数が同時に変化しているものと思われる。当日はこれらの変化について、スピントルクによる有効磁場や g 因子の変化、ジュール熱による影響の観点から議論する。

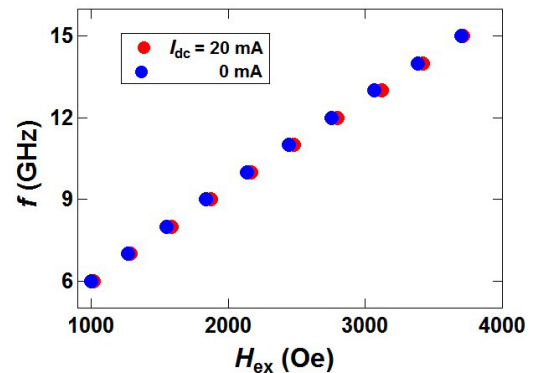


図 2. Fe = 0.86 nm 膜における周波数の共鳴磁場依存性

参考文献

- 1) P. Bruno, Phys. Rev. B **39**, 865 (1989).
- 2) Justin M. Shaw, *et al.*, Phys. Rev. B **87** 054416 (2013).

負の垂直磁気異方性を持つ発振層材料による MAMR ヘッド用

スピントルクオシレータの発振周波数調整

村上 修一¹、清水 真理子²、藤田 倫仁²、鴻井 克彦²、山田 健一郎¹、竹尾 昭彦²
 (¹東芝研究開発センター、²東芝セミコンダクター&ストレージ社)

Frequency tuning in spin torque oscillator for MAMR
 by using negative- K_u material on field generation layer

S.Murakami¹, M.Shimizu², N.Fujita², K.Koi², K.Yamada¹, A.Takeo²

(¹Corporate R&D Center, ²Semiconductor & Storage Products Company, Toshiba Corporation)

はじめに

高周波アシスト記録(MAMR)ヘッドの高周波磁界源である垂直スピントルク発振子(STO)の周波数は、発振層(FGL)における有効磁界により決まるが、現在想定している記録磁極からのギャップ磁界は12kOe程度であり、そこでは30GHzを超えることが見込まれる。一方で、アシスト効果に最適な周波数は20から30GHzと見積もられており、周波数マッチングが課題となる。¹⁾そこで、STOの発振周波数を低減する目的で、FGL材料に負の垂直磁気異方性(H_k)を付与して、有効磁界を低減する方法を検討した。鉄とコバルトの人工格子構造は負の H_k が報告されており²⁾、また高い飽和磁化(B_s)を反映し十分な高周波磁界強度が見込める。本研究では、上記のFGL材料を用いることによって、発振周波数を低減させることに成功した結果について報告する。

実験方法

FGLとして、正の H_k を付与した材料(FeCo系材料A: $H_k = +2\text{kOe}$, $B_s = 2.1\text{T}$, $t = 12.6\text{ nm}$)と負の H_k を付与した材料(材料B:[Fe_{0.4}/Co_{0.4}] $\times 17$ 人工格子, $H_k = -2\text{kOe}$, $B_s = 2.2\text{T}$)との2種類について、それぞれSTOを作製した。STO構成は、[Co/Ni]人工格子スピン注入層(SIL)/Cu中間層/FGLとし、素子サイズは40から45nm角に加工した。作製した素子の発振スペクトルを膜面垂直方向の磁場下にて測定した。

実験結果

Fig.1にR-Hカーブを示す。高磁界での飽和特性は、それぞれの H_k を反映した結果となった。材料Aでは、5kOe以上で磁化平行状態が達成されているが、材料Bでは、10kOeまで印可しても平行に到達していない。Fig.2にFGL材料A、Bにおける周波数の外部磁界依存性を示す。両材料とも発振周波数は外場に対し、ほぼ線形に増加を示している。負の H_k を持つ材料Bでは、材料Aと比較し、同一の外部磁界において約6GHz低い周波数が観測された。この結果はFGL材料Bが持つ負の H_k によって、FGL内の有効磁界が低減したためと考えられる。得られたBの材料の外部磁界依存性より、12kOe近傍における発振周波数を外挿して見積もると24GHz、となる。材料Aに比較し負の H_k を持つ材料を用いることで、発振の周波数をアシストに最適な領域へコントロールすることができた。

1)A.Takeo et al. Intemag 2014 Dresden, AD-02

2)Vas'ko et al. Appl.Phys.Lett **89**, 092502 (2006)

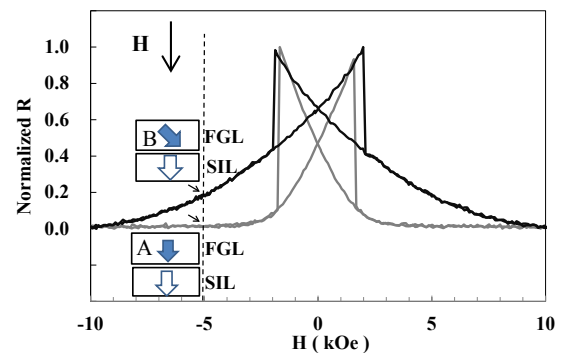


Fig.1 R-H curves for material A (Grey) and B (Black). The arrow shows schematic configuration of magnetization direction and external field.

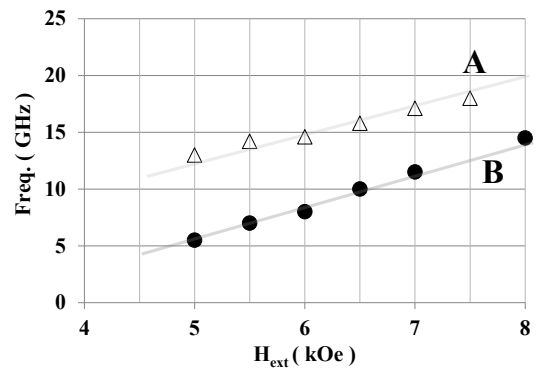


Fig.2 External field dependence of excitation frequency for material A and B. Evaluation voltage is -60mV for both materials.

スピントルク発振器における自己同期現象

常木澄人¹, E. Grimaldi², R. Lebrun², 久保田均¹, 薬師寺啓¹, 福島章雄¹, V. Cros², 湯浅新治¹¹産業技術総合研究所 スピントロニクス研究センター²Unité Mixte de Physique CNRS/Thales and Université

Self-synchronization on spin torque oscillator

S. Tsunegi¹, E. Grimaldi², R. Lebrun², H. Kubota¹, K. Yakushiji¹, A. Fukushima¹, V. Cros², and S. Yuasa¹¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Spintronics Research Center²Unité Mixte de Physique CNRS/Thales and Université

背景と目的

スピントルク発振器(STO)では近年、高い出力と狭い線幅を得るために複数 STO を使ったアレイとその同期現象の理解が必要とされている。¹⁾ここで重要な疑問は、同期される STO と注入される rf 電流間の遅延時間 Δt , または位相差 $\Delta\phi$ が同期現象に対し、どのような役割を果たすかである。²⁾これはアレイ化に対する課題だけではなく、STO の非線形特性を利用したニューラルネットワーク³⁾の実現においても重要な課題であると考えられる。本研究では、delayed feedback 回路を利用することで、同期現象の位相差依存性を調査した。

実験方法

図 1 に delayed feedback 回路の模式図を示す。STO は vortex-STO⁴⁾を使用した。STO に直流電流 3.7 mA, 垂直磁場 3 kOe を印加し、STO から発生した rf 電流を固定端反射により STO に再注入した。STO の出力は方向性結合器を通して測定した。STO と rf 電流の位相差 $\Delta\phi$ は全線路の遅延時間 Δt と STO の周波数 f_{STO} を用いて $\Delta\phi = 2\pi f_{\text{STO}} \Delta t + \pi$ と計算した。

結果と考察

図 2 に規格化出力 p_0 と FWHM の $\Delta\phi$ 依存性を示す。 p_0 , FWHM は $\Delta\phi$ に対し、 2π の周期で変化し、出力の極大値と FWHM の極小値を持つ $\Delta\phi$ には $\pi/2$ の位相差があり、自己同期現象が実現されたことがわかった。この結果は、遅延自己同期を考慮にいたした Thiele の式で理解でき²⁾, 同期現象において Δt , $\Delta\phi$ が重要になることを実験的に示したものである。

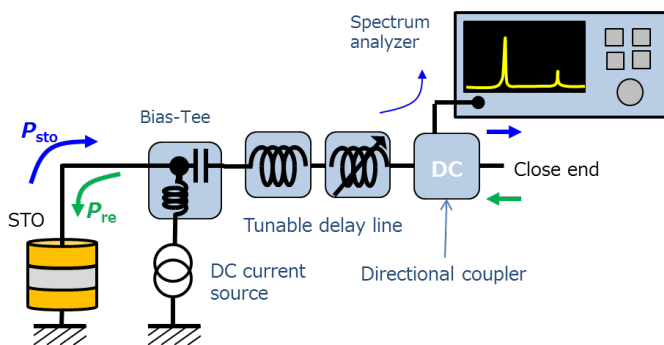
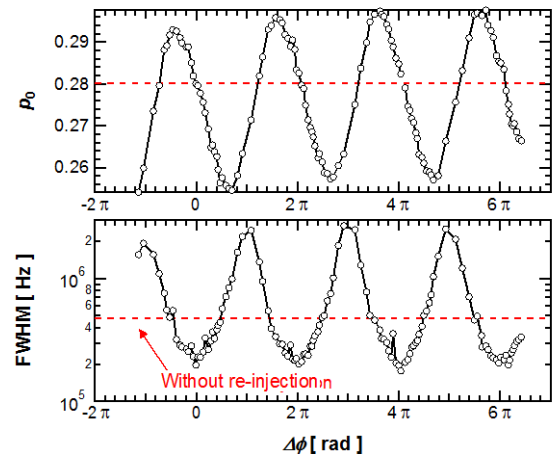


Fig.1 Schematic image of delayed feedback circuit

Fig.2 $\Delta\phi$ dependence of normalized power p_0 and FWHM.

