Magnetocardiogram measurement using SQUID magnetometer and Magneto-Impedance sensor

K. Kobayashi¹, M. Iwai¹, T. Tanaka², Y. Hata², Y. Ogata², B. Kakinuma² ¹Iwate University, ²Advantest Laboratories Limited

Magnetocardiogram (MCG) is useful for a clinical application and a health monitoring because it's possible to measure the heart activity without contact. In generally, MCG measurement was used a SQUID magnetometer. For daily health monitoring applications, MCG measurement devices need to be easy to handle. Specifically, it is highly desirable that operations in easy handing, without liquid helium and a magnetically shielded room (MSR). The SQUID magnetometer is high cost of equipment, high running cost due to the liquid helium and necessity of a MSR. On the other hand, A magneto- impedance (MI) sensor can use in room temperature and has a low noise level theoretically [1], [2]. Then we developed 64 channels MI sensor system for MCG measurement. We demonstrate MCG signals measured the SQUID magnetometer and the MI sensor.

MCG measurement for the SQUID magnetometer [3] was performed inside the MSR. The data among 150 trials were averaged for reduction noise. This averaged data is used as the reference signal, because it is high SNR MCG signal. MCG measurement for the MI sensor was performed outside the MSR. The minimum interval between the MI sensor and the chest wall of a normal subject was 5 mm. Noise rejection was carried out by time and spatial average using 64 position data. For time average, all magnetic data were averaged using among 300 trials at each position. For spatial average, 64 position data was compressed into 36 position data. As a result, MCG waveforms of 36 channels in Fig. 1 were obtained, and the QRS complex and T wave could be shown clearly. Compared to the reference signal measured with the SQUID magnetometer, similar characteristics were obtained for the signal measured with the MI sensor. The developed MI sensor system is effective in the health monitoring application.

This study was approved by the Ethics Committee of the Iwate Medical University (No. H22–147) and that of the Iwate University (No. 201704).

Reference

- 1) L. V. Panina and K. Mohri, Appl. Phys. Lett. 65 (9) (1994) 1189.
- 2) L. G. C. Melo, D. Menard, A. Yelon, L. Ding, S. Seaz and C. Dolabdjian, J. Appl. Phys. 103 (2008) 033903.
- 3) M. Yoshizawa et al., Phys. C., 426 (2005) 1572.



Fig.1 36ch MCG waveforms after time and spatial averaging.

-61 -

Recent Progress of Biomagnetic Field Sensors with Ferromagnetic Tunnel Junctions

Yasuo Ando

(Department of Applied Physics, Graduate School of Engineering, Tohoku University)

The discovery of large tunnel magneto-resistance (TMR) effect at room temperature (RT) in magnetic tunnel junctions (MTJs) spurred intensive investigation of MTJ applications for spintronics devices. For sensor application, high sensitivity, low power consumption, small device size and low cost make it prime candidate of the next generation magnetic field sensor such as a bio-magnetic field sensor [1,2]. It needs individual MTJs with a large sensitivity over 10%/Oe and 100 x 100 integrated MTJs to achieve enough output signal and S/N ratio. Here, sensitivity is defined as TMR-ratio/2Hk, where Hk is anisotropy field of the free layer. SQUID is currently the most sensitive of the magnetic sensor and is used for the measurement of biological fields. The sensor with MTJs has much advantage, in particular, the device can operate without liq. He, that is, the sensor can be used at room temperature. Therefore, we expect that the device can have wide application. We prepared the biomagnetic field measurement sensor with a magnetic field sensor module incorporating various circuits such as a bridge, an amplifier, a filter, etc., for improving the S / N ratio was fabricated. Using this module, a cardiac magnetic field was successfully measured. In addition, by canceling the environmental noise using two sensor probes, it was shown that a signal can be detected even outside the magnetic shield. In this presentation, we show the detailed characteristics of this sensor. The necessary technical challenges toward its realization and the feasibility in the future are discussed

This work was supported by the Center for Spintronics Research Network (CSRN), S-Innovation program, Japan Science and Technology Agency (JST) and Center of Innovative Electronic Systems.

Reference

- 1) K. Fujiwara, M. Oogane, T. Nishikawa, H. Naganuma and Y. Ando, Jpn. J. Appl. Phys., 52, 04CM07 (2013).
- D. Kato, M. Oogane, K. Fujiwara, T. Nishikawa, H. Naganuma, and Y. Ando, Appl. Phys. Express, 6, 103004 (2013)..

Evaluation of harmonic magnetization properties of clinical magnetic nanoparticles for magnetic particle imaging

Takashi Yoshida, Satoshi Ota^{*}, Takuru Nakamura, Ryoji Takeda^{**}, Yasushi Takemura^{**}, Ichiro Kato^{***}, Satoshi Nohara^{***}, and Keiji Enpuku

Department of Electrical Engineering, Kyushu University, Fukuoka, Japan

* Department of Electrical and Electronic Engineering, Shizuoka University, Hamamatsu, Japan

** Department of Electrical and Computer Engineering, Yokohama National University, Yokohama, Japan

*** The Nagoya Research Laboratory, Meito Sangyo Co. Ltd., Kiyosu, Japan

1. Introduction

Magnetic nanoparticles (MNPs) have been widely studied due to their potential use in biomedical applications such as drug delivery, hyperthermia and magnetic particle imaging (MPI). Recently, MPI is attracting extensive attention as a new modality for imaging the spatial distribution of MNPs¹. In this paper, we first overview the basic principle of MPI and MPI scanner. We then evaluate the harmonic magnetization properties, which are directly related to the sensitivity and spatial resolution in MPI, of clinical MNPs.

2. MPI scanner and Magnetic Nanoparticles

MPI, which was first proposed by Gleich and Weizenecker in 2005, is a new modality for the imaging of the spatial distribution of MNPs, especially for in-vivo diagnostics ¹). In MPI, harmonic magnetizations of MNPs under an AC excitation field are sensitively detected to avoid interference between the excitation field and detection coil. To achieve MPI images with a high spatial resolution, a DC gradient field (selection field), which generates the field free point (FFP), as well as an AC excitation field (drive field) are used. MNPs located around FFP generate rich harmonic magnetizations since relatively large AC excitation field and small or zero DC field are applied. On the other hand, all other MNPs located far from the FFP do not generate harmonic magnetizations since they are exposed to large static field. Thus, high spatial resolution can be achieved by scanning the FFP though field of view (FOV). So far, two MPI scanners have been commercialized ^{2), 3)}. Figure 1 shows an MPI scanner developed in Kyushu University. The setup is composed of an AC coil for drive field, Nd-Fe-B permanent magnets for selection field, and pickup coil. The amplitude and the frequency of the uniform AC drive field is 3.5 mT and 3 kHz, respectively. The strengths of gradient selection field are 1 and 2 T/m for *x-* and *y*-directions, respectively. The third harmonic magnetization from MNPs located around FFP is detected via pickup coil as an MPI signal.

Experiments were performed using water-based maghemite nanoparticles (CMEADM-004, CMEADM-023, CMEADM-033, and CMEADM-033-02). These nanoparticles were supplied by Meito Sangyo Co. Ltd., Kiyosu, Japan. These MNPs were coated by carboxymethyl-diethylaminoethyl dextran, and their core and hydrodynamic diameters are listed in Table 1. Carboxymethyl-diethylaminoethyl dextran-coated iron oxide nanoparticles are negatively charged and are used as a blood-pooling contrast agent ⁴).



Fig. 1 MPI scanner.



Fig. 2 2D MPI images of the (a) I:CMEADM-004, (b) II:CMEADM-023, (c) III:CMEADM-033, and (d) IV:CMEADM-033-02.

3. Results and Discussion

Figure 2 shows the intensity of the third harmonic magnetization (MPI signal) map of each sample when the sample was mechanically scanned. The FFP is located at the center of each map. The value of maximal intensity and the full width at half maximum (FWHM) of the MPI signal are listed in Table 1. These values are normalized by those of Sample I. The maximal third harmonic intensity of Sample II was higher than that of Samples I and III because the core diameter, d_c , of Sample II is larger than those of Samples I and III ⁵). The measured MNP samples are composed of the particles divided into three types of the structures such as the single-core, multi-core, and chain ⁵). In particular, the multi-core structure promotes the magnetization and third harmonic signal because of the large size of the effective core ⁶). The typical effective core sizes, d_{c_eff} , estimated from the static *M*-*H* curves are listed in Table 1. The third harmonic intensity of Sample II whereas d_c is smaller than that of Sample II. This indicates that large portion of Sample IV was higher than that of Sample II whereas d_c is smaller than that of Sample IV was prepared by collecting the MNPs with large d_{c_eff} by magnetic separation from Sample III ⁵). This can be found from the value of d_c_{eff} for Sample IV, i.e., 21.3 nm.

In Table 1, the third harmonic magnetization normalized by the fundamental magnetization, M_3/M_1 , is listed. For the estimation of M_3/M_1 , the AC magnetization signal was measured when an excitation field intensity of 10 mT and frequency of 10 kHz was applied. The measurements and estimations of M_3/M_1 were performed at Yokohama National University and Shizuoka University. As shown in Table I, the FWHM correlates with the M_3/M_1 . Sample IV shows the highest M_3/M_1 and the smallest FWHM among all four samples. In particular, M_3/M_1 of Sample III was higher than that of Sample II and the FWHM of Sample III was smaller than that of Sample II, although the maximal intensity of the MPI signal of Sample III was lower than that of Sample II. It suggests that the difference in the structures of Samples II and III influences the maximal intensity and the FWHM of the MPI signal.

Sample # :	$d_{ m c}$	$d_{\rm c eff}$ (nm)	$d_{ m h}$	Maximal intensity of	FWHM	M_3 / M_1
Measured MNP	(nm)	/	(nm)	MPI signal		
I: CMEADM-004	4	5.4	38	1	1	0.0728
II: CMEADM-023	8	7.4	83	3.9	0.86	0.0975
III: CMEADM-033	5-6	5.6 (21.3)	54	3.1	0.81	0.115
IV: CMEADM-033-02	6	21.3	64	6.1	0.76	0.123

Table 1 Parameters of measured MNP samples. Effective core size $d_{c_{eff}}$ was estimated from static *M*-*H* curve. Maximal intensity of MPI signal and FWHM were normalized by those of Sample I:CMEADM-004.

4. Conclusions

In this paper, we first overviewed the basic principle of MPI and MPI scanner. We then evaluated the third harmonic magnetization (MPI signal) properties of clinical MNPs. We showed that MNP sample with appropriate core size generates large MPI signal. We also showed that the FWHM, which is directly related to the spatial resolution of the MPI image, correlates with the M_3/M_1 .

Acknowledgement

This work was partially supported by the JSPS KAKENHI Grant Numbers: 15H05764, 17H03275, and 17K14693.

Reference

- 1) B. Gleich and J. Weizenecker. Nature, 435, 1217 (2005).
- 2) https://www.bruker.com/jp/products/preclinical-imaging/magnetic-particle-imaging-mpi/overview.html
- 3) https://www.magneticinsight.com/momentum-imager/
- N. Nitta, K. Tsuchiya, A. Sonoda, S. Ota, N. Ushio, M. Takahashi, K. Murata, and S. Nohara, *Jpn. J. Radiol*, 30 (10), 832–839 (2012).
- 5) S. Ota, R. Takeda, T. Yamada, I. Kato, S. Nohara, and Y. Takemura, Int. J. Magn. Part. Imaging, 3, 1703003 (2017).
- 6) T. Yoshida, N. B. Othma n, and K. Enpuku, J. Appl. Phys., 114, 173908 (2013).

Sentinel lymph node biopsy using magnetic nanoparticles and magnetic probe

M. Kusakabe^{1,2}, H. Takei³, S. Nakamura⁴ and M. Sekino⁵

¹ Graduate School of Agricultural and Life Sciences, The University of Tokyo, Tokyo, Japan ² Matrix Cell Research Institute Inc., Ibaraki, Japan

³ Department of Breast Oncology, Nippon Medical School Hospital, Tokyo, Japan

⁴ Division of Breast Surgical Oncology, Department of Surgery, Showa University Hospital, Tokyo, Japan.

⁵ Graduate School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo, Japan

In surgery for early breast cancer, it is important that much less invasive breast conservation therapy is done and that axillary lymph node dissection is avoided to increase the patient's quality of life (QOL). For this purpose, a sentinel lymph node biopsy (SLNB) has been established to determine the sentinel lymph node (SLN) in which lymph fluid containing cancer cells from a tumor first flowed.

With the current method using radioisotopes (RIs), 99mTc phytic acid is subcutaneously injected into the areola one day prior to surgery. On the following day, the SLN that contains the radioactive tracer is detected with a radiation detector and is excised. However, RIs not only directly radiate patients but also require specific radiation control areas, making it difficult to implement in small and medium hospitals.

To solve this problem, novel methods for detecting a SLN by using a non-RI tracer such as dye (patent blue) or fluorescence (indocyanine green: ICG) have been used. However, the results of these methods are subjective, and the methods have the problem of having low detection rates. In my presentation, we introduce a novel system for breast SNLB that uses a magnetic probe developed by us and magnetic nanoparticles (ferucarbotran).

References

1) M. Shiozawa et al., Breast Cancer. 20(3) (2012) 223-229.

2) M. Sekino *et al.*, Sci. Rep. 19;8(1)(2018) 1195.



Fig. 1 Measurement principle of magnetic probe.

12pA - 2



Fig. 2 SLN detection method using magnetic particles.

Development of transcranial magnetic stimulator for treatments of neurological and psychiatric diseases at home

Masaki Sekino^{1,2}, Koichi Hosomi²⁾, and Youichi Saitoh²

¹Graduate School of Engineering, the University of Tokyo, ²Graduate School of Medicine, Osaka University

Transcranial magnetic stimulation (TMS) has been applied to diagnosis of neurological diseases and to basic neuroscience studies since this technique was demonstrated for the first time in 1985. The applications are now extending to cover treatments of neurological and psychiatric diseases such as depression, neuropathic pain, and Parkinson's disease¹⁾. A magnetic stimulator for treatment of depression was approved last year in Japan. Previous studies suggest that the therapeutic effects are attributed to neuromodulation caused by repetitive TMS at more than 1 pulses per second. In order to maintain the therapeutic effects, patients have to undergo TMS every day. Such treatment will be widely available if a compact magnetic stimulator which can be installed in patients' home is developed. Improvement of efficiency in producing magnetic fields should be improved for downsizing the stimulator system. In addition, the therapeutic effect is affected by the positioning error of stimulator coil. Our group is developing novel TMS techniques including highly efficient stimulator coil and a coil with improved robustness against positioning error.

In order to increase the efficiency of inducing electric fields in the brain, we proposed an eccentric figure-eight coil²). As shown in figure 1, the coil consists of a pair of eccentric spirals, and the center of each spiral is shifted toward the middle of the coil. Because the conductor is dense at the middle of the coil, induced electric field increases. This means that the electric field for exciting neurons can be induced with smaller coil currents. Numerical simulations were conducted for optimizing the designing parameters such as inner and outer radii and number of turns. A prototype coil was fabricated based on these optimized parameters. Stimulation of human motor cortex using the prototype coil showed that the neurons were activated with significantly lower coil currents compared with a conventional concentric figure-eight coil. Another study showed that the efficiency is further improved when the eccentric spirals are formed on the surface of a sphere conforming to the surface of the head.

Because the size of stimulating spot for figure-eight coil is as small as 5 mm, precise and reproducible positioning of the coils is necessary for obtaining stable therapeutic effect. This requirement of precision can be reduced if the spot of

stimulation is enlarged. We proposed a bowl-shaped coil which exhibit an enlarged distribution of induced field compared with a conventional figure-eight coil³⁾. Coil conductors are aligned in parallel over the target area in the brain. The return conductors are placed above these parallel conductors to form coil loops. Numerical simulations showed that the bowl-shaped coil exhibits an enlarged distribution of induced electric field. One of the technical challenges is larger coil current for stimulating neurons. Improvement of coil design is necessary for balancing the robustness against positioning error and the high efficiency of stimulation.



Reference

Figure 1 (a) Concentric figure-eight coil and (b) eccentric figure-eight coil²).

- Hirayama A, Saitoh Y, Kishima H, Shimokawa T, Oshino S, Hirata M, Kato A, Yoshimine T. 2006. Reduction of intractable deafferentation pain by navigation-guided repetitive transcranial magnetic stimulation of the primary motor cortex. Pain 122:22-27.
- M. Sekino, H. Ohsaki, Y. Takiyama, K. Yamamoto, T. Matsuzaki, Y. Yasumuro, A. Nishikawa, T. Maruo, K. Hosomi, and Y. Saitoh, "Eccentric figure-eight coils for transcranial magnetic stimulation,"Bioelectromagnetics, vol. 36, pp. 55-65, 2015.
- K. Yamamoto, M. Suyama, Y. Takiyama, D. Kim, Y. Saitoh, and M. Sekino, "Characteristics of bowl-shaped coils for transcranial magnetic stimulation," Journal of Applied Physics, vol. 117, No.17, 17A318, 2015.

In-plane components of FePt nanogranular films on MgO underlayer with and without carbon segregant

J. Wang, Y.K. Takahashi and K. Hono

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

 $L1_0$ -ordered FePt granular thin film is considered as the most promising candidate for heat assisted magnetic recording (HAMR) media [1]. To achieve recording density higher than 2 Tbit/in², $L1_0$ -FePt based granular media need to have an ultra-small grain size of about 4 nm, a narrow size distribution below 10% and columnar structure with strong (001)-texture. However, FePt grains deposited on (001) textured polycrystalline underlayer usually show remarkable in-plane components which can severely degrade the signal-to-noise ratio (SNR) of the recording medium [2]. It is believed that the clarification of the origin of the in-plane components for the FePt grains deposited on polycrystalline underlayer would make significant impact on the future development of HAMR media. In this work, we study the effect of carbon segregant on the in-plane components of the FePt thin films deposited on the polycrystalline MgO underlayer. The FePt films with optimized volume fraction of carbon segregant show not only smaller grain size but also enhanced perpendicular coercivity. Moreover, it is worth noticing that the in-plane components is also significantly suppressed compared with the FePt films without carbon segregant.

Figure 1 shows the in-plane TEM images of FePt films (a) without and (b) with carbon segregant. Without carbon segregant (Fig.1a), $L1_0$ -ordered FePt grains form an island-like microstructure with broad size distribution. By introducing 28 vol.% of carbon segregant (Fig.1b), the FePt grain size is reduced down to 9 nm with improved grain size distribution (15%). Such physical isolation weakens the ferromagnetic exchange coupling and lead to the enhancement of the perpendicular coercivity from 2.87 T (without carbon) to 3.90 T (with carbon). Moreover, from the shrinked in-plane M-H loop and reduced remanence ratio ($Mr_{//}/Mr_{\perp}$), the in-plane component is also suppressed by introducing carbon segregant. To clarify the origin of such improvement, detailed microstructure characterization was carried out. Figure 2 presents the cross-sectional TEM image of the FePt film without carbon. It was found that the 001 plane of FePt grains is energy favorable to rotate 72.6° to match with MgO underlayer with different orientation when the big FePt grains grow cross the grain boundary. It can be detected that the crystal rotation do not triggered immediately at the grain boundary (Fig. 2a). So there is buffer zone in which FePt grains can maintain their initial texture meantime accumulate the strain energy due to the change of template. When the FePt grains grow beyond the buffer zone, it start to misalign to release the strain energy. So, the possibility is higher for big FePt grains to exceed the buffer zone and form in-plane components than small FePt grains on the poly-MgO underlayer. **Reference**

1) A. Perumal, Y. K. Takahashi, and K. Hono, Appl. Phys. Express 1, (2008) 101301.

2) J. Wang, S. Hata, Y.K. Takahashi, H. Sepehri-Amin, B. Varaprasad, , T. Schrefl, K. Hono, Acta Mat., 91 (2015) 41





Fig.1 In-plane TEM images of 6 nm FePt- X vol. % C granular thin film on MgO (001) underlayer: (a) X = 0 and (b) X = 28. Inset: corresponding M-H curves and grain size distribution.

Fig.2 Cross-sectional TEM image FePt-28 vol.% on MgO (001) underlayer (a) and epitaxial relation of misaligned FePt grains at the grain boundary of MgO underlayer (b).

FePt グラニュラー薄膜の成長過程における粒子密度変化

鈴木一平、Jian Wang、高橋有紀子、宝野和博 (物質・材料研究機構)

Change in grain density of FePt-based granular thin films with film growth process

I. Suzuki, J. Wang, YK. Takahashi, and K. Hono

(NIMS)

はじめに: 超高記録密度が求められる次世代磁気記録方式として、L1₀-FePt グラニュラー膜を用いた熱 アシスト磁気記録方式が有望視され、その開発が急がれている。目標とされる記録密度4T/in²を実現す るには、カラム状結晶粒径とピッチサイズの低減が不可欠であり、粒径4nmおよびピッチサイズ5nm 程度にまで均一に微細化されたグラニュラー膜が必要である。そのために様々な研究がなされてきたが、 多くが粒径制御に主眼が置かれている。しかし、記録密度は平均の結晶粒径とその分散に大きく依存す るため、薄膜の成長初期過程における粒子密度と分散の制御が必要である。そこで今回我々は、FePt 媒 体の成長過程における微細組織変化を、結晶粒径のみならず粒子密度を基板温度と非磁性マトリックス 材料の体積比を変えて調べたので、これを報告する。

実験方法: FePt または FePt-C、および FePt/FePt-C 積層試料を magnetron-sputtering 法を用いて作製した。 基板は下地層の品質影響を除外するため MgO(001)単結晶を使用した。構造及び規則度は XRD、磁気特 性は SQUID-VSM、微細組織は TEM を用いてそれぞれ評価した。

実験結果: 初期成長時の微細組織を調べるため、膜厚 0.5nm-FePt を異なる基板温度で作製した。基板温度 100 ℃では、平均粒径 2.0 nm, ピッチ距離 3.9 nm, 粒子密度 6.5×10¹²/cm²であった(Fig. 1(a))。基板温度の上昇とともに粒子密度は低下していき(Fig. 1(c))、基板温度 650 ℃ では平均粒径 2.6 nm、ピッチ距離 5.1 nm、粒子密度 3.9×10¹²/cm² にまで低下することがわかった。記録密度 4 T/in² を実現する媒体においては、1 bit あたり 6.2 個の粒子が必要とされる⁽¹⁾。つまり、最低 24.8 T/in²、即ち 3.85×10¹²/cm² を必要とするが、650 ℃ では初期成長時において既にこの値に達してしまっている。FePt グラニュラー膜は、核生成-核成長・合体を経て成長していくため、膜の堆積とともに粒子サイズが大きくなってしまう⁽²⁾。そのため初期成長時においては、最終的な粒子密度以上の密度が求められることから、初期成長時においてはより低温での製膜が有効であるといえる。発表では、膜成長とともに段階的に基板温度および非磁性マトリックス材のカーボン量を変えて作製した試料について、微細構造及び磁気特性を調べた結果についても併せて報告する。

<u>参考文献</u>

- 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016).
- 2) T. Shiroyama, et. al., AIP Advances 6, 105105(2016).



Fig.1 Plane-view TEM of 0.5-nm-thick FePt grown at (a) 100 °C, (b) 650 °C. (c) Grain density of 0.5-nm-thick FePt as a function of growth temperature.

粒界拡散を利用した網目状隆起下地層の提案

~ L1₀ FePt グラニュラ媒体のコラム状微細組織実現のために

○清水 章弘, 日向 慎太朗, 徐 晨, 斉藤 伸 (東北大学)

Proposal of network-formed upheaval structure using grain boundary diffusion in underlayer

for L1₀ FePt-based granular media with columnar nanostructure

^OAkihiro Shimizu, Shintaro Hinata, Shin Jo, and Shin Saito (Tohoku Univ.)

はじめに 磁気記録媒体の記録密度は 2022 年までに 4 Tbit/in² もの高密度化が求められており、これを実現 する次世代の記録方式として熱アシスト磁気記録 (Heat Assisted Magnetic Recording, HAMR) が注目されてい る。再生信号の出力を確保し、かつ信号/雑音比が高く熱擾乱耐性を有する高記録密度 HAMR 媒体の実現に は、室温で 2×10⁷ erg/cm³ 以上の高い一軸結晶磁気異方性エネルギーを有する磁性結晶粒を微細かつコラム 状に成長させたグラニュラ組織を実現する必要がある¹⁾。しかしながら現状最も実用化検討が進んでいる平 坦表面を有する MgO 下地層を用いた L1₀型 FePt-C 媒体では FePt 磁性結晶粒が球状に成長してしまい、孤立 したコラム状結晶粒からなるグラニュラ組織が実現できていない。本研究では、熱絶縁層 (MgO 層)/ 結晶軸 配向制御層 (bcc-Cr 合金層)/ 配向誘導層 (アモルファス層) からなる一般的な層構成の下地層の組織を詳細 に解析し、その知見を元にコラム状磁性グラニュラ層を実現する新たな媒体設計指針を提案する。

実験結果 試料の層構成は MgO (5 nm) / Cr₈₀Mn₂₀ (30 nm) / a-Co₆₀W₄₀ (50 nm) / sub. とした。配向制御のため、 アモルファス層の成膜後 620 °C への加熱と 20 ラングミュア相当の酸素暴露を施した。また MgO 層の成膜後 には、記録層成膜を想定して試料に 630 °C への加熱を行った。成膜後には Out-of-plane XRD 測定により CrMn 層および MgO 層が bcc (002) および fcc (002) 面配向していることを確認した。Fig. 1 に MgO 層表面の原子 間力顕微鏡 (AFM) 像を示す。表面には一様に網目状に盛り上がった構造 (逆オパール構造) が形成されてい る。この隆起部分は周期 15 nm – 60 nm、高さ 2 nm 程度であった。この表面組織の形成要因を調べるために 試料の断面を透過電子顕微鏡 (TEM) にて高倍率観察した (Fig. 2)。MgO 層に形成された表面隆起部の下層 には CrMn 粒界が存在していることがわかる。この CrMn 層の粒界には Co や W が存在していることを走査 型 TEM の特性 X 線強度マッピングにより別途確認した。またアモルファス層材料を Cr₅₀Ti₅₀、Ni₆₀W₄₀ とした 場合でも同様の現象が生じることがわかった。これらのことより MgO 層表面における網目状隆起構造は、作 製時の高温プロセス時にアモルファス層構成元素が bcc-Cr 合金層の粒界を表層側に拡散することにより形成 されることが示唆される。

粒界拡散を活用した新規媒体の提案以上の結果を踏まえると、網目状隆起構造を活用したコラム状グラ ニュラ磁性層の形成法を提案できる。Fig. 3 に新たに考案した HAMR 媒体のモデル図を示す。積層構成は FePt-酸化物グラニュラ層/FePt/MgO/bcc-Cr 合金層/アモルファス層である。すなわち、MgO 層の網目状隆 起構造上に純 FePt 層を成膜し、隆起構造が隣接結晶粒の初期核同志の接触を阻害した島状成長組織の形成を 促す。このとき表面は結晶粒部分が盛り上がった構造(オパール構造)となる。さらにその上に FePt-酸化物 層を2相析出させることで、FePt 結晶粒をコラム状成長させたグラニュラ組織が実現されると期待される。





Fig. 1 AFM topography image of a MgO/ CrMn/ CoW film.



