

強磁性金属のカイラル構造での非相反電気伝導の測定

村上 郁, 児玉 俊之, 富田 知志, 細糸 信好, 柳 久雄
(奈良先端大物質)

Measurement of non-reciprocal electrical conductivity in chiral structures of ferromagnetic metal

Kaoru Murakami, Toshiyuki Kodama, Satoshi Tomita, Nobuyoshi Hosoi, Hisao Yanagi

(Graduate School of Materials Science, Nara Institute of Science and Technology)

はじめに

電流の一方方向素子であるダイオードは整流効果をもたらし、エレクトロニクスには欠かすことができない。現在、ダイオードと言えば半導体の pn 接合を用いた半導体ダイオードを意味する。一方、本研究では半導体を用いずに一方方向素子を実現するために「磁気カイラル異方性」を利用する。この性質は磁性体でカイラル（螺旋）構造を作製することで現れる。電気伝導に対する磁気カイラル異方性は、外部から磁場をかけた状態では報告されているが、これでは応用が難しい。そこで本研究では無磁場下での磁気カイラル異方性による非相反電気伝導の観測を目指している。

試料作製方法

シリコン基板に SU8 レジストをフォトリソグラフィで V 字型にパターニングした。この試料にコバルト (Co) をスパッタリング成膜した後、電磁石を用いて面内方向に 1 kOe の磁場を印加した。その試料を N-メチル-2-ピロリドンに浸けることにより、パターニングした V 字部分の先端が基板から剥離した。その時 Co 膜中の応力により V 字構造が巻き上がった。Fig.2 (a)に示すように V 字頂点の右側には右巻き、左側には左巻きの Co 薄膜のカイラル構造が同時に作製できる。

測定結果と考察

ナノプローブ装置（日立 NE4000）中で 4 端子法電気伝導測定を行った結果を Fig.2 に示す。Fig.2 (a)は電気伝導測定時の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像である。Fig.2 (b)の○はプローブ 1 から 4 に電流を流し、プローブ 2 と 3 の電位差を測定した結果である。Fig.2 (b)の×はプローブ 4 から 1 に電流を流し、プローブ 3 と 2 の電位差を測定した結果である。約 275 Ω とコバルト薄膜の細線として妥当な電気抵抗が測定できており、接触抵抗は無視できることがわかる。磁気カイラル異方性が発現すれば、電流の向きに応じて抵抗が変化するはずである。しかしながら、電流の向きを逆転させても抵抗の値はほぼ同じであった。これは Co の保磁力が小さいために、巻き上げ後に磁化を保っていないことが原因と推察される。今後は、より保磁力の大きな磁性金属を用いてカイラル構造を作製し、測定する予定である。

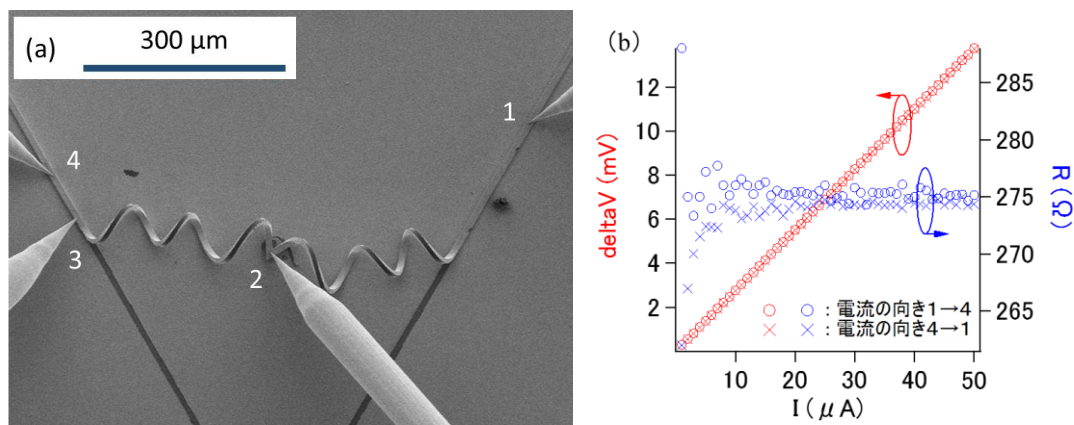


Fig.2 In-situ SEM image of chiral-structure (a) and measured electrical characteristics (b)

参考文献

- 1) G. Rikken et al., *Phys.Rev.Lett.* **87**, 236602 (2001).