参考文献

- 1) B. Georges, J. Grollier, V. Cros, and A. Fert, Appl. Phys. Lett. 92, 232504 (2008)
- 2) G. Khalsa, M. D. Stiles, J. Grollier arXiv:1505.04102 [cond-mat.mes-hall]
- 3) G. Csaba, et. Al., 13th Int. Workshop Cellular Nanoscale Networks and Their Applications (CNNA), 2012, p. 1.
- 4) S. Tsunegi, H. Kubota, K. Yakushiji, M. Konoto, S. Tamaru, A. Fukushima et. al., APEX. 7, 063009 (2014).

負のスピントルク材料を有するスピントルク発振子の発振特性

清水真理子、鴻井克彦、*村上修一、藤田倫仁、*山田健一郎、竹尾昭彦
 (株式会社東芝 セミコンダクター&ストレージ社、*株式会社東芝 研究開発センター)

Oscillation properties for a spin torque oscillator with a negative polarity material as a SIL interface layer

M. Shimizu, K. Koi, *S. Murakami, N. Fujita, *K. Yamada, and A. Takeo

(Toshiba Semiconductor and Storage Products Company, *Toshiba R&D center)

はじめに

高周波アシスト記録技術 (MAMR) は、HDD の次世代記録ヘッド技術として注目されている¹⁾。高周波磁界発生源として用いる垂直スピントルク発振子 (STO) の発振効率を向上させる構成として、スピントルク注入層 (SIL) を2層設ける dual SIL 構成²⁾が提案されている。記録ヘッドの強いギャップ磁界中で動作する STO では、Fig.1 のように発振層 (FGL) と SIL の磁化がギャップ磁界に平行状態となる磁化配列が安定となる。この磁化配列において、2つの SIL からのスピントルクを FGL に対して強め合う方向に作用させるために、一方のスピントルク注入層 (SIL2) の界面に FeCr などの負のスピントルク (P<0) 材料³⁾を適用する構成を検討している。本報告では FeCr のスピントルク注入効率を調べる目的で single SIL STO を作成し、FeCo を用いた場合との比較を行った結果を報告する。

実験方法

STO の膜構成は、Cu 電極/Ta/Pt(2 nm)/SIL/Cu(3 nm)/FGL/キャップ層/Cu 電極とした。SIL は[Co/Pt]_n人工格子と界面層の積層構造とし、界面層として FeCo (2 nm) と FeCr (4 nm) のそれぞれについて素子を作成した。FGL には飽和磁化 1.9 T の FeCo 系材料を膜厚 16 nm で用いた。素子はサイズ 50 nm 角に加工した。FGL から SIL へ向かう電流方向を J>0 とし、膜面垂直磁場中で出力と発振スペクトルを測定した。

実験結果

Fig.2 の挿入図に低電流バイアスを印加した際の R-H 特性を示す。ともに垂直 SIL の反転ヒステリシスが見られる。FeCr を用いた素子では、負の MR 比が実現できている。Fig.2 に垂直磁場 9 kOe 中の dV/dI 特性を示す。FeCr は、FeCo を用いた場合とは逆方向の J において、発振による抵抗変化が観測できている。FeCr の MR 比は FeCo の 1/3 程度であった。これは FeCr のスピントルク率が小さいためと考えられるが⁴⁾、一方で発振周波数 (Fig.3) は、同じ垂直磁場 9 kOe 中で、むしろ FeCr の方が低電流密度で同等の周波数に到達した。MR 比とスピントルク注入率が相関しておらず、これは、FeCr でのスピントルク蓄積がスピントルクに有利に働いているためと考えられる。

参考文献

- 1) K. Yamada et al., TMRC 2013, 2) L. Berger, J. Appl. Phys. 93, 7693 (2003)
- 3) M. AlHajDarwish et al., J. Appl. Phys. 95, 6771 (2004)
- 4) C. Vouille et al., Phys. Rev. B 60, 6710 (1999)

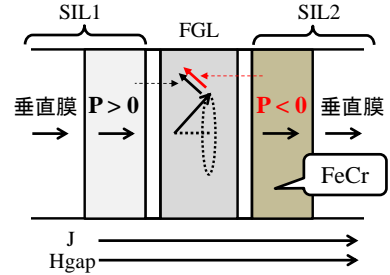


Fig.1 Schematic illustration of STO with dual SIL for MAMR.

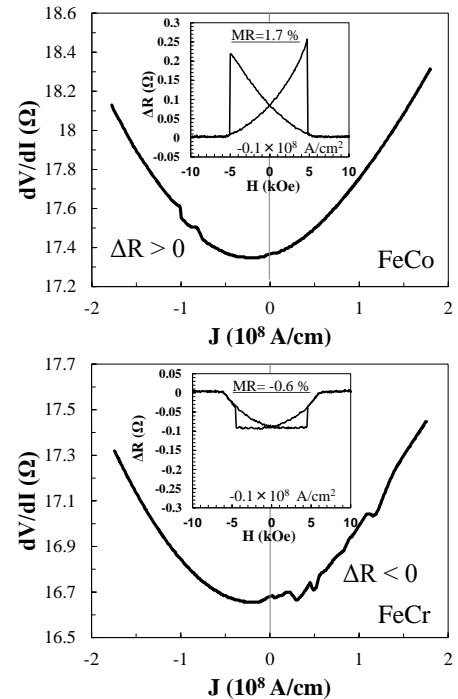


Fig.2 dV/dI vs. J. Inset: ΔR vs. H.

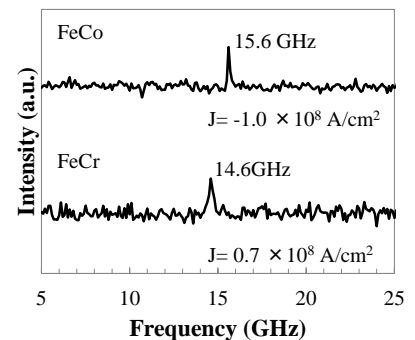


Fig.3 Oscillation spectrum.

Co₂(Fe, Mn)Siホイスラー合金を用いたボルテックス型スピントルク発振素子

山本 竜也¹、関 剛斎^{1,2}、高梨 弘毅¹

1. 東北大金研、2. JSTさきがけ

Vortex Spin Torque Oscillator using a Co₂(Fe, Mn)Si Heusler Alloy

T. Yamamoto¹, T. Seki^{1,2}, K. Takanashi¹

1. IMR, Tohoku Univ., 2. JST-PRESTO

緒言

スピントルク発振素子(STO)は強磁性体/非磁性体/強磁性体から構成されるナノサイズの発振素子である。STOを実用化する上で現在課題となっているのが、発振出力の増大および発振の周波数純度の向上である。ホイスラー合金の一種であるCo₂(Fe, Mn)Si (CFMS)は高いスピン分極率を有し、これらをSTOの強磁性電極として用いることはSTOの高出力化のための有効な手段である^{1,2}。一方で、磁気ボルテックスの磁化ダイナミクスを用いたSTOにおいては、単一の素子においてもQ値4000の非常に高い周波数純度が報告されている³。そこで、本研究ではCFMSをベースとしてボルテックス型STOを作製することで高出力かつ高Q値を同時に実現することを目指した。

実験方法

Fig. 1に作製した素子の模式図を示す。各CFMS層は室温において成膜した後、L₂I規則化を促進するため500 °Cで熱処理を行い、電子線リソグラフィ等を用いて素子構造へ微細加工を施した。本研究では、膜厚30 nmとした上部CFMS層を直径240 nmのディスク形状へと加工することで磁気ボルテックスの安定化を図った。作製した素子の発振特性評価のため、2端子の高周波プローブを用いて素子へ直流電流を印加し、スペクトラムアナライザーを用いて素子両端に生じた高周波電力を測定した。また、ロックインアンプを用いてMR曲線および直流電流に対する微分抵抗変化の測定を行った。

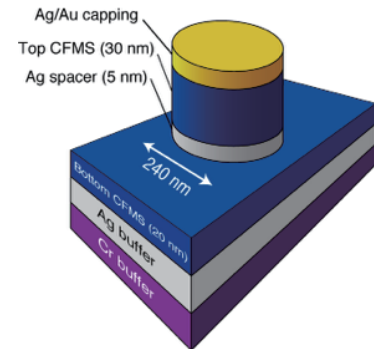


Fig. 1: Schematic illustration of the microfabricated STO. The thickness and the diameter of the top CFMS layer were chosen to stabilize a magnetic vortex.

実験結果

素子面内方向へ磁場を掃引して得られたMR曲線には、上部CFMS中における磁気ボルテックスコアの形成および消滅に起因した特徴的な磁気抵抗曲線が観察された。ボルテックスが存在する面内磁場の条件下においては、2 mA程度の直流電流を印加することで600 MHz近傍に発振ピークが観測された。電流を増加させてゆくに従い、発振周波数が高周波側へシフトするとともに発振が安定化し、発振線幅が200 kHz以下の周波数純度の高い発振が得られた。Fig. 2に面内磁場150 Oe、直流電流13 mAにおいて得られたパワースペクトルを示す。この条件下においては、発振線幅132 kHz、Q値4787の発振が得られた。さらに発振の条件を最適化することにより、10.3 nWの高出力かつ4000を超える高いQ値を得ることに成功した。本研究は、高いスピン分極率を有するホイスラー合金および磁気ボルテックスを用いることで、高出力かつ高Q値を示すSTOを実現出来ることを示唆している。

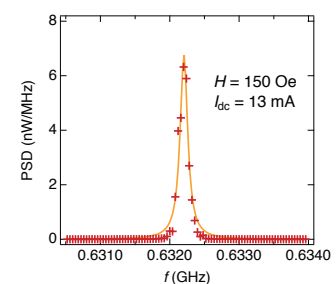


Fig. 2: Power spectrum measured at 150 Oe and 13 mA.

参考文献

- [1] T. Seki *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 092406 (2014).
- [2] T. Yamamoto *et al.*, Appl. Phys. Lett. **106**, 092406 (2015).
- [3] V. S. Pribiag *et al.*, Nat. Phys. **3**, 498 (2007).

