Quantum Magnetism in Kamchatkan Copper Minerals

Masayoshi Fujihala

Advanced Science Research Center, Japan Atomic Energy Agency, Tokai, Ibaraki 319-1195, Japan

Quantum spin states in low-dimensional magnetic materials have been extensively studied because of emergent spin gaps and topological features. Intensive studies of one-dimensional linear spin chain antiferromagnets have succeeded in capturing several quantum spin states, such as the Tomonaga-Luttinger spin liquid state and the Haldane state. However in many cases, the lack of suitable model materials of theoretical models has hindered the observation of exotic quantum spin states. In the study of low-dimensional quantum magnets, minerals are often employed as model materials. For example, azurite $(Cu_2(CO_3)(OH)_2)^{1)}$ and herbertsmithite $(ZnCu_3(OH)_6Cl_2)^{2)}$ have been identified as candidates for the diamond chain (1D) and kagome lattice (2D) antiferromagnet, and many experimental studies have been performed. In this presentation, I will present results of comprehensive studies of magnetism in Kamchatkan copper minerals fedotovite³⁾ and atlasovite⁴⁾.

Fedotovite K₂Cu₃O(SO₄)₃ is a candidate of new quantum spin systems, in which the edge-shared tetrahedral (EST) spin clusters consisting of Cu²⁺ are connected by weak intercluster couplings forming a one-dimensional array (Fig. 1(a)). Comprehensive experimental studies by magnetic susceptibility, magnetization, heat capacity, and inelastic neutron scattering measurements reveal the presence of an effective S = 1 Haldane state below $T \cong 4$ K. Rigorous theoretical studies provide an insight into the magnetic state of K₂Cu₃O(SO₄)₃: an EST cluster makes a triplet in the ground state and a one-dimensional chain of the EST induces a cluster-based Haldane state (Fig 1(b)).

Atlasovite KCu₆AlBiO₄(SO₄)₅Cl is a first candidate of a square kagome lattice spin-1/2 antiferromagnet (Fig. 2). The μ SR measurement shows no long-range ordering down to 58 mK, roughly three orders of magnitude lower than the nearest neighbor interactions. The INS spectrum exhibits a streak-like gapless excitation and flat dispersionless excitation, consistent with powder-averaged spinon excitations. Our experimental results strongly suggest the formation of a gapless QSL in KCu₆AlBiO₄(SO₄)₅Cl at very low temperature close to the ground state.

I will also discuss why I focused on Kamchatkan copper minerals as candidates for exotic quantum magnets.

Reference

- 1) H. Kikuchi et al., Phys. Rev. Lett. 94 (2005) 227201.
- 2) P. Mendels and F. Bert, J. Phys. Soc. Jpn. 79 (2010) 011001.
- 3) M. Fujihala et al., Phys. Rev. Lett. 120 (2018) 077201.
- 4) M. Fujihala et al., Nat. Commun. 11, 3429 (2020).



Fig. 1: (a) Crystal structure of $K_2Cu_3O(SO_4)_3$. The edge-shared tetrahedral spin cluster of the Cu^{2+} ions (blue) displayed with nearby oxygen (red) and sulfur (yellow) ions. (b) Schematic effective model of cluster-based S = 1 Haldane chain.



Fig. 2: Crystal structure of $KCu_6AlBiO_4(SO_4)_5Cl$. The square kagome lattice of the Cu^{2+} ions (blue) displayed with nearby nonmagnetic ions.

Discovery of Magnetocaloric Materials by Machine Learning

Yoshihiko Takano

National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba 305-0047 Japan University of Tsukuba, Tsukuba 305-8577 Japan

The liquefaction of hydrogen gas using the magnetocaloric effect (MCE) is expected for the development of hydrogen society to prevent the global warming. The magnitude of the magnetic entropy change (ΔS_M) tends to peak at a material's magnetic ordering temperature, such as Curie temperature, and its maximum value for a ΔH strongly depends on the material itself. Thus, it is highly desired to discover suitable materials showing marked MCE in the working temperature range. However, it still remains challenging to explore and design new materials that can exhibit a remarkable MCE. To tackle this issue, we constructed a machine learning (ML) model for predicting ΔS_M^{MAX} only based on the applied field change and chemical formula of the materials. We used the gradient boosting method as implemented in XGBoost [1] package, and optimized hyperparameters in the ML model using HyperOpt [2], and obtained a best model that gives a mean absolute error of 1.8 (J kg-1 · K-1) for the test dataset and R2 = 0.85 as depicted in Fig. 1. Then, we applied this ML model in conjunction with our domain expertise to filter possible candidates for experimental verification. Through this approach, we synthesized the most promising candidate and experimentally found that HoB₂ exhibits ΔS_M^{MAX} of 40 J kg-1 K-1 (0.35 J cm-3 K-1) for a field change of 5 T [3], to our knowledge the highest value among all known bulk second-order phase transition solid magnets in this temperature range as shown in Fig. 2. Therefore, the discovered material HoB₂ would to be highly suitable for liquefaction of hydrogen gas.



Fig. 1 ML model for prediction of magnetocaloric materials.

Fig. 2 Comparison of ΔS of HoB₂ with current known magnetocaloric materials between 4.2 to 77 K

Reference

- 1) Reference style T. Chen and C. Guestrin, in proceedings of KDD'16 785 (2016).
- 2) J. Bergstra, B. Komer, C. Eliasmith, D. Yamins, and D. D. Cox, Comput. Sci. Discov. 8, 014008 (2015).
- P. B. Castro, K. Terashima, T. D. Yamamoto, Z. Hou, S. Iwasaki, R. Matsumoto, S. Adachi, Y. Saito, P. Song, H.Takeya, and Y. Takano, NPG Asia Materials 12:35, (2020).

Search for new superconductors

using bulk combinatorial chemistry method

Akira Iyo

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Tsukuba 305-8568, Japan

Effective methodologies for developing innovative, high-performance materials are essential for sustaining materials research in Japan, where the human resources are shrinking. We have been testing whether new superconductors (SCs) can be discovered efficiently using the concept of combinatorial chemistry (CC)¹, which has a successful history in the field of drug discovery. Keys to the success of CC are the simultaneous synthesis of many compounds and high-throughput screening to extract substances with the desired function.

Figure 1 shows the protocol for searching for new SCs by the CC method (called the bulk combinatorial (BC) method because bulk samples are used). A sample consisting of many compounds is prepared by heating a pellet with randomly selected elements for a short period of time (the simultaneous synthesis of many compounds). Because of the huge diamagnetic response associated with the superconducting transition, even a small fraction (~0.01%) of new SCs accidentally formed in the pellet can be detected by a high-sensitive magnetometer (high-throughput screening).

Figure 2 shows the examples of SCs discovered by the BC method ². SCs with various structure types were found. Some SCs would not have been synthesized without the BC method. Unexpected discoveries are another advantage of the BC method. Through this study, we are convinced that the BC method is a very efficient method to find new SCs.

We believe that the BC method can be applied not only to SCs but also to other functional materials. It is then important to find high-throughput screenings suitable for the material's properties. Furthermore, the BC method has the potential to grow into an even more powerful method by combining materials informatics to determine more promising starting elements and sample preparation conditions etc.



References

1) Materials Informatics - Kaihatsu Jirei Saizensen-, NTS, ISBN 978-4-86043-708-4, P255-266

2) A. Iyo et al. Phys. Rev. Mater. 3 (2019) 124802. A. Iyo et al, Inorg. Chem. 59 (2020) 12397. etc.

Intercalation compounds of 1D-structured transition metal trichalcogenides

M. Fujioka

(Hokkaido University)

In general, intercalation into two-dimensional (2D) materials is well known to induce lattice expansion. However, in the case of one-dimensional (1D) materials, the effect of intercalation on the structure and physical properties is not understood comprehensively. Transition metal trichalcogenides (TMTs) are typical 1D materials and comprise 1D trigonal prismatic units surrounded by van der Waals gap. This three-dimensionally spread van der Waals gap can accommodate three equivalents or more guest ions, although the capacity of 2D material is only one equivalent in general. Based on such a high ion accommodating capacity, 1D materials are expected to show various functionality. However, the detailed crystal structure of 1D materials after intercalation has not been experimentally revealed because it is challenging to intercalate guest ions into 1D materials while maintaining high crystallinity.

In this study, Ag ions were intercalated into ZrTe₃, which is a member of the TMT family with a 1D structure, via a proton-driven ion introduction (PDII)(Fig. 1): solid-state intercalation process¹⁾. The change in crystal structure and physical properties according to Ag concentration were clarified for the first in our study. Here, six essential novel findings of TMT intercalation compounds are listed below.

- 1D trigonal prismatic structure in ZrTe₃ changed to 1D octahedral structure via Ag intercalation using PDII. During the structural transition, the long-range order of crystals was disrupted, despite the retention of the 1D order. This unique state was referred to as a "quasi-amorphous phase" in this study.
- The formation of the quasi-amorphous phase affords a reasonable explanation for the previously reported contradiction that the crystal structure did not change in the initial stage of intercalation into TMTs²).
- The quasi amorphous phase shows the homogeneous Ag concentration in the macroscopic region via SEM-EDS measurements but inhomogeneous Ag concentration in the nanoscale region via STEM-EDS measurements. DFT calculations indicated that the origin of the nanoscale Ag inhomogeneity is the attractive interaction between Ag ions.
- In the quasi-amorphous phase, the electric properties changed continuously from superconductivity to semiconductivity according to the Ag concentration. In particular, the highest T_c (6.3 K) and B_{c2} (12 T) were obtained in Ag_{0.5}ZrTe₃ among TMT intercalation compounds. The nanoscale Ag inhomogeneity explains the enhancement of B_{c2} and the coexistence of both CDW and bulk superconductivity reported so far³.
- Due to the attraction between Ag ions, the activation energy for pair diffusion of Ag ions is much lower than that for single diffusion. The former is less than 0.05 eV along the *b*-axis. This material should show anisotropic fast Ag ion diffusion.
- Judging the attraction or repulsion between guest ions in TMTs would predict whether to induce a quasi-amorphous phase or simple lattice expansion like 2D materials. A current overview of TMT intercalation compounds was presented based on this interaction between guest ions.

The quasi-amorphous phase with the 1D order is the state of matter based on a novel concept. It has the potential to open a pathway to achieve high functionality, such as fast ion diffusivity for low activation energy, a low thermal conductivity derived from the phonon scattering in a quasi-amorphous state, and high controllability of the electric carrier density based on the high guest-ion accommodation capacity.

<u>Reference</u>

- 1) M. Fujioka, et al., J. Am. Chem. Soc., 139, 17987 (2017).
- 2) C. Mirri, et al., Phys. Rev. B, 89 035144 (2014).
- 3) X. Zhu, et al., Phys. Rev. Lett., 106, 246404 (2011).



Figure 1. Schematic of PDII.