Fig. 2 Cross sectional view of TEM image.



Fig. 3 Schematic of proposed structure for FePt granular media.

急速昇温熱処理による微細加工 Pt/Fe 積層ドットの規則合金化

苗木俊樹¹⁾, 三吉啓介¹⁾, 吉川大貴²⁾, 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)

Order alloying of microfabricated Pt/ Fe stacked dots by Rapid Thermal Annealing

Toshiki Naeki¹, Keisuke Miyoshi¹, Hiroki Yoshikawa², and Arata Tsukamoto²

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

はじめに Pt/Fe 薄膜に数秒間の急速昇温熱処理(RTA)を施すことで,高密度磁気記録用媒体の候補である L10-FePt 微粒子群を形成可能であることを報告している¹⁾. 媒体の超高密度化には単分散かつ規則配列したナ ノドットを作製する技術が要求されており, 連続膜に対する RTA においては粒子群が不均一に形成すること が課題である.また微細加工技術を用いたナノドット作製において,加工処理により生じるドット内部の微 細構造欠陥は磁気異方性の低下や反転磁界分散を増大させる報告がある²⁾. そこで我々は微細加工後に RTA を施す工程を試みた.本報告では微細加工した Pt/Fe ドットの規則合金化,及び基板上への(001)配向誘起に ついて RTA の到達温度, 並びに積層する Pt/Fe の組成比検討を行い, 形状及び磁気特性につき評価を行った.

実験方法 熱酸化 Si 基板上に電子線描画・リフトオフ法によ り直径約65 nm の Pt/ Fe ドットパターンを作製した. 成膜は DC マグネトロンスパッタリング法により Pt/ Fe (3.75 nm, Fe:Pt=50:50)を積層した. Pt/Fe ドットは真空炉にて赤外線照射 により昇温速度 120 ℃/ sec.で昇温し, 到達温度(a)450 ℃, (b)630 ℃, (c)800 ℃の RTA を行った. ドット形状観察は走査型 電子顕微鏡(SEM), 原子間力顕微鏡(AFM)を用い, 磁気特性の 計測には振動試料型磁力計,磁気力顕微鏡(MFM)を用いた.

実験結果 Fig.1 に各試料の表面 SEM 像と平均ドット径(D_a), 標準偏差(StD)を示す.高い温度においてもドット同士は結合 せず,加工後の配置を保持し,低いサイズ分散であることを確 認した. Fig.2 に膜面垂直,水平方向にそれぞれ磁場を印加し計 測した磁化曲線及び、(c)の残留磁化状態を MFM により局所的 に観察した結果を示す.(a)は軟磁性及び面内磁気異方性を示 した. (b),(c)より RTA の温度上昇に従い規則合金化と考えられ る高い保磁力を発現し、等方的な磁化曲線を示した.磁気像か らはドット形成位置に2種の濃淡領域が確認でき、磁化容易軸 が様々な方位を向いた L10-FePt ドット群の形成が示唆される. 次に磁気異方性軸の膜面垂直配向化の検討について報告する. 過去に熱酸化 Si 基板上の Pt/Fe 連続膜の RTA において、数 at. %の Fe の組成比増加により, 膜面垂直方向に高い磁気異方 性を有する粒子群の形成を報告している³⁾. そこで本作製法に おいても積層する Fe の組成比を 5 at. % 増加し, Pt/Fe (3.75 nm, Fe:Pt=55:45)にて作製した. 800 ℃の RTA を施し形成したドッ ト群の磁化曲線及び,残留磁化状態を表した磁気像を Fig. 3 に 示す. 磁化曲線は高保磁力(28 kOe)かつ高い残留磁化比(0.94) を示した.磁気像よりドット形成位置には濃い領域のみが現 れたことから, 膜面垂直方向に配向した磁化状態が保持され ていることを示した.本作製工程において,高温の RTA 及び5 at. %の Fe 組成比の増加により, 膜面垂直に磁気異方性を誘起



Fig. 1 SEM planer view, average diameter of FePt dots (D_a) and standard deviation of D_a (StD).



Fig. 2 Hysteresis loops measured at 300 K for FePt dots and AFM/ MFM images of (c)800 °C sample which were applied field from +70 kOe to 0 kOe.



Fig. 3 Out of plane hysteresis loops measured at 300 K for Fe55Pt45 dots and AFM/ MFM images of Fe55Pt45 sample which were applied field from +70 kOe to 0 kOe.

し、高い保磁力を示すナノドットパターンが形成可能であることを示した.

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. 参考文献 1) A. Itoh, et al., "IEICE technical report. Magnetic recording.", 105 (167),13 (2005).

2) D. Wang et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 41 (2008) 195008 (6pp).

3) Masayuki Imazato et al., MORIS2015, Penang, Malaysia, Tu-P-12, (2015).

ビットパターン媒体のための Si 基板上 MnGa (001)配向膜の作製

三輪 佳嗣,石川 徹,大島 大輝,加藤 剛志,岩田 聡 (名古屋大学)

Fabrication of (001) oriented MnGa film on Si substrate for application to bit patterned media Y. Miwa, T. Ishikawa, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata

(Nagoya Univ.)

<u>はじめに</u>

局所的なイオン照射は、表面形状にほとんど影響を与えず微細な磁気パターン構造を作製できる手法であり、低 コストで高密度なビットパターン媒体(BPM)の作製に応用できると考えられる. 我々は、このイオン照射型ビット パターン媒体に適する材料として大きな垂直磁気異方性を有する L1₀-MnGa 規則合金膜に注目し、ビットパターン 膜を作製してきた¹⁾. しかし MgO(001)単結晶基板上に成長させた MnGa を用いた. 応用上は安価なガラス基板上 等に作製する必要があるため、そこで我々は、熱酸化膜付き Si 基板上に(001)配向させた L1₀-MnGa の検討を行っ てきた.²⁾. 本報告では CrB 下地層の利用や熱処理条件の検討を行うことで、高配向の L1₀-MnGa (001)膜を熱酸化 膜付き Si 基板上に成膜したので報告する.

実験方法

L1₀-MnGa 規則合金膜の膜構成は Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO (20 nm) / CrB (5 nm) / NiTa (25 nm) / Si sub. とした. MgO 層のみ超高真空蒸着により室温で成膜し,その他の層は、マグネトロンスパッタリング法に て行った. なお、マグネトロンスパッタ室と真空蒸着室は真空で繋がれており、試料を大気暴露することなく成 膜した. MgO 層上の Cr バッファ層は室温でスパッタ成膜後,800℃で 60 分間,真空中で熱処理を行った.その後 200℃で MnGa 膜を成膜し、成膜後 L1₀規則化のため 400℃で 60 分間、真空中で熱処理を行った. 膜の磁気特性は 交番磁界勾配型磁力計,結晶構造は X 線回折装置で評価した.磁区構造は磁気力顕微鏡(MFM)により観察した. 実験結果

Fig. 1 は, Si 基板上に作製した MnGa 膜の X 線回折プロファイルである. MgO のバッファ層として CrB 層を挿 入することにより, MgO の(001)配向性が向上した. また,規則格子線である MnGa 001 ピークが見られ,規則度 を見積もると約 0.9 以上であった. Fig. 2 は, (a) Si 基板上, (b) MgO(001)基板上に作製した MnGa 膜の *M-H* ループ である. Si 基板上の MnGa 膜は大きな垂直磁気異方性を示し,飽和磁化は 300 emu/cc となった. この大きな垂直 磁気異方性は Fig. 1 で示した良好な(001)配向性に起因すると考えられる. なお, MgO 基板上の MnGa 膜 (Fig. 2 (b)) と比較すると, Si 基板上の MnGa の飽和磁化は半分程度であり,面内方向のループにヒステリシスも見られ,異 方性分散があると考えられる.今回, CrB 層の挿入や熱処理条件の検討により,良好な磁気特性を有する MnGa(001) 配向膜を Si 基板上に作製することができたが, MgO 基板上の MnGa 膜の特性に近づけるためにはさらなる成膜条 件の検討が必要であると考えられる.

<u>参考文献</u>

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





Fig. 1 X-ray diffraction profile of MnGa films: Cr (2 nm) / MnGa (15 nm) / Cr (20 nm) / MgO (20 nm) / CrB (5 nm) / NiTa (25 nm) / Si substrate.



Fig. 2 (a) *M*-*H* loops of MnGa film grown on Si substrate and (b) on MgO (001) substrate.

CoGa 下地層を用いた極薄 L10-MnGa 膜の磁気パターニング

堀江祐貴, 三輪佳嗣, 大島大輝, 加藤剛志, 岩田聡 (名古屋大学) Magnetical patterning of L1₀-MnGa ultrathin film grown on CoGa buffer layer Y. Horie, Y. Miwa, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata (Nagoaya Univ.)

<u>はじめに</u>

低コストでビットパターン媒体を作成する手法として、イオン照射により磁気パターンを作成する方法がある. 我々は、大きな垂直磁気異方性を有する L1₀-MnGa 規則合金に着目し、これまでに 30 keV の Kr⁺イオン照射により、ピッチサイズ 80 nm までのビットパターン媒体を実現している¹⁾. さらなるピッチサイズの 微細化にはレジストの薄膜化、照射イオンの低エネルギー化、MnGa の薄膜化が必要となる. 今回は、近年 報告された CoGa 下地層上の L1₀-MnGa²⁾を作製し、10 keV の Kr⁺イオン照射を行うことで MnGa 膜の磁気パ ターニングを試みたので報告する.

<u>実験方法</u>

rfマグネトロンスパッタリングにより, Cr (2 nm) / MnGa (5 nm) / CoGa (30 nm) / Cr (20 nm) / MgO(001) 基板の構成で MnGa 膜を作製した. Cr バッファ層は 400 ℃ で成膜し, 600 ℃ で 60 分間ポストアニールを行った. CoGa 層は基板温度 400 ℃ で成膜した後, 600 ℃ で 30 分間ポストアニールを行った. MnGa 層は 300 ℃ で成膜し, 400 ℃ で 60 分間ポストアニールを行った. 最後に 100 ℃ 以下になるまで冷却し, Cr 保護層を成 膜した. その後, 電子ビーム露光装置と, イオン注入装置を利用して磁気パターンを形成した.

<u>実験結果</u>

Fig. 1 は、MnGa 膜に 10 keV の Kr⁺イオンを照射したときの(a)膜法線方向の*M*-*H*ループと、(b) *M*_sの照射 量依存性のグラフを示す.*M*-*H*ループには急峻な磁化変化を示す成分と、緩やかな変化を示す超常磁性的な 成分の 2 つが見られる. 急峻な変化は膜表面からの Kerr ループに対応していることから、これは膜表面側の MnGa の磁化反転によるものであり、0 磁場付近の緩やかな磁化変化は CoGa のものであると考えられる.(b) のグラフからイオンの照射量を増やしていくにつれて MnGa の磁化成分が減少していき、1×10¹⁴ ions/cm² 以 上で一定値となっていることから、この照射量で MnGa の磁化成分はほぼ消失したと考えられる. Fig. 2 は Kr⁺イオン照射により、ピッチサイズ 100 nm でパターニングをした MnGa 膜の磁気力顕微鏡の画像である. 図からランダムに垂直磁化した MnGa ドットパターンの明暗の磁気的信号が、イオン照射により非磁性化し た領域で区切られていることが確認できる.また、ここでは示してないが、同様の条件で、ピッチサイズ 60 nm の磁気パターニングに成功しており、30 keV でイオン照射したときの最小ピッチサイズ 80 nm よりも微 細な磁気パターンを作製できることが分かった.

参考文献

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



2) K. Z. Suzuki et al, J. Appl. Phys., 55, 010305 (2016).

Fig. 1 (a) Out of plane *M*-*H* loops of MnGa film without and with ion irradiation at doses of 5×10^{13} ions/cm², 2×10^{14} ions/cm². (b) 10 keV Kr⁺ ion dose dependence of the M_s of MaGa (5 nm) film.



Fig. 2 MFM image of bit patterned MnGa (5nm) film with a pitch size of 100 nm.

熱アシスト磁気記録における書き込み磁界感度

本間 一匡, 仲谷 栄伸*, 小林 正, 藤原 裕司 (三重大, *電通大) Writing field sensitivity in heat-assisted magnetic recording K. Honma, Y. Nakatani*, T. Kobayashi, Y. Fujiwara (Mie Univ., *UEC)

はじめに

熱アシスト磁気記録では、媒体を加熱して書き込 むので保磁力 H_e はいくらでも小さくできるが、必要 な書き込み磁界 H_w は大きい、モデル計算¹⁾を用いて この理由を考える.

計算結果と考察

LLG 方程式を用いたマイクロマグネティック計 算とモデル計算による媒体の信号対雑音比を Fig. 1 に示す. どちらも H_w が 10 kOe 程度必要である.

Fig. 2 は、モデル計算におけるグレイン磁化 M_s の 反転確率 P_t の時間変化であり、グレインの温度 Tが キュリー温度 T_c 以上から T_c まで下がったときの時間 を 0 とする. M_s が H_w に対して反平行から平行に反 転する確率が P_- 、平行から反平行に反転する確率が P_t である. 図中の●は試行時間の一例を示している. モデル計算では、試行時間ごとの P_t を用いて、Monte Carlo 法により M_s の方向を決めている. (a)は $H_w =$ 2.5 kOe のときであるが、 P_- が高いときの試行回数(● の数)が少なく、また P_- と P_t の値が近いので、writeerror (WE)が大きい. (b)の $H_w = 5$ kOe のときは、 P_+ の値は十分小さいが、やはり P_- が高いときの試行回 数が少なく、WE が大きい. (b)の $H_w = 10$ kOe のと きは、 P_- が高くなるので、 P_- が高いときの試行回数 が多くなり、WE が小さくなる.

試行時間の間隔の逆数は試行周波数 f_0 である. f_0 は近似的に $\alpha/(1+\alpha^2)$, \sqrt{V} , $1/\sqrt{T}$, $K_u(T)$ に比例す る^{1,2)}.ここで, α はダンピング定数, Vはグレイン 体積, $K_u(T)$ は異方性定数であり, $K_u(T_c) = 0$ であ る. T_c 直下では f_0 が低く,試行回数が少ない. H_w が 低いと P_j が高いときの試行回数が少なくなり, WE を小さくできない.

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

参考文献

- 1) T. Kobayashi et al.: submitted to J. Magn. Soc. Jpn.
- E. D. Boerner and H. N. Bertram: *IEEE Trans.* Magn., 34, 1678 (1998).



Fig. 1 Dependence of signal-to-noise ratio on writing field employing micromagnetic (LLG) calculation and model calculation.



Fig. 2 Time dependence of grain magnetization reversal probability P_{\pm} for (a) writing field $H_{w} = 2.5$ kOe and (b) 5 and 10 kOe.

小型・簡便な熱アシスト磁気記録媒体評価装置の開発

^O赤羽 浩一, 目黒 栄*, 斉藤 伸 (東北大学, *ネオアーク(株)) Development of compact and convenient HAMR evaluation equipment

K. Akahane, *S. Meguro, S. Saito (Tohoku Univ., *Neoark Corp.)

<u>1. はじめに</u>

実用化を目前に控えた熱アシスト磁気記録では、記録媒体の開発に際して従来媒体と同様の室温での磁気 特性評価に加え、磁気特性の温度特性を評価する必要がある.これまで我々は、赤外光における光学反射率 変化の温度依存性を計測することにより磁性体のキュリー温度を評価する小型・簡便な装置を開発し、原理 検証として100 nm 膜厚の MnSb 薄膜 (キュリー温度 320℃程度)のキュリー温度を検出できることを示した. しかしながらこの計測を実際の熱アシスト媒体材料である FePt-C グラニュラ媒体に展開したところ、不可逆 的な反射率の温度変化が大きく、磁気相変態点付近で現れる微少な温度特性の傾向変化検出が困難であった. これはヒータを用いてグラニュラ媒体を長時間加熱したことにより、グラニュラ媒体の酸化や構造変化が生 じたためと推察している.媒体の構造変化を抑制するためには計測のための加熱を短時間かつ局所領域に限 定する必要がある.そこで今回はレーザパルス光を加熱源に付加した光学計測装置を開発したので報告する.

2.装置概要および実験結果

局所領域の昇温動作の検証には、従来の CoPt-SiO2媒体を用いてパルス光照射による熱磁化反転を検出する ことで行うこととした. Fig. 1 (a) に製作した装置の光学系の構成図を示す. 装置は加熱用レーザ光学系, Kerr 効果計測光学系, 顕微鏡観察光学系, 及び試料励磁用の電磁石系により構成した. 加熱光源には波長が 950 nm でシングルモード発振出力 300 mW の小型半導体レーザを用いた. シングルモードのレーザ光は対物レ ンズで集光した際にスポットサイズを最小化できるので比較的小さな光出力で集光点を高温化することがで きる. Kerr 効果計測光源には, 加熱光源の波長よりも短波長の 650 nm の赤色半導体レーザを用いた. 観察光 学系には, 緑色 LED 光源と CCD カメラとを組み合わせた. Fig. 1 (b) には, 試料面における加熱用レーザ光 と, Kerr 効果計測用レーザ光のスポット径をビームウエストとして計算した結果を示す. 計算によると, 加 熱レーザの集光径は 2.0 µm, 計測プローブの集光径は 1.4 µm となるので, 計測光では加熱スポット中央部の Kerr 効果を検出できる. Fig. 2 には CoPt-SiO2媒体に対して磁場を掃引中に, 反転磁場よりも小さな磁場でパ ルス光を照射した際の熱磁化反転を評価した結果を示す. 加熱パルス幅を 10 µs から 1 ms まで変化させて試 料の計測ポイントに繰り返し照射したが, Kerr 磁化曲線の終点はほぼ同一点に回帰しており, 試料が酸化や 構造変化等のダメージを受けていないこと確認できた. パルス光加熱, 磁界印加, Kerr 効果による反転検出 が可能となったため, 今後, 赤外光プローブ光学系, 表面温度計測光学系を共存させていく予定である.



Fig. 1 (a) Schematics of optical layout of the system. (b) Calculated result of spot size of heating and Kerr detection light.



Fig. 2 Magnetization reversal of CoPt-C media by heating pulse at different pulse width.

連続波を用いた CoCrPt グラニュラ記録媒体の マイクロ波アシスト磁化反転実験

佐藤勝成, 菊池伸明, 岡本 聡, 北上 修, 島津武仁 (東北大)

Microwave assisted magnetization switching experiments with continuous rf wave on CoCrPt granular

media

K. Sato, N. Kikuchi, S. Okamoto, O. Kitakami, and T. Shimatsu

(Tohoku University)

<u>はじめに</u>

マイクロ波アシスト磁化反転(MAS: Microwave Assisted magnetization Switching) は次世代の高密度磁気記録 技術として注目されている. MAS の実験手法としては、大振幅の高周波磁場を印加するために幅 1 µm 程度 の線路に高周波電流を印加する手法が多く用いられている. この場合、ジュール熱による試料の温度上昇や 破損を防ぐために高周波電流はナノ秒レベルのパルス状で印加される. この手法を用いて測定する場合、パ ルス磁場の時間でのマイクロ波アシスト効果と、直流磁場による測定時間 (10 ~ 10³ s) での熱揺らぎが重畳 して観測される. そのため、アシスト効果を見積もるためには、ふたつの異なる時間スケールの現象を同時 に考慮する必要がある. 本研究では、この難点を解決するため、高周波を連続波として印加できる試料を作 製することで、マイクロ波によるアシスト効果と直流磁場による熱揺らぎによる保磁力への影響を同じ時間 スケールで議論することを目指した. 具体的には、高い熱伝導率

を有する Si ウエハーを基板として用いて温度の上昇を抑えた.

実験方法および結果

ノンドープの Si ウエハー上に幅 1 µm の高周波磁場印加用 Au 線路と厚さ 100 nm の絶縁層を形成後, 厚さ 15 nm の CoCrPt-SiO₂ 層を下地層・保護層とともに成膜した. Au 線路上の磁性体を電 子線リソグラフィー及び Ar イオンエッチングにより 0.6×1.6 μm²の矩形状に加工した. その後,下地層を四端子抵抗測定用お よび異常 Hall 効果 (AHE) 測定用の二種類の電極形状に加工し た. Fig.1に、出力 P_{rf}=+24dBm の連続高周波電流を印加して測 定した試料抵抗の周波数依存性を示す.このとき,試料位置での 高周波磁場振幅は 480 Oe である. 高周波電流を印加していない ときの抵抗値は図中に点線で示した. 右軸は、同じ試料で測定し た抵抗の温度依存性から、抵抗変化を温度変化 AT に対応させた ものである. 高周波電流により 10 K 程度の温度上昇はみられる ものの周波数に対してはほぼ依存しないことが分かった. Fig. 2 に周波数 18 GHz, 振幅 480 Oe の高周波磁場を印加して測定した AHE 曲線を示す. 高周波電流を印加せずに測定した AHE 曲線も 併せて示す. 高周波磁場の印加により保磁力は 6.3 kOe から 4.3 kOe へと 2.0 kOe 低下している. 10 K の温度上昇では 0.13 kOe し か保磁力が変化しないことから,この保磁力の減少の大部分はマ イクロ波アシスト効果によるものである.

参考文献

1) K. Shimada et al., Technical digest MORIS 2018, Tu-P-01 (2018).



Fig. 1 rf frequency dependence of resistance measured with rf field ($P_{rf} = +24$ dBm, $h_{rf} = 480$ Oe)



Fig. 2 AHE curves measured with and without rf field ($h_{\rm rf} = 480$ Oe, $f_{\rm rf} = 18$ GHz)

CoCrPt グラニュラ磁気記録媒体における マイクロ波アシスト効果の時間依存性

菊地 瞬,島津武仁,菊池伸明,岡本 聡,北上 修 (東北大)

Effective time dependence of microwave assisted switching effect for CoCrPt granular media. S.Kikuchi, T. Shimatsu, N. Kikuchi, S. Okamoto, and O. Kitakami (Tohoku University)

(Tonoku Oniversity)

はじめに マイクロ波アシスト磁化反転(microwave-assisted magnetization switching, MAS)は次世代 HDD に 用いられる高密度記録技術として注目されている. MAS においては磁性体に高周波磁場を印加することで, 磁気モーメントの歳差運動を励起し,反転磁場を低減させることができる. 我々はこれまでに, CoCrPt グラ ニュラ媒体に振幅 950 Oe の高周波磁場を印加することにより,保磁力を約 50%低減できることを報告してき た¹⁾.本研究では,パルス状の高周波磁場を印加する周期を変化させ, MAS の挙動の熱活性領域での時間依 存性について調べたので報告する.

実験方法 単結晶 MgO 基板上に線路幅 1µm の Au 線路を形成し, 厚さ 100 nm の SiO₂ 絶縁層を成膜した. その上に,厚さ 15 nm の CoCrPt-TiO₂ グラニュラ膜を DC マグネトロンスパッタリングにより 成 膜 した. 保 護 層 ・下 地 層 を 含 めた 膜 の 構 成 は,Pt(2 nm)/CoCrPt-TiO₂(15 nm)/Ru(10 nm)/[Pt(5 nm)/Ta(2 nm)]×5/SiO₂/Au/MgO sub.である. Au 線路直上の CoCrPt グラニュラ膜を 0.6 µm × 1.6 µm の 大きさに微細加工し,下地層を異常 Hall 効果(AHE)測定用の電極に加 工した. MAS の測定では,高周波電流を Au 線路に印加することで 高周波磁場を発生させ,ジュール熱による試料温度の上昇を抑制する ため,パルス状で印加した.パルス幅 *t*width は 20 ns で一定とし,パル ス周期 *t*period を 20 µs から 2 s の範囲で変化させた.

実験結果 Fig.1に $t_{period} = 20 \mu s, 6 m s, 2 s on 場合の保磁力の周波数 fr fr 依存性を示す.保磁力は膜面に垂直な直流磁場中で測定した AHE 曲線から求め,高周波磁場を印加しない場合の保磁力を図中に点線で示した.いずれの <math>t_{period}$ の場合も, $f_{rf} \leq 18$ GHz の領域では周波数の増加に伴って保磁力が線形に減少した. $f_{rf} > 18$ GHz の領域では周波数 の増加にしたがって保磁力がゆるやかに増加するものの,パルス周期 が短くなるにつれてその変化は小さくなり, $t_{period} = 20 \mu s$ ではほぼ一定の値となった. Fig. 2 に保磁力の実効時間 t'依存性を $f_{rf} = 10, 18, 24$ GHz について示す.ここでt' = (t_{width}/t_{period})×10 s と定義した.いずれ の場合も実効時間の増加に伴って保磁力が減少しているが,その傾き は周波数により大きく異なった.この時間に対する変化は磁化反転時 の熱活性に対応しており,周波数による磁化反転プロセスの変化を表 している可能性がある.

Fig. 1 Frequency dependence of coercivity for $t_{\text{period}} = 2 \text{ s}$, 6 ms, and 20 µs.