スピントルク発振素子を電圧制御発振器として用いたフェーズロック ドループの開発

田丸慎吾、久保田均、薬師寺啓、福島章雄、湯浅新治
(産総研 スピントロニクス研究センター)

Development of phase locked loop using a spin torque oscillator as a voltage controlled oscillator

S. Tamaru, H. Kubota, K. Yakushiji, A. Fukushima, S. Yuasa
(AIST, Spintronics Research Center)

はじめに

スピントルク発振素子(Spin Torque Oscillator, STO)は、微小な磁性体積層膜に直流電流を注入する事により歳差運動を励起し、それを磁気抵抗効果によってマイクロ波帯域の電気信号に変換する。STOはそのサイズ(数10~数100 nm)、広い周波数調整帯域、半導体プロセスとの整合性など、従来のマイクロ波発振器には無い数々の利点があるため、次世代マイクロ波発生器として期待されている。しかしながら現状では発振が不安定で位相ノイズが大きいいため、実用化には至っておらず、発振を安定化する技術が STO 実用化には必須となる。これまでは STO に高周波信号を注入し発振を同期させることにより安定化する、注入同期(Injection Locking, IL)という手法が主に研究されてきており、既にいくつもの成功例が報告されている[1,2]。だが IL では STO の発振周波数と同じかそれより高い周波数の信号が必要なため、実用上あまり価値があるとは言えない。一方周波数安定化の手法として実用上幅広く用いられる手法に、位相同期回路(Phase Locked Loop, PLL)がある。IL と比べた際の PLL の最大の利点は、PLL では 10 MHz – 100 MHz といったずっと低い基準周波数に電圧制御発振器(Voltage Controlled Oscillator, VCO)の位相を同期させる事である。この手法が STO に応用できれば、STO の実用化にとって大きな進展となるが、これまで成功例の報告はなかった。そこで我々は本研究において、STO を VCO として用いた PLL 回路を構築する事により、STO 発振の安定化を試みた。

実験方法及び結果

図1に STO を用いた PLL のブロック図を示す。STO は垂直磁化発振層と、面内磁化参照層を持つピラー型 STO である。これに平均で 7.344GHz 発振するようにバイアス磁場及びバイアス電圧をかける。このマイクロ波は、Bias-Tee の高周波パスを通り、2 個の低雑音増幅器(LNA1,2)によって増幅され、1/48 分周器で 153MHz に変換される。この信号は、153MHz の基準信号と位相比較され、その位相誤差に比例する信号(V_{PES})がループフィルタによって積分された後にバイアス電圧と足され、STO に帰還される。これにより、 V_{PES} が常に最小になるように STO の発振周波数が動的に調節される。

図2にフリーラン時と位相同期時における STO 出力のスペクトルを示す。フリーラン時のスペクトルは約 4 MHz の線幅であるのに対し、位相同期時は、7.344GHz の所に極めて鋭いピークが観測され、その線幅は測定限界の 1 Hz 以下となった。これは PLL により STO の発振が安定化された事を明確に示す結果である。講演では、この PLL のより詳細な構成や、位相同期時における残留位相ノイズ源の調査結果などについて報告する。

参考文献

- [1] W. H. Rippard et al., PRL **95**, 067203 (2005)
[2] B. Georges et al., PRL **101**, 017201 (2008).

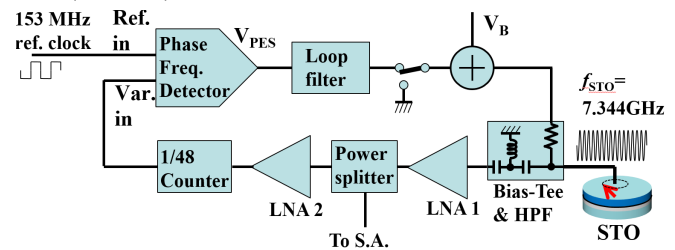


図1, STO を用いた PLL のブロック図

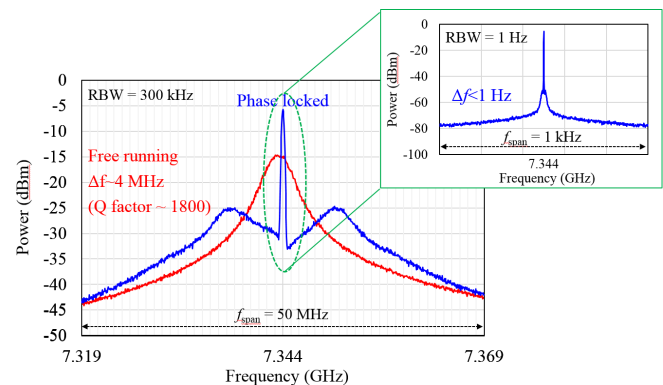


図2,フリーラン時と位相同期時の STO 発振スペクトル

スピバルブ構造を利用したスピントランスファートルクの検出

高橋真央、能崎幸雄
(慶大理工)

Detection of spin-transfer torque using spin-valve structures

M. Takahashi, Y. Nozaki
(Keio Univ.)

はじめに

スピン角運動量の流れであるスピン流は、電荷の流れを伴わずジュール熱が発生しないので、省エネルギーなデバイス実現が期待される。スピン流の生成方法には、ノンローカル手法やスピンホール効果、スピンポンピングなどが報告されている。特にスピンポンピングは効率よくスピン流を生成できるため、注目を集めている。今回、われわれはスピバルブ細線の巨大磁気抵抗効果を測定することにより、磁化反転磁場の変化を介してスピンポンピング由来のスピン流検出を試みた。

実験方法

試料は Si 基板上に、超高真空蒸着法、スパッタ、レーザー描画装置を用いて作製した。スピバルブ細線の形状は幅 $1\ \mu\text{m}$ 、長さ $100\ \mu\text{m}$ 、厚さ $120\ \text{nm}$ (NiFe10 nm/Cu10 nm/NiFe100 nm)とした。このスピバルブ細線の抵抗を直流 4 端子法により測定し、得られた巨大磁気抵抗効果より各磁性層の反転磁場を見積もった。スピンポンピング由来のスピン流によるスピントランスファートルクを検出するため、細線の下に作製したコプレーナストリップ線路を用いて交流磁場を印加した場合と印加しない場合において、反転磁場の周波数依存性を調べた。また、細線の強磁性共鳴スペクトルは、ベクトルネットワークアナライザを用いて測定した。

実験結果

Fig.1 に 10 GHz の交流磁場を印加した場合(上)と印加しない場合(下)の巨大磁気抵抗効果の測定結果を示す。Fig.1 より、交流磁場なしの場合、 $-30\sim-60\ \text{Oe}$ の磁場領域で反平行磁化配置を実現している。形状磁気異方性を考慮すると、NiFe100 nm と NiFe10 nm の保磁力は、それぞれ $60\ \text{Oe}$ と $30\ \text{Oe}$ であると考えられる。また、NiFe10 nm の反転磁場 $-30\ \text{Oe}$ における細線の FMR スペクトルを測定したところ、NiFe100 nm の FMR 周波数が $9.6\ \text{GHz}$ であることがわかった。

次に、交流磁場を印加しながら巨大磁気抵抗効果を測定し、NiFe10 nm の反転磁場の周波数依存性を調べた。Fig.2 は、NiFe10 nm の反転磁場の周波数依存性である。周波数が $4\ \text{GHz}$ よりも高周波化するにつれて保磁力が単調減少し、 $10\ \text{GHz}$ で保磁力が最小となった後、保磁力が増加に転じた。このような共鳴的な保磁力減少は、マイクロ波アシスト磁化反転でよく見られる。しかし、NiFe10 nm の FMR 周波数は $4\ \text{GHz}$ 以下であり、マイクロ波アシスト効果では説明できない。一方、保磁力が最小となる周波数は、NiFe10 nm の反転磁場における NiFe100 nm の共鳴周波数とほぼ一致している。NiFe100 nm が共鳴すると、スピンポンピング効果により Cu 層にスピン蓄積が生じ、磁化と逆向きのスピン流が NiFe10 nm に注入される。したがって、Fig. 2 の保磁力低下は、スピンポンピング由来のスピン流によるスピントランスファートルクが原因と考えられる。

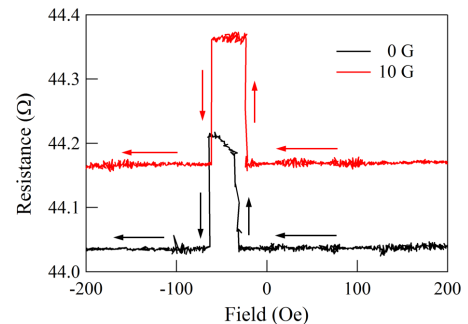


Fig.1 Giant magneto-resistive effect in spin-valve strip. Arrows show the direction of field sweep.

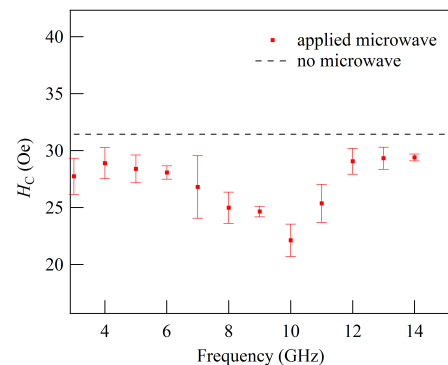


Fig.2 Frequency dependence of coercive fields.

