

(Fe-Pt, Co-Pt)-フッ化物系ナノグラニューラー膜のファラデー効果

小林伸聖, 岩佐忠義, 池田賢司, 荒井賢一
(公益財団法人 電磁材料研究所)

Faraday effect of (Fe-Pt, Co-Pt)-fluoride nanogranular films

N. Kobayashi, T. Iwasa, K. Ikeda, and K. I. Arai

(Research Institute for Electromagnetic Materials, DENJIKEN)

はじめに

ファラデー効果を有する材料は、光アイソレーター等の光通信デバイスに用いられており、高度情報化社会に欠かせないものである。我々は、ナノグラニューラー膜のファラデー効果を検討した結果、光通信の波長帯において Bi-YIG の約 40 倍もの大きなファラデー効果を示すことを明らかにした⁽¹⁾。これらは、スパッタ法で作製される膜厚がサブミクロンから数ミクロン程度の薄膜材料であり、これを用いることによって、光通信デバイスの微細化・集積化が可能となる。一方、磁気光学材料が磁気光学効果を発現させるためには磁界を印可することが必要であり、デバイスに磁界印加機能を組み込むことは、デバイスの小型化・簡素化を困難にする要因となるであろう。ここでは、ナノグラニューラーが、高保磁力を有する FePt, CoPt または FeCoPt 合金から成るナノグラニューラー膜のファラデー効果について報告する。保磁力を持つナノグラニューラーを採用することにより、材料自身の残留磁化によって、磁場を印可しなくてもファラデー効果を発現することができる。

実験方法

薄膜試料は、RF スパッタ装置を用いタンデム法⁽²⁾によって作製した。2つのターゲットホルダーの一方に、Fe, Co もしくは FeCo 合金ターゲット(76 mm φ)上に Pt チップ(5×5mm)を配置した複合ターゲット、他方に MgF₂, CaF₂ もしくは BaF₂(76 mm φ)粉末焼結ターゲットを配置し、Ar ガス雰囲気中にて同時にスパッタした。基板には、50×50×0.5 mm の石英ガラスを用いた。成膜中の基板温度は 300 °C に設定し、成膜後には真空中にて 400~800°C の所定の温度で 1 時間保持した。膜組成は、波長分散型分光分析法(WDS)を用いて分析し、磁化曲線は、振動試料磁力計(VSM)を用いて測定した。光透過率の測定は分光光度計を用いた。ファラデー回転角は、ネオアーク社製 BH-501F-SV1-DJK を用いて 500~1700nm の波長範囲で測定した。膜の構造解析には、X 線回折法を用いた。

結果

Fig.1 には、(Co_{0.7}Pt_{0.3})₁₅Ca₂₅F₆₀ 膜の波長 1550nm でのファラデーロープを示す。ファラデーロープは保磁力と残留磁化に伴うヒステリシスを有し、零磁界で約 0.25deg./μm のファラデー回転角を示す。XRD の結果から、この膜のナノグラニューラーは Co₃Pt 規則相から成ることが分かった。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 JP20H02468、JP20K03843、JP19K21959、JST-CREST JPMJCR19T1 の助成、および東北大学スピントロニクス学術連携研究教育センターの援助を受けて行われました。

参考文献

- 1) N. Kobayashi, K. Ikeda, Bo Gu, S. Takahashi, H. Masumoto, and S. Maekawa, Scientific Reports, 8, 4978 (2018)
- 2) N. Kobayashi, S. Ohnuma, T. Masumoto, and H. Fujimori, J. Magn. Soc. Jpn. 23, 76-78 (1999).

