高周波磁化過程測定の高精度化と材料特性評価

小野寺礼尚 ¹、黒岩拓也 ^{2*}、柳原英人 ³、金甫根 ⁴、藏裕彰 ⁴、喜多英治 ¹ (¹茨城高専、²筑波大学大学院(現シャープ)、³筑波大学、⁴(株)デンソー)

Improvement of accuracy in a high frequency magnetization process measurement and characterization of magnetic materials

R. Onodera¹, T. Kuroiwa², H. Yanagihara², M. Kin³, H. Kura³ and E. Kita¹ (¹NIT Ibaraki College, ²Univ. of Tsukuba, ³DENSO CORPORATION)

はじめに

近年、磁性材料の高周波応用に関する研究開発が盛んになされている。例えば、電源などパワーデバイスの小型化に伴い、駆動周波数の高周波化が求められており、搭載されるリアクトル用コア材として用いられる軟磁性材料は磁性材料由来の損失(鉄損)の抑制が強く求められている。一方、磁性材料を高周波磁界下で保持することで発生する熱をがん治療に用いるハイパーサーミア技術では効率の良い発熱のため鉄損の大きな磁性材料が必要となる。どちらの技術も磁性材料の高周波磁界下での磁気応答を正確に把握することがデバイス設計のために重要である。

本研究では、コア材料および発熱体としての磁性粒子の開発に資する、高周波における高精度な磁化曲線計測と周波数特性評価から材料特性の正確な見積もりが可能な装置を構築すること目的とする。

実験方法

本装置の磁場発生部は磁場発生用空芯コイルとコンデンサからなる直列 LC 共振回路と高周波電源(1 kW)で構成されており、 $20 \text{ k} \sim 1 \text{ MHz}$ の範囲で高周波磁場を発生させることができる 1 。

磁化検出には、磁化・磁場検出コイルとデジタルオシロスコープを使用し、磁化測定の精度と周波数依存性を評価するために、標準試料として常磁性 Dy_2O_3 粉末、YIG 3 mm 球などを使用して周波数 60 k- 200 kHz、磁場振幅 600 Oe の範囲で測定を行なった。

結果

Figure 1 は YIG 球を周波数 58 kHz、磁場振幅を約 600 Oe で測 定した結果である。反磁場係数に依存する飽和磁場が観測され、 その値により磁場と磁化の較正が可能である。挿図には原点付近 の拡大図を示している。Fig. 2 は Dy₂O₃ 粉末を 82 kHz、約 100 Oe で測定した結果である。磁化は磁場変化に対して非常に良い線形 性を示している。挿図には原点付近の拡大図を示した。Fig. 1, 2 における見かけの保磁力はそれぞれ、2、0.2 Oe ほどである。ど ちらの測定においても磁化曲線は原点付近を通過するべきであ るが、このような誤差が生じてしまう。この誤差は、主に信号検 出の分解能や、磁化検出コイルにおけるキャンセルのアンバラン スから生じるバックグラウンド信号などが原因で生じると考え られる。誤差は測定条件に依存するが、磁場振幅の小さな領域で は約0.2 Oe であり、低損失材料の特性評価に応用可能なレベルま で抑制できつつある。誤差の低減は今後の課題でもあるが、信号 測定装置の高分解能化や、検出コイルの空間配置の検討により、 高精度化を達成できると考えている。

当日は、典型的なコア材料や磁性流体の高周波測定結果についても報告する。

参考文献

1) A. Seki, et al., J. Phys.: Conf. Ser., **521** (2014) 012014.

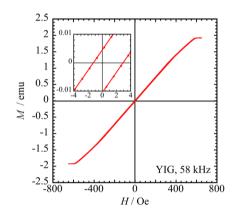


Fig. 1 Magnetization curve of YIG sphere (ϕ 3 mm) at 58 kHz. Inset shows enlarged view around the origin.

