

交番磁気力顕微鏡を用いた永久磁石の直流磁場イメージング

三浦 健太、田中 花道、松村 透、齊藤 準
(秋田大理工)

DC magnetic field imaging of permanent magnets using an alternating magnetic force microscopy

K. Miura, H. Tanaka, T. Matsumura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 磁気力顕微鏡は磁性体試料の磁極を発生源とする直流磁場に対して、磁場勾配を検出することで磁場そのものを検出する他の観察手法と比較して、磁場勾配の伝達関数が高波数域で磁場の伝達関数より低減衰であることを利用して高い空間分解能を得ている。我々は試料表面近傍の磁気力の単独検出を可能にした交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) に、磁場計測方向を一定に保つことができる超常磁性探針を組み合わせることで、高い空間分解能での直流磁場勾配計測を実現している。しかしながら得られる磁場勾配像は、解釈が容易な磁場像と比較して定量性に乏しいことが指摘されてきた。本報告では、我々が最近提案した、磁気力顕微鏡の磁場勾配像から磁場方向と磁場値が定まった磁場像を得る手法¹⁾を永久磁石に適用した結果を述べる。

実験方法 NdFeB 磁石試料を、超常磁性探針を用いた A-MFM により観察した。超常磁性探針は Co-GdO_x 超常磁性薄膜を Si 探針母材に 100 nm 成膜して作製した。A-MFM 観察時は永久磁石試料直上の超常磁性探針を磁場分布が明らかな空芯コイルを用いて交流励磁し、同時に超常磁性探針には永久磁石試料からの直流磁場に加えて一様な直流磁場を空芯コイル直下の電磁石で適宜印加した。ここで超常磁性探針は空芯コイルの中心に設置した。A-MFM 像 ($\partial^2(H_z^{dc} H_z^{ac}) / \partial z^2$ 像) から、空間周波数フィルターを用いて磁場像 (H_z^{dc} 像) や磁場勾配像 ($\partial^2 H_z^{dc} / \partial z^2$ 像) を抽出した。ここで z 方向は磁石試料を乗せた試料ステージに垂直な方向である。

実験結果 Fig.1(a)に電磁石からの外部直

流磁場 0 Oe のときの A-MFM 像

($\partial^2(H_z^{dc} H_z^{ac}) / \partial z^2$ 像)、(b)に(a)から抽出した $\partial^2 H_z^{dc} / \partial z^2$ 像、(c)、(d)に(b)を z 方向に 2 回積分して求めた磁場勾配積分像 (H_z^{dc} 像) とその磁場極性像、(e)、(f)は(a)から抽出した H_z^{dc} 像とその磁場極性像、(g)、(h)は外部直流磁場 600 Oe のときの A-MFM 像から抽出した H_z^{dc} 像とその磁場極性像を示す。観察範囲は 5 μm 角である。ここで磁場極性像は H_z^{dc} 信号の正負を示している。図に見るように、(a)の A-MFM 像は(b)の A-MFM 像から抽出した $\partial^2 H_z^{dc} / \partial z^2$ 像とほぼ同様であることから、A-MFM 像の信号は主に磁場勾配信号から構成されることがわかる。(b)を z 方向に 2 回、積分することにより(c)の H_z^{dc} 像を得ることができるが、磁場勾配信号には磁場の一定値は含まれないため積分定数を別途定める必要がある。一方 A-MFM 像から抽出した(e)の H_z^{dc} 像は磁場の一定値を含む。図に見るように、(e)の H_z^{dc} 像は、積分により求めた(c)の H_z^{dc} 像と空間的な変化は同様であるが、磁場極性像のゼロ磁場線の位置は異なっている。さらに一様な直流磁場 600 Oe を試料空間に印加した(g)の H_z^{dc} 像では、空間的な変化は(e)の H_z^{dc} 像と同様であるが、ゼロ磁場線の位置は外部印加した直流磁場により変化している。探針が検出する磁場は試料から発生する磁場が -600 Oe のときに外部印加磁場の 600 Oe と相殺してゼロになるので、(g)の H_z^{dc} 像のゼロ磁場線は磁石試料からの H_z^{dc} が -600 Oe の場合に対応している。以上より、空芯コイルと超常磁性探針を用いて観察した A-MFM 像は、磁場勾配像にほぼ対応しており、今回の磁場像の抽出により、これまで検出が困難であった磁場の一定値成分も加えて磁場をイメージングできることがわかった。この結果より、磁気力顕微鏡を用いた磁場イメージングの可能性を示すことができたと考えている。これらの詳細は学会で報告する。

図 1(a) から (h) は、外部直流磁場 0 Oe のときの A-MFM 像とその抽出された磁場勾配積分像、磁場像、および磁場極性像を示している。図 1(b) から (h) は、外部直流磁場 600 Oe のときの A-MFM 像とその抽出された磁場像、および磁場極性像を示している。図 1(a) の A-MFM 像は、図 1(b) の A-MFM 像から抽出された $\partial^2 H_z^{dc} / \partial z^2$ 像とほぼ同様であることから、A-MFM 像の信号は主に磁場勾配信号から構成されることがわかる。図 1(b) を z 方向に 2 回積分することにより、図 1(c) の H_z^{dc} 像を得ることができるが、磁場勾配信号には磁場の一定値は含まれないため積分定数を別途定める必要がある。一方 A-MFM 像から抽出された図 1(e) の H_z^{dc} 像は磁場の一定値を含む。図 1(e) の H_z^{dc} 像は、積分により求めた図 1(c) の H_z^{dc} 像と空間的な変化は同様であるが、磁場極性像のゼロ磁場線の位置は異なっている。さらに一様な直流磁場 600 Oe を試料空間に印加した図 1(g) の H_z^{dc} 像では、空間的な変化は図 1(e) の H_z^{dc} 像と同様であるが、ゼロ磁場線の位置は外部印加した直流磁場により変化している。探針が検出する磁場は試料から発生する磁場が -600 Oe のときに外部印加磁場の 600 Oe と相殺してゼロになるので、図 1(g) の H_z^{dc} 像のゼロ磁場線は磁石試料からの H_z^{dc} が -600 Oe の場合に対応している。以上より、空芯コイルと超常磁性探針を用いて観察した A-MFM 像は、磁場勾配像にほぼ対応しており、今回の磁場像の抽出により、これまで検出が困難であった磁場の一定値成分も加えて磁場をイメージングできることがわかった。この結果より、磁気力顕微鏡を用いた磁場イメージングの可能性を示すことができたと考えている。これらの詳細は学会で報告する。

参考文献 1) 齊藤 準、三浦 健太、他：第 45 回 日本磁気学会学術講演概要集 (2021)

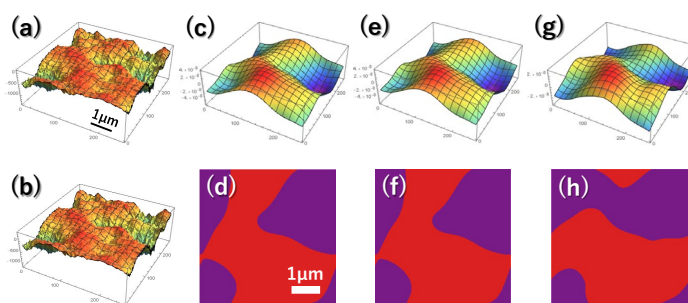


Fig.1 A-MFM image and transformed magnetic field images and their magnetic field polarity images.

交番磁気力顕微鏡を用いた Co-GdO_x 超常磁性探針の マイクロ波磁場応答性の評価

佐藤 駿介、松村 透、齊藤 準
(秋田大)

Evaluation of magnetic field response of Co-GdO_x superparamagnetic tip in microwave frequency region
by alternating magnetic force microscopy

S. Sato, T. Matsumura, H. Saito
(Akita Univ.)

背景 近年、磁気記録媒体にマイクロ波磁場を印加して磁気共鳴を発生させることで磁気記録ヘッドからの記録ビット書き込みを容易にするマイクロ波アシスト型の高記録密度・磁気記録装置が開発されている。磁気記録媒体の性能向上には磁気共鳴のイメージングによる評価が有用となる。このため我々は、これまでに開発した交流磁場を検出可能な交番磁気力顕微鏡(A-MFM)を用いることで、強磁性共鳴イメージングが可能なシステムの開発を進めている。強磁性共鳴の検出には、A-MFM 中で磁気記録媒体を高周波励磁するマイクロ波磁場源および高周波磁場を検出できる磁性探針の開発が必要になる。本研究ではマイクロ波磁場源として開発を進めている導波管スロットアンテナを用いて、高周波数まで磁場応答が期待される Co-GdO_x 超常磁性探針のマイクロ波磁場応答性を周波数 12~18 GHz の範囲で A-MFM を用いて評価した。

実験方法 A-MFM を用いて超常磁性探針が高周波磁場により受ける磁気力勾配 F'_z を評価するためには、検出周波数を A-MFM が検出できる周波数まで下げる必要がある。超常磁性探針の磁化 m は探針に印加される磁場 H に比例する ($m = \chi H$) ので、マイクロ波磁場を低周波数で振幅変調することで、

$$(H = H_0^{ac} (1 + \alpha \cos(\omega_L t)) \cos((\omega_H t)))$$

$$F'_z = \partial^2 (m \cdot H) / \partial z^2 \text{ より、 } F'_z(\omega_L) = \alpha m (\partial^2 H_0^{ac} / \partial z^2) \cos(\omega_L t),$$

$F'_z(2\omega_L) = (\alpha^2 / 4) m (\partial^2 H_0^{ac} / \partial z^2) \cos(2\omega_L t)$ となり低周波数の磁気力が発生する。ここで、 $m = |m|$ 、 $H_0^{ac} = |H_0^{ac}|$ である。この磁気力により A-MFM では探針をその共振周波数近傍で励振した場合、加振周波数 ω_d 付近に側帯波のスペクトル ($\omega_d \pm \omega_L$, $\omega_d \pm 2\omega_L$) が発生する。

Fig.1 に一例として、 $\alpha = 0.9$ 、 $\omega_H / 2\pi = 12$ GHz、 $\omega_L / 2\pi = 89$ Hz のときの超常磁性探針の探針振動の ω_d 付近の振動スペクトルを示す。探針のマイクロ波磁場応答性を、側帯波のバックグラウンドノイズからの強度を測定することで評価した。

実験結果 超常磁性探針は導電性を有するため、マイクロ波磁場と同時に発生するマイクロ波電場も検出するので、磁場と電場の切り分けが必要になる。このため、電場のみを検出する Pd 探針も用意し、また導波管スロットアンテナのスロット上にガラス基板と、探針と同時に作製した Co-GdO_x 超常磁性薄膜を設置し、超常磁性薄膜の磁場応答に伴う磁場の増強効果も合わせて検討した。Fig.2 に探針振動の側帯波 ($\omega_d \pm \omega_L$) 強度のスロット端からの位置 (x) 依存性を示す。ここで、(a)は Pd 探針、(b),(c)は Co-GdO_x 超常磁性探針を用いた結果であり、(a),(b)ではスロット上にガラス基板、(c)では Co-GdO_x 超常磁性薄膜を設置した。ここではスロットアンテナの端部を短絡させてスロットに定在波を発生させた。図に見るように、側帯波強度は管内波長で変化しているものの、周波数 ($\omega_H / 2\pi$) が 15 GHz の場合には、ガラス基板の代わりに超常磁性薄膜を置くことで側帯波強度が増加していることから超常磁性探針および超常磁性薄膜はマイクロ波磁場に応答していることがわかる。これらの詳細は学会で報告する。

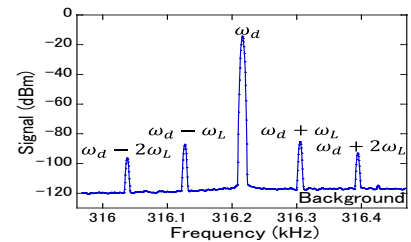


Fig.1 Spectrum of mechanical oscillation of Co-GdO_x tip under amplitude modulated microwave.