Layered ruthenium and iridium oxyfluoride thin films fabricated via topochemical fluorination

A. Chikamatsu¹ and T. Hasegawa²

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Ochanomizu University, Tokyo 112-8610, Japan ²Department of Chemistry, The University of Tokyo, Tokyo 113-0033, Japan

Layered ruthenium and iridium oxyfluorides have various crystal structures and oxidation states and exhibit unique physical properties. We fabricated phase-pure and single-crystalline thin films of $Sr_2RuO_3F_2$, $Ca_2RuO_25F_2$, and $Sr_2IrO_{2.5}F_3$ via topochemical fluorination of Sr_2RuO_4 , Ca_2RuO_4 , and Sr_2IrO_4 using polyvinylidene fluoride and investigated their structures, electronic states, and electron transport properties [1-4]. All the fluorinated films exhibited a largely expanded c-axis than the precursors, indicating that fluorine ions are preferentially inserted into the SrO or CaO rocksalt blocks in the perovskite structures and that the oxygen atoms in the precursor oxides were partially removed upon fluorination. The X-ray photoemission spectroscopy, transmission electron microscope, and density functional theory revealed that Sr₂RuO₃F₂ is a Mott insulator with Ru⁴⁺ states and has two inequivalent F⁻ sites in the SrO layers [1,2]. On the other hand, $Ca_2RuO_{2.5}F_2$ thin films had the Ru^{3+} state and only one F⁻ site in the CaO rock-salt blocks [3]. This discrepancy is probably due to the larger lattice distortion in the Ca₂RuO₄ precursor than Sr₂RuO₄. Both Sr₂RuO₃F₂ and Ca₂RuO_{2.5}F₂ films were insulating, with resistivity (ρ) of 4.1 × 10 Ω cm and 8.6 × 10⁻² Ω cm at 300 K, respectively [1,3]. Moreover, the temperature behavior of ρ of Ca₂RuO_{2.5}F₂ thin film was well described by the two-dimensional variable range hopping model [3]. Optical and photoemission measurements of $Sr_2IrO_{2.5}F_3$ thin films revealed that the effective total angular momentum $J_{\rm eff} = 3/2$ is stabilized upon fluorination owing to the large electronegativity of fluorine [4]. The $Sr_2IrO_{2.5}F_3$ film exhibited a semiconducting behavior described by Efros-Shklovskii variable-range hopping [4]. These results will be useful for modifying electronic states by anion doping to explore unprecedented physical properties in Ruddlesden-Popper-type oxides.

Reference

- 1) K. Kawahara, A. Chikamatsu, T. Katayama, T. Onozuka, D. Ogawa, K. Morikawa, E. Ikenaga, Y. Hirose, I. Harayama, D. Sekiba, T. Fukumura, and T. Hasegawa, CrystEngComm **19**, (2017) 313.
- 2) A. Chikamatsu, Y. Kurauchi, K. Kawahara, T. Onozuka, M. Minohara, H. Kumigashira, E. Ikenaga, and T. Hasegawa, Phys. Rev. B **97**, (2018) 235101.
- 3) S. Fukuma, A. Chikamatsu, T. Katayama, T. Maruyama, K. Yanagisawa, K. Kimoto, M. Kitamura, K. Horiba, H. Kumigashira, Y. Hirose, and T. Hasegawa, Phys. Rev. Mater. **6**, (2022) 035002.
- 4) T. Maruyama, A. Chikamatsu, T. Katayama, K. Kuramochi, H. Ogino, M. Kitamura, K. Horiba, H. Kumigashira, and T. Hasegawa, J. Mater. Chem. C 8, (2020) 8268.

Expectation to Magnetic of Electrical Motor, Power Electronics in Electrical Vehicle

Keisuke Fujisaki (Toyota Technological Institute)

Commercial use of electrical vehicle is now expanded year by year for the reduction of environmental impact ¹). The electrical vehicle is driven by electrical motor drive system with an electrical motor and a power electronics technology ²). The electrical motor is driven by magnetic force ³). So the soft magnetic material is used as a motor core to obtain high magnetic flux density, and the hard magnetic material is used as magnetic field of the rotor ⁴).

NO (Non-oriented) silicon steel is mainly used as motor core due to good cost performance. However, to reduce the iron loss, lower iron loss material is commercially used as GO (Grain-oriented) steel, amorphous material and nano-crystal steel. They have a good magnetic performance as low iron loss and high magnetic permeability. When they are applied to the motor core and tribally manufactured, core loss reduction is measured ⁵⁻⁷). Cost reduction is one of the main problems to be realized.

When the inverter excites the magnetic material for the motor drive system, the iron loss usually increases due to the carrier frequency and modulation index characteristics ⁸). Ringing phenomena is observed in GaN-FET inverter excitation because high rising up voltage of fast switching operation makes a resonance with the load. So the ringing iron loss increases in high carrier frequency operation ⁹).

The power electronics circuit needs an inductor with soft magnetic material. So the magnetic material for high frequency operation is now a bottleneck technology to realize the power electronics realization

About 30 years old or so, high frequency magnetic material technology was more advanced than power electronics technology ¹⁰. More than 1 MHz magnetic material and the device were researched and trail manufactured, though high frequency power device such as MOS-FET was under developing. However, since high frequency devices such as IGBT or GaN, SiC devices are researched and in practical use, air core is used as an inductor device or low frequency operation is used.

Ferrite is expected to be for high frequency, but it has small magnetic saturation or is weak for high temperature such as 100 degree or so. Metal powder with magnetization characteristics is developed, but it has small magnetic permeability due to demagnetization characteristics. Magnetic metal sheet with small thickness is expected due to high magnetic permeability. High density of power semiconductor and control one is advances now, so most of the components of the power electronics circuit are often shown to be the magnetic material ⁵.

Magnetics are important technology for the realization of power electronics society and EV society.

<u>Reference</u>

- 1) <u>https://www.jsae.or.jp/roadmap/pdf/tec_02-1.pdf</u> (R04.06.05)
- 2) K. Fujisaki, "Magnetics of Motor Drive System for Electrical Vehicle." IEEE Intermag conf 2021. (2021.4.26-30).
- 3) W. K. H. Panofsky, M. Phillips, "Classical electricity and magnetism, second edition", Addison-Wesley publishing company, 1978.
- 4) Editor: Keisuke Fujisaki, "Magnetic Material for Motor Drive System", Springer-Nature, 2019.12.
- 5) N. Denis, S. Takeda, K. Fujitani, K. Fujisaki, S. Odawara, "Anisotropic Magnetic ore for the Iron Loss Reduction of Permanent Magnet
- Synchronous Motor," J. Magn. Soc. Japan, Vol. 42, No. 3, pp. 62-71, 2018.5.
- 6) A. Yao, T. Sugimoto, S. Odawara, and K. Fujisaki, "Core losses of a permanent magnet synchronous motor with an amorphous stator core under inverter and sinusoidal excitations," AIP (American Institute of Physics)Advances 8, 056804 (2018).
- 7) N. Denis, M. Inoue, K. Fujisaki, H. Itabashi, T. Yano, "Iron Loss Reduction of Permanent Magnet Synchronous Motor by Use of Stator Core Made of Nanocrystalline Magnetic Material," IEEE Transactions on Magnetics, Volume: 53, Issue: 11, 8110006, 2017, DOI: 10.1109 /TMAG.2017. 2700471
- 8) K. Fujisaki, R. Yamada, T. Kusakabe, "Difference in Iron Loss and Magnetic Characteristics for Magnetic Excitation by PWM Inverter and Linear Amplifier," IEEJ-D, Vol. 133, No. 1, pp. 69-76, 2013.

⁹⁾ Haruo Naitoh, Takaya Sugimoto, Fujisaki Keisuke, "Iron loss characteristics of motors fed by fast switching GaN-FET inverters", Electrical Engineering in Japan 214(1), June 2021.

¹⁰⁾ 白江 公輔, 荒井 賢一, 島田 寛「マイクロ磁気デバイスのすべて―半導体デバイスへの新たなる挑戦」 K Books series, 工業調査会, 1992.10.

Magnetic domain structure and magnetic properties of soft magnetic materials

M. Takezawa

Faculty of Engineering, Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu 804-8550, Japan

Low-loss soft magnetic materials are used for transformers and motors as magnetic core materials. Because the higher the operational frequency enables miniaturization of the devices, recently, it has become necessary to reduce the loss of soft magnetic materials at high frequencies. For this reason, various soft magnetic materials have been proposed, including amorphous and nanocrystalline materials and molded cores using their magnetic powders¹⁾⁻⁵⁾.

The magnetic properties of these magnetic materials largely depend on the magnetic domain structure⁶⁾⁻⁸⁾. Therefore, it is important to observe the magnetic domain structure of magnetic materials to improve the performance of magnetic materials and devices. We have observed magnetic domains of various soft magnetic materials using magnetic Kerr effect microscopy⁹⁾⁻¹²⁾. In this paper, we report on the relationship between magnetic domain structure and magnetic properties of soft magnetic materials.

Figure 1 shows an example of magnetic domain observation of an oriented Si-Fe sheet used for a transformer. The dark and bright domains in this figure have magnetizations pointing upward and downward, respectively. Fig. 1(a) shows a stripe-shaped magnetic domain pattern parallel to the rolling direction. A motion of 180° domain walls was observed when a magnetic field along the rolling direction was applied. On the other hand, Fig. 1(b) shows the magnetic domain configuration of a Si-Fe sheet with a 50 μ m × 50 μ m square scratch on the sheet surface. It can be seen that magnetic wall motion was pinned at the edge of the scratch, as shown in the figure. It was found through the result that scratches on the surface of the magnetic material suppress magnetic wall motion and cause increased iron losses.

In order to reduce eddy current losses in soft magnetic materials at high frequencies, decreasing the thickness of the sheet is useful. However, it is known that the ratio of the measured value to the classical theoretical value of eddy current loss increases when the sheet thickness decreases below 0.20 mm in non-oriented electrical steel sheets due to changes in the magnetic domain structure¹³. Figure 2 shows the domain structure of 0.35- and 0.15-mm-thick non-oriented Si-Fe sheet at a remanent state. Chemical etching was used for thinning the sheet from the underside to observe the same spot before and after thinning. Stripe domain configuration running parallel to the rolling direction was observed at the thick sheet of 0.35 mm. It was observed that the domain pattern changed to the stripe domain configuration along the transverse direction when the sheet thickness decreased to 0.15 mm, as shown in Fig. 2(b). The stripe domain observed at a small thickness of 0.15 mm is part of the closure domain structure created by the normal magnetization component to the surface. When the magnetization component inclines from the normal direction, the in-plane magnetic field causes the wall motion inside the sheet, which causes a large eddy current loss.

Figure 3 shows the magnetic domain configuration for 6.5% Si-Fe powders. Figs. 3(b) and 3(c) show enlarged images of a part of Fig. 3(a). Pinning of the magnetic wall occurred in the area circled in red, as shown in Fig. 3(b). When the applied magnetic field was increased, the magnetic wall moved, and depinning occurred, as shown in Fig. 3(c). The composition was examined at the locations of the pinning sites by SEM-EDX. At the pinning sites, Mn and S were detected in addition



Fig. 1 Magnetic domains of an oriented Si-Fe electrical sheet.

Fig. 2 Magnetic domains of a non-oriented Si-Fe electrical sheet.



to Fe and Si. It was found that Mn-S included in the magnetic powder causes pinning of the magnetic domain wall. In concluding, we have described that scratches, impurities, and changes in sheet thickness affect the magnetic domain structure of soft magnetic materials and cause an increase in their iron loss. In the future, it is expected that magnetic domain observation of various soft magnetic materials, such as nanocrystalline materials, will be further developed to achieve higher efficiency and lower loss in electric devices.