スピン流が人工反強磁性体に及ぼす影響の研究

田中健勝, 森山貴広, 永田真己, 水野隼翔, 関剛斎*, 高梨弘毅*,
千葉貴裕*, 高橋三郎*, Gerrit E. W. Bauer****, 小野輝男
(京大化研, *東北大金研, **デルフト工科大カブリ・ナノ研)

Spin current in synthetic antiferromagnet

K. Tanaka, T. Moriyama, M. Nagata, H. Mizuno, T. Seki*, K. Takanashi*,
T. Chiba*, S. Takahashi*, Gerrit E. W. Bauer*** and T. Ono

(Institute for Chemical Research, Kyoto University, *Institute for Materials Research, Tohoku University
**Kavli Institute of Nanoscience, Delft University of Technology)

1. はじめに

反強磁性材料は、高い共鳴周波数のために高周波スピントロニクス材料として期待されている。我々は、反強磁性磁化ダイナミクスをスピン流で制御すべく、反強磁性結合した磁化にスピン流が与える影響を研究している。我々はこれまでに、人工反強磁性体である Fe(2)/Co(1)/[Cu(1)/Co(1)]₁₀/Pt(4) 多層膜(単位 nm) を用いてスピントルク強磁性共鳴による実験を行い、隣り合う磁性層の歳差運動の位相差がゼロの音響モードと位相差が π の光学モードの 2 つのモードの内、光学モードの共鳴周波数が直流電流の印加によって大きく変化することを報告した(図 1) [1]。この共鳴周波数変化は、直流電流が Pt 層に流れることによってスピン流が人工反強磁性体に注入され、層間結合強度が変化することによって起ると考えた。この考えを検証するため、巨大磁気抵抗効果(GMR)曲線の直流電流依存性について調査した。

2. 実験方法および結果

一般的に、共鳴周波数は外部磁場や反磁場などの磁化に作用する有効的な磁場によって決まる。今回、直流電流によって層間結合強度 J が変化したと仮定して行ったマイクロマグネティックシミュレーションによる計算結果を図 2 に示す。挿入図は、横軸を層間結合強度から飽和磁場(反平行の磁化を平行に揃えるために必要な磁場)に変換した図である。層間結合強度の変化によって図 1 のように共鳴周波数が変化する場合、層間結合強度の変化に伴って飽和磁場が 3000 Oe 以上変化する、という結果が得られた(図 2)。しかしながら、GMR 測定の結果、飽和磁場は直流電流量によってほとんど変化しなかった。これらの結果は、直流電流によって有効磁場が変化するのは磁化が歳差運動している時のみであるという可能性を示唆している。

本講演では、実験結果とともにマイクロマグネティックシミュレーションによる計算結果も踏まえ人工反強磁性体の磁化が直流電流によって受ける影響について議論する。

参考文献

- 1) 田中他、日本物理学会 2014 年年次大会、28aAF-12

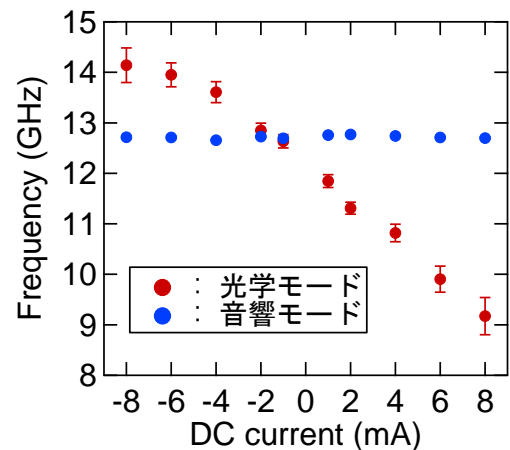


図 1 音響モードと光学モードの共鳴周波数の直流電流依存性[1]。

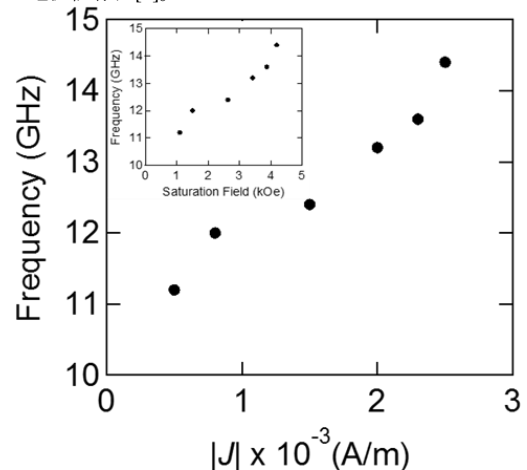


図 2 光学モードの共鳴周波数の層間結合強度依存性。挿入図は横軸を層間結合強度から飽和磁場に変換した図。

TbFe/GdFeCo 二層膜の Gilbert ダンピング定数の層構成依存性

東出智寛, 代兵, 大島大輝, 加藤剛志, 岩田聡, 綱島滋*
(名古屋大学, *名古屋産業科学研究所)

Gilbert damping constant of TbFe/GdFeCo bilayers with various layer stacks

T. Higashide, B. Dai, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata, S. Tsunashima*
(Nagoya Univ., *Nagoya Industrial Science Research Institute)

はじめに

スピン注入磁化反転は次世代の不揮発性メモリである MRAM の磁化反転手法として利用されている。スピン注入磁化反転は素子サイズの微少化に伴い、磁化の反転に必要な反転電流が減少するため高密度化に有効な手段であるが、10Gbit 級の MRAM 実現には更なる高効率磁化反転手法の開発が求められている。これまでに我々の研究グループは希土類-遷移金属である GdFeCo や GdFeCo/TbFe 二層膜をメモリー層とする垂直磁化型のスピン注入磁化反転素子を作成し、磁化反転臨界電流密度 J_c および J_c と密接な関係のある二層膜のダンピング定数 α を調べてきた^{1,2,3}。今回我々は様々な層構成の TbFe/GdFeCo 二層膜を作成し、そのダンピング定数 α を超短パルスレーザーを用いた pump-probe 法により評価した。

実験方法

超高真空マグネトロンスパッタリング装置により、熱酸化膜付き Si 基板上に substrate / Ta (5 nm) / CuAl (30 nm) / Ta (3 nm) / Tb₁₆Fe₈₄ (x nm) / Gd₂₁(FeCo)₇₉(10-x nm) / Ta (2 nm) 及び二層膜の層順を入れ替えた substrate / Ta (5 nm) / CuAl (30 nm) / Ta (3 nm) / Gd₂₁(FeCo)₇₉(10-x nm) / Tb₁₆Fe₈₄ (x nm) / Ta (2 nm) を成膜した。pump-probe 測定で S/N を向上させるため、この膜上に RF マグネトロンスパッタにより SiN (40 nm) を成膜した。試料の磁化ダイナミクスは、中心波長 1050nm, パルス幅 1 ps, 繰り返し周波数 100 kHz のファイバーレーザーを用いた pump-probe 法により測定した。測定時には膜面法線方向から 50 度傾けた方向に外部磁界を最大 12 kOe 印加した。

結果と考察

Fig. 1 は外部磁界 5 kOe を加えて、GdFeCo(10 nm) 単層膜及び GdFeCo(9 nm) / TbFe(1 nm) 二層膜、および層順の異なる TbFe(1 nm) / GdFeCo(9 nm) 二層膜の歳差運動を pump-probe 法により観察した結果を示している(黒丸)。磁化の歳差運動を減衰振動関数 $e^{-t/\tau} \sin \omega t$ によりフィッティング(実線)し、 ω と τ の外部磁界依存性からダンピング定数 α を求めた。GdFeCo 単層膜の α は 0.046 であったが、TbFe 層を 1 nm 挿入し GdFeCo(9 nm) / TbFe(1 nm) 二層膜とすることで $\alpha = 0.315$ と大幅に増加した。過去に報告した GdFeCo(9 nm) / TbFe(1 nm) 二層膜をメモリー層とするスピン注入素子では、TbFe(1 nm) を挿入することによる J_c の増加は 2 倍程度であった。この結果は、ダンピング定数と J_c の間の関係が単純な比例関係ではないことを示している。層順を逆にした TbFe(1 nm) / GdFeCo(9 nm) 二層膜においては $\alpha = 0.291$ となり、GdFeCo(9 nm) / TbFe(1 nm) 二層膜では GdFeCo 及び TbFe の層順がダンピング定数に与える影響は小さいという結果を得た。

参考文献

- 1) B. Dai et al., IEEE Transactions Magnetics, **49**, issue7, pp.4359-4362(2013)
- 2) B. Dai et al., The 37th Annual Conference on MAGNETICS in Japan(2013)
- 3) T. Higashide et al., IEEE International Magnetics Conference 2015, Beijing, China HP-07 (2015).

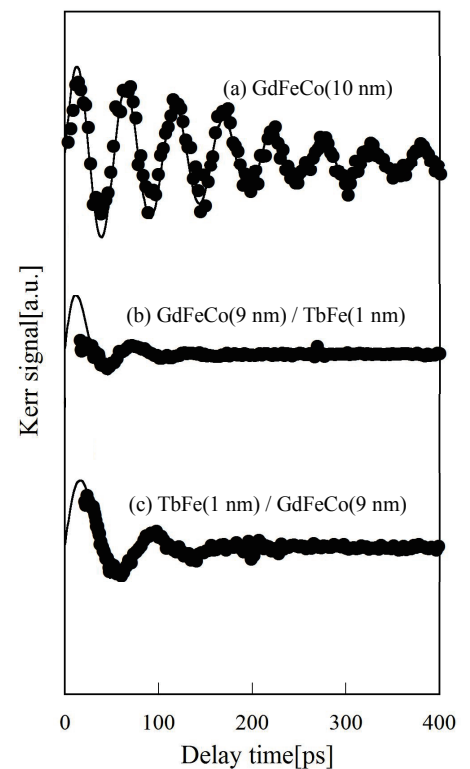


Fig1. TRMOKE waveforms of (a) GdFeCo(10 nm) single layer, (b) GdFeCo(9 nm) / TbFe(1 nm), and (c) TbFe(1 nm) / GdFeCo(9 nm) bilayer under an external field at $H_{ext} = 5$ kOe.