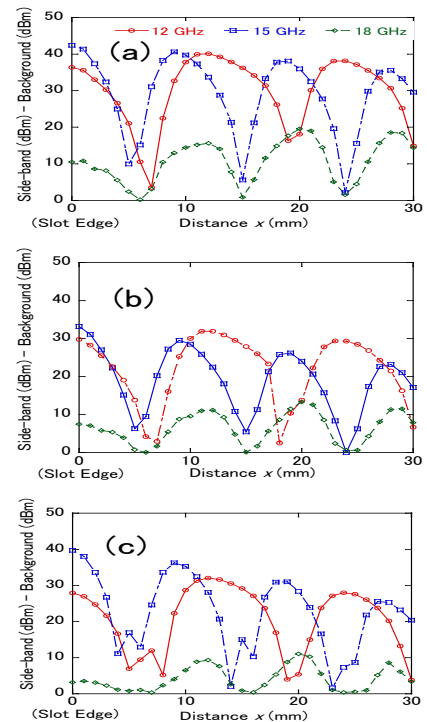


Fig.2 Position dependence of side-band spectrum intensity. [(a) Pd tip and glass substrate, (b) Co-GdO_x tip and glass substrate, (c) Co-GdO_x tip and Co-GdO_x film.]

交番磁気力顕微鏡により観察する単磁区微粒子のシミュレーションによる磁化容易軸方向の解析

村上 幸汰、高田 愛香、松村 透、齊藤 準

(秋田大)

Simulation study of analysis of magnetic easy axis direction of single domain particles for magnetic imaging by alternating magnetic force microscopy

K. Murakami, A. Takada, T. Matsumura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに

研究グループが開発した交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) は、単磁区微粒子 1 個から発生する漏れ磁場の検出が可能であり、超常磁性探針を用いることで磁場の計測方向の精度の高い計測が可能である。一軸磁気異方性を有する単磁区微粒子の磁化反転挙動は磁化容易軸と印加磁場とのなす角度によって変化するので、その磁化容易軸の方向を把握することは重要である。本研究では、A-MFM により観察する基板上の単磁区微粒子において基板に垂直方向の磁場の勾配像から、磁化容易軸の方向の推定方法をシミュレーションにより検討した。

方法および結果

単磁区微粒子を平坦な基板上に置いて交番磁気力顕微鏡を用いて観察することを想定して、Fig.1 に示したモデルで、単磁区微粒子の形状を球形と仮定して、基板に垂直方向の磁場の勾配 $\partial^2 H_z / \partial z^2$ を計算した。ここでは、単磁区微粒子の中心を xy 平面の原点におき、磁化容易軸を向いた \mathbf{M} と基板に垂直方向の z 方向とのなす角を θ とした。探針は探針試料間距離が一定になるように図のように走査し、探針が検出する $\partial^2 H_z / \partial z^2$ を微粒子表面の磁極からの寄与を足し合わせて計算した。

微粒子の表面は、図のように \mathbf{M} に対して回転対称になるように球の経度と緯度方向に 10° 刻みで分割して、磁場の発生源である磁極を離散化し、各点の磁極量は磁極密度 ($\sigma_m = \mathbf{M} \cdot \mathbf{n}$) に各点が占める表面積を重み付けして求めた。ここで \mathbf{n} は微粒子表面の法線ベクトルである。図の赤点、青点は各々、磁極密度が正 ($\sigma_m > 0$) および負 ($\sigma_m < 0$) の点に対応している。

Fig.2 に単磁区微粒子の磁化容易軸を向いた \mathbf{M} と基板の法線とのなす角 θ を変化させて計算した $\partial^2 H_z / \partial z^2$ 像およびその空間周波数スペクトルの実数部分と純虚数部分を示す。単磁区微粒子の中心を xy 平面の原点にとった場合、磁場勾配像は点対称を示す、 \mathbf{M} の垂直成分による偶関数の像と、 \mathbf{M} の傾斜方向に奇関数となる、 \mathbf{M} の面内成分による像の合成となる。複素フーリエ変換を用いた場合、前者は実数スペクトル、後者は純虚数スペクトルとなる。空間周波数スペクトルに見るように、 \mathbf{M} の傾き角 θ の増加に伴い、実数スペクトルのみから、実数スペクトルが減少し純虚数スペクトルが増加し、 θ が 90° になったときに、純虚数スペクトルのみになることがわかる。これより実数スペクトルと純虚数スペクトルの割合から θ の推定が可能になると考えられる。学会では θ が未知の像に対して、信号変換により仮想的に θ を変化させた像を計算し、像が点対称あるいは、奇関数になる傾き角 θ を求めることで磁化容易軸の方向 θ を推定する方法を検討した結果について述べる予定である。

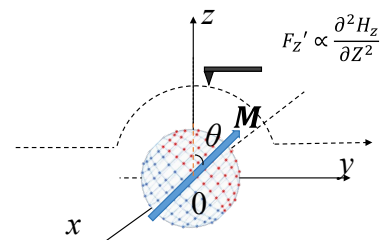


Fig.1 Calculation model of A-MFM image for single domain particle.

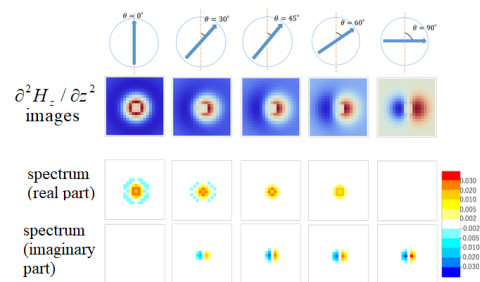


Fig.2 Calculated $\partial^2 H_z / \partial z^2$ images and their real and imaginary part spectrum for single domain particle with various \mathbf{M} direction.

交番磁気力顕微鏡を用いた直流磁場イメージングの理論

齊藤 準、三浦 健太、田中 花道、松村 透
(秋田大理工)

Theory of DC magnetic field imaging by using an alternating magnetic force microscopy

H. Saito, K. Miura, H. Tanaka, T. Matsumura
(Akita Univ.)

はじめに 磁気力顕微鏡は磁性体試料の磁極を発生源とする直流磁場に対して、磁場勾配を検出することで磁場そのものを検出する他の観察手法と比較して、磁場勾配の伝達関数が高波数域で磁場の伝達関数より低減衰であることを利用して高い空間分解能を得ている。我々は試料表面近傍の磁気力の単独検出を可能にした交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) に、磁場計測方向を一定に保つことができる超常磁性探針を組み合わせることで、高い空間分解能での直流磁場勾配計測を実現している。しかしながら得られる磁場勾配像は、解釈が容易な磁場像と比較して定量性に乏しいことが指摘されてきた。本報告では、直流磁場を発生する永久磁石等を対象として、A-MFM 計測により高い空間分解能が得られる磁場勾配像から、磁場方向と磁場値が定まった磁場像を得る方法を提案する。

方法 直流磁場勾配の超常磁性探針を用いた A-MFM 観察においては、超常磁性探針に外部から交流磁場を印加して、探針磁化を交流磁場方向に変化させることで試料からの直流磁場勾配を計測する。本報告では探針に交流磁場を磁場分布が明らかな空芯コイルを用いて印加することで、磁気力勾配信号から磁場信号を抽出することを提案する。試料面に垂直方向を z 方向として探針を z 方向に加振した場合、磁気力顕微鏡が検出する磁気力勾配 F_z' は、探針磁化を \mathbf{m}^{tip} 、探針に印加される磁場を \mathbf{H} とすると、 $F_z' = \partial^2(\mathbf{m}^{tip} \cdot \mathbf{H}) / \partial z^2$ で与えられる。空芯コイルから試料面に垂直方向の交流磁場 $H_z^{ac} \cos(\omega t)$ を探針に印加した場合、 \mathbf{H} は試料から発生する直流磁場を \mathbf{H}^{dc} とすると $\mathbf{H} = \mathbf{H}^{dc} + H_z^{ac} \cos(\omega t) \mathbf{e}_z$ となる。ここで、 \mathbf{m}^{tip} は超常磁性探針であるので、

$\mathbf{m}^{tip} = \chi \mathbf{H}$ となる。交番磁気力顕微鏡が検出する磁気力勾配 F_z' の ω 成分は $F_z'(\omega t) = 2\chi \frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2} \cos(\omega t)$ となり、

$\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2} = H_z^{ac} \frac{\partial^2 H_z^{dc}}{\partial z^2} + 2 \frac{\partial H_z^{ac}}{\partial z} \frac{\partial H_z^{dc}}{\partial z} + \frac{\partial^2 H_z^{ac}}{\partial z^2} H_z^{dc}$ となる。空芯コイルで発生させる磁場や磁場勾配は空芯コイル中の探針位置を定めることで、定数とおくことができるので、探針を空芯コイルの中心から離して設置した場合には、

$\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2} = |C_1| \frac{\partial^2 H_z^{dc}}{\partial z^2} - |C_2| \frac{\partial H_z^{dc}}{\partial z} + |C_3| H_z^{dc}$ が得られ、磁気力勾配信号は磁場信号や磁場勾配