磁性細線への磁区形成における記録ヘッドー細線間距離の検討

奥田 光伸、川那 真弓、宮本 泰敬
(NHK 放送技術研究所)

Study on Recording Head-Magnetic Nanowire Spacing
for Formation of Stable Magnetic Domains in [Co/Pd] Nanowire

M. Okuda, M. Kawana, Y. Miyamoto
(NHK Science & Technology Research Labs.)

はじめに

近年、磁性細線における磁壁の電流駆動に関する研究¹⁾に注目が集まり、レーストラックメモリ²⁾に代表される新しい原理のメモリが提案されている。我々は磁性細線を並列に複数配置し、それらの磁区をパルス電流印加によって同期駆動する新しい超高速磁気記録デバイスの実現を目指して、[Co/Pd]磁性細線の基礎研究を進めている³⁾。この動作を実証するため、HDD用磁気ヘッドを2次元コンタクトスキャンすることによって試料表面の磁化状態を観察する nano-MDS (Magnetic Domain Scope for wide area with nano order resolution)法⁴⁾を用い、磁性細線の一端に設置した記録ヘッドで磁区を形成した後、パルス電流によりその磁区を細線に沿って駆動し、さらにその磁区を他端の再生ヘッドで検出する実験を行っている。このとき、磁性細線に軟磁性下地層(SUL)を付与すると安定して磁区形成できるが、電流駆動の際に磁区長が不安定になる他、磁壁の移動速度も遅くなるという問題があった⁵⁾。そこで、SULのない磁性細線においても安定して磁区形成・磁区駆動できるよう、記録ヘッドー磁性細線距離(SP)に対する磁化反転の様子を調査したので報告する。

実験方法

イオンビームスパッタ法および電子線リソグラフィーにより、それぞれ(a)SULなし、(b)SUL: $^{79}\text{Ni}^{16}\text{Fe}^5\text{Mo}$ (30 nm)の上に、[Co/Pd]垂直磁化多層膜を表面熱酸化 Si 基板上に 30 nm 堆積して磁性細線を作製した。細線幅は 150 nm、細線長は 20 μm とした。nano-MDS の記録ヘッドにより、下向き磁界を印加しながら磁性細線表面を走査してその磁化方向を全て下向きに揃え初期化した後、上向き磁区を形成するように逆向きの記録電流 I_{write} を印加した。磁気ヘッドの"ABS"側には DLC(diamond like carbon)保護層を付与しているが、その層厚の異なる磁気ヘッドを用いることで SP を変化させ、上向き磁区の形成に必要な I_{write} を調査した。

実験結果

Fig.1 は(a)、(b)それぞれの SUL 条件において SP を変化させた場合の、[Co/Pd]磁性細線の磁区反転確率と記録電流の関係を示したものである。どちらの細線においても、SP を短縮することで逆磁区の形成に必要な I_{write} を低減できることが確認できる。また、(a) SUL 無しの細線構造であっても SP を 1 nm まで短縮させることによって、(b) SP を 3nm 程度まで近接させたときの SUL を付与した細線と同等の記録効率が得られるものと見積もられる。保護層厚の調整以外に記録ヘッドを磁性細線へ近接させ磁束集中させる手段をさらに検討したので、詳細を当日報告する。

参考文献

- 1) H. Tanigawa *et al.*: *Appl. Phys. Express*, **2**, 053002 (2009).
- 2) S. S. P. Parkin *et al.*: *Science*, **320**, 190 (2008).
- 3) 宮本他: 映像情報メディア学会誌, **68**, (1), J34 (2014).
- 4) 近松他: 日本磁気学会会報まぐね, **6**, (6), 357 (2011).
- 5) M. Okuda *et al.*: *13th Joint MMM-Intermag Conference* (BB-10) (to be published in *IEEE Trans. Magn.* in 2016.)