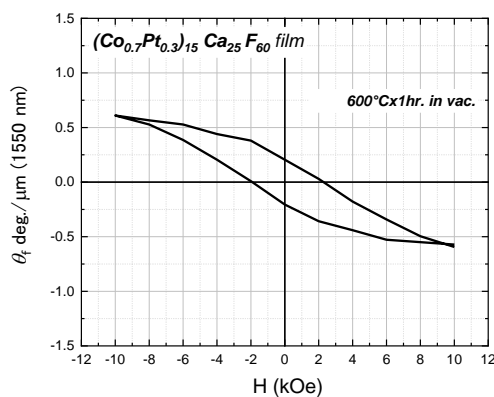


Fig.1 Faraday loop of (Co_{0.7}Pt_{0.3})₁₅Ca₂₅F₆₀ film at 1550nm.

ナノ粒子を扁平化したナノグラニューラ膜の粒子形状が及ぼす強磁性・超常磁性への影響

青木英恵¹、打越雄央¹、大沼繁弘^{1,2}、小林伸聖²、増本博¹

(1 東北大学、2 電磁材料研究所)

Shape effect of granule of lateral nanogranular films on ferromagnetic and superparamagnetic properties

Hanae Aoki¹, Katsuhiko Uchikoshi¹, Shigehiro Ohnuma^{1,2}, Nobukiyo Kobayashi², Hiroshi Masumoto¹

(1.Tohoku University, 2.DENJIKEN)

はじめに

デバイスの小型化・高周波化・省電力化への要求から、磁気-誘電-光などの複数の機能性をあわせ持つ薄膜材料への期待が高まっている。球形の磁性ナノ粒子が誘電体中に均一分散するナノグラニューラ膜は、トンネル磁気誘電(TMD)効果、トンネル磁気抵抗(TMR)効果および高周波軟磁気特性などの様々な電磁気効果が得られることが知られる。著者らは、ナノ粒子を球形状ではなく、膜面内に横扁平化することによって、Co-BaF₂膜の面内磁気異方性が増加し、さらに TMR, TMD の両特性で、弱磁場における応答性が向上することを見出した¹⁾。このことから、粒子を扁平化した膜の TMD・TMR 特性は、従来の超常磁性だけでなく強磁性に由来することが考えられる。本研究では、TMR・TMD が得られる 30-40at.% Co 組成域の Co-BaF₂ ナノグラニューラ膜を対象に、扁平 Co 粒子の粒子サイズを一定とし粒子間のみ変化させた膜、ならび比較として球形粒子がランダム分散した膜の低温磁化測定を行い、粒子形状が強磁性(磁気異方性)と超常磁性におよぼす影響を明らかにすることを目的とした。

実験方法

扁平 Co-BaF₂ ナノグラニューラ膜の作製には、Co と BaF₂ を交互に成膜するタンデムスパッタ法を用いた¹⁾。ターゲットにはそれぞれ 2 および 3 inchφ の Co と BaF₂ を使用し、基板回転速度を一定とし、Co 側の投入電力を 100W で固定し BaF₂ 側の投入電力を 100-200W の範囲で変化させ、Co 粒子間の BaF₂ 厚みを変化させた。作製した膜の微細組織は TEM、膜面内の電気比抵抗(ρ)は 4 端子法、静磁気特性は SQUID を用いてそれぞれ評価した。

実験結果

BaF₂ 側の投入電力が 150W で作製した Co-BaF₂ 膜は、32at.%Co 組成であり、扁平形の Co 粒子(幅 4.2, 厚み 2.7 nm)が BaF₂ 層(2.5nm)と交互に積層した構造である。粒子形状が膜の超常磁性および強磁性に与える影響を調べるために球形粒子の Co-BaF₂ 膜²⁾とともに低温磁化測定を行った。Fig. 1 に 15K-300K における球形粒子(a)および扁平粒子(b)のナノグラニューラ膜の面内方向に測定した磁化曲線を示す。横軸は温度 T で規格化した。Fig.1(a)球形粒子では、50-300K でほぼ同じ超常磁性の挙動を示し、ランジュバン関数に良い一致を示した。一方、Fig.1(b)扁平粒子では、300K で飽和磁化が大きく、70K で保磁力が増大しており、強磁性を示した。