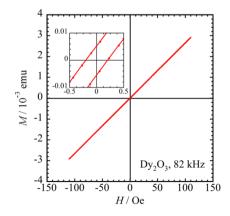


Fig. 2 Magnetization curve of Dy_2O_3 powder at 82 kHz. Inset shows enlarged view around the origin.

ウェハレベルの磁性薄膜高周波磁歪定数・分布評価法の開発

森 修, 遠藤 恭*, 島田 寛, 薮上 信*, 内海 良一 (東栄科学産業, *東北大学)

Measurement of local magnetostriction for a thin film deposited on Si wafer O. Mori, Y. Endo*, Y. Shimada, S. Yabukami*, R. Utsumi (Toei Scientific Industrial co., ltd, *Tohoku University)

1 はじめに インピーダンス整合を考慮したマイクロストリップ型プローブを磁性膜に近接させて計測する透磁率評価法と同時に、応力負荷による磁気弾性効果を利用して局所的な磁歪も評価できる高周波特性計測法を開発した。この計測法を用いてウェハ上薄膜の局所的磁歪の測定評価を行った。

<u>2 計測方法</u> 50 nm 厚の Co-Zr-Nb 膜の作製には RF スパッタを用いた。ウェハは 0.2 mm 厚の 4 インチ Si 基板を用いた。また、応力負荷した磁歪の計測方 法は下記の通りである。高周波伝送線路型プローブ にはインピーダンス整合を考慮した2ポートのマイ クロストリップ線路(Microstripe Line: MSL)型プ ローブ¹⁾を用いた。Fig. 1 のように、作製した Co-Zr-Nb 膜を円弧状のアルミ治具に沿わせて固定 し、引っ張り応力を付与すると、膜内部の異方性が 変化する。この応力負荷された Ni-Fe 膜上部に、MSL プローブを、ポリスチレンフィルムを介して近接配 置して、Co-Zr-Nb 膜における強磁性共鳴周波数 f_r の 変化を評価する。計測は Fig. 1 のウェハ中心位置 O および中心から前後左右 30mm 位置 A~D の 5 点で 行う。なお、本計測の際には、Co-Zr-Nb 膜の磁化困 難軸方向を MSL の幅方向と平行にする。

3 計測結果 Fig. 2 はウェハ位置 O の応力負荷の有無による 50 nm厚の Co-Zr-Nb膜の磁化困難軸方向へRF 磁界を印加した際の S_{21} から等価的な抵抗成分である(1-S21)/S21 実部を評価した結果である。破線は無負荷時の状態、実線は応力負荷時の状態を示している。応力負荷時のウェハの曲率は 289 mm であった。応力負荷による f_r の変化は,外部磁界強度の増加にともない約 30 MHz 低周波数帯域へシフトした。これらの値と(1) 式を用いて磁歪 λs を算出した。

$$(f_{r+}^2 - f_{r0}^2)/f_{r0}^2 = (\frac{3\lambda_S h_S E_f}{2rM_S})/(H_{kf} + H_{ex})$$
 (1)

ただし、 f_{r0} は無負荷時の強磁性共鳴周波数、 f_{r+} は応力負荷時の強磁性共鳴周波数、r は曲率半径、 M_s は飽和磁化、 H_{ex} は印加した外部磁界、 H_{kf} は薄膜の内部磁界、 h_s はウェハ厚さ、 E_f は薄膜のヤング率であ

る。(1)式の $(f_{r+}^2 - f_{r0}^2)/f_{r0}^2$ と $1/(H_{kf} + H_{ex})$ は線形関係となっていて、各 H_{ex} におけるフィッテイングが可能である。フィッティングにより得られた傾きが $(3\lambda_s h_s E_f/2r M_s)$ にあたるので、各パラメータを用いて磁歪 λs を算出したところ、 -3.46×10^6 であった。また、A~O それぞれの位置で測定した結果を Table. 1 に示す。この結果から、ウェハ上のいずれの位置でも磁性膜の磁歪はほぼ均一となっている事が解った。