Reference

- 1) K. Takenaka, A.D. Setyawan, Y. Zhang, P. Sharma, N. Nishiyama, and A. Makino, Mater. Trans., 56, 372 (2015).
- 2) M. Ohta, Y. Yoshizawa, M. Takezawa, and J. Yamasaki, IEEE Trans. Magn., 46, 203 (2010).
- 3) Y. Yoshizawa, S. Fujii, D.H. Ping, M. Ohnuma, and K. Hono, Mater. Sci. Eng., 375, 207 (2004).
- 4) W. Qin, F. Xu, Y.J. Wu, W.L. Gao, J.C. Tang, Y.W. Du, and Y.F. Zhang, Phys. Stat. Sol., 202, 476 (2005).
- 5) T. Nonaka, S. Zeze, S. Makino, M. Ohto, IEEJ Trans. IA, 139, 873 (2019).
- 6) M. Fujikura, H. Murakami, Y. Ushigami, S. Arai, and K. Iwata, IEEE Trans. Magn., 51, #2001604 (2015).
- 7) J. Yamasaki, M. Takajo, and F.B. Humphrey, IEEE Trans. Magn., 29, 2545 (1993).
- 8) R.D. Gomez, T.V. Luu, A.O. Pak, K.J. Kirk, and J.N. Chapman, J. Appl. Phys., 85, 6163 (1999).
- 9) M. Takezawa, J. Yamasaki, T. Honda, and C. Kaido, J. Magn. Magn. Mater., 254-255, 167 (2003).
- 10) M. Takezawa, K. Kitajima, Y. Morimoto, J. Yamasaki, and C. Kaido, IEEE Trans. Magn., 42, 2790 (2006).
- 11) H. Miyata, Y. Morimoto, and M. Takezawa, J. Magn. Soc. Jpn., 38, 169 (2014).
- Z. Lei, T. Horiuchi, I. Sasaki, C. Kaido, M. Takezawa, S. Hata, Y. Horibe, T. Ogawa, and H. Era, J. Mag. Soc. Jpn., 40, 8 (2016).
- 13) C. Kaido and T. Wakisaka, IEEJ Trans. FM, 117, 685 (1997).

Basics of Power Electronics

Nobukazu Hoshi (Tokyo University of Science)

Power electronics is a technology that integrates mainly three fields which are devices, circuits, and control technologies. In power electronics technology, input power is converted to the output power form, which is expected by the load, by turning semiconductor switches on and off. The size, voltage, and capacity of power electronic applications are wide-ranging from large devices such as high voltage DC power transmission and frequency converters to small devices such as point-of-load (POL) converters mounted on a motherboard in a personal computer. The basic principle remains the same in any application, and power conversion is performed by turning the semiconductor switch on and off. Table 1 shows the types of power conversion circuits and typical examples of each circuit. Although the switch is schematically drawn in the figure, diodes, IGBTs (insulated gate bipolar transistors), and MOSFETs (metal-oxide-semiconductor field-effect transistors) are used in single or in combination.

The desired output is obtained in each circuit by controlling the switching period, duty ratio, and phase of switches. In addition, the switching period tends to be shorter, i.e., the switching frequency tends to be higher to reduce the size of the device and improve the quality of the output waveform.

Reference

1) Kawamura, et.al, "Introduction to Power Electronics (Revised Edition)", Corona Publishing Co. Ltd., (2022).





Magnetic properties expected of soft magnetic materials by motor designers

M. Hazeyama

(Advanced Technology R&D Center, Mitsubishi Electric Corporation, Amagasaki 661-8661, Japan)

Against the background of acceleration of worldwide decarbonization, it is predicted that there will be an acceleration of electrification, mainly in the automobile and aircraft fields in the future[1], and motors are attracting attention as a key part of this electrification. On the other hand, in terms of electric power demand across all industries in Japan, motors currently account for half of the total demand [2].

There are two main types of motors: induction motors(IM) and permanent magnet(PM) motors. The former is mainly driven at commercial frequencies (50 Hz and 60 Hz), while the latter is mainly driven by inverters capable of variable speed driving, and this is attracting attention as a motor for electrification. Therefore, it is necessary to consider the efficiency improvements in the motor based on the type and driving method of the motor. Therefore, in this lecture, we summarize the causes of motor loss according to the type of motor and the driving method and describe expectations for soft magnetic materials for each of the motor types.

Firstly, a schematic diagram of the loss breakdown of a commercial frequency-driven IM and an inverter-driven PM motor is shown in Figure 1. Figure 1 demonstrates the percentage of the total loss at 100 %. In the induction machine, primary copper loss mainly occurs in the stator conductor and secondary copper loss mainly occurs in the rotor conductor. In addition, the harmonic component of iron loss is also relatively high in inverter drives. Therefore, a different approach is required to improve the efficiency of each motor. Figure 2 shows the relationship between the magnetic properties of each motor ({ 1>B50) and the iron loss (W10/400). The overall demand for soft magnetic materials is high magnetic flux density and low iron loss.. However, as copper loss is the main cause of loss in commercial induction machines, the motor current can be reduced by increasing the magnetic flux density. In the case of permanent magnet motors for electrification, however, this is mainly iron loss, so materials that reduce iron loss are required.

Reference





Fig.1 Loss breakdown of a commercial frequency-driven IM and an inverter-driven PM motor



Fig.2 Relationship between magnetic properties of each motor

Recent trend in soft magnetic material for power electronics

I. Nakahata¹, K. Mori ²and H. Matsumoto¹

¹Materials Research Center, TDK Corporation, Narita 286-8588, Japan

² Magnetics business group, TDK Corporation, Narita 286-8588, Japan

Magnetic materials are roughly classified into both metallic magnetic materials and oxide magnetic materials by their composition. In addition, magnetic materials are also classified into both soft magnetic materials showing the smaller coercive force (Hc) and hard magnetic materials showing the large Hc in their magnetic properties. Ferrite materials are well known as typical oxide magnetic materials. Since OP magnet and CuZn ferrite core were invented by Kato and Takei in 1930's, various kinds of hard/soft ferrites have been developed and used in many applications.

Generally, as shown in Fig. 1, ferrite materials show the low saturation magnetic flux density compared to the silicon steel such as metallic soft magnetic materials. However, ferrite materials with a higher electrical resistivity exhibit the excellent magnetic characteristics in high frequency. From the above reason, soft ferrites have been widely used as the core of inductor and transformer for high frequency application, and new materials are continuously being developed to contribute for the advancement of the power electronics.

MnZn ferrites and NiCuZn ferrites are known as representative materials of soft ferrite.

However, suitable applications are different because these ferrites show different magnetic characteristics. For example, as shown in figure 2, appropriate operating frequency range for each ferrite is differed by their permeability range. In addition, even for only MnZn ferrite, there are various materials with different features such as the temperature dependency and the high frequency characteristic. Therefore, it is important to choose suitable materials for applications considering magnetic characteristics of each magnetic materials.

On the other hand, power electronics have been required to handle increasingly large power with small volume in recent years. Thereby, metallic soft magnetic materials with a high saturation magnetic flux density are attracting attention, and the material development of that is being actively advanced.

In the presentation, recent topics of the development of ferrite materials and metallic soft magnetic materials for power electronics will be reported.



Figure 1. The saturation magnetic flux density and appropriate frequency range for representative soft magnetic materials



Figure 2. Schematic image of relationship between initial permeability range of ferrites and its appropriate operating frequency range.¹⁾

Reference

1) T. Hiraga: Ferrite (in Japanese), p.89 (Maruzen, Tokyo, 1986)

CoFe₂O₄-フッ化物系ナノグラニュ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 CoFe₂O₄-fluoride nanogranular films Nobukiyo Kobayashi, Tadayoshi Iwasa, Kenji Iked, Ken-Ichi Arai (Research Institute for Electromagnetic Material, DENJIKEN)

<u>はじめに</u>

我々は、強磁性金属から成るナノ粒子が、フッ化物などの透光性セラミック中に分散した微細構造を有す るナノグラニュラー膜において、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が得 られることを明らかにした⁽¹⁾。ナノグラニュラー膜は、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、ナノグラニュラー膜は、膜中に磁性金属から成るグラニュールを含むために、透過光が膜中の金 属に吸収され光透過率が減少する。本研究では、光透過率の高いナノグラニュラー膜を得ることを目的とし、 グラニュールが酸化物磁性体である CoFe₂O₄フェライトから成るナノグラニュールの作製を試み、その光透 過特性とファラデー効果を検討した。

<u>実験方法</u>

薄膜試料は、RFスパッタ装置を用いタンデム法によって作製した。 2つのターゲットホルダーの一方に、FeCo合金ターゲット(76 mm φ)、 他方に CaF₂もしくは BaF₂(76 mm φ)のフッ化物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~ 700℃に設定し、成膜後には希薄な酸素雰囲気にて 400~800℃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(XRD)を用いた。

<u>結果</u>

Fig.1 には、700℃に加熱した基板上に作製した Fe44Co32Ba13F11 膜に ついて、成膜状態とガス圧 30mTorr の Ar+1%O2 ガス中で 600℃に加熱 後の、光透過率の波長依存性を示す。成膜状態ではほとんど光を通さ ないが、希薄な酸素中の熱処理によって、透過率は大幅に大きくなっ ていることが分かる。Fig.2 には、Fig.1 に示した熱処理後のファラデ ーループを示す。ループは760、1550nm で反転しており、膜はナノグ ラニュラー構造であることが示唆される。また、XRD の結果から、 熱処理後では膜中に CoFe2O4 ナノ粒子が存在することが分かった。



Fig.1 Wavelength dependence of transmittance in $Fe_{44}Co_{32}Ba_{13}F_{11}$ film as deposited state and after annealing in $Ar + 1 \%O_2$.



Fig.2 Faraday loops of Fe₄₄Co₃₂Ba₁₃F₁₁ film after annealing in Ar + 1 %O₂.

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 JP20H02468、JP20K03843、JST-CREST JPMJCR19T1 の助成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)

等方性 Co-MgF2 グラニュラー膜の作製と磁気光学特性

宮本光教*、久保利哉*、須江聡*,**、曽根原誠**、佐藤敏郎** (*シチズンファインデバイス、**信州大学)

Fabrication of isotropic Co-MgF2 granular films and their magneto-optical properties.

M. Miyamoto, T. Kubo, S. Sue, M. Sonehara, T. Sato

(*Citizen Finedevice Co.,Ltd., Shinshu University)

<u>はじめに</u>

近年,省エネルギーや脱炭素社会の構築が望まれ,電子機器の高効率化が求められている。特にパワエレ 機器はSiC/GaNパワー半導体の普及により高周波化・小型化が進み、機器内部に流れる高周波電流を正確且 つ*in-situ*計測したいという要求が高まっている。著者らが提案するファラデー効果を利用した光プローブ電 流センサ¹⁾は、これらの要求を満たすことが可能である。本センサの磁界感応素子に用いるグラニュラー膜 は磁気共鳴周波数が数百 MHz~GHz 帯にあり、広帯域で動作が期待できる材料²⁾であるが、外部磁界に対す る感度は十分ではない。本実験では、外部磁界に対する感度向上を目指し、膜面内および膜垂直方向に対し て三次元的に等方性のグラニュラー膜を作製し、その磁気光学特性を測定し性能評価した。

<u>実験方法</u>

共蒸着法により Co と MgF₂を別々の蒸発源から 蒸発させ、ガラス基板 (SCHOTT 製: D263Teco) 上にグラニュラー膜を成膜した。成膜中のガラス 基板温度は 450 ℃とし、Co と MgF₂の体積比率を Co: MgF₂ = 1:2、1:3、1:4 に制御し、およそ 1~2 μ m の厚さになるように成膜した。作製した試料は TEM 像から Co ナノ粒子の分散状態観察を行い、 膜面内および膜垂直方向の磁化曲線から異方性 を評価した。また、波長 1550 nm における透過率 とファラデー効果の測定値から、ファラデー素子 としての性能指数を求めた。

実験結果

これまでの研究で、共蒸着法で作製される Co-MgF2グラニュラー膜は、Co濃度が高いほど、 高温で成膜するほど Coナノ粒子径が増大し、超



Fig. 1. Magnetization curves and faraday-loop of $Co-MgF_2$ granular film deposited at 450 °C, volume ratio of 1:4.

