

Nanoparticle Approach to the Formation of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ Particles

J. Kim¹, T. T. Trinh¹, R. Sato¹ and T. Teranishi¹

¹ Institute for Chemical Research, Kyoto University, Uji, Japan.

Recently, thin films of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{12}$ compounds ($0 \leq x \leq 0.3$) have been successfully synthesized [1] and they showed the excellent intrinsic hard magnetic properties, *i.e.*, M_s of 1.78 T, H_A of 12 T, and T_C of 859 K. On the other hand, to obtain the isolated particles of RFe_{12} compounds, we need a nonmagnetic stabilizer, *i.e.*, $\text{R}(\text{Fe},\text{M})_{12}$ (M: Ti, V, Cr, Mn, Mo, W, Al, or Si), for maintaining the ThMn_{12} structure due to the thermodynamic instability. However, these stabilizers lead the decrease of a saturation magnetization by substituting with Fe sites. Element Ti can stabilize the ThMn_{12} structure with the smallest amount among the above stabilizers [2]. On the other hand, a reduction diffusion (RD) process was found to be an effective synthesis method for $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ particles [3,4] because this process can produce the equiaxed-shape particles with the lower temperature than metal melting method. In this study, we focus on the synthesis of a single-phase $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ ($0 \leq x \leq 0.3$) particles and the investigation on the magnetic properties depending on the RD times. First, the mixture of Sm acetate, Fe acetate, Co acetate, and Ti isopropoxide was chemically reacted in organic solvents to obtain the metal-oxides nanoparticles (NPs). Then, these NPs were calcined to remove organic ligands and the H_2 reduction and RD process with Ca metal were conducted to reduce the metal ions. Finally, the products were washed with N_2 -purged mQH_2O to remove CaO and the remaining Ca metal.

Figure 1 shows the XRD patterns of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ particles with different RD times at 1223 K. Nearly single-phase $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ with <1wt% impurities ($(\text{Fe}-\text{Co})_2\text{Ti}$ and/or Fe-Co) was produced by the RD process for 1/6-1 h. On the other hands, the RD process for 2 h gave a larger amount of impurity assigned at around 44.8° due to the evaporation of Sm, as seen in Fig.1. Figure 2 shows the SEM images and the coercivities of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ particles depending on the RD times. The H_c increased with decreasing the RD time because both growth and fusion of particles were suppressed to maintain the equiaxed-shape of particle, as seen in SEM images of Fig. 2 (SEM images).

Reference

- 1) Y. Hirayama *et al.*, Scripta Materialia, **138** (2017) 62–65
- 2) K H J Buschow, Report on Progress in Physics, **54** (1991) 1123
- 3) S. Okada *et al.*, AIP ADVANCES **7** (2017) 056219
- 4) J. Kim *et al.*, Chemistry Letters, in press.

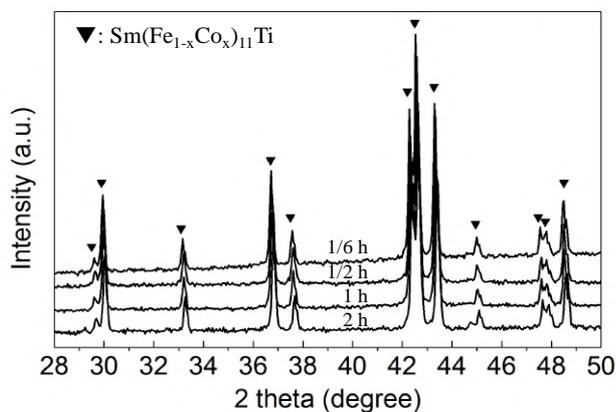


Fig. 1 XRD patterns of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ particles depending on RD times (1/6, 1/2, 1, and 2 h) at 1233 K.

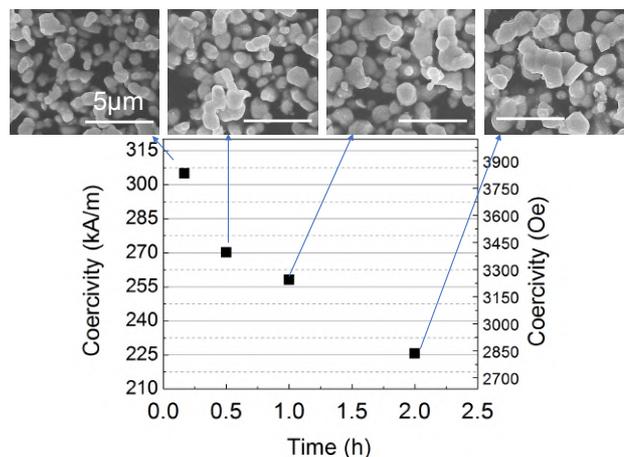


Fig. 2 SEM images (upper) and coercivities (down) of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ particles depending on RD times at 1233 K.

Sm(Fe,Ti)₁₂ エピタキシャル微粒子薄膜の作製

近藤司¹、岡本聡^{1,2}、菊池伸明¹、北上修¹
(¹東北大、²ESICMM, NIMS)

Attempt for epitaxially grown particulate Sm(Fe, Ti)₁₂ films with high coercivity

T. Kondo¹, S. Okamoto^{1,2}, N. Kikuchi¹, O. Kitakami¹

(¹Tohoku Univ., ²ESICMM, NIMS)

はじめに

現在、Nd₂Fe₁₄B 磁石が最高性能の永久磁石として HDD、EV などに幅広く利用されているが、さらなる高性能磁石として、Nd₂Fe₁₄B 磁石を超える新規永久磁石の開発が切望されている。近年、ThMn₁₂ 構造をもつ R-Fe₁₂ (R:希土類元素)薄膜が Nd₂Fe₁₄B 磁石を超える磁気特性が報告され¹⁾²⁾、大きな注目を集めている。しかし、R-Fe₁₂ 系磁石材料について、種々の検討にも関わらず保磁力 H_c は 1T 以下に留まっており、 $H_c/H_k < 0.1$ となっている³⁾⁴⁾。本研究では、保磁力発現の原理検証を目的として SmFe₁₂ 及び Sm(Fe,Ti)₁₂ 薄膜のエピタキシャル成長を行った。これまでの報告では V が下地膜として報告されているが、V/SmFe₁₂ 界面での拡散が確認されているため、保磁力発現の原理検証には不適當と思われる。そのため、ここでは W 下地膜を用いて検討を行った。

実験方法

成膜方法にはスパッタ法を用いた。作製試料は MgO sub. / W (20) / SmFe₁₂ (30) / W (10) (単位 : nm) とした。結晶方位の関係は、MgO (001)[100]||W(V) (001)[110]||SmFe₁₂ (001)[100]となっている。作製した薄膜試料の評価は、X 線回折(XRD)、原子間力顕微鏡(AFM)、走査電子顕微鏡(SEM)、振動試料型磁力計(VSM)、異常ホール効果(AHE)測定を用いて行った。

実験結果

Figure 1 に作製した SmFe₁₂ 薄膜の XRD の測定結果を示す。スパッタレートや基板温度を最適化させることで、SmFe₁₂002、004 のピークがそれぞれ 37.4°、79.7° 付近に観測されている。また α -Fe 由来のピークは確認されず、W 下地上での SmFe₁₂ 相のエピタキシャル成長に成功した。また、Ti の有無に対して SmFe₁₂ のピークに差が生じているが、Ti を過剰に添加していることが原因と考えられる。Figure 2 面直方向の磁化曲線を示す。Ti 添加なしの場合は保磁力が 0.2T 程度であるが、Ti 添加により 0.7T に増加した。今後は Ti 組成比の確認とともに、更なる保磁力の増大に向けて、成膜条件や熱処理を検討する。

参考文献

- 1) Y. Hirayama et al. Scr. Mater. 138,62 (2017)
- 2) Y. Hirayama et al. Scr. Mater. 95, 70 (2015)
- 3) D. Ogawa et al. Scr. Mater. 164,140 (2019)
- 4) T. Sato et al. J. Appl. Phys. 122, 053903 (2017)

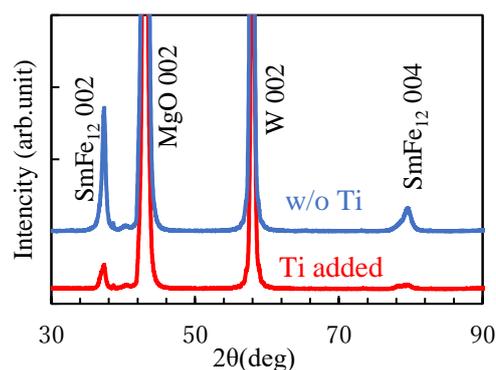


Figure1 XRD profiles of SmFe₁₂ and Sm(Fe, Ti)₁₂ thin films

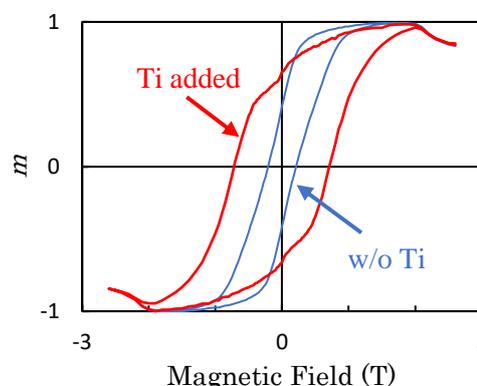


Figure2 Perpendicular magnetization curves of SmFe₁₂ and Sm(Fe, Ti)₁₂ films

SmFe₁₂系磁石の磁気特性

齋藤哲治、渡辺文也
(千葉工業大学)

Magnetic properties of SmFe₁₂ magnets

Tetsuji Saito, Fumiya Watanabe
(Chiba Institute of Technology)

はじめに

高性能な Nd-Fe-B 磁石が開発されて以来希土類磁石の研究が精力的に行われ、これまでに Sm-Fe-N 磁石などの希土類磁石が開発されてきた。しかし最近、希土類金属と遷移金属の新しい金属間化合物として 1-12 型や 5-17 型などの金属間化合物が注目されている^{1,2)}。そこで希土類金属と遷移金属の合金として Sm-Fe 合金を選び、急凝固法により作製した Sm-Fe 合金の構造と磁気特性について調べたところ、急凝固法により 5-17 型の Sm₅Fe₁₇ 系磁石が作製できることがわかった³⁾。また、1-12 型の SmFe₁₂ 系磁石も急凝固法により作製できることがわかってきた⁴⁾。本研究では急凝固法により作製した SmFe₁₂ 系合金急冷薄帯の磁石化を放電プラズマ焼結法で試みた。得られた SmFe₁₂ 系磁石の構造と磁気特性の関係について報告する。

実験方法

アルゴン雰囲気中高周波溶解法により作製した SmFe₁₂ 合金および SmFe₁₂ 合金の Fe の一部を Ti, V など置換した SmFe₁₂ 系合金を原料に用いた。得られた合金を底にノズルを有する石英管に入れた後アルゴン雰囲気中高周波溶解を行い溶湯とし、得られた溶湯をノズルから銅ロール上に噴射することにより急凝固した。得られた試料は幅 1-2mm、厚さ 10-20 μm の急冷薄帯であった。得られた急冷薄帯を粉砕した Sm-Fe 系合金粉末の固化成形は放電プラズマ焼結法で行った。なお放電プラズマ焼結は、焼結温度 773-1073Kで行った。得られた試料の構造は X 線回折装置 (XRD)、試料の組織は透過電子顕微鏡 (TEM) で調べた。また、得られた試料の磁気特性は振動試料型磁力計 (VSM) で測定した。

結果および考察

急凝固法で作製した SmFe₁₂ 合金急冷薄帯は放電プラズマ焼結法で固化成形できることがわかった。また SmFe₁₂ 合金の Fe の一部を Ti, V など置換した SmFe₁₂ 系合金急冷薄帯も同様に固化成形できることがわかった。得られた SmFe₁₂ 系磁石の磁気特性を調べたところ、放電プラズマ焼結法で作製した SmFe₁₂ 系磁石の磁気特性は SmFe₁₂ 系磁石の組成と放電プラズマ焼結条件に大きく依存することがわかった。図 1 に放電プラズマ焼結法で作製した Sm(Fe, Ti)₁₂ 磁石のヒステリシス曲線を示す。放電プラズマ焼結法で作製した SmFe₁₂ 磁石はあまり大きな保磁力を示さないが、SmFe₁₂ 磁石の Fe の一部を Ti で置換した Sm(Fe, Ti)₁₂ 磁石は 5kOe を超える大きな保磁力を示すことがわかった。現在は SmFe₁₂ 系磁石の更なる保磁力の向上を目指して、最適組成と最適焼結条件について検討している。

参考文献

- 1) F. R. De Boer, Y. K. Huang, D. B. De Mooij, and K. H. J. Buschow, *J. Less-Common Met.*, vol.135 (1987) 199.
- 2) F. J. G. Landgraf, G. S. Schneider, V. Villas-Boas, and F. P. Missell, *J. Less-Common Met.*, vol.163 (1990) 209.
- 3) T. Saito, *J. Alloys Compd.*, vol. 440 (2007) 315.
- 4) T. Saito, H. Miyoshi, and D. N Hamane, *J. Alloys Compd.*, vol. 519 (2012) 144.

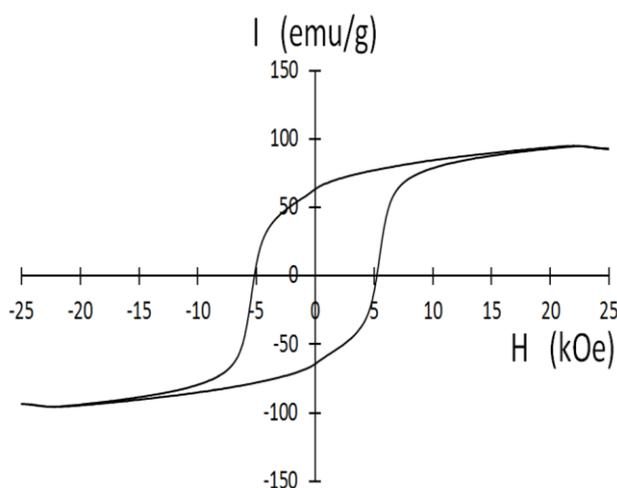


Fig.1 Hysteresis loop of Sm(Fe,Ti)₁₂ magnets prepared by the spark plasma sintering method.

微細加工した熱間加工 Nd-Fe-B 磁石の磁化反転素過程計測

蓬田貴裕¹, 菊池伸明¹, 岡本聡^{1,2}, 北上修¹, H. Sepehri-Amin²,

大久保忠勝², 宝野和博², 日置敬子³, 服部篤⁴

(東北大学¹, ESICMM, NIMS², 大同特殊鋼(株)³, (株)ダイドー電子⁴)

Detection of elemental magnetization reversal events in a micropatterned hot-deformed Nd-Fe-B magnet

T. Yomogita¹, N. Kikuchi¹, S. Okamoto^{1,2}, O. Kitakami¹, H. Sepehri-Amin²,

T. Ohkubo², K. Hono², K. Hioki³, and A. Hattori⁴

(¹Tohoku Univ., ²ESICMM, NIMS, ³Daido Steel Co. Ltd., ⁴Daido Electronics Co. Ltd.)