Ta/CoFeB/MgO 薄膜におけるレーザー励起磁化歳差ダイナミクス

○佐々木悠太¹、飯浜賢志¹、安藤康夫¹、水上成美²¹東北大院工、²東北大 WPI-AIMR)

Laser-induced spin precessional dynamics in Ta/CoFeB/MgO thin film

Y. Sasaki¹, S. Iihama¹, Y. Ando¹, and S. Mizukami²¹Dept. of Appl. Phys., Tohoku Univ., ²WPI-AIMR, Tohoku Univ.

はじめに

Ta/CoFeB/MgO 構造において、CoFeB の膜厚を薄くすると、界面磁気異方性によって垂直磁気異方性(PMA)を示す。我々はポンプ・プローブ法を用いた時間分解磁気光学カー効果(TRMOKE)により、Ta/CoFeB/MgO 薄膜の磁化ダイナミクスについて調査した。その結果、垂直磁化 CoFeB 薄膜が応用上重要な低いダンピング定数を示すことを報告したり。ところで、ポンプ・プローブ法はレーザーの加熱によって試料の磁気異方性を減少させ、磁化の歳差を誘起していると考えられている²⁾。レーザーを用いた加熱は、熱アシスト磁化反転への応用が期待されている。しかしながら、昇温に対する磁化ダイナミクスの報告は少ない。そこで、Ta/CoFeB/MgO 構造における磁化歳差ダイナミクスのレーザー強度依存性を調査した。

実験方法および結果

熱酸化膜付シリコン基板上に超高真空マグネトロンスパッタ法を用いて試料を作製した。薄膜構成は Ta(5.0) / CoFeB(1.0) / MgO(2.0) / Al(2.0) (膜厚単位 nm)である。中心波長 800 nm, パルス幅 150 fs の Ti-sapphire レーザーを用いて光学測定を行った。繰り返し周波数は 1 kHz であり、ポンプ光を 365 Hz に変調し、測定時のポンプ光強度 F_p を 0.3-3.8 mJ/cm² の範囲で変化させた。ウォラストンプリズムを用いた差動方式でプローブ光のカー回転角 θ_k を測定した。測定時には外部磁場を 20 kOe 印加し、磁場と膜面垂直方向のなす角度を変化させた。特に、磁場角度を 0° とした場合、加熱による磁化の減少およびその時間変化が測定できる。磁化の二乗に磁気異方性エネルギーが比例すると仮定し、磁化の変化に伴う磁気異方性の変化を LLG 方程式の実効的な磁場に反映させ、磁化の大きさも含めて歳差シグナルの再現を試みた。

Fig. 1 に種々の F_p で測定した歳差シグナルを再現結果 (破線) と合わせて示す。ポンプ光が照射する直前(加熱前)のカー回転角 θ_{k0} で θ_k を規格化した。実験結果を再現結果と比較すると、歳差振幅の F_p 強度依存性をほぼ再現できているが、3.8 mJ/cm² における振幅の消失については再現ができていない。Fig. 2 に磁化歳差シグナルの磁場角度依存性を再現結果 (実線, 破線, 点線) と合わせて示す。 F_p の増大に伴う磁場角度依存性の減少は、加熱による磁気異方性の減少に起因すると考えられる。以上の結果から、昇温に伴う磁化の減少により歳差周波数および歳差振幅が減少することが分かった。

本研究は、科研費新学術領域研究「ナノスピン変換科学」(No. 26103004)ならびに基盤研究 S (No. 24226001) の支援で行われた。

参考文献

- 1) S. Iihama, *et al.*, Phys. Rev. B 89, 174416 (2014)
- 2) M. van Kampen, *et al.*, J. Magn. Magn. Mater. **240** (2002) 291-293.

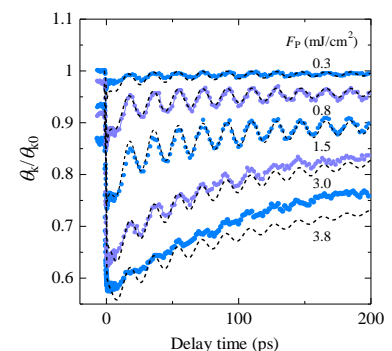


Fig. 1 TRMOKE results in Ta/CoFeB/MgO structure with various pump power (fluence). Solid lines show LLG calculation result.

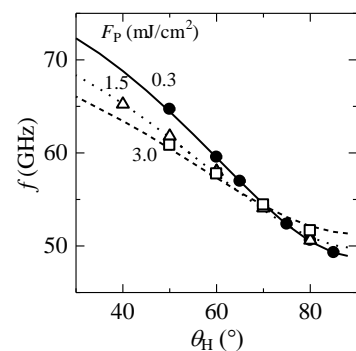


Fig. 2 Magnetic field angle dependence of precession frequency. Solid, dashed and dot line shows LLG calculation results.

Gd / FeCo 超格子膜における磁化ダイナミクスと磁気異方性の相関

佐藤哲也^{1,2}, 塚本新², 吉川大貴³, 若林敬造¹, 渡邊昭廣¹

(¹日本大学生産工学部,²日本大学理工学部,³日本大学大学院理工学研究科)

Correlation between Magnetization Dynamics and Magnetic Anisotropy in Gd / FeCo Superlattice Film

Tetsuya Sato^{1,2}, Arata Tsukamoto², Hiroki Yoshikawa³, Keizo Wakabayashi¹, Akihiro Watanabe¹

(¹College of Industrial Technology, Nihon University, ²College of Science and Technology, Nihon University, ³Graduate School of Science and Technology, Nihon University)

はじめに

近年、STT-RAM等の各種スピントロニクスデバイス実用化のため、磁化ダイナミクスの理解と制御手法確立への要求が増している。そのため、種々の磁性薄膜を対象に測定による探索と理論、双方のアプローチより起源の理解が進められているが、十分ではない。我々はこれまで、フェリ磁性 GdFeCo 合金薄膜において副格子間で角運動量補償現象が発現し、実効 Gilbert ダンピング定数 α_{eff} 及び歳差運動周波数 f が磁化補償温度 T_{CM} より 50 K 程度高温側で著しい増大傾向を示すことを報告している^{1), 2)}。本報告では、副格子間の磁氣的結合が界面のみに制限される垂直磁化 Gd / FeCo 超格子薄膜を対象とし、GdFeCo 合金との磁化ダイナミクスの差異について、磁気異方性との相関に着目し検討を行った。

実験方法・結果

測定試料はマグネトロンスパッタ法にて作製した SiN (60 nm) / [Gd (0.5 nm) / Fe_{87.5}Co_{12.5} (0.5 nm)]₂₀ / SiN (5 nm) / Al₉₀Ti₁₀ (10 nm) / glass sub.とした。中心波長 800 nm、パルス幅 90 fs (半値全幅) のレーザーを光源に用いたポンプ・プローブ法により磁化歳差運動を励起・測定した。測定温度は 80 K ~ 500 K とし、外部印加磁界 $H_{\text{ext}} = 278$ mT を膜面法線より 75° 傾けて印加した。Fig. 1 に、実効 Gilbert ダンピング定数 α_{eff} 及び歳差運動周波数 f の温度依存性を示す。測定温度範囲において α_{eff} : 0.03 ~ 0.47、 f : 9.4 ~ 31.5 GHz と、ともに大きな変化を示すが、最大となる温度域が T_{CM} 近傍であり、 $T_{\text{CM}} + 50$ K 程度で急峻に増大した GdFeCo 合金とは傾向が異なる。このとき、正味磁化 M_{net} と α_{eff} 、 f の相関係数はそれぞれ -0.947、-0.938 と、GdFeCo 合金と比べ強い相関を示した。

そこで、動特性の決定要因解明を目的に、SQUID-VSM にて測定した各温度の実効異方性磁界 (磁化困難軸方向の飽和磁界) H_k との相関を検討した (Fig. 2)。 α_{eff} 、 f と H_k の相関係数はそれぞれ 0.986、0.990 と、ともに強い正の相関を示した。これは M_{net} 及び一軸磁気異方性 K_u それぞれとの相関より強く、Gd / FeCo 超格子薄膜の磁化動特性が M_{net} と K_u の双方と強く関係することを意味する。

謝辞

本研究の一部は、文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業 (S1311020) の助成により行った。

参考文献

- 1) C. D. Stanciu, A. V. Kimel, F. Hansteen, A. Tsukamoto, A. Itoh, A. Kirilyuk, and Th. Rasing: *Phys. Rev. B* **73**, 220402(R) (2006).
- 2) A. Tsukamoto, T. Sato, S. Toriumi, and A. Itoh: *J. Appl. Phys.* **109**, 07D302 (2011).

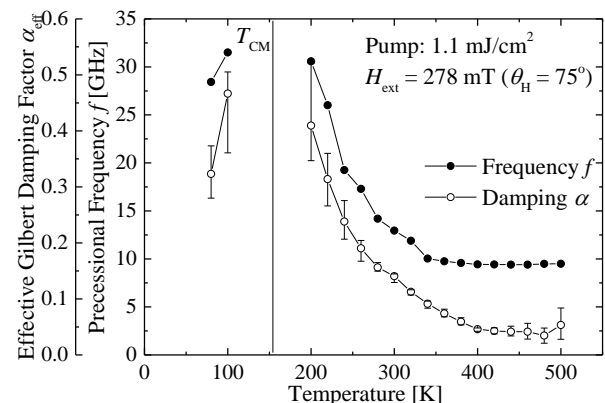


Fig. 1 Temperature dependence of effective Gilbert damping factor α_{eff} and precessional frequency f in [Gd (0.5 nm) / Fe_{87.5}Co_{12.5} (0.5 nm)]₂₀ superlattice film.

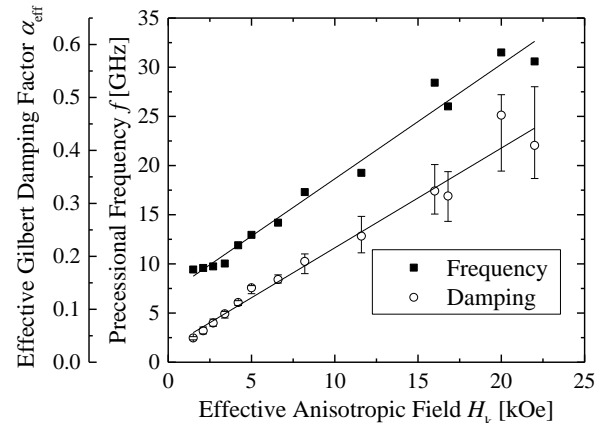


Fig. 2 Correlation between effective anisotropic field H_k and effective Gilbert damping factor α_{eff} / precessional frequency f in [Gd (0.5 nm) / Fe_{87.5}Co_{12.5} (0.5 nm)]₂₀ superlattice film.