常磁性から強磁性的な性質に変化することが分かっている。また、粒子間距離が近いほどナノ粒子間の磁気 双極子相互作用が強く、ファラデー効果が増加し、透過率が低下する傾向がある。相互作用が強く働く場合、 得られる膜は反磁界の影響で形状磁気異方性を有し、膜面内方向が磁化容易軸、膜垂直方向が磁化困難軸に なる。Fig.1に、体積比 Co: MgF₂=1:4 で作製した試料の磁化曲線とファラデーループを示す。この結果か ら膜面内および膜垂直方向に対して等方性であることを確認した。これは、Co ナノ粒子同士の粒子間距離が 十分に離れたことで、Co ナノ粒子が磁気的に孤立したことが要因と考えられる。この影響で、透過率と低磁 界におけるファラデー効果が向上し、ファラデー素子としての性能指数が向上することを確認した。

参考文献

- M. Miyamoto, T. Kubo, Y. Fujishiro, K. Shiota, M. Sonehara and T. Sato: *IEEE Trans. Magn.*, 54, 11, #2501205, 2018.
- 2) Y. Shimada: IEEJ Journal, 4, 2, pp.93-100, 2009.

蛋白質 PfV 結晶中に合成した超常磁性 Co-Pt ナノ粒子の交流帯磁率

田形翔¹,神田大輔¹,小林直登¹,市川 聡²,岸田憲明¹,

東浦彰史³,中谷亮一^{1,4,5},中川敦史⁶,白土 優^{1,4,5}

(1大阪大学大学院工学研究科,2大阪大学超高圧電子顕微鏡センター,3広島大学医学系研究科

4 大阪大学 CSRN, 5 大阪大学先導的学際研究機構, 6 大阪大学蛋白質研究所)

AC magnetic susceptibility of superparamagnetic Co-Pt nanoparticles synthesized in *Pyrococcus furiosus* virus-like particle crystal

Kakeru Tagata¹, Daisuke Kanda¹, Naoto Kobayashi¹, Satoshi Ichikawa², Noriaki Kishida¹,

Akifumi Higashiura³, Ryoichi Nakatani^{1,4,5}, Atsushi Nakagawa⁶, and Yu Shiratsuchi^{1,4,5}

(1 Grad. Sch. Eng., Osaka Univ. 2 UHVEM, Osaka Univ. 3 Grad. Sch. Med., Hiroshima Univ. 4 CSRN, Osaka Univ. 5 OTRI, Osaka Univ., 6. Institute for Protein Research, Osaka Univ.)

はじめに 磁性ナノ粒子を 3 次元に規則配列させた構造体は,その粒子間の距離やサイズを制御することで強磁性共鳴周波数を制御することが期待されている.我々は,ナノ構造体のテンプレートとして蛋 白質 *Pyrococcus furiosus* virus-like particle(PfV)の結晶を用いた研究を進めている.本研究では,PfV 結 晶中に合成した Co-Pt 超常磁性ナノ粒子の交流帯磁率測定を基に,粒子間相互作用を検討した結果について報告する.

実験方法 PfV および PfV 結晶の作製方法, PfV 結晶への磁性ナノ粒子の合成方法については, 我々の既報 [1]を参照されたい. PfV 結晶中に合成した Co-Pt ナノ粒子の構造評価には透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた. PfV 結晶に合成させた Co-Pt ナノ粒子に対して交流帯磁率測定を行った. 交流磁場の測定周波数は 100 から 10000 Hz へと変化させた. 測定温度は 10~300 K とした. 交流帯磁率測定には, PPMS を用いた.

実験結果 合成濃度を 33.3 mM とした場合,ナノ粒子が凝集 した.これに対して,合成濃度を 5.55 mM まで低下させると, 孤立したナノ粒子が形成された.図1に,合成濃度を 5.55 mM として作製した Co-Pt ナノ粒子の交流帯磁率の温度依存性を示 す.交流帯磁率は温度変化に対してピークを示した.ピーク温度 は,交流磁場の周波数に対して指数関数的に上昇し,緩和時間 $\tau = \tau_0 \exp(K_u V/k_B T)$ で表される磁気緩和機構で記述できること が分かる.また,ナノ粒子間の磁気的相互作用の評価指標として、 周波数 50 Hz における Δ T/ TΔ(log f) を用いたところ,合成濃 度により Δ T/ TΔ(log f)が小さくなり,粒子間の相互作用の上昇



図1 合成濃度を11.1 mM とした Co-Pt ナノ粒子の交流帯磁率の温度依存性.

が示唆される. TEM による構造評価結果と比較すると、合成濃度を 33.3 mM としたナノ粒子は、凝集 により単一粒子のように振る舞うため粒子間相互作用が小さく、合成濃度を 5.55 mM とした場合には孤 立粒子が形成されるため、粒子間相互作用が上昇したものと考えられる.

[1] M. Taniguchi, K. Tagata, Y. Shiratsuchi et al., J. Phys. Chem. Solid, accepted.

数珠状 Fe-B アモルファス微粒子の高周波磁気特性

村田啓太, 宮崎孝道, 青木英恵, 増本博, 遠藤恭(東北大) Study on High-frequency Magnetic Properties of Amorphous Fe-B Chain Particles K. Murata, T. Miyazaki, H. Aoki, H. Masumoto, Y. Endo (Tohoku Univ.)

はじめに

5G およびポスト 5G といった携帯端末の高周波化にともない,不要輻射によるデバイス間・内での 電磁干渉が問題となっている.この問題を解決するために,新たな電磁ノイズ抑制シート(NSS)の 創製に向けた磁性材料の研究開発が盛んに行われている.我々の研究グループでは,分散した球形 状のアモルファス Fe-B 微粒子に着目し,その高周波磁気特性を検討してきた.その結果,1-3 GHz の周波数帯において強磁性共鳴が観測され,磁気損失が 0.5-10 GHz と幅広い周波数帯に及ぶもの の,磁気損失が反磁界の影響により低いことが課題であることを報告した¹⁾.本研究では,この課 題を解決して磁気損失の更なる向上を目指して,球形微粒子を数珠状に配列させたアモルファス Fe-B 微粒子を合成し,それらの高周波磁気特性について検討した.

実験方法

微粒子の合成には、磁界中で Fe 系水溶液(前駆体)中に B 系水溶液(還元剤)を滴下しながら攪 拌させて微粒子を析出させる水溶液還元法を用いた.なお、微粒子合成時の磁界印加時間は 0-90 min の範囲で変化させた.また、磁気特性評価用として、合成した微粒子を樹脂に分散させた状態 で、3 kOe の外部磁界中で一方向に配向させたコンポジット材を合成した.

合成した試料の構造評価には SEM と TEM を用いた. SEM 像からわかるように,合成した微粒 子の形状は主に球状微粒子がつながって数珠状となった.磁気特性評価用に合成したコンポジット 材に関しては,外部磁界印加方向に配向した.また,合成した試料の磁気特性評価には,VSM,短 絡型マイクロストリップ線路と VNA を組み合わせた複素透磁率測定法を用いた.

結果および考察

数珠状 Fe-B 微粒子コンポジット材と球形 Fe-B 微粒子コンポ ジット材における複素透磁率の周波数特性を FIG.1 に示す.透 磁率の実部に関しては、微粒子合成時の磁界印加時間に依存せ ず、いずれも増加した.これらは磁界配向方向での反磁界の減 少によるものである.また、得られた透磁率の実部の値とコン ポジットの充填率を Bruggeman による式²⁾に代入して固有透磁 率の値を算出すると、数珠状の場合には およそ 33 となり、球 形の場合に比べて 3.5 倍程度高くなった.また、透磁率の虚部 に関しては、1-3 GHz において強磁性共鳴に由来するピーク が観測され、ピーク値は磁界配向させると反磁界の減少によ り増加した.さらに、ピーク周波数に関しては、数珠状微粒子 の数の増加にともない低下する傾向を示した.充填率の増加, 鎖状粒子を均一に形成・配向させることにより、更なる透磁率 の増加が可能であるものと考えられる.以上の結果から、数珠



FIG. 1. Frequency dependence of complex permeability for amorphous Fe-B particle composites. Solid lines and dotted lines represent the results of Fe-B chain particles and those of Fe-B spherical particles, respectively.

状 Fe-B アモルファス微粒子は新規 NSS を構成する材料候補の一つとして期待できる.

謝辞

本研究の一部は, JSPS 科研費 JP19K21952 の助成, 文科省革新的パワーエレクトロニクス創出基盤 技術研究開発事業 JPJ009777, 東北大学 CIES, 東北大学 CSIS の支援のもとで行われました.

参考文献 1) KM et al., T. Magn. Soc. Jpn, (Special Issues), 5, 1 (2021)., 2) D.A.G. Bruggeman, Annalen der Physik., 416, 636 (1935).

微結晶化した Fe-Ga-C 膜における磁気特性の膜厚依存性

村松省吾, 宮崎孝道, 遠藤恭(東北大)

Thickness Dependence of High-frequency Magnetic Properties for Fe-Ga-C films with Fine Crystalline Shogo Muramatsu, Takamichi Miyazaki, Yasushi Endo (Tohoku Univ.)

はじめに 新規高周波磁気デバイスへの応用を目指して,巨大な飽和磁歪を有する Fe-Ga 合金薄膜の研究開 発が行われている.これまでに,我々のグループでは,軽元素を添加した Fe-Ga 多結晶薄膜における構造と 磁気特性の軽元素組成による変化について検討してきた.その結果,軽元素を10 at.%以上 Fe-Ga 多結晶膜に 添加すると,それらの結晶構造に関してはアモルファスもしくは微細化し,また磁気特性に関しては保磁力 とダンピング定数が低くなることを報告した¹⁾.その一方で,10 at.%以上の軽元素添加により Fe-Ga 多結晶 膜における磁気特性の膜厚による変化については十分に検討されていない.本研究では,軽元素として C を 選択し,微結晶化する Fe-Ga (Fe-Ga-C)薄膜における磁気特性の膜厚依存性について検討・議論する.

実験方法 試料作製には DC マグネトロンスパッタリングを用いた.作製した試料の構成はガラス基板上に 製膜した 5-100 nm 厚の(Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{84.5}C_{15.5} (Fe-Ga-C) 薄膜である.なお,試料の組成に関しては, EPMA と VSM 測定より決定した飽和磁化値とから算出した.

作製した試料の構造に関しては, XRD, TEM, AFM を用いて評価した. なお, XRD パターンおよび TEM 観察の結果から, 作製した試料は膜厚に関係なく, いずれも微結晶状態となった. また, それらの磁気特性 に関しては, VSM, 高感度薄膜磁歪測定法(光てこ法), ブロードバンド強磁性共鳴(B-FMR)測定法を用 いて評価した.