はじめに

バルク永久磁石における磁化反転は、膨大な数の反転核生成ならびに磁壁デピニング現象が同時多発的に生じている。磁石の保磁力機構の解明には、磁化反転素過程計測を行い、熱揺らぎ理論に基づく解析を行うことが本質的に重要と考える。そのためには、磁化反転素過程現象の繰り返し再現性が必要であり、試料の微細化と超高感度な磁化計測が要求される。そこで本研究では熱間加工 Nd-Fe-B 磁石を集束イオンビーム (FIB) により微細加工し、異常ホール効果 (AHE) による計測を試みた。熱間加工磁石は直径 300 nm, 厚み 70 nm 程度の板状粒子が緻密に配列した組織構造を有しており²⁾, 微細加工による加工ダメージが表層のみに限定されると期待できる。AHE 測定の実験強度は原理的に試料サイズに依存しないため、AHE クロスを微小化することで、微小領域の超高感度磁気測定が可能である。これまでにバルク熱間加工磁石の磁気特性を保持したまま、数マイクロンサイズまでの微細化が可能であることを確認している。今回は、検出領域を 1 μm 程度のサイズにまで微細化して AHE 測定を行い、磁化反転素過程の繰り返し再現性について検討した。

実験方法

0.7 mm 角に成形した熱間加工磁石をガラス基板に固定し、機械研磨と Ar ミリングにより、厚さ 1.5 μm 程度にまで薄手化を行った。電極との導通には銀ペーストを用いた。この試料に対し、Fig.1 に示すように、FIB 加工による十字型の切り込みを入れて、(0.9 μm)² の AHE クロスを作製した。AHE 測定には PPMS を用いた。

結果と考察

Fig. 2 に AHE 曲線を 20 回測定した結果を示す。磁化反転素過程を反映したステップ状の信号が確認でき、その繰り返し再現性が示唆された。更なる微細化を行うことで、単一のステップに対する定量的な解析が期待できる。今後異なる保磁力を有する熱間加工磁石にこの方法を適用し、それぞれの試料で得られたステップに対して熱揺らぎ解析を行う予定である。

謝辞：FIB 加工は東北大学産業連携先端材料研究センターで行った。また本研究は科研費ならびに ESICMM による支援の元で行われた。

4. 参考文献

- 1) P. Gaunt, J. Appl. Phys. 59 (1986) 4129
- 2) J. Liu et al., Acta Mater. 61 (2013) 5387

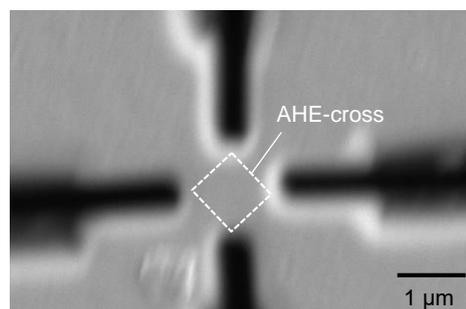


Fig. 1 SEM image of a cross-shaped hot-deformed Nd-Fe-B magnet for AHE measurement.

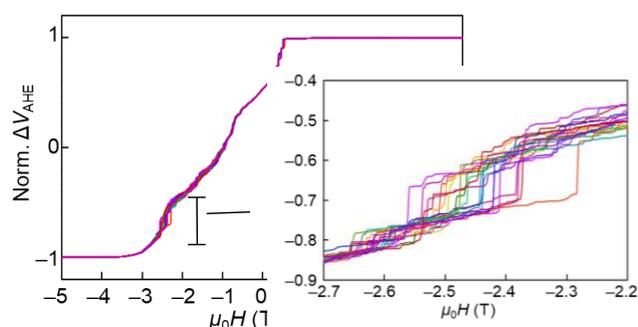


Fig. 2 twenty times repeatedly measured AHE curves of micropatterned hot-deformed Nd-Fe-B magnet.

Nd-Fe-B 系焼結磁石の加圧・加熱による磁区構造変化

江口 徳彦, 森本 祐治, 竹澤 昌晃, 松本 紀久*
(九工大, *三菱電機)

Change in Magnetic Domain Structure for Nd-Fe-B Sintered Magnets by Compressive Stress and Elevated Temperatures

N. Eguchi, Y. Morimoto, M. Takezawa, N. Matsumoto*
(Kyushu Inst. Tech., *Mitsubishi Electric Co.)

はじめに

本研究では、応力、熱、およびその両方の負荷が Nd-Fe-B 系焼結磁石の結晶粒の磁区構造に与える影響を明らかにするため、加熱と加圧を同時に行うことのできる治具¹⁾を用いて保磁力の異なる磁石の磁区観察を行った。

実験方法

観察した試料を Table.1 に示す。いずれも寸法は 3 mm 角である。表面を鏡面研磨し保護膜として Ta 膜を 5 nm 成膜し、磁気 Kerr 効果顕微鏡を用いて試料表面中央部を観察した。応力、熱、複合効果の 3 つの負荷について、50 kOe でのパルス着磁後と負荷の印加中、負荷からの解放後に磁区観察を行い、その変化を比較した。加圧は磁化容易軸と平行に 70 MPa の圧縮応力をかけて行い、加熱は試料下部から観察面が 50 °C になるように制御した。

実験結果と考察

Fig.1 と Fig.2 は実験によって磁区構造が変化した結晶粒を示した磁区写真である。赤で囲んだ箇所(左図)は加熱、黄色で囲んだ箇所(右図)は複合効果による磁区変化が観察された結晶粒を示している。Fig.1 の低 H_c の磁石 A では、熱と複合効果によって変化した結晶粒が一致していることが確認できる。応力印加のみで変化した結晶粒は得られなかったことから、70 MPa の応力が磁区構造に与える影響が非常に小さいことが分かる。Fig.2 の磁石 B では、磁石 A と同様に熱と複合効果による変化箇所が一致している。高 H_c の磁石 C では、観察視野内で磁区構造変化は観察されなかった。

3 つの磁石の実験結果を比較すると、保磁力が高いほど、熱および複合効果による減磁への影響は小さいことが分かる。なお、どの結晶粒の磁区変化も負荷からの解放後に回復することはなかった。

Table.1 観察した試料

	残留磁束密度 B_r (T)	保磁力 H_{c1} (kA/m)	備考
磁石 A	1.40~1.47	875~	Dy 添加なし
磁石 B	1.41~1.47	1273~	Dy 粒界拡散
磁石 C	1.10~1.16	2785~	Dy 添加あり

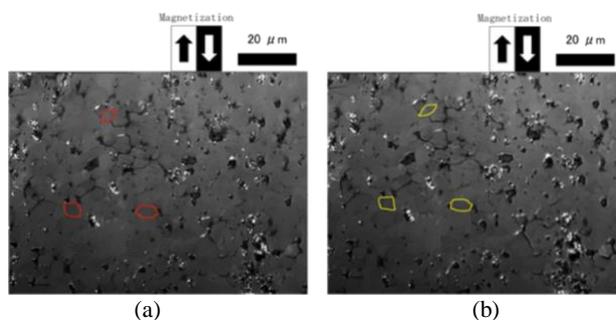


Fig.1 磁石 A の変化箇所 : (a)加熱、(b)熱と応力の複合

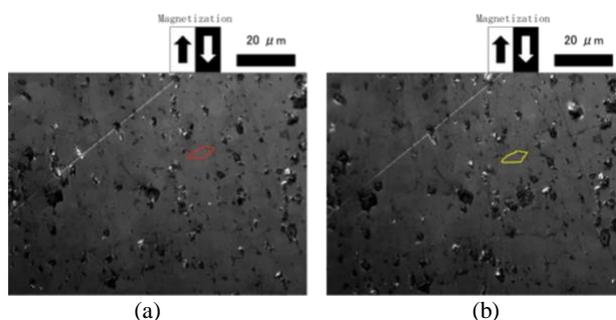


Fig.2 磁石 B の変化箇所 : (a)加熱、(b)熱と応力の複合

謝辞

なお、この成果は国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得られたものである。

参考文献

- 1) M. Takezawa, K. Fukushima, K. Morimoto, and N. Matsumoto, The 21st International Conference on Magnetism (ICM 2018), N8-06 (2018)

コア/シェル型 $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{2.2}\text{O}_4$ ナノ粒子の合成と磁気特性

山田壮太、岸本幹雄、喜多英治、柳原英人
(筑波大学)

Synthesis and magnetic properties of core/shell-type $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{2.2}\text{O}_4$ nanoparticles

S. Yamada, M. Kishimoto, E. Kita, and H. Yanagihara
(Univ. of Tsukuba)

はじめに

最近の研究ではコア/シェル構造を有する磁性ナノ粒子が独特の物理的・化学的性質から注目されている^{[1][2]}。コア/シェルのサイズや形状、化学組成を変化させることに加え、異なる磁性材料の界面での相互作用により、新たな機能性を持つ材料設計が可能となる。我々のグループでは以前、格子不整合等による正方歪に誘起して大きな一軸磁気異方性を示す CoFe_2O_4 に自ら結晶構造を歪ませるヤーン・テラー効果を示す Cu^{2+} をドーピングすることで、 $(\text{Cu},\text{Co})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 微粒子を作製し、正方歪みを導入することで保磁力の増大を確認した^[3]。そこで、我々はこの手法をコア/シェル構造に適用することで、新たな複合的特性制御を導入し、磁気特性の向上を目指している。本研究では、コア/シェル $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{2.2}\text{O}_4$ ナノ粒子の合成条件と、結晶構造および磁気特性について検討した。

実験方法

コアとなる CuFe_2O_4 ナノ粒子は、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} イオンを含む水溶液に NaOH 水溶液を混合し、難溶性塩として沈殿させる共沈法を用いて合成した。沈殿物として生成した CuFe_2O_4 ナノ粒子を数回水洗し中性にした後、 KBr フラックス剤と混合し、熱処理を行い、続いて徐冷した。得られた粒子は数回水洗しフラックス剤を除去し、粉末形態に乾燥した。次にコア : シェル = 10 : 1 の質量比に計量したシェルの出発材料となる Co^{2+} 、 Fe^{2+} イオンとコアとなる CuFe_2O_4 ナノ粒子を含む水溶液に NaOH 水溶液を混合し、共沈させた後すぐにオートクレーブに移し、水熱合成を行った。同様に得られた粒子は数回水洗し中性にした後、乾燥させることでコア/シェルナノ粒子を作製した。試料評価方法は、X線回折 (XRD) による結晶構造解析、振動試料型磁束計 (VSM) を用いた。

実験結果

Fig.1 にコア、シェルおよびコア/シェルの XRD パターンを示す。シェルは立方晶スピネル構造、コアおよびコア/シェルは正方晶スピネル構造の回折線が観測された。Fig.2 にコアおよびコア/シェルの磁化曲線を示す。コアおよびシェルの保磁力がそれぞれ 560 Oe および 680 Oe に対し、コア/シェルは 690 Oe であった。シェルの保磁力がコアに比べ低いにも関わらずコア/シェルの保磁力が微量に増加した。講演では、コア/シェルの合成条件や表面状態の観察、結晶構造に関する詳細な実験結果を報告する。

参考文献

- [1] Q. Song, Z.J. Zhang, J. Am. Chem. Soc. **134**, 10182-10190 (2012)
- [2] A.A. Sattar et al., J. Magn. Magn. Mater. **395**, 89-96 (2015)
- [3] H. Latiff et al., IEEE Trans. Magn. **53**, 9402304 (2017)

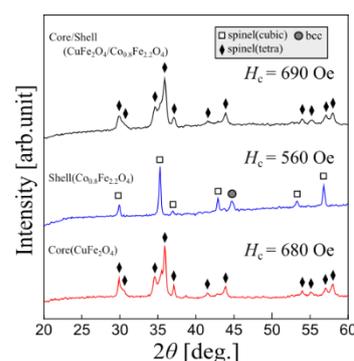


Fig. 1 XRD pattern of core, shell and core/shell nanoparticles

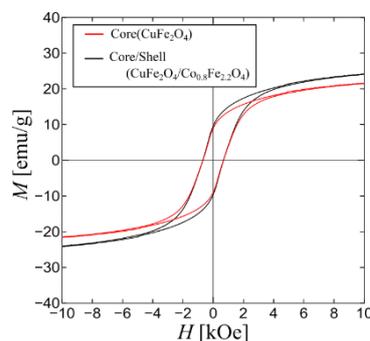


Fig. 2 Magnetic hysteresis loops for core and core/shell nanoparticles

FeCoN 薄膜への Al 添加による磁気異方性の増大

武政友佑 (院生), 白井千尋 (院生), 長谷川崇
(秋田大理工)

Enhancement of magnetic anisotropy for FeCoN films by Al addition

Yusuke Takemasa, Chihiro Shirai, Takashi Hasegawa
(Akita University)

序論

FeCo 合金は、遷移金属合金中で最大の飽和磁化 (M_s) と、比較的高いキュリー温度を有する材料であるが、立方晶であるため、一軸磁気異方性 (K_u) をもたない軟磁性材料として知られる。そのような中、FeCo 格子に正方晶歪 ($c/a = 1.25$) を導入することで高い M_s と K_u が実現することが、理論計算^[1]と実験^[2]の両面から報告された。実験での正方晶歪の導入には、置換型元素である V と侵入型元素である N の同時添加が有効であることが我々の最近の研究で明らかになっている^[3]。しかし、V と N の同時添加は、正方晶歪の導入には効果的だが、FeCo 合金と比べて M_s が低下する問題がある。そこで本研究では、N のみを添加、あるいは N と Al を同時添加することで、より高い M_s と K_u を合わせもつ材料の探索を行った。

実験方法

試料作製には超高真空多元マグネトロンスパッタリング装置 (到達真空度 $\sim 10^{-7}$) を用いた。基板には MgO(100)単結晶基板を用いて、下地層として Rh を 20 nm、磁性膜として FeCoN あるいは FeCoAlN を膜厚 5 nm で順に成膜した。基板加熱温度は、Rh と FeCoN, FeCoAlN で各々 300 °C、200 °C で成膜を行った。その上に、SiO₂ キャップ層 (膜厚 5 nm) を室温で成膜した。N 添加量は、スパッタガスである Ar と N₂ の混合比で制御した。Ar と N₂ の合計圧力は 0.3 Pa であり、本実験での N₂ の分圧 ($N_2/(Ar+N_2)$) は 0~18% (0~0.054 Pa) で変化させた。FeCo および FeCoAl の組成分析には電子線マイクロアナライザ (EPMA)、N 組成の分析には EPMA と X 線光電子分光分析装置 (XPS) を用いた。結晶構造解析には X 線回折装置 (In-plane XRD, Out-of-plane XRD, CuK α)、磁気特性評価には振動試料型磁力計 (VSM) を用いた。

実験結果

Fig. 1 (a) は K_u を N 添加量 (x) に対してプロットしたもので、(b) は K_u を c/a に対してプロットしたものである。FeCoN は \circ 、FeCoAlN は \bullet で示されている。(a) をみると、FeCoN と FeCoAlN とともに、 K_u は $x = 3 \sim 5$ at.% で極大を示している。また、FeCoAlN の方が、FeCoN よりも総じて高い K_u が得られていることがわかる。(b) をみると、FeCoN と FeCoAlN とともに、 K_u は $c/a = 1.05 \sim 1.08$ 付近で極大を示している。例えば FeCoAlN では、 $c/a = 1.08$ で $K_u = 1.24 \times 10^7$ erg/cm³ の最大値が得られ、FeCoN では $c/a = 1.05$ で $K_u = 1.09 \times 10^7$ erg/cm³ の最大値が得られており、FeCoAlN の方が約 14% 高くなっている。また、 c/a がほぼ同じ値の場合には、FeCoAlN の方が FeCoN よりも総じて高い K_u を示す傾向が見られる。以上の結果より、正方晶構造を有する FeCoN への Al 添加は、 K_u の向上に有効であると考えられる。

参考文献

- 1) Y. Kota and A. Sakuma, *Appl. Phys. Express*, 5, 113002 (2012).
- 2) 石尾俊二, 長谷川崇 et al., まぐね, 12, 21-25 (2017).
- 3) T. Hasegawa et al., *Scientific Reports*, 9, 5248 (2019).