スピン電流による backward volume wave の周波数シフト

佐藤奈々*, 関口康爾**,**

(*慶大理工, **JST さきがけ)

Current-induced frequency shift of backward volume wave

N. Sato*, and K. Sekiguchi**,**

(*Keio Univ., **JST-PRESTO)

1. はじめに

近年、電流によるスピントランスファートルク (STT) を用いたスピン波の周波数や振幅の制御が注目されている^{1,2)}。群速度と位相速度の方向が逆転する異常分散を持つ系における STT の効果を調べるために、magnetostatic backward volume wave (MSBVW) を励起し、周波数の電流密度依存性を測定した。

2. 実験方法

Figure 1(a) に試料の走査型電子顕微鏡像を示す。Si 基板の上に膜厚 190 nm、線幅 $w = 2.0 \mu\text{m}$ の $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ 細線を電子線描画および Ar ミリングを用いて加工した。NiFe 細線に直流電流を印加するための端子と高周波印加用のアンテナを Ti (10 nm)/Au (100 nm) で作製した。高周波アンテナは fig. 1(a) に示すようなメアングラ型にし、励起されるスピン波の波数の分散 Δk を小さくする設計とした。高周波アンテナにベクトルネットワークアナライザ (VNA) を接続し、y 方向に 1 kOe の外部磁場を印加して、MSBVW を励起した。NiFe 細線中に直流電流を印加し、VNA を用いて相互インダクタンスの周波数スペクトルを測定し、伝搬した MSBVW の共鳴周波数を調べた。

3. 実験結果および考察

Figure 1(b) に測定した周波数スペクトルの一例を示す。電流密度 $j = +5 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ の場合の相互インダクタンス ΔL_{21} および ΔL_{12} の実部を示した。MSBVW の伝搬方向を k_{21} から k_{12} に逆転させると、共鳴周波数が $f(k_{21}) = 7.56 \text{ GHz}$ から $f(k_{12}) = 7.19 \text{ GHz}$ に変化した。STT による MSBVW の周波数のシフトを $\Delta f_{\text{STT}} = f(k_{21}) - f(k_{12})$ と定義すると、電流密度に対する Δf_{STT} の変化は fig. 1(c) のようになり、周波数シフトが電流密度に比例していることが分かった。電流密度 $j = +5 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ と $j = -5 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ の場合の周波数シフトを比較すると、800 MHz もの巨大な周波数シフトが得られた。

参考文献

- 1) V. Vlaminck and M. Bailleul, Science **322**, 410 (2008).
- 2) K. Sekiguchi *et al.*, Phys. Rev. Lett. **108**, 017203 (2012).

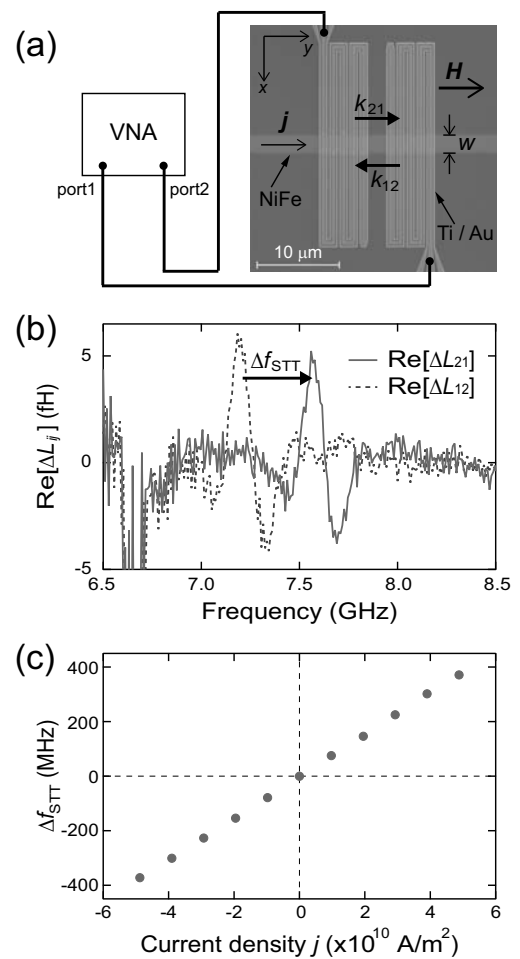


Fig. 1 (a) Scanning electron microscope image of the sample. The spin waves having wavevector k_{21} (k_{12}) propagate in $+y$ ($-y$) direction. (b) The spectra of the real part of the mutual inductance. (c) The current density dependence of the frequency shift Δf_{STT} .

磁気渦構造を応用した強磁性トンネル接合磁場センサ

遠藤基、大兼幹彦、永沼博、安藤康夫
(東北大院工)

Magnetic tunnel junction sensor applying magnetic vortex state

M. Endo, M. Oogane, H. Naganuma and Y. Ando
(Tohoku Univ.)

はじめに

近年、強磁性トンネル接合 (Magnetic Tunnel Junction, MTJ) を応用した磁場センサが注目を集めている¹⁾。他方、ディスク状の強磁性体は特定のアスペクト比 (厚さ/半径) の条件下で、磁化がディスクを中心として渦巻くような磁化構造をとることが知られている。これは磁気渦構造 (Magnetic Vortex State, MVS) と呼ばれており、磁化曲線の一部に線形な領域が現れる。MVS の様な非一様な磁化構造を用いることで、MTJ 形状の工夫によりセンサ特性の線形性や感度の向上が期待できる。本研究ではディスク径 100 μm 程度の MVS 層を有する MTJ 磁場センサの作製・評価を目的とした。

実験方法

成膜は超高真空マグネトロンスパッタ法を用いて行った。膜構成は Si/SiO₂/Ta (5)/Ru (20)/Ta (5)/CoFeB (80)/MgO (2.0)/CoFeB (3)/Ru (0.85)/CoFe (5)/IrMn (10)/Ta (5)/Ru (8) (膜厚:nm) とした。MTJ はフォトリソグラフィプロセス及び Ar⁺ミリングによりディスク状に加工した。MTJ の直径はそれぞれ 10, 20, 30, 50, 70, 100 μm とした。素子の特性評価は直流四端子法により行った。

実験結果

Fig. 1 にディスク状の MTJ の磁気抵抗曲線を示す。MTJ 飽和状態から磁場を減少させると、磁気渦コア生成による磁気抵抗曲線の変化が観測された。また、100 μm 以下のディスク径で MTJ はセンサ型の特性を有することがわかった。Fig. 2 に MTJ の直径とゼロ磁場近傍の MTJ 磁場センサ感度の関係を示す。膜厚を一定とした場合、センサの飽和磁場減少に伴って MTJ 磁場センサの感度は増加することが確認できた。この結果は、ディスク径が厚さに対して十分に大きい場合に MVS の初期帯磁率がディスク径に比例することと対応している。従って、MTJ の自由層において MVS が実現しており、その性能はディスク径に比例するといえる。

謝辞

本研究の一部は JST 研究成果展開事業「戦略的イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)」、及び東北大学国際高等研究教育院の支援により行われた。

参考文献

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

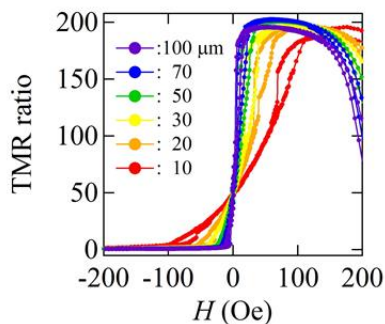


Fig. 1 Magnetoresistance curves of disk-shaped MTJ.

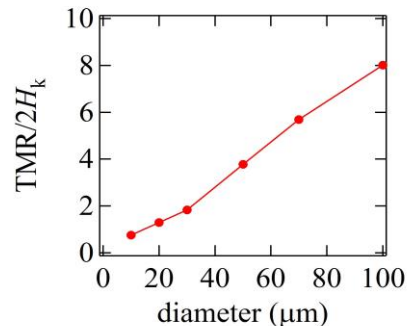


Fig. 2 Sensitivity of disk-shaped MTJ in the vicinity of zero field.

ピン層からの漏れ磁場が磁気センサ型強磁性トンネル接合の リニアリティに与える影響

中野貴文, 佐野豊, 大兼幹彦, *矢野敏史, *青建一, 永沼博, 安藤康夫
(東北大, * (株) デンソー)

Influence of stray field from pinned layer on linearity in magnetic tunnel junctions for magnetic sensor

T. Nakano, Y. Sano, M. Oogane, *T. Yano, *K. Ao, H. Naganuma, and Y. Ando
(Tohoku Univ., *DENSO CORP.)

はじめに

強磁性トンネル接合 (MTJ) の磁気センサ応用を目指した研究が盛んにおこなわれている。磁気センサに必要な磁場に対する線形な抵抗変化 (MR) を得る方法として、垂直磁化膜をセンシング層に利用することが挙げられる。我々は垂直磁化 CoFeB センシング層を有する MTJ における線形な MR カーブ, ならびに感度とリニアリティの関係性を報告した¹⁾。これまで報告した MTJ におけるリニアリティは、単純な磁化回転モデルから予想される値と一致しておらず、その原因としてピン層端部からの漏れ磁場の影響が考えられる。本研究では、微細加工プロセスのイオンミリング深さを変化させ、リニアリティに対する影響を調査した。

実験方法

DC/RF マグネトロンスパッタにより、次の試料を作製した: Si substrate / Ta (5) / Ru (10) / Ir₂₂Mn₇₈ (10) / Co₇₅Fe₂₅ (2) / Ru (0.85) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (3) / MgO (2) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (1.4) / Ta (5) / Ru (8) (nm)。フォトリソグラフィ法により 80 × 40 μm² の素子に微細加工した。このとき、Ar イオンミリングのストップ位置を次の 3 通りに変化させた: (1) MgO バリア中, (2) CoFeB ピン層中, (3) Ru 下部電極中。ミリング深さの検出には、四重極質量分析計を内蔵するイオンミリングプローブを用いた。微細加工した素子は、真空中において面内磁場 1 T を印加しながら、300°C で 1 h 熱処理をおこなった。MR 測定には面内磁場下における直流 4 端子法を用いた。

実験結果

Fig.1 にミリング深さを変えた各 MTJ の代表的な MR カーブを示す。いずれの MTJ においてもゼロ磁場近傍で線形な MR カーブが得られた。一方、それぞれの MR カーブが極大値をとる磁場、すなわち積層フェリ (SyF) 構造中の反平行な磁化配列が崩れ始める spin-flop 磁場の大きさはミリング深さによって異なる。これはミリングにより SyF 構造中の強磁性層の体積が減少し、ゼーマンエネルギーの大きさが変化したためだと考えられる。得られた MR カーブからリニアリティ (±100 Oe の範囲で抵抗の実験値とその近似直線の差をフルスケールで規格化した値 [%FS]) を算出した。素子間のバラつきはあるが、MgO バリアでミリングを止めた MTJ が最も良いリニアリティを示した (0.48 %FS)。ミリング深さを最適化することにより、ピン層からの漏れ磁場を低減し、リニアリティを改善できることが明らかになった。

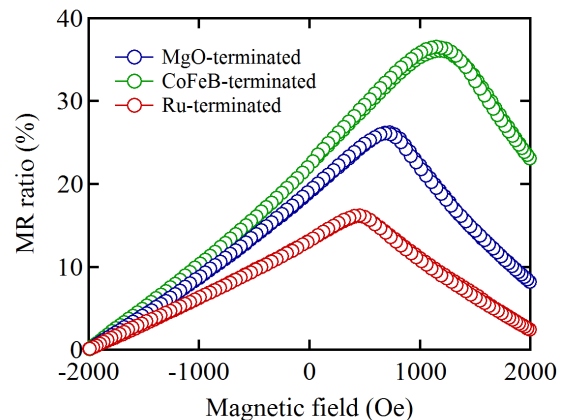


Fig. 1. MR curves for the MTJs with the different milling depths.