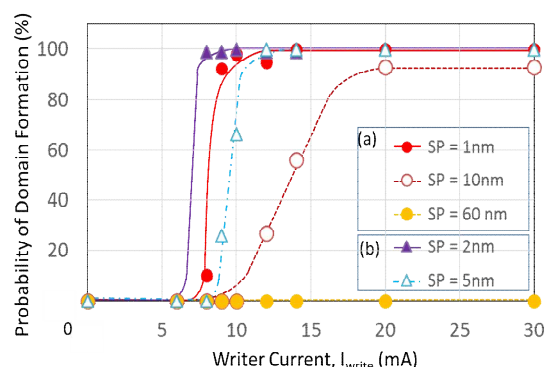


Fig.1 Probability of domain formation dependence of writer current for [Co/Pd] nanowire (a) without and (b) with SUL at different head-nanowire spacing.

ナノインプリント法で作製した磁性細線への磁界変調記録

鷲見 聡、吉村瞭吾、森林顕彦、黒川雄一郎、栗野博之
(豊田工業大学)

Magnetic field modulation writing in RE-TM magnetic nano wires with a nano imprinted plastic substrate
Satoshi Sumi, Ryogo Yoshimura, Akihiko Moribayashi, Yuichiro Kurokawa and Hiroyuki Awano
(Toyota Technological Institute)

はじめに

磁性細線を用いた電流駆動型メモリは低消費電力で大容量・高速動作が期待できるため活発な研究が行われている。われわれは、希土類遷移金属磁性膜を用いることで低電流駆動や高速化が可能なこと 1)、ナノインプリント法で磁性細線が出来ることから安価に作製できる可能性があることを報告してきた 2)。今回、ナノインプリント法で作製した磁性細線に磁界変調書込みを行い、良好な磁区が形成されることを確認したので報告する。

実験方法

Figure 1 にナノインプリント法で作製した磁性細線の構造を示す。Zeonor 基板 (0.188mm) に石英スタンプを使いナノインプリント法にて幅 80-120nm、深さ 110nm、Duty 比 1:5 の溝を転写した。その上に MgO 下地層 10nm、TbCo 磁性層 7nm、Pt 保護層 3nm をそれぞれスパッタ法にて積層した。ランド部とグルーブ部の磁性膜は溝が深くアスペクト比が大きいため、磁氣的に分離されランド部に磁性細線が形成される 2)。記録は HDD 用汎用垂直磁気ヘッドを搭載した nano MDS 測定装置を用い、記録磁区は同装置の TMR センサにより漏れ磁束分布から観察した 3)。

結果

Figure 2 に磁区像より求めた記録開始磁界電流 I_{in} と飽和記録磁界電流 I_s を示す。記録ヘッドの走査速度は 100 μ m/sec、記録周波数は 100Hz である。図中に溝幅 80nm の記録磁区像を示す。ランド上に良好な記録磁区が形成されている。また、記録磁界電流 I_{in} と I_s は溝幅が狭くなるにつれ低下する。磁性細線幅によらず良好な記録磁区が得られナノインプリントによる磁性細線作製法は有望な手段であることが分かった。

本研究は、文部科学省「私立大学戦略的研究基盤形成支援事業」(2014-2018)、JSPS 科研費 No.26630167 (2014-2016)の支援を受けて行われた。

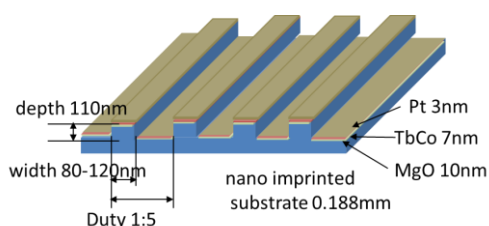


Figure 1. Structure of Pt/TbCo/MgO nano wires on a nano imprinted plastic substrate.

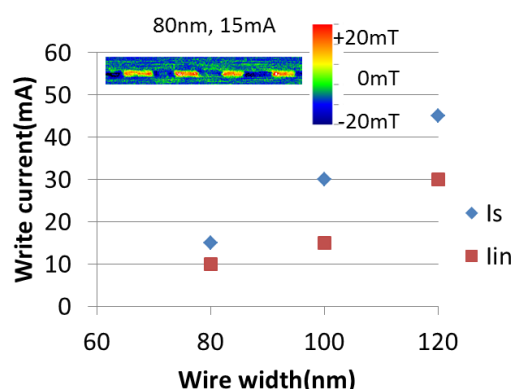


Figure 2. Domain images of 80nm Pt/TbCo wire and writing currents for a wire width of 80, 100, 120nm.