結果および考察 FIG. 1 は Fe-Ga-C 薄膜における容易軸方向の保磁力(H_c), 飽和磁歪(λ_c)と有効面内ダンピン グ定数(α_{eff})の膜厚依存性である. H_c は膜厚の増加にとともに緩やかに増加した. また, これらの値はおよそ 5~20 Oe 程度となり, Fe-Ga 多結晶膜(50 Oe)²⁾の場合に比べて十分に低くなった. λ_c 値は膜厚の増加とともに 15 から 65 ppm まで増加し, 30 nm 以上の膜厚領域ではおよそ 55 ppm 程度とほぼ一定となった. 20 nm 以上 の膜厚領域における λ_c 値は Fe-Ga 多結晶膜(55 ppm)²⁾とほぼ同程度であった. α_{eff} は膜厚の増加とともに 0.02 から 0.006 へ減少し, 30 nm 以上の膜厚領域ではおよそ 0.01 で一定となった. この挙動は λ_c の膜厚による変 化と類似している. また, いずれの α_{eff} 値も Fe-Ga 多結晶膜(0.04)²⁾と比べて低く, 異方性分散等の磁気的不均 一性が抑制されたことによるものと考えられる. これらの結果から, 微結晶化した Fe-Ga-C 多結晶膜では膜 厚に関係なく磁気特性を向上させることが可能であることを示唆している.

謝辞本研究の一部は、東北大学 CIES、東北大学 CSIS および ASRC の支援のもとで行われました.

参考文献 1) 遠藤恭, マグネティックス研究会資料, MAG-20-111 (2020)., 2) 川辺泰之ら, T. Magn. Soc. Jpn, (Special Issues), 3, 34-38 (2019).



FIG. 1. Change in coercivity (H_c), saturation magnetostricion (λ_s), and effective damping constant (α_{eff}) of Fe-Ga-C film with film thickness.

スキルミオンに対する移動エントロピーとその緩和時間の評価

森弘樹¹、後藤穣^{1,2}、石川諒³、三木颯馬¹、野村光^{1,2}、鈴木義茂^{1,2} (大阪大学¹、大阪大学 CSRN²、アルバック協働研³) Evaluation of transfer entropy and its relaxation time for skyrmions H.Mori¹, M.Goto^{1,2}, R.Ishikawa³, S.Miki¹, H.Nomura^{1,2}, Y.Suzuki^{1,2} (Osaka Univ.¹, CSRN-Osaka², ULVAC, Inc.³)

<u>はじめに</u>

近年、ブラウニアン計算機や確率 bit (p-bit)デバイスのようにランダム性や確率的な特性を利用した計算機の研究が進められている。これらの系では情報が伝搬する様子が必ずしも明瞭ではないため、それらの定量評価が重要である。そこで、我々は移動エントロピー¹⁾に着目した。移動エントロピーは2つの確率的な時系列データ間の情報の伝搬を表す。さらに、その緩和時間から情報が保持される時間を評価できる。このような確率的なふるまいを固体中かつ室温で観察できる系の一つにスキルミオンがある。スキルミオンはトポロジカルに安定な粒子状のスピン構造である。さらに、スキルミオン同士が持つ斥力相互作用を利用し、多数のスキルミオンを用いた演算や情報伝達の実現が期待されている。本研究では、正方形の箱に閉じ込めた2つのスキルミオンのブラウン運動の様子から移動エントロピーとその緩和時間を評価した。

<u>解析方法</u>

サンプル構造は SiO₂ 基板|Ta (5.0 nm)|Co₁₆Fe₆₄B₂₀ (1.26 nm)|Ta (0.23 nm)|MgO (1.5 nm)|SiO₂ (3.0 nm)である。さらに正方形のパターンで SiO₂ (0.5 nm)を追加成膜すると、パターンの形にスキルミオンが閉じ込めら れる²⁾。Fig.1 は磁気光学カー効果顕微鏡にて観察した、箱に閉じ込め られた 2 つのスキルミオンである。黄線はブラウン運動するスキルミ オン A の位置の軌跡を表す。この軌跡を 2 値の時系列データとして用 い、得られた確率分布から移動エントロピーを評価した。

解析結果

Fig.2 は時間経過に対する移動エントロピーを片対数表示した図で

ある。桃点(青点)は、n - jステップ目のスキル ミオンA(B)からnステップ目のスキルミオンB に流れた移動エントロピーを表す。 a_{n-j} (b_{n-j}) はスキルミオンA(B)の位置の確率変数を、n,jは離散時間を表す。茶点は相関の無い2つの乱 数列から求めた移動エントロピーを表し、雑音 等価信号に相当する。 $b_{n-j} \rightarrow b_n$ の移動エント ロピーは時間経過と共に減衰し、一方、 $a_{n-j} \rightarrow$ b_n の移動エントロピーはピークを持つ。これは 情報伝達にかかる時間遅れを表現している。ま た、各結果に対する移動エントロピーの緩和時 間は1秒程度のオーダーであり、スキルミオン が情報を保持できる時間がわかった。本研究は JSPS 科研費 JP20H05666 と JST、CREST、 JPMJCR20C1の助成を受けた物である。

参考文献

1) T. Schreiber, Phys. Rev. Lett. 85, 461 (2000)

Fig.1, The moving trajectory

of skyrmion A

Skyrmion



Fig.2, The transfer entropy between skyrmion A and skyrmion B

2) Y. Jibiki et al., Appl. Phys. Lett. 117, 082402 (2020)

傾斜電界によるスキルミオンの分布と運動の制御

石川諒、後藤穣*、野村光*、鈴木義茂* (アルバック協働研、*阪大基礎工、*阪大 CSRN) Control of distribution and motion of skyrmions by sloped electric field R. Ishikawa, *M. Goto, *H. Nomura, *Y. Suzuki (ULVAC Inc., *Osaka Univ., *CSRN-Osaka)

<u>研究背景</u>

スキルミオンはトポロジカルに保護された磁極粒子であり、固体中に安定に存在する^{1,2)}。スキルミオンは 次世代の情報担体としての応用が期待されており、スキルミオンを利用したレーストラックメモリ³⁾やロジ ック⁴⁾が提案されている。これらの応用とは別に、スキルミオンが固体中でブラウン運動する性質を利用し た確率的計算や省エネルギー計算といった応用も提案されている。我々のグループでは磁性連続膜上でスキ ルミオンを任意の位置に閉じ込める回路⁵⁾やブラウン運動するスキルミオン間の反発的な相互作用を利用し たセルラーオートマトン型素子⁶⁾などをこれまでに開発してきた。ブラウン運動するスキルミオンを利用し た計算機において、情報の入力部分にはスキルミオンの運動を外部から制御する方法が必要である。本研究 では、スキルミオンが生じる接合上に配置した電極に電流を流し、電極内の電圧降下により傾斜した電界を 生じさせることでスキルミオンを外部から制御する手法を実験的に検討した。

実験方法

スパッタリング法により Ta/CoFeB/Ta/MgO/SiO₂ 接合を作製した。この接合に追加で SiO₂ を 50 nm 成膜し、 その上に電極を形成した。Fig.1 に示すように電極は 100 nm の厚い Ru 層と 2 nm の薄い Ru 層から成る。面 内方向に電流を流すとき、二つの電極間には電位差が生じている。この電位差により、傾斜した電界が形成 される⁷⁾。2 つの電極間に電圧をかけながら 2 nm の Ru 電極下の磁気構造を磁気光学カー効果(MOKE)顕微鏡 により観察することで、傾斜電界下における磁壁構造およびスキルミオンの分布と運動について調べた。

<u>実験結果</u>

Fig. 2 はスキルミオンの運動を MOKE 顕微鏡により観察した像である。Fig. 2(a)は電圧をかける前の像であ り、スキルミオンは等方的に分布している。Fig. 2(b)、(c)および(d)はそれぞれ、シグナル(s)側に+5.5 V の電 圧をかけてから 0.5 秒、1.5 秒および 5.0 秒後の像である。スキルミオンの分布は徐々に右側に偏っていき、 5.0 秒後には観察視野内にスキルミオンはほぼ存在しなくなっている。これは、傾斜した電圧により垂直磁気 異方性の傾斜が形成されることで、スキルミオンが安定して存在する領域が変化すると同時に、垂直磁気異 方性の傾斜に沿ってスキルミオンがブラウン運動により移動しているためであると考えられる。電圧の極性 を切り替える実験等を含めて講演当日は報告する。

本研究は、JSPS 科研費 20H05666、及び JST、CREST、JPMJCR20C1 の助成を受けたものである。

参考文献

- 1) T. H. R. Skyrme, Nucl. Phys. **31**, 556 (1962)
- 3) A. Fert, *et al.*, Nat. Nanotechnol. **8**(3), 152 (2013).
- 5) Y. Jibiki, et al., Appl. Phys. Lett. 117, 082402 (2020)
- 7) H. Kakizakai et al., Jpn. J. Appl. Phys. 56 050305 (2017)



Fig. 1(a) Cross sectional view and (b) top view of sample configuration (c) Optical microscope image of the sample

- 2) U. K. Rößler, et al., Nature 442, 797 (2006)
- 4) X. Zhang, et al., Sci. Rep. 5, 9400 (2015).
- 6) R. Ishikawa, et al., Appl. Phys. Lett. 119, 072402 (2021)



Fig. 2 MOKE microscope images of the sample with applying (a)0V or (b)–(d) +5.5 V

(b), (c) and (d) show MOKE images 0.5 s, 1.5 s and 5.0 s after applying +5.5 V respectively.

Observed region is indicated by dashed square in Fig. 1(c).

磁気スキルミオンのブラウン運動を用いた 同期回路素子のシミュレーション

 三木颯馬、石川諒*、田村英一、野村光、後藤穣、鈴木義茂 (阪大基礎工、阪大 CSRN、*アルバック協働研)
Micromagnetic simulation of the conservative-join circuit operated by the Brownian motion of skyrmions
S. Miki, R. Ishikawa*, E. Tamura, H. Nomura, M. Goto, Y. Suzuki (Osaka Univ., CSRN-Osaka, *ULVAC, Inc.)

はじめに

磁性薄膜中に発現する磁気スキルミオンはトポロジカルに安定なスピン構造で粒子としてふるまい、電流 やエネルギー勾配、熱揺動などで駆動できることから磁気メモリや確率計算機などへの応用が期待されてい る。スキルミオンは固体中でありながら液体中同様のブラウン運動をすることから、我々はスキルミオンを トークンとしたブラウニアン計算機¹⁾への応用を目指している。このブラウニアン計算に必要な3つの回路 素子のうち Hub と Ratchet の2つに対しては既にその動作を確認した^{2,3)}。しかしながら2つの同時入力に対 し2つの出力を行う同期回路素子の Conservative-join (C-join)は実証されていない。本研究ではスキルミオン を用いたブラウニアン計算機の実現に向けて、マイクロマグネティックシミュレーションによる C-join 回路 の動作確認を目的とする。

シミュレーション方法

シミュレーションは室温(300K)を仮定して行う。磁気異方性エネルギー障壁によって描かれた回路中に スキルミオンを閉じ込め^{2,3}、回路中に小さなエネルギー差(ポケット)を導入してスキルミオンの運動をコ ントロールする、Fig. 1(a)。出力となるスキルミオンを待機させるため出力回路に浅いエネルギーポケットを 設定し、さらにスキルミオン間に働く反発相互作用を大きくし待機させたスキルミオンが発出できるよう入 力ポケットのエネルギーを調節する。

シミュレーション結果

Fig. 1(b)は 130 ns 経過後のシミュレーション結果である。入力を担う2つのスキルミオンがブラウン運動に より回路を探索した後、エネルギーポケットに落ち、入力スキルミオンが膨張する。その後待機している2 つのスキルミオンが入力スキルミオンとの反発相互作用によりエネルギーポケットから発出される。発出さ れた後、入力スキルミオンを電圧印加により消去し、回路を初期化する。また、入力スキルミオンが1つの 場合では反発相互作用が小さいために、待機しているスキルミオンは発出されないことを確認した。本発表 では実験における、本素子を実現するために必要な要素技術についても議論する。本研究は株式会社アルバ

ック、JSPS 科研費 20H05666、 及び JST、CREST、JPMJCR20C1 の助成を受けたものである。

参考文献

- 1) J. Lee, and F. Peper, ACRI, Ascoli Piceno (2010)
- Y. Jibiki, <u>S. Miki</u>, et al. Appl. Phys. Lett. **117**, 082402 (2020)
- 3) <u>S. Miki</u>, *et al.* JSAP Spring meeting, Kanagawa (2022).