信号の和となる。次に磁気力勾配信号 $\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2}$ から磁場信号 H_z^{dc} を抽出することを考える。上式の波数空間

での空間周波数スペクトルは、

$\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) = |C_1| \frac{\partial^2 H_z^{dc}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) - |C_2| \frac{\partial H_z^{dc}}{\partial z}(k_x, k_y, z_0) + |C_3| H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0)$ となる。したがって、

$|C_3| H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0) = \frac{|C_3| H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0)}{|C_1| \frac{\partial^2 H_z^{dc}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) - |C_2| \frac{\partial H_z^{dc}}{\partial z}(k_x, k_y, z_0) + |C_3| H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0)} \left(\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) \right)$ となる。

直流磁場やその勾配は試料中での磁極 $\rho_m(k_x, k_y, z)$ を共通の発生源とした伝達関数で表すことができる (

$H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0) = A \exp(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2}(z_0 - z)) \rho_m(k_x, k_y, z)$, $\frac{\partial^2 H_z^{dc}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) = A(k_x^2 + k_y^2) \exp(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2}(z_0 - z)) \rho_m(k_x, k_y, z)$

) ので、上式から、 $|C_3| H_z^{dc}(k_x, k_y, z_0) = \frac{|C_3|}{|C_1|(k_x^2 + k_y^2) + |C_2|\sqrt{k_x^2 + k_y^2} + |C_3|} \left(\frac{\partial^2 H_z^{dc} H_z^{ac}}{\partial z^2}(k_x, k_y, z_0) \right)$ が導かれる。

以上のように、波数空間上で空間周波数フィルター $\frac{|C_3|}{|C_1|(k_x^2 + k_y^2) + |C_2|\sqrt{k_x^2 + k_y^2} + |C_3|}$ により磁気力勾配信

号の空間スペクトルから磁場信号の空間スペクトルを抽出することができ、フーリエ逆変換することで磁場像を得ることができる。信号抽出で得られる磁場像は磁場の一定値を含んでおり、磁場値の校正により磁場の符号を含めた値の測定が可能となる。これらの詳細は学会で報告する。

磁気光学イメージングによる磁場ベクトルの3次元分布測定

坂口穂貴、和田真羽*、松村透*、齊藤準*、石橋隆幸
(長岡技科大、*秋田大)

Three-dimensional distribution measurement of magnetic field vector by magneto-optical imaging

H. Sakaguchi, S. Wada*, T. Matsumura*, H. Saito*, T. Ishibashi
(Nagaoka Univ. of Tech., *Akita Univ.)

1. はじめに

我々はこれまでに、面内磁化を持つ磁気光学効果の大きな Bi 置換希土類鉄ガーネットをガラス基板上に作製することに成功し、MO イメージングによって磁場分布のリアルタイム観察を実現した^{1,2)}。しかし、MO イメージングで得られる磁場分布は垂直成分のみであった。今回は、測定で得られた垂直磁場から点磁極が作る磁場を表す伝達関数による計測磁場方向の変換処理を行うことによって、磁場ベクトルの3次元分布測定が可能になったので報告する。

2. 方法

偏光板を張り付けた赤色 LED 光源(ミスミ製 LEDXR120)から出た直線偏光を MO イメージングプレートに垂直入射させ、ハーフミラーを介して反射光を偏光カメラ(Baumer 社製 VCXG-50MP, 2448×2048 画素)で撮影する光学系を構築した。MO イメージングプレートには、φ75 mm のガラス基板上に作製した Bi 置換 Nd 鉄ガーネットの上に反射膜として Ag 合金をスパッタリング法によって製膜したものを用いた。測定は、MO イメージングプレートと測定対象の距離が 0, 2, 4 mm の位置で露光時間 64 ms で 300 回計測し、積算した。得られた画像データからストークスパラメータ(s_0, s_1, s_2)を求め、 $\theta = 0.5 \tan^{-1}(s_2/s_1)$ の関係を用い回転角の画像を得た。そして、MO イメージングプレートの磁気光学効果と磁場の関係から垂直磁場分布像に変換した。さらに、フーリエ変換によって空間周波数領域で面内成分変換フィルター処理後、逆フーリエ変換を行う方法³⁾により面内方向の磁場分布像を得た。

3. 結果

Fig. 1 に試料に用いたフェライト磁石の写真、測定した垂直成分の磁場分布像、距離 0, 2, 4 mm における垂直磁場分布とフィルター処理によって得られた面内磁場成分を組み合わせて得られた3次元磁場分布を示す。測定で得られた磁場分布の垂直成分 (Fig. 1(b)) では、N 極および S 極がストライプ状になっていることがわかる。さらに、磁場ベクトルに変換したデータを見ると、磁場が N 極から S 極に向かっていく様子がよく分かる。また、高さを変えた場合でも同様の磁場ベクトルの計算が得られていることが分かる。MO イメージングによる磁場ベクトルの3次元分布計測は、従来のホールプローブを使った計測技術に比べて短時間かつ高い空間分解能での測定が可能である。

参考文献

- 1) G. Lou et al., J. Appl. Phys., **117**, 17A749 (2015).
- 2) T. Ishibashi, J. Magn. Soc. Jpn., **44**, 108-116 (2020).
- 3) H. Saito et al., Abstracts of INTERMAG 2021, CQ-03 (2021).

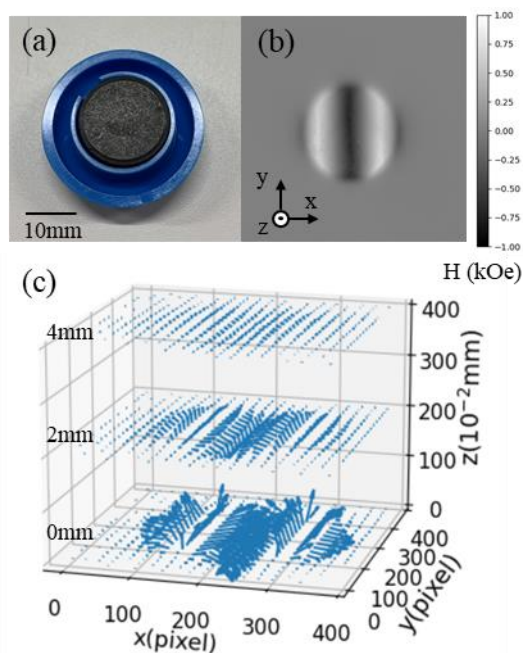


Fig. 1 (a) Digital photograph, (b) MO image, and (c) 3D magnetic field vector of the magnet measured at distances of 0, 2, and 4

磁区構造の差分画像による軟磁性体評価方法

荒木亮子・孝橋照生

(日立製作所)

Evaluation method of soft magnetic materials by difference image of magnetic domain structure.

Ryoko Araki, Teruo Kohashi

(Hitachi, Ltd.)

はじめに

モーターやソレノイド、トランスなどの電子制御部品において、電気エネルギーと磁気エネルギーの変換に使われる軟磁性体の役割は大きく、その効率化のため、軟磁性体内部の透磁率や保磁力を制御することが重要である。例えば応力を効果的に制御することで透磁率に異方性をつけてデバイス性能を向上させることや、歪のために局所的に保磁力が増加することが知られている²⁾。簡便な磁区構造解析手法³⁾により、歪等の影響による磁区構造の分布領域を解析し、特徴量を抽出できる軟磁性体の評価方法を検討した。

実験方法

φ10mm、厚さ5mmの純度99.8%の純鉄材を試料とした。磁区構造解析には面内磁区観察装置を用い、室温にて試料に磁場印加しながら磁化反転挙動を解析した。

実験結果

試料の磁区観察から得られた画像を Fig.1 に示す。0 Oe 磁場にて基準画像を取得し(Fig.1(a))、その後±180Oe 磁場印加して画像取得し、基準画像のコントラストをそれぞれ差し引き、磁化変化に起因するコントラストのみを抽出した差分画像を作製した(Fig.1(b), (c))。印加した外部磁場の向きを黒い矢印で、磁化反転した領域における磁化方向を白い矢印で示す。紙面右方向+180 Oe 印加して得られた差画像 Fig.1(b)では画像下の領域が白く磁化反転し、-180 Oe 印加して得られた差画像 Fig.1(c)では画像中央から上部にかけての広い領域が黒く反転していることがわかる。その一方で、点線で囲まれた領域では Fig.1(b)と(c)のどちらにおいても磁化が反転していないことがわかる。すなわちこれらは内部の歪等の影響のため、局所的に磁気異方性が増加した領域であると判断できる。この手法を用いることで、材料の磁区構造並びに磁化反転挙動がマイクロレベルで解析でき、軟磁性材料特性引き出すための制御指針を得られることがわかった。

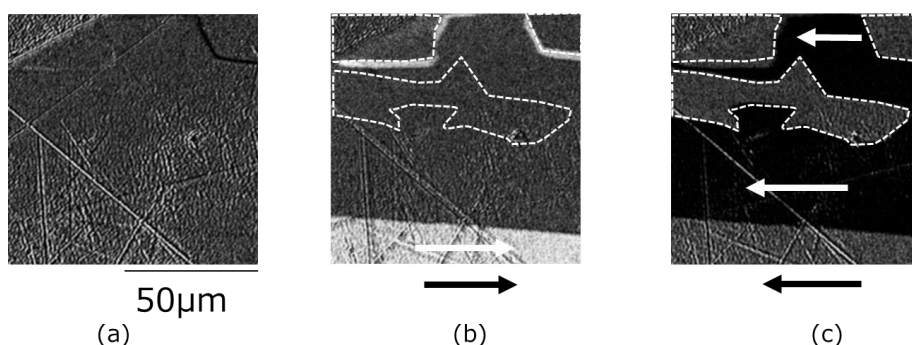


Fig.1 Magnetization analysis images of soft magnetic. (a) magnetic domain image in 0 Oe, (b) subtracted image between data in 0 Oe and that in +180 Oe, (c) subtracted image between data in 0 Oe and that in -180 Oe.

参考文献

- 1) 高宮 他：JFE 技報、p.1-5、No.36、(2015)
- 2) 千田 他：電学論 A、vol 125、No. 3、(2005)
- 3) 目黒 他：顕微鏡、vol 52、No. 3、(2017)

マイクロレンズアレイを用いた磁気光学3次元ホログラフィックディスプレイにおける再生像の高画質化

伊藤誉敏, 山岸世奉, 山本優太, 堀米秀嘉*, 後藤太一, 中村雄一,

Lim Pang Boey, 井上光輝**, 内田裕久

(豊橋技科大, *ホーリーマイン, **高専機構)

Clarification of reconstructed image in magneto-optical 3D holographic display using microlens array.