参考文献

- 1) D. Ngo, K. Ikeda, and A. Hiroyuki. Applied Physics Express, Vol. 4, No. 9, 093002(2011)..
- 2) A. Takeuchi, T. Asari and H. Awano; 59th Annual conference on MMM, November, 2014
- 3) T. Chikamatsu, A. Ogawa, and T. Mizuno; Magnetism Japan 6(6), 357(2011) .

Nd 下地層を施した Si 基板への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜

竹馬 雄*, 山下 昂洋, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊 (長崎大学)

Nd-Fe-B film magnets deposited on Si substrates with Nd under-layer

Y. Chikuba, A. Yamashita, T. Yanai, M. Nakano and H. Fukunaga (Nagasaki University)

1. はじめに スパッタリング法を用いた Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の作製が報告される中⁽¹⁾⁽²⁾, 我々は PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い, 熱酸化膜付き Si 基板上に 15 at. %以上の Nd を含有する等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜することにより, 試料の破壊 (膜の剥離や基板の破壊) を抑制し, 150 μm 程度までの厚膜化を実現してきた⁽²⁾. しかしながら, 上記の化学量論組成を大幅に超える Nd 含有量は, 保磁力を向上させる一方, 残留磁気分極や $(BH)_{\text{max}}$ の低下を招く. 最近, その Nd 含有量を多く含む試料の微細構造を断面観察したところ, Si 基板と Nd-Fe-B 系磁石膜の界面に厚さ 1 μm 程度の Nd 層が析出する事が確認され, Si 基板と Nd₂Fe₁₄B 相の中間の線膨張係数値を有する Nd 元素の層が, 試料の破壊現象を防ぐ一つの要因と推察される.

本研究では, 磁石膜と Si 基板の界面に 1 μm 厚以上の 4 種類の厚みの Nd 下地層を設け, その下地層の上に Nd₂Fe₁₄B とほぼ同じ組成の磁石膜を作製する手法を試み, Si 基板上の等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜の磁気特性向上を検討した.

2. 実験条件 本実験では真空中度 $2.0 \sim 8.0 \times 10^{-5}$ Pa 程度のチャンパー内で回転するターゲットに, Nd-YAG パルスレーザを照射することで, 対面に設置した(100)単結晶 Si 基板に堆積させた. ①下地層形成のための Nd 単体ターゲット, ならびに②磁石膜を成膜するための Nd₂Fe₁₄B 合金ターゲットの 2 種類のターゲットを自公転ターゲットホルダーに設置した. Nd 下地層の厚みは, 成膜速度より 1, 3, 3.5, 5 μm の 4 水準の厚みに制御した. レーザパワーを 4 W, ターゲットと基板間の距離を 10 mm に固定し, 成膜直後のアモルファス状態の試料を保持時間約 3.5 sec のパルス熱処理により, Nd₂Fe₁₄B 相を形成した. 磁気特性の測定は VSM, 膜組成の評価と表面観察には SEM(EDX 機能付き)を用いた.

3. 実験結果 Fig.1 は, 各厚みの Nd 下地層の上に, Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜し, 熱処理後に「Si 基板からの磁石膜の剥離」や「Si 基板自体の破壊」等が生じなかった試料に関して, 膜厚と組成の関係を示したものである. 縦軸の Nd 含有量は, Nd 下地層の上に Nd-Fe-B 膜を堆積した後の as-depo 試料において評価したものであり, 10 μm 以上の Nd-Fe-B 膜の厚みを鑑みると下地層が組成評価へ及ぼす影響は少ないものと判断した. 更に, Fig.中の横線は Nd₂Fe₁₄B の化学量論組成付近の Nd 含有量を示すものである. Nd 下地層の厚みの増加に伴い, 得られる磁石膜の最大膜厚が増加する傾向が観察される. 例えば, Nd 下地層の厚みを 5 μm まで増加すると, Nd-Fe-B 系磁石膜の膜厚は最大で 60 μm 程度まで向上できることが明らかとなった. 既報の Nd 下地層を施さずに Nd₂Fe₁₄B 組成付近の試料を Si 基板上に直接成膜した際に, 機械的破壊が生じず再現性良く得られた試料の膜厚は最大で 10 μm 程度⁽²⁾であり, 本実験では, 同程度の Nd 含有量の Nd-Fe-B 系磁石膜に対し, Nd 下地層を用いることで大幅にその膜厚が増加できる事を明らかにした.