謝辞 Co-Zr-Nb 膜に関しては、東北大学電気通信研究所の石山和志教授、枦修一郎准教授にご提供いただきました。ここに深謝します。本研究の一部は宮城・仙台富県チャレンジ応援基金事業の成果である。

参考文献 1) S. Yabukami, K. Kusunoki, H. Uetake, H. Yamada, T. Ozawa, R. Utsumi, T. Mori izumi, Y. Shimada, "Permeability Measurements of Thin Film Using a Flexible Microstrip Line-Type Probe Up To 40 GHz", *Journal of the Magnetics Society of Japan*, Vol. 41, No. 2, pp. 25-28 (2017).



Fig. 1 Schematic of measurement system.

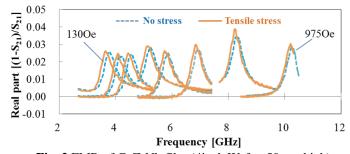


Fig. 2 FMR of CoZrNb film (4inch Wafer, 50nm thick).

table. 1 The magnetostriction distribution in each position.

| Position | λs |
|----------|------------------------|
| 0 | -3.46×10 ⁻⁶ |
| A | -4.03×10 ⁻⁶ |
| В | -3.60×10 ⁻⁶ |
| C | -3.63×10 ⁻⁶ |
| D | -3.75×10 ⁻⁶ |

短絡同軸線路による磁性薄膜の 30GHz までの複素透磁率測定

武田 茂、青木 英恵*、山崎真之介**、増本 博*、鈴木洋介** (Magnontech,*東北大学,**キーコム㈱)

Complex permeability measurement of magnetic thin film up to 30 GHz by short-circuited coaxial line S. Takeda, H. Aoki*, S. Yamasaki**, H. Masumoto*, H. Suzuki**

(Magnontech, Ltd., *Tohoku University, **KEYCOM Corp.)

はじめに 遮蔽型短絡マイクロストリップ線路(MSL)を用いて磁性薄膜の複素透磁率 ¹⁾ 及び短絡同軸線路 (SCL) を用いて磁性シートの複素透磁率の測定方法も報告した ²⁾。今回、短絡同軸線路を用いてトロイダル形状の面内等方性磁性薄膜の複素透磁率を 30GHz まで測定したので報告する。

実験方法と解析方法 短絡同軸線路としては APC-7 を用いた。磁性薄膜 (${
m Co \cdot SiO_2}^3$) は、トロイダル形状の 7 mm ϕ x 3 mm ϕ x 0.5 mmt のガラス基板の上にスパッタ法で作製し、その厚みは 1.5 μ m である。磁性薄膜は垂直異方性を有し、面内の異方性はほとんどない。複素透磁率測定の際のゼロ点補正は強い静磁界 (${
m 5240~Oe}$) を印加する field 法を用いた。Fig.1 に短絡同軸線路に薄膜試料を挿入した場合の概略断面図を示す。試料面は短絡部に接触するようにする。このとき、電源側の基板面を標準面として短絡部側を集中定数近似し、等価回路を LC 並列回路として解析した。結合係数は ${
m he}$ ${
m tr}$ ${
m tr}$

参考文献

- 1) S. Takeda, M. Naoe, J. Magn. Mang. Mater., 449 (2018) 530-537,
- 2) 武田、Ranajit Sai, 青木、山口、発知、本村、鈴木、「短絡同軸線路を用いた高周波透磁率の測定—30GHz への挑戦」、電気学会マグネティックス研究会資料 MAG-15-170 (2016), 於富山高専,
- 3) H. K. Aoki, S. Takeda, S. Ohnuma, H. Masumoto, IEEE Magn. Lett. (2018), in press.

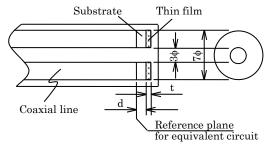


Fig.1 Cross-sectional view of short-circuited coaxial line loading a toroidal thin film.