参考文献

- 1) 打越雄央, 青木英恵, 小林伸聖, 大沼繁弘, 増本博, 日本金属学会春季講演大会, G28, 2021 年 3 月 19 日
- 2) H. Kijima-Aoki, Y. Cao, N. Kobayashi, S. Takahashi, S. Ohnuma, H. Masumoto., *J. Appl. Phys.* 128(13), 133904(2020)

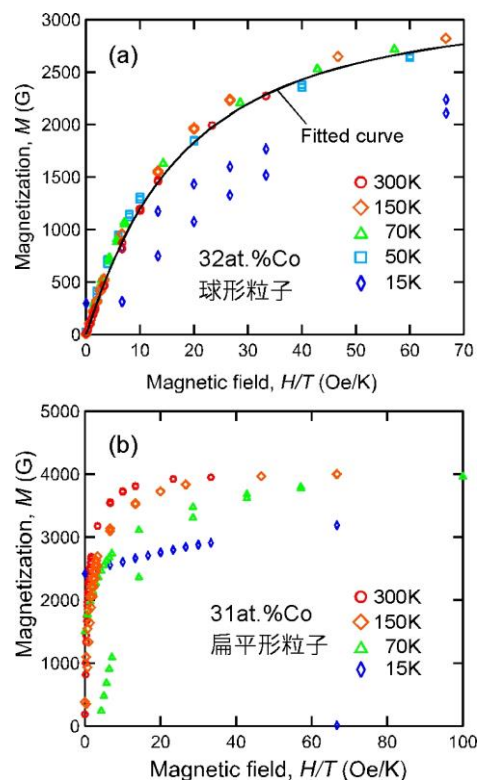


Fig.1 15K-300K における球形粒子(a) および扁平粒子(b)のナノグラニューラ膜の磁化曲線。横軸は温度 T で規格化した。

グラニューラー薄膜を用いたひずみセンサの開発 2

上野駿平, 天満光佑, 上部智也, 藤原裕司, 大島大輝*, 加藤剛志*, 神保睦子**
(三重大, *名古屋大, **大同大)

Development of strain sensor with granular film 2

S.Ueno, K.Temma, T.Uwabe, Y.Fujiwara, *D.Oshima, *T.Kato, **M.Jimbo
(Mie Univ., *Nagoya Univ., **Daido Univ.)

はじめに

近年 IoT 社会の実現に向け、多くの分野で微小ひずみの検出が求められている。また、多数の自動車、航空宇宙用途およびさらなる産業分野における機械量の測定のために小型センサが求められており、様々な原理のひずみセンサが研究されている¹⁾²⁾。本研究では、印加磁界によって抵抗が変化するグラニューラー薄膜を FeSiBNb アモルファス薄膜(a-FeSiBNb)ヨークのギャップ中に埋め込んだ構造のひずみセンサの試作を行い検出可能なひずみを見積もった。

実験方法

成膜は DC 電源・RF 電源を持つマグネトロンスパッタリング装置を使用した。a-FeSiBNb 薄膜は 0.5Pa, Co-AlO 薄膜は 1Pa で成膜した。膜厚はともに 300nm である。基板はマイクロカバーガラスを使用した。ひずみセンサ素子はリフトオフにより a-FeSiBNb 電極を作製し、ギャップ部に Co-AlO を成膜することで作製した。素子の設計値は、ギャップ長は 3 μm , 幅は 600 μm である。磁気抵抗(MR)測定は直流二端子法で行った。磁気特性は VSM, トルク磁力計で評価した。