その一方で, Fig.1 の実験においては, 試料の破壊現象も

一部観察された. 例えば, Nd 下地層の 1 もしくは 3 μm の薄い下地層を施した際, Nd-Fe-B 系磁石膜の厚みが 30 μm の範囲において, Si 基板内部からの破壊が生じる現象が一部見られた. これは, 短時間の成膜により島状の下地層が形成され, Si 基板上に直接 Nd-Fe-B 系磁石膜が成膜された箇所が一部生じ, 応力緩和が不十分な箇所が生じたためと考えられる. 加えて, Nd 下地層の厚みを 5 μm とした際, 60 μm までの厚膜化を達成した一方, 20 μm 程度の薄い Nd-Fe-B 系磁石膜において, 基板から Nd-Fe-B 系磁石膜が剥離する現象が一部見られた. この結果は, 既報の自然に形成された Nd 層⁽²⁾と本実験での人工的に作製した Nd 下地層では, 基板と試料の界面に働く密着力に果たす役割が異なることを示唆している. 以上の再現性の問題を鑑みて, 発表迄に Fig.1 に関しデータの積み重ねを行う予定である.

Fig.1 において, 最も厚い磁石膜の試料 (Nd 下地層: 5 μm) の減磁曲線(実線)を Fig.2 に示す. ここでは, 従来の手法である Si 基板に Nd 下地層なしで直接成膜したほぼ同程度の膜厚を有する Nd-Fe-B 系磁石膜を併せて記載する(破線). ただし, その試料の Nd 含有量は約 23 at.%である. Nd 下地層を用いることで, 60 μm 程度の厚みの試料において, Nd 含有量を大幅に低減でき, 残留磁気分極と $(BH)_{\text{max}}$ を向上できた. 今後, 下地層に Nd リッチな Nd-Fe-B 膜も検討する.

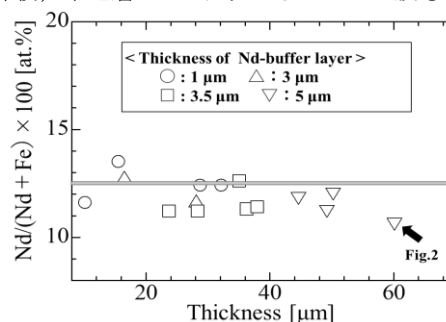


Fig.1 Nd-Fe-B film magnets deposited on Nd under-layers with various thickness.

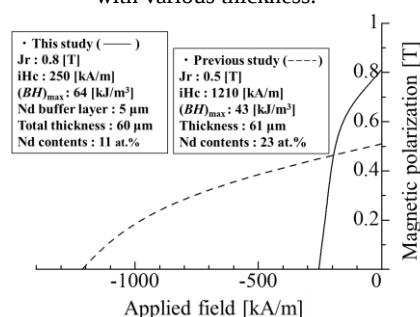


Fig. 2 Demagnetization curves of Nd-Fe-B films deposited on Si substrates with Nd under-layer or without Nd under-layer.

文 献

- (1)小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-170(2012).
 (2) M. Nakano et. al., IEEE Trans. Magn. 51, #2102604(2015).

MEMS 応用を鑑みガラス基板上に成膜した Pr-Fe-B 系磁石膜の諸特性

廣瀧 敬士* 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Various properties of Pr-Fe-B thick films deposited on glass substrate for the application of MEMS

Keishi Hirotaki *, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotoshi Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに

MEMS(Micro-electromechanical system)技術への磁石膜の応用を考慮し、金属基板以外のガラス基板⁽¹⁾や Si 基板⁽²⁾への異方性 Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜が報告されている。それらの試料は、磁気特性は優れているものの、(1)厚みが 20 μm 程度にとどまっており、十分な磁界を外部へ供給するには更なる厚膜化が望まれる、(2)微細加工において支障を生じる「Ta 下地層の利用」を極力避けたい等の要望が指摘されている。本研究では、成膜速度が数 10 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以上の PLD(Pulse Laser Deposition)法を用い、下地層施さないガラス基板上に Pr 含有量を制御した等方性 Pr-Fe-B 系磁石膜を成膜し、100 μm までの厚膜化と微細加工への応用を検討した。