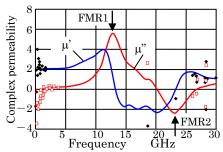


Fig.3 Measured μ -f curve of magnetic thin film on 0.50 mm substrate with 1.5 μ m thickness by field method (5.3kOe)

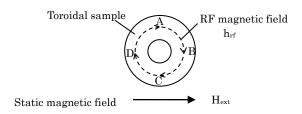


Fig.2 Schematic configuration of static magnetic field and RF magnetic field in the toroidal sample.

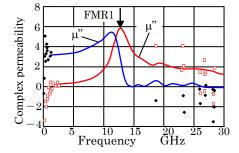


Fig.4 Corrected μ-f curve of Fig.3 by LLG equation.

高周波複素透磁率測定における反磁界効果

武田 茂、田口 実*、山崎真之介*、本村貞美*、発知富夫*、鈴木洋介* (Magnontech, *キーコム)

Demagnetization effect in high frequency complex permeability measurement S. Takeda, M. Taguchi*, S. Yamasaki*, S. Motomura*, T. Hotchi*, H. Suzuki* (Magnontech, Ltd., *KEYCOM Corp.)

はじめに 高周波複素透磁率 μ '— $j\mu$ "を測定する場合、遮蔽型短絡マイクロストリップ線路(MSL)を用いて短冊状試料を測定した結果と、短絡同軸線路(SCL)を用いてトロイダル試料の複素透磁率を測定した結果は異なる。前者の低域の透磁率 μ 'は減少し、高域おける μ "のピーク周波数 f_r (自然共鳴周波数)は高周波側にシフトする。MSL と SOL の関係は、マクロ反磁界係数 N で 1 対 1 に対応させることができる $^{1)2)3}$ 。一方、高周波磁気工学では LLG 方程式で導入されるミクロな反磁界係数 N_x, N_y, N_z がある。今回、LLG 方程式の計算結果でも N_x が大きくなると自然共鳴周波数が高域に移動するという現象を確認した。

実験結果 まずに、同じ 132 μ m の NSS (Noise Suppression Sheet) から 5 mm x16 mm の短冊試料及び 7 mm ϕ x 3 mm ϕ のトロイダル試料を切り出す。Fig.1 は、それぞれの μ -f 特性を MSL、SCL で測定した結果を示す。 SCL は APC-7、MSL の諸元は、ストリップ線路幅 w= 7.5 mm,線路高さ h_1 = 2 mm, h_2 = 6.7 mm,冶具長 l= 8 mm である。トロイダル試料の場合、1 MHz で μ '= 90 であるが、10 MHz から漸減しはじめ 1 GHz では 5 程度と なる。また、 μ " は約 200 MHz でピークを取る。この周波数が自然共鳴周波数 f_r である。一方、短冊試料では、1 MHz で μ '= 40 と低下し、自然共鳴周波数 f_r は 750 MHz まで上昇する。次に、MSL のデータを補正し、SCL の結果に一致させた。そのとき得られたマクロ反磁界係数は N= 0.0149 であった。

計算結果と考察 ミクロ反磁界との関係を調べるために LLG 方程式を計算した。その結果を Fig.2 に示す。トロイダル試料を 5 mm x 2000 mm の短冊試料と仮定した。このときの反磁界係数をチャージモデルで計算し、 $N_x = 0$, $N_y = 0.983$, $N_z = 0.0168$ を得た。トロイダルの円周方向に相当する高周波磁界の方向が x 方向である。半径方向が z 方向、厚み方向が y 方向である。ここでは、磁性材料の飽和磁化 $4\pi Ms = 5000$ G、z 方向の異方性磁界 $H_z = 140$ Oe、緩和係数 $\alpha = 1$ とした。このときの自然共鳴周波数 f_r は約 170MHz であった。実験の 200 MHz より少し低い。また、10 MHz 以上で漸減する現象は計算では再現できない。一方、短冊試料の実際の寸法は 5 mm x 16 mm であるが、x 方向の反磁界係数 $N_x = N = 0.0149$ となるように、5 mm x 4.28 mm の短冊試料とした。このときの反磁界係数は $N_x = 0.0149$, $N_y = 0.974$, $N_z = 0.0109$ である。Fig.2 に示すように、1MHz での μ 'は 30 程度と低下し、自然共鳴周波数 f_r は 500 MHz にシフトした。定量的な一致は見られなかったが、ミクロ反磁界が増加すると自然共鳴周波数が上昇する現象を確認できた。