謝辞: この研究は NEDO の支援を受けた。

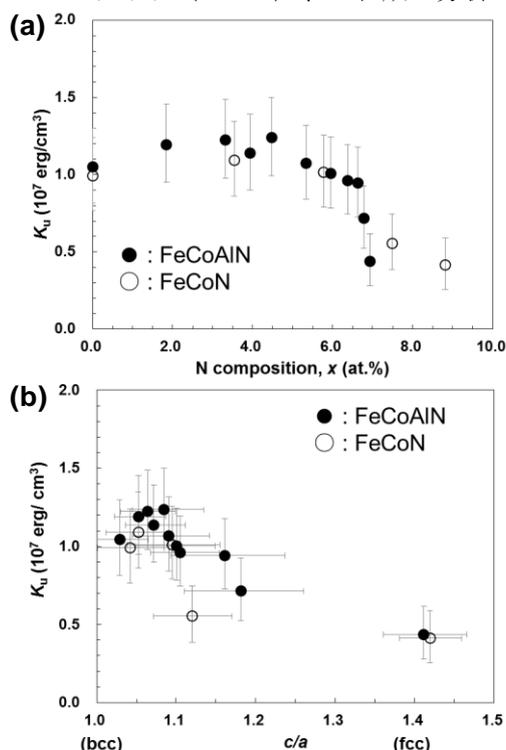


Fig. 1 K_u of the $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{100-x}\text{N}_x$ (\bullet) and the $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{0.9}\text{Al}_{0.1}{}_{100-x}\text{N}_x$ (\circ) as a function of (a) N composition (x) and (b) c/a .

N 添加した Fe, Co 及びその合金薄膜の結晶構造と磁気特性の相図

白井千尋 (院生)、長谷川崇 (秋田大理工)

Phase diagram of crystal structure and magnetic properties of N added Fe, Co and their alloy films

Chihiro Shirai, Takashi Hasegawa (Akita University)

はじめに

永久磁石や磁気記録媒体の機能向上のためには、高い結晶磁気異方性定数 (K_u) と高い飽和磁化 (M_s) を兼ね備えた材料の開発が必須である。筆者らの研究室では、VN を添加した厚さ 20 nm 以上の FeCo 薄膜において、FeCo 格子に対し軸比 $c/a \approx 1.2$ の正方晶歪みが導入され、 10^7 J/m^3 オーダーの高 K_u が得られることを報告した^[1]。しかし現時点では、第三元素添加が FeCo の結晶構造を正方晶に変化させる詳しいメカニズムは不明である。そこで本研究では、Fe, Co 及びその合金薄膜に対して N のみを添加し、FeCo の結晶構造に対して N 添加が与える影響について調査した。

実験方法

成膜には超高真空多元同時マグネトロンスパッタリング装置 (到達真空度 $\sim 10^{-7}$ Pa) を用いた。膜構成は次の通りである: MgO (100) sub./ Rh ($t = 20$ nm)/ $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}\text{N}_x$ ($0 \leq x \leq 8.8$ at.%, $0 \leq y \leq 1.0$, $t = 20$ nm)/ SiO_2 ($t = 5$ nm)。Rh と $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}\text{N}_x$ は基板加熱温度が各々 300°C 、 200°C で成膜した。N 添加量は、スパッタガスである Ar と N_2 の混合比で制御した。Ar と N_2 の合計圧力は 0.3 Pa であり、本実験での N_2 の分圧 ($\text{N}_2/(\text{Ar} + \text{N}_2)$) は $0 \sim 18\%$ ($0 \sim 0.054$ Pa) で変化させた。FeCo の組成分析には電子線プローブマイクロアナライザ (EPMA)、N 組成の分析には X 線光電子分光 (XPS) を用いた。なお、N 組成の XPS 分析は $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{100-x}\text{N}_x$ でのみ行っており、Co 組成を変化させた試料については、同様の N_2 分圧で作製した場合には $(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{100-x}\text{N}_x$ と同様の N 組成になると仮定した。格子定数 a 及び c の算出には各々 In-plane XRD、Out-of-plane XRD ($\text{CuK}\alpha$) を用いた。磁化曲線の測定には振動試料計型試料計 (VSM) を用いた。

実験結果

Figure 1(a)は、Co 組成 (y) と N 添加量 (x) で整理した $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}\text{N}_x$ の相図である。bcc 単相が得られる赤の領域は $y = 0.40 \sim 0.50$ の FeCo 近辺で極大を示している。すなわち純 Fe よりも FeCo の方が bcc 構造は安定であることが示唆される。これは言い換えると、N 添加された純 Fe の fcc 構造は、Co を添加すると不安定化して bcc 構造に戻る傾向があるとも言える。また純 Fe に注目すると、N 添加量の増大に伴って (すなわち縦軸方向に見ると)、bcc 単相から bcc+fcc の 2 相を経て fcc 単相となり、その後再び bcc+fcc の 2 相が得られている。それ以降のデータはまだ無いが、N 添加量をさらに増大すれば bcc 単相が再び形成される可能性も考えられ、これは純 Fe の一般的な温度-組成の平衡状態図と似ているように思われる。次に、Figure 1(a)の相図上に、 M_s と K_u の値を重ねてプロットしたものを各々 Figure 1(b)、(c)に示す。Figure 1(b)より、 M_s は bcc 相の領域で高い値が得られる傾向が見てとれる。一方で、Figure 1(c)より、 K_u は bcc 相と fcc 相が 2 相分離する境界付近で高い値を示す傾向が見てとれる。以上より、 M_s と K_u はその発現メカニズムが異なっており、 M_s は bcc 相の割合と相関があり、 K_u は bcc 相と fcc 相の相境界で導入される正方晶歪み (bct 相) の割合と相関があると考えられる。

[1] T. Hasegawa et al. Scientific Reports, 9, 5248 (2019). 謝辞: 本研究は NEDO の支援を受けた。

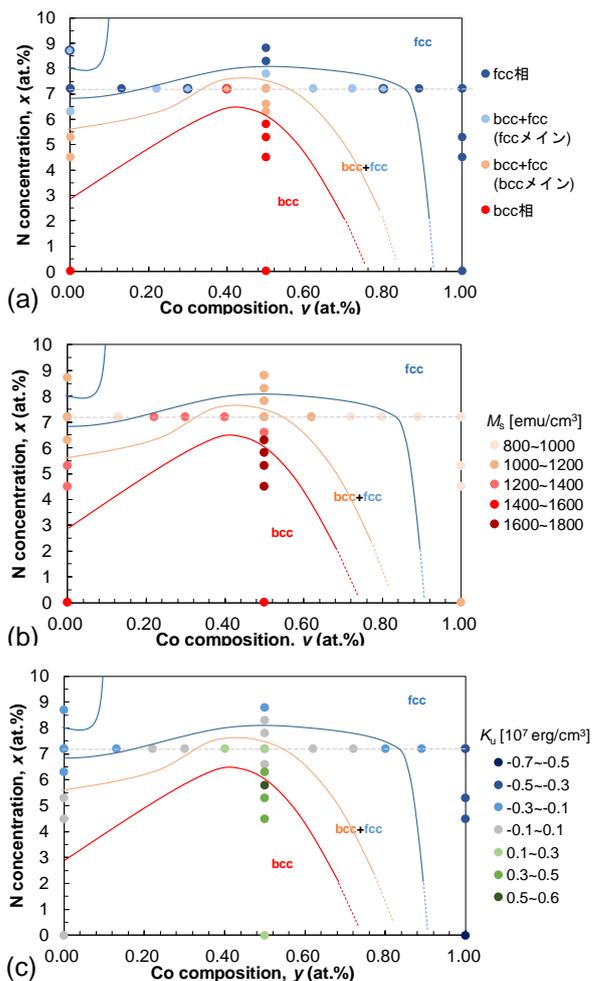


Fig. 1. Phase diagrams of $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}\text{N}_x$ with (a) crystal structure, (b) M_s -value, and (c) K_u -value.

MgO 基板と SiO₂ 基板上に成膜した FeCoVN の bct 構造

関勇希(院生), 及川光彬(院生), 武政友佑(院生), 白井千尋(院生), 長谷川崇 (秋田大理工)

bct structure of FeCoVN films deposited on MgO substrate and SiO₂ substrate

Y. Seki, M. Oikawa, Y. Takemasa, C. Shirai, T. Hasegawa (Akita Univ.)

はじめに

永久磁石や磁気記録媒体の機能向上のためには、飽和磁化(M_s)と結晶磁気異方性(K_u)の高い材料の開発が必要である。本研究室では、MgO 基板上に Rh 下地をスパッタ成膜し、その上に V と N を同時に添加しながら FeCo 薄膜をエピタキシャル成長させることで、軸比 $c/a \approx 1.2$ の bct 構造が実験的に得られること、また 10^7 erg/cm³ オーダーの高い K_u が得られることを報告している[1]。しかしながらここでの bct 構造と高い K_u 値は、Rh 下地上にエピタキシャル成膜した場合に限られており、将来的な工業化を目指すには、これらの bct 構造と高い K_u 値をなるべく簡素化した条件下で得ることが必要となる。そこで本研究では、MgO 基板や SiO₂ 基板上への直接成膜や成膜温度、真空度等を変化させた各種条件を検討した。

実験方法

試料は、到達真空度 $\sim 10^{-5}$ Pa または $\sim 10^{-7}$ Pa の条件下でマグネトロンスパッタリング法を用いて成膜した。膜構成は次の通りである：MgO (100) or SiO₂ substrate/ (Fe_{0.5}Co_{0.5})_{90-0.9x}V_{10-0.1x}N_x ($0 \leq x \leq 30$ at.%, $t = 20$ or 100 nm)/ SiO₂ or Ta ($t = 5$ nm)。組成分析には EPMA を使い、V 組成は 10 at.% に固定した。N 添加量は、スパッタガスである Ar と N₂ の混合比で制御し、組成は XPS で分析した。結晶構造解析には XRD (CuK α) を使い、in-plane XRD と out-of-plane XRD から格子定数 a 及び c の算出を行った。 K_u の算出には VSM を用いた。

実験結果

Figure 1 (a)は、N 組成 (x) を変化させて MgO 基板上に直接成膜した FeCoVN 薄膜 ($t = 20$ nm 固定)の in-plane XRD 結果である。赤い矢印で示した FeCo ピークは、 $x = 0$ at.%では bcc 位置にあり、 $x = 9.8$ at.%では fcc に近い位置にあり、その中間である $x = 2.2$ at.%では bcc ピーク位置と fcc ピーク位置の中間に観測される。すなわち a 軸は x の増大に伴い縮んでいることがわかる。Figure 1 (b)は、(a)と同じ薄膜の out-of-plane XRD 結果である。赤矢印で示した FeCo ピークは、(a)と同様に、 x の増加に伴い bcc 位置から fcc 位置まで変化している。すなわち、 c 軸は x の増大に伴い伸びていることがわかる。次にこれらの格子定数から軸比 c/a を算出すると、 $x = 2.2$ at.%では $c/a = 1.07$ が得られ、 K_u は 5.78×10^6 erg/cm³ ($M_s = 1423.1$ emu/cm²) が得られた。ここには載せていないが、 $2.2 < x < 5.2$ at.%では bct 構造、 $x < 5.2$ at.%では fcc 構造を示すことがわかった。以上より、FeCoVN では、下地を用いずに MgO 基板上に直接成膜した場合でも、結晶構造は x の増大に従って bcc から bct を経て fcc へと変化することがわかった。

[1] T. Hasegawa *et al.*, Scientific Reports, 9, Article number: 5248 (2019).

謝辞：この研究は NEDO の支援を受けた。

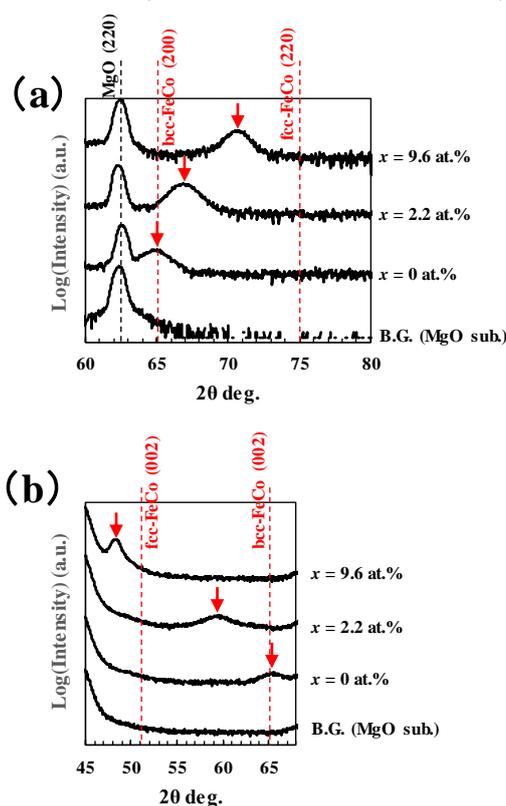


Figure 1. (a) In-plane XRD and (b) out-of-plane XRD patterns of the FeCoVN films. The black vertical line shows the B.G. peak position. The red vertical lines show the peak positions calculated for the bcc structure and the fcc structure. The red arrows indicate the experimental peak positions.

六方晶フェライト $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ の単結晶育成と磁氣的性質

田中誠也、丸山健一、内海重宜

(公立諏訪東京理科大学大学院)

Single crystal growth and magnetic properties of hexagonal ferrite $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$

S. Tanaka, K. Maruyama, S. Utsumi

(Suwa Univ. of Sci.)