謝辞

本研究は東北大学国際集積エレクトロニクス研究開発センター (CIES) による支援を受けた。

参考文献

- 1) T. Nakano, *et al.*, submitted to IEEE Trans. Magn.

追酸化処理 MgO バリア MTJ の TMR 特性と界面元素拡散

吉田 親子, 能代 英之, 山崎 裕一, 杉井 寿博
(富士通株式会社)

Tunnel magnetoresistance properties and interface diffusion of MTJs with post-oxidized MgO barriers
Chikako Yoshida, Hideyuki Noshiro, Yuichi Yamazaki, Toshihiro Sugii
(Fujitsu Limited)

はじめに

CoFeB/MgO/CoFeB を基本構造とする垂直磁化方式の磁気トンネル接合(MTJ)は、超低消費電力不揮発性メモリの有力な候補として、活発に研究開発が行われている。メモリの微細化が進むとともに MgO バリアを薄膜化する必要があり、それに伴いリークスポットの発生率が增大することが問題となっている(1)。MgO バリア薄膜は、MgO 焼結体ターゲットを直接スパッタにより形成するのが一般的である。我々は、MTJ ショートの原因を、未酸化の Mg が粒界等に存在することに起因すると考えた。そこで、成膜後に酸素を導入して酸化することで、未酸化の Mg が酸化されショート素子が減少するのではないかと考えた。本報告では、追酸化処理を行った MgO バリアを持つ MTJ を作製しその特性を調べた。また、走査型透過電子顕微鏡(STEM)を用いた電子エネルギー損失分光(EELS)により、界面の元素拡散を調べたので報告する。

実験方法および結果

MgOバリアは面積抵抗RAを約 $7 \Omega \cdot \mu m^2$ になるように、以下の条件で作製した。

後酸化処理なし：膜厚0.93 nm

後酸化処理あり：膜厚0.86 nm+酸素導入5 s

これらのMgOバリアを用い、図1(a)示す構造のMTJを作製し、そのMRループを測定した。

図1(b)(c)に抵抗-MR比の関係を示す。後酸化処理をすると、平均のMR比は約78%から約94%に向上し、また、ショート素子の割合も約11%から1%未満に減少することがわかった。

次に後酸化処理により MTJ の特性が改善した理由を探るため、TEM-EELS 深さ方向分析を行い、界面における元素拡散を調べた。その結果、後酸化処理を行った MgO の場合、表面側の MgO/CoFeB 界面近傍で Fe が酸化している可能性があることがわかった。一方、Fe が酸化されたためか、MgO 中への Fe の拡散は低減していることがわかった。ショート

素子低減は、MgO バリア中への Fe の拡散と関係があるかもしれない。また、MR 比の改善は、後酸化処理により局所的なリークスポットが減少し、TMR に寄与しない電流が抑制されことによると思われる。この後酸化処理を行った MgO バリアは大容量微細化メモリ材料として有望であると思われる。

本研究の一部は、総合科学技術・イノベーション会議により制度設計された革新的研究開発推進(ImPACT)プログラムにより、科学技術振興機構を通して委託されたものです。また、本研究の一部は、経済産業省と NEDO の「低炭素社会を実現する超低電圧デバイスプロジェクト」に係わる業務委託として実施した。

参考文献

(1) K. M. Bhutta, et al., J. Magn. Magn. Mater. 321 (2009) 3284.

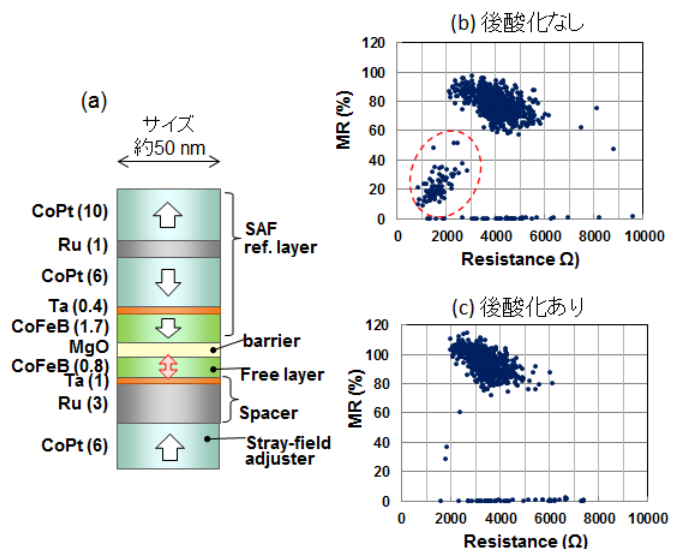


図1 (a) MTJ の構造、抵抗-MR 比分布：(b)後酸化なしの場合、(c)後酸化ありの場合。

逆磁歪効果を用いた STT-MTJ のスイッチング電流削減

高村陽太¹, 中川茂樹¹, 菅原聡²

(¹東京工業大学大学院理工学研究科電子物理工学専攻, ²東京工業大学像情報工学研究所)

Inverse-magnetostriction-induced switching current reduction for spin-transfer torque MTJs

Yota Takamura¹, Shigeki Nakagawa¹, and Satoshi Sugahara²

(¹Dept. of Physical Electronics, Tokyo Tech, ²Imaging Science and Engineering Lab., Tokyo Tech)

はじめに

スピントランスファトルク強磁性トンネル接合 (STT-MTJ; 以下, MTJ と略記) は, 磁気抵抗メモリ (STT-MRAM) や不揮発性を利用したロジックシステムなどの不揮発性メモリ素子として研究・開発が進められている. しかし, MTJ のスピン注入磁化反転 (CIMS) に必要な電流密度 J_c は小さくなく, 垂直磁化膜を用いた新型 MTJ や, デバイスサイズの微細化などによって MTJ への書き込み電流の削減が試みられているが十分ではない.

J_c の低減方法の一つとして, CIMS 時の磁化反転のエネルギーバリア Δ を低減させる手法がある. Saito らは, 逆磁歪効果を利用することで磁化反転磁界を低減させる技術を磁場書換型 MTJ に応用することを提案した¹⁾. このような圧力印加による逆磁歪効果は, CIMS における J_c 低減にも有効であると考えられる. MTJ のフリー層に磁歪係数が大きな強磁性材料を用い, 圧電体等により圧力を印加すれば J_c を低減できる可能性がある. 近年の圧電材料の高性能化により, 集積回路の動作電圧程度で数百 MPa の圧力が駆動できる. 本研究では, 逆磁歪効果と CIMS に援用する手法を提案し, その効果を解析した.

計算方法

計算は, STT を含む LLG (Landau-Lifshits-Gilbert) 方程式²⁾ を用いて行った. 逆磁歪効果は, 磁化の内部エネルギーに磁気弾性エネルギーを導入することで, LLG 方程式に組み込んだ. 温度は考慮せず, コヒーレントな磁化反転のみを対象とした.²⁾

MTJ の直径は 20nm, フリー層の厚さは 2 nm とした. フリー層の物性値は, 超磁歪材料である SmFe₂ のバルク値³⁾ を参考にし, 単位体積当たりの飽和磁気モーメントを 0.6 T, 磁歪係数を -1258 とした. また, 垂直方向の結晶磁気異方性定数は Δ が室温において $56k_B T$ となるように 0.53 MJ/m^3 , ダンピング定数 α は, 0.005 とした.

計算結果

図 1 にフリー層の面内に圧縮方向に圧力を印加した場合における磁化の内部エネルギーの角度依存性を示す. 圧力の印加により磁気異方性が変化する逆磁歪効果がよく再現された. また, 圧力を印加するにつれ Δ が減少することが分かる. 図 2 に J_c の圧力依存性を示す. 圧力を強めると, J_c はほぼ線形に減少する. 特に 190MPa 程度の圧力を印加したとき, J_c は, 圧力を印加しない場合, コヒーレントモデルでも J_c に比べて 50% 程度の削減も可能であることがわかった. 有限温度では J_c ははるかに低減する. 当日は温度・エラーレート等も考慮し, 議論を行う.

参考文献

- 1) N. Saito, M. Yamada, and S. Nakagawa, J. Appl. Phys. **103**, 07A706 (2008).
- 2) J. Z. Sun, Phys. Rev. B **62**, 570 (2000).
- 3) H. Samata, N. Fujiwara, Y. Nagata, T. Uchida, and M. D. Lan, Jpn. J. Appl. Phys. **37**, 5544 (1998).