実験結果

本研究のひずみセンサ素子の概略図を Fig.1 に示す。a-FeSiBNb ヨークの磁気モーメント M を飽和させるために、外部磁界 H_{DC} を特定の方向に印加する。今回は比較のために、ギャップに対して垂直な方向と(H \perp gap)と平行な方向(H//gap)の2方向に磁界を印加した。H//gap 方向にひずみにより a-FeSiBNb ヨークの磁気モーメント M の方向を制御し、Co-AlO グラニューラー薄膜の抵抗を変化させる。これにより、Co-AlO グラニューラー薄膜の抵抗変化としてひずみを検出する。

Fig.2 は作製した素子に印加した引張ひずみ ε に対する出力電圧変化であり、磁界の印加方向は(a)H \perp gap, (b)H//gap である。また、青のプロットはひずみ増加時の測定結果、赤のプロットはひずみ減少時の測定結果である。(a)ではひずみの増加に伴い出力電圧が増加し、ひずみが 6×10^{-5} を超えると飽和する傾向を見せている。(b)では初期の磁気モーメントの向きとひずみの方向が同じであるために、原理的には抵抗変化がないはずであるが、若干の出力電圧が上昇している。今回試作した素子では、 6×10^{-5} 程度以下のひずみを検出できることが示された。今後は、電圧変化率の増加が課題である。

謝辞

本研究は、名古屋大学未来材料・システム研究所における共同研究として実施された。

参考文献

- 1) M.Lohndorf et al.: J. Magn. Magn. Mater. **316**, e223 (2007)
- 2) Y.Hashimoto et al.: J. Appl. Phys. **123**, 113903 (2018)

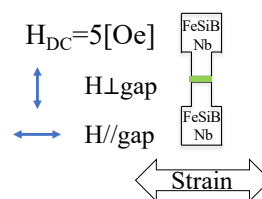
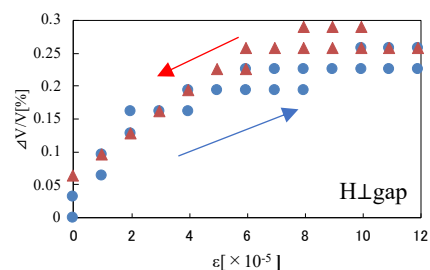
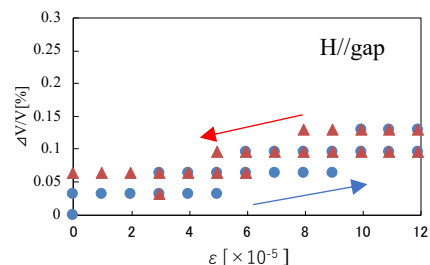


Fig.1 Schematic of strain sensor



(a)



(b)

Fig.2 Output voltage change on strain.

(a)Simulation and (b)Experimental results

凍結した磁性流体のメスバウアー効果と磁気緩和

喜多英治^{1,2,3)}、小野寺礼尚³⁾、岸本幹雄²⁾、柳原英人²⁾
(筑波大学応用加速器¹⁾、筑波大学数理物質系²⁾、茨城高専³⁾)

Mössbauer study and magnetic relaxation of frozen magnetic fluid

E. Kita^{1,2,3)}, R. Onodera³⁾, M. Kishimoto²⁾ and H. Yanagihara²⁾

(University of Tsukuba TAC^{1,2)}, University of Tsukuba FPAS²⁾ NIT Ibaraki college³⁾)

はじめに

酸化鉄ナノ粒子については、強磁性領域だけではなく超常磁性領域のナノ粒子も医療用 NMR 造影などに利用されている。ナノ粒子における磁気緩和は、ハイパーサーミアの発熱源としての発熱特性や磁性流体の凝集などに大きな影響を与える。磁気緩和を議論する際には異なる観測時間による計測データが有効である。そこで準静的な磁気測定と 10^{-6} 秒程度の観測時間を有すると考えられるメスバウアー効果を測定手段とし、MRI 造影剤として市販されている酸化鉄ナノ粒子磁性流体などの磁気緩和を明らかにする。