はじめに

六方晶フェライト $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ は、磁石鋳やモーター、スピーカー等に広く用いられている最も一般的な磁性材料の一つである。 $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ に非磁性イオン Sc^{3+} を添加した $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ では磁気モーメントが角度配列したヘリカル磁性が発現する。しかし、 $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ の磁氣的性質やヘリカル磁性の発現機構などはほとんど明らかにされていない。本研究では、フラックス法を用いて一連の Sc 濃度 x を持つ良質な $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ 単結晶を育成し、単結晶試料について磁化測定を行い、磁氣的性質を明らかにした。

実験方法

$\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ 単結晶試料はフラックス法により育成した。出発原料として粉末の BaCO_3 , Fe_2O_3 , Sc_2O_3 , Na_2CO_3 を用いた。ただし Na_2O と Fe_2O_3 の一部はフラックスとして働く。試薬を 1 mg の精度で秤量し、電気炉の中で 1693 K で加熱し、原料をフラックスに十分溶かし込んだ。結晶核晶出後、温度範囲 50-100 K, 徐冷速度 0.5 K/h の条件で単結晶を育成した。熱希硝酸で洗い出した単結晶についてエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) および単結晶・粉末 X 線回折 (XRD) により評価した。大型の単結晶試料から直径 1 mm 程度の円板状試料を切り出し、試料振動型磁力計 (VSM) を用いて磁化測定を行った。

実験結果

EDS と XRD の結果から良質な $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ 単結晶が得られたことが示された。Sc 濃度 x が高くなると格子定数 a , c は増加し、Sc 濃度 $x = 0.18$ 付近で飽和に達した。

Fig.1 に 77 K における $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ 単結晶試料の磁化曲線を示す。Sc 濃度 $x = 0$ 結晶では磁化は 16 kOe でも飽和に達しなかった。Sc 濃度 x が増加するとともに異方性磁場は減少し、Sc 濃度 $x = 0.130$ 結晶では $H = 3.7$ kOe で飽和に達した。Sc 濃度 $x = 0.130$ では低磁場領域で磁化のなだらかな上昇が測定され、ヘリカル磁性の発現が示唆された。

Fig.2 に Sc 濃度 $x = 0.130$ 結晶の磁化 σ の温度変化を示す。温度 T の上昇とともに磁化は一度増加し、200 K 付近で極大値を取った後に減少し、Néel 点で 0 となった。極大値を取るの、ヘリカル磁性からフェリ磁性へ磁気相転移したためと考えられる。

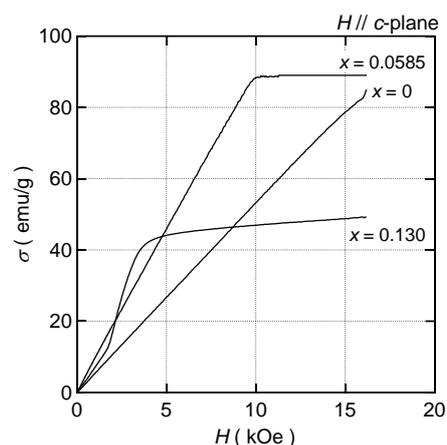


Fig.1 Magnetization curves of $\text{Ba}(\text{Fe}_{1-x}\text{Sc}_x)_{12}\text{O}_{19}$ at 77 K ($H//c$ -plane).

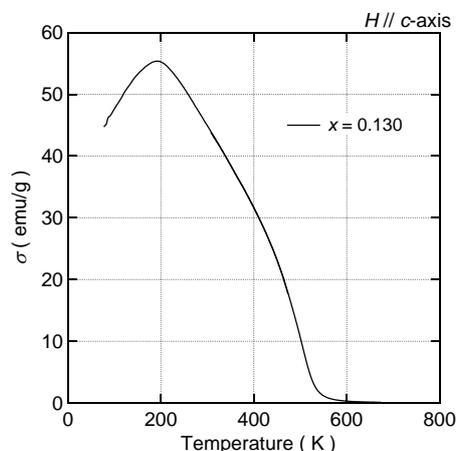


Fig.2 Temperature dependence σ for the $x = 0.130$ crystal.

Co 置換 M 型フェライトにおける Co のサイト選択性: ^{59}Co -NMR による研究

中村裕之, 西田浩紀, 和氣剛, 田畑吉計, C. Mény*
(京大工, *IPCMS)

Site-selective Co substitution in Co substituted M-type ferrite: ^{59}Co -NMR study

H. Nakamura, H. Nishida, T. Waki, Y. Tabata, C. Mény*
(Kyoto Univ., *IPCMS)

1 はじめに

フェライト磁石母材の M 型フェライトには結晶学的に異なる 5 つの Fe サイトがある。高性能 Co 置換 M 型フェライト (例えば Sr-La-Co 系や Ca-La-Co 系) の母材では, 一般に Co の置換量が増えるほど, 一軸異方性が増大する¹⁾。Co は複数の Fe サイトを占有することが知られているが, 一軸異方性に寄与するのは四面体配位の $4f_1$ サイトの Co のみで, それ以外のサイトの Co は磁気特性改善に役立っていない可能性がある²⁾。そのため, 限られた Co 量で磁気特性を改善するには, $4f_1$ サイトを選択的に置換することが望まれる。我々は, 酸素分圧をコントロールして様々な Co 組成の Sr-La-Co フェライトを合成し¹⁾, その ^{59}Co -NMR 実験を行ったところ, Co 組成が大きくなると伴に, Co の $4f_1$ サイト選択性が向上することを見出した²⁾。すなわち何らかのパラメータをコントロールし Co のサイト選択性を制御できれば, より効率的に一軸異方性を増大させることが可能である。我々はこれまで主に Sr-La-Co 系の ^{59}Co -NMR の結果^{2,4)} を報告したが, Co のサイト選択性の支配因子を明らかにするため, 実験を Ba-La-Co 系と Ca-La-Co 系に拡張したのでその結果を報告する。

2 実験方法

新たに Co 組成がおおよそ 0.2 の 2 試料の ^{59}Co -NMR 実験を行った。フラックス法で作製した単結晶をパウダーにして用いた。一方は $\text{Ba}_{0.70}\text{La}_{0.30}\text{Fe}_{11.80}\text{Co}_{0.20}\text{O}_{12}$, もう一方は $\text{Ca}_{0.53}\text{La}_{0.56}\text{Fe}_{11.74}\text{Co}_{0.17}\text{O}_{12}$ (文献 3 の #3) である。組成は WDX 分析組成である。 ^{59}Co -NMR 実験は, Strasbourg の IPCMS の無同調広帯域装置を用いて行い, ゼロ磁場, 2 K で行った。

3 結果および考察

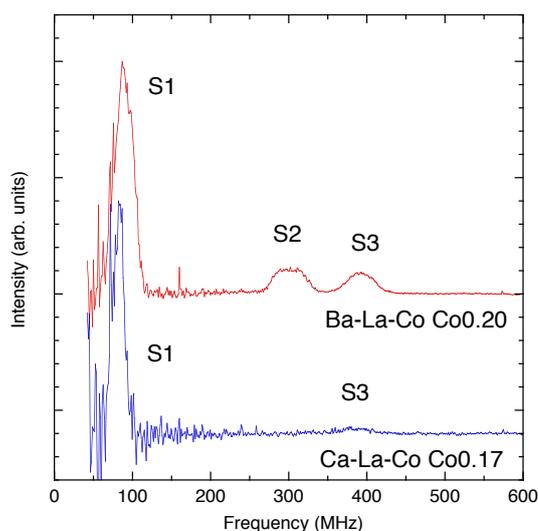
上記 2 試料の ^{59}Co -NMR スペクトルを図に示す。これらのスペクトルは強度が Co の個数の比に対応するように補正してある。Ba-La-Co 試料のスペクトルは Sr-La-Co 系の低 Co 組成のデータ²⁾ とよく似ている。90 MHz 付近の信号 (S1) が四面体配位の $4f_1$ サイトの Co の信号, 高周波の 300 MHz (S2) および 400 MHz (S3) 付近の信号は八面体配位の 2a または 12k サイトの Co にアサインされる²⁾。すなわち Ba-La-Co 系試料は相当量の Co が八面体配位の 2a または 12a サイトを占有する。一方, Ca-La-Co 試料の信号は高周波側の信号強度が著しく低下する。特に S2 の信号はほとんど観測されない。すなわち Co の $4f_1$ サイト選択性が高まっていることがわかる。

Sr-La-Co 系より Ca-La-Co 系の方が性能が高いので, 以上の事実は一軸異方性に寄与するのが $4f_1$ サイトの Co のみであるとする説を支持する。すなわち, Co のサイト選択性が試料によって異なり, それが磁気特性と深く関連している。表には各試料の Co の $4f_1$ サイト選択率を, 同程度の Co を含む Sr-La-Co 系試料の値と併せて示す。アルカリ土類金属サイトが Ba \rightarrow Sr \rightarrow Ca と変化するのに伴い, Co の $4f_1$ サイト選択率が向上する傾向を示す。

System	Co content	c/a	$4f_1$ occupation ratio
Ba-La-Co	0.20	3.9282	0.72
Sr-La-Co	0.15	3.9122	0.75 ²⁾
Sr-La-Co	0.28	3.9098	0.83 ²⁾
Ca-La-Co	0.17	3.8918	0.94

References

- 1) T. Waki et al., *Mater. Res. Bull.* **104**, 87 (2018).
- 2) H. Nakamura et al., *J. Phys. Mater.* **2**, 015007 (2019).
- 3) T. Waki et al., *J. Solid State Chem.* **270**, 366 (2019).
- 4) H. Nakamura et al., *J. Phys.: Condens. Matter*, **28**, 346002 (2016).



マイクロ波アシスト磁気記録における FGL と SIL の膜厚と発振磁界強度の関係

栗田佳典, 赤城文字

(工学院大学大学院 工学科電気・電子専攻)

Examination of FGL film thickness and spin torque magnetic field condition in microwave assisted magnetic recording

Kurita Keisuke, and Fumiko Akagi

(Graduate School of Electrical Engineering and Electronics, Kogakuin University)

まえがき

近年、磁気ディスク装置 (Hard Disk Drive:HDD)は、テラビット級の高記録密度化が要求されている。しかし、そのためには媒体雑音、熱揺らぎ、記録ヘッドの磁界強度限界というトリレンマを解決する必要がある。これを解決する方法としてマイクロ波アシスト磁気記録(Microwave Assisted Magnetic Recording:MAMR)方式が提案されている[1]。MAMRは記録ヘッドに隣接してスピントルク発振素子(SpinTorque Oscillator:STO)を設け、記録時に STO から高周波磁界を発生させる。この高周波磁界が記録媒体に磁気共鳴を起こすため、低磁界でも記録ができ、トリレンマを解決することができる。STO から発生する高周波磁界は 100 kA/m 以上の磁界強度が必要とされている。先行研究では、約 130 kA/m の発振磁界強度で高い SNRを確認している [2]。また、STO の磁界発生層(Field Generation Layer : FGL)の膜厚を増加させると、磁界強度を増加できることも報告している[3]。しかし、STO は磁気ヘッドの主磁極とシールドの間に設けるために、STO を構成する FGLの膜厚を増大させるには限界がある。また、FGLにスピントルク磁界を与える STO の別の構成要素であるスピン注入層(Spin Injection Layer : SIL)の膜厚も関係してくる。従って、本研究では、ヘッド、媒体、及び STO を考慮したマイクロマグネティクスシミュレーションによって、FGL、及び SIL の膜厚と発振磁界強度との関係を検討した。

計算モデル及び計算方法

本研究で用いた磁化挙動計算用シミュレータは、(1)式に示す Landau-Lifshitz-Gilbert(LLG)である [2]。

$$(1 + \alpha^2) \frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma \vec{M} \times (\vec{H}_{eff} - \alpha \vec{H}_{st}) - \frac{\gamma}{M_s} \vec{M} \times \{ \vec{M} \times (\alpha \vec{H}_{eff} + \vec{H}_{st}) \} \quad (1)$$

\vec{M} は磁化ベクトル、 γ はジャイロ磁気定数、 α はダンピング定数、 M_s は飽和磁化、 \vec{H}_{eff} は実効磁界ベクトルである。 \vec{H}_{st} は STO へ電流を流す事で FGL または SIL に印加される偏極スピンのスピントルク磁界である。

$$\vec{H}_{st} = \frac{\hbar J}{2eM_s d} \vec{M}_p \quad (2)$$

\hbar はディラック定数、 J は注入電流密度、 e は電気素量、 η はスピン分極率、 d は膜厚、 \vec{M}_p は \vec{H}_{st} の方向ベクトルである。記録ヘッドは単磁極ヘッドとし、メインボールの膜厚は 98 nm、トラック幅は 56 nm とした。記録層は粒子サイズを 7 nm、膜厚 5 nm の軟磁性膜と硬磁性膜によって構成される ECC(exchange coupled composite)媒体とし、線記録密度は 1814 kfc i (1.65 Tbit/in²)とした。ヘッドと媒体のスペーシングは 5 nm、ヘッド・媒体間の相対速度は 20 m/s とした。STO はトラック幅 28 nm、高さ 28 nm、膜厚 21nm とし、非磁性の中間層を 3.5 nm とした。また、本研究ではヘッド、STO、及び媒体間の静磁氣的相互作用は考慮している。ただし、前回の結果から、発振磁界を不安定にさせる媒体から STO へ印加される静磁界は除いて計算を行った[2]。Table.1 に媒体および STO の磁気特性を示す。

計算結果

Fig.1 に FGL と SIL の膜厚を変化させた場合の発振磁界強度のスピントルク磁界依存性を示す。発振磁界強度はクロストラック成分で膜厚中央の磁界とした。図より、FGL の膜厚を厚くすると発振磁界は減少することがわかった。これは FGL の膜厚の増加にともない SIL の膜厚が減少し、SIL の磁化が一方向を向かず、乱れた回転をするからである。また、スピントルク磁界を増加させると、発振磁界強度が減少する結果となった。

まとめ

FGL の膜厚を増大させ SIL の膜厚を減少させると SIL が不安定な歳差運動を行うため、発振磁界強度が減少する。

謝辞 本研究の一部は、JSPS 科研費 16K06313、及び情報ストレージ研究推進機構(ASRC)の助成を受けて行った。

参考文献

[1] Y. Tang, and J. G. Zhu, *IEEE Trans. Magn.* 44, pp. 3376-3379, 2008.
 [2] 栗田佳典, 赤城文字, 吉田和悦, 2019 信学総大, C-7-2, 2019.
 [3] 古賀理樹, 赤城文字, 吉田和悦, 信学技報 114(327), pp. 1-5, 2014.

Table.1 Magnetic characteristics of head, medium and STO

	K_u [J/m ³]	M_s [T]	α	交換定数 [J/m]
ヘッド	3.0×10^3	2.5	0.05	1.0×10^{-11}
軟磁性記録層	5.0×10^5	0.8	0.05	1.0×10^{-11}
硬磁性記録層	1.2×10^6	0.8	0.05	1.0×10^{-11}
SUL	3.0×10^3	1.5	0.05	1.0×10^{-11}
FGL	5.0×10^3	2.0	0.03	2.0×10^{-11}
SIL	5.0×10^5	1.0	0.03	2.0×10^{-11}

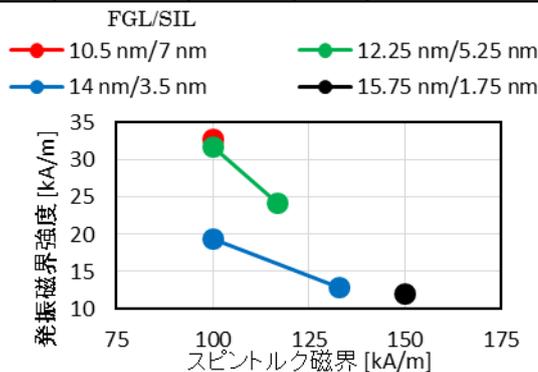


Fig. 1 Dependence of AC magnetic field on spin torque field with different thicknesses of FGL and SIL.