講演取消

絶縁性強磁性体を用いた磁気層間結合の電圧制御

日高 温志、柳原 英人

(筑波大学)

Voltage control of magnetic interlayer coupling using insulating ferromagnets

Atsushi Hidaka¹, and Hideto Yanagihara¹

(University of Tsukuba)

【背景】

磁気層間結合(IEC)の電圧制御(VCIEC)は、これまでに様々な試みがなされているものの未 だ明確な実証に至っていない[1]。強磁性金属薄膜の IEC が一般的であるが、絶縁性強磁性 体を用いた系では容易に大きな電圧を印加することができるため、我々は VCIEC を検証す る系として負の IEC が確認されている Fe/Co_{0.75}Fe_{2.25}O₄(CFO)/MgO(001)[2]に電圧印加する ことを考えている。CFO の下部電極層には、逆位相境界の発生を抑えるためスピネル構造 を有し、かつ CFO に適切な歪を導入するために MgO (*a* = 4.212Å)との格子不整合が小さい ものが望ましい[3]。導電性スピネル型酸化物のなかで、我々はCoV₂O₄(CVO)について着目し た。CVO は室温で 65 mΩcm であり、その格子定数は 8.407 Å[4]であることから、上記の系 の下部電極層として期待できる。そこで本研究では Fe/CFO/CVO/MgO(001)における VCIEC の測定を目指し、IEC の結合強度評価を試みた。

【実験・結果】

試料構造は Pt(2 nm)/Fe(1 nm)/CFO(30 nm)/NiO(0, 5 nm)/ CVO(50 nm)/MgO(001)とした。NiO 層は CVO の過酸化を防ぐ ための緩衝層として挿入した。CFO, NiO, CVO は反応性 RF マグネトロンスパッタリング法、Fe, Pt は DC スパッタリング 法によりそれぞれ作製した。作製した積層膜に対して XRD に よる結晶構造解析、VSM による磁気特性評価を行った。

図1に CFO/NiO/CVO/MgO(001)に対する面内方向の XRD 結果を示す。74°付近に1つのピークのみ観測されたことか ら、CVO, CFO にはいずれも引っ張り歪みが生じ、面内の格 子定数が MgO 基板に拘束されていることが示唆される。図2 に同試料の M-H 曲線を示す。この結果から、作製された膜は CFO 単層と同様に PMA を示すことが分かり、NiO/CVO 挿入 に伴う CFO の磁気特性への影響は小さいことが確認できる。 講演では IEC の結合強度評価など詳細な実験結果について議 論する。



Fig.1 X-ray diffraction patterns of the films.



【参考文献】

- [1] D. Zhang, et.al., Nano. Lett. 22, 622-629 (2022) [2] H. Koizumi et.al., AIP Adv. 10, 015108 (2020)
- [3] A. Kismarahardja, et al., Phys. Rev. Lett. 106, 056602 (2011)
- [4] S. Mesoraca, et.al., J. Phys.:Condens. Matter. 30, 015804 (2018)

06pB - 1

電圧制御磁気異方性測定に向けた Fe/NiO(001)薄膜の作製

嶋山潤、日高温志、柳原英人 (筑波大学)

Fabrication of Fe/NiO(001) thin films for voltage-controlled magnetic anisotropy measurements.

J. Shimayama, A. Hidaka, and H. Yanagihara

(Univ. of Tsukuba)

はじめに

スピントロニクスデバイスの低消費電力化を実現しうる新たな界面現象として、電圧制御磁気異方性 (VCMA) が報告されている[1]が、電圧印加時の磁気異方性の変化効率(単位電界あたりの異方性エネルギー 変化量)の低さが課題として挙げられている。実用的には少なくとも 300 fJ/Vm 以上が必要とされているが、 これまでに多くの研究が行われている Fe/MgO 構造や CoFeB/MgO 構造の変化効率は 100 fJ/Vm に留まってお り[2]、より大きな変化効率を示す材料が求められている。そこで、最近本研究グループによって垂直磁気異 方性の発現が確認された Fe/NiO(001)界面に着目し、NiO(001)上の Fe 極薄膜における磁気異方性の電圧制御 の検証を目指している。電圧印加に向けて、下部電極層には基板である MgO と格子ミスマッチが小さく、導 電性を示すスピネル型酸化物である CoV₂O₄(CVO)に注目した。本研究では、下部電極層に CVO を用いた Fe/NiO(001)薄膜を作製し、結晶構造および磁気特性について検討した。

(b) In-plane direction

実験方法

CVO 薄膜を MgO(001)基板上に Co と V の金属ターゲットを用いた 2 元同時反応 性 RF マグネトロンスパッタリング法によ り作製した。その後、CVO(50 nm)/MgO 薄 膜上に Cr cap(2 nm)/Fe(0.6 nm)/NiO(10 nm) 多層膜を成膜し、X 線回折法(XRD)により 結晶構造解析、振動試料型磁力計(VSM)に より試料の磁化過程を評価した。Cr cap 層 成膜後、Fe 層の平坦化をするために 450°C で 1 時間の熱処理を施した。



実験結果

Fig.1(a)に多層膜試料の膜面垂直方向の XRD、(b)に膜面内方向の XRD の結果を示す。(a)から CVO の膜面垂直方向の格子定数が小さく なっていることがわかった。一方、(b)ではピークが一つしか現れなか ったことから、膜面内方向の格子定数が MgO 基板に拘束されている ことが確認された。

次に、Fig.2 に多層膜試料の VSM の結果を示す。膜面垂直方向に 磁場を印加した際にすぐに飽和していることから、膜面垂直方向に磁 化容易軸を持つことが確認された。このことから、CVO を下部電極層 として用いることで、垂直磁化膜である Fe/NiO(001)薄膜に電圧印加 が可能になることが示唆される。講演では試料作製条件や電圧印加に 向けた詳細な実験結果について報告する。



Fig.2 Magnetic hysteresis loop of multilayer sample.

<u>参考文献</u>

[1] T. Maruyama, et al., Nat. Nanotechnol., 4, 158 (2009).

[2] W. Skowronski, et al., Appl. Phys. Exp., 8, 053003 (2015).

水素吸蔵による CoPd 合金薄膜の磁気特性変調

河野佑二¹、小嶋隆幸²、宮町俊生¹、水口将輝¹ (¹名古屋大、²信州大)

Modulation of magnetic properties of CoPd alloy thin films by hydrogen absorption Yuji Kono¹, Takayuki Kojima², Toshio Miyamachi¹, Masaki Mizuguchi¹ (Nagoya Univ.¹, Shinshu Univ.¹)

<u>はじめに</u>

パラジウム、白金、ロジウムなどの貴金属はアルケンの水素化反応に優れた触媒作用を示すこ とが知られている。これまでの研究でもこの性質を利用した水素センサーを開発しようという 試みはなされてきたが、水素吸収によるパラジウムの体積の変化を利用したものが多く、パラジ ウムの磁化過程を利用した水素センサーに関する報告はあまりない。そこで、本研究では強磁性 体の磁化変化を用いた水素センサーの開発を目的として、CoPd 合金薄膜を用い、その水素吸着 による磁気特性の変調を目指した。

<u>実験方法</u>

スパッタリング法により、熱酸化膜付き Si 基板上に CoPd 合金薄膜を成膜した。Co は DC マ グネトロン方式で、Pd は RF マグネトロン方式でスパッタし、それぞれのターゲットに印加す るパワーを調整することにより、組成を変化させた試料を室温で作製した。Co:Pd=65:35、Co:Pd = 70:30、Co:Pd = 75:25 の組成となるように作製した。試料の結晶構造を X 線回折 (XRD) によ り調べた。アルゴンに水素を 3%混合したガスを試料に暴露することにより、水素吸着処理を行 った。作製後および水素吸着後の試料の磁気特性を、振動試料型磁力計 (VSM) により測定した。 また、それぞれの試料の電気抵抗も測定し、水素吸着が CoPd の物性に与える影響を調査した。

結果

VSM による磁気特性の評価の結果、全ての組成の試料 で水素吸着処理をした試料としていない試料の間で磁化 曲線に差異が見られた。図1に、Co:Pd=70:30の組成比を 有する試料の磁化曲緯線を示す。飽和磁化および保磁力の 大きさは、水素を吸着した試料で大幅に減少した。この結 果から、水素の吸着により CoPd 合金の磁気状態が変化し たことが示唆され、同合金の水素センサーへの応用に向け た手がかりが得られた。講演では、水素吸着による結晶構 造の変化や、電気伝導特性などについても詳細に議論す る。

謝辞

本研究の一部は、名古屋大学未来材料・システム研究 所の2022年度共同利用・共同研究による助成を受けて行 われた。



Fig. 1 Magnetization of a CoPd thin film (Co:Pd = 70:30) as a function of magnetic field before and after H₂-absorption.

参考文献

[1] Jaw-Yeu Liang et al., Appl. Phys. Lett., 111, 023503 (2017).

MgO/CoFe/Pt 積層膜の磁気異方性とダンピング定数の 熱処理による変化

小西愉真,加藤剛志,大島大輝 (名古屋大)

Effect of annealing on magnetic anisotropy and damping constant of MgO/CoFe/Pt trilayer films

Y. Konishi, T. Kato, D. Oshima

(Nagoya Univ.)