実験方法

約 6.5 rpm で回転させた $\text{Pr}_x\text{Fe}_{14}\text{B}$ ($x=1.6\sim 2.4$)合金ターゲットに、波長 355 nm の Nd:YAG レーザを照射し、ターゲットーガラス基板間の距離を 10 mm として成膜した試料は非晶質であったため、熱処理時間 3.8~4.1 s 程度でパルスアニーリングを施し等方性 Pr-Fe-B 系磁石膜を作製した。熱処理後の試料に、印加磁界 7 T のパルス着磁を行い、最大印加磁界 2.5 T のもと VSM で磁気特性を評価した。膜厚はマイクロメータで、組成は SEM-EDX で Pr と Fe の含有量を測定した。微細構造は透過電子顕微鏡で観察した。

実験結果

ターゲットの Pr 含有量を変化させ、ガラス基板上に直接成膜した磁石膜の Pr 含有量を 12.5 at.%以上にする事で、試料の破壊(剥離や基板の破壊)を抑制できることを確認した。膜厚 30 μm 以上、Pr 含有量 12.5 at.%以上の試料に関し、磁気特性の Pr 含有量を評価した結果を Fig.1 に示す。Pr 含有量の増加に伴い残留磁気分極は低下し、保磁力は向上する。これは、Pr 含有量の増加に伴い、Pr を含む非磁性成分が粒界層に析出し、残留磁気分極

(飽和磁気分極)を下げる一方で、粒界の交換結合を低減させ保磁力が向上したものと考えられる。Fig.2 に膜厚 100 μm 以上の試料において、最も優れた磁気特性を有する J-H ループを示す。試料の Pr 含有量 14.6 at.%において、最大値 $(BH)_{\text{max}}:70 \text{ kJ}/\text{m}^3$ を確認した。本学会発表では、XRD や TEM による結晶構造ならびに微細構造の観察と微細加工を施した結果についても併せて報告する。

参考文献

- (1) 上原, 日本応用磁気学会誌, **28**,1043-1048(2004).
- (2) Chao Zhi *et al.*, *Int. J. Automation Technplogy*, **7**, 196(2013).

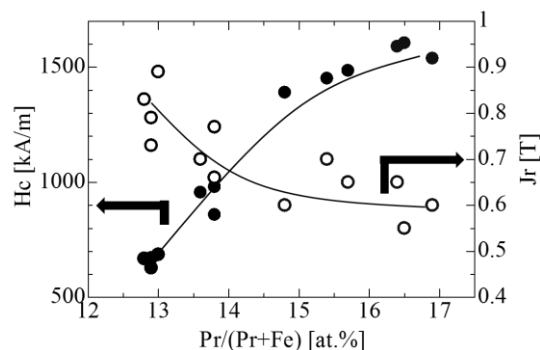


Fig.1 J_r and H_c as a function of Pr contents (Glass substrate)

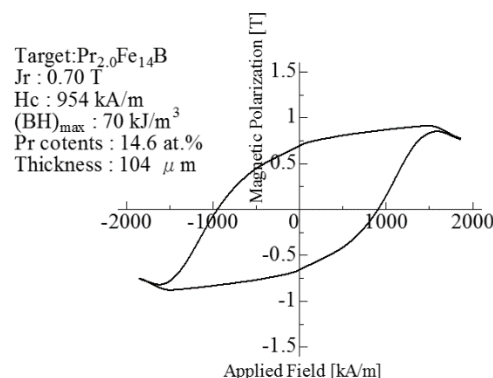


Fig.2 J-H loop of Pr-Fe-B film on glass substrate

マルチターゲット利用レーザー蒸着法により作製した Pr-Fe-B 系ナノコンポジット磁石膜の微細構造ならびに磁気特性

山下 昂洋* 黒崎 陽 柳井 武志 中野 正基 福永 博俊 (長崎大学)

Microstructure and magnetic properties of Pr-Fe-B nano-composite film magnets prepared using laser deposition technique with a multi-target

A. Yamashita*, A. Kurosaki, T. Yanai, M. Nakano and H. Fukunaga (Nagasaki University)

1. はじめに

$\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁性相は、室温での飽和磁気分極値(1.56 T)が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁性相の値(1.61 T)に比べ劣るものの、その結晶磁気異方性定数 ($K_u=6.8 \text{ J/m}^3$) が、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁性相($K_u=4.5 \text{ J/m}^3$)に比べ 1.5 倍程度の値を有するため⁽¹⁾、ナノコンポジット磁石のハード相として期待され、いくつかの報告がなされてきた⁽²⁾。