STO が低い印加電流密度で安定に発振するための一考察

板垣諒、金井靖、Simon J. Greaves¹
(新潟工科大、¹東北大)

Effect of magnetostatic interaction with MAMR head on STO oscillation

R. Itagaki, Y. Kanai, S. J. Greaves¹
(Niigata Inst. of Tech., ¹Tohoku Univ.)

はじめに

高周波アシスト磁気記録(MAMR)方式は、高周波発振素子(STO)から発生する高周波磁界を主磁極(MP)からの記録磁界に重畳し、高異方性媒体への記録を可能にする¹⁾。我々は透過のスピントルクを利用した STO と記録ヘッドを組み合わせたマイクロマグネティック解析によるモデル計算を行い、MP とトレーリングシールド(TS)が非平行のギャップ中に STO を挿入すると STO の発振が安定することを示した²⁾。ただし、MP と TS が非平行となる構造は、現行の製造プロセスの観点から望ましくない。そこで、MP、TS および STO が平行かつ媒体面に対して傾けたモデルの計算を行い、その傾きが 10°から 20°の範囲で STO の安定した発振が得られることを述べた³⁾。しかし、STO は傾きが大きいほど FGL の体積が減少し、発振磁界も減少する。これまで、我々は渦電流を扱わないためヘッドの α をフィッティング因子として扱い、大きな値($\alpha = 0.2$)を与えてきた。一方、STO とヘッドの静磁気相互作用を正しく取り扱うには α には現実の値($\alpha = 0.005 - 0.02$)を与える必要がある。本報告では、MP、TS および STO を媒体面に対して傾けないモデルを考慮し、STO 近傍の MP および TS の α の値が STO の発振に与える影響を検討したので報告する。

解析モデルとソフトウェア

Fig. 1 に示すように、FGL とスピン注入層(SIL)からなる STO を考える。STO の諸元を Table. 1 に示す。ここでは、軟磁性の SIL と透過のスピントルクを仮定した。マイクロマグネティック解析には富士通製の EXAMAG V2.1 を用いた。

計算結果

Fig. 2 に、ヘッドの α を 0.2、STO 近傍の α を 0.02、0.005 とした際の FGL の発振 vs.時刻を示す。縦軸は FGL 磁化の面内成分を FGL 全体で平均し、飽和磁化で規格化して表示した。 $M/M_s = 1$ のとき、FGL の磁化が完全に面内で回転していることを示す。同図より、STO 近傍の α が 0.02、0.005 のときは FGL の発振が安定している(磁化の振幅が大きく発振周波数が高い)。これは、STO 近傍の α が 0.02、0.005 のときは α が 0.02 の時と比べ、ヘッドと STO の静磁気相互作用が弱いためと考えられる。つまり、ヘッドの α が小さいときは STO と対向する面のヘッドの磁化が回転し易く、STO がヘッドから受ける作用が小さい。このときの注入電流密度($J = 3.0 \times 10^8$ A/cm²)はこれまでの値($J = 6.0 \times 10^8$ A/cm²)と比べて十分に小さく、長期にわたる素子の信頼性の面からも有利である。

本研究の一部は情報ストレージ研究推進機構(ASRC)の補助金によった。ここに記して深謝する。

参考文献

- 1) J.-G. Zhu, X. Zhu, and Y. Tang: *IEEE Trans. on Magn.*, 44(1), 125, 2008.
- 2) 板垣, 金井, S. Greaves, 村岡: 信学会研資 MR2018-5, 2018.
- 3) 板垣, 金井, S. Greaves: 信学会研資 MR2019-4, 2019.

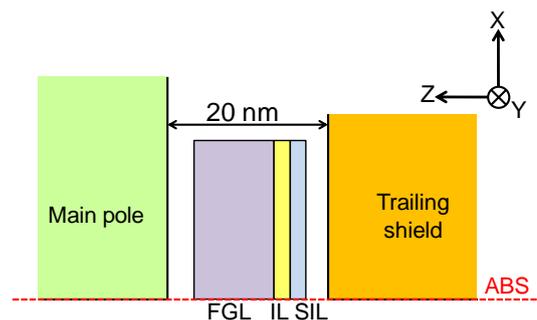


Fig. 1 Schematic of STO inserted into Head gap.

Table.1 Major parameters of STO.

	FGL	SIL
$4\pi M_s$	20 kG	10 kG
H_k in perpendicular	31.4 Oe	31.4 Oe
α	0.02	0.02
Exchange, A	2.5×10^{-6} erg/cm	1.25×10^{-6} erg/cm
Thickness	10 nm	2 nm
$P_0 = 0.5$, Width \times height = 20 nm \times 20 nm (max), Inter layer = 2 nm		

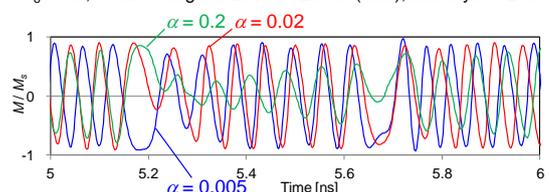


Fig. 2 In-plane component of volume-averaged FGL oscillation vs. time. $\theta = 0^\circ$, Head $\alpha = 0.2$ (STO vicinity: 0.005, 0.02, 0.2), $J = 3.0 \times 10^8$ A/cm², MMF = 1 GHz, coil current = 0.2 AT_{pp}.

MAMR においてヘッド磁極から伝達するスピンの影響

田河育也

東北工業大学電気電子工学科 仙台市太白区八木山香澄町 35-1

Impact of Transmitted Spin from Head Pole in MAMR

Ikuya Tagawa

Electrical and Electronic Engineering, Tohoku Institute of Technology, Sendai, Japan

1. はじめに

マイクロ波アシスト磁気記録 (MAMR) において、スピントルク発振器 (STO) から強い振動磁界を得ることは依然として課題である[1]。STO 構造および材料や、ヘッド磁極と STO の間の磁気的な相互作用に関する検討がなされている[2]。これに対して我々は、磁極と STO の間を往来するスピンの影響について検討を行った。市販のマイクロマグネティクスシミュレータ (富士通 Exomag V2.1.1) を用い、主磁極端直下の媒体表面付近 (浮上面から 5 nm) において観測されるマイクロ波アシスト磁界 (*MA field*) を性能指数とした。

2. ヘッド磁極スピンの影響

図 1 に、発明当初の MAMR ヘッドモデルと現実的なヘッドにおける構造の違いを示す。当初のデザインでは分離した電極が STO に直接接続されるため、ヘッド主磁極 (MP) およびトレーリングシールド (TS) からスピンの流れが STO に流れることはない。一方、実用的デザインでは MP および TS が電極として使用されるため、ヘッド磁極で偏極したスピンの流れ、発振に悪影響を及ぼす。

図 2(a) は、MP/TS からスピンの流れない当初モデルにおける、ヘッド走行方向 (H_x)、トラック幅方向 (H_y)、および垂直方向 (H_z) の記録磁界の時間応答波形である。 H_x は強い振動を示し、通常のヘッド記録磁界にマイクロ波磁界が重畳している。一方、MP/TS からスピンの流れる現実的モデルの同図 (b) では振動が見られない。これより、MP から透過スピンを阻止する必要性は明らかである。スピン拡散長が短い材料 (重い原子量の非磁性金属) [3] を MP と SIL の間に置く必要がある。別のアイデアとして、MP スピンを阻止する代わりに、透過スピンの極性を反転させることも有効である。負のスピン偏極を持つ材料が必要となる[4]。

図 3 に、マイクロ波アシスト磁界 (*MA field*) の注入電流 (J) 依存性を示す。*MA field* は時間応答波形のフーリエスペクトルから求めた。MP/TS からスピンの流れる場合 (Δ)、*MA field* は生じていない。MP/TS からスピンの流れない場合 (\times)、注入電流の増加に応じて *MA field* が増加する。MP スピンを 50% に制限した場合にも (\circ)、かなり大きな *MA field* が得られた。TS が負の分極を有し、電子が反対方向 (TS から MP) に流れるとき (\square)、注入電流応答は最も良好であった。

3. まとめ

通常の材料のスピン拡散長はそれほど短くないため、ヘッド磁極からの透過スピンの影響を無視できず、STO の磁化振動を阻害する要因となる。ここでは、重い原子量の材料を用いたスピンバリア層、および、負の分極材料を用いたヘッド磁極の有効性を示した。

[文献]

- [1] I. Tagawa, et al., IEEE Trans. Magn., Vol.52, No.9, (2016).
 [2] Y. Kanai, et al., IEEE Trans. Magn., Vol.53, No.2 (2017)

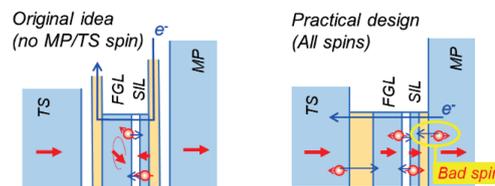


Figure 1. Structure design difference between (a) original idea and (b) practical design of MAMR head.

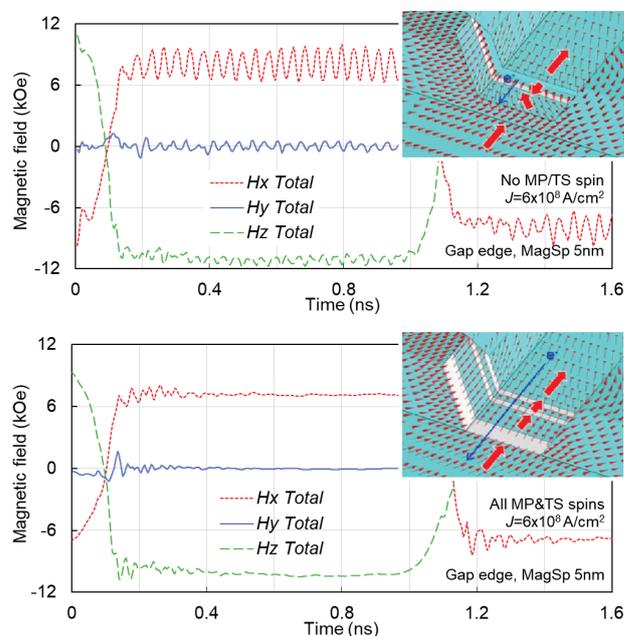


Figure 2. Time response waveforms of write field and magnetization distribution in pole tip area, when there are (a) no spin and (b) all spins from MP and TS.

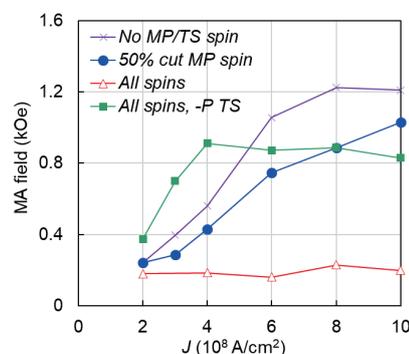


Figure 3. Injection current dependences of *MA field* amplitude.

- [3] J. Bass and W. Pratt Jr., J. Phys. Cond-Mat. 19 (2007) 183201
 [4] M. Tsunoda, et al., Appl. Phys. Express 2 (2009) 083001

CoGa バッファ層を用いた Si 基板上 MnGa (001)配向膜の作製

三輪 佳嗣, 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 using CoGa buffer layer

Y. Miwa, D. Oshima, T. Kato, S. Iwata
(Nagoya Univ.)

はじめに

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 $L1_0$ -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⁾。初期の検討では、MnGa 膜は MgO(001)単結晶基板上に作製していたが、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、最近、熱酸化膜付き Si 基板上に(001)配向させた $L1_0$ -MnGa 膜の検討を行っている²⁾。今回、MnGa(001)配向膜の形成に効果的である CoGa バッファ層³⁾の熱処理条件の検討を行うことで、熱酸化膜付き Si 基板上に高配向の $L1_0$ -MnGa (001)膜を成膜したので報告する。

実験方法

膜構成は Cr (2 nm) / MnGa (5 nm) / CoGa (30 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。MgO 層上の Cr バッファ層までの全ての層は室温で成膜し、その後 800 °C で 60 分間、真空中で熱処理を行った。また、CoGa 層の成膜温度を T_s とし、温度 T_a で 30 分間、真空中で熱処理を行った。MnGa 膜は 200 °C で成膜し、成膜後 $L1_0$ 規則化のため 400 °C で 60 分間、真空中で熱処理を行った。初めに T_s を 200 °C から 500 °C まで変化させて最適値を決定した後、 T_a を 500 °C から 800 °C の間で変化させた。膜の磁気特性は交番磁界勾配型磁力計(AGM)で評価した。

実験結果

まず、 $T_a = 500$ °C として T_s 依存性を調べたところ、 T_s が 400 °C のときに MnGa 膜の飽和磁化が最大となったので、次に T_s を 400 °C として T_a 依存性について調べた。Fig. 1 に(a) $T_a = 600$ °C、(b) $T_a = 700$ °C で Si 基板上に作製した MnGa 膜の M - H ループを示す。また、Fig. 1 (c) に、MgO(001)基板上に作製した MnGa 膜の M - H ループを示す。Si 基板上の MnGa 膜はいずれも大きな垂直磁気異方性を示し、 $T_a = 700$ °C において飽和磁化は 290 emu/cc となった。この値は MgO 基板上の MnGa 膜 (Fig. 1 (c)) とほとんど同じである。さらに、 $T_a = 700$ °C の MnGa 膜では、 $T_a = 600$ °C と比較して、膜面垂直方向のループの傾きが急になっている。これは、MnGa 膜の膜質が向上し、スムーズな磁壁移動が行われているためであると考えられる。以上より、CoGa バッファ層の熱処理条件を検討することにより、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に成功したと言える。

参考文献

- 1) D. Oshima et al., IEEE Trans. Magn., vol.49, p.3608 (2013)
- 2) T. Ishikawa et al., IEEE Trans. Magn., vol. 55, 3200104 (2019).
- 3) A. Ono et al., Appl. Phys. Exp., vol. 10, 023005 (2017).

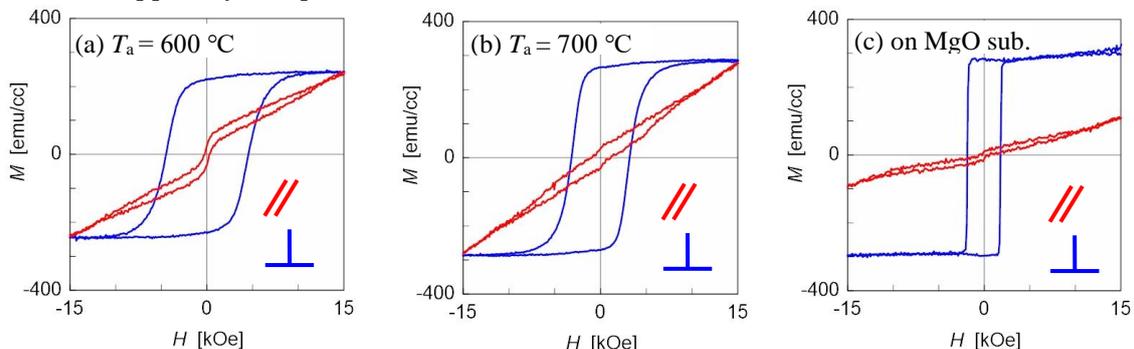


Fig. 1 M - H loops of MnGa films grown on SiO_2/Si substrates using CoGa buffer layers annealed at $T_a =$ (a) 600 and (b) 700 °C. M - H curves of the film grown on MgO (001) substrate are also shown in Fig. (c) as a reference.