Y. Ito, S. Yamagishi, Y. Yamamoto, H. Horimai, T. Goto, Y. Nakamura, P. B. Lim, M. Inoue, H. Uchida
(Toyohashi Univ. of Tech., *Holymine, ** National Institute of Technology)

はじめに

我々は眼精疲労が生じにくいホログラフィ技術を用いたディスプレイの高視野角化を実現するため、熱磁気記録法によって磁性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。高視野角を得るためには微小なピクセルが必要であり、 $1\mu\text{m}$ サイズで大規模領域にピクセルを形成すること、および書き換え時間を短くすることが磁気光学3Dディスプレイの実用化への課題である。我々はこれまでにマイクロレンズアレイ(MLA)と呼ばれる微小レンズが配列された素子を用いて、微小ピクセルの書込みと像の再生を行ってきたが²⁾、再生像が十分に明瞭ではなかったことや像の欠損などが見られた。本研究では、MLAを用いた光学系により作製されたホログラムによる3次元像の再生において、高視野角で明瞭な像を再生する方法について検討する。

装置の改善および実験方法

本研究では、レーザによるコリメート光をデジタルマイクロミラーデバイス(DMD)で変調した後、各画素からの光をMLAによって $1\mu\text{m}$ に集光し、縮小したピクセルを磁気記録媒体に書き込んでホログラムを作製した。先行研究の再生像の劣化はホログラムが均一に作製できていなかったことが原因であったため、レーザ光強度の均一性およびピエゾステージの制御性を改善した。磁気記録媒体に書き込んだホログラムに、直線偏光を照射し、反射した光を検光子に通すことで空間変調された光のみを取り出し、像をカメラで撮影した。磁気記録媒体は、SiN(30nm)/ α -TbFe(50 nm)/SiN(20 nm)/Glass substrate 構造の積層膜であり、書き込むデータは、計算機合成ホログラムである。ピクセルピッチは $1.14\mu\text{m}$ 、再生像は一辺1mmの立方体である。

実験結果

改善した光学系を用いて、波長532nmのレーザ光によって再生された立方体の像をFig. 1に示す。(a)は上から5 deg.の角度で、左右は正面(0deg.)から見たときの像であり、(b)は14 deg.右側から見たときの像である。これらの再生像は従来のものと比較して、鮮明化されており、欠損がないものが得られた。このときの視野角は約28 deg.である、(b)から分かるように、大きな角度においてもコントラストが十分得られている。この視野角はピクセルピッチから計算された視野角の値と一致している。背景にある緑色の領域は、記録媒体から反射されてくる光が映り込んでいるものである。今後、さらに像の高画質化を行うとともに、再生像の動画化を目指す。



(a) 0 deg.



(b) +14 deg.

Fig. 1. Reconstructed 3D cubic frame images

参考文献

- 1) K. Nakamura, et al., Appl. Phys. Lett. 108, 022404 (2016).
- 2) 木村陽太 他, 第42回日本磁気学会学術講演会概要集 12aPS-60, (2018).

走査透過電子顕微鏡による多結晶材料中の磁区観察手法の開発

村上善樹¹、関岳人¹、木下昭人²、庄司哲也²、幾原雄一^{1,3}、柴田直哉^{1,3}

(¹東京大学大学院工学系研究科総合研究機構, ²トヨタ自動車東富士研究所先端材料技術部, ³ファインセラミックスセンターナノ構造研究所)

Development of Magnetic-Domain Imaging Techniques in Polycrystalline Materials by Scanning Transmission Electron Microscopy

Y. O. Murakami, T. Seki, A. Kinoshita, T. Shoji, Y. Ikuhara, N. Shibata

¹Institute of Engineering Innovation, The University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo, Japan, ²Advanced Material Engineering Division, Toyota Motor Corporation, Susono, Shizuoka, Japan, ³Nanostructures Research Laboratory, Japan Fine Ceramics Center, Atsuta-ku, Nagoya, Japan

はじめに：走査透過型電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)は材料の構造・組成を高い空間分解能で観察できる手法である。近年, Fig.1 に示す分割型検出器を STEM の回折面に配置し, 透過電子線のローレンツ偏向を検出し, 試料中の磁場分布を実空間で観察する微分位相コントラスト(differential phase contrast: DPC)法[1]が開発され, 磁気スキルミオン[2]の観察などが報告された。DPC-STEM 法による磁場分布観察は, 他の STEM 法による構造・組成観察と同時あるいは同一視野で行えるため, 磁性材料中の磁区構造と微細組織の相互作用の解明への寄与が期待される。そこで, 本研究では DPC-STEM 法で多結晶材料を観察する際に重量が避けられない回折コントラストの低減手法を開発した。この手法を用いて Nd-Fe-B 系熱間加工磁石の磁区を観察した結果[3]を報告する。

実験方法：焼結および熱間加工による異方性 Nd-Fe-B 系磁石に重量比 2% の NdCu を浸透させ高保持力化し, 機械・イオン研磨により TEM 試料を作製した。本試料を, 分割型検出器を搭載した透過型電子顕微鏡 JEM-2100F を用いて DPC-STEM 観察を行った。試料傾斜が回折コントラストと磁場コントラストに与える影響を考察するため, 試料ホルダーの傾斜機構を用いて, わずかに電子線入射方位を変化させた一連の DPC 像と ADF 像を取得した。一連の DPC 像を平均して磁場の信号を抽出し, 関数フィッティングにより磁壁幅を測定した。

実験結果：Fig.2 (a)(b)に ADF 像と DPC 像をそれぞれ示す。DPC 像には ADF 像と同様の歪みや結晶方位を反映したコントラストが生じており, 回折条件の変化による回折コントラストと考えられる。電子線入射方位を 0.1 度程度変化させると回折コントラストは大きく変化したため, 傾斜変化に対してランダムに変化することを仮定し, わずかに傾斜条件を変化させて取得した一連の DPC 像に位置補正を行い平均した傾斜平均 DPC 像を Fig.2(c)に示す。傾斜平均 DPC 像では回折コントラストが低減され, 左右方向の 2 つの磁区が明瞭に観察された。

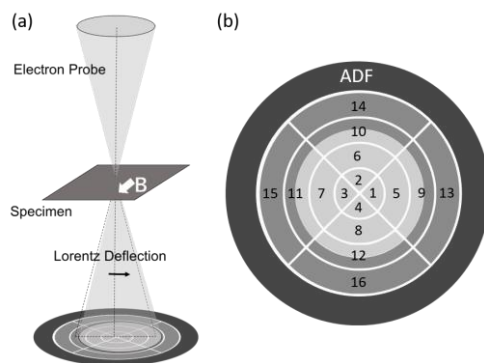


Fig. 1 (a) DPC STEM の概略図. (b) 16 分割の分割型検出器と ADF 検出器の概略図. 中心の白いディスクは透過電子ディスクを表す。

参考文献

- 1) N. Shibata *et al.*, *Acc. Chem. Res.*, 50 (2017) 1502.
- 2) T. Matsumoto *et al.*, *Sci. Adv.* 2 (2016) e1501280.
- 3) Y. O. Murakami *et al.*, *Microscopy*, 69 (2020) 312.

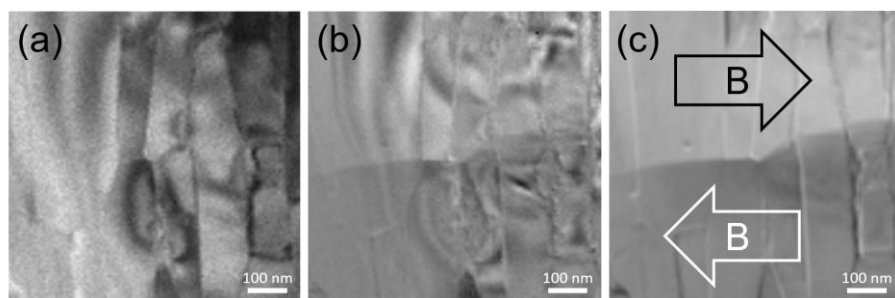


Fig. 2 (a) Nd-Fe-B 系磁石の ADF 像. (b) DPC 像. 回折コントラストが重畳している. (c) わずかに傾斜条件を変化させた 64 枚の DPC 像を平均化した傾斜平均 DPC 像. 磁壁が明瞭に観察できる。

Development of highly sensitive TMR sensor

Mikihiko Oogane¹, Kosuke Fujiwara², Seiji Kumagai², Hitoshi Matsuzaki², and Yasuo Ando¹
(¹Tohoku Univ., ²Spin Sensing Corp.)

The magnetic tunnel junctions (MTJs)-based sensors (TMR sensor) are promising magnetic field sensor because of room temperature operation, small device size, and the low power consumption. Since the TMR sensors with such features are considered to be widely applicable not only to the magnetic recording, the TMR sensors will be a key device in the ICT and IoT societies. In addition, because of the dramatic increase in sensitivity of TMR sensors in recent years, the realization of the device that can detect the weak magnetic field of pico-Tesla such as bio-magnetic field is expected. We have already reported on the measurement of cardiac magnetic field (magnetocardiography: MCG) and brain magnetic field (magnetoencephalography: MEG) using TMR sensors [1], but, the further improvement in sensitivity and detectivity of TMR sensors is required to realize the actual TMR based-MCG and -MEG equipment. We will introduce recent progress in the development of highly sensitive TMR sensors.

We have achieved the lowest magnetic field detectivity of $1.0 \text{ pT} / \text{Hz}^{0.5}$ at 1 Hz in the TMR sensor using a magnetic flux concentrator (MFC) (Fig. 1). By using a TMR sensor with high magnetic field resolution in the low frequency region, we succeeded in measuring MCG at real-time and MEG with a small number of averaging times. Further, as shown in Fig. 1, the developed TMR sensor has an extremely low magnetic field detectivity of $0.1 \text{ pT} / \text{Hz}^{0.5}$ or less in the kHz band. Protons in the human body generate nuclear magnetic resonance (NMR) at a frequency of 1 to 3 kHz under a weak magnetic field of μT , and we succeeded in measuring the NMR signal for the first time using the TMR sensor (Fig. 2). These results show that the MEG signal and the magnetic resonance image (MRI) using NMR can be simultaneously measured by the same TMR sensor device.