Fig. 2 Effective time dependence of coercivity for $f_{\rm rf} = 10$, 18, and 25 GHz.

参考文献

1) K. Shimada et al., MORIS 2018 Technical digest, Tu-P-01 (2018)

主磁極先端励磁型 PMR 書込みヘッドのマイクロマグネ解析

中村 慶久 板垣 諒* 金井 靖* (東北大学電気通信研究所、*新潟工科大学工学部)

Micro-magnetic Analysis for PMR Write-head energized on Main-pole Tip Y. Nakamura, *R. Itagaki, *Y. Kanai (RIEC Tohoku Univ., Niigata Institute of Tech.*)

1 はじめに

HDD の面記録密度の向上には、記録メディアの結晶粒の微細化と高保磁力化、それに呼応した書き込みへ ッドの能力改善が不可欠である。現用の PMR 用書き込みヘッドは長手磁化方式の薄膜ヘッドを垂直磁化用に 加工したものが始まりになっている。ヨーク部に巻いたコイルで励磁し、主磁極先端に磁束を誘導する、磁 気回路的設計手法を基本に、開発以来、小型化・高性能化が図られてきた。その高性能化は、熱やマイクロ 波などのエネルギーの助けを借りた HAMR や MAMR などの開発が精力的に進められているのとは逆に、対 応する記録メディアとともに開発の勢いが急速に低下し、同時に HDD の高密度化も停滞している。

これに対して筆者は、垂直磁化方式の基本原理に基づけばできるだけ主磁極先端部を直接励磁することが キーであると考え、PMRの実験を成功させてきた。今後、HAMRや MAMR が世に出ても、いずれも垂直磁 化方式は必須であり、できるだけ強くて鋭い垂直磁界成分を発生する磁界発生部が必要になる。そのため、 強い書き込み磁界で高速駆動でき、構造が簡単な主磁極先端励磁方式の可能性を、従来型のヘッドと比較し て FEM 解析によって調べてきた[1]。その結果、低インダクタンスで高磁界を発生できることが確かめられ たが、高速駆動の可能性をマイクロマグネの観点から確認する必要があることも指摘された。本報告では、 それについて調べた結果を報告する。

2 解析法

マイクロマグネの解析には、富士通製「EXAMAG」を使用した。Fig.1 に現用書込みヘッドを、また Fig.2 に筆者らが依然提案した主磁極先端励 磁型ヘッドを、それぞれモデル化して示した。これらのヘッドについて、 立ち上がり時間が異なる単位ステップ型電流を加えて励磁したとき、主磁 極先端部から生じる垂直磁界強度の時間変化を調べた。勿論、磁極内の微 細な磁化変化についても調べている。

3 結果

FEM 解析から、主磁極先端励磁型にするとインダクタンスを低減でき、 電気回路的にはより高速駆動が可能であることが明らかになっている。

Fig.3 は、コイルに立ち上がり時間 0.1 ns の単位ステップ電流を加えたと きの主磁極先端磁界強度の時間変化をマイクロマグネ解析で調べたもの である。電流の立ち上がりに対し、両ヘッドとも 0.17~0.18 ns 遅れて磁

界が立ち上がり、終了までに電流の立ち上がり時間より0.4 ~0.5 ns 遅れること、主磁極先端励磁の方がわずかに早いこ と、などが判る。このことから、磁気的にはヘッド構造に 依る時間遅れに大きな違いはなく、むしろ FEM 解析に見ら れるように、インダクタンスの減少による電気回路的な高 速応答と効率的な励磁による記録磁界強度の増大が主磁極 先端励磁の特長であることが確かめられた。

[参考文献]

[1] 中村他、信学技報、Vol. 117, No. 338, MR2017-40, pp.87, Dec. 2017.



100

50 field H/H_{MAX}

0

-50

-100

1.8

%

Recording

磁気的膜厚依存性抑制層を付加した GdFeCo 薄膜の全光型磁化反転

飯坂岳¹,吉川大貴²,二川康宏¹,塚本新²

(1日本大学大学院理工学部研究科,2日本大学理工学部)

All -optical magnetization switching in GdFeCo with the additional layers

for suppressing the magnetic thickness dependency

Takeshi Iisaka¹, Hiroki Yoshikawa², Yasuhiro Futakawa¹, Arata Tsukamoto²

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

スピントロニクスデバイスに向けた薄膜素子は、ナノメートルオーダーの微細化検討が進み、か はじめに つ高速化も望まれている. 超高速磁化反転制御手段として、フェムト秒パルスレーザーによる極短時間の光 をフェリ磁性 GdFeCo 薄膜に照射することのみ,外部磁場印加無しで決定論的磁化反転が誘起可能な全光型 磁化反転現象 (All-Optical magnetization Switching: AOS) を報告しており¹⁾,比較的組成依存性も小さい.一方, GdFeCo 単層薄膜は、30 nm 厚程度以下でフェリ磁性に起因した比較的大きな静磁気特性の膜厚依存性を有し、 微細磁気素子設計の観点で不利である. それに対し, 我々は希土類金属超薄膜を挿入することで, 膜厚依存 性を大きく抑制できることを報告しているが²⁾,挿入層の存在による AOS への寄与は未知であった. 本報告 では、同一組成で静磁気特性に大きな膜厚依存性が現れる薄膜と、同一作製条件で膜厚依存性抑制層を挿入 した薄膜を作製し、同条件における AOS 誘起を行い、挿入層の寄与について実験的に検討を行った.

実験方法 測定試料には、マグネトロンスパッタリング法に より作製した試料群 A: SiN(60 nm)/Gd25Fe65.6Co9.4(t nm)/SiN(5 nm)/glass sub.(t = 10, 15, 20, 25 nm),及び,同膜厚範囲tにおいて GdFeCo 上下界面に Gd を 1 nm を挿入した試料群 B: SiN(60 nm)/Gd(1 nm)/Gd₂₅Fe_{65.6}Co_{9.4}(t nm)/Gd(1 nm)/SiN(5 nm)/glass sub. を用いた.磁気特性の評価方法として,超伝導量子干渉素子型 磁力計を用いて膜面垂直方向に磁場を印加した際の磁化曲線 を計測し、飽和磁化を見積もった.次に、試料群A、Bのそれぞ れ t = 10, 20 nm の試料を用い,中心波長 800 nm パルス幅 35 fs (半値全幅)の超短パルス光を膜面側より照射することにより室 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 にて観察をした.

実験結果 Fig.1に試料群A,Bにおける飽和磁化M。の膜厚依 存性を示す. 試料群Aにおいて, Msの大きな膜厚依存性が確認 された.これに対し、試料BでMsの膜厚依存性が大幅に減少す ることを確認した. Fig. 2 に上記超短単一パルス光を各試料に 照射し,形成される磁区サイズ (円面積) を各照射光強度毎に 示す. 照射光強度に一意に対応し, 正味の磁化特性の変化や膜 厚抑制層の有無によらず, GdFeCo 膜厚 t が小さいほど, AOS 誘 起に必要な照射光エネルギーが小さくなっている. AOS は、ほ ぼ製膜組成比及び積層磁性層厚により,一意に形成磁区サイズ とその光強度依存性が決定されることが明らかになった.



Fig. 1 Thickness dependence of M_s in samples A, B measured by VSM.





A (*t* = 10, 20 nm), B (*t* = 10, 20 nm).

謝辞 本研究は平成 25~29 年度文部科学省私立大学戦略的基盤形成支援事業(S1311020) および平成 26~30 年 度文部科学省科学研究費補助金 新学術領域研究 (研究領域提案型) ナノスピン変換科学(Grant No. 26103004) の助成を受けて行った.

- C.D.Stanciu et al., Phys.Rev.Lett. 99, 047601 (2007) 1)
- Yasuhiro. Futakawa et al., Technical Meeting on "Magnetics", IEE Japan, MAG-17-150 (2017). 2)

Perspective of spin-orbitronics

Junsaku Nitta Department of Materials Science, Tohoku University, Sendai 980-8579

Center for Spintronics Research Network, Tohoku University, Sendai 980-8577

Spins of electrons had been so far manipulated by magnetic field since the magnetic moments of spins is strongly coupled with magnetic field. Spin-orbit interaction (SOI) originated from electric field is a relativistic effect, i.e. electrons feel an effective magnetic field when they move in an electric field. Much attention is now focused on spintronics based on SOI, the so-called *spin-orbitronics*, since generation, manipulation and detection of spins are realized by all electrical means via SOI¹.

Electrical control over the magnetization direction of small magnets is currently among the most active areas in *spin-orbitronics*, due to its interest for memory, logic and data-storage applications. This magnetization control has been achieved by transferring spin angular momentum working as a torque due to the SOI from heavy metals, antiferromagnets, oxide materials and topological insulators. Now, we call it spin-orbit torque (SOT), which is expected to be an innovative way towards energy-efficient applications such as fast domain wall motion and magnetization switching. The charge-spin conversion efficiency (or spin Hall angle) in these hetero-structures is the most crucial parameter for the SOT performance.

However, a major difficulty is clearly identifying the physical origin of the SOT. The spin Hall effect is believed to play a major role when the adjacent layer to magnet is dirty heavy metal²⁾. An intrinsic (Berry phase-induced) SOT mechanism is proposed if the bulk inversion symmetry is broken in the adjacent layer³⁾. It is also pointed out that the Rashba-Edelstein effect at the interface is not negligible⁴⁾. It is required to enhance the charge-spin conversion efficiency by clarifying the origins and mechanisms.

When the spin Hall effect was discovered in bulk GaAs⁵, no one could imagine that the spin Hall effect can be utilized for magnetization switching since the spin polarization accumulated at the edge of GaAs was extremely small, moreover, it was performed at low temperature. The tremendous progress in *spin-orbitronics* has been achieved and the concept has been extended to variety of systems in the last decade. In this symposium, I hope we can witness the recent progress of *spin-orbitronics* in different systems and discuss future perspective.

<u>Reference</u>

- 1) A. Manchon, *et al.*, Nature Materials, **14**, 817 (2015).
- 2) L. Liu, et al., Science 336, 555 (2012).
- 3) H. Kurebayashi, et al., Nature Nanotech., 9, 211 (2014).
- 4) I. M. Moron, et al., Nature, 476, 189 (2011).
- 5) Y. K. Kato, et al., Science, **306**, 1910 (2004).

Spin-charge interconversion in topological surface states

Yuichiro Ando and Masashi Shiraishi

Department of Electronic Science and Engineering, Kyoto University, Kyoto 615-8531, Japan

A surface state of the three dimensional topological insulator (TI) has been expected to realize a highly efficient spincharge interconversion.¹⁾ Much effort has been paid for quantitative investigation of spin-charge interconversion phenomena by using various ways such as potentiometric measurements^{2, 3)}, spin pumping,⁴⁾ spin transfer torque ferromagnetic resonance^{5, 6)} and so on. However, reciprocal interconversion between spin current and charge current in the same topological surface state has not been achieved so far. In this study, we investigated reciprocal spin-charge interconversion in topological surface state using a copper (Cu) based lateral spin valve with a TI middle wire.

A SEM image of the fabricated lateral spin valves is shown in Fig. 1(a). The single crystalline topological insulator $Bi_{1.5}Sb_{0.5}Te_{1.7}Se_{1.3}$ were grown by a Bridgeman method in evacuated quartz tubes. Mechanically exfoliated topological insulator flakes, with the thickness of several tens of nanometers, were put on a thermally oxidized SiO₂ layer formed on a Si substrate. The thickness and position of the topological insulator flakes were measured by a laser microscope. $Ni_{80}Fe_{20}$ (Py) ferromagnetic electrodes were fabricated by lift-off process with electron beam lithography and electron beam evaporation. After cleaning of the Py surface with Ar^+ ion milling, Cu/Titanium (Ti) spin transport channel was fabricated by the lift-off process. 2 nm thick Ti layer was deposited by EB evaporation to realize good connection of the Cu layer with the TI. The Cu layer was deposited by thermal evaporation. Nonlocal magnetoresistances measurements were carried out by using Physical Properties Measurement System (PPMS).

Nonlocal magnetoresistances measured at 10 K of Cu based lateral spin valves with and without TI are shown in Fig. 1(b). Although the same spin injector, detector and Cu/Ti spin channel were employed, magnitude of ΔR_s for W/TI device is obviously smaller than those of the Ref. 1 or Ref. 2. This result indicates that spin current transported to the spin detector was reduced because of the spin absorption of the TI. Reciprocal interconversion between spin current and charge current was also demonstrated. In the presentation, we will discuss a quantitative estimation of efficiency of spin-charge interconversion in the topological surface state.



Figure 1 (a) A SEM image of fabricated Cu-based lateral spin valve with TI. (b) Nonlocal magnetoresistance for Ref.1, Ref.2 and W/TI device at 10 K.

Reference

- 1) Yuichiro Ando and Masashi Shiraishi, J. Phys. Sci. Jpn. 86, 011001(2017),
- 2) C. H. Li et al., Nat. Nanotech. 9, 218(2014),
- 3) Y. Ando et al., Nano Lett. 14, 6226(2014).
- 4) Y. Shiomi et al., Phys. Rev. Lett 113, 196601 (2014)
- 5) A. R. Mellnik et al., Nature 511, 449 (2014).
- 6) Kondou et al., Nat. Phys **12**, 1027(2016)

スピン軌道材料における電流誘起トルク

Current induced torque in spin orbit materials

林 将光 ^{1,2} ¹東京大学大学院理学系研究科物理学専攻

²物質•材料研究機構

M. Hayashi^{1,2}

1, Department of Physics, The University of Tokyo, Japan 2, National Institute of Materials Science, Japan

スピン軌道相互作用が大きい物質や界面に電流を流すと、スピン流やスピン蓄積が 生じることが近年明らかになった。これらの物質と薄い強磁性層を組み合わせたヘテ ロ構造では、電流印加によって生成されたスピン流、スピン蓄積が強磁性層の磁化に トルクを作用する。従来のスピン分極電流によるスピン移行トルクと識別して、スピ ン軌道相互作用が関与するトルクを「スピン軌道トルク」と呼ぶことが多い。ヘテロ 構造におけるスピン軌道トルクは、三端子磁気ランダムアクセスメモリ(MRAM)な どへの利用が期待されている。

本講演では、ヘテロ構造を構成する材料や膜厚、強磁性層内の磁気構造がスピン軌 道トルクに及ぼす影響について報告する。スピン軌道相互作用が大きい 5d 遷移金属 や、Sb, Bi などの p 軌道材料などにおけるスピン流、スピン蓄積の生成とその評価、 スピン軌道トルクへの寄与に関して議論する。

謝辞:本研究の一部は日本学術振興会科学技術研究費補助金(15H05702, 16H03853) を通して助成された。

Oxide spin-orbitronics

J. Matsuno

(Department of Physics, Osaka University & PRESTO, Japan Science and Technology Agency)

To date, extensive studies on *oxide* spintronics have been devoted for 3d transition-metal oxides mainly due to its unique magnetic properties such as half-metallicity. Here we suggest that 5d electron systems are promising class of spintronic materials because of its strong spin-orbit coupling (SOC). This type of spintronics utilizing strong SOC can be called as "spin-orbitronics"; a strong SOC inherent to 5d Ir oxides recently emerged as a new paradigm for oxide spin-orbitronics. For example, we investigated novel physics of spin-orbital Mott insulators [1] and possible topological insulators [2] by tuning the electronic phases through superlattice technique. We also demonstrated a large spin Hall effect of IrO₂, one of the simplest 5d oxides, indicating that Ir oxides are promising class of spin-orbitronic materials [3].

In this talk, we focus on yet another topic on spin-orbitronics – magnetic skyrmion as a topological spin texture. We have studied transport properties of bilayers consisting of m unit cells of ferromagnetic SrRuO₃ and 2 unit cells of SrIrO₃. We observed an anomaly in the Hall resistivity in addition to anomalous Hall effect (AHE); this is attributed to topological Hall effect (THE) [4]. The topological term rapidly decreases with m, ending up with a complete disappearance at m = 7. These results suggest that magnetic skyrmions of 10–20 nm are generated by Dzyaloshinskii-Moriya interaction, which might be caused by both broken inversion symmetry at the interface and strong SOC of SrIrO₃. Even more surprising is that we can control both AHE and THE by electric field in the SrRuO₃ and a gate dielectric. The results established that strong SOC of nonmagnetic materials such as SrIrO₃ is essential in electrical tuning of these Hall effects. Considering that AHE and THE are governed by momentum-space and real-space topology, respectively, we may have a chance to approach a triple point for topology, correlation, and spin-orbit coupling through Ir oxides.

We are also searching for spin-current applications in oxide systems beyond the spin Hall effect already shown in Ref. 3. Among them, promising is spin-current-driven thermoelectric conversion through spin Seebeck effect; high conversion efficiency is expected by utilizing and controlling SOC in Ir oxides. We will report on the latest results of spin Seebeck effect at interfaces between magnetic oxides and nonmagnetic Ir oxides.

<u>Reference</u>

- 1) J. Matsuno et al., Phys. Rev. Lett. 114, 247209 (2015).
- 2) D. Hirai, J. Matsuno, and H. Takagi, APL Mater. 3, 041508 (2015).
- 3) K. Fujiwara et al., Nat. Commun. 4, 2893 (2013).
- 4) J. Matsuno *et al.*, Sci. Adv. **2**, e1600304 (2016).
- 5) Y. Ohuchi et al., Nat. Commun. 9, 213 (2018).

Magnetization control and detection of antiferromagnetic NiO

Takahiro Moriyama, Kent Oda, Tetsuya Ikebuchi, and Teruo Ono Institute for Chemical Research, Kyoto University, Uji, Kyoto, 611-0011

For a long time, there have been no efficient ways of controlling antiferromagnets. Quite a strong magnetic field was required to manipulate the magnetic moments because of a high molecular field and a small magnetic susceptibility [1]. It was also difficult to detect the orientation of the magnetic moments since the net magnetic moment is effectively zero. Nevertheless, the microscopic magnetic moments should in principle exhibit a similar spintronic effect, such as various magnetoresistance effects and the spin torque effect, as seen in ferromagnets [2,3]. In this talk, we show our recent results of the spin torque switching and magnetoresistive detection of the magnetic moments in antiferromagnets [4], leading to novel antiferromagnetic spintronic applications.

Pt 4 nm/ NiO t_{NiO} nm/ Pt 4 nm multilayers were formed by magnetron sputtering. Figure 1 (a) shows the basic principle of the spin torque rotation of the antiferromagnetic moments in a Pt/ NiO/ Pt multilayer structure where the bipartite magnetic moments rotate without a cost to increasing the exchange energy. To experimentally demonstrate, we used the Hall bar structure with the measurement procedure described in Fig. 1 (b). A writing current I_w flowing from the electrode 2 and 3 to the electrodes 1 and 4, as represented by write "1", rotates the magnetic moments and stabilizes them orthogonal to the direction of I_w . In the same manner, the other current flow of I_w writes "0". The orientation of the magnetic moments is read, after each write, by the transverse resistance (R_{Hall}). We took advantage of the spin Hall magnetoresistance (SMR) to read out the orientation of the magnetic moments. Figure 1 (c) shows representative results of the sequential write-read operation in Pt/ NiO /Pt as well as Pt/ SiO / Pt with $I_w = 38$ mA. The operation of write "1" results in a high resistance state and "0" in a low state, which is coherently explained by the spin torque rotation of the magnetic moments and the change of R_{Hall} due to SMR.

[1] L. Neel, *Nobel lectures*, 158 (1970).
[2] T. Jungwirth et al., *Nat. Nanotechnol.* 11, 231 (2016).
[3] V. Baltz et al., *Rev. Mod. Phys.* 90, 015005 (2018).
[4] T. Moriyama et al., *arXiv:1708.07682* (2017).



Fig. 1 The spin torque writing scheme and the sequential write-read memory operation.

Analog spin-orbit torque switching for neuromorphic application

William A. Borders¹, Shunsuke Fukami¹⁻⁵, and Hideo Ohno¹⁻⁵

¹Laboratory for Nanoelectronics and Spintronics, RIEC, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan ²Center for Spintronics Integrated Systems, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan ³Center of Innovative Integrated Electronic Systems, Tohoku University, Sendai 980-0845, Japan

⁴Center for Spintronics Research Network, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan

⁵WPI-Advanced Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan

E-mail: waborder@riec.tohoku.ac.jp

Development of nonvolatile memories for computers with the von Neumann architecture has been one of the mainstream outlets of spintronics research in the last few decades. Meanwhile, non-von Neumann architectures have attracted great attention in the field of information processing, completing complex tasks at high speeds and at low power consumption levels that conventional computers struggle with. In this work, we introduce a previously reported spin-orbit torque (SOT) induced switching device [1] and show its capability to demonstrate a brain-like associative memory operation [2]. The device's material stack structure, mainly comprised of an antiferromagnet (AFM)-ferromagnet (FM) stack structure, which was found to show analogue-like resistance switching, is first improved upon to characterize an artificial synapse. These characteristics involve improving the dynamic switching range of anomalous Hall resistance in the device, which represents the perpendicular component of magnetization in the FM layer, and increasing the stability of the device to external effects [3]. The fabricated 36-devices' array is then implemented into a demonstration system as synapses to associate several 3×3 block patterns through learning. The system determines a synaptic weight matrix that describes the weight relating one block to the other blocks, then produces a "recalled" vector based on the synaptic weight matrix and compares it to a "memorized" vector stored in the computer memory. If the "recalled" vector and "memorized" vectors differ, an iterative learning process [4] is conducted, where the synaptic weights of the devices are adjusted in an analog manner. The direction cosine of each test, or the agreement between the recalled vectors and memorized vectors (1 being complete agreement), is determined to test the system's learning ability, when one block in the pattern is 'flipped'. Over 100 tests, the neural network 'recovered' from a direction cosine value of 0.601 before learning, to a value of 0.852, demonstrating the improved SOT device's capability, as a synapse, to learn patterns for associative memory [2].

A portion of this work was supported by the R&D Project for ICT Key Technology of MEXT, ImPACT Program of CSTI, JST-OPERA, and JSPS KAKENHI 17H06093.

[1] S. Fukami, C. Zhang, S. DuttaGupta, A. Kurenkov, and H. Ohno, Nature Mater., 15, 535 (2016).

[2] W. A. Borders et al., Appl. Phys. Express 10, 013007 (2017).

[3] W. A. Borders et al., IEEE Trans. Magn. 53, 6000804 (2017).

[4] D. H. Ackley and G. E. Hinton, Cognitive Sci., 9, 147 (1985).

<u>-85</u>

高感度・交番磁気力顕微鏡探針の開発に向けた 高磁化率・超常磁性 Co-GdO_x グラニュラー合金薄膜の作製 ^{鈴木 雄大}, Yongze Cao, Pawan Kumar, Yue Zhao, 吉村 哲, 齊藤 準

(秋田大学)

Fabrication of high-susceptibility superparamagnetic Co-GdO_x granular alloy films for developing the sensitive alternating magnetic force microscopy tip

Y. Suzuki, Y. Cao, P. Kumar, Y. Zhao, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 我々は, 試料表面近傍での磁場計測を実現することで空間分解能を向上させた交番磁気力顕微鏡 (alternating magnetic force microscopy; A-MFM)を開発した¹⁾. A-MFM は, 探針試料間に交番磁気力を発生 させることで誘起する探針振動の周波数変調現象を利用する. これまで観察試料に合わせた磁性探針を開発 して, 様々な磁性材料や磁気デバイスの磁場観察を行ってきた. ここで, 強い直流磁場が発生する永久磁石 等では, 従来のソフト磁性探針では探針磁化が試料磁場により飽和し, 外部から探針磁化を周期的に変化さ せるための交流磁場を印加しても探針磁化が変化しないので, 探針振動に周波数変調が生じない問題が生じ る. このため, 磁化が飽和しない高磁化率の超常磁性薄膜を用いた高感度・超常磁性探針の開発が必要とな る. 高感度・超常磁性探針が開発できれば磁気記録ヘッド等の交流磁場計測への応用も期待できる.

昨年,我々は,磁化率 χ の大きな Co-GdO_x 系グラニュラー合金薄膜の作製に成功したことを報告した²⁾. 本薄膜の χ の最大値は 1.7×10⁻⁵ H/m であり,報告がある Co₃₆Al₂₂O₄₂超常磁性薄膜の 2.6×10⁻⁶ H/m³と比較し て 7 倍程度大きい.本研究では,大きな磁化率と構造との相関解明のために,Co-GdO_x薄膜の磁化曲線のラ ンジュバン関数による磁性結晶粒径や磁性結晶粒の体積分率の解析を行い,TEM 観察結果と比較検討した. <u>方法</u> Co-GdO_x グラニュラー合金薄膜を,Co ターゲットと GdO_x ターゲットを 2 元同時マグネトロンスパッ タリングにより Co の成膜電力を変化させて熱酸化膜付き Si 基板上に室温成膜した.薄膜の膜厚は 100 nm 一 定とし,Co と GdO_x の比率を種々変化させた.超常磁性薄膜の磁化曲線から,磁性結晶粒の体積分率と粒径 を,ランジュバン関数による解析法 4により求めた.HR-TEM 観察では,画像から磁性結晶粒を粒子直径の 大きさ別にカウントして,平均直径をガウス分布から求め,磁化曲線の解析結果と比較した.

結果 Fig.1(a), (b)に,室温での超常磁性薄膜の中で, Co の体積分率が少ない Co_{0.27}(GdO_x)_{0.73} 薄膜(A 薄膜) および Co の体積分率が最大の Co_{0.44}(GdO_x)_{0.56} 薄膜(B 薄膜)の TEM 像を示す⁵⁾. 両薄膜とも磁性結晶粒が粒 界のマトリックス相で囲まれたグラニュラー構造が観 察され,A 薄膜では TEM 観察から求めた粒子の平均直 径が 2.4 nm と小さく粒界相でよく分離されているのに 対し,B 薄膜では粒子の平均直径が 4.3 nm に増加して おり,さらに,粒子が 2~3 個結合して平均直径 6.3 nm

のクラスタを形成していた.この結果を、磁化曲線解析の際に磁性結晶粒の M_s にCoの値を用いて求めた結晶粒



Fig.1 (a) Plan-view HR-TEM images of the $Co_y(GdO_x)_{1-y}$ films with y = 0.27.(b) Plan-view HR-TEM images of the $Co_y(GdO_x)_{1-y}$ films with y = 0.44. The red and blue circles are the corresponding Co particle and cluster.