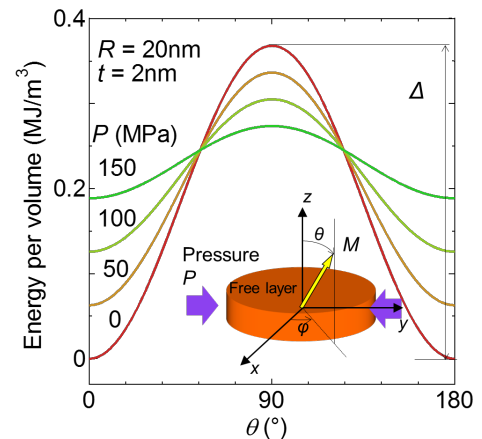


Fig. 1 Energy in magnetostrictive free layers

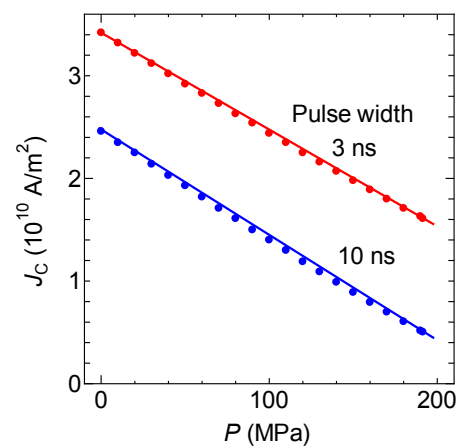


Fig. 2 J_c versus P

熱揺らぎを考慮したスピン注入磁化反転における 反転電流の損失定数依存性

山田啓介、仲谷栄伸

電気通信大学 情報理工学研究科

Effect of the Gilbert damping constant on the switching current in the spin-transfer switching with the thermal fluctuation interaction

Keisuke Yamada, and Yoshinobu Nakatani,

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

はじめに

近年、スピン注入磁化反転を利用した不揮発性磁気メモリの研究開発が盛んに行われている[1-5]。デバイスへの実用化に向けて、スピン注入磁化反転における反転電流(I_{sw})の低減が求められている。これまで反転電流の低減には、損失定数(α)の低減が有効であると考えられてきたが、以前我々は、マクロスピンモデルを用いてスピントルク注入磁化反転シミュレーションを行い、数 ns のパルス幅を持つパルス電流においては、損失定数がある閾値以下では、反転電流が低下しなくなることを示した[6]。この報告では、磁化反転が温度によって影響を受ける効果である“磁化の熱揺らぎ効果”を考慮した計算は行っていなかった。スピン注入磁化反転を利用した現実のデバイスは、有限温度で動作させるために、熱揺らぎの考慮が必要である。今回我々は、室温における熱揺らぎを考慮したスピン注入磁化反転における反転電流の損失定数依存性について、マクロスピンモデルにより調べた。さらに、それぞれの損失定数における反転電流に対する磁化反転確率の変化を調べ、熱揺らぎ効果による反転中の磁化の挙動について調べた。

実験方法

本計算では、マクロスピンモデルを用い、LLG 方程式の実効磁界に熱揺らぎ項($T = 300$ K)を加えて計算した[7]。反転シミュレーションで用いた磁化の初期磁化状態は、熱平衡状態の計算より求めた。反転確率を求める計算では、各点で 10 万回の計算を行い、確率を求めた。計算条件と材料定数は、[6]と同様にした。

実験結果

図 1 に、各パルス幅($t_p = 1, 10, 100$ ns)における反転電流の損失定数依存性について、 $T = 0$ K(点線)と 300 K(実線：反転確率=0.5 の電流値)の結果を示す。 $T = 300$ K の計算においても $T = 0$ K の計算と同様に、数または数十 ns のパルス幅を持つパルス電流において、反転電流の低減がある損失定数の閾値より起こらなくなることが明らかになった。また熱揺らぎにより、 $T = 0$ K の計算より一割ほど反転電流が小さくなることわかった。

図 2 に、各損失定数における反転電流に対する磁化反転確率の変化を示す($t_p = 1$ ns & $T = 300$ K)。図 2 では、反転電流(I/I_{sw})は、反転確率=0.5 の反転電流値(I_{sw})で規格化した値を用いた。図 2 より、 $I/I_{sw} > 1$ では反転確率の変化は損失定数にあまり依存しないが、 $I/I_{sw} < 1$ では損失定数に依存して反転確率が変化することがわかった。 $\alpha \leq 0.1$ の場合、損失定数の減少に伴い、反転確率が急激に変化することがわかった。この結果は、損失定数が小さいほど、熱揺らぎ効果による磁化反転中における磁化振動が減少することを示している。

本研究は NEDO により助成を受けて行われた。

参考文献

[1] J. Z. Sun, *Phys. Rev. B*, **62**, 570 (2000). [2] J. A. Katine, *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **84**, 3149 (2000). [3] J. Miltat, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **89**, 6982 (2001). [4] S. Mangin, *et al.*, *Nature Mater.* **5**, 210 (2006). [5] H. Tomita, *et al.*, *IEEE. Trans. Magn.*, **47**, 6, 1599-1602 (2011). [6] K. Yamada, *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **106**, 042402 (2015). [7] Y. Nakatani, *et al.*, *J. Magn. Mater.* **168**, 347 (1996).

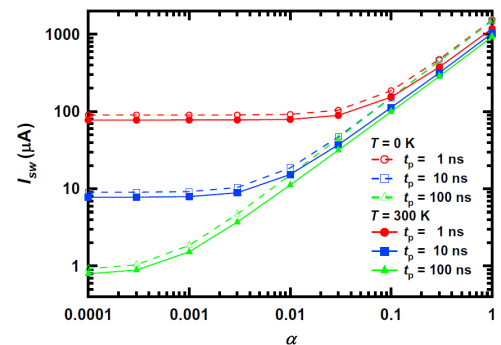


Fig.1 Effects of α and t_p on I_{sw} at $T=0, 300$ K.

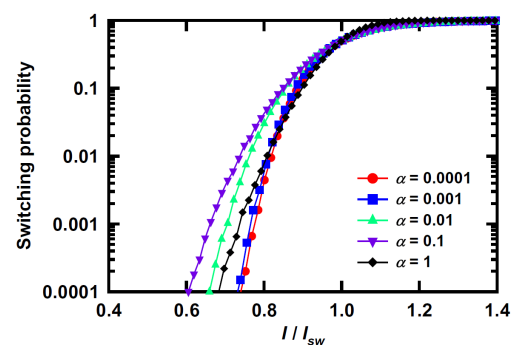


Fig.2 Effects of I/I_{sw} on the switching probability at $t_p = 1$ ns and $T = 300$ K.

Numerical study on microwave assisted spin transfer torque switching in a multilayer with perpendicular anisotropy

Hailun Yu¹, Xiaorui Ya¹, Terumitsu Tanaka¹, Kimihide Matsuyama¹

Graduate School of Information Science and Electrical Engineering,
Kyushu University, Fukuoka, 819-0395, Japan

Current information devices will be confronted with a serious physical limit in the lateral downsizing in the future. An alternative approach for continuous progress in the device performance is intensively demanded. An integration of multi functionality, such as memory and logic components, is a promising solution for an increasing requirement in various system applications^{1,2}). In the present study, an exchange coupled multilayer stack, was proposed as a quarterly state logic-in-memory structure, and fundamental device operations have been numerically demonstrated with micromagnetic simulations.

Figure 1 shows a schematic of designed device structure, which consists of ferromagnetic tri-layers with different perpendicular (layer M1, M3) and in-plane anisotropy (M2), embedded in the outside two fixed layers (F1, F2) used as spin injectors. The following magnetic parameters and structural design (noted in the figure) were optimized with preliminary simulations; $M_{s1}=M_{s3}=770$ emu/cm³, $M_{s2}= 800$ emu/cm³, $H_{k1}=10$ kOe (perpendicular), $H_{k2}=4$ Oe (in-plane), $H_{k3}=20$ kOe (perpendicular), damping constant $\alpha = 0.01$. Spin diffusion length in the magnetic multilayer was assumed to be 10 nm, considering the previously reported standard values for metallic ferromagnets.

Simulation results of data coding process are shown in Fig.1, that is, the perpendicular magnetization of the two layers (M1, M3) was selectively reversed with cooperative applications of a pulsed spin injection current and an alternative magnetic field, which frequency was adjusted as the individual resonance frequency of 22.5 GHz and 52.5 GHz, respectively. The magnetization direction of the M1 and M3 corresponds to the binary information. The coded data can be read out utilizing the difference of resonance profiles for quarterly states, as presented in the figure. The identical micromagnetic configurations for the data "10" and "01" ("00" and "11") enables a coincident logic, such as an exclusive-or operation.

Fig. 2 compares the selective switching property for various values of H_{k3} . The results present the current density margin for the selective switching of M1 and M3, performed with different rf frequencies of 22.5 GHz and 52.5 GHz, respectively. The operation margin for the smaller H_{k3} of 15 kOe was significantly reduced compared with that for $H_{k3} = 20$ kOe. While, the increase of H_{k3} results in the increase of current density for both of the two layers.

References

- 1) S. Sugahara et al., Appl. Phys. Lett., 84, 2307 (2004).
- 2) Y. Urazuka et al., IEEE trans. Magn.,52, Art. No. 3401303 (2014).
- 3) Jack Bass and William P Pratt Jr, J. Phys.: Condens. Matter 19 183201 (2007).

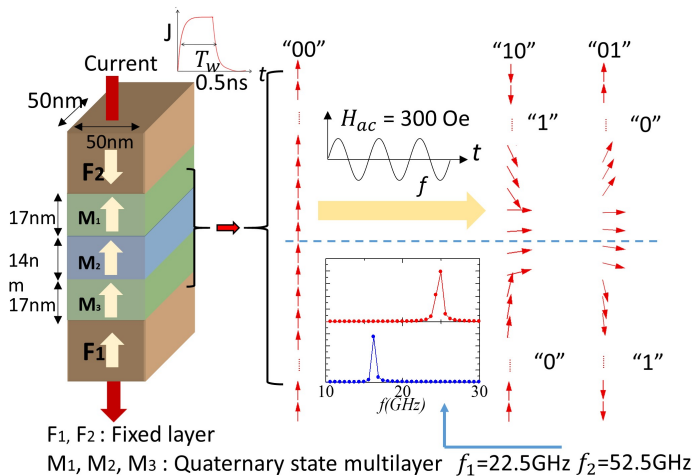


Fig. 1. Schematic of a designed vertically integrated logic-in-memory consisted of exchange coupled multilayer with different anisotropy. Fundamental exclusive or operation for the stored two bit binary data is also presented.

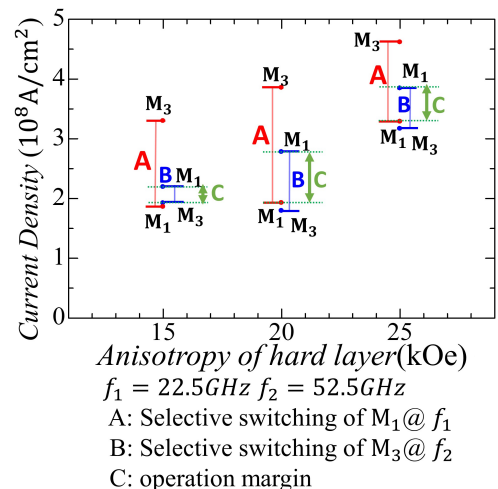


Fig. 2. Current density margin for the selective switching of the individual dot, conducted with various values of the perpendicular anisotropy of M3.