本研究では、上記の Pr-Fe-B と高飽和磁気分極を有する Fe-Co のマルチターゲットを用いたナノコンポジット磁石膜を作製し、その微細構造ならびに磁気特性を評価したので報告する。

2. 実験方法

真真空度 $2\sim 6\times 10^{-5}$ Torr のチャンバー内で約 6.5 rpm で回転させた $\text{Pr}_x\text{Fe}_{14}\text{B}(x=2.2, 2.4)$ ターゲットに $\text{Fe}_{66}\text{Co}_{34}$ ターゲットを表面積の割合として 10 % マスクしたマルチターゲットの表面に、 10 J/cm^2 以上の高エネルギー密度の Nd:YAG レーザ(波長:355 nm)を 30 もしくは 60 分照射し、Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜を成膜した。成膜後の試料は、Pr-Fe-B 層がアモルファス構造であったため、結晶粒の微細化に有効であるパルス熱処理を用い、結晶化させた。具体的な熱処理条件として、 $2\sim 6\times 10^{-4} \text{ Pa}$ の高真空中に試料を設置し、定格出力 8 kW の赤外線出力で 2.0~2.2 s 程度の著しく短い時間により熱処理を施した。試料の微細構造観察ならびに元素マッピングには、透過電子顕微鏡 (日本電子製: JEM-ARM200F ならびに JEM-2100F) を用いた。

3. 実験結果

図 1 は、 $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相をハード相、ソフト相に Fe-Co 系磁性膜を採用した Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜に関して、保磁力ならびに残留磁気分極値の Pr 含有量依存性を示している。図には比較のため、我々が過去に報告した Pr-Fe-B/ α -Fe ナノコンポジット磁石膜の磁気特性も併せて示している⁽³⁾。特に Pr 含有量が 8~9 at.% 付近の両試料を比較すると、

Fe-Co 系磁性膜をソフト相に用いた試料は、既報の試料に比べ残留磁気分極値の向上を確認した。

更に本研究では、熱処理後ならびに成膜直後の試料に対して透過型電子顕微鏡により断面を観察した。成膜直後の試料を観察すると、Pr-Fe-B 相と Fe-Co 相が積層周期 30 nm 程度の積層型構造を有していたものの、熱処理を施すことにより、結晶粒径は 10~30 nm 程度の分散型ナノコンポジット磁石膜に変化することが確認された。本発表では上述の熱処理を通じて微細構造が変化する原因に関し、微細構造観察ならびに元素マッピングの結果も踏まえて報告する。

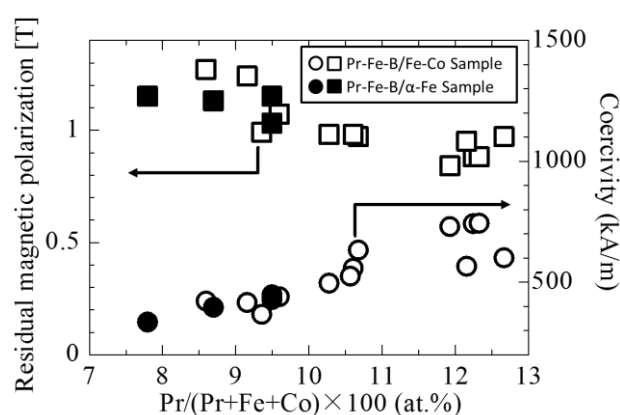


図 1 Pr-Fe-B/ α -Fe ならびに Pr-Fe-B/Fe-Co ナノコンポジット磁石膜における磁気特性の Pr 含有量依存性

Fig. 1 Magnetic properties as a function of Pr contents in Pr-Fe-B/ α -Fe together with Pr-Fe-B/Fe-Co film magnets.

謝辞 本実験での微細構造観察は、日本電子株式会社所属の森山和彦様ならびに鈴木敏之様に行って頂きました。紙面をお借りして、感謝申し上げます。

参考文献

- 1) S. Hirose et al., *Journal of Applied Physics*, Vol. 59, pp. 873-879 (1986).
- 2) F. Yamashita, et al., *Journal of Applied Physics*, Vol. 109, No.7, pp. 07A701-1~3(2011).
- 3) A. Yamashita et al., *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol.55, No.7A3. (2016) (in press) .