径と比較すると、A 薄膜では高磁場側、低磁場側とも粒子直径が 2.6 nm でほぼ一致している.B 薄膜では、 高磁場側が 4.7 nm,低磁場側が 6.9 nm と TEM の観察の粒子直径とクラスタの値とほぼ一致した.以上より 磁性結晶粒は Co 粒子であり、Gd が含まれていないものと考えている.Co 粒子が室温で強磁性となる臨界直 径が 7 nm 程度^のであることを考慮すると、本薄膜で大きな初磁化率が得られたのは、クラスタ化しても超常 磁性を示す小さな Co 粒子が生成したことにより、Co の体積分率が増大したためと推察される.

<u>参考文献</u> 1) H. Saito et al., J. Appl. Phys., 109, 07E330 (2011)., 2) K. Yakushiji et al., J. Magn. Magn. Mater., 212, 75-81 (2000).,

- 3) 鈴木,他 第41回日本磁気学会学術講演概要集,21pD-8.,4) C.P Bean et al, J. Appl. Phys., 27, 1448-1452(1956).,
- 5) Y. Cao et al., J.Magn.Magn.Master. 462, 119-126 (2018) . , 6) Y.J. Chen, et al., J.Appl.Phys., 87, 4837-4839 (2000)

超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による磁気記録ヘッドの 高空間分解能・磁場エネルギーイメージングの理論

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準 (秋田大学)

Theory of high-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head by A-MFM with superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 高密度磁気記録技術の進展に伴い,垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており,磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる. 筆者らの研究グループでは,磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能 を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡(Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)を開発し,さらに高 保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで,磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現し ている¹⁾.本報告では,磁性探針として新たに超常磁性探針を使用することで可能になる磁場エネルギーの 高分解能イメージングの可能性を定式化により検討した結果²⁾を報告する.

<u>結果</u> 超常磁性探針 (SP 探針)を構成する個々の超常磁性状態の磁性結晶粒の磁化 $m = \chi H$ で表す. 探針の磁気力 F_z^{SP} はダイポールとして振る舞う個々の磁性結晶粒 の磁気モーメントが受ける磁気力の和となり,次式で与えられる.ここで z 方向は探針 の変位方向であり試料面に垂直としている.

$$\boldsymbol{F}_{z}^{SP} = \int_{iip \ volume} \frac{\partial}{\partial z} (\boldsymbol{m} \bullet \boldsymbol{H}) dv = \chi \int_{iip \ volume} \frac{\partial}{\partial z} (\boldsymbol{H} \bullet \boldsymbol{H}) dv = \chi \int_{iip \ volume} \frac{\partial (\boldsymbol{H})^{2}}{\partial z} dv$$

個々の磁性結晶粒の磁化率 χ が一定の場合,磁気力は空間の磁場エネルギー $\mu_0(H)^2$ に 比例するので,その計測が可能となる. SP 探針の特徴として、磁場の発生源に近い探 針先端の磁性結晶粒の磁化の寄与が大きく,先端から離れた磁性結晶粒の寄与が小さい ので,探針の有効磁気体積は探針に成膜されている磁性薄膜の体積より小さくなり,高 分解能化に有利となることがあげられる.

一方,従来のハード磁性探針(HM 探針)では,探針の長手方向に個々の結晶粒の磁気モーメントの方向が揃っている場合には,探針の磁気力 *F*^{HM} は次式で与えられる.

$$\boldsymbol{F}_{z}^{HM} = \int_{iip \text{ volume}} \frac{\partial}{\partial z} (\boldsymbol{m} \bullet \boldsymbol{H}) dv = \int_{iip \text{ volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m_{z} H_{z}) dv \cong \int_{iip \text{ surface}} q_{m} H_{z} dS$$

ここで、 q_m は探針表面の磁極である. HM 探針の場合、 q_m はハード磁性材料の磁化に 依存して概ね一定値となることで、探針の有効体積は主に探針の形状を反映した表面積 に影響されるので、高分解能化には探針を対称性よく先鋭化しその表面積を減少させる ことが重要となる.

磁気力の探針試料間距離依存性を考察するため, 試料上の3次元直交座標系の原点(x, y, z) = (0,0,0) にある単磁極から探針が受ける磁気力を計算すると次式となる.

$$\boldsymbol{F}_{z}^{SP} = \frac{\chi}{8(\pi\mu_{0})} \int_{iip \ volume} \frac{-(x^{2} + y^{2} - 5z^{2})}{(x^{2} + y^{2} + z^{2})^{4}} dv , \quad \boldsymbol{F}_{z}^{HM} \cong \frac{q_{m}}{4\pi\mu_{0}} \int_{iip \ surface} \frac{x^{2} + y^{2} - 2z^{2}}{(x^{2} + y^{2} + z^{2})^{5/2}} dS$$

ここで、座標点 (*x*, *y*, *z*) は SP 探針の個々の結晶粒の磁化 *m* あるいは HM 探針表面の q_m の位置である. 探針が 単磁極の真上にあるときに、 $F_z^{SP} \cong \frac{5\chi}{4(\pi\mu_0)^2} \int_{tip volume} \frac{1}{z^6} dv$, $F_z^{HM} \cong \frac{q_m}{4\pi\mu_0} \int_{tip surface} \frac{-2}{z^3} dS$ となる. したがって、超常 磁性探針においては、磁化率 χ の大きなものが実現できれば、磁気力が短距離的となり高分解能化が図れる ことがわかる.

参考文献 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett., 96,143104(2010), 2) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett., 111,183105(2017)



Fig.1 Schematic figures of SP tip and HM tip.

Co-GdOx系超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による磁気記録 ヘッドの高空間分解能・磁場エネルギーイメージング

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準 (秋田大学)

High-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head

by A-MFM with Co-GdO_x superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 高密度磁気記録技術の進展に伴い,垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており,磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる. 筆者らの研究グループでは,磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能 を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡(Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)を開発し,さらに高 保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで,磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現し ている¹⁾.本報告では,更なる空間分解能向上に向けて,磁性探針として新たに超常磁性探針を使用するこ とで可能となる磁場エネルギーのイメージングを,垂直磁気記録ヘッドに応用することで,理論的考察²⁾から予測される高分解能イメージングの可能性を検討した結果³⁾について報告する.

結果 Fig.1にCo-GdO_x系超常磁性(SP)探針(磁性膜厚 100 nm) 及びFePt-MgO系ハード磁性(HM)探針(磁性膜厚 20 nm)を 用いて A-MFM により計測した垂直磁気記録ヘッドの磁場エネ ルギー像(a)及び垂直磁場像(b),および磁場エネルギー像のライ ンプロファイル(c)とその空間スペクトル(e),垂直磁場像のライ ンプロファイル(d)とその空間スペクトル(f)を示す. HM 探針は 観察前に探針磁化が試料面に垂直になるように着磁した.

磁場エネルギー像と垂直磁場像を比較すると、磁場エネルギー像では図(a)、(c)のように主磁極付近で空間対称性のよい急峻な信号が得られているのに対して、垂直磁場像では図(b)、(d)のように主磁極付近の信号がブロードであり、空間対称性が劣っている.空間分解能を空間スペクトルにより信号がノイズレベルと等しくなる波長の半波長で評価すると、磁場エネルギー像では図(e)のように13 nm であるのに対して、垂直磁場像では図(f)のように17 nm であった.磁場エネルギー像では SP 探針の磁性膜厚が垂直磁場像の HM 探針の磁性膜厚より 5 倍大きいにもかかわらず、高い空間分解能が得られている.空間スペクトルの信号強度とノイズの比(ダイナミックレンジ)から信号強度を見積ると、垂直磁場像では 70 dB 程度、磁場エネルギー像では 50 dB 程度であり、垂直磁場像は信号強度が大きいにもかかわらず空間分解能が低いことがわかる.



Fig.1 A-MFM images, their line profiles and power spectra by using superparamagnetic Co-GdO_x tip and hard magnetic FePt-MgO tip.

磁場エネルギー像で高分解能が得られる理由として、 1)磁場エネルギーは磁場と比較して探針試料間距 離による信号の減衰が大きな短距離的な相互作用となっており、2) SP 探針では探針先端の試料面に近い磁 性結晶粒の磁気モーメントが主に磁気力に寄与しており、探針の有効磁気体積が小さいことが考えられる².

一方,HM 探針は探針表面の表面磁極が主に磁場を検出しているので,探針先端の形状や空間的非対称性 により磁気力信号が歪む問題がある.講演ではSP 探針とHM 探針の像コントラストの違いも議論する. <u>謝辞</u> 磁気記録ヘッドの磁場エネルギーイメージングに関する議論に対して,㈱日立ハイテクファインシステムズ様に感 謝いたします.

<u>参考文献</u> 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett. 96,143104(2010), 2) P. Kumar 他 第 42 回日本磁気学会学術講演概要 集, 3) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett. 111,183105(2017)

高分解能磁気光学顕微鏡の開発

小笠原 剛

(産総研)

Development of high resolution magneto-optical Kerr microscope

Takeshi Ogasawara

(AIST)

磁気光学顕微鏡は一般の光学顕微鏡と同程度の空間分解能を持つとされている。しかし実際には、面内磁 化を観察する場合には照明光を試料面に対して斜めに照射する必要があり、このために照明光の入射方向に 垂直な方向の空間分解能が大きく低下してしまうことが、Abbeの空間分解能の理論より示唆される。この分 解能の低下は照明光の入射方向に依存するので、入射方向を変えて撮影した多数の磁区像を合成することに より、分解能を改善した画像を得ることができることを見出し、試作機の開発を行った^{1,2)}。

開発した磁気光学顕微鏡の構成を Fig.1 に示す。通常の磁気光学顕微 鏡における落射照明光学系に回転ステージを取り付け、照明光の入射方 向を光軸のまわりに 360 度回転できる構成とした。光源は、波長 470 nm の LED を用い、マルチモード光ファイバーによって光学系に接続して いる。照明光を 16 方向から入射させてそれぞれの磁区画像を取得し、 これらの磁区画像に適当な重みをつけて重ね合わせることにより、分解 能の改善した磁区画像を得た。落射照明光学系の回転による像のずれや、 温度変化などによる試料位置のドリフトが発生すると、重ね合わせが困 難になるため、波長の異なる照明光を用いたモニター光学系 (Fig.1 で は省略)を用いて試料位置の変化を検出し、フィードバック制御により フォーカスと試料位置を固定している。

Fig. 2(a) は、今回開発した手法によって撮影した磁区像で、Fig. 2(b) は同一の磁区を従来法によって観察したものである。試料はパーマロイの薄膜を微細加工したもので、像の濃淡は面内横方向の磁化の大きさを表している。新手法では従来法にくらべて、磁区の境界や細かなテクスチャーが明瞭となっており、考案した手法が有効に機能し、分解能が改善したことを示している。

- 1) 小笠原剛、特願 2017-006656.
- 2) T. Ogasawara, Jpn. J. Appl. Phys. 56, 108002 (2017).



Fig. 1 Schematic configuration of newly-developed magneto-optical Kerr microscope.



Fig. 2 Domain structure images observed by the new method (a) and the conventional method (b).

印加コイル

センサプロ

マルチチャンネル磁気抵抗センサを用いた 鉄鋼構造物の亀裂検出

林実,中村喜浩,堺健司,紀和利彦,塚田啓二 (岡山大学)

Detection of Cracks in Steel Structures Using Multi-Channel Magnetic Resistive Sensors M. Hayashi, Y. Nakamura, K. Sakai, T. Kiwa, K. Tsukada (Okayama University)

<u>はじめに</u>

鉄鋼構造物の亀裂検出において、き裂による信号変化が、透磁率のばらつきや磁化などによる磁気雑音と 区別できないことが課題であった。そこで本研究では、渦電流探傷法において、印加コイル内に2つの TMR(トンネル磁気抵抗)センサを設置し、センサ出力ベクトルを差分処理することで磁気雑音を打ち消 し、亀裂による信号変化を抽出することを試みた。さらに手動でプロービングした場合での信号強度のリフ トオフ変動などの影響を受けずに欠陥信号を抽出できる方法を考案したので報告する。

実験方法

計測に用いたセンサプローブと試験体サンプルの一例 を Fig.1 に示す。センサプローブは印加コイルの同一辺 上に TMR センサを 2 つ設置した。印加コイルは銅線 0.25φを用いて, 60 回巻,内径 6.0×2.5 mm²,外径 7.7×4.5 mm²とした。平面状の試験体サンプル(SM400A) は 200×200 mm²で板厚 7 mm とし,深さ 0.5 mm から 7 mm までの 8 種類のスリットを設置した。

印加コイルに 1 kHz, 0.5 V_{p-p}の交流電圧を印加した。 各スリットに対して,スリットを中心として走査方向と して *x* 方向に 0.1 mm 刻みで,走査幅 200 mm として,*z* 成分の磁場変化を測定した。

実験結果

Fig.2 に差ベクトルによるリ サージュ波形を示す。差ベク トルSは、センサ1出力S1な どとして、 $S = S_2 - S_1 = X + jY$ で求められ、複素平面上に 表示できる。Fig.2 のリサージ ュ波形は、3 mm のスリットに おいて測定した各点の差ベク トルを健全部と亀裂部に分け てプロットしたものである。 健全部において差ベクトルは ほぼ一定であり、磁気雑音が 打ち消されていることがわか



スリット

7 mm 1

Fig.2 健全部とスリット部におけるリサージュ波形

る。一方, 亀裂部において差ベクトルは強度と位相が大きく変化しており, 亀裂による信号変化が大きく反映されていることを確認できた。また, この解析方法は立体形状の構造物の亀裂でも同様に適用でき, 健全部と亀裂部の信号を分離することができた。

トンネル磁気抵抗センサを用いた金属材の微小欠陥の検出

神原匠, 堺健司, 紀和利彦, 塚田啓二, 鈴木雄太*

(岡山大学大学院ヘルスシステム統合科学研究科, *神戸製鋼所 技術開発本部)

Detection of micro defects of metal materials using tunnel magnetoresistive sensors

T. Kobara, K. Sakai, T. Kiwa, K. Tsukada, Y. Suzuki*

(Graduate School of Interdisciplinary Science and Engineering in Health Systems, Okayama University *Technical Development Group, Kobe Steel, Ltd.)

<u>研究背景</u>

現在の我国の発展に大きな役割を担っている高速道路,新幹線などの社会インフラに用いられる材料には, アルミニウムや鉄といった様々な金属材料が用いられている.これらの材料の製造過程中あるいは,構造物 としての加工中などで発生した表面あるいは内部の微少欠陥を防ぐには初期の段階で破壊することなく検出, 評価できる非破壊検査が求められている.本研究では,トンネル磁気抵抗センサを用いた渦電流探傷法を用 いて,鉄鋼材などの磁性体やアルミニウムなどの非磁性体などの電磁特性が異なる金属材の微小欠陥の検出 とその信号の違いを評価した.

実験内容

測定装置は,発振器,磁場印加コイル,ナノグラ ニュラートンネル型磁気抵抗素子センサ(TMR セン サ:大同特殊鋼製 Z21),X-Y 自動走査ステージ(X 軸 モータ,Y 軸モータ),ロックインアンプ,PC,測定 サンプルにより構成される(Fig.1).発振器から交流 信号を磁場印加コイルに印加すると同時に,発振器 からロックインアンプに参照信号を入力する.コイ ルにより交流磁場を測定サンプルに印加し表面に渦 電流を誘導する.TMR センサにより測定サンプルか らの磁場応答を計測した信号をロックイン検波し, PC でデータ解析を行う.測定サンプルは,鋼板 (SPCC),アルミニウム板(150 mm×120 mm×10 mm) の2種類を用い,各板表面に幅と深さが異なる円形 欠陥を 6 種類形成した.欠陥寸法について Table.1 に示す.

<u>測定結果</u>

解析より、欠陥エッジ部での電流分布が大きくなり、欠陥による渦電流の2次的な磁場分布の変化が確認できた.Fig.2にアルミニウム板から得られた2次的な磁場による信号強度を示す.欠陥エッジ部で、信号強度は低くなっている.これは、欠陥エッジ部で電流密度が大きくなるため、発生する2次的な磁場も大きくなり、印加磁場と欠陥信号の総和としてセンサの信号強度が低くなるためである.この磁気信号の変化はシミュレーションでも確認することができた.磁性体と非磁性体で信号変化が異なることが分かった.



Fig.1 Measurement system Table.1 Size of the sample

				r r		
Defect No.	1	2	3	4	5	6
Width(mm)	2.0	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0
Depth(mm)	1.35	1.0	1.3	1.0	1.0	0.2





<u>参考文献</u>

Y.Majima et al.,Electromagnetic Nondestructive Evaluation, (2018),in press

鋼材裏面のスリット状亀裂の検出に向けた低周波渦電流探傷法の周波数依存性の検討

吉村航、笹山瑛由、圓福敬二 (九州大学) Frequency dependence of low-frequency eddy-current testing for detecting cracks on the backside of steel plate W. Yoshimura, T. Sasayama, K. Enpuku (Kyushu University)

<u>はじめに</u>

渦電流探傷法は、一般的に表皮効果の影響から検査対象表面の探傷に用いられることが多い。特に、強磁 性体は表皮効果が顕著に現れるため、鋼材を検査する場合は、表皮効果の影響を避けるため低周波での検査 が必要になる。しかし、周波数を低くすればするほど渦電流による信号が小さくなってしまうため、周波数 を適切に選択する必要がある。そこで本研究では、より裏面亀裂の検出に適した周波数の検討を行った。

<u>実験方法</u>

自動ステージを用いて、縦 300 mm、横 300 mm、板厚 10 mm の鋼板(SM490A)上で、励磁コイル(巻数 50 turn)と検出コ イル(巻数 300 turn)の位置関係を固定したまま動かして測定 し、裏面亀裂の検出を試みた。裏面亀裂の寸法は横が 50 mm、 縦が1 mm、高さが6 mmとした。励磁、検出部の仕様を Fig.1 に示す。鉄板上に2つの励磁コイルを配置し、それらの中央に 検出コイルを配置した。励磁コイルには振幅2Aの正弦波電流 を印加し、このときに正弦波電流の周波数を2~20 Hzの範 囲で変化させ測定を行った。検出コイルでは、励磁電流と位相 が同相および直交の電圧を取得し、それぞれ磁束密度 B に変換 して画像化した。計測範囲は鋼材の中心の 150 mm×150 mmの 範囲で x 軸、y 軸方向共に5 mm 間隔の各地点で値を取得した。 **実験結果**

Fig.2 は、周波数 8 Hz で測定をした場合の B の虚部の値を図 に示したものである。図中の黒線は裏面亀裂の位置を示す。図 より、亀裂の位置において B の値が変化しており、本システム を用いた亀裂位置の特定が可能であると確認できた。

Fig.3 に亀裂上 (x = 75 mm、y = 75 mm)の位置における、亀 裂により生じた磁束密度変化の周波数依存性を示す。また、実 験と同様の条件での電磁界シミュレーションを、有限要素解析 ソフト (JMAG)を用いて行い、実験結果との比較検討を行っ た。図より、計測値における磁束密度変化は周波数 10 Hz の場 合に最大値をとり、それ以上の周波数においては、表皮効果の 影響により周波数が大きくなるにつれ、亀裂からの信号が小さ くなっていることが確認できた。そのため、本稿での条件下で の亀裂検出を行う際は 10 Hz 程度の周波数での測定が望まし いと確認できた。また、シミュレーションで得られた結果にお いても、ピーク値が 8 Hz であり、実験結果ともほぼ一致する ことが確認できた。



劣化炭素鋼の局所領域での物性評価

森井悠真、寺島顕一、高瀬つぎ子、山口克彦、内一哲哉^{**}、高木敏行^{**} (福島大、^{**}東北大)

Evaluation of physical properties in local area of deteriorated carbon steel material

Y. Morii, K. Terashima, T. Takase, K. Yamaguchi, T. Uchimoto^{**}, T. Takagi^{**}

(Fukushima Univ. *Tohoku Univ)

はじめに

現在,構造材料の非破壊検査には電磁超音波探触子(EMAT)などの手法が用いられ, EMAT による炭素鋼の 非破壊評価も行われている¹⁾.しかし,これらの検査は試料のマクロな領域を測定し劣化を検出するもので, 劣化についてのミクロ領域におけるデータは少ない.そこで,本研究では,劣化診断とミクロレベルにおけ る物性との関係を明らかにすることで劣化診断の信頼性を高めることを目的とする.

具体的には、配管などに用いられている炭素鋼の劣化度合いを EMAT で測定した試料に対して、収束イオンビーム加工装置(FIB)でマイクロオーダー程度の大きさに切り出し、磁気特性の測定および TEM 像の観察を行った. その結果をもとに、EMAT とミクロ領域における物性の対応関係を確認した.

実験手法・結果

炭素鋼管 STPT370 の異なる部位より 7.0×7.0×2.0[mm]サイズに切り出された二つの炭素鋼試料のうち, EMAT にて,劣化が小さいとされた試料を sample 1,劣化が大きいとされた試料を sample 2 とした. FIB に て $10 \times 10 \times 0.1$ [µm]程度の大きさに加工し,走査型透過電子顕微鏡(STEM)にて結晶粒界の構造の観察と電子 線回折像の観察を行った. Fig1, Fig2 にそれぞれ sample1 と sample2 の TEM 像を示す. また, Fig3, Fig4 に点 A から点 D それぞれの電子線回折像を示す.

Fig3, Fig4 より点 A, C, D では,結晶粒の存在を示す回折点がみられ,点 B においては回折点がみられ なかった.このことより sample2 は sample1 より深い領域に結晶粒が存在することが確認できた.これらの結 果より,結晶粒の形成の違いが,EMAT における信号強度の差異に影響を与えていると考えられる.



Fig.1 TEM image of sample1 (\times 50.0k).



Fig.3 Electron diffraction image of point A and B in sample1.



Fig.2 TEM image of sample2 (\times 50.0k).



Fig.4 Electron diffraction image of point C and D in sample2.

<u>参考文献</u>

 Ryoichi URAYAMA, Tetsuya UCHIMOTO, Toshiyuki TAKAGI, and Shigeru KANEMOTO : Quantitative Evaluation of Pipe Wall Thinning by Electromagnetic Acoustic Resonance, E-Journal of Advanced Maintenance _2.(2010),25-33.

アモルファス CoFeSiB 薄膜の磁気特性におよぼす金属元素添加効果

神保睦子,野末周平,藤原裕司

(大同大, 三重大)

Influence of additive elements on magnetic properties of CoFeSiB films

M. Jimbo, S. Nozue, and Y. Fujiwara

(Daido Univ., Mie Univ.)

はじめに

磁歪がほぼゼロを示すアモルファス(a-)CoFeSiB 合金は,保磁力は 0.1Oe 以下で,高透磁率を示す非常に優れた軟磁気特性を示すため¹⁾,薄膜化して磁気センサー等への応用が考えられている.しかし,a-CoFeSiB 合金は薄膜化すると結晶化温度が低下してしまう.そこで,a-CoFeSiB 薄膜に結晶化温度の上昇を期待して Zr などの金属元素を添加し,その耐熱性を評価した.ただし, a-CoFeSiB 薄膜に金属元素を添加した場合,磁 歪が変化してしまうことが予想される.そこで,金属元素の添加にともなう磁歪の変化も評価した.

実験方法

試料は, RF スパッタ装置を用い, ガラス基板上に成膜した. スパッタ装置の到達真空度は 6x10⁵Torr 以下, スパッタガスは Ar 6mTorr である. ターゲットには, CoFeSiB ターゲットに金属チップ(Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W)を配置した複合ターゲットおよび CoFeSiBHf 合金ターゲットを使用した. 膜厚は約 500nm であり, 表 面には酸化防止のため SiN を 10nm 成膜した. また, 試料は 2x10⁻⁵Torr の真空中で1 時間磁界中熱処理を行 なった. 熱処理温度は, 200℃ から 400℃ である. VSM で磁化曲線を測定し, XRD により構造解析を行っ た. また, 磁気トルクメータ, 光梃子式磁歪測定により磁歪を評価した.

実験結果

金属元素の添加量が概ね3-5 at.%の試料の磁化測定から, Ti, Cr を添加したものをのぞいた as-dep. 試料の保磁力 Hc は 0.1 - 0.3 Oe 程度 の良好な特性を示した. Fig.1 に 350℃1 時間熱処理した後の Hc を示 す. 横軸は原子半径である. 原子半径の大きな元素では, Hc の増加 が小さいことから,原子半径の大きな元素の添加が耐熱性の向上に効 果的であることがわかる.特にHfの添加が効果的であった.ただし, Hf 添加により, 飽和磁化 4πMs が 10kG から約 8kG に低下した. そこ で、メタロイド組成、Hf 組成を制御したターゲットを使用し、飽和 磁化の増大を検討した. その結果, Co77.7Fe4.1Si3.2B8.8Hf6.2 の組成で, as-dep. で 4πMs=11.7kG, Hc=0.14Oe, 300 ℃ 1 時間熱処理後に 4πMs=11.7kG, Hc=0.76Oe という良好な結果を得た. a-CoFeSiBHf 薄膜 の磁歪の変化の様子を Fig.2 に示す. 横軸は CoFe 組成に対する SiB 組成比である.組成比の減少にともなって磁歪は増加しており、約 4ppm まで増加した. 組成制御により耐熱性を保ったまま 4πMs は改 善できたが、磁歪が増加する結果となった.当日は、飽和磁化・磁歪 特性を維持したまま,耐熱性を向上させるために行った組成制御にと もなう各種特性・構造の変化に関する詳細な報告を行う.



1) 例えば H.Fujimori and N.S.Kazama : Sci. Rep. RITU, A-27 (1979) 177.



Fig.1 Dependence of Hc on atomic radii of additive elements after annealed at 350°C, 1hour.



Fig.2 Dependence of saturation magnetostriction on composition. ratio.