実験

試料には市販の超常磁性ナノ粒子 MRI 造影剤、Resovist¹⁾ と Co 添加球形マグネタイトナノ粒子の分散体を用いた。測定試料として 2~3mm 厚のアルミ板にあけた直径 10mm の穴に、液体試料を 0.5mm 厚の PET 板を接着剤 (3M) により封着した。気泡を逃がすため、小さな空間を作った。試料は冷凍機において冷凍固化させた。また比較のため乾燥試料も測定した。メスバウアー効果の試料冷却には無振動型冷凍機を用い、到達温度は 2.5K であった。メスバウアースペクトルのフィッティングには、市販ソフト MossWinn4.0 を用いた。

結果

図 1 に 2.5K から 250K で測定した、メスバウアー分光の結果を示す。2.5K のスペクトルは Maghemite の A,B サイトとしてフィッティングでき、そのパラメータを Table.1 に示す。100K 以上ではベースラインが明確ではなく、磁気緩和の特徴が見え始めて高温になるほど顕著となる。

結果的には乾燥状態と凍結試料でのメスバウアースペクトルには大きな差は見られなかった。100K 以上では、磁気緩和の影響を考慮しても、単純に一種類のサイトではフィットできず、緩和状態の異なる 2 成分の存在を示唆する。200K で Jump Rate から見積もった緩和時間は、 5.7×10^{-9} [s]、 1.2×10^{-7} [s] と得られた。さらにこの分布の影響が他の計測結果にも現れているか検討する。

Table I. Mossbauer parameters from fitting of the spectrum recorded at 2.5K.

Site	Hhf (kOe)	IS* (mm/s)	Area ratio (%)
A	509.7	0.535	44.8
B	530.0	0.492	55.2

*IS : with respect to α -Fe at RT

参考文献

- 1) Resovist、富士フイルム RI ファーマ

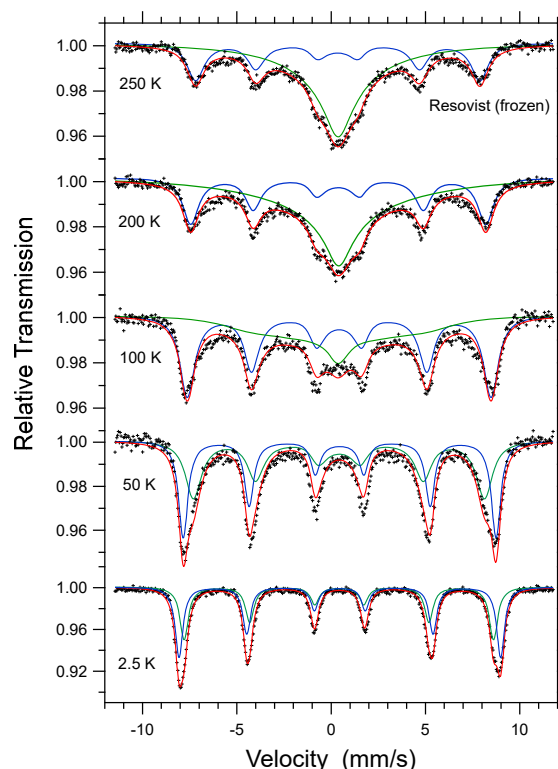


Fig. 1 Mössbauer spectra of Fe oxide nano-particles in a frozen magnetic fluid of Resovist®. Sample temperatures were changed from 2.5 K to 250 K.

一次反転曲線法による立方体型 Fe_3O_4 サブミクロン粒子の磁気渦解析

野村英志, 小林悟, 野田千晶, J. Manjanna*

(岩手大理工, *Rani Channamma Univ.)

Analysis of magnetic vortex formation of cubic Fe_3O_4 submicron particles by FORCs method

E. Nomura, S. Kobayashi, C. Noda, J. Manjanna*

(Iwate Univ., *Rani Channamma Univ.)