This work was partly supported by JST S-innovation project, the Center for Innovative Integrated Electronic Systems (CIES), the Center for Science and Innovation in Spintronics (CSIS), and the Center for Spintronics Research Network (CSRN).

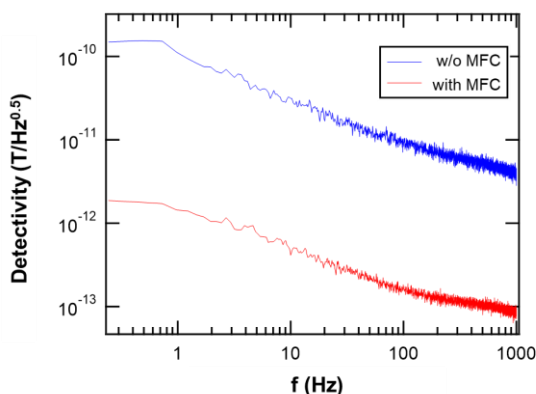


Fig. 1 Frequency dependence of detectivity in developed TMR sensors with/without magnetic flux concentrator (MFC)

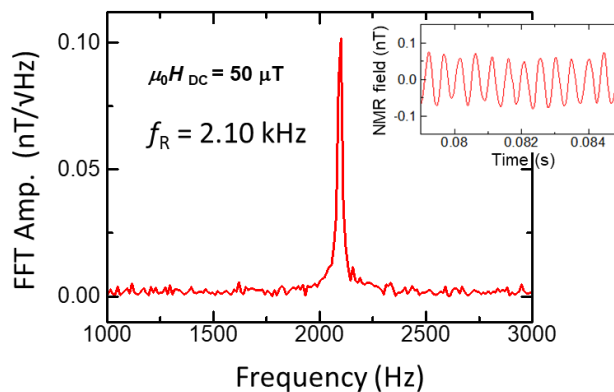


Fig. 2 Proton NMR signals under low magnetic field of $50 \mu\text{T}$ measured by developed TMR sensors with MFC.

Reference

- 1) K. Fujiwara *et al.*, Appl. Phys. Express **11**, 023001 (2018).

偶関数型 GMR を用いた超高感度磁気センサ

東 祥弘, 喜々津 哲, 黒崎 義成, 白鳥 聡志
(株式会社東芝 研究開発センター)

High sensitive magnetic sensor using symmetric response GMR
Yoshihiro HIGASHI, Akira KIKITSU, Yoshinari KUROSAKI and Satoshi SHIROTORI
Corporate Research and Development Center, Toshiba Corporation

偶関数特性を用いた変調システムによる超感度化のコンセプト

超高感度磁気センサは、2次電池や半導体回路のリーク電流検査、鋼材の微細欠陥検査などの応用に期待されている⁽¹⁾。中でも磁気抵抗効果 (MR) 素子は高密度実装や集積化が容易なため、IoT などの幅広い用途が想定され、磁界検出感度は数 10 pT レベルが報告されている⁽²⁾。

MR 素子の高分解能実現のためには、素子の高出力化と低ノイズ化が求められる。前者は MR の増大や、測定磁場を集める MFC (Magnetic Flux Concentrator) の効率向上が検討されている⁽²⁾。後者は測定信号を高周波側にシフトさせる変調が注目されている⁽³⁾。MR 素子のノイズ成分としては半導体素子と同様に、周波数特性を持たないホワイトノイズ成分と周波数特性を持つ 1/f ノイズが発生する。今回は、MR 素子の磁場-抵抗 (R-H) 特性を利用して素子内で行う変調システムを検討した。

この変調システムは、(R-H) 特性が偶関数特性を示す巨大磁気抵抗 (GMR) 素子と、素子に近接して配置された銅配線で構成される (図 1 (a))。銅配線に、交流電流を印可することにより変流磁場 H_{ac} が発生し、GMR 素子の R-H 特性により、測定磁場 H_m が変調される (図 1 (b))。式(1)の磁場 H が偶関数特性の GMR 素子 (2 次関数に近似) に印可された場合の出力 V_{out} は式 (2) で表すことができる。ここで H_m は、交流磁場周波数の側帯波 $\omega_{ac} \pm \omega_m$ (第二項) に変調されることが分かる。また、図 1 (c) に示したように回路シミュレーションでも変調を確認した。

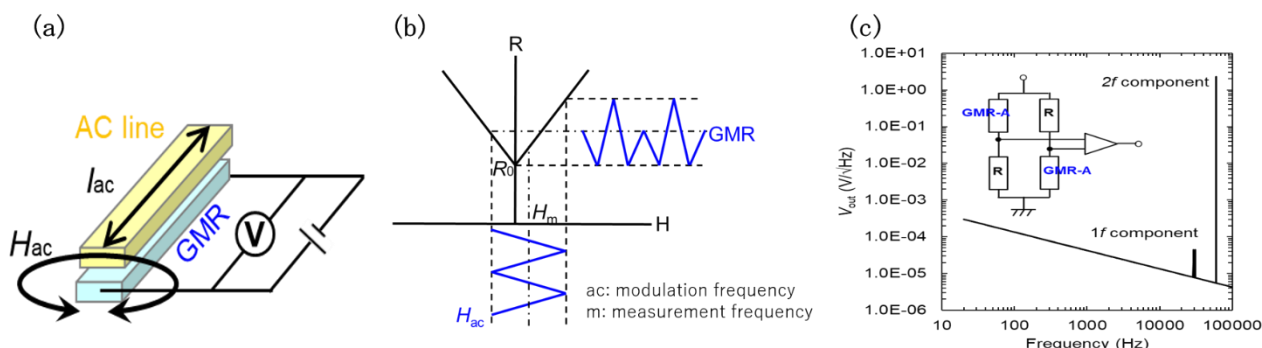


図 1. (a) 変調システムを有した磁気抵抗効果素子の模式図。(b) 交流磁場および測定磁場印可時の偶関数素子の R-H 特性。(c) 変調時のハーフブリッジ回路シミュレーション結果。

$$H = |H_m| * e^{-i\omega_m t} + |H_{ac}| * e^{-i\omega_{ac} t} \quad (1)$$

$$V_{out} = \frac{dR}{dH} (H)^2 * I = \frac{dR}{dH} (H_m^2 * e^{-2i\omega_m t} + 2|H_m| * |H_{ac}| * e^{-i(\omega_m - \omega_{ac})t} + H_{ac}^2 * e^{-2i\omega_{ac} t})^2 * I \quad (2)$$

変調時の特有ノイズと考察

図2に実際に作成した素子周波数スペクトルを示す。変調しない場合、素子ノイズは測定周波数内で 1/f ノイズを示す (青線)。変調した場合、1 kHz 以上の帯域においてフラットな周波数依存性をもつ特有ノイズ (ホワイトノイズ) が重畳された (赤線)。このホワイトノイズの発生のため、回路シミュレーションと比較して変調による低ノイズ化の効果が限定的となっている。本研究の目的はこれらのノイズのメカニズムを解明し、それを低減することで、これまでになく高感度磁気センサの実用化につなげることである。

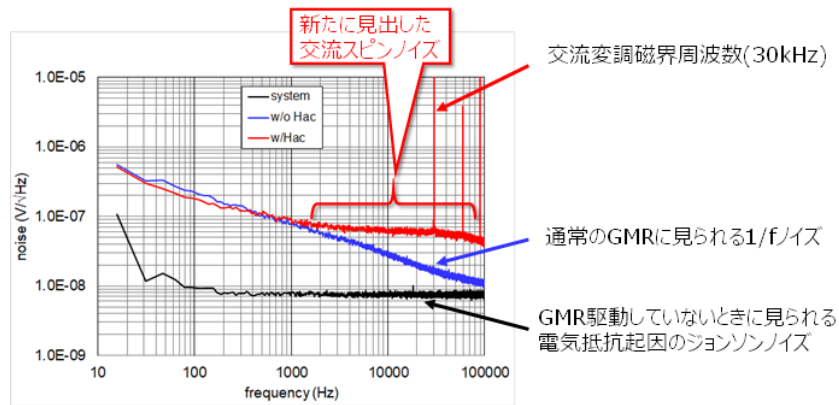


図2. 作成した素子の高周波変調有無の周波数スペクトル。

図3 (a) を用いてホワイトノイズが表れるメカニズムを考察する。低周波帯域 (領域1) に $1/f$ ノイズを示すが、変調によって変調周波数 ($1f$) 近傍 (領域3) に $1/f$ ノイズが重畳される。そのそれらの中間周波数帯域 (領域2) では、元の $1/f$ ノイズと変調された $1/f$ ノイズの足し合わせにより、ホワイトノイズが発生したモデルを検討した。このモデルに基づいて、 $1/f$ ノイズが交流磁場周波数近傍に変調された場合の周波数スペクトルをベースに推定し、実験結果との比較を行った (図3 (b))。実測されたノイズ (緑線) は、計算で求めたノイズ (赤線) よりも強度が大きく、かつスペクトル形状も異なっている。したがって、今回検討した $1/f$ ノイズの変調以外のメカニズムが示唆される。講演ではこれらの詳細を議論する。

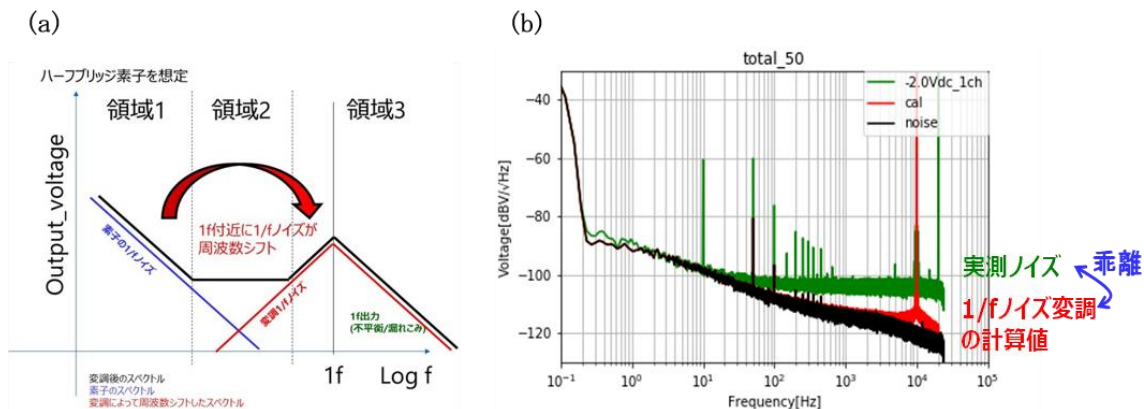


図3.(a)変調時のホワイトノイズ発生モデル。(b)想定モデルの計算結果と実測ノイズ比較。

参考文献

- (1) K. Kimura, Y. Mima, and N. Kimura, “Visualization of electric current density distribution—Application to nondestructive inspection for rechargeable batteries,” *J. Inst. Electr. Eng. Jpn.*, vol. 135, no. 7, pp. 437–440, 2015.
- (2) K. Fujiwara et al., “Magnetocardiography and magnetoencephalography measurements at room temperature using tunnel magneto-resistance sensors,” *Appl. Phys. Express*, vol. 11, no. 2, Feb. 2018, Art. no. 023001.
- (3) W.Tian, et al., “Magnetic Flux Vertical Motion Modulation for $1/f$ Noise Suppression in Magnetoresistance Field Sensors Using MEMS Device,” *IEEE Trans. Magn.*, vol. 52, Issue:2, Feb. 2016, Art. no. 4000306.