高周波励磁のナノ結晶リアクトルコアの鉄損特性

塚田 航平* 藤崎 敬介* 進藤 裕司** 吉川 直樹** 吉竹 徹真** (*豊田工業大学、**川崎重工業株式会社)

Iron Loss Characteristics of Nanocrystal Reactor Core of Road High Frequency Excitation *Kohei Tsukada, *Keisuke Fujisaki, **Yuji Shindo, **Naoki Yoshikawa, **Tetsuma Yoshitake (*Toyota Technological Institute, **Kawasaki Heavy Industries, Ltd.)

<u>はじめに</u>

リアクトルはインバータの出力フィルタなどで使用されており、リアクトル設計等のために、周波数および材料の違いによる損失の特性解明が待たれている⁽¹⁾。そこで今回、正弦波励磁を用いて 6.5 %Si 材リアクトルとナノ結晶材リアクトルの磁気特性を比較したので、以下に述べる。

評価・実験方法

試験回路を Fig. 1.に示す。本試験では、正弦波を用いてリアクトルを励磁する。使用したリアクトル材料は、ナノ結晶材料および、6.5% Si 材料である。また、励磁条件は基本周波数 500 Hz、1k Hz とし、2 つの周波数条件で比較した。

本試験ではリアクトルコアの最大磁東密度 $B_{\rm m}$ を 1.0 T、リアクトル間の空隙幅を 2 mm とし、励磁条件を統一した。今回、最大磁東密度は 2 次側の励磁電圧 V_2 を測定し、次式で算出する。

$$B_m = \frac{1}{n_2 S} \oint V_2 dt$$

ここで、n₂は二次側の巻線数(=5 turns)、S はリアクトル断面積である。また、今回評価を行うリアクトルに 生じる損失(鉄損)W は次式で算出される。

$$W = P_{re} - I_{re}^2 R_{re}$$

ここで、P_{re}はリアクトル間に生じる電力、I_{re}はリアクトルに流れる電流、R_{re}はリアクトル巻線抵抗である。

測定結果と考察

Fig.2.に 6.5 %Si 材リアクトルとナノ結晶の鉄損を比較した 結果を示す。500 Hz において、ナノ結晶材と 6.5 %Si 材の鉄損 は 31~34 W 程と差がないが、1000 Hz に周波数を増加させたと き、ナノ結晶材のリアクトルの鉄損増加率は 14 %と小さいの に対して、6.5 %Si 材のリアクトルの鉄損増加率は 68 %と非常 に大きく増加することがわかる。

以上の結果より、ナノ結晶材料は高い周波数においてリアク トルに生じる鉄損が小さく、高周波における優れた材料と言え る。

参考文献

 S. Odawara, S. Yamamoto, K. Sawatari, K. Fujisaki, Y. Shindo, N. Yoshikawa, T. Konishi "Iron Loss Evaluation of Reactor Core With Air Gaps by Magnetic Field Analysis Under High-Frequency Excitation", IEEE Trans. magn., vol. 51, pp.1-4, no. 11, 2015.



Fig. 1. Reactor iron loss measurement.



Fig. 2. Reactor core loss at 500 Hz and 1 kHz.

元素添加による MnAl 規則合金薄膜の構造と磁気特性

赤間 稜、 土井 正晶、 嶋 敏之 (東北学院大)

Effect of additive elements on the structure and magnetic properties for MnAl thin films

R.Akama, M.Doi, T.Shima

(Tohoku Gakuin Univ.)

はじめに

Nd-Fe-B 磁石は高い飽和磁化、保磁力、結晶磁気異方性、最大エネルギー積を有しており、ハイブリッド カー (HV)、エアコン、携帯電話などの小型デバイス等様々な製品に利用されている。しかしながら、希土 類磁石は、原料である希土類元素の埋蔵地域・生産地域共に地域偏在性があり、また需要の増大に伴い生産 量が年々増加している。そのため現在の Fe 系希土類磁石を代替可能な新たな磁性材料が強く要望されている。 そのための磁石材料の候補として Mn 系永久磁石が挙げられる。中でも MnAl 合金の原料は資源に富んでお り、低密度で低材料コストであるため研究価値があるものと考えられる。しかしながら、 $L1_0$ 型結晶構造を示 す MnAl 合金の磁気特性、特に飽和磁化は現在使用されている永久磁石材料の代替として使用できる値(結 晶磁気異方性 K_u = 1.5 × 10⁷ erg/cm³、飽和磁化は 480 emu/cc である)はこれまで得られていない。そこで本研 究は、初めに組成を変化させた MnAl 規則合金を作製し、最適な Mn 組成の探索を行い、最終的には飽和磁 化を増加させるために、Re、Fe、Rh、Pt 等の元素添加により、 $L1_0$ 型結晶構造の格子伸縮による磁気特性の 変化を詳細に調べた。

実験方法

試料は超高真空多元スパッタ装置を用いて MgO(100)単結晶基板上に成膜した。到達真空度は 5x10⁻⁸Pa, 成 膜時の真空度は 0.132 Pa とした。初めに 700°C において 30 分間基板の表面クリーニングを行い、室温でバッ ファー層として Cr を 20 nm 成膜した。次に 400°C で MnAl 並びに Re, Fe, Rh, Pt 層を成膜し、450°C で 60 分 間熱処理を行った。最後に室温で酸化保護層として Cr を 10 nm 成膜した。MnAl 薄膜の総膜厚は 50 nm とし、 MnAl-Z (Z = Re, Fe, Rh, Pt) 薄膜は総膜厚が 50 nm になるように調整した。結晶構造は X 線回折装置(XRD)、 磁気特性は超伝導量子干渉磁束計(SQUID)、組成分析はエネルギー分散型 X 線分析(EDX)により評価した。

実験結果

初めに Mn の組成を変化させ MnAl 薄膜を作製した。Mn の組成は 46.6 から 52.3 (at.%)まで変化させた。その結果、Mn 組成が 48.2 at.%において最大の飽和磁化 534 emu/cc が得られ、46.6 at.%において最大の保磁力 10.1 kOe が得られた。X線回折結果より、全ての試料においてτ-MnAlの 001,002 ピークが明瞭に観察された。次に MnAl 層を 10-x nm, Z 層を x nm 交互に 5 回積層し、MnAl-Z (Z = Re, Fe, Rh, Pt)薄膜を作製した。MnAl-Re 薄膜は X線回折結果から Re 層厚が 0.4 nm において Al₆Re に相当する 002,004 ピークが観察された。磁気特性を評価した結果、飽和磁化は減少したが、保磁力は増加することが確認された。MnAl-Fe 薄膜においては X線回折結果より、Fe 層厚が 0.6 nm において FeMn の 210 および Fe の 200 ピークが確認された。飽和磁化 は減少したが、角形比は増大することが確認された。MnAl-Rh 薄膜では X線回折結果より、Rh 層厚が 0.4 nm において RhMnAl の 200,400 ピークが観察され、飽和磁化は減少したが、角形比の増加が確認された。最後に、MnAl-Pt 薄膜では X線回折結果より、Pt 層厚が 0.4 nm において PtMnAl の 101,210 ピークが観察され、飽和磁化は減少したが、角形比と保磁力は増大することを確認した。詳細は講演時に報告する。

Mn-Ga-N 薄膜の窒素量による磁気特性及び結晶構造の変化

中川史崇、土井正晶、嶋敏之

(東北学院大学)

Effect of nitrogen content on the crystal structures and magnetic properties for Mn-Ga-N thin films

F. Nakagawa, M. Doi and T. Shima

(Tohoku Gakuin University)

<u>はじめに</u>

Nd-Fe-B 焼結磁石はハイブリッドカー (HV)、電気自動車 (EV)などに使用されるモーターから、 磁気センサーや医療機器等の幅広い分野において応用されているが、硬磁性材料は温度の上昇に伴 い熱減磁が生じるため、Dy や Tb などの重希土類元素置換により熱安定性を向上させる必要があ る。しかしながら、希土類元素においては埋蔵・産出国の地域偏在性により将来に渡って安定供給 の問題があることから、希土類元素を用いない Mn 系新規磁石材料の研究開発が盛んに行われてい る。ここで、D022-MnGa 構造を示す MnGa 合金は高い結晶磁気異方性エネルギーを有しており、先 行研究から D022-MnGa の格子間距離を元素添加などにより制御することにより磁気特性の飛躍的 な向上が期待されている。そこで、本研究では軽元素である窒素を D022-MnGa に添加した試料につ いて結晶構造ならびに磁気特性の変化について報告する。

<u>実験方法</u>

すべ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。はじめに MgO (100) 単結晶基板 上に基板温度を T_s = 400~550 °C の間で変化させ、基本組成である Mn-Ga 合金は Mn₇₀Ga₃₀ (at.%) に 調整し、70 nm の膜厚の試料を作製した。その際の窒素流量比は(N₂/ (Ar + N₂)) = 0~5%に変化させ た。また酸化保護膜として Cr 層を室温において 10 nm 成膜した。組成は、エネルギー分散型 X 線 分析 (EDX)、磁気特性は超伝導量子干渉磁束計 (SQUID)、結晶構造は X 線回折装置 (XRD)、微小 角入射 X 線回折 (GID)を用いて評価を行った。

実験結果

窒素流量比を(N₂/ (Ar + N₂)) = 1、2、5%で固定し、成膜温度を T_s = 400 ~ 550 ℃ の間で変化させ た試料の XRD パターンより、窒素無添加の試料では成膜温度の上昇に伴い $D0_{22}$ -MnGa 構造の各ピ ーク位置が高角にシフトすることが確認された。また、磁化曲線より成膜温度の上昇に伴い飽和磁 化の増加が確認された。次に、成膜温度を T_s = 550 ℃ に固定し、窒素流量比を(N₂/ (Ar + N₂)) = 0 ~ 5%の間で変化させた試料の XRD の結果、全ての試料において $D0_{22}$ -MnGa 構造に起因するピーク が明瞭に確認された。また、窒素流量比の増加に伴い $D0_{22}$ -MnGa 構造の各ピーク位置が低角にシフ トすることが確認された。これより $D0_{22}$ -MnGa 構造の c 軸が増加することが確認され、GID 測定よ り a 軸は減少することが確認された。以上より、c/a の値は窒素流量比の増加に伴い窒素無添加の 試料と比較すると最大で7%増加することが得られた。また、窒素を導入していない Mn₇₀Ga₃₀ (at.%) 薄膜では M_s = 345 (emu/ cc), H_c = 4.7 (kOe)、 H_k = 6.9 (T)、窒素を5%導入した Mn_{53.8}Ga₂₃N_{23.2} (at.%)薄 膜では M_s = 208 emu/ cc, H_c = 4.9 (kOe)、 H_k = 4.8 (T)の結果が得られた。詳細は講演時に報告する。

参考文献

H. Lee, H. Sukegawa, J. Liu, T. Ohkubo, S. Kasai, S. Mitani, K. Hono, *Appl. Phys. Lett.*, 107, 032403 (2015).

Si 基板上に作製した Nd-Fe-B 系磁石膜の厚膜化

山口 雄太*, 中野 正基, 山口 貴士, 下田 慶人, 山下 昂洋, 柳井 武志, 福永 博俊(長崎大学)

Increase in thickness of Nd-Fe-B film magnets prepared on Si substrates

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

はじめに

Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜は, 主にスパッタリング法を用いた報告がなされており, その際の膜厚は最大 で20 µm 程度である⁽¹⁾⁽²⁾。磁界発生源として更なる厚膜化が期待される中,厚膜化を困難にする原因の一つとして, Nd-Fe-B 系磁石膜が Si 基板より剥離する現象が挙げられる⁽³⁾。我々の研究においても PLD 法を用いて Si 基板上へ Nd-Fe-B 系磁石 膜を成膜し,熱処理を施した際に,磁石膜の基板からの剥離現象や,剥離をせずに基板自体の破壊現象が生じることを報 告した⁽⁴⁾。加えて,我々は Si 基板上の酸化膜(自然酸化膜もしくは熱酸化膜)の厚みが磁石膜と基板の密着力に影響を 及ぼすことも最近報告しており,Si 基板上の酸化膜厚の増加に従い,剥離や基板破壊が生じずに磁石膜の膜厚も増加で きることも確認している⁽⁴⁾。本稿では,酸化膜の代わりに,ガラス下地層を基板と磁石膜の間に挿入することで,磁石膜 の磁気特性と機械特性に及ぼすガラス下地層の影響を検討した。

<u>実験条件</u>

真空度 10⁻⁵ Pa 程度のチャンバー内で約 10 rpm で回転する Nd-Fe-B ターゲットに Nd-YAG パルスレーザを照射することで Si 基板上にガラス膜ならびに Nd-Fe-B 系厚膜磁石を成膜した。ガラス下地層を用いた実験では、自然酸化膜(1 nm)付き Si 基板にガラス板(松浪硝子 S1111)をターゲットとして用いて成膜し、その後 Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜した。レー ザパワーは4 W,ターゲットと基板間の距離は 10 mm に固定した。成膜直後すべての試料がアモルファス構造を有した ため、定格出力8kWの赤外線加熱炉を用いて熱処理時間約 4.0 sec の PA(Pulse Annealing)法により Nd₂Fe₁₄B 相を形成した。 磁気特性の測定は VSM、膜組成の評価と試料の表面観察には EDX 付き SEM を用いた。

実験結果

PLD 法でガラス膜を自然酸化膜(1 nm 厚)付き Si 基板上 に成膜したところ、約70µm/hと比較的高い成膜速度が得 られ、ターゲットであるガラス板とガラス膜を構成する元 素で少なくとも Si と O の含有量は同程度であった。 Fig.1 にガラス下地層の有無が破壊現象の抑制に及ぼす影 響を示す。従来の熱酸化膜(500 nm 厚)付き Si 基板上に 成膜した磁石膜(Fig.1中:△,▲)の場合,Nd含有量の 増加に従い,破壊することなく厚膜化できることが確認さ れる。破壊することなく作製できた試料の界面付近の TEM 観察を行うと, 余剰な Nd が粒界相, 三重点に析出す るだけではなく、Si 基板と磁石膜の界面近傍にも析出し、 熱処理における基板と厚膜磁石の線膨張係数の差を起源 とする応力を緩和し、最大膜厚の増加に貢献したものと推 察される。しかしながら, 化学量論組成よりも多量に存在 するNdは、残留磁気分極ならびに(BH)maxの低下を招くた め, 好ましくない。一方, 自然酸化膜(1 nm 厚)付き Si 基板上にガラス下地層を施した場合は(Fig.1中:○),従 来の熱酸化膜付き Si 基板上に磁石膜を成膜した際に基板 破壊(Fig.1中:▲)していた領域(Nd含有量:10~15 at.%) での磁石膜の作製を可能にした。ガラス下地層が基板破壊 の抑制を可能にする原因の一つとして、Si 基板と Nd2Fe14B の間の線膨張係数を持つガラスを下地層として挿入した ことにより、上記の「余剰な Nd」と同様に熱処理時の応 力を緩和したためであると考えられる。 すなわち,線膨張 係数の差を起源とする応力の緩和に用いる材料を Nd から ガラスに変更することで磁石膜内の Nd 含有量を低減しつ つ, 基板の破壊現象の抑制が可能となった。更に, ガラス 下地層の有無による磁気特性の比較をしたところ,磁石膜 厚を約 60 µm で固定した場合,熱酸化膜付き Si 基板上に 成膜した磁石膜よりも、ガラス下地層を施した磁石膜は Nd 含有量を4 at. %程度低減することができ、それに伴い (BH)max が 20 kJ/m³ 増加することが確認された。(Fig. 2)

参考文献

- (1) 小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, vol.169, pp.7-11, (2012).
- (2) R. Fujiwara et al., Int. J. Automobile Tech., vol.7, pp. 148-155, (2013).
- (3) Y. Zhang et.al., Acta Mater., vol.60, pp.3783-3788, (2012).
- (4) D. Shimizu et. al., 日本磁気学会学術講演概要集, p.145 (2017).



Fig. 1 Relationship between glass under-layers and destruction behavior of Si substrates.



Fig. 2 J-H loops of two Nd-Fe-B films. (1) Deposition on a Si substrate with a 500 nm thick thermal oxide layer. (2) Deposition on a Si substrate with a 64 μ m-thick glass buffer layer.

非連続に格子が伸張した Ce(Co_{1-x}Cu_x)5 薄膜の磁化特性の評価

古我城 航*, 高村 陽太*, 中川 茂樹*, 大橋 健**

(*東京工業大学電気電子系,**信越化学工業)

Magnetic properties of $Ce(Co_{1-x}Cu_x)_5$ films with non-continuous change in crystal lattice

W. Koganoki*, Y. Takamura*, S. Nakagawa*, K. Ohashi**

(*Dept. of Electrical and Electronic Eng., Tokyo Inst. of Tech., **Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

はじめに

希土類磁石は,希土類原子の局在した 4f 電子雲の異方性に起因する高い結晶磁気異方性を持つ.地球上に 豊富に存在する Ce は安価な希土類元素にもかかわらず, 4f 電子が価数揺動状態であるため, その化合物は 結晶磁気異方性を持たず^D,現在までほとんど希土類磁石として用いられていない.しかし,Ceの4f電子を 局在化させることができれば、その異方性が復活し²⁾、ネオジム磁石を置き換える Ce 系磁石ができる可能性 がある.4f電子の局在化は、CeNisなどのCe化合物に第三元素を添加していくと、ある組成において結晶格 子が非連続的に伸張することから間接的に確認されている³⁾.しかし、これに伴う磁化特性の変化は調べら れていない.本研究では Ce(Co1-xCux)5 薄膜において、Cu 組成 x を増加させることで格子の拡張を行い、その 結晶構造と磁化特性を評価した.

実験方法

すべての試料は,熱酸化した Si 基板上に対向ターゲット式 スパッタ法で作製をした. 試料の積層構造は, Si 基板 /SiO₂/W/Ce(Co_{1-x}Cu_x)₅/W とした. Ce(Co_{1-x}Cu_x)₅層は Co ターゲ ット上に Ce チップと Cu チップを設置して成膜し, 組成は Cu チップの枚数により調整した.この層の成膜時間は30分,成 膜温度は 500℃ で固定した. 作製した試料の結晶構造は X 線 回折法(XRD)で、磁気特性は振動試料型磁力計で評価した.

実験結果

XRD パターンから、すべての組成で CaCu5 結晶相の形成を 確認した,また,Ce(Co1-xCux)5の(110)回折と(001)回折のみが 現れたことから, c 軸が面内と面直方向に配向した2つの結晶 粒が混在することがわかった.また,Cu組成が0.48以上では, (110)回折ピークが2つに分離した.このことから、Cu 組成が 異なる2相が形成された可能性がある.(110)の回折ピークか ら,格子定数 a を算出した. Fig.1 に Coの Cu 置換率 x に対す るaの変化を示す.aはx = 0.43まではほぼ線形に増加し,2 相分離が生じた x = 0.48 で非連続的に変化した. x ≥ 0.48 では a は緩やかに変化した. この結果は x ≥ 0.48 の組成合金中で Ce の4f電子の局在化が生じたと解釈できる.

Fig. 2 に x = 0 と 0.48 の試料の面内方向の磁化特性を比較す る. Cu で Co を置換した試料では、保磁力が大きくなり、外 部磁界を20kOeだけ印加しても磁化は飽和しなかった.今後、 低温磁性測定により、Ce 価数変化を磁気特性面から調べる.



Fig. 1. Variation of lattice parameter a with xin Ce(Co_{1-x}Cu_x)₅.



- 1) C.M. Varama: J. Phys., 48, 219 (1976).
- B.S. Conner, M.A. Mcguire, K.V. Shanavas, D.S. Parker, B.C. Sales: J. Alloys Compd., 695, 2266 (2017). 2)
- 3) D. Girodin, F. Givord, R. Lemaire, H. Launois, F. Sayetat: J. Phys., 43, 173 (1982).

合金層拡散による高保磁力 Nd-Fe-B 薄膜の作製

玉澤幸也、土井正晶、嶋敏之 (東北学院大学) Realization of high coercive Nd-Fe-B thin films by the diffusion of alloy layers Y. Tamazawa, M. Doi and T. Shima (Tohoku Gakuin University)

研究背景

Nd-Fe-B 焼結磁石は永久磁石の中でも優れた保磁力、飽和磁化、最大エネルギー積、結晶磁気異方生 を有しており、風力発電の発電機や HDD、センサーなどの広い用途で利用されている。特に、環境問 題への配慮からハイブリッドカー (HV) や電気自動車 (EV) のモーターへの使用が増加している。しか しながら、HV に使用されるモーターの動作温度は約 200 ℃ であり、キュリー温度が 315 ℃ である Nd-Fe-B 磁石は熱減磁により性能が低下する問題がある。そのため、正常に動作させるには室温におい て約 30 kOe の保磁力が要求され、そのために Nd 元素と重希土類元素の Dy 元素の置換により保磁力向 上が行われてきた。しかし、Fe と Dy の反強磁性結合により飽和磁化が低下する問題があり、Dy は埋 蔵・生産が特定国に偏在していることから、将来に渡る供給安定性が懸念されている。そのため、重希 土類元素を使用せずに高い保磁力を有する Nd-Fe-B 磁石の開発が切望されている。Nd-Fe-B 磁石におい て保磁力向上には Nd、Cu、Ga などの非磁性元素を粒界相に拡散させ¹⁾、主相である Nd₂Fe₁₄B 相間の磁 気的結合を弱めることが有効であると報告されている。そこで本研究では、Nd-Fe-B 薄膜上に元素の種 類や組成、膜厚の異なる非磁性合金層を成膜し、熱処理によって粒界相に拡散させた際の結晶構造と磁 気特性への影響を詳細に調査し、高保磁力を示す Nd-Fe-B 薄膜の作製を目的とした。

実験方法

試料は超高真空多元スパッタリング装置を用いて MgO (100) 単結晶基板上に作製した。最初に、基板 クリーニングのために 700 ℃ の基板温度で 20 分間熱処理を行った。バッファー層として Mo 層を室温 において 20 nm 成膜し、エピタキシャル成長促進のために 750 ℃で 30 分間熱処理を行った。次に Nd-Fe-B 層を 500 ℃ において 16 nm 成膜し、Nd-Fe-B 層の結晶化と粒界相の形成のために 550 ℃ で 10 分間熱処 理を行った。合金層として Nd_xCu_{100-x}層を 0.75 nm、Fe_{100-Y}Ga_Y層を t_{Fe-Ga} nm、Nd 層を t_{Nd} nm500 ℃ にお いて成膜し、Nd-Fe-B 層の結晶化と合金層の粒界相への拡散のために 550 ℃ で 50 分間熱処理を行った。 最後に、室温で酸化防止層として Mo 層を 10 nm 成膜した。結晶構造は X 線回折装置 (XRD)、磁気特 性は超伝導量子干渉磁束計 (SQUID)、組成はエネルギー分散型 X 線分析 (EDX) を使用して評価した。

実験結果

XRDにより、全ての試料において主相である Nd₂Fe₁₄B 相の (004) ピークが明瞭に確認された。これ より、作製した全ての試料は Nd₂Fe₁₄B 相が形成され、c 軸が基板に対して垂直方向に成長したと確認さ れた。非磁性合金層を成膜していない Nd-Fe-B 薄膜において H_c = 19.1 kOe の保磁力を示すことが確認さ れた。続いてこの試料に非磁性合金層を成膜し熱処理を行うことにより、Nd-Fe-B 薄膜の保磁力が顕著 に増加することが確認された。この結果は、Nd-Fe-B 層上に成膜した非磁性合金層が熱処理により Nd-Fe-B 層の粒界相に拡散し、主相である Nd₂Fe₁₄B 相間の磁気的結合を弱めたために保磁力が増加した のではないかと考えられる。最大の保磁力は Nd-Fe-B (16 nm)/ Nd_{35.6}Cu_{64.4} (0.75 nm)/ Fe_{77.1}Ga_{21.9} (0.5 nm)/ Nd (1 nm) 薄膜において得られ、 H_c = 32.3 kOe の保磁力を有していることが確認された。この保磁力は

参考文献

1) R. Nakagawa, M. Doi, and T. Shima, IEEE Trans. Magn. 15302949 11-15 (2015)

Sm(Fe, Co)₁₂ 薄膜の Co 添加による磁気特性の変化

齋藤豪太、土井正晶、嶋敏之 (東北学院大) Effect of Co-substitution for Sm(Fe, Co)₁₂ thin films and their magnetic properties G. Saito, M. Doi and T. Shima (Tohoku Gakuin Univ.)