1 はじめに

近年、スピン渦 (SV) 状態を示すサブミクロン強磁性体粒子が、磁気ハイパーサーミアや磁気機械効果などの医療応用特性の向上に期待されている。医療応用特性の向上には SV 形成過程を理解することが重要であるが、SV の形成過程は形態・サイズ・次元に大きく依存する。特に立方体型粒子は単純な形状かつ作製も容易なため医療応用分野で注目されているが、サブミクロンサイズ粒子における SV 状態の磁気特性について十分理解されていない。そこで本研究では立方体型 Fe_3O_4 サブミクロン粒子について一次反転曲線 (FORC) 測定を行い、SV の安定性と温度依存性を、以前報告した球状中空粒子の結果²⁾と比較して報告する。

2 実験方法

立方体形状を有した Fe_3O_4 微粒子 (一辺 265 ± 34 nm) について、SQUID 磁化測定装置を用いて FORC 測定を実施した。印加磁場範囲 $H = \pm 3$ kOe、 H と反転磁場 H_r のステップ幅 100 Oe、測定温度 $T = 10 \sim 300$ K の条件で測定を行い、FORC 分布 ρ を求めた²⁾。

3 結果および考察

Fig.1 に FORC 分布の温度依存性を示す。(a) に示す $T = 10$ K では FORC 分布の強いダブルピークが現れた。 $T = 30$ K では、ダブルピークは接近し、新たなピークが発生した (Fig.1(b) 矢印)。 $T = 70$ K 以上でダブルピークは消滅し、シングルピークとして観測された。シングルピークは、 $T = 30$ K から見られた新しいピークが昇温につれてシャープに成長したものである。 $T = 70$ K まで観測されたダブルピークは、磁化状態が flower 状態から SV 状態への不可逆的な発生消滅過程に起因すると考えられる。発生消滅を示すピークの反転磁場をそれぞれ H_n 、 H_a とする。

中空粒子では、立方体粒子において $T = 30$ K 以上で見られた単一のピークは観測されず、 $T = 300$ K までの広い温度領域で明瞭なダブルピークが観測された。さらに、中空粒子における H_n 、 H_a は立方体粒子よりも高い値を得た。以上より、立方体粒子の SV は中空構造より形成しにくく、また立方体粒子で新たに観測されたシングルピークは、渦のコアの反転が不可逆的な磁化過程に大きな変化を与えると推定される。

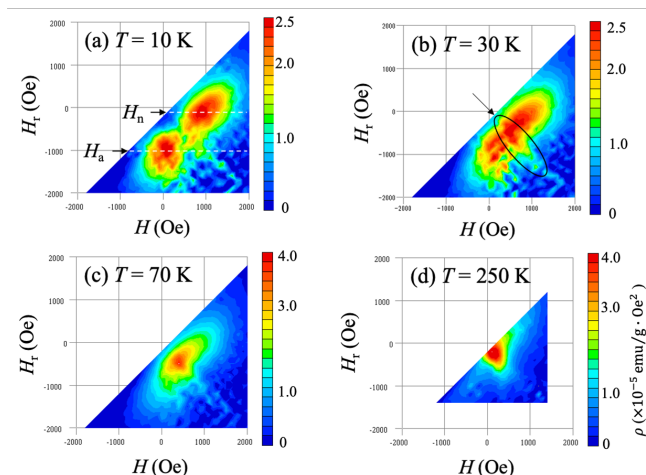


Fig. 1 Temperature dependence of the FORC diagram. (a) $T = 10$ K. H_n and H_a denote the nucleation and annihilation field of the SV state, respectively. (b) $T = 30$ K. (c) $T = 70$ K and (d) $T = 250$ K.

References

- 1) N. A. Usov et al., *Scientific Reports*, **8**, 1224 (2018)
- 2) M. Chiba et al., *AIP Adv.*, **9**, 035235 (2019)