<u>はじめに</u>

磁気ランダムアクセスメモリ(MRAM)は、不揮発性、高速書き込み、高い書き換え耐性といった特徴を有 し、DRAMを置き換えるユニバーサルメモリとして期待されているが、書き込み時の消費電力の低減が課題 となっている。電圧トルク磁化反転¹⁾は、電界印加時の磁性薄膜の磁気特性変化を利用した磁化反転方式で、 現在主流であるスピン移行トルク(STT)磁化反転と比べて大幅に消費電力を低減できると注目されている。電 圧トルク磁化反転は磁化の歳差運動を利用した反転方式であり、安定した書き込みの実現には磁性膜のダン ピング定数が重要であると報告されている²⁾。本研究では、垂直磁気異方性を示す MgO/CoFe/Pt 積層膜の磁 気異方性とダンピング定数の CoFe 層厚およびアニールによる変化を、時間分解磁気光学 Kerr 効果(TRMOKE) を用いて調べた。

<u>実験方法</u>

RF マグネトロンスパッタリング装置を用いて,SiN(50 nm)/MgO(10 nm)/Co₈₀Fe₂₀(0.8~1.2 nm)/Pt(3 nm)/Ta(10 nm)/熱酸化膜付きSi基板 を成膜した。また,真空アニール装置を用いて同サンプルを200°C, 300°Cで熱処理した。熱処理時間は30 min とした。積層膜の実効異方 性磁界 H_{keff} は,交番磁界勾配型磁力計(AGM)により測定したM-Hル ープより算出した。また,ダンピング定数評価のためのTRMOKEで は、中心波長1040 nm,パルス幅500 fsec.,繰り返し周波数100 kHz のファイバーレーザを光源とした。pump光として波長1040 nm, probe 光として520 nm のレーザー光をそれぞれ試料に入射した。測定の際は 外部磁界をサンプル膜面法線方向から60°の角度で,10–14 kOe の範 囲で印加した。測定した磁化の歳差運動を減衰振動関数 exp(-t/t)sin(ωt) でフィッティングし、角周波数 ω と緩和時間 τ の関係から実効ダンピ ング定数 α_{eff} を算出した。

<u>実験結果</u>

Fig. 1 は、AGM から算出した成膜後、熱処理後の MgO/CoFe/Pt の H_{keff} の CoFe 層厚依存性である。CoFe 層厚減少に伴い垂直磁気異方 性が増加しているほか、熱処理によって垂直磁気異方性が増加して いる。Fig. 2 は成膜後、熱処理後の MgO/CoFe/Pt の a_{eff} の CoFe 層厚 依存性である。 H_{keff} 同様、 a_{eff} も CoFe 層厚減少に伴い増加してい る。また、アニールにより a_{eff} は増加したが、CoFe 層厚 1.1 nm で は磁気異方性が大きく上昇したのに対し、 a_{eff} は 25%程度の上昇と なった。これは磁気異方性が界面由来なのに対し、 a_{eff} はバルク由 来の効果が大きいためと考えられる。

参考文献

- 1) W. Wang, et al., Nat. Mater. 11, 64 (2012).
- 2) R. Matsumoto, et al., Appl. Phys. Express 12, 053003 (2019).



Fig.1 CoFe thickness dependence of effective magnetic anisotropy field of MgO/Co₈₀Fe₂₀/Pt trilayer films



Fig.2 CoFe thickness dependence of effective damping constant of MgO/Co₈₀Fe₂₀/Pt trilayer films

超短パルス光により励起した FeCo/Cu/GdFeCo 三層膜の 磁化ダイナミクス

瀬口和也,大島大輝,加藤剛志 (名古屋大) Magnetization dynamics of FeCo/Cu/GdFeCo trilayers triggered by ultrashort pulse laser K. Seguchi, D. Oshima, T. Kato (Nagoya Univ.)

はじめに

近年、磁性薄膜に超短パルス光を照射することによるスピン流生成が報告されている¹⁾. この超短パルス 光誘起スピン流は短時間に巨大なスピン流を生成できる可能性があり、高効率で高速な磁化反転手法となる ことが期待される.本研究では、FeCo/Cu/GdFeCo 三層膜において、FeCo 層を超短パルス光励起させること で生成されたスピン流によるフェリ磁性 GdFeCo 層の磁化ダイナミクスを光学的に観察した.

実験方法

超高真空マグネトロンスパッタ装置により,SiO2 基板 / FeCo (2) / Cu (t_{Cu}) / Gd₂₁(Fe₉₀Co₁₀)₇₉ (10) / SiN (5) (膜厚は nm) を成膜した.Cu 層厚は t_{Cu}=40,80,120,160 nm と変化させ た.試料の磁化ダイナミクスは、パルス幅 500 fs の超短パル スファイバレーザを用いた時間分解磁気光学 Kerr 効果 (TRMOKE) により観測した.probe 光は GdFeCo 膜面側か ら,pump 光はその逆側から入射(裏面 pump)し,GdFeCo 膜 の歳差運動周波数,振幅などを調べた.

実験結果

Fig. 1 は FeCo / Cu (80) / GdFeCo, および Cu (80) / GdFeCo の裏面 pump の TRMOKE の結果である. 印加磁界は膜法線 から $\theta_{\rm H} = 15^{\circ}$ の方向に $H_{\rm ext} = 5 \, \text{kOe}$ を印加した. pump 光のパワ ーは, 4.4 mJ/cm²とした. Fig.1より, FeCo 層の存在により, GdFeCoの歳差運動振幅が大きくなることが分かる.また,歳 差運動周波数が FeCo 層がない場合の 17 GHz から 14 GHz 程 度に低下した. Fig.2は, FeCo/Cu(80,120)/GdFeCoおよび Cu (80, 120) / GdFeCo について, 裏面 pump の TRMOKE 測定 から見積った歳差運動角周波数ωの外部磁場印加角度の依存 性を示している. なお, $H_{\text{ext}}=5 \text{ kOe}$, pump 光は 1.5 mJ/cm^2 で ある. Cu/GdFeCo ではθηの増加とともに、ωが単調減少し、 膜法線方向を容易軸とする磁気異方性が存在していることが 分かる. 一方, FeCo/Cu/GdFeCo 三層膜では, θ_H ~ 30°におい て,ωが最大を示した.この傾向は Cu 層厚が薄い場合により 顕著となる.この原因として、超短パルス光で誘起された FeCo の歳差運動から生じたスピン流が GdFeCo 層に注入さ れたことにより生じる有効磁界が考えられる.

<u>参考文献</u>

1) T. Kampfrath et al., Nat. Nanotech. 8, 256 (2013).



Fig. 1 TRMOKE waveforms of FeCo / Cu(80) / GdFeCo and Cu(80) / GdFeCo.



Fig. 2 External field angle $\theta_{\rm H}$ dependence of the precession angular frequency ω of the GdFeCo layer.

L10-FePt 薄膜における磁化ダイナミクスの温度依存性

佐々木 悠太¹, 鈴木 一平¹, Ruma Mandal^{1,2}, 葛西 伸哉¹, 高橋 有紀子¹ (¹物材機構, ²WPI-AIMR) Temperature dependence of magnetization dynamics in *L*1₀-FePt thin film Y. Sasaki¹, I. Suzuki¹, R. Mandal^{1,2}, S. Kasai¹, Y. K. Takahashi¹ (¹NIMS, ²WPI-AIMR)

<u>はじめに</u>

ハードディスクドライブ(Hard-Disk-Drive: HDD)は製造コスト・記録容量の観点からデータセンター におけるメインストレージとして採用されている.高速・大容量通信や Society5.0 の実現にあたりデー タ使用量のさらなる増大が見込まれるため, HDD の記録密度の向上が求められている. *L*1₀-FePt は,高い 結晶磁気異方性を有するため, HDD の記録密度向上に必須な磁気記録媒体材料として研究・開発が進め られている.[1,2] 一方で,高い結晶磁気異方性のために磁場印加による磁化反転が困難であることか ら,熱アシスト磁気記録方式(Heat assisted magnetic recording: HAMR)を用いた磁化反転が検討されてい る.しかしながら,高温加熱時の磁化ダイナミクスに関する実験的研究はほとんどなく,特にダンピン グ定数の温度依存性はこれまで報告されていなかった.そこで本研究では,全光学的手法を用いて *L*1₀-FePt 薄膜における磁化ダイナミクスの温度依存性を調べた.

<u>実験方法</u>

MgO(001)基板上にマグネトロンスパッタ法を用いて試料を作製した. 薄膜構成は基板側から, FePt(30)/C(5) (膜厚単位 nm)である. 基板加熱温度を 400℃として FePt 層を成膜した. 構造及び規則度は XRD, 磁気特性は SQUID-VSM を用いてそれぞれ評価した. 磁化ダイナミクスの測定には全光学的ポン プ・プローブ法による時間分解分光法(TRMOKE)を用いた. 光源には中心波長 1030 nm, 繰り返し周波数 10 kHz, パルス幅 230 fs の Yb:KGW レーザーを用いた. ポンプ光を 365 Hz に変調し, ウォラストンプリ ズムを用いた差動方式でプローブ光のカー回転角 Δφ_K を測定した. 測定時には膜面垂直方向から 80°の 角度で外部磁場μ₀Hを印加した. また, セラミックヒーターを用いて試料を加熱し, 試料表面温度*T*は熱 電対を用いて計測した.

実験結果および考察

図 1(a), 1(b)に試料表面温度 T=530 K とした際の TRMOKE 測定結果と磁化歳差シグナルの周波数スペクトルをそれぞ れ示した.いずれの μ_0 H においても磁化歳差シグナルを観 測できている.図 1(a)の実験結果を解析すると、特に μ_0 H= 7.0 T では実効的なダンピング定数 α_{eff} が 0.034 であった.既 に報告されている, $L1_0$ -FePt における室温での α_{eff} が 0.05 程 度であるため, [3] 加熱することで α_{eff} の値が小さくなるこ とが示唆された.発表ではダンピング定数の温度依存性に ついてその詳細を議論する.

本研究はJSPS科研費(21K14218, 18H03787)およびIDEMA -ASRC の助成を受けて行われた.

<u>参考文献</u>

- [1] J. Wang, et al., Acta Mater. 166, 413-423 (2019).
- [2] I. Suzuki, et al., J. Magn. Magn. Mater. 500, 166418 (2020).
- [3] X. Ma, et al., Phys. Rev. B 91, 014438 (2015).



図 1. (a)磁場角度を 80°とした際の TRMOKE 測定データおよび(b)磁化歳 差シグナルの周波数スペクトル.外部 印加磁場 µ0H を変化させて測定を行っ た.図中の実線は解析結果を示す.

人工反強磁性三層構造における表面弾性波の非相反伝搬

松本啓岐、川田拓弥、石橋未央、河口真志、林将光 (東大理)

Nonreciprocal propagation of surface acoustic waves in a tri-layer synthetic antiferromagnet H. Matsumoto, T. Kawada, M. Ishibashi, M. Kawaguchi, and M. Hayashi (Dept. of Phys., The Univ. of Tokyo)

<u>はじめに</u>

表面弾性波は固体表面に局在する振動モードであり、強誘電体基板上にくし型電極を作製したデバイスに 交流電圧を印加することで励起できる。表面弾性波の遅延線上へ作製された強磁性体薄膜へ表面弾性波を印 加すると、磁気弾性結合により強磁性体中にスピン波が励起される^{1,2)}。このような系では、表面弾性波とス ピン波のヘリシティミスマッチ³⁻⁶⁾や、スピン波の非対称な分散関係⁶⁻¹⁰⁾により、表面弾性波の振幅が正方向 と負方向で異なる非相反伝搬が生じることが報告されている。中でも、強磁性体/非磁性体/強磁性体から成る 三層構造では、層間磁気双極子相互作用によりスピン波の分散関係に顕著な非対称性が現れ、これを利用し た表面弾性波の巨大な非相反伝搬が報告されている⁸⁻¹⁰⁾。本研究では、CoFeB/Ru/CoFeB から成る人工反強磁 性三層構造において表面弾性波の非相反伝搬を観測し、その起源について解析的に考察した。

<u>実験方法</u>

128°Yカットニオブ酸リチウム基板上へ、Ta/Cu(50nm)/Ptからなるくし型電極をリフトオフ法によって作 製した。その後、電極間に長方形のパターンを作製し、そこへTa/Ru/CoFeB(5 nm)/Ru(*t*_{Ru})/CoFeB(5 nm)/Ru と いう構造をリフトオフ製膜した。製膜には rf マグネトロンスパッタリングを、パターニングにはフォトリソ グラフィを用いた。ベクトルネットワークアナライザによる散乱行列測定から、5次高調波である 2.3 GHz の表面弾性波が励起され電極間を伝搬していることを確認した。試料へ外部磁場を印加し、磁場を掃引しな がら 2.3GHz の表面弾性波における正方向・負方向の透過率をベクトルネットワークアナライザによって測定 した。外部磁場は表面弾性波の正方向と 45 度をなす方向へ印加した。