<u>はじめに</u>

Nd₂Fe₁₄B 相を主相とする Nd-Fe-B 焼結磁石は、現行の商業用永久磁石の中で最も優れた磁気特性を有して おり、様々な工業製品に広く応用されている。一方で、1984 年に Nd-Fe-B 磁石が発明されて以来、その磁気 特性を超える新規磁性材料は発見されておらず、そのような新規材料の開発が強く望まれている。現在期待 されている磁性材料のうち、特に ThMn₁₂型の結晶構造を有する RFe₁₂ (R:希土類元素)系磁石は、R-Fe 系の 化合物相の中でも最大の Fe 濃度を有していることから、Nd-Fe-B 磁石を超える優れた磁気特性を発現できる とされている。近年、SmFe₁₂薄膜に対して Fe の一部を Co に置換した Sm (Fe, Co)₁₂ 薄膜において、不安定と される ThMn₁₂型結晶構造の安定化と、Nd-Fe-B 磁石を超える一軸磁気異方性と自発磁化が報告され注目を浴 びている¹⁾。しかしながら、SmFe₁₂薄膜への Co 添加による結晶構造や磁気特性への影響は十分に理解されて おらず、その調査が強く要求されている。そこで本研究では、SmFe₁₂薄膜及びそれに Co を置換した Sm (Fe, Co)₁₂薄膜を作製し、その結晶構造及び磁気特性について詳細に調べた。

<u>実験方法</u>

薄膜試料は超高真空多元スパッタ装置を用いて、MgO (100)単結晶基板上に作製した。バッファー層として V を 10 nm 成膜し、700 °C に加熱して 30 分間エピタキシャル成長させた。その後、基板温度を 200~400 °C まで変化させ、SmFe₁₂層を 50 nm 成膜した。なお、SmFe₁₂層の成膜には Sm と Fe のターゲットを用い、同時 成膜によって作製した SmFe₁₂合金膜の試料と、Sm 層を t_{Sm} nm、Fe 層を (1- t_{Sm}) nm として 50 回交互成膜した SmFe₁₂積層膜の試料をそれぞれ作製した。その後、酸化保護膜として V を 10 nm 成膜した。作製した試料は、結晶構造を X 線回折装置 (XRD)、磁気特性を超伝導量子干渉磁束計 (SQUID)を用いて評価を行った。

<u>実験結果</u>

基板温度を変化させた SmFe₁₂ 積層膜を作製し、構造及び磁気特性の評価を行った。基板温度の上昇に従い SmFe₁₂ 相からのピーク強度が増加し、 $T_{\rm S} = 300$ °C において SmFe₁₂ 相からのピークが明瞭に確認された。基板温度を更に上昇させることにより SmFe₁₂ 相からのピーク強度が減少したことから、SmFe₁₂ 積層膜においては $T_{\rm S} = 300$ °C が最適であるものと考えられる。次に、 $T_{\rm S} = 300$ °C に固定し、SmFe₁₂ 積層膜の Sm 膜厚 $t_{\rm Sm}$ を変化させた試料の XRD パターンを Fig. 1 に示す。化学両論組成となる $t_{\rm Sm} = 0.08$ nm の試料では、Fe が過剰となり α -Fe 相からのピークが確認された。 $t_{\rm Sm}$ を増加させることで、 α -Fe 相からのピークは減少し、SmFe₁₂ 相からのピーク強度が増大することが判明した。講演時にはSmFe₁₂ 合金膜及び Coを添加した Sm(Fe, Co)₁₂ 薄膜についての結果についても合わせて報告する。

<u>参考文献</u>

 Y. Hirayama, Y.K. Takahashi, S. Hirosawa and K. Hono., *Scr. Mater.*, 138 (2017) 62-65.



Fig. 1. X-ray diffraction patterns for SmFe_{12} [Sm (t_{Sm} nm)/ Fe (1- t_{Sm} nm)]₅₀ stacking thin films with different Sm layer thickness. (a) $t_{\text{Sm}} = 0.08$ nm, (b) 0.25 nm and (c) 0.30 nm.

正方晶化 Cu_{1-x}Co_xFe₂O₄粒子の磁気異方性の評価

H. Latiff, 重澤遼, 岸本幹雄, 喜多英治, 柳原英人 (筑波大) Magnetic anisotropy of tetragonally distorted (Cu,Co) ferrite particles H. Latiff, R. Shigesawa, M. Kishimoto, E. Kita, and H. Yanagihara

(Univ. of Tsukuba)

はじめに

CoFe₂O₄ は、薄膜試料において正方歪の導入により大きな垂直磁気異方性を発現することが知られている^[1]。微粒子形態において同様の効果を期待し、ヤーン・テラー(JT)イオンである Cu²⁺を導入した(Cu,Co)Fe₂O₄の構造と磁気異方性について以前報告をした^[2]。共沈法およびフラ ックス法により合成した粒子は立方晶構造をとるが、熱処理を行うことで正方晶系へと変化し、 これに伴い保磁力の増大を確認した。本研究では、Coの含有量を変化させ、歪と磁気異方性の 依存性を明らかにすることを目的とした。

実験方法

Cu_{1-x}Co_xFe₂O₄ 微粒子は、参考文献 [2]と同様の方法で合成し、x を 0-0.2の範囲で変化させた。 得られた粒子の結晶構造は XRD により確認し、磁気特性の評価は VSM を用いておこなった。 磁気異方性については、磁気トルク測定をおこない各磁場で得られた回転ヒステリシスを用い て異方性磁界を見積もった。

実験結果

Figure 1 に示す XRD パターンから x=0-0.1 の範囲では正方晶スピネルで、 x=0.2 では立方晶スピネルとった。すなわち Co>0.1 の範囲で Cu の JT 効果が抑制されていることが分かった。飽和磁化は 21–32 emu/g 程度 で、逆スピネル構造を仮定して計算した混晶の飽和磁化と比べて同程 度の値であった。一方で保磁力は、x=0-0.2 の範囲では x=0.1 で最大値 を示した(Fig. 1)。Fig. 2 に回転ヒステリシス W_rの磁場変化を示す。ま ず、Coを含めた x=0.1, 0.2 の試料においては、最大磁場 1.9T においても Wr≠0 となった。これは、2 次粒子を形成した 1 次粒子群同士の粒子間 相互作用によるものだと考えられる。Fig. 2 においてピークを越えた後 の変曲点から線形的に W_r=0 に外挿し、得られた磁場 H_kを異方性磁界

とし x に対する変化を Fig. 2 (inset)に示した。x=0.1 では H_k が最 大となり、これは Cu^{2+} による正方歪と Co^{2+} の磁気弾性効果に るものだと考える。磁気異方性の最大化は「歪」と「Co」の 両方が必要条件であり、Coが多くなれば歪が抑制されるため x=0.1 付近で最大値を示したものと考えられる。このとき異方 性磁界から求めた一軸異方性は約 1.6 Merg/cm³ であった。

参考文献

T. Niizeki *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **103** (2013) 162407.
 H. Latiff *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **53** (2017) 9402304-1.



Fig. 1 Cu_{1-x}Co_xFe₂O₄ 粒子の XRD パターン



Fe₃O₄ナノ粒子における磁気一次反転曲線の形状依存性

亘理択海、菅原昂大、小林悟、村上武、千葉桃子、J. Manjanna* (岩手大理工、*ラニ・チャンナマ大学)

Effect of particle shape on magnetic first-order reversal curves for Fe_3O_4 nanoparticles T. Watari, K. Sugawara, S. Kobayashi, T. Murakami, M, Chiba, J. Manjanna* (Iwate Univ, *Rani Channamma Univ)

はじめに

Fe₃O₄ナノ粒子は高い飽和磁化及び軟磁性を示すため生医学的応用に期待されている。応用には磁化反転 機構の定量的理解が必要であるが、特に粒子形態(サイズ、形状)との相関については十分理解されていな い。本研究では、ナノ粒子形状が種々の磁気特性に与える影響を探ることを目的として、形状の異なる2種 類の Fe₃O₄ナノ粒子を合成し、1 次反転曲線(FORC)特性を比較したので報告する。

実験方法

FeSO₄·7H₂O₅ FeCl₃·6H₂O₅ KOH₅ EG₅ Glyc を用いて、同等の粒径サイズで形状の異なる2種 類の Fe₃O₄ ([切頭多面体]101±9 nm、[八面体]平 均粒径:130±2 nm)を溶媒熱合成した。得られた 2つの試料に関し、X線回折による結晶構造解析、 FE-SEM 及び TEM による形態評価、SQUID 磁 束計による FORC 測定 (T=10~300K、最大磁場 $H=3kOe、反転磁場及び磁場ステップ <math>\Delta H=\Delta$ H=1000e)を行った。

実験結果

Fig.1 に切頭多面体、八面体それぞれの 10K、 300K における FORC 図を示す。ここで、縦軸は 相互作用磁場 Hu、横軸は保磁力 Heを表す。切頭 多面体、八面体の FORC 図では共に、Ha 軸上の H_c~600 Oe に H_c 及び H_u 方向に幅の広がった (c)Truncated polyhedron [300K] FORC 分布ピークが観測された。300K では FORC Fig. 1: FORC diagram, taken at T = 10 and 300 K 分布ピークの低 Hc 側へのシフト、幅の広がりの減少 が見られた。

得られた FORC 図を詳しく解析するため、H_u方向、 H_{c} 方向それぞれの強度を積分した保磁力分布 ρ (H_{c})、 相互作用磁場分布 $\rho(H_u)$ を作成した。 $\rho(H_c)$ では、両 試料共に温度の増加に伴った分布強度ピークの低磁 場へのシフト、並びに幅の減少が見られた。 ρ(H_u)で は、フェルベー転位温度(T_v~120K)以下において強 度及びピーク幅に、形状による大きな違いは見られな かったが、T_v以上のT=300Kで、切頭多面体で強度の 顕著な減少とピーク幅の広がりが観測された(Fig.2)。 この結果は、フェルベー転移に伴う磁気異方性変化 (正方→立方異方性)が、形状異方性に影響を与えて いる可能性がある。





Fig.2 ρ (H_u) as a function of H_u at T=300K

Mg2SnO4単結晶膜上の Co0.75Fe2.25O4 薄膜の歪と磁気異方性制御

小野田 浩成¹, 井上 順一郎¹, 介川 裕章², Sonia Sharmin¹, 柳原 英人¹ (1.筑波大学, 2.物材機構)

Control of epitaxial strain and magnetic anisotropy in cobalt-ferrite thin films on Mg_2SnO_4

H. Onoda¹, J. Inoue¹, H. Sukegawa², S. Sharmin¹, and H. Yanagihara¹

(1. Univ. of Tsukuba, 2. NIMS)

<u>はじめに</u>

MgO(001)上にエピタキシャル成膜されたコバルトフェライト(Co_xFe_{3-x}O₄: CFO)膜は垂直磁気異 方性を示し、その垂直磁気異方性エネルギー K_u は 14.7 Merg/cm³に達する[1]. この CFO/MgO(001)膜 における垂直磁気異方性は、基板との格子不整合(-0.48%)による磁気弾性効果で生じると理解さ れている[2]. 我々は Mg₂SnO₄ (MSO)単結晶膜上に CFO 膜をエピタキシャル成長させると、 $K_u \sim 60$ Merg/cm³という Nd₂Fe₁₄B の K_u (~ 50 Merg/cm³)を超える値を示すことを発見した. しかし、繰り返し 実験を行ったところ、同じ CFO 膜厚に対して歪量が変化していたり、同じ歪量でも K_u の値が変化 していたりと成膜条件の詳細が一定となっていないことが分かった. これは、MSO 膜の組成が変化 していることが原因だと考えられる. そこで、本研究では、MSO 膜の組成に着目し、CFO 膜の磁気 特性との関連を明らかにすることを試みた.

<u>方法</u>

緩衝層である MSO(001)を単結晶 MgO(001)基板上に Mg 金属ターゲットと Sn 金属ターゲットを用いた 2 元同時反応性 RF スパッタリングにより作製した. Mg 金属ターゲットへの投入電力 P_{Mg} を一定にし、Sn 金属ターゲットへの投入電力 P_{Sn} を変化させることで MSO 膜の組成を変化させた. 続いて、CFO(001)を CoFe 合金ターゲットを用いた反応性 RF スパッタリング法で MSO(001)上に作製した. CFO 膜の作製は、基板温度 500°C、酸素流量 8 sccm とした. 試料評価として、反射高速電子線

回折(RHEED)・X線回折(XRD)法・磁気トルク測定・磁化測定を行い,以前に作製した試料と比較した.

<u>実験結果</u>

 $P_{sn} = 16, 18, 22 W と変化させて作製した MSO 膜の$ RHEED 像を Fig. 1 に示す.全ての膜で,ストリークパターンを示したことから,平坦性の良い膜になっていることが分かる.大気雰囲気中で 1000°C でアニール処理をしたところ,ストリークパターンはシャープになったが,平坦性が悪くなったことが分かる. Fig. 2 に,XRD 測定で求め $た MSO 膜の格子定数を <math>P_{sn}$ についてプロットした結果を示 す.以前に $P_{sn} = 20 W$ で作製した MSO 膜の格子定数と比較 すると,今回 18 W で作製した MSO 膜と格子定数の値とほ ぼ同じであることが分かった.このことから,MSO 膜の組 成 (格子定数) は,ターゲットのスパッタリングレートに依 存しており,さらに,ターゲットの状態(使用時間・表面状 態など)にも依存することが考えられる.

講演当日は,上記に加え, CFOの磁気特性についても 議論する.

- 1) T. Niizeki et al., Appl. Phys. Lett. 103, 162407 (2013).
- 2) J. Inoue et al., IEEE Trans. Magn. 49, 3269 (2013).





Fig. 2. Psn dependence of MSO's lattice constants.

有機金属分解法を用いたビスマス鉄ガーネット薄膜の作製および 磁気表面プラズモン効果

原田 俊英、芦澤 好人、中川 活二 (日本大学)

Fabrication of bismuth iron garnet films by MOD method and their magneto-plasmonic effect Toshihide Harada, Yoshito Ashizawa, and Katsuji Nakagawa

(Nihon Univ.)

はじめに

表面プラズモンの励起状態が外部磁界によって変化する磁気表面プラズモン効果¹⁻³が注目されている。磁 気表面プラズモン効果は、表面プラズモン励起用金属薄膜と外部磁界に応答する磁性材料の組み合わせによ り、大きな効果を得ることが可能になる。誘電性磁性体を用いる検討として、これまで Au/フェライト二層 薄膜において磁気表面プラズモン効果を観測してきた³⁾。さらに大きな効果を得るために、磁気光学効果の 大きなビスマス鉄ガーネット相に着目し、磁気表面プラズモン効果を検討した。

実験方法

ビスマス鉄ガーネット薄膜は、有機金属分解(MOD)法を用いて Gd₃Gd₅O₁₂ (GGG) (111)単結晶基板、(GdCa)₃(GaMgZr)₅O₁₂ (SGGG) (111)単 結晶基板およびガラス(EAGLE-XG)基板上に作製した⁴⁻⁵⁾。スピンコート による MOD 溶液(高純度化学社製, Bi:Fe = 3:5)の塗布、100℃にて 30 分間の乾燥、および 450℃にて 30 分間の仮焼成の工程を 3 回繰り返した 後、本焼成による結晶化を行った。本焼成時間は 3 時間一定とし、本焼 成温度を 450℃~750℃で変化した。薄膜の結晶構造解析は X 線回折法 (Cu-Ka)を用いて行った。

結果及び考察

種々の本焼成温度 T_a^{ev} で GGG 基板上に作製した薄膜の XRD パターン を Fig. 1 に示す。 T_a^{ev} が 450-550℃の範囲において、2 θ = 50° 近傍に ガーネット相 (444) 面に起因する回折線が確認された。一方、600℃以 上においては、ガーネット相に起因する回折線は観測されなかった。

そこで *T*a^{cry} = 490℃において種々の基板上にビスマス鉄ガーネット相の形成を検討した。結果を Fig. 2 に示す。GGG および SGGG 単結晶基板において、ガーネット相(444)面からの回折線が観測された。ガーネット相の形成には、500℃程度の結晶化温度においてガーネット単結晶上にエピタキシャル成長することが有用であることが示された。本ビスマス鉄ガーネット上に銀を成膜した、銀/ビスマス鉄ガーネット二層構造薄膜において、磁気表面プラズモン効果が観測された。

謝辞

本研究の一部は、マツダ助成金および文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業(平成 25~29 年)の研究助成を受けて行った.

参考文献

- 1) J. B González-Díaz et. al, Phys. Rev. B, 76, 153402 (2007).
- 2) T. Tachikawa, et al., J. Magn. Soc. Jpn., 38, 135 (2014).
- 3) K. Narushima, et al., Jpn. J. Appl. Phys., 55, 07MC05 (2016).
- 4) S. Ikehara et al, J. Magn. Soc. Jpn., **36**, 169 (2012).
- 5) E. Jesenska et al., Opt. Mat. Exp., 6, 1986 (2016).



Fig. 1 XRD patterns of Bi-Fe-O films prepared by MOD method at several crystallization temperature.



Fig. 2 XRD patterns of Bi-Fe-O films crystallized at 490 °C on GGG, SGGG, and glass substrates.

軟磁性 Ni 基合金単結晶薄膜の磁歪

芹澤伽那^{1,2}・川井哲郎¹・大竹充¹・二本正昭²・桐野文良³・稲葉信幸⁴ (¹横浜国大,²中央大,³東京藝大,⁴山形大)

Magnetostriction of Soft Magnetic Ni-Based Alloy Single-Crystal Thin Films

Kana Serizawa^{1,2}, Tetsuroh Kawai¹, Mitsuru Ohtake¹, Masaaki Futamoto², Fumiyoshi Kirino³, and Nobuyuki Inaba⁴

(¹Yokohama Nat. Univ., ²Chuo Univ., ³Tokyo Univ. Arts, ⁴Yamagata Univ.)

はじめに 磁歪は基本磁気物性のひとつであり、大きさを制御することが応用では要求される.また、磁歪は結晶方位により異なるため、基本特性を把握するためには、方位制御された単結晶膜を用いて調べることが有効である.fcc 構造を持つ Ni 基合金は代表的な軟磁性材料であり、バルク状態では Ni-Fe 合金は小さな磁歪, Ni-Co 合金は大きな磁歪を示すことが知られている¹⁾.本研究では、単結晶 Ni₈₀Fe₂₀および Ni₂₅Co₇₅(at.%)合金薄膜を Cu/Pd/MgO(001)、(110)基板上にエピタキシャル成長させ、回転磁界中における磁歪挙動を調べた.また、これらの合金を積層させた単結晶膜を形成し、磁歪の制御も試みた.

実験方法 膜形成には超高真空 RF マグネ トロンスパッタリング装置を使用した. MgO(001), (110)基板上に Pd 緩衝層を介し て Cu(001), (110)単結晶下地層を形成し, そ の 上 に fcc(001), (110)単結晶 Ni₈₀Fe₂₀(100-*t*_{NiCo} nm)/Ni₂₅Co₇₅(*t*_{NiCo} nm) 膜 (*t*_{NiCo} = 0-100 nm)をヘテロエピタキシャル 成長させた.構造解析には RHEED および XRD,磁化曲線測定には VSM,磁歪測定に は片持ち梁法を用いた.

実験結果 fcc(001)単結晶 Ni₈₀Fe₂₀(100-t_{NiCo} nm) /Ni25Co75(tNiCo nm)膜の[100]および[110]方向 に対して 1.2 kOe の回転磁界を用いて測定 を行った磁歪の出力波形を Fig. 1(a-1)-(e-1) および 1(a-2)-(e-2)にそれぞれ示す. Ni₈₀Fe₂₀ 単層膜(Fig. 1(a))では出力が小さく, Ni₂₅Co₇₅ 単層膜(Fig. 1(e)) は大きな出力が 現れている.また,結晶方位により位相が 異なっている. 出力波形から求めた Ni₈₀Fe₂₀, Ni₂₅Co₇₅ 単層膜の磁歪定数は、それぞれ、(λ₁₀₀、 λ_{111}) = (3.8×10⁻⁶, -14×10⁻⁶), (118×10⁻⁶, -31×10⁻⁶)となった.Ni₈₀Fe₂₀膜は非常に小さ な磁歪を示しているのに対して、Ni75Co25 膜 では大きな磁歪が観察されている.また, fcc[100]方向では正, fcc[111]方向では負の値 となっていることが分かる. なお, Ni75Co25 膜では、fcc[100]および[110]方向に対して、 波形が正弦状ではなく, それぞれ, 三角お よびバスタブ状に歪んでいるが、これは磁 化と回転磁界方向が完全には一致していな いために生じているものと解釈される 2).



Fig. 1 Output waveforms of magnetostriction for fcc(001) single-crystal Ni₈₀Fe₂₀(100– t_{NiCo} nm)/Ni₂₅Co₇₅(t_{NiCo} nm) films with t_{NiCo} = (a) 0, (b) 25, (c) 50, (d) 75, and (e) 100 nm measured along (a-1)–(c-1) [100] and (a-1)–(c-2) [110]. Ni₂₅Co₇₅ layer thickness dependences of (f-1) λ_{100} and (f-2) λ_{111} .

Ni₈₀Fe₂₀とNi₂₅Co₇₅を積層させた場合,磁歪の出力値は単層膜のものの中間となった(Fig. 1(b)–(d)). Fig. 1(f) に λ_{100} および λ_{111} の t_{NiCo} 値依存性を示す. 層厚比を変化させることにより,磁歪の大きさを制御できること が分かる. 当日は, (110)単結晶膜の磁歪についても報告する.

1) S. Ishio, T. Kobayashi, H. Saito, S. Sugawara, and S. Kadowaki: *J. Magn. Magn. Mater.*, **164**, 208 (1996). 2) T. Kawai, T. Aida, M. Ohtake, and M. Futamoto: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **39**, 181 (2015).

L1₀型 FePt の磁気異方性とキュリー温度に対する Ru 添加効果の第一原理計算 小田洋平 (福島工業高等専門学校)

First-principles calculations of Ru-doping effect on magnetic anisotropy and Curie temperature in L10-type FePt

Y. Kota

(National Institute of Technology, Fukushima College)

1 はじめに

強い垂直磁気異方性を示す L1₀型 FePt は高密度な磁気記録媒体におけるキーマテリアルである.記録密度のさらなる向上のための方針の一つとして熱アシスト方式の研究が盛んに行われているが,L1₀型 FePt はその高いキュリー温度 (~750 K) が故に書き込み時の加熱によるエネルギー損失や媒体の損傷が懸念されている.この問題の解決 に向けて L1₀型 FePt 薄膜に対する異種元素添加に関する先行実験があり,FePt に Ru をドープすることで強い垂直 磁気異方性を維持しつつもキュリー温度を低減できることが報告された¹⁾.そこで本研究では FePt に対する Ru 添 加効果の解析を目的に,結晶磁気異方性エネルギーと実効的交換結合定数の第一原理計算を行う^{2,3)}.計算手法は 局所スピン密度近似に基づくタイトバインディング線形マフィンテイン軌道法を採用し,L1₀規則化した FePt に対して (a) Fe の一部を Ru に置換,(b) Pt の一部を Ru に置換,(c) Fe と Pt の一部を Ru に置換した3つの場合を考慮 する.元素置換による不規則性はコヒーレントポテンシャル近似の枠内で扱う.

2 結果および考察

Figure 1 に (Fe_{1-x}Ru_x)Pt, Fe(Pt_{1-x}Ru_x), (Fe_{1-0.5x}Ru_{0.5x})(Pt_{1-0.5x}Ru_{0.5x})の結晶磁気異方性エネルギー ΔE と Fe の実効 的交換結合定数 J_0 の Ru 置換量 x 依存性に関する計算結果を示す. ここで実効的交換結合定数とは Fe の周りのス ピンがつくる有効磁場の大きさに相当するもので平均場近似の枠内ではキュリー温度と比例関係にある.計算結果 から Ru 置換によって $L1_0$ 型 FePt の ΔE と J_0 はほぼ一様に減少する傾向が確認される.また実験¹⁾では 6 at.%の Ru 置換(Fig. 1 では x = 0.12 に相当)に対して異方性定数 K_u が 34%, キュリー温度 T_C が 15%減少しているが,こ れは (Fe_{1-0.5x}Ru_{0.5x})(Pt_{1-0.5x}Ru_{0.5x})の計算結果とほぼ等しい.一方で高 K_u かつ低 T_C が実現されるのは Fe(Pt_{1-x}Ru_x) であり, Ru 置換サイトの選択が可能ならばさらなる特性の改善が見込まれる.詳細は講演にて報告する.



Fig. 1 Calculated ΔE per formula unit and J_0 of Fe atom, where (a), (b), and (c) denote the results for $(Fe_{1-x}Ru_x)Pt$, $Fe(Pt_{1-x}Ru_x)$, and $(Fe_{1-0.5x}Ru_{0.5x})(Pt_{1-0.5x}Ru_{0.5x})$, respectively.

References

- 1) T. Ono, H. Nakata, T. Moriya, N. Kikuchi, S. Okamoto, O. Kitakami, and T. Shimatsu, Appl. Phys. Express 9, 123002 (2016).
- 2) I. Turek, J. Kudrnovský, V. Drchal, and P. Bruno, Philos. Mag. 86, 1713 (2006).
- 3) Y. Kota and A. Sakuma, J. Phys. Soc. Jpn. 81, 084705 (2012).

中空構造を有する Fe₃O₄ 微粒子における磁気一次反転曲線

千葉桃子、小林悟、村上武、Jayappa Manjanna* (岩手大理工、*ラニ・チャンナマ大学) Magnetic first-order reversal curve for hollow magnetite fine particles (M. Chiba, S. Kobayashi, T. Murakami, J. Manjanna) (Iwate Univ., *Rani Channamma Univ.)

はじめに

中空構造を有する Fe₃O₄ナノ粒子は、薬物を梱包するドラッグデリバリー等の医療応用に期待されており、 実用化の上で、磁化過程の定量的理解が課題の一つになっている。これまで、特に粒サイズが 20nm 程度以 下の中空ナノ粒子について、大きな表面効果に起因する強い交換バイアス効果などの特徴的振る舞いが報告 されている¹⁾が、粒サイズが数百 nm オーダーの中空 Fe₃O₄ 微粒子の磁性についての研究例は少なく、詳しい 磁化反転機構は理解されていない。本研究では、粒径・孔径の異なる 2 種類の中空 Fe₃O₄ 微粒子について、 広温度範囲で一次反転曲線(FORC)特性を調べたので報告する。

実験方法

FeCl₃・6H₂O、CH₃COONH₄、EG、PGを用いて粒径の異なる2種類の 中空 Fe₃O₄ 微粒子([A] 平均粒径:417.4±0.8nm、平均孔径211±1nm、[B] 平均粒径:455±3nm、平均孔径:224±1nm)を溶媒熱合成した²⁾ (Fig.1)。X 線回折による構造評価、FE-SEM、TEM による形態評価を行った後、Epoxy 樹脂に微粒子を分散させた試料について、SQUID 磁化測定装置を用いて FORC 測定(温度 T=10~300K、最大磁場 H=3kOe、反転磁場及び磁場ス テップ $\Delta H_r = \Delta H = 1000e$)を行った。



Fig.1 TEM image of sample A and its size distribution.



Fig.2 FORC diagram at *T*=10 K for sample A.



Fig.3 ρ (H_u) at *T*=10K, 20K, 90K, and 300K for sample A.