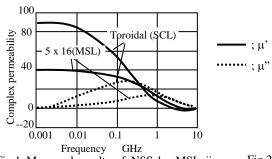


Fig.1 Measured results of NSS by MSL jig and SCL jig (N=0.0149).

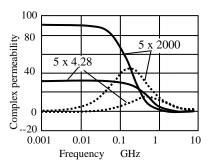


Fig.2 Calculated results by LLG equation for 5 x 2000 (N_x=0, N_y=0.958, N_z=0.042) and 5 x4.28 (N_x=0.0149, N_y=0.974, N_z=0.0109).

参考文献

- 1) S. Takeda, T. Hotch, S. Motomura, and H. Suzuki, *Journal of the Japan Society of Powder & Powder Metallurgy*, vol.**61**, (2014), No.S1, S303-307,
- 2) S. Takeda, et al., J. Magn. Soc. Jpn., 39, 227-231 (2015),
- 3) S. Takeda, et al., J. Magn. Soc. Jpn., 39, 116-120 (2015),

正/負透磁率材料の積層伝送線路の表皮効果抑制に関する理論的検討

鮎澤 祥史, 森山竜太, 久保村航大, 中山英俊 (長野工業高等専門学校)

Theoretical Study on Skin Effect Loss Reduction of Cylinder Multi-layer Transmission Line with Positive/Negative Permeability Materials

Yasufumi AIZAWA, Ryuta MORIYAMA, Kodai KUBOMURA and Hidetoshi NAKAYAMA (National Institute of Technology, Nagano College)

はじめに

高周波線路では表皮効果による損失の増大が,低損失化の大きな課題である.同課題を解決する革新的手法として,負の透磁率材料を用いた表皮効果抑制に関する研究いが進められ,山口らの先行研究により,その抑制効果が実証されたり.同研究では,薄膜積層構造による矩形断面線路の表皮効果抑制の設計指針を示したが,矩形線路は複雑な電磁界メカニズムであるため,最適設計を見出す詳細な検討は有限要素法解析等に頼らざるを得ない.本研究では,負の透磁率材料の適用効果の理論検証のため,まずは円形断面線路を対象として検討しており,以前に多層モデルについて報告した結果2)を踏まえて,複素透磁率の虚部による磁性損失を考慮して検証した結果を報告する.

正/負透磁率材料の積層構造による高周波伝送線路理論

本研究では理論的検証のため、単純な円形積層断面構造の線路を対象に、Fig. 1 に示す電磁界モデルで検討した。同心円状の多層線路の電流密度と銅損は既報 $^{2)}$ で示され、式(1)第1項に相当する。第1項は、各層の材料の導電率 σ_n と電流密度 $i_{zn}(r)$ により求められる銅損である。第2項は、従来研究で未対応であった磁性材料の複素透磁率の虚部による磁性損失である。磁性損失は、局所的な磁界 H(r)と複素透磁率の虚部ル"から求められる。銅損と磁性損失を合わせた n 層目の損失 L_n を式(1)で評価でき、低損失な積層構造の設計を得ることができる。

$$L_n = \int_{r_{n-1}}^{r_n} \frac{|i_{zn}(r)|^2}{\sigma_n} \cdot 2\pi r \cdot dr + \int_{r_n-1}^{r_n} \frac{1}{2} \cdot \omega \cdot \mu_n \cdot H(r)^2 \cdot 2\pi r \cdot dr \quad (1)$$

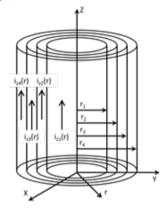


Fig. 1 Structure of cylinder transmission line.