This work was supported by the Cabinet Office (CAO), Cross-ministerial Strategic Innovation Promotion Program (SIP), “Intelligent Processing Infrastructure of Cyber and Physical Systems” (funding agency: NEDO)

New model of FM-OFG magnetometer with 1-pT noise floor

Ichiro Sasada

Sasada Magnetics and Sensors Laboratory

In this presentation, recent progress in the art of fundamental mode orthogonal fluxgate (FM-OFG) magnetometer and a new model of its embodiment will be presented.

The orthogonal fluxgate magnetometer was first reported by T. Palmer in 1953 [1], where a thin permalloy wire is used as a sensor core and ac excitation current is directly fed to the thin wire core. When magnetic field is input to the core, the induced voltage at the pickup coil that surrounding the core becomes to include second harmonics of the excitation frequency. When dc current is added as a bias to the ac excitation current to make them unipolar, the operation of the orthogonal fluxgate turns to the fundamental mode, which was introduced by I. Sasada 20 years ago [2]. The difference in the constituent is very little but the dc-bias current gives us a totally different picture in terms of noise [3]. Applications of very low noise FM-OFGs include MCG measurement [4], magnetic nano-particle detection [5] and small ferrous contaminants detection [6]. Recent developments include offset drift stabilization for long-term dc measurement [7] and noise reduction less than 1 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$ at 1 Hz [8]. The most important aspect of the FM-OFG is that it employs small angle rotation of magnetization in a thin magnetic wire or of a narrow magnetic ribbon. Therefore it can minimize any noises from Barkhausen jumps associated with domain wall motion. The operating principle is repeatedly explained in articles mentioned above. A key point is that the permeability along the core's length direction varies periodically with an excitation frequency. Fig. 1 shows a numerical result for this, where $H_{\text{ex}} = H_{\text{dc}} + H_{\text{ac}}$. Due to the periodical change in the permeability, low frequency magnetic field input produces amplitude modulation of the carrier frequency, which is exactly the excitation frequency. A block diagram of a magnetometer system with a negative feedback loop is shown in Fig. 2. This diagram is put in a box as shown in Fig. 3. Three output terminals are added to it; dc output (dc~1 kHz) with offset subtraction on demand via USB, two ac coupled outputs (0.16 Hz~1 kHz, 100 time gain and unity gain). A six volt ac adaptor supplies the power to it. Within the system, ± 5 V is produced after filtering 6 V dc input. Power consumption of the main section is less than 0.2 W. Fig. 4 shows an example of one shot observation of a weak magnetic field coming out from a wrist watch's stepping motor using AC_100 output, in which several ringing peaks are visible due to 1 kHz frequency band and low system noise. A sensor head made of a 35 mm long thin core and a 30 mm long pickup coil is used. Measurement is carried out inside a shield. Fig. 5 shows a zoom-up of the first half segment of the trace in Fig. 4. The root-mean-square value of the zoomed up portion is calculated as 30.9 pTrms. By considering that the band width is 1 kHz, noise density per $\sqrt{\text{Hz}}$ is $30.9/\sqrt{1000}=0.98$ pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$. This is just a rough estimation of white noise. Another thing to be noted is that the peak-to-peak of white noise and the noise density per $\sqrt{\text{Hz}}$ is very different in value when the observation frequency band is wide. Finally noise spectral densities are measured for two sensor heads; one is just mentioned and the other has a 30 mm long thin core. Sensor head under test is placed inside a five-shell cylindrical shield. Output voltages of the magnetometer are taken from the dc output

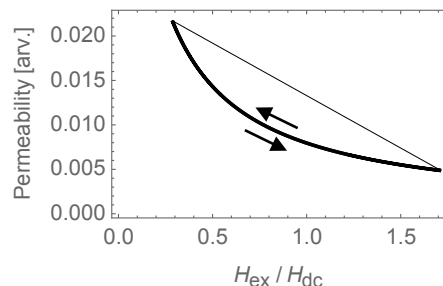


Fig. 1 Permeability along the length direction of a thin wire core is numerically calculated. Operating point traverses along the thick solid line periodically.

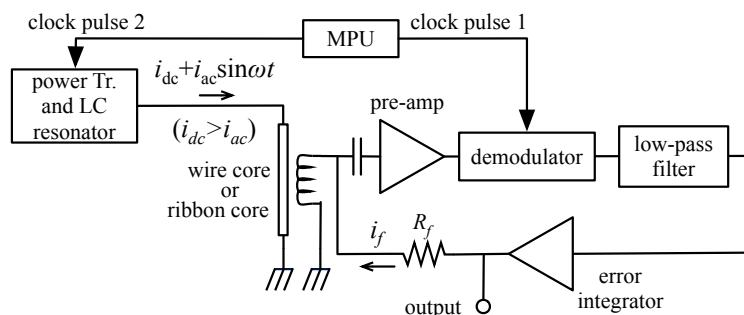


Fig. 2 Block diagram of FM-OFG magnetometer.



Fig. 3 New model of FM-OFG magnetometer.

observation of a weak magnetic field coming out from a wrist watch's stepping motor using AC_100 output, in which several ringing peaks are visible due to 1 kHz frequency band and low system noise. A sensor head made of a 35 mm long thin core and a 30 mm long pickup coil is used. Measurement is carried out inside a shield. Fig. 5 shows a zoom-up of the first half segment of the trace in Fig. 4. The root-mean-square value of the zoomed up portion is calculated as 30.9 pTrms. By considering that the band width is 1 kHz, noise density per $\sqrt{\text{Hz}}$ is $30.9/\sqrt{1000}=0.98$ pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$. This is just a rough estimation of white noise. Another thing to be noted is that the peak-to-peak of white noise and the noise density per $\sqrt{\text{Hz}}$ is very different in value when the observation frequency band is wide. Finally noise spectral densities are measured for two sensor heads; one is just mentioned and the other has a 30 mm long thin core. Sensor head under test is placed inside a five-shell cylindrical shield. Output voltages of the magnetometer are taken from the dc output

inside the box then amplified 10 times by an external low noise amplifier with a 0.016 Hz cut-off high pass filter. Waveforms are recorded in 16 bits for 400 seconds with the sampling rate of 5 kS/s and band limited digitally to 2 kHz. FFT to calculate the noise spectral density is made in a PC. Results are shown in Fig. 6 for 35 mm long sensor head and in Fig. 7 for 30 mm long sensor head. In both plots, white noise region starts at around 10 Hz. The noise floor for the 30 mm long sensor head is 1.4 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$ and that for 35 mm one is 1.0 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$. By elongating the thin core, one may get a higher sensitivity without excess increase in magnetic noise, hence one may get lower noise after scaling. With this scheme, 0.8 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$ @1Hz is realized in ref [8].

Reference

- [1] T. M. Palmer, Proc. IEE Part II (London) 100, (1953) 545
- [2] I. Sasada, Journal of Applied Physics, 91 (2002) 7789
- [3] E. Paperno, Sensors and Actuators A 116 (2004) 405
- [4] H. Karo et al., J. Appl. Phys. (2015); DOI: 10.1063/1.4918958
- [5] H. Karo et al., AIP Advances 7, 056716 (2017); doi: 10.1063/1.4975655
- [6] A. L. Elrefai et al., J. Appl. Phys. (2015); DOI: 10.1063/1.4913720
- [7] N. Murata et al., IEEE Sensors Journal, DOI: 10.1109/JSEN.2018.2797961
- [8] M. Janosek et al., IEEE Trans. Instrumentation and Measurement, 69, (2020) 2552

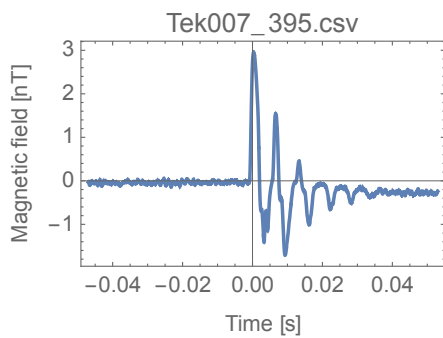


Fig. 4 Magnetic field from a stepping motor inside a wrist watch (Seiko Dolce). Distance from the bottom of the sensor core and the closer edge of the watch is about 11 cm.

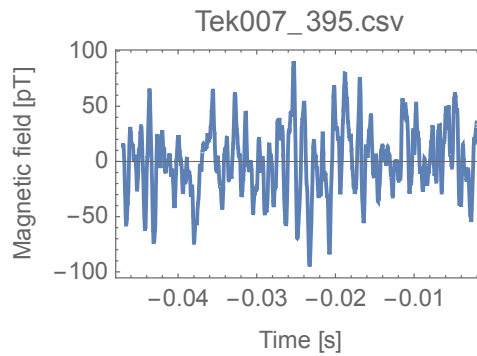


Fig. 5 Zoom-up of the left half part of the waveform in Fig. 4

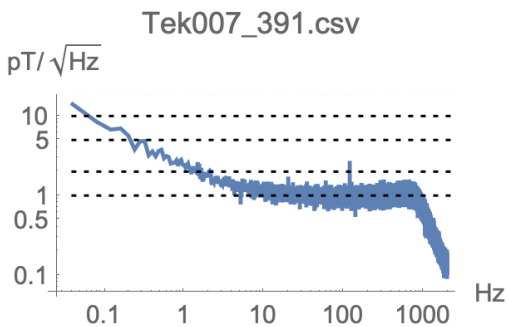


Fig. 6 Noise spectral density plot for a sensor head with 35 mm long core. Magnetometer used is FM-OFG sLab5 DC/AC1000.