実験結果

Fig..2 に試料 A における T=10K での FORC 図を示す。保磁力(H_c)方向 に広がった 2 つの FORC 分布ピーク、並びに、H_c軸上に細長く尾のよう に伸びる小ピークが観測された。FORC 図を詳しく解析するため、FORC 分布強度を相互作用磁場方向、保磁力方向にそれぞれ積分した保磁力分 布 ρ (H_c)、相互作用磁場分布 ρ (H_u)を求めた。Fig.2 の FORC 図を反映し ρ (H_u)において 3 ピークが観測された(Fig.3)。 $Hu \sim \pm 500$ Oe の両端のピー クの強度は温度上昇とともに急激に減少し、フェルベー転移付近($Tv \sim$ 100K)で極小値を取った後、 $T \sim 200K$ で極大を示した。同様な温度依存性 は ρ (H_c)のピーク強度でも見られ、主に磁気異方性の温度変化および Tvでの構造相転移を反映していると考えられる³。一方、 $Hu \sim 0$ の中央ピー クの強度は Tv まで増加後、室温まで緩やかに減少した。温度依存性が異 なる 2 種類の ρ (H_u)ピークの存在は、起源の異なる 2 種類の磁化反転機構 の存在を示唆している。

FORC 図での2ピークの出現は、単磁区ナノ粒子の低磁場構造の一つ として考えられているスピンボルテックスが、中空構造でも形成されて いることを示唆している。また、試料 A, B 間で ρ (H_u)、 ρ (H_c)の温度依存 性に違いが見られ、粒径に依存した磁化過程を示唆する結果が得られた。

- 1) H. Khurshid et al., Sci. Rep. 5, 15054 (2015).
- 2) D. T. Nguyen et al., J. Nanosci. Nanotech., 13, 5773 (2013).
- 3) O. Ozdemir et al., Earth Planet. Sci. Lett., 194, 343 (2002).

様々な記録素子形状における磁性細線中への磁区形成シミュレーション

川那真弓、奥田光伸、石井紀彦、宮本泰敬

(NHK 放送技術研究所)

Micromagnetics simulation of magnetic domain formation in magnetic nanowire in various recording element shapes

M. Kawana, M. Okuda, N.Ishii, Y. Miyamoto

(NHK Science & Technology Research Labs.)

<u>はじめに</u>

我々はスピントランスファー効果による磁壁の電流駆動現象¹⁾を利用した小型かつ高速な記録装置の実現 を目指し、これまでに既存の HDD 用磁気ヘッドを磁性細線上に接触固定して磁性細線中の磁区形成(記録)・ 駆動・磁区検出(再生)を一連の動作で実証した²⁾。しかしながら、磁区形成時に HDD 用ヘッドを利用した 場合には、記録ヘッドと細線との接触状態によって記録条件が著しく変化し、再現性に問題があった。一方、 電流磁界を利用して磁区形成する方法があり、この方法では通常、1つの記録素子からの電流磁界によって 磁区を形成するが、記録素子に流す電流量や細線・記録素子間距離によって磁区幅が変化し、微小磁区を形 成することは難しいと考えられる。そこで今回、様々な形状の記録素子をモデル化し、記録素子から発生し た電流磁界による磁性細線中への磁区形成過程について、マイクロマグネティックシミュレーションを行っ た。その結果、直線状の記録素子を磁性細線の上側に2つ反平行配置した場合に、電流磁界を効率的に利用 でき、乱れの小さい磁区を安定形成できる結果が得られたので報告する。

<u>シミュレーション方法</u>

磁性細線は、長さ 1.6 μ m、幅 120 nm、膜厚 12 nm で飽和磁化 0.25 T、異方性磁界 7.06 x 10⁵ A/m とした。Fig. 1 に磁性細線と電流磁界 を発生する記録素子の計算モデルを示す。磁性細線の上側に直交 させるように長さ 1.6 μ m の記録素子を配置し、磁性細線・記録素 子間の z 方向距離は 5 nm とした。細線の初期磁化方向は z 方向上 向きとし、記録素子に 0.1 A の電流を印加した場合について、LLG 方程式を用いて磁性細線への磁区形成過程を計算した。細線メッ シュサイズは 4 nm 一定とした。

シミュレーション結果と考察

Fig. 2(a)に記録素子1のみに+y方向に電流を印加した場合の+z 方向から見た磁性細線の磁化状態(電流印加後 0.1 ns)を示す。 電流磁界によって記録素子1の+x側の磁性細線に下向き磁区が 形成されるが、記録素子からの電流磁界が空間的な分布を持つた め、素子から離れた磁壁は揺らぎが大きいことがわかった。次に、 記録素子2を素子1の-x方向側に平行に100 nm離して位置させ、 記録素子2に+y方向、素子1に-y方向の電流を印加した場合の 電流印加 0.1 ns後の磁化状態をFig. 2(b)に示す。2つの記録素子 に電流をそれぞれ逆方向に印加することで、素子に挟まれた磁性 細線領域で乱れの小さい磁区が形成された。磁壁乱れが小さくな った理由は、記録素子から発生する同心円状の磁界によって、そ れぞれの磁壁が 2つの記録素子直下で安定化するためであると 考える。

記録素子1、2のx方向距離を40nmと短くし、記録素子2に +y方向、素子1に-y方向の電流を印加した場合の電流印加0.1ns 後の磁化状態をFig.3に示す。距離を短くした場合にも素子間に 下向き磁区が安定形成できることがわかった。このことから、2 つの記録素子間距離と電流量を調整することで、磁性細線中に乱 れの小さい磁区を形成できると考えられる。

参考文献

- 1) H. Tanigawa et al.: Appl. Phys. Express, 2, 053002 (2009).
- 2) M. Okuda et al.: IEEE Trans. Magn., 52, (7), 3401204 (2016)



Fig. 1 Simulation model for magnetic nanowire with one recording head.



Fig.2 Simulation results of domain formation in specimen nanowires with (a) recording head 1, and (b) with recording heads 1 & 2 with a separation distance of 100nm, respectively.



Fig.3 Simulation result of domain formation in specimen nanowire with recording heads 1 & 2 with a separation distance of 40nm.

有機金属分解法による熱処理の影響と

六方晶フェライト作製条件の探索

工藤 駿、関寺 健人、安川 雪子

(千葉工業大学 電気電子情報工学専攻)

Influence of heat treatments on the formation of hexagonal-structural ferrites through

an metal-organic decomposition method

S. Kudo, K. Sekidera, Y. Yasukawa

(Graduate School of Engineering, Department of Electrical, Electronics and Computer Engineering, Chiba Institute of Technology)

背景

有機金属分解法(MOD 法)とは、原料を含むコート剤の塗布、仮焼、本焼の工程により薄膜を作製する方法 である。本法のメリットは真空環境を必要としないため簡便に薄膜を作製でき、また試料の大面積化が可能 なことが挙げられる[1]。しかしながら、ガーネット以外のフェライトを MOD 法で作製した事例は少なく単 一相の六方晶フェライトを作ることは難しい[2]。我々は MOD 法を用いて六方晶フェライトの一種である BaFe₁₂O₁₉の薄膜作製を目指しており、本研究では本焼時の熱処理方法について検討を行ったので報告する。

実験方法

単結晶 Si 基板上に Ba:Fe=1:12 のコート剤を滴下し、スピンコートで成膜した。 スピンコーターの回転数は 初期回転数を 250 rpm で 20 秒、次いで 3000 rpm で 30 秒とした。ホットプレート上で第1仮焼を 100 ℃で 10 分間、第2仮焼を300 ℃から325 ℃で5 分から15 分間施した。本焼は700 ℃から900 ℃で6 分から 300 分間施した。本焼時の熱処理は、昇温、所定温度での保持、降温を炉中で行う「炉中熱処理」、また所定 温度の電気炉中に試料を入れ一定時間保持した後に降温する「急熱処理」で比較した。本焼は空気、窒素、 窒素後に空気としたそれぞれの雰囲気下で行った[3]。作製した試料はX線回折法(XRD)を用いて生成相の同 定、振動試料型磁力計(VSM)を用いて室温での磁気特性の評価、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて表面形態を 観察した。

実験結果

第2仮焼を325 ℃で15 分、本焼を900 ℃で炉中熱 処理及び急熱処理で成膜した試料を比較検討した。この 時、昇温と降温は何れも3時間、900℃での保持を1時 間とした。また本焼時の雰囲気は空気である。それぞれ の試料の XRD の結果からは単一相の BaFe₁₂O₁₉を確認 した。Fig.1 に膜面直方向の磁気特性を示す。急熱処理 を行った方が、飽和磁化が大きくなった。また何れの試 料も BaFe₁₂O₁₉の特徴である硬磁性的特性を示した。本 焼時の熱処理法が磁気特性に大きく影響を及ぼしてい る。発表ではコート剤の塗布回数、第1仮焼、第2仮焼 条件の違いによる生成相及び磁気特性の差異について も報告する。



謝辞

本研究の一部は文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業の支援により、東京大学で実施された。 参考文献

1) S. Ikehara, K. Wada, T. Kobayashi, S. Goto, T. Yoshida, T. Ishibashi, and T. Nishi, J. Magn. Soc. Jpn., <u>36</u>, 169-172 (2012).

2) H. Yoshiga, K. Kamishima, N. Hiratsuka, and K. Kakizaki, J. Jpn.Soc.Powder Powder Metallugy 61, Supplement, NoS1 (2014).

3) Yan Nie, I. Harward, K. Balin, A. Beaubien, and Z. Celinski, J.Appl.Phys 107, 073903 (2010).

磁場微分検出を用いたベクターネットワークアナライザ強磁性共鳴測 定装置の開発

田丸慎吾、常木澄人、久保田均、湯浅新治 (産総研 スピントロニクス研究センター)

Vector network analyzer ferromagnetic resonance spectrometer with field differential detection S. Tamaru, S. Tsunegi, H. Kubota, S. Yuasa

(AIST, Spintronics Research Center)

はじめに

各種高速磁気デバイスの開発において、磁化ダイナミクスの理解は不可欠であり、その為に行われる最も一般的な測定は、強磁性共鳴(FMR)である。FMR 測定には従来電子スピン共鳴(ESR)測定装置が用いられてきた。 ESR 測定装置は、マイクロ波をキャビティ共振器に導入し、その中に置かれたサンプルのマイクロ波吸収を モニターする。この方式では励起周波数はキャビティ共振器の共振周波数で決まってしまうため、磁化ダイ ナミクスの周波数依存性を測る事は出来ない。このため近年では、広帯域で FMR 測定を行う事が出来る、ベ クターネットワークアナライザ強磁性共鳴(VNA-FMR)測定装置が使われてきている。VNA-FMR では、平面 導波路(CPW)上に磁性サンプルを配置し、CPW にマイクロ波を注入して透過係数(S21)を測定しつつバイアス 磁場を掃引する。FMR 共振条件が満たされると、磁性体の共振によりマイクロ波が吸収されるので、それを S21の変化として測定する。しかしながら、この方式では FMR 共振に伴う S21変化が、VNA のS パラメータ 測定の感度揺らぎ(トレースノイズ)より小さくなると、信号がトレースノイズに埋もれてしまい測定出来なく なってしまうという問題があった。この問題を解決する為、我々は従来の VNA-FMR に磁場微分検出法を組 み合わせ、測定感度の向上を試みた。

装置の概要

図1は本研究で構築した VNA-FMR のブロック図である。本システムでは、従来の VNA-FMR に変調コイル が追加されており、これにより、バイアス磁場に加えて変調磁場をサンプルに印加し、その変調磁場による S₂₁の変化分だけを数値計算により抽出する。図2は従来と本研究で構築された VNA-FMR それぞれで測定さ れた、FeB(1.6 nm)/W(0.1 nm)/FeB(1.1 nm)積層膜の FMR スペクトルの比較である。従来法によって測定され た結果は、VNA のトレースノイズによってベースラインが揺らぎ、SN 比が非常に低くなっているのに対し、 本研究の VNA-FMR による測定結果は、非常に高い SN 比を示している。これは、VNA のトレースノイズ は低い周波数に偏っており、その為長時間に渡る測定では、一連のシーケンスの最初に測ったベースライン ノイズの結果が、時間の経過とともに不正確となり、ノイズとして表れてしまうが、変調法ではそのような 低周波のトレースノイズが効果的に除去されるためである。本発表では、本方式で構築された VNA-FMR の ハードウェア構成、測定シーケンス及びデータ処理方法等について詳細に解説する。

<u>参考文献</u>

1) S. Tamaru et. al., Rev. Sci. Inctrum, 89, 053901 (2018)



図 1,本研究で構築された磁場微 分検出 VNA-FMR のブロック図



図 2,FMR 測定結果の比較。(左)従来の VNA-FMR、(右)本研究で構築され た磁場微分検出 VNA-FMR

リニアモータを用いたガソリンエンジン用動弁機構 (電磁界解析を用いた基礎的検討)

佐藤礼直、加藤英晃、成田正敬 (東海大)

Valve mechanism for gasoline engine with linear motor (Fundamental consideration using electromagnetic field analysis) Y. Sato, H. Kato, T. Narita (Tokai Univ.)

<u>はじめに</u>

近年、省エネルギーの観点から自動車用エンジンの高効率化が求めら れている。高効率化を達成する上で達成すべき項目として、急速燃焼、 充填効率の向上、フリクションロスの低減があり、様々な検討が行われ ている。一般的にエンジンの動弁系は従来のカムとバルブスプリングを 含めた機構が用いられている。このとき、エンジンに起因する振動の影 響で発生する弁ばねの共振はカムシャフトに応じたタイミングとは異 なる予期しないバルブの開閉を発生させる原因となる。

これに対し従来技術では、不等ピッチバネを用いて固有振動数を変化 させて解消を図っているが、高回転域での共振の発生は高速化を阻む要 因となっている。この問題を解決するためカム機構を用いずリニアモー タを用いてバルブを開閉するシステムが提案されている^{1,2)}。しかしなが ら、これらの検討はバルブスプリングのサージング現象を解決すること に主眼が置かれており、バルブリフト量、タイミングを任意に変更でき る点を積極的に効率向上に用いる検討は行われていない。

そこで当研究グループはエンジンバルブを開閉可能なリニアモータ を設計し、任意のバルブリフト量、タイミングによって燃焼効率の向上 やポンピングロスの低減が実現可能なバルブシステムを提案する。本報 告は初期検討としてバルブ駆動用リニアモータについて電磁界解析を 行い、温度条件を変更した際の出力特性について検討を行った。

電磁界解析による推力特性に関する検討

本報告では、電磁気バルブエンジン(Fig. 1)のアクチュエータである リニアモータ(Fig. 2)を対象とし、その設計を行い、磁場解析により推 力特性を算出した。本報告で対象とするリニアモータはエンジンの中で 燃焼室の直上にあるに設置するため70~百数十 ℃に耐えうる構造としなくてはならない。

Fig. 2 のリニアモータを 3DCAD にて設計し、モータ温度を 70~150 ℃の間で変更して解析を行った。電磁 石に 20 A の直流電流を印加した際に可動部に発生する推力特性を求めた。

<u>参考文献</u>

1) 打田正樹, 竹村昌也, 森田良文, 神藤久, 藪見崇生, 日本 AEM 学会誌, Vol.14, No.4, pp. 394-399, 2006.

2) 岡崎昭仁,長谷川拓也,根本泰行,技術史教育学会誌, Vol.16, No. 1, pp29-34, 2014.



Fig. 1 Electric valve system for gasoline engine



Fig. 2 Analytical model of electric valve

ボイスコイルモータを用いた超小型モビリティのアクティブシート (振動制御を考慮したモータ設計に関する基礎的検討)

遠藤文人、池田圭吾、三野輪良祐、加藤英晃、成田正敬 (東海大)

Active seat for ultra-compact mobility with voice coil motor (Fundamental consideration on design method of motors considering control of vibration) A. Endo, K. Ikeda, R. Minowa, H. Kato, T. Narita

(Tokai Univ.)

<u>はじめに</u>

近年、観光地や都市部における移動の質を向上させるために 超小型モビリティが提案されている。しかしながら、超小型モ ビリティは簡素な設備であり、振動による乗り心地の劣化が想 定される。そこで当研究グループではアクチュエータにボイス コイルモータ(VCM)を使用し、小型な車両にも搭載可能な アクティブシートサスペンションを提案している¹⁾。これまで に乗り心地向上を目的とした振動制御手法に関して報告して きた²⁾。しかしながら、実車へ搭載する際には小型かつ軽量な 機器とする必要がある。さらに、可能な限り制御効率を向上さ せ、制御によるエネルギ損失の少ない VCM の設計が求められ る。そのため振動制御を想定した効率的な VCM の設計指針を確 立する必要があると考えられる。そこで本報告では磁場解析と 実際の利用環境を想定した運動シミュレーションを用いて、 VCM の電気的特性による制御性能への影響について明らかに した。

解析条件

本報告では、これまでの研究において振動制御に対する有用 性を明らかにしてきたアクティブシートサスペンション (Fig. 1) に搭載されているアクチュエータの VCM (Fig. 2) を対象と した。本報告で対象とする VCM は4つの永久磁石 (1つの永久 磁石につき残留磁束密度 1.2 T) が SS400 で製作されたヨークに 取り付けられている固定部と 2 つのコイルが取り付けられてい



Fig. 2 Voice coil motor

る可動部で構成されている。なお、固定部と可動部のエアギャップは3mmとした。

解析ではまず、VCM の電気的特性に大きく影響を及ぼすコイルの導線径をいくつかの条件で変化させ、各 条件における VCM の推力特性ならびに電気的特性を明らかにした。さらに、明らかになった VCM の特性を 考慮してアクティブシートサスペンションを1自由度モデルに置き換え、運動シミュレーションを実施した。 運動シミュレーションでは段差を降りた際に車両に加わるような衝撃力を想定した。VCM の各条件において 振動の抑制効果と効率を算出し、衝撃力に対して適切な VCM の設計指針について考察した。

参考文献

1) 阿部,新井,押野谷,石橋,日本機械学会年次大会講演会論文集, Vol. 7, No. 02-1, (2002), pp. 175-176.

2) 加藤, 長谷川, 押野谷, Journal of the Magnetics Society of Japan, Vol. 37, No. 3-1, (2013), pp. 95-101.

水平方向からの磁場を用いた柔軟鋼板の磁気浮上装置 (金属箔の浮上に関する基礎検討)

小田吉帆、伊藤誉淳、奥野健吾、成田正敬、加藤英晃 (東海大学)

Electromagnetic levitation system for flexible steel plate using magnetic field from horizontal direction (Fundamental consideration on levitation of metal foil)

Y. Oda, Y. Ito, K. Okuno, T. Narita, H. Kato

(Tokai Univ.)

<u>緒言</u>

鋼板の磁気浮上技術に関する研究が活発に行われており、中でも浮上対象を薄鋼板に注目した検討が行われている¹⁾。著者らは従来の支持方向だけでなく、水平方向に電磁石を設置して位置決め制御を行う手法を 提案し、板厚 0.18 mm、0.24 mmの薄鋼板の磁気浮上搬送が可能であることを確認している²⁾。このとき水 平方向に設置した電磁石からの磁場によって張力だけではなく鋼板が浮上する支持力も得られることを確認 している。そこで著者らは、水平方向にのみ電磁石を設置した磁気浮上システムの提案を行い、より薄い鋼 板に対して有効であることを解析的に確認している³⁾。しかしながら、これまで板厚 0.18 mm 以上の、薄鋼 板に対する実験的な検討は行われてきたが、それよりも薄い鋼板に対する検討は行われていない。そこで本 報告は、著者らが提案をしている水平方向にのみ電磁石を設置した磁気浮上システムを用いて、より柔軟で 浮上が困難な金属箔を浮上対象として浮上実験を行い、浮上性能について基礎的な検討を行った。

水平方向にのみ電磁石を設置した磁気浮上装置と金属箔の浮上実験

Fig. 1 に著者らが提案をしている磁気浮上装置の写真を示す。浮上対象は、幅 100 mm、長さ 400 mm、 板厚 0.05 mm の金属箔(SS400)をとした。本装置は 4 つの電磁石ユニットから構成されており、2 つの電 磁石ユニットがペアになっており、金属箔を挟み込むように設置されている。1 つの電磁石ユニットは 1 つ

の電磁石と1基のレーザセンサから構成されている。本装置は鋼板 エッジ部に対して、電磁石から吸引力を印加し、測定された水平方 向変位と電流値をフィードバックして非接触位置決め制御を行う。 本装置を用いて金属箔に対する浮上性能を確認するため、浮上実験 を行った。電磁石に流す定常電流値は電磁界解析により、浮上可能 な0.8Aとした。金属箔の上部に設置した非接触変位センサにより 測定した金属箔の鉛直方向の時刻歴を Fig.2に示す。

<u>結言</u>

著者らが提案した水平方向にのみ電磁石を設置した磁気浮上装 置を用いて板厚 0.05 mm の金属箔の浮上実験を行った。実験の結 果、これまで浮上が困難であった金属箔を浮上させることができた。 また、これまでの板厚よりも少ない定常電流で浮上が維持できたこ とから、本手法がより薄い浮上対象に有効であることを確認した。

- 鈴木他, 日本 AEM 学会論文誌, Vol. 25 (2017), No.2, pp. 118-124.
- 2) 木田他, 日本磁気学会論文特集号, Vol. 1 (2017), No. 1, pp. 76-81.
- T. Narita et. al., Jour. Mag. Soc. Jap., Vol. 41 (2017), No. 1, pp. 14-19.



Fig. 1 Photograph of the electromagnetic levitation system.



Fig. 2 Time history of the vertical displacement of the steel plate.

リニア誘導モータを用いた宇宙エレベータクライマー (推力特性に関する基礎的検討)

別所飛彦、石原宙、奈良輪祥泰、山口遼、成田正敬、加藤英晃 (東海大学) Space elevator climber using linear induction motor

(Fundamental consideration on thrust characteristics) T. Bessho, S. Ishihara, Y. Narawa, R. Yamaguti, T. Narita, H. Kato

(Tokai Univ.)

<u>はじめに</u>

近年、スペースシャトルやロケットに代わる新たな宇宙輸送手段として宇宙エレベータに関する研究が行われてきている¹⁾。宇宙エレベータは現行のロケット等による輸送手段に比べて爆発事故や墜落等の危険性を大幅に低減できることに加え、低コストでの輸送が可能となり、優れた輸送システムと言える。現状の宇宙エレベータ昇降機(クライマー)は、Fig.1のようにテザーと呼ばれるケーブルをローラ同士で挟み込むことで生じる摩擦力を利用して昇降する仕組みとなっている²⁾。しかし、この摩擦力を利用した手法の場合、摩擦によるテザーの摩耗やローラの劣化などの問題が発生し、定期的なメンテナンスが必要となり、コスト増加などの問題も浮上してしまう。

そこで当研究グループは、リニア誘導モータ(Linear Induction Motor 以下 LIM)を用いた非接触昇降機を提案する。 本報告は、テザーを非磁性体のリアクションプレート(以下 RP)を使用するとし、実用化されている LIM を参考に設計し たクライマーが、宇宙エレベータ用クライマーとして昇降可 能であるか電磁界解析ソフトウェア JMAG によって検討を行 った。

解析に使用するモデル

本研究では JMAG による電磁界解析を主として行う ため、JMAG 上で解析可能な LIM のモデルを作成した。 作成した解析用モデルの一部分を拡大したものを Fig. 2 に示す。解析モデルは、実際に利用されている LIM を 参考に作成した。また LIM の推力特性およびクライマ ーとしての有効性を確認するため、コイルエンドを考慮 する必要がない 2 次元モデルとして解析を行っている。 Fig. 2 に示したモデルは 2 段組みのスロットとなってお り、1 段のスロット数は 79、2 段のスロット合計は 158 である。また、コア内部には永久磁石を挟んで 9 つのス







Fig. 2 Analytical model of proposed LIM installment climber.

ロットに分かれて構成されており、そのうちコイルが入るスロットは1段あたり72であり、7か所の空洞が ある。電流源は三相電流源を使用し、LIMと RPの間隔、LIMに流れる電流 Iを変更して電磁界解析を行っ た結果、宇宙エレベータとして有効な推力特性が得られた。

- 1) 山極, 加藤, 三輪, 松井, 日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス講演会講演概要集,(2012), 1A2-L01(1)-1A2-L01(4).
- 2) 伊藤, 津国, 池内, 西川, 江上, 日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス講演会講演概要集, (2011), 1A2-L01(1)-1A2-L01(2).

柔軟鋼板の湾曲浮上制御 (外乱状況下での浮上性能に関する実験的検討)

小川和輝、多田誠、成田正敬、加藤英晃 (東海大学)

Bending levitation control for flexible steel plate (Experimental consideration on levitation performance under disturbance) K. Ogawa, M. Tada, T. Narita, H. Kato (Tokai Univ.)

<u>はじめに</u>

電磁石による非接触搬送を行うため、磁気浮上技術の 検討が盛んにおこなわれている¹⁾。当研究グループでは、 過去に磁気浮上による非接触搬送の実現性を確認して いる²⁾。またさらに薄い鋼板を対象とする場合には、鋼 板を塑性変形しない範囲で曲げた状態で浮上させる湾 曲磁気浮上を考案した³⁾。本研究では実際の使用環境を 想定し、電磁石ユニットに外乱が入力された状態におけ る浮上性能について検討した。

<u>実験</u>

Fig. 1 に磁気浮上制御システムの概略図を示す。浮上 対象は長方形亜鉛めっき鋼板(長さa = 800 mm、幅b = 600 mm、厚さh = 0.30 mm)を使用している。長方形鋼 板を5箇所の電磁石により非接触支持するために、鋼板 の変位を5個の渦電流式非接触変位センサにより検出 する。5個の電磁石のうち周囲の4個は傾けることがで きる機構になっている。また、中央の電磁石は垂直方向 に可動できる。このように5個の電磁石を移動、傾斜さ せることによって様々な湾曲角度で鋼板を磁気浮上さ せることができる。

なお、電磁石ユニットを設置している3本のフレーム の下に設置した加振器(Fig. 2)によって、外乱を電磁 石本体に入力できる構成になっている。Fig.3に外乱入 力時のフレーム変位時刻歴とスペクトルを示す。このよ うに電磁石ユニットをランダムノイズによって加振し た状態で浮上実験を行い浮上性能の向上を確認した。

<u>参考文献</u>

- T.Mizuno et al., *Mechanical Engineering Journal*, Vol. 3, No. 2 (2016) 15-00687
- 2) 押野谷他,日本機械学会論文集 C 編,Vol. 62, No. 95, (1996),pp. 127-133.
- 3) 丸森他,日本機械学会論文集,Vol. 81, No. 823,(2015), 14-00471.