MgO/bcc-CrMn 積層下地層上に成膜した FePt グラニューラ媒体の磁気特性

○齊藤 節, 清水 章弘, 齊藤 伸 (東北大学)

Magnetic properties of FePt granular media on MgO/bcc-CrMn stacked underlayer

○Takashi Saito, Akihiro Shimizu, 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 2×10^7 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磁氣的に孤立化し、かつ微細でコラム状に成長させたグラニュー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ー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) の表面に形成される網目状隆起構造²⁾上に成長した磁性層の磁気特性を詳細に解析し、その知見を元に磁氣的に孤立したコラム状磁性グラニューラ層を実現する媒体設計指針を提案する。

実験結果 試料の層構成は FePt(5 nm)/ MgO(5 nm)/ a-Co₆₀W₄₀(80 nm) (平坦下地) と FePt(5 nm)/MgO(5 nm)/CrMn(20 nm)/ a-Co₆₀W₄₀(60 nm) (網目状隆起下地) 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。また磁性層の規則化のため MgO 層の成膜後に、試料に 630 °C への加熱を行った。試料作製後に Out-of-plane XRD 測定により CrMn 層、MgO 層および FePt 層が面直に c 面配向していることを確認した。Fig. 1 に FePt 層を平坦下地上に成膜した試料と網目状隆起下地上に成膜した試料の磁化曲線を示す。保磁力 H_c はそれぞれの試料で 10 kOe と 25 kOe であった。このことは下地層の網目状隆起構造が磁性結晶粒の粒間交換結合を低減させていることを示唆している。この推察をもとに磁氣的孤立化効果の定量評価を試みた。平坦下地上と網目状隆起下地上に成膜した FePt 薄膜に対して 9 T の印加磁界の下で測定したトルク曲線から算出した一軸結晶磁気異方性エネルギー K_u 、異方性磁界 H_k はそれぞれ $K_u = 1.23 \times 10^7$ (emu/cm³)、 $H_k = 39.3$ (kOe)、ならびに $K_u = 1.42 \times 10^7$ (emu/cm³)、 $H_k = 42.2$ (kOe) であった。Fig. 2 にマイナーループから評価した残留磁化 M_r と印加磁界 H_{app} の関係を示す。 M_r が 0 となる残留保磁力 H_{cr} は平坦下地を用いた試料では 13.0 kOe、網目状隆起下地を用いた試料では 27.7 kOe であることがわかった。この結果をもとに H_{cr}/H_k を導出すると、平坦下地を用いた試料では 0.33、網目状隆起下地を用いた試料では 0.66 であり、網目状隆起下地の磁氣的孤立化への有効性を確認した。

網目状隆起構造を活用した新規媒体の提案 以上の結果を踏まえて、L1₀ FePt 結晶粒を柱状孤立化グラニューラ組織に成長させる HAMR 媒体形成法を考察する。Fig. 3 に考案した HAMR 媒体の積層構成の模式図を示す。積層構成は FePt-酸化物グラニューラ層/ 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士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ーラ組織が実現されると期待される。

参考文献 1) Roadmap of Advanced storage technology consortium (2016). 2) A. Shimizu et al., *T. Magn. Soc. Jpn.*, 3, 7-11 (2019)

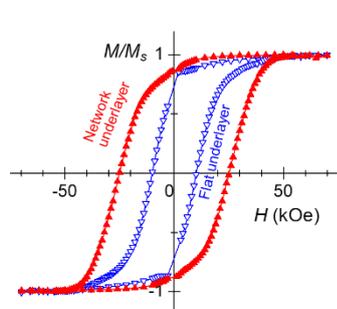


Fig. 1 M - H loops for a FePt film on network underlayer and flat underlayer.

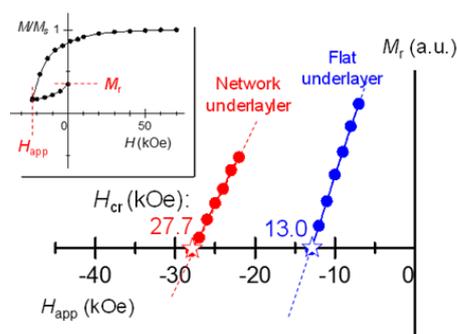


Fig. 2 M_r - H_{app} plots for a FePt film on network underlayer and flat underlayer.

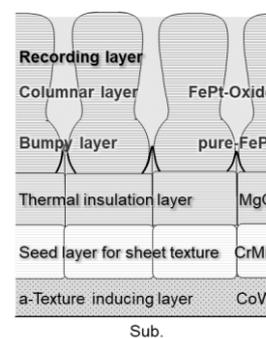


Fig. 3 Schematic of proposed structure for FePt granular media.

種々の組成のターゲットを用いて作製した Nd-Fe-B 薄膜の構造と磁気特性

○土田 隆之, 福島 潤, 林 大和, 斉藤 伸, 滝澤 博胤 (東北大学)

Nanostructure and magnetic properties of the Nd-Fe-B thin film fabricated by various targets with different compositions

○Takayuki Tsuchida, Jun Fukushima, Yamato Hayashi, Shin Saito and Hirotsugu Takizawa (Tohoku Univ.)

はじめに 情報化社会の進展に伴って磁気記録媒体の高密度化の需要が高まっており、5 Tbit/in²を超える高記録密度媒体の実現は国の重要政策に挙げられている¹⁾。この目標を達成すべく、熱アシスト磁気記録 (HAMR) が注目されている。HAMR 媒体を実現するためには、室温で高い結晶磁気異方性定数 (K_u) と 300–500 °C 程度のキュリー温度 (T_c) を有する材料が必要であり、現在 L1₀ 型 FePt ($K_u = 6.6$ MJ/m³, $T_c = 477$ °C) や Nd-Fe-B ($K_u = 4.6$ MJ/m³, $T_c = 312$ °C) がその候補として検討されている。このうち Nd-Fe-B 薄膜に関しては、HAMR 媒体として必須の、*c* 軸配向化、粒径微細化、コラム状組織化を同時に実現している報告が見当たらない。これについて我々は高温成膜により薄膜中に形成される磁性結晶粒の相およびその組織が Nd-Fe-B 薄膜の Nd/Fe 原子比、ならびに B 濃度に依存して異なることに原因があるのではないかと考えた。そこで本研究では、種々の三元組成のターゲットを用いて Nd-Fe-B 薄膜を作製し、その構造と磁気特性を評価した。

実験方法 薄膜作製には DC マグネトロンスパッタリング装置を用いた。薄膜の積層構成は Mo (5 nm) / Nd-Fe-B (10 nm) / Mo (50 nm) / Ta (5 nm) / glass sub. とした。磁性層用ターゲットとしては、寸法を 164φ とし (A) Nd₁₅Fe₇₁B₁₄, (B) Nd_{21.4}Fe_{72.4}B_{5.4}, (C) Nd_{13.4}Fe_{79.9}B_{5.8} という 3 つの組成を準備した (Fig. 1)。磁性層の成膜条件は、成膜温度 600 °C、投入電力 500 W である。得られた薄膜については XRD による相同定、AFM による表面形態の観察、VSM による磁気特性の評価を行った。

実験結果 Fig. 2 に種々のターゲットで作製した Nd-Fe-B 薄膜について面直方向に磁場を印加して得られる磁化曲線を示す。ターゲット (C) を用いて作製した薄膜については角型比が 0.78 を示しているのに対し、ターゲット (A) または (B) を用いて作製した薄膜については、角型比が 0.9 以上と垂直磁気異方性が高く、磁化容易軸が膜面垂直方向に高配向していることが示唆される。In-Plane XRD プロファイルには、Nd₂Fe₁₄B 結晶相の (410) 面からの回折線が明瞭に観測されており、Fig. 2 の結果と考え併せると Nd₂Fe₁₄B 相が *c* 軸高配向していることが示唆される。AFM による表面形態の観察を行ったところ、(B) の薄膜については粒径が 200 nm 以上と粗大であったのに対し、(A) と (C) の薄膜については粒径が 50–100 nm 程度であった。以上の結果から、高配向かつ微細な Nd-Fe-B 薄膜を得るためには、今回の検討の範囲からは、富 B 組成のターゲットを用いることが有効であると考えられる。

参考文献 1) 「超高密度ナノビット磁気記録技術の開発」(事後評価) 第 1 回分科会資料 5-3

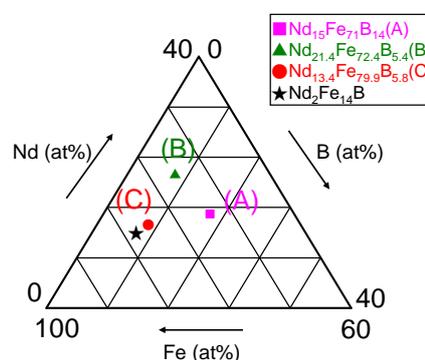
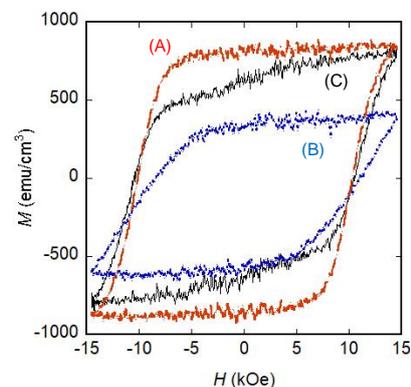


Fig.1 Target compositions of Nd-Fe-B

Fig.2 *M-H* loop of the Nd-Fe-B films

FePt-Cr₂O₃ グラニューラー薄膜の微細組織変化と磁気特性

鈴木一平、H. Sepehri-Amin、高橋有紀子、宝野和博
(物質・材料研究機構)

Microstructure evolution and magnetic properties of FePt-Cr₂O₃ granular thin films

I. Suzuki, H. Sepehri-Amin, YK. Takahashi, and K. Hono
(NIMS)

はじめに:

L1₀-FePt グラニューラー膜を用いた熱アシスト磁気記録方式が有望視され、記録密度 4 Tbit/in² 実現に向けその開発が急がれている。そのような超高記録密度を達成するには、柱状構造を有する FePt 粒子において平均結晶粒径(D)と粒子間距離(PD)の低減が不可欠であり、粒子密度(GD)3.8×10¹²/cm² 以上に微細化されたグラニューラー膜が必要である⁽¹⁾。FePt-Cr₂O₃ は、D: 5 nm 以下の微細な粒子が実現できる一方、粒子サイズに比べ PD が大きく GD が小さいことや、保磁力が低下してしまうことが問題であった⁽²⁾。そこで本研究では、FePt-Cr₂O₃ の粒子密度の改善を目的とし、条件を変えて作製した試料の粒子密度の変化を詳細に調べた。また、磁気特性劣化の要因を元素拡散の観点から調査したのでこれを報告する。

実験方法:

マグネトロンスパッタ法を用いて、異なる膜厚の FePt-Cr₂O₃ を温度および Cr₂O₃ 体積比を変えて作製した。基板には下地層の影響を除外するため MgO(001)単結晶を使用した。磁気特性は SQUID-VSM、微細組織及び元素分析は TEM および EDS を用いてそれぞれ評価した。

実験結果:

まず基板温度 400 °C で作製した FePt-Cr₂O₃ における微細組織の膜厚依存性を調べた。Fig.1 (a)に膜厚 4.5 nm の試料の平面 TEM 像を示す。この像から D: 3.9 nm, PD: 5.1 nm, GD: 3.9×10¹²/cm² がそれぞれ得られた。これらの値は記録密度 4 Tbit/in² の実現に要求される GD を満たしている。また膜厚を 8.5 nm に増加させても D: 3.8 nm, PD: 5.1 nm, GD: 3.9×10¹²/cm² とそれらの値はほとんど変化が見られなかった (Fig.1: (b))。この結果は、FePt-C の場合と異なり、膜成長に伴う粒子の粗大化や GD の低下が起きていないことを示唆している。しかしながら、いずれの FePt-Cr₂O₃ もその保磁力はほとんど消失していた。次に、異なる温度で作製した 8.5 nm の FePt-Cr₂O₃ の微細組織を調べた。基板温度を 400 °C から上昇させると、450 °C 以下では GD の変化はわずかであるが、さらに上昇させると、D、PD の粗大化に伴い GD が大きく低下し 500 °C では PD: 6.6 nm, GD: 2.8×10¹²/cm² となった。加えて、粒径分布に二峰性が顕在化し D₁: 2.1 nm、D₂: 6.2 nm のピークが見られた。発表では、Cr₂O₃ の体積比や温度、雰囲気ガス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し、磁気特性劣化の要因を EDS の結果を交えて議論する予定である。

参考文献

- 1) D. Weller *et. al.*, IEEE. Trans. Magn. **50**, 3100108 (2014).
- 2) T. Shiroyama *et. al.*, IEEE. Trans. Magn. **50**, 3202404 (2014).

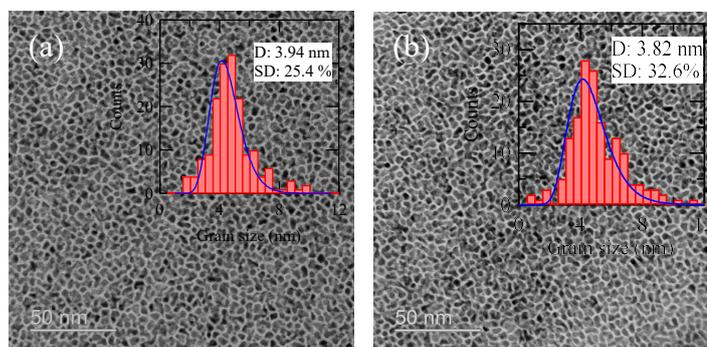


Fig.1 Plan-view TEM images of (a) 4.5-nm-thick and (b) 8.5-nm-thick FePt-Cr₂O₃ grown at 400 °C

CoCrPt グラニューラ薄膜における粒子間交換結合の マイクロ波アシスト磁化反転への影響

佐藤勝成¹, 菊池伸明^{1,2}, 岡本 聡^{1,2}, 北上 修^{1,2}, 島津武仁^{2,3,4}

(¹東北大学 IMRAM, ²東北大学 CSRN, ³東北大学 FRIS, ⁴東北大学 RIEC)

Effects of intergrain exchange coupling on microwave assisted magnetization switching on CoCrPt granular thin film.

K. Sato¹, N. Kikuchi^{1,2}, S. Okamoto^{1,2}, O. Kitakami^{1,2}, and T. Shimatsu^{2,3,4}

(¹IMRAM, Tohoku Univ., ²CSRN, Tohoku Univ., ³FRIS, Tohoku Univ., ⁴RIEC, Tohoku Univ.)