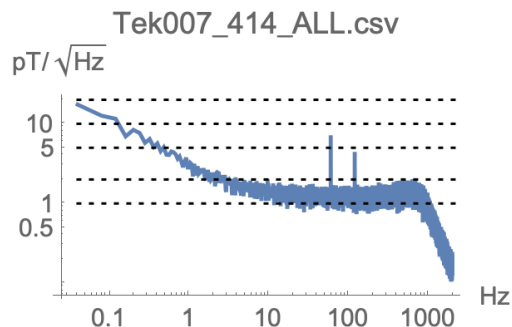


Fig. 7 Noise spectral density plot for a sensor head with 30 mm long core. Magnetometer used is FM-OFG sLab5 DC/AC1000.

Development of highly sensitive magnetoimpedance sensor system towards for sub-pico-tesla resolution

T. Uchiyama, J. Ma

Department of Electrical Engineering, Nagoya University, Nagoya 464 8603, Japan

The Magneto impedance (MI) sensor is a highly sensitive micro magnetic sensor based on the magneto-impedance effect in amorphous wires. As a high-performance magnetic sensor, magneto-impedance (MI) sensor has attracted considerable attention and has wide prospects in geomagnetic detection and bio-sensing. With the MI effect, when a high-frequency sine current is applied to a soft magnetic material, impedance of soft magnetic material changes significantly with external magnetic field. In MI sensor, the impedance change of Co-based amorphous wire increases with the frequency of excitation current. Meanwhile, in 1995, pulse driven MI sensor was developed with good linearity by using pick-up coil and higher change rate of impedance in amorphous wire which is more than 100%. In 2002, for distinguishing the poles of external magnetic fields, a pick-up coil was wound around the amorphous wire for detecting the induced voltage proportional to the impedance change (direction change of a magnetization vector) in pick-up coil.

Then, an electronic compass circuit using 3-axis amorphous wire CMOS MI sensor has been developed and mass produced for the mobile phone since 2005 by Aichi Steel Corporation, the smart phone since 2011, and the wristwatch since 2013 [1]. Meanwhile, Dr. L. G. C. Melo reported the theoretical limit of intrinsic magnetic field noise spectral density (MSD) of MI sensor [2], in 2008. The intrinsic magnetic field noise of 30- μm Co-based amorphous wire is estimated to be about 10 fT measured over a bandwidth of 1Hz, with 1 cm length, in room temperature. However, with the conventional CMOS MI sensor circuit, it is difficult to examine the magnetic noise of the element in detail, such as comparing it with the theoretical, because of large $1/f$ noise of sensor circuitry.

In this study, we used 30 μm diameter CoFeSiB amorphous wire samples in combination with the pick-up coil for magnetic field detector, which utilize off-diagonal MI effect [3]. The wire samples after heat treatment were supplied by Aichi Steel Corporation. In order to improve S/N ratio of the MI sensor system, we have developed new circuitry of pulse-driven MI sensor, which detecting both the positive peak and negative peak, which are excited by rising edge and drop edge of the excitation pulse. In this Pk-pk VD type MI sensor system [4], we have adopted the time-differential measurements between the voltages of the positive peak and negative peak. Because of the time-differential measurement of the same induced signal, that can reduce the common-mode noise due to the fluctuation of low frequency.

We have investigated the field detection characteristics (E_{out} versus H_{ex}) of the Pk-pk VD-type MI magnetometer by using different MI sensor heads with 400, 500, 600, 700, and 800 turns machinery pick up coils. These Pk-pk VD-type MI magnetometer have good linearity. We also investigated system sensitivities of the Pk-pk VD-type MI magnetometer and conventional MI magnetometer in case of the same amplifier gain ($A = 10.8$), at the end of circuits. The comparison of sensitivity depending on number of turns of pick-up coils between the Pk-pk VD-type MI magnetometer and conventional MI magnetometer is shown in Fig. 1. The highest sensitivity is 1.4×10^6 V/T at 500 turns. It is found that the sensitivity of the Pk-pk VD-type MI magnetometer is 1.3 times higher than the sensitivity of conventional MI magnetometer.

As shown in Fig. 2, we measured the output noises in time domain of the Pk-pk VD-type MI magnetometer and conventional MI magnetometer by using a low pass filter with a cutoff frequency of 10 Hz. The result illustrates the output noise of the Pk-pk VD-type MI magnetometer is reduced to less than 1/10 of conventional MI magnetometer. Obviously, we have markedly reduced the noise level in time domain of the Pk-pk VD-type MI magnetometer. The output RMS noise of Pk-pk VD-type MI magnetometer is approximately 5 pT with a 10 Hz low pass filter.

For further improving MI sensor, it's necessary to analyzing intrinsic magnetic noise in amorphous wire. The noise of MI sensor is considered to be mainly due to circuit noise, fluctuation of wire magnetic moment (thermal magnetic noise), and irreversible movement of domain wall trapped by impurities and scratches on wire surface (Barkhausen noise). The noise level of Pk-pk VD Type MI sensor circuit is approximately 20 nV. The noise level we achieved here is getting close to the input conversion noise level of the differential amplifier used in this circuit. With this extremely low circuit noise we achieved here, we can investigate the intrinsic magnetic noise of amorphous wire via proposed MI

sensor circuit.

We have considered the loss due to the BH loop, and dealt with fluctuation of magnetic moment according to the general theory of fluctuation. When magnetic moment fluctuates due to thermal energy, it becomes noise of magnetic sensor measuring this magnetic moment. On the basis of this thermal fluctuation theory, the thermal noise of MI element can be expressed as a function of permeability, and it increases with anisotropy field. However, when anisotropy field is 3 Oe or more, the value tends to be saturated.

Moreover, the magnetization of amorphous wire is considered to be in circumferential direction, which is divided into several magnetic domains in opposite directions with 180° domain walls. Assuming the number of pinning sites such as scratches and impurities on the wire surface is constant, the greater the number of domain walls would lead to the greater the probability of being trapped at pinning sites. Noise analysis results suggests that the magnetic noise due to irreversible movement of domain wall increases with the number of domain walls.

Reference

1. K. Mohri *et al.*, Journal of Sensors, (2015), Article ID 718069.
2. L. G. C. Melo *et al.*, J. Appl. Phys., **103** (2008) 033903.
3. S. Sandacci *et al.*, IEEE Trans. Magn. **40** (6) (2008) 18.
4. J. Ma *et al.*, IEEE Trans. Magn. **53** (11) (2017) 4003404.

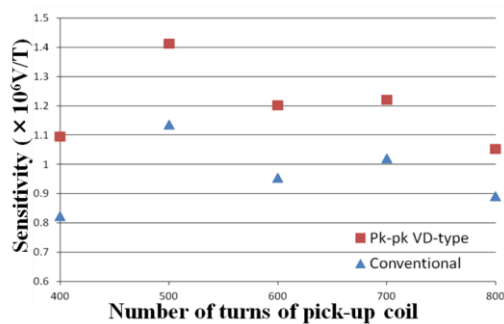


Fig.1 The comparison of sensitivity depending on number of turns of pick-up coil between the Pk-pk VD-type MI magnetometer and conventional MI magnetometer.

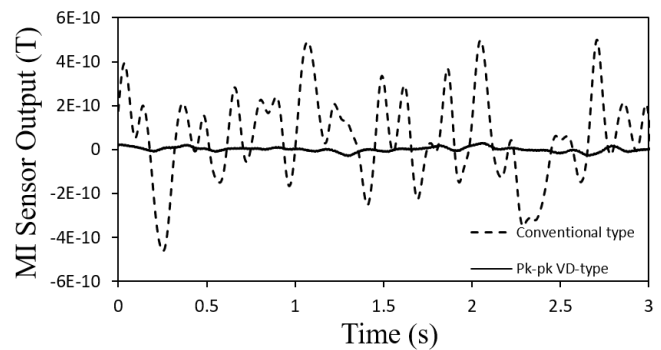


Fig.2 The output noises in time domain of the Pk-pk VD-type MI magnetometer and conventional MI magnetometer. The full curve shows output noises of the Pk-pk VD-type MI magnetometer. The dotted line shows output noises of conventional MI magnetometer. We used a low pass filter with a cutoff frequency of 10 Hz.

High-frequency drive type thin film sensor using coplanar line type structure and for biomedical application

S. Yabukami

Graduate School of Biomedical Engineering, Tohoku University, Sendai 980-8579, Japan

A very sensitive thin-film sensor was developed using a transmission line operating at room temperature. The sensor element consists of a coplanar line with amorphous-CoNbZr film. We already succeeded in the measurement of the MCG (magnetocardiogram) signals at 16 points without magnetic shielding, and these signals were found to roughly agree with MCG signals obtained with a SQUID (Superconducting Quantum Interference Device)¹⁾. However, the sensor system needs a magnetic coil (such as Helmholtz coil) to apply DC field, which results in increasing 1/f noise. In addition, this sensor is used with a high-frequency carrier of 1 GHz or higher, so we are considering the development and application of this sensor to ensure stable operation as a module mounted on a board without impairing the sensitivity of the sensor element. In the present study, we discuss direct bias to CoNbZr film and Cu film under a CoNbZr film and compare it with an application of bias magnetic field. We also have developed a straight coplanar line-type sensor with flip chip bonding. The high-frequency characteristics and sensitivity of the sensor element through comparison of cases with and without flip chip bonding was discussed. Good sensitivity with a phase change was obtained with flip chip bonding. Fig. 1 shows one example of a thin-film sensor. The sensor element consists of a meandering coplanar line, SrTiO film as an insulator, and an amorphous CoNbZr film and Cu film as an electrode. The coplanar structure was fabricated by the lift-off process. Amorphous CoNbZr film was deposited by RF sputtering on a glass substrate. In order to induce transverse magnetic anisotropy, a DC field of 0.3 T was applied during annealing after film deposition. Therefore, the easy axis, which was applied transverse to the coplanar line as shown in Fig. 1. SrTiO film was deposited by RF sputtering and annealed at 160°C during deposition. Cu and Cr film were deposited by RF sputtering. A high-frequency carrier flows in the center conductor of the coplanar line, not in the CoNbZr film, so the sensor is different from conventional GMI sensors in this respect. When this DC current flows directly in the CoNbZr film, permeability of the CoNbZr film changes, which results in the amplitude and the phase of the carrier is changed due to the skin effect and ferromagnetic resonance. Conventional wafer probes (GSG-40-150 and HFP-120-201) were put into contact with the sensor to apply carrier and DC current. The transmission coefficient (S_{21}) was measured by a network analyzer as the DC current was slowly changed. Fig. 2 shows the phase change (sensitivity) as a function of the DC field and carrier frequency. The sensor was connected with the flip chip bonding. The good phase change of about 290 degrees/Oe was obtained around 4 Oe and at 1.8 GHz. This proposed sensor can keep good sensitivity because the permeability was picked up in only the skin area of the magnetic thin film even if the dc field was not uniform inside the film.