Fig. 1 Electromagnetic levitation control system.



Fig. 2 Photograph of vibrator.



Fig. 3 Time history of displacement and amplitude spectrums of vibrating frames by the random disturbance.

液冷システム用磁気駆動マイクロポンプの特性改善

占部諒、山田大生、本田崇 (九工大)

Performance improvement of magnetically driven micro-pumps for liquid cooling system R. Urabe, T. Honda (Kyushu Inst. of Tech.)

はじめに

本研究では、ノート PC 等に搭載する小型液冷システムへの応用を目指し、弾性板の揺動を利用した磁気 駆動マイクロポンプの開発を進めている。本報告では、ポンプ内部の断面形状を従来の円形から矩形に変更 した結果、大幅に特性を改善でき、液冷システムへ組み込んだ際の冷却性能も良好だったので報告する。

マイクロポンプの試作と基礎特性

Fig.1 にプロトタイプの構成を示す。揺動機構は、厚さ方向に着磁された2個の円盤状 NdFeB 磁石(ф4mm×1mm)の間に、NdFeB 微小磁石(φ1mm×0.5mm)を2個重ねたものを前後2ヶ所に配置し、その一方の 微小磁石間に弾性板として 50µm 厚のポリイミド(PI)フィルムを挟み 込んで構成される。PI フィルムは長方形で、幅4mm、磁石端から先端 までの距離を6mm とした。本機構を、回転軸を介して流路内に取り 付けた。流路の断面形状は高さ5mm の矩形であるが、磁石周囲の幅 は磁石の回転を妨げないよう広く、弾性板が揺動する流路の幅を2.5mm とした。但し、図のように磁石側にテーパーを設けている。

Fig.2 に動作原理を示す。ポンプ長手方向に交流磁界を印加することで、磁石は磁気トルクによって回転軸を中心に回転振動する。それに伴い弾性板が揺動し液体を送り出すことで、ポンプとして機能する。

ポンプの評価は室温で行い、作動流体には温度上昇を考慮し、濃度 20%の不凍液を使用した。評価項目はポンプ単体と複数個を直列接続 した場合について 50Oe (4kA/m) 印加時における流量の周波数特性を 評価した。まずポンプ単体で評価した結果、従来の円形断面(内径4mm) の無負荷流量の最大値が 124.6ml/min に対し、矩形断面では 168.1ml/min と 35%の増加を達成した。最大流量はポンプを連結する ことで増加し、2 連結時において 242ml/min、3 連結時において 276ml/min まで増加した。矩形断面の 2 連結の流量は、円形断面の 3 連結(液冷システムを駆動できる最小連結数)を上回った。この結果 を基に、矩形断面の連結個数は 2 つで対応できると判断し、プロトタ イプの不要部を削り落とすことで小型化を行った。Fig.3 に小型化後の ポンプと駆動用ソレノイドコイル(8mm角)の外観の写真を示す。

冷却特性の評価

液冷システムは、CPU を模したヒーターに液冷ジャケットを固定 し、冷却液をポンプで循環させることで、その熱をモニターの背面(Al 板,30cm×40cm)で放出する構成になっている。室温 25℃の環境下で、 50W クラスの CPU を想定した状態で冷却を行った結果、ヒーター表 面温度は 51.4℃と、目標値 55℃を大きく下回り、十分な冷却性能を確 認した。駆動コイルの消費電力は 1.2W であった。



Fig.1 Structure of a micro pump.



Fig.2 Actuation principle.



Fig.3 Photograph of a drive coil and two series pumps.

カプセル型医療機器に内蔵可能な磁気駆動生検機構

松井利樹、本田崇

(九工大)

Magnetically driven biopsy mechanisms incorporated into capsule-type medical device

T. Matsui, T. Honda

(Kyushu Inst. of Tech.)

はじめに

カプセル内視鏡は小腸検査に広く用いられるようになったが、その機能は現状では観察に限定される。本研究では、診断もできる次世代カプセル内視鏡への搭載を目指し、外部磁界でワイヤレス駆動可能な3種類 (タイプ A,B,C)の生検機構を考案した。本報ではそれらの試作と評価結果について報告する。

素子構成と動作原理

生検機構を組み込むカプセル筐体の寸法は、直径 11mm、長さ 31mm とした。生検機構はいずれも永久磁 石を固定したボルトとナットを組み合わせた機構で構成し、回転磁界から受ける磁気トルクで動作する。以 下にそれぞれの概要を示す。

<u>タイプ A</u>

Fig.1 にタイプ A の基本構成と動作原理を示す。ボルト (M2)の一端に円筒刃(φ2mm)、他端に NdFeB 磁石(φ4mm× 2mm、径方向着磁)を取り付けたもので、カプセルの長軸方 向に対して垂直に固定したナットに挿入し構成される。x-y 平面に回転磁界を印加すると、磁石が磁気トルクを受け、 円筒刃が回転しながらカプセル側面から突出する。円筒刃 が生体組織を切り取った後、逆方向の回転磁界を印加する ことで、組織の回収を行う。

タイプ B

タイプ B は、2つの円筒刃(可動刃と固定刃、 ϕ 8mm) でカプセル側孔内に食い込んだ組織を挟み切る機構を採 用した。Fig.2 に基本構成と動作原理を示す。カプセル中 心軸に配置したボルト(M2)にNdFeB磁石(ϕ 8mm×2mm、 径方向着磁)を固定し、スライダとして可動刃を取り付け たナット(M2)を挿入し構成する。y-z 平面に回転磁界を 印加すると、ボルトが回転しナットがカプセル長軸方向に 直動することで2つの円筒刃間の組織を挟み切除する。 タイプ C

Fig.3 にタイプ C の構造と動作原理を示す。2 つの鉗子 カップの開閉で組織を切り取る機構を採用した。構造は、 タイプ B のスライダに対し可動刃の代わりに市販の鉗子 の芯と圧縮バネを組み合わせた機構を取り付けている。動 作は、4 段階で行われる。まず y-z 平面に回転磁界を印加 することで、鉗子を筐体前方に突出させる。続いて、さら に磁界を印加することでバネを圧縮しながら芯を押し込み 鉗子が開く。ここで y-z 平面に逆向きの回転磁界を印加す ると、バネの弾性力で中心の芯が引き戻され鉗子が閉じ組 織を採取する。その後、更に磁界を印加することで、鉗子 を閉じた状態を保持したまま鉗子を筐体内に格納する。



Fig.1 Actuation behavior of Type A



Fig.2 Actuation behavior of Type B



Fig.3 Actuation behavior of Type C

カプセル型医療機器のための磁気駆動薬物放出機構の開発

富永 洋平、本田 崇 (九州工業大学)

Development of magnetically driven drug release mechanism for capsule medical device Y. Tominaga, T. Honda (Kyushu Inst. of Tech.)

<u>はじめに</u>

カプセル内視鏡は、被検者が自ら飲み込むだけで消化管内をワイヤレスで観察できる錠剤型の小型内視鏡であり、国内外で広く臨床に供せられるようになった。しかし、その機能は観察のみであり機能面で大きく劣る。そこで、本研究では外部磁界を用いたワイヤレス駆動方式に着目し、消化管内の病変部位に直接薬物を放出する機構を提案し、その有用性を確認したので報告する。

素子構成と動作原理

本研究では、薬物放出機構として蛇腹タンク型とバルーンタンク型 の2種類の薬物投与方法を考案した。両機構とも永久磁石及びボルト とナットをアクチュエータとして採用しており、体外から回転磁界を 印加することでワイヤレス駆動する。

はじめに蛇腹タンク型について述べる。Fig.1 に素子構成を示す。外 径 11mm、長さ 31mm のカプセル筐体内部の中心軸に、両側をブッシ っで回転できるように支えたボルト(M2)を設置し、直径方向に磁化さ れた円盤状の NdFeB 磁石(φ8mm×2mm)を取り付けた。スライダとし てナット(M2)を挿入している。さらに、ゴム製の蛇腹タンク(外径 9mm,内径 4mm,容量 0.14mL)にシリコーンチューブ(内径 1.0mm)を 取り付けており、ナットがタンクを押すことでカプセル先端から薬物 を放出することができる。Fig.2 に動作原理を示す。回転磁界をカプセ ルの長軸方向に対し垂直な面(同図では xz 平面)に印加することで 駆動する。磁石の磁気トルクによってボルトが回転し、送りネジの原 理でナットが直動することによって薬物を蛇腹タンクから押し出す。 薬物放出後は逆向きの回転磁界を印加し、ボルトを逆回転させること でアクチュエータを初期位置まで戻す。小腸内を模した環境下で、磁 界強度 1500e、周波数 4Hz の回転磁界を印加で薬物の放出を確認し た。

次にバルーンタンク型について述べる。Fig.3 に素子構成を示す。外 径 11mm、長さ 26mm のカプセル筐体内部の直径方向にナット(M2)を 固定し、直径方向に磁化された円盤状の NdFeB 磁石(φ8mm×2mm)を 取り付けたボルト(M2)を挿入することでアクチュエータを構成する。 バルーンタンクはシリコーンゴム製で容量が 0.8mL と蛇腹タンク型 よりも 5 倍程度多い。タンクから伸びる放出用シリコーンチューブ は、途中でボルト先端が圧迫しせき止めている。Fig.4 に動作原理を示 す。回転磁界をボルトに対し垂直な面(同図では xy 平面)に印加す ると、永久磁石及びボルトが回転しながら z 軸方向に動く。その結果、 流路が開放され薬物が放出される。また、放出量はボルトの回転数に より制御することができる。磁界強度 1500e、周波数 0.5Hz の回転磁 界を印加し、放出を確認した。



(Bellows tank type)



(Bellows tank type)



Fig.3 Configuration of the capsule. (Silicone balloon tank type)



Fig.4 Actuation principle. (Silicone balloon tank type)

FeSiB フリー層の磁化方向変調型 GMR 歪みセンサの検討

安田 賢汰,橋本 侑也,加藤 剛志,大島 大輝,岩田 聡 名古屋大学

GMR Magnetic Strain Sensor using modulation of FeSiB free-layer magnetization direction K. Yasuda, Y. Hashimoto, T. Kato, D. Oshima, S. Iwata

Nagoya University

<u>はじめに</u>

GMR 素子は2端子の抵抗素子として扱うことができるため、様々な磁気センサとしての利用が試みられて いる。スピンバルブ構造を持つ GMR 素子において、磁化自由層の磁化方向を磁歪の逆効果によって変化さ せると、歪みセンサとして利用することができる¹⁾。我々は外乱磁界に強く、高感度な GMR 歪みセンサとし て、フリー層の磁化方向を交流磁界で変調する方式を検討してきた²⁾。これまでの報告では、変調用の交流 磁界をヘルムホルツコイルによって発生させていたが、本研究では GMR 素子上に電流磁界発生用の Al 導体 パターンを微細加工で形成し、Al 導体に交流電流を流すことで GMR 素子に交流磁界を加えてフリー層の磁 化方向を変調する ³GMR 歪みセンサを作製し、歪みの検出を行ったので報告する。

実験方法

超高真空スパッタ装置により直流磁界中で、Ta (2) / MnsoIr₂₀ (10) / Co₂₀Fe₁₀ (3) / Cu (2.2) / (Co₂₀Fe₁₀)₂₂B₈ (1.5) / Fe₇₂Si₁₄B₁₄ (20) / Ta (5) / sub.の GMR 素子を作製した。カッコ内の数値は膜厚(nm)で、sub.は、基盤として用いた 0.1 mm 厚のカバーガラスを示している。GMR 素子はフォトリソグラフィにより幅 30 µm、長さ 200 µmの細線状に加工し、その直上に絶縁層 Al₂O₃ (200 nm)を介して Al 導体を加工した。直流磁界 $H_{DC} = 10 \sim 50$ Oeを加えることにより、FeSiB フリー層の磁化を困難軸方向に回転させた。Al 導体に交流電流 I_{AC} を流すことで、アンペールの法則により実効値 0.6 Oe、1 kHz の交流磁界 H_{AC} を容易軸方向に印加し、フリー層磁化を振動させた (Fig.1)。この振動に伴い素子の抵抗値が変化して 1 kHz の信号電圧が現れる。GMR 素子はブリッジ回路に組み込み、ブリッジバランスの崩れを計装アンプによって増幅したものを出力信号電圧 V_{out} とした。GMR素子に歪みを印加すると、フリー層に歪みによる磁気異方性が誘導され、フリー層磁化の振動振幅が変化する。なお、歪みは困難軸方向に加えた。

<u>実験結果</u>

 H_{DC} が 10 と 20 Oe の場合には, 歪み ε に対して V_{out} はピークを示 している。これは, FeSiB 層の実効異方性磁界が, H_{DC} と歪み誘導 異方性によって, ちょうど打ち消されたときに H_{AC} による磁化方向 の振動が大きくなり, GMR 素子の 1 kHz の信号が極大を取るため である。ピーク位置は, H_{DC} を大きくすると負の歪み方向にシフト しているが, これは, Fe₇₂Si₁₄B₁₄が正の磁歪定数 ($\lambda = 3.0 \times 10^{-5}$) をもっているため, 負の歪みを加えることで, FeSiB 層の容易軸方 向に異方性誘導されるためである。この直流磁界 H_{DC} をパラメー タとした V_{out} - ε の特性は, ヘルムホルツコイルを使用したこれま での報告とほぼ同じ傾向を示しており, Al 導体を用いることでマ イクロメータサイズの歪みセンサが実現できる可能性が示された。

- 1) S. Dokupil et al., J. Magn. Magn. Mat., **290-291**, 795 (2005).
- 2) Y. Hashimoto et al., J. Appl. Phys., 123, 113903 (2018).
- 3) G. A. Wang, et al., J. Phys. D: Appl. Phys., 44, 235003 (2011).



application method





大きな垂直磁気異方性を有する Co-SiO₂ナノグラニュラー膜の 10GHz 帯高周波軟磁気特性

青木英恵^{*}、武田茂^{**}、大沼繁弘^{***}、増本博^{*} (*東北大、**キーコム、***電磁研)

10-GHz soft magnetic property of Co-SiO₂ nano-granular film with large perpendicular magnetic anisotropy Hanae Kijima-Aoki^{*}, Shigeru Takeda^{**}, Shigehiro Ohnuma^{***}, and Hiroshi Masumoto^{*}

(*Tohoku Univ., **KEYCOM, ***DENJIKEN)

はじめに

近年、高周波帯で駆動する小型電子デバイスの発展にともない、10GHz帯で大きな透磁率、低損失を併せ 持つ軟磁性薄膜材料が望まれている。直径数 nm の磁性ナノ粒子が誘電体マトリクス中に分散した構造を有 するナノグラニュラー軟磁性膜は、均一分散した磁性ナノ粒子に由来する高い飽和磁化(*M*₂)、低保磁力(*H*₂)、 ならびにマトリクスに由来する高電気抵抗(*p*)が特長であり、数 100M-数 GHz 帯で優れた軟磁気特性が報告 されてきた。これらの膜の GHz 高周波化は、膜に大きな面内一軸磁気異方性を付与することによって実現す る。一方で、筆者らは、膜面垂直方向に磁気異方性を有する、すなわち、膜面内方向に磁気的等方性を有す る GHz 帯軟磁性ナノグラニュラー膜を報告してきた¹⁾。面内全方向に使用できる特長があるが、異方性磁界 が小さく 2·3 GHz 帯の磁気共鳴周波数以上で透磁率が減少した。著者らは最近、電気抵抗が高く Co と固溶 すると異方性の高い hcp 結晶を生じる SiO₂をマトリックスに選択し、大きな垂直異方性磁界(~4100 Oe)を有 する Co-SiO₂ 膜の作製に成功した²⁾。本報告では、Co-SiO2 ナノグラニュラー膜の微細構造、磁区構造、従 来のマイクロストリップライン(MSL)法に加え、新規な短絡同軸法で測定した高周波軟磁気(*µ-i*)特性の結果 を報告する。

実験方法

SiO₂円板と Co チップをターゲットとして、石英ガラス基板(0.5mm)上に Co-SiO₂ ナノグラニュラー膜 (1.4µm±0.1µm)をスパッタ成膜した。膜の電気比抵抗は 4 端子法、結晶構造・組織は TEM、静磁化曲線は VSM、磁区構造は MFM で測定した。µ-f 特性は MSL 法 ³⁾および短絡同軸法で測定した。

結果および考察

42-56 at.%Co と組成を変化させた Co-SiO₂ 膜を作製した。膜の電気比抵抗は Co の増加とともに 2.4×10⁶ から 4.2×10⁴ µΩcm へ減少したが、これまでに報告されているアモルファス軟磁性膜の 100 倍程度と大き い。Co の増加とともに、膜の飽和磁化(4n*M*₂)および面内の飽和磁界(*H*₂)は、それぞれ 7.2 から 10.5 kG、1000 から 4000Oe ヘ増加傾向を示した。*H*₅は同じ成膜条件の試料で 1000Oe 程度の分散があり、これは成膜時の 冷却不十分による熱の影響が考えられる。本報告では、最も大きな *H*₈ = 4100 Oe が得られた Co₅₂.(SiO₂)₄₈ 膜の結果を紹介する。TEM による組織観察の結果から、膜は、直径 3-5nm、長さ 7-8nm の楕円形 Co 粒子 が SiO₂マトリクス中に分散した形態を示し、回折線から Co は hcp 構造で、膜面に対して垂直に c 軸配向し ていることが分かった。磁区観察の結果、膜は表面に磁区幅が 100nm 以下の微細な迷路状磁区が観察された。 膜垂直方向の反磁界を減少させるために、垂直方向に互い違いに向く細かい磁区同士で閉磁路を形成してい ると考えられる。膜の磁化曲線は面内・面直ともに直線的なヒステリシスを示し、*H*₅はそれぞれ 4100 およ び 8600 Oe であった。面直方向の磁化曲線に磁化(*M*)を用いた薄膜の反磁界補正(*H*_{eff} = *H*N4π*M*, N:反磁界 係数)を行うと、*H*₅はほぼゼロであり垂直方向が磁化容易軸であることが分かった。膜は面内全方向に同じ透磁率(µ)の周波数依存性: 5 GHz 以下で μ =4, μ "=0, *f*=13 GHz を示した。NiZn フェライトなどの結晶材料 と比較すると、2GHz 以上の高周波帯における透磁率は 1.5-2 倍大きく、薄膜インダクタなどの応用が期待さ れる。

- 1) H.Kijima et al., IEEE. Trans. Magn., 47 (2011) 3928.
- 2) H. K. Aoki et al., IEEE. Magn. Lett., (2018) in press.
- 3) S.Takeda et al., J. Magn. Magn. Mater., 449 (2018) 530.

マイクロレンズアレイを用いて 磁気光学媒体に書き込まれたホログラムによる3次元像の再生

木村陽太、後藤太一*、中村雄一、Lim Pang Boey、内田裕久、井上光輝 (豊橋技術科学大学、*JST さきがけ) Reconstruction of 3D image using magneto-optic hologram written by micro-lens array Y. Kimura, T. Goto, Y. Nakamura, P. B. Lim, H. Uchida, M. Inoue (Toyohashi University of Technology, *JST PREST)

はじめに

立体表示の一手法であるホログラフィは物体光と同様の波面状態を再現するため、眼球の運動、焦点調節 などの視覚の生理的要因に負担が無く、裸眼で観ることのできる3次元像を表示することができる¹⁾。我々 は広視野角ホログラフィックディスプレイの実現を目指し、熱磁気記録法によって垂直磁化膜上に磁気ピク セルを形成する磁気光学3次元ディスプレイの開発を行ってきた^{2,3)}。しかし、1µmのピクセルを用いるホ ログラムの記録では記録時間の短縮が3Dディスプレイの実用化への大きな課題であった。先行研究ではホ ログラムをページデータとして記録することで記録時間の短縮を図ってきたが、走査距離がホログラム全域 と大きくなる点が問題であった⁴⁾. そこで我々は Micro-Lens-Array (MLA)と呼ばれる微小レンズが矩形配列 された素子を用いて多数のピクセルを同時に書き込みつつ走査距離を短縮することで課題の解決を試みてき た。本稿では MLA を用いた光学系によるホログラムの記録と3次元像の再生を目的とする。

実験方法および装置

本研究では、Digital Micro mirror Device (DMD)によって空間上で変調された光を MLA に通し、磁性薄膜 上に集光することで、熱磁気記録を行う2次元配列書込み用の光学系を開発した。1µmほどに集光した配 列状のデータをピエゾステージの走査距離が100µmとなるような書込みを行う。再生は、ホログラムを記 録した磁性薄膜に対して、0次光の透過強度が小さくなるように、偏光子およびλ/4板を通過した楕円偏光 を入射し、磁性薄膜にて反射させた後、検光子で変調成分を取り出し、カメラで撮影した。

計算機ホログラムによって立方体のホログラムを計算した。記録・再生に用いる磁性薄膜にはイオンビー ムスパッタ法によって成膜した SiN(30 nm)/*a*-TbFe(50 nm)/SiN(20 nm)/ガラス基板の構造を採用した。ネ オジム磁石を用いてこの光磁気書込み媒体を一様に磁化させた後、この書き込み用光学系を用いて、立方体 のホログラムの熱磁気記録を行った。

3D 像の再生

光磁気記録媒体の磁気光学効果のカー回転角は1度で、高い角型性を持つこ とが分かった。本研究で開発した書込み光学系では記録に必要な走査距離が大 幅に短縮され、従来の方法では15min程度必要であったホログラムの記録時 間を5secまで短くすることができた。再生された立方体の再生像をFig.1に 示す。一辺が20個の輝点で構成される立方体を左右それぞれ6度の範囲まで 観測することができた。したがってMLAを用いた2次元配列記録光学系によ り、3次元像の再生を高速に行うことができた。今後は本記録光学系にて回折 格子の記録を行うことで記録精度および視野角の評価を行う。

- 1) V. M. Bove, *Proc. IEEE* **100**, 918 (2012).
- 2) H. Takagi, et al., Opt. Lett. **39**, 3344 (2014).
- 3) K. Nakamura, et al., Appl. Phys. Lett. 108, 022404 (2016).
- 4) H. Takagi, et al., Sensor and Materials.27, 1003(2015).



Fig. 1. A 3D cubic frame image reconstructed using a magneto-optic medium. Hologram pattern was written by focused laser using micro-lens-array.

磁気表面プラズモン効果を用いたファイバ型磁気センサの 薄膜構造設計

中山 惇、外山隆太、芦澤好人、中川活二 (日本大学)

Design of film structure for a fiber type magnetic sensor using magneto-plasmonic effect A. Nakayama, R. Sotoyama, Y. Ashizawa, and K. Nakagawa (Nihon Univ.)

<u>はじめに</u>

表面プラズモン(SP)の励起条件が磁性体の磁化方向により変化する磁気表面プラズモン効果が報告¹⁻³され, 注目を集めている.我々はこれまで Ag-Co 単層薄膜²及び Au/フェライト二層薄膜³などにおいて,磁気表面 プラズモン効果を報告している.この磁気表面プラズモン効果を用いた新規磁気センサの実現を目指してい る.しかし,ファイバ型センサを創る上では,SP が励起する金属薄膜への光入射角度と,光ファイバ中の伝搬 角度との不一致が問題になる.そこで,表面誘電率の変化を検出するプラズモンセンサの特性を活かし,SP 励起材料上に誘電体を積層することにより,プラズモン共鳴角の高角度化を行った.本報告では実際に光フ ァイバとマッチング可能な薄膜構造の設計を検討した.

<u>表面プラズモン励起角の高角化</u>

通常プリズム用いる全反射減衰法の実験においては、およそ45°近傍 に表面プラズモンの励起に起因する反射率の低下が観測される.この 角度は SP の励起を示す.今後共鳴角と呼ぶ.一方、シングルモード (SM)ファイバを用いる場合には、入射角はおよそ75°以上になる. そこで、まず SP が励起する共鳴角の高角化を検討した.

ファイバのコアに金属層と誘電体層を形成することを想定し、コア SiO₂/Ag (45 nm) /誘電体 (h_3) /空気の4層からなる多層膜における反射 係数を算出した.入射光の波長は 700 nm とし、表層の誘電体を SiO₂ とし,誘電体厚 h_3 による入射角の高角度化を検討した. h_3 は0-170 nm ま で変化した. h_3 に対する反射率の入射角度依存性を Fig. 1 に、共鳴角の 誘電体層厚の依存性 Fig. 2 示す. h_3 が厚くなるにつれて共鳴角が高角 度側にシフトした.

磁気表面プラズモン効果のための表層誘電性磁性体の最適化

磁気表面プラズモン効果を発現するためには,誘電磁性材料を表層 に用いることが有効である.誘電磁性材料の選定指針を導出するため に,ファイバ中を伝搬する入射角で SP が励起する誘電率と膜厚の条件 を検討した.

Ag 薄膜上に積層する誘電体の膜厚と屈折率に対して、表面プラズモンの共鳴角を Fig.3 に濃淡で示す.特に入射角 75°以上で共鳴する条件を〇で示した.これにより、薄膜上の誘電体の屈折率及び膜厚の調整によりファイバ中の伝搬角において表面プラズモンの励起が可能であることが示された.

<u>謝辞</u>

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(平成 25~29年)の研究助成を受けて行った.

参考文献

- 1) J. B. González-Díaz et al., Phys. Rev. B, 76, 153402 (2007).
- 2) T. Tachikawa et al., J. Magn. Soc. Jpn., 38, 135 (2014).
- 3) K. Narushima et al., Jpn. J. Appl. Phys., 55, 07MC05 (2016).
- 4) R. Slavík et al., Sensors and Actuators B, 51, 311(1995).



Fig. 1 Incident angle dependence of reflectivity as a function of thickness h_3 of a SiO₂ layer.



Fig. 2 Resonance angle as a function of dielectric layer thickness h_{3} .



Fig. 3 SPP resonance angle map for ranges of index of refraction n and thickness h_3 of a dielectric matter.