はじめに

マイクロ波アシスト磁化反転(MAS: Microwave Assisted magnetization Switching) は次世代の高密度磁気記録技術として注目されている。グラニューラ薄膜においては、マクロスピンモデルによる理論やナノドットでの実験と比較して、マイクロ波アシスト効果が小さいことや、その周波数依存性が緩やかであるという特徴が実験により報告されている¹⁾。この原因としては、グラニューラ粒子の粒径や磁気異方性の角度・強度の分散、磁性粒子間の双極子・交換相互作用による影響が挙げられている²⁾。そこで、本研究では、CoCrPt-SiO₂ グラニューラ薄膜の上に交換結合制御層として CoCrPt 連続層を積層することで、グラニューラ粒子間の交換相互作用の大きさを積極的に制御し、マイクロ波アシスト磁化反転への影響を調べた。

実験方法及び結果

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 程度の絶縁層を形成後、下地層・保護層とともに CoCrPt-SiO₂(15-t)/CoCrPt(t)磁性積層膜を成膜した。t は CoCrPt 連続層の膜厚で、t = 0, 1, 2 nm と変化させた。Au 線路上の磁性膜を電子線リソグラフィ及び Ar イオンエッチングにより 0.6 × 3.0 μm² の矩形状に加工した。その後、下地層を異常 Hall 効果 (AHE) 測定用の電極形状に加工した。高周波磁場は、異常 Hall 効果曲線の測定中、高周波電流を連続波として Au 線路に流すことで印加した。実験に使用した磁性積層膜の異方性磁界 H_k は、t = 0, 1, 2 nm でそれぞれ 18.9, 19.3, 19.0 kOe である。Fig.1 に、t = 0, 2 nm の試料について、高周波磁場振幅 $h_{rf} \approx 470$ Oe の際の反転開始磁場 H_n 、保磁力 H_c 、飽和磁場 H_s の周波数依存性を示す。 H_n は磁化の 10% が反転する磁場、 H_s は 90% が反転する磁場と定義した。 H_s, H_c, H_n ともに低周波側では周波数の増加に伴って減少し、特定の周波数でアシスト効果が減少し上昇に転じる結果が得られた。保磁力のみに着目すると、その変化量及び周波数に対する挙動ともに連続膜の有無による違いは見られない。その一方で、連続膜の付与により反転開始磁場でのアシスト効果はより高周波まで有効になるのに対し、飽和磁場でのアシスト効果はより低周波側で消滅している。これらの結果は、粒子間の交換結合が MAS に与える効果が、その磁化状態により大きく変化することを示唆するものである。

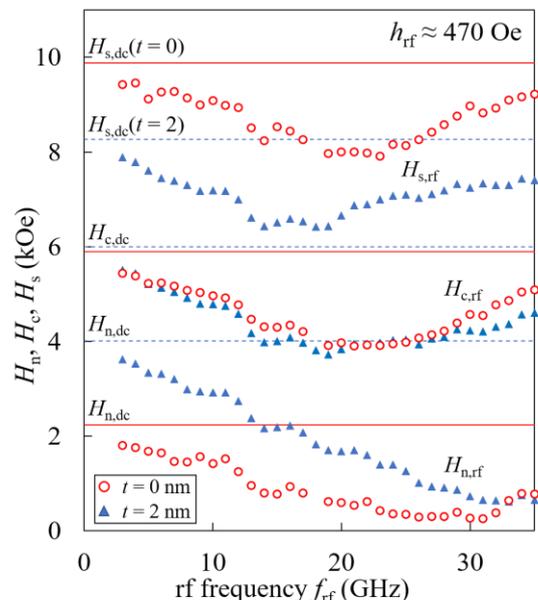


Fig.1 Microwave field frequency dependences of nucleation field H_n , coercive field H_c , and saturation field H_s ($t = 0$ and 2 , $h_{rf} \approx 470$ Oe).

参考文献

- 1) N. Kikuchi *et al.*, J. J. Appl. Phys. **57**, 09TE02 (2018).
- 2) S. Okamoto *et al.*, Appl. Phys. Express **10**, 023004 (2017).

アスペクト比の異なる磁性細線パターンにおけるスピン波の共鳴特性

牙暁瑞, 秋光果奈, 田中輝光, 松山公秀
(九州大学 大学院システム情報科学府)

Spin wave resonance properties of magnetic dots with different aspect ratios

X. Ya, M. R. Akimitsu, T. Tanaka, and K. Matsuyama
(ISEE, Kyushu University)

はじめに

磁性体パターンの長軸方向に MSSW モードのスピン波を伝播するには磁化を短軸方向に安定化させる必要がある[1]. 一方で面内磁化細線は形状異方性によりゼロバイアス時には長軸方向に安定化する. 磁性パターンに 4 回対称異方性を付与できれば磁化は長軸および短軸の双方で安定するため, ゼロバイアスでも MSSW モードのスピン波伝搬が可能であり, さらに外部磁界により磁化を長軸方向に向けることで MSBVW モードに切り替えるという多機能化が期待できる. 本研究では, 4 回対称磁気異方性を付与した低ダンピング磁性材料である $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ 薄膜をパターン化し[2], その共鳴特定を測定した結果, ゼロバイアス時にパターンの長軸方向に伝播する MSSW モードと類推されるスピン波共鳴が観測され, その周波数が十数 GHz という比較的高い値であることが確認された. さらに, 共鳴周波数の磁性パターンアスペクト比依存性について調査した.

実験方法

$\text{MgO}(001)$ 基板に温度 400°C で 40 nm 厚の $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}(200)$ を成膜した. VSM 測定により, 成膜した $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ は MgO 基板の $\langle 110 \rangle$ 方向および $\langle \bar{1}10 \rangle$ に磁化容易軸を持つ四回対称異方性を有することを確認した. この薄膜を Fig. 1(a) のようにパターン化し ($L = 18\ \mu\text{m}$, $W = 10, 6, 3.6\ \mu\text{m}$), その上部に絶縁層および導波路を作製し, ベクトルネットワークアナライザを用いて伝送特性を測定した.

測定結果

Fig. 1(b) に $W = 10\ \mu\text{m}$ の試料の容易軸方向 (W 方向) に外部磁界を印加した際の伝送特性 (S_{21}) を示す. 伝送特性に複数のディップが確認できることから次数の異なる複数のスピン波共鳴が生じていることがわかる. また, 同図から磁界強度の低下とともにこれらの共鳴周波数が低下すること, 低バイアスになると低次の共鳴吸収強度が増大することが確認できる.

Fig. 2 は外部磁界を容易軸方向 (W 方向) に印加した際の各磁性体パターンにおける共鳴周波数と外部磁界の分散関係を示す. 各パターンにおける共鳴周波数の不連続な変化は次数の異なるスピン波共鳴が検出されたことによる. $H_0 = 0\ \text{Oe}$ の場合, 3つの磁性体パターンの共鳴周波数は $12 \sim 13\ \text{GHz}$ であり, ゼロバイアス時でもスピン波共鳴が検出されている. この時, 磁性体パターンの W が短いほど, 共鳴周波数は低くなる. これは磁性パターンの短軸方向 (W 方向) の反磁界係数が大きいこと, 短軸方向の実効磁界が小さくなるためである.

Fig. 3 は外部磁界を困難軸方向に印加した際の各磁性体パターンにおける共鳴周波数と外部磁界の分散関係を示す. 困難軸方向に強い外部磁界を印加すると磁化は困難軸方向に向き, 外部磁界強度の低下とともに実効磁界が減少するため共鳴周波数は低下する. 外部磁界強度がさらに小さくなると, 磁化は困難軸から容易軸に徐々に遷移するため, 外部磁界の減少とともに異方性による等価磁界が増加し, 共鳴周波数が上昇する.

参考文献

- [1] Kazuto Yamanoi, Satoshi Yakata, Takashi Kimura, and Takashi Manago, *JJAP*, **52**, 083001 (2013)
- [2] Martin A. W. Schoen, Danny Thonig, Michael L. Schneider, T. J. Silva, Hans T. Nembach, Olle Eriksson, Olof Karis, and Justin M. Shaw, *Nat. Phys.* **12**, 9, (2015)

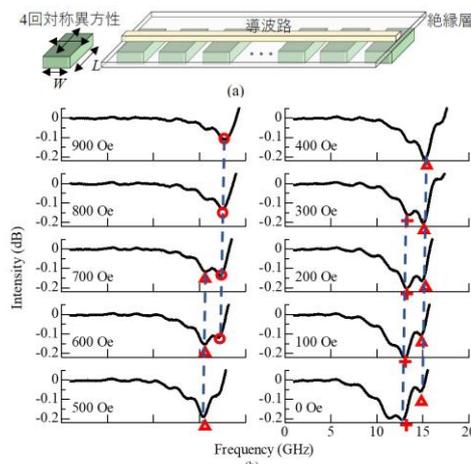


Fig. 1. (a) Schematic figure of magnetic dots and waveguide. (b) VNA S_{21} characteristics

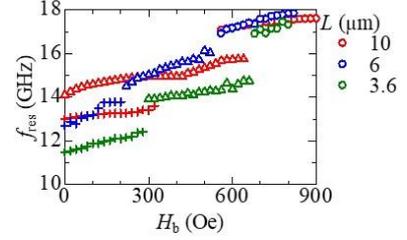


Fig. 2. The dependence of resonance frequency on the magnetic field applied in the easy axis.

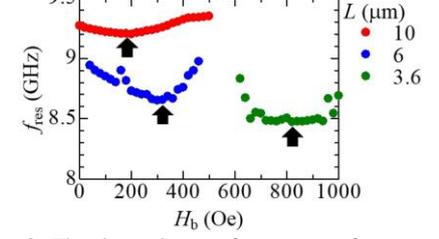


Fig. 3. The dependence of resonance frequency on the magnetic field applied in the hard axis.

Co₉₀Fe₁₀ 薄膜における定在スピン波干渉特性とロジックデバイスへの応用

秋光果奈, 牙暁瑞, 田中輝光, 松山公秀
(九州大学 大学院システム情報科学府)

Interferometric properties of standing spin waves for Co₉₀Fe₁₀ and the application to a logic device

R. Akimitsu, X. Ya, T. Tanaka, and K. Matsuyama
(ISEE, Kyushu University)

はじめに

スピン波をより効率的に伝搬するためには、ダンピング定数が小さい強磁性材料が必要となる。低ダンピング材料で面内に磁気異方性を有する場合にはゼロバイアスでの効率的なスピン波励起が可能となる。本研究では面内に磁気異方性を付与した強磁性材料である Co₉₀Fe₁₀ 薄膜を細線状に加工してスピン波導波路として用い、誘導検出によるスピン波の干渉特性を評価した。

実験方法

RF マグネトロンスパッタ法により MgO(001) 基板に Ar ガス圧 5 mTorr, 成膜温度 400°C で 40 nm 厚の Co₉₀Fe₁₀ (200) を成膜した。VSM 測定により、成膜した Co₉₀Fe₁₀ は MgO 基板の <110> および <1 $\bar{1}$ 0> に磁化容易軸を持つ四回対称異方性を有することを確認した。この薄膜を $W = 50 \mu\text{m}$, $L = 2 \text{ mm}$ の細線状に加工し、その上部に絶縁層および二つのスピン波励起導体とスピン波検出コイルを作製した。ベクトルネットワークアナライザから二つの励起源に信号を入力し、励起されたスピン波を検出コイルで検出し、スピン波の干渉特性を評価した。

実験結果

Fig.1 にスピン波の伝送特性とスピン波共鳴周波数の外部印加磁界依存性を示す。外部磁界を印加して磁化を飽和させ、印加磁界を減少させたところ、-100 Oe 付近で磁化反転による共鳴周波数のジャンプが確認された。ゼロバイアス状態でスピン波の伝搬を検出することができ、その周波数は 10 GHz 程度と Py より高い周波数であることを確認した。

次に励起信号をフェーズシフターを用いて位相変調し、位相差を与えた二つのスピン波の干渉結果を Fig.2 に示す。(a)では位相差 0 のときに検出コイル下部で定在スピン波の節、位相差 π のときに定在スピン波の腹となる。一方(b)では位相差 0 のときに定在スピン波の腹、位相差 π のときは定在スピン波の節を検出しており、入力信号の位相差と出力強度の関係から、2 入力 of ロジックデバイスが実現可能であることがわかる。(a)は XNOR, (b)は XOR の論理式にそれぞれ対応している。動作周波数により定在スピン波の腹と節が入れ替わる理由として、それぞれの周波数で異なるモードの定在スピン波が励起されているためである。

Fig.3 は各磁界バイアス状況下で、それぞれの入力信号で位相遅れを生じた場合の出力強度をマッピングしたものである。各磁界バイアス状況下において同様に論理演算の動作を確認することができ、スピン波の動作周波数を外部磁界によって制御可能であることが確認できた。

参考文献

[1] X. Ya, H. Chen, S. Oyabu, B. Peng, H. Otsuki, T. Tanaka, and K. Matsuyama, JAP, 117, 17A719 (2015)
[2] Martin A. W. Schoen, Danny Thonig, Michael L. Schneider, T. J. Silva, Hans T. Nembach, Olle Eriksson, Olof Karis, and Justin M. Shaw, Nat. Phys. 12, 9, (2015)

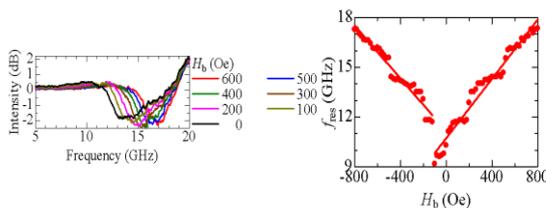


Fig. 1. Transmission characteristics and the bias field dependence of the spin wave resonance frequency.

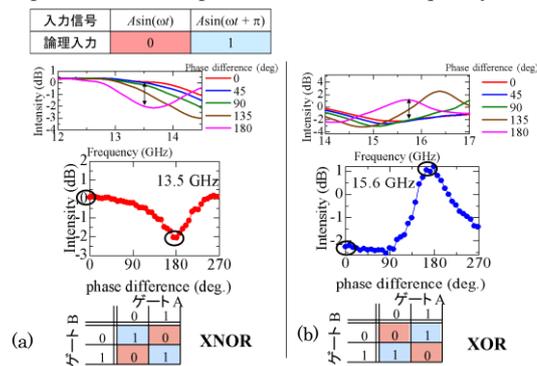


Fig. 2. The dependence of spin wave interference intensity on phase difference and corresponding truth tables..

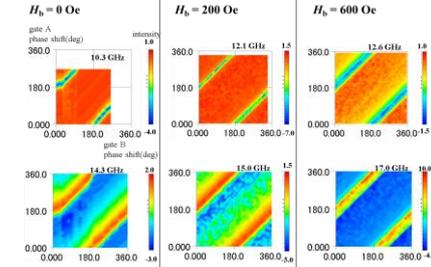


Fig. 3. The intensity color maps for inductive outputs.