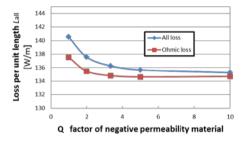


Fig. 2 Loss per unit length vs. Q factor of negative permeabillity material.

計算結果及び今後の展望

正/負透磁率材料の2層構造において、2つの材料の導電率 σ_1 および σ_2 を Cu と同等 (5.81×10 7 S/m)とし、比透磁率の大きさがともに1である正/負透磁率材料($|\mu_{r1}|=|\mu_{r2}|=1$)を想定し、負の透磁率材料は、複素透磁率の実部が負($\mu=\mu'-j\mu'',\mu''<0$)で、そのQ値($=|\mu'/\mu''|$)の大きさを変化させた場合の損失を比較検討した、設定条件は、周波数f=1 GHz、最外層の半径 $r_{max}=8$ μm とし、内側の負の透磁率材料の積層半径 $r_1=5.67$ μm として、Q値に対する伝送線路全体の損失と、そのうち銅損の大きさを計算した結果を Fig.2 に示す。 Fig.2 における伝送線路全体の損失と銅損との差が、今回新たに考慮した磁性損失を示している。 結果として、Q値が小さいほど磁性損失も大きくなり、全体損失に占める磁性損失の割合を計算することができた。

今後は、複素透磁率の虚部による磁性損失を含めて、適用周波数や想定する材料値等の条件を変化させ、 積層伝送線路の表皮効果抑制および損失低減を目的とした構造設計の検討を進める予定である.

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 17K14674 の助成を受けており、ここに感謝申し上げます.

参考文献

- 1) Yamaguchi et al.: MWE 2008 Microwave Workshop Digest, 207-210 (2008).
- 2) Moriyama et al.: Digest of the 41th Annual Conf. Magn. Jpn., 41, 184 (2017).

スプレーコート法によるコンポジット磁性膜の磁気特性の測定

原 健、山口 正洋*、小西 淳一** (リコー電子デバイス株式会社、*東北大学、**株式会社リコー)

Measurement of magnetic properties of a thin soft ferrite film by spray-coat method T. Hara, M. Yamaguchi*, J. Konishi**

(RICOH Electronic Devices Co., Ltd., *Tohoku University, **RICOH Co., Ltd.)

はじめに

IoT ワイヤレスセンサノードと呼ばれる端末機器には、小型で高効率な電源制御回路が必要とされている。これを実現するべく、DCDC コンバータ用 IC とインダクタを一体型にする技術が広く検討されている (1)。そのような中で、簡便かつ低コストに製造可能な薄膜インダクタの実現が期待されている。

本稿では、薄膜インダクタ向け磁性層の製膜工程にスプレーコート法を提案し、本工法によるコンポジット磁性膜の基本的な磁気特性を測定した内容を報告する。

実験方法

スプレーコート法とは、塗布材の噴霧することにより凹凸な表面への塗布に適した工法である。Si 基板上にスプレーコート法で Ni-Zn-Cu 系ソフトフェライト粉末(平均粒径 = $0.61~\mu m$ 、初透磁率 = 544~@1~MHz)と、エポキシ系樹脂とのコンポジット材を形成した。フェライト粉末の充填率は 19.5~wt%、膜厚は $62.6~\mu m$ とした。スプレーコートを行う際には希釈液として樹脂用溶剤と PGMEA 溶剤を用い、大気下・室温で塗布を行い、直後に 80~Cにて 2~G間の乾燥を行った。M-H 曲線は VSM で、複素透磁率はシールディドループコイル型高周波透磁率測定装置を用いて測定した。