Reference

- 1) S. Yabukami *et al*, *Journal of the Magnetics Society of Japan*, 38, 25(2014).

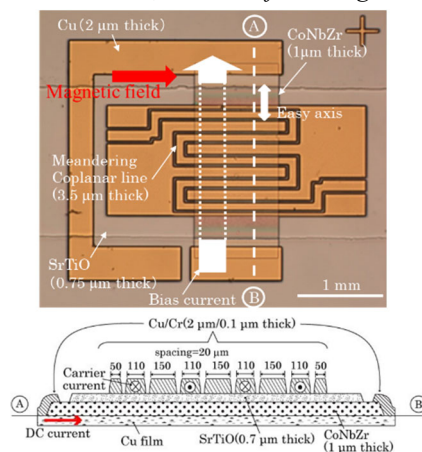


Fig. 1 Schematic view of the sensor.

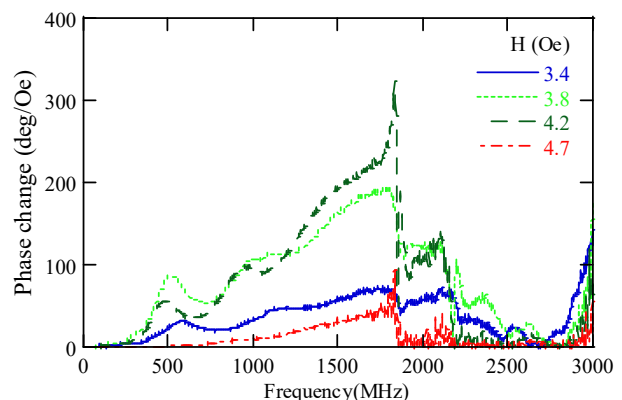


Fig. 2 Phase change of sensor output.

Diamond quantum sensor towards robust biosensing

Yuta Masuyama

(National Institutes for Quantum and Radiological Science and Technology)

Nitrogen-vacancy (NV) centers in diamond is a promising solid-state quantum sensor working at room temperature. The quantum sensor is a sensor that measures the physical quantity such as magnetic field by using the energy change of qubits [1]. By constructing an appropriate measurement system, the quantum sensor achieves high sensitive measurement with the quantum-limited noise. Thanks to the property of the diamond that is a wide bandgap semiconductor, the quantum coherence of the qubits maintains under a wide range of temperatures and pressures, including under room temperature and atmospheric pressure. This characteristic enables us to use the sensor for various applications including operating in vivo and extreme environments.

A highly sensitive sensor is used to detect small biological signals such as the magnetic field from the brain. However, the sensor detects noise sensitively as well as target signals. Thus, many kinds of highly sensitive sensors are limited to use in specific environments, e.g., magnetically shielded enclosures. The requirement of the magnetically shielded enclosure prevents the spread of technology due to its high cost and size. Noise can be environmental noise, control and measurement fluctuations in the sensor system, and noise from the sensor material. There are two ways to achieve robust biosensing against the noises. One is to reduce noise, and the other is to place the sensor as close as possible to the signal source.

We have developed a technology to reduce the environmental noise for the diamond quantum magnetometer with a large sensor volume by quantum operation using an enhanced microwave field [2]. The quantum operation work as a noise rejection filter for AC magnetic field sensing that enables us to achieve the magnetic field sensing with an AC magnetic field sensitivity of $3.6 \text{ pT} / \sqrt{\text{Hz}}$. For the sensing of DC magnetic signals, we have developed the gradiometer configuration [3]. Without any magnetically shielding, our gradiometer realizes a magnetic noise spectrum comparable to that of a three-layer magnetically shielded enclosure, reducing the noises at the low-frequency range below 1 Hz as well as at the frequency of 50 Hz (power line frequency) and its harmonics.

We are also improving the quality of the material for the diamond quantum magnetometer. The high-quality material improves the quantum coherence time of the NV center by reducing the spin noise from the material. Our institute has a technology of electron irradiation with high temperature and ion implantation. We constructed a fast evaluation system suitable for the material evaluation of the diamond quantum magnetometer, and are researching the relationship between NV center generation efficiency and coherence time by the electron beam irradiation.

Another method of noise reduction, i.e., bringing the sensor closer to the target, is quantum sensing using nanometer-scale diamonds. The NV center in a nanometer-scale diamond works as the quantum sensor, enabling us to inject the nanometer-scale diamond quantum sensor into a cell. The NV center can detect not only the magnetic field but also pH [4]. Thus, the nanometer-scale diamond quantum sensor gives us the local biological information.

Reference

- 1) C. L. Degen *et al.*, Rev. Mod. Phys. **89**, 035002 (2017)
- 2) Y. Masuyama *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **89**, 125007 (2018)
- 3) Y. Masuyama *et al.*, Sensors **21**, 977 (2021)
- 4) T. Fujisaku *et al.*, ACS nano **13**, 11726 (2019)

Approaches to noise reduction of optically pumped magnetometers

Y. Ito and T. Kobayashi

(Kyoto University, Kyoto 615-8510, Japan)

Optically pumped magnetometers (OPMs) have extremely-high sensitivity comparable to the magnetometers with superconducting quantum interference devices (SQUIDs). The intrinsic sensitivity of the OPMs is limited by shot noise¹⁾:

$$\delta B \approx \frac{1}{\gamma \sqrt{n T_2 V t}}, \quad (1)$$

where γ is gyromagnetic ratio, n is atomic density, T_2 is relaxation time, V is sensing volume, and t is measurement time. δB is calculated as $\sim 10^{-17}$ T with the typical parameters in the spin-exchange relaxation-free (SERF) regime²⁾. However, the sensitivity of practical OPMs has not reached such shot-noise limit yet. The OPMs in practical situation are affected by magnetic, optical, and electric noises, as shown in Fig. 1. The electric noise originating from electric circuits in the probe-beam detectors can be suppressed by low-noise and high-gain amplifiers. We fabricated the amplifier circuits for multi-channel OPMs, and obtained the converted electric noise of $4.0 \text{ fT/Hz}^{1/2}$ in 10 channels³⁾.

The optical noise is caused by convection effects in the probe beam path. To avoid such convection effects, enclosing the optics and the beam path is effective. In Fig. 1, we used a balanced amplified photodetector to detect the probe beam because it is convenient and free from extra electronics comparing to the detection method of the modulated probe beam and a lock-in amplifier, although the method using modulation can suppress the $1/f$ noise. In addition, we proposed hybrid cells enclosing two types of alkali-metal atoms such as K and Rb⁴⁾. With the hybrid cell, the pumped atoms and the probed atoms are different, so that the probed atoms are immune to fluctuation caused by the pump beam⁵⁾. Liu *et al.* reported that theoretical sensitivity of the OPM with a hybrid cell reaches $1.8 \times 10^{-2} \text{ aT}^6)$.

The magnetic noise is eliminated with high-performance magnetic shields and gradiometer configuration. The magnetic shields are extremely expensive, so that the gradiometer configuration is actively investigated. The best sensitivity of $0.16 \text{ fT/Hz}^{1/2}$ is also recorded by the gradiometer configuration⁷⁾. We investigated two types of gradiometer configuration: optical gradiometer configuration⁸⁾ and differential measurement with balanced response⁹⁾. These methods can effectively reduce the magnetic noise.

Recently, Limes *et al.* reported MCG and MEG operated with pulsed OPMs with gradiometer configuration under ambient environment¹⁰⁾. They achieved $15.7 \text{ fT/cm/Hz}^{1/2}$ in Earth's ambient environment. These results suggested that the OPM research are moving to the next step.

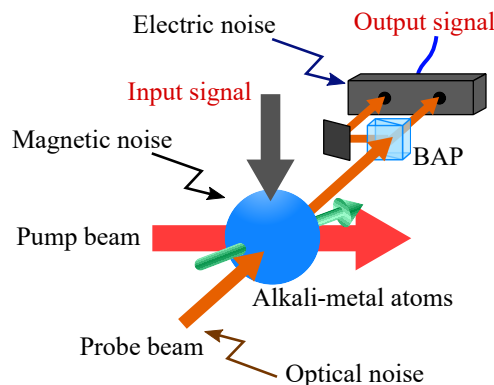


Fig. 1 Illustration of the pump-probe type OPM. BAP is a balanced amplified photodetector. The pump beam causes spin polarization of the alkali-metal atoms and the probe beam reads the fluctuation of the spin polarization caused by the input magnetic fields.

References

- 1) D. Budker, W. Gawlik, D. F. Kimball, S. M. Rochester, V. V. Yashchuk and A. Weis: *Rev. Mod. Phys.*, **74**, 1153-1201 (2002).
- 2) J. C. Allred, R. N. Lyman, T. W. Kornack and M. V. Romalis: *Phys. Rev. Lett.*, **89**(13), 130801 (2002).
- 3) K. Nishi, Y. Ito and T. Kobayashi: *Opt. Express*, **26**(2), 1988-1996 (2018).
- 4) Y. Ito, H. Ohnishi, K. Kamada and T. Kobayashi: *IEEE Trans. Magn.*, **47**(10), 3550-3553 (2011).
- 5) M. V. Romalis: *Phys. Rev. Lett.*, **105**(24), 243001 (2010).
- 6) J.-H. Liu, D.-Y. Jing, L.-L. Wang, Y. Li, W. Quan, J.-C. Fang and W.-M. Liu: *Sci. Rep.*, **7**(1), 6776 (2017).
- 7) H. B. Dang, A. C. Maloof and M. V. Romalis: *Appl. Phys. Lett.*, **97**(15), 151110 (2010).
- 8) K. Kamada, Y. Ito, S. Ichihara, N. Mizutani and T. Kobayashi: *Opt. Express*, **23**(5), 6976-6987 (2015).
- 9) S. Ichihara, N. Mizutani, Y. Ito and T. Kobayashi: *IEEE Trans. Magn.*, **52**(8), 4002709 (2016).
- 10) M. Limes, E. Foley, T. Kornack, S. Caliga, S. McBride, A. Braun, W. Lee, V. Lucivero and M. Romalis: *Phys. Rev. Appl.*, **14**(1), 011002 (2020).