パルス磁界を用いたレーストラックメモリのシミュレーション解析

山口莉生、仲谷栄伸

(電気通信大学 情報理工学研究科)

Simulations of the racetrack memory using a field pulse

Riki Yamaguchi and Yoshinobu Nakatani

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

はじめに

近年、磁壁駆動型レーストラックメモリが提案され、磁壁駆動に関する研究が盛んに行われている¹⁾。磁壁駆動型レーストラックメモリでは、主に電流による磁壁駆動が注目されている¹⁾。しかし、大電流密度が必要という問題があり、外部磁界による磁壁駆動が研究されている²⁾。本研究では、Fig. 1に示すように、外部磁界による磁壁駆動として、3種類の幅が異なるピンングサイトを用いた方法を提案する。ピンングサイトは垂直磁気異方性を下げた領域とし、幅が狭い順に P_1, P_2, P_3 とする。次に P_1, P_2, P_3 にピン留めされた磁壁の中で、特定の磁壁だけがデピンする正弦波パルス磁界をそれぞれ $H_{P_1}, H_{P_2}, H_{P_3}$ とする。提案した磁壁駆動では、 $H_{P_1}, H_{P_2}, H_{P_3}$ の符号と面直方向のDC磁界(H_{DC})の符号を変えて印加し、磁区の両端の磁壁を交互にシフトさせることで、磁壁を一方方向に動かす。磁壁駆動の手順は次の通りである。① $H_z = H_{P_2} + H_{DC}$ を印加する。 P_2 の磁壁がデピンし、 P_3 まで移動後、停止する。② $H_z = -H_{P_1} - H_{DC}$ を印加する。 P_1 の磁壁がデピンし、 P_2 まで移動後、停止する。③ $H_z = H_{P_3} + H_{DC}$ を印加する。 P_3 の磁壁がデピンし、 P_1 まで移動後、停止する。④ $H_z = -H_{P_2} - H_{DC}$ を印加する。 P_2 の磁壁がデピンし、 P_3 まで移動後、停止する。⑤ $H_z = H_{P_1} + H_{DC}$ を印加する。 P_1 の磁壁がデピンし、 P_2 まで移動後、停止する。⑥ $H_z = -H_{P_3} - H_{DC}$ を印加する。 P_3 の磁壁がデピンし、 P_1 まで移動後、停止する。①～⑥を順番に繰り返すことで、磁壁を一方方向に動かす。

本研究では、提案した磁壁駆動を実現するために、特定のピンングサイトにピン留めされた磁壁のみがデピンする磁界をシミュレーションにより調査した。

計算条件

シミュレーションは1次元のマイクロマグネティックモデルを用いた。材料定数はCo/Niの値を想定し、飽和磁化 $M_s = 660 \text{ emu/cm}^3$ 、磁気異方性定数 $K_u = 4.1 \text{ Merg/cm}^3$ 、交換スティフネス定数 $A = 1 \text{ } \mu\text{erg/cm}$ 、損失定数 $\alpha = 0.3$ とした³⁾。幅 $r_0 = 4, 8, 16 \text{ nm}$ の3通りで、 K_u を100%低下させたピンングサイトを作成した。ピンングサイトに磁壁がピン留めされた状態から、正弦波パルス磁界とDC磁界を組み合わせた磁界を印加し、パルス幅(t_p)を変えて、磁壁がデピンするパルス磁界の強さ(H_{depin})を調査した。

結果

Fig. 2にパルス幅による磁壁がデピンするパルス磁界の強さの変化を示す。Fig. 2より、ピンングサイトの幅によって、磁壁がデピンする t_p と H_{depin} が異なる範囲があることがわかった。 $t_p = 0.15 \text{ ns}$ の場合では、矢印の範囲のパルス磁界を印加すると、ピンングサイトから特定の磁壁のみをデピンさせることが可能であることがわかった。

講演では、提案した磁壁駆動を用いたレーストラックメモリについて報告する予定である。

参考文献

- 1) S. S. P. Parkin, *et. al.*, Science, **320**, 190 (2008).
- 2) F. Ummelen, *et. al.*, Sci. Rep., **7**, 833 (2017).
- 3) T. Koyama, *et. al.*, Appl. Phys. Exp., **1**, 101303 (2008).

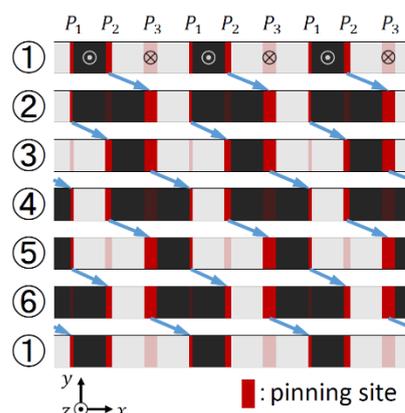


Fig. 1 Sequence of field-driven domain wall motion using 3 types of pinning sites.

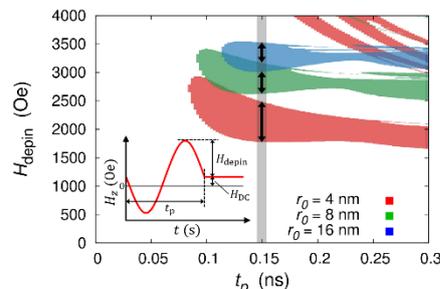


Fig. 2 Pulse width (t_p) dependence of pulse amplitude (H_{depin}) with various pinning site width (r_0). The colored part is the region where the domain wall is depinned.

スキルミオン構造を利用した STT-MRAM シミュレーション

浅川 宏輝、仲谷 栄伸

電気通信大学、情報理工学研究科

Simulation of STT-MRAM with skyrmion structure

Hiroki Asakawa, Yoshinobu Nakatani

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

はじめに

スピン注入磁化反転[1]により情報を書き換える STT-MRAM[2]は、高密度化のために反転電流の低減が必要とされている。その問題に対し、磁化反転中にスキルミオン[3][4]が出現した場合、反転メカニズムの変化による反転電流低減の可能性を考えた。本研究では、DMI[5]を有する STT-MRAM の磁化反転シミュレーションを行い、反転途中のスキルミオンの出現の有無や反転電流の変化を調べた。

計算条件

材料定数は CoFeB の値を用い、飽和磁化 $M_s = 600 \text{ emu/cm}^3$ 、磁気異方性定数 $K_u = 3.5 \text{ Merg/cm}^3$ 、交換スティーブネス定数 $A = 1.0 \text{ } \mu\text{erg/cm}$ 、損失定数 $\alpha = 0.01$ 、スピン分極率 $P = 1.0$ 、磁気回転比 $\gamma = -1.76 \times 10^7 \text{ rad/(s}\cdot\text{Oe)}$ 、gyromagnetic splitting factor $g = 2.0 \times 1.001159657$ 、ボーア磁子 $\mu_B = 9.27408 \times 10^{-24} \text{ J/T}$ 、電気素量 $e = 1.602189 \times 10^{-19} \text{ C}$ とした。また、自由層の直径 $d = 30 \text{ nm}$ 、厚さ $dz = 2 \text{ nm}$ とし、磁化反転シミュレーションを行った。

実験結果

まず、パルス幅 $t_p = 1.0 \text{ ns}$ における、DMI による最小反転電流密度の変化を図 1 に示す。緑線は各 DMI 値における反転途中の最大のスキルミオンナンバー、赤線は最小反転電流密度を表す。図 1 から、スキルミオンナンバーは 0.8 程度を示し、反転途中にスキルミオンが出現していることを確認した。その際、反転電流は最大で 56% 低減されることがわかった。次に、パルス幅 $t_p = 10.0 \text{ ns}$ における、DMI による最小反転電流密度の変化を図 2 に示す。図 2 から、スキルミオンナンバーは 0.2 程度を示し、反転途中にスキルミオンが出現していないことを確認した。このとき、反転電流は増大することがわかった。これらのことから、短パルスにおいて DMI が 0 より大きい場合、反転電流が低減され、その際は反転途中にスキルミオンが出現しているということがわかった。

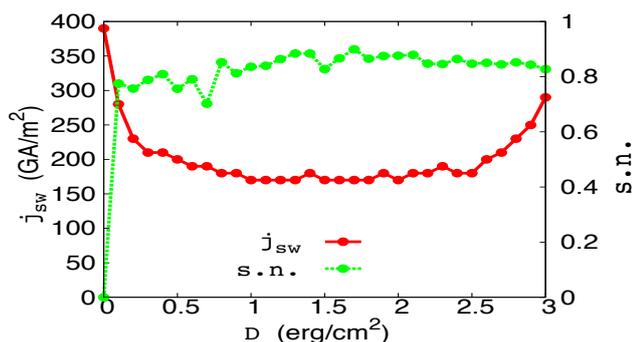


Fig. 1 switching current density and skyrmion number at $t_p = 1.0 \text{ ns}$

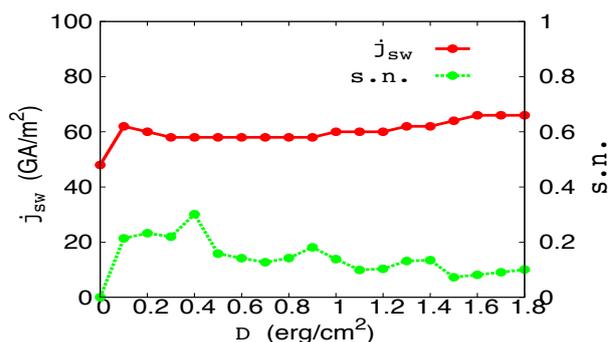


Fig. 2 switching current density and skyrmion number at $t_p = 10.0 \text{ ns}$

参考文献

- [1] J. C. Slonczewski, *J. of Magn. Magn. Mater.*, **159**, 1 (1996).
- [2] L. Thomas, *et al.*, IEEE International Electron Device Meeting pp. 27.3.1-4 (2018).
- [3] I. Dzyaloshinsky, *J. Phys. Chem. Solids*, **4**, 241 (1958).
- [4] T. Moriya, *Phys. Rev.*, **120**, 91 (1960).
- [5] S. Rohart, A. Thiaville, *APS Physics* **88**, 184422 (2013).

エンゼルフィッシュレーストラックによるスキルミオンの移動制御

右田 幸大¹、山田 啓介²、仲谷 栄伸¹

¹電気通信大学 情報理工学研究科、²岐阜大学 工学部

Control of a Skyrmion motion by an angelfish racetrack

Koudai Migita¹, Keisuke Yamada², Yoshinobu Nakatani¹

¹Graduate school of Informatics and Engineering, University of Electro-Communications

²Faculty of Engineering, Gifu University

はじめに

スキルミオンはトポロジカルな安定性を持つナノスケールの磁化構造であり、微小電流での駆動が可能であることから、スキルミオンを用いたレーストラックメモリの研究が注目されている[1,2]。レーストラックメモリではスピン電流の注入などによりスキルミオンを駆動させながらデータの読み書きを行うため、スキルミオンが存在しやすいポジションを作り、位置制御を行うことが重要である。本研究では、イオン照射により三角形形状に垂直磁気異方性を変化[3]させたエンゼルフィッシュレーストラック[4]と、交流磁界による駆動方式を提案し、マイクロマグネティックシミュレーションを用い、本手法の有効性を調査した。

計算条件

材料定数はPtCoの値を用いた：飽和磁化 $M_s=580 \text{ emu/cm}^3$ 、磁気回転比 $\gamma=1.76 \times 10^7 \text{ rad/(s} \cdot \text{Oe)}$ 、交換スティフネス定数 $A=1.5 \text{ } \mu\text{erg/cm}$ 、損失定数 $\alpha=0.3$ 、非断熱項 $\beta=0.3$ 、DMI定数 $D=3.0 \text{ erg/cm}^2$ 、磁気異方性定数は三角形領域で $K_u=7.0 \text{ Merg/cm}^3$ 、それ以外では 8.0 Merg/cm^3 とした[2]。磁性細線の大きさは $600 \text{ nm} \times 200 \text{ nm} \times 0.4 \text{ nm}$ とした。この磁性細線にスキルミオンを1つ配置し、交流磁界を面直方向に印可して駆動させるシミュレーションを行った。交流磁界は位相が逆の2種類の磁界を用いた。

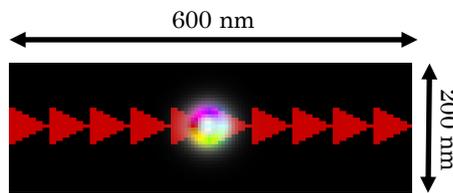


Fig.1 Schematic of the angelfish racetrack Applied by an AC magnetic field.

結果

図2に交流磁界の振幅 $H_{\max}=1 \text{ kOe}$ におけるスキルミオンの移動の様子を示す。図2より、交流磁界1周期で、スキルミオンが半径を変化させながら1つ隣の三角形領域に移動することがわかった。また交流磁界の位相によりスキルミオンの移動方向が変化することがわかった。これらの結果より、提案手法によりスキルミオンを正確に移動させることが可能であることがわかった。また双方向の移動が可能であることから、細線の両端を繋げた円形レーストラックメモリが実現可能となり、効率良くデータの読み書きを行うことができる。図3に交流磁界の1周期分の時間 t_p と損失定数 α を変化させたときにスキルミオンが正確に移動できる H_{\max} の範囲を示す。左方向への移動の場合、 α または t_p を小さくすると H_{\max} の範囲が広がることがわかった。右方向への移動の場合、 α または t_p が大きい方が H_{\max} の範囲が広がることがわかった。

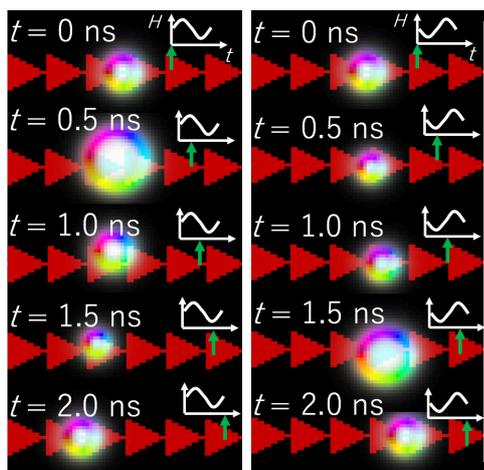


Fig.2 Time resolved Skyrmion motion by the opposite field.

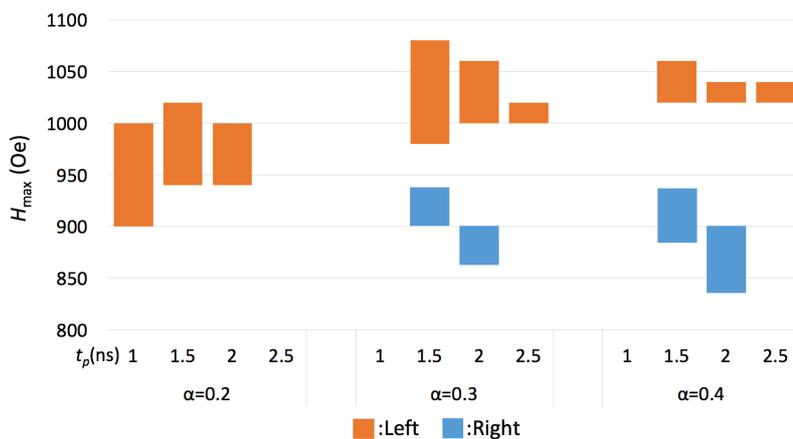


Fig.3 Conditions of a Skyrmion motion.

参考文献

- [1] T. H. R. Skyrme, Proc. Roy. Soc. Lond. A **31**, 556(1962). [2] J. Sampaio, et. al., Nat. Nano. **8**, 839 (2013). [3] C.T.Rettner, et.al., Appl.Phys. Lett., **80**, 279 (2002). [4] N.Hayashi, et al., IEEE Trans. Magn. **8**, 16 (1972).