Fig.1 Static magnetization curve

実験結果

Fig.1 に本研究で作成した磁性膜の M-H 曲線を示す。コンポジット材としての飽和磁化 Ms は 80 emu/cc と Ni-Zn-Cu 系ソフトフェライト粉末の Ms に比べて低く、フェライト粉末の充填率を 19.5 wt%としたことが理由として挙げられる。

次に、Fig.2 に複素透磁率を示す。バイアス DC 磁界を増加させることで、低周波帯では実部が減少し、周波数に対して一定となり、また、高周波帯では共鳴周波数が高周波側にシフトしており、一般的な磁性膜の傾向と一致した。

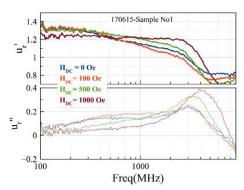


Fig.2 Complex Permeability

あとがき

本稿では、スプレーコート法を適用したコンポジット磁性膜の磁気特性を測定し、混合攪拌やスプレープロセスによる応力の影響は無視でき、所期の磁気特性が得られることが確認できた。インダクタへ適用するため今後の課題として、磁性体粉末の体積濃度の向上化が挙げられる。

参考文献

1) A. W. Lotfi, et al, "Integrated, High-Frequency DC-DC Converter Technologies Leading to Monolithic Power Conversion, CIPS 2012, Paper 07.5 (2012).

Study on the Magnetic Nonlinear Mixing Frequency Technique and Its Application in Mechanical Properties Assessment

Yu Chang^{1,2}, Jingpin Jiao¹, Satoru Kobayashi², Cunfu He¹, Bin Wu¹
¹College of Mechanical Engineering and Applied Electronics Technology, Beijing University of Technology, Beijing, China

²Department of Physical Science and Materials Engineering, Faculty of Science and Engineering, Iwate University, Iwate, Japan

Assessment of the mechanical properties is of high importance, both for safety and economical in the modern industrial. The majority of conventional non-destructive evaluation techniques are insensitive to the degradation in the microstructure of the metal. However, it is well known that the nonlinearity of magnetic hysteresis in ferromagnetic materials is completely depended on the material microstructure [1] and the mixing frequency method can precisely measure the nonlinear effect [2]. We investigate a new micromagnetic method that exploits the magnetic mixing frequency technique to induce the magnetic nonlinearity. Figure 1 shows a typical example of mixed B-H loop with a set of minor loops superposing on the saturation loop. Then, the minor loss coefficient and the magnetic nonlinear factor are used to characterize the mechanical properties of materials. An experiment result of case harden which assessed by the magnetic nonlinear factor is shown in Figure 2. Also, the magnetic nonlinear mixing frequency method was used to evaluate the fatigue damage of the steel. Compared to the traditional non-destructive evaluation methods, the studied method has an advantage in assessing the subtle changes in microstructural mechanical properties. It has the potential to be used as a non-destructive technique.

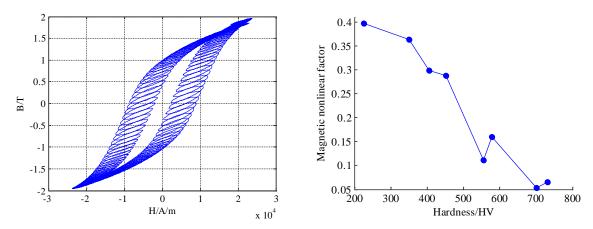


Fig1. Hysteresis loop of mixing frequency excitation Fig 2. Hardness dependencies of the magnetic nonlinear factors

Reference

- 1) Jiles, David C, and Y. Melikhov. "Modelling of Nonlinear Behaviour and Hysteresis in Magnetic Materials," Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials. John Wiley & Sons, Ltd, pp.71-81. 2007.
- 2) Ficko, B. W., P. Giacometti, and S. G. Diamond. "Nonlinear Susceptibility Magnitude Imaging of Magnetic Nanoparticles," Journal of Magnetism & Magnetic Materials, vol. 378, pp. 267-277. 2015.