<u>実験結果</u>

Figure に、*t*_{Ru} = 0.5 nm の試料における測定結果を示す。縦軸は表面弾性波の透過パワーの変化率をプロットしており、正方向及び負方向において顕著な吸収ピークが現れている。正方向と負方向で透過パワーの磁場依存性が異なっており、非相反伝搬が確認できた。ピークにおける磁場の大きさが表す共鳴磁場も異なっており、人工反強磁性三層構造における非対称なスピン波の分散関係を反映している。マクロスピンモデルとランダウ-リフシッツ-ギルバート方程式を用いた記述^{2,11)}に基づき、表面弾性波の吸収パワーを数値計算で求めた結果、実験結果と同様の曲線が得られた。

参考文献

- 1) M. Weiler et al., Phys. Rev. Lett. 106, 117601 (2011).
- 2) L. Dreher et al., Phys. Rev. B 86, 134415 (2012).
- 3) R. Sasaki et al., Phys. Rev. B 95, 020407(R) (2017).
- 4) S. Tateno and Y. Nozaki, Phys. Rev. Appl. 13, 034704 (2020).
- 5) A. Hernández-Mínguez *et al.*, *Phys. Rev. Appl.* **13**, 044018 (2020).
- 6) M. Xu et al., Sci. Adv. 6, eabb1724 (2020).
- 7) M. Küß et al., Phys. Rev. Lett. 125, 217203 (2020).
- 8) P.J. Shah et al., Sci. Adv. 6, eabc5648 (2020).
- 9) M. Küß et al., Phys. Rev. Appl. 15, 034060 (2021).
- 10) H. Matsumoto et al., Appl. Phys. Express. 15, 063003 (2022).
- 11) Y. Shiota et al., Phys. Rev. Lett. 125, 017203 (2020).



Figure: External magnetic field $\mu_0 H_{\text{ext}}$ dependence of normalized SAW transmission for each direction.

アンモニアガス窒化により作製した FeCo 窒化物の

結晶構造と磁気特性

小高千洋、岸本幹雄、喜多英治、柳原英人

(筑波大学)

Crystal structure and magnetic properties of FeCo nitrides prepared by ammonia gas nitrification C. Kodaka, M. Kishimoto, E. Kita, and H. Yanagihara

(Univ. of Tsukuba)

はじめに

L1o-FeNi¹⁾規則合金は、次世代永久磁石材料として高いポテンシャルを有する磁性体である。この規則相は、 規則化温度が低いため従来の冶金的なプロセスでは作製が困難であったが、最近 FeNi 窒化物を経由すること で高規則度のL1o-FeNi 規則合金が合成可能となった²⁾。この方法により規則化が難しかった物質や、準安定 相としての規則相を合成する可能性があるが、現時点では FeNi 以外での研究報告がない。そこで我々は、磁 化の大きな FeCo を対象としてまず FeCo 窒化物を合成し、それを経由することで新たな FeCo 規則合金の合 成を検討することとした。今回は、前駆体となる FeCo 窒化物の結晶構造と磁気特性について報告する。

実験方法

前駆体を得るために Fe²⁺、Fe³⁺、 Co²⁺イオンをそれぞれ 0.0135mol、0.0225mol、0.036mol 含む水溶液に NaOH 水溶液を混 合することで共沈させた。沈殿物を数回水洗し中性にした後、乾 燥させて 550℃で 2 時間、水素還元することで組成比が Fe/Co:1/1 の微粒子状の FeCo を作製した。次に FeCo 微粒子を 400℃で 20 時間、アンモニアガス中で反応させ FeCo 窒化物微粒子を得た。 作製した試料の評価として、透過型電子顕微鏡(TEM)での粒子形 状観察、X 線回折(XRD)による結晶構造解析、振動試料型磁力計 (VSM) による磁気測定、そしてメスバウワー分光測定を行った。



Fig.1 に FeCo 微粒子および FeCo 窒化物微粒子の XRD パターンを示す。それぞれ FeCo は bcc 構造、FeCo 窒化物 は六方晶 Fe₃N 構造の回折線が観測された。これは FeCo 窒化物が Fe と Co が hcp 格子をつくり、その八面体サイ トに N が侵入したような構造をもつことを示す。Fig.2 に FeCo 窒化物の磁化と逆磁化率の温度変化、10 K での磁化 曲線を示す。これらから室温では非磁性でありキュリー温 度が 100 K 付近にあることがわかった。また 10 K での飽 和磁化は 76.9 emu/g であり、FeCo 窒化物は低温では強磁 性を示すことがわかった。講演では合成条件や結晶構造、 磁気特性について詳細な実験結果を報告する。

参考文献

- 1) P.Wasilewski, Phys. Earth Planet. Inter. 52, 150(1988).
- 2) S.Goto et al., Sci. Rep. 7, 13216(2017)



Fig.1 XRD patterns of FeCo and FeCo nitride.



Fig.2 Magnetization and inverse magnetic susceptibility of FeCo nitride as a function of temperature. Insert: Magnetization as a function of applied magnetic field at 10 K.

トポタクティック反応を用いた Fe 基合金磁性材料の作製

平松健史¹、岸本幹雄²、柳原英人²、宮町俊生¹、水口将輝¹ (¹名古屋大、²筑波大)

Synthesis of Fe-based magnetic alloy materials using topotactic reaction Takeshi Hiramatsu¹, Mikio Kishimoto², Hideto Yanagihara², Toshio Miyamachi¹, Masaki Mizuguchi¹ (Nagoya Univ.¹, Tsukuba Univ.²)

<u>はじめに</u>

高機能磁石材料は自動車産業、電子産業、医療など様々な分野で需要が高まっている。しかし、現在主流 となっている永久磁石材料は希土類を含み、資源の枯渇問題や価格の高騰問題に直面している。そこで希土 類を含まない新たな永久磁石材料が求められている。我々はこれまでに、窒化処理とトポタクティック反応 による脱窒素処理を利用した L1⁰型 FeNi 規則合金を作製し、高い長距離規則度と保磁力の発現に成功してい る[1]。本研究では、理論上 L1⁰型 FeNi より高い磁気異方性を持つことが予測される FeCo 規則合金に注目し [2]、トポタクティック反応を用いた新たな高機能磁石材料の開発に取り組んだ。また、水素吸蔵の性質を持 つ Pd を FeCo に第三元素として添加することによる物性の変化についても調べた。

実験方法

均一性の高い粉体を合成できる共沈法と、水素還元を用いて FesoCoso、(FesoCoso)_xPd_{100-x} (x=90.0, 92.5, 95.0, 97.5)の前駆体を作製した。原料として FeCl₂・6H₂O、FeCl₂・4H₂O、CoCl₂・6H₂O、PdCl₂を用いた。前駆体をア ンモニアガスによって 5 L/min、325 ℃、30 時間の条件下で窒化処理をした。得られた窒化物を水素ガスに よって 2 L/min、250 ℃、4 時間の条件下で脱窒素処理をした。各試料の結晶構造と磁化曲線をそれぞれ X 線 回折 (XRD)装置と振動試料型磁力計を用いて室温で測定した。

実験結果

XRDにより結晶構造を解析した結果、窒化後の試料は(Fe, Co)₃N構造となっていることが分かった。この 材料はこれまでに作製の報告例が無い非磁性体であり、全く新規な窒化物が創製できたことを示唆している。 また、脱窒素処理後の試料は bcc ベースの FesoCoso であったが、XRD のピーク半値幅に変化が見られた。

一方、Pdを添加した窒化後の試料では、Pdの元素置換によると考えられる XRD のピークシフトが見られたが、一部、FePd が析出し、Pd の添加量の増加に伴い析出量も増加する振る舞いも確認された。また、Pd を添加したことにより(Fe, Co)₃N 構造の XRD ピークの半値幅が減少した。これは、結晶子サイズあるいは粒子径の分散が変化している可能性を示している。

講演では、磁気特性の測定結果についても紹介し、本材料のポテンシャルを議論する。

<u>謝辞</u>

本研究の実験に協力頂いた筑波大学 関戸尊子技術補佐員に感謝申し上げる。

参考文献

[1] S. Goto, Hiroaki Kura, Eiji Watanabe, Yasushi Hayashi, Hideto Yanagihara, Yusuke Shimada, Masaki Mizuguchi, Koki Takanashi, and Eiji Kita, Scientific Reports, 7, 13216 (2017).

[2] 長谷川崇, 電気学会論文誌 A, 141, 105 (2021).

有機磁性金属ナノ粒子の金属表面成長と電子状態の研究

根本諒平¹, クリューガー ピーター^{1,2}, 西野史¹, 王祺嫻³, 堀江正樹³, 細貝拓也⁴, 長谷川友里⁵, 解良聡⁵, 山田豊和^{1,2}

(1.千葉大院工 2. 千葉大キラル研 3. 台湾清華大 4. 産総研 5. 分子研)

Growth and electronic structures of organic magnetic-metal nanoclusters prepared on metal surfaces R. Nemoto¹, P. Krüger^{1,2}, F. Nishino¹, Chi-Hsien Wang³, M. Horie³, T. Hosokai⁴, Y. Hasegawa⁵,

S. Kera⁵, and T. K. Yamada^{1,2}

(1&2. Chiba Univ., 3. Taiwan Tsing Hua Univ. 4. AIST, 5. IMS)

<u>はじめに</u>

有機スピントロニクスは、有機分子を新たな磁気材料として使用する。有機分子は炭素や窒素などの軽元素からなるため、既存の無機材料によるスピントロニクス素子と同等以上の磁気特性が発現すれば、次世代の代替材料になりうる。特に、有機分子のπ電子状態は磁性金属 3d 電子状態と強く混成し、新たなスピン偏極電子結合状態を生み出す。これまで主に単一有機分子の研究が盛んに行われてきた。一方で、有機分子膜と磁性金属膜を積層した際の、界面での成長プロセスは未だによくわかっていない。

<u>目的</u>

本研究では二種類の有機分子膜ヘコバルト(Co)原子を吸着した際の、磁性膜および磁性金属ナノクラスターの成長過程を研究した。基板として、超高真空中で清浄化(不純物量 0.001 原子層(ML)以下)と平坦化(原子テラス幅 50nm 以上)した貴金属 Cu(111)表面を使用した。

有機分子(1):耐久性が高く有機 EL 等の素子にも広く使用されている、座布団の形をしたフタロシアニン分子・ポルフィリン分子を使用した¹⁾。有機分子(2):溶液やバルク結晶で"ホスト"分子として知られているクラウンエーテル分子を使用した²⁾。柔軟性が高く分子中央にリングを持つ。"ゲスト"である原子・分子・イオンを、ホスト分子のリングで補足する機能がある。

<u>実験手法</u>

本研究は全て不純物の少ない超高真空環境で実施した。磁性金属の有機分子膜上での成長過程を、 原子分解能を有する低温・走査トンネル顕微鏡(STM)と、その場での試料の局所電子状態密度 (LDOS)が測定できる走査トンネル電子分光法(STS)を用いた。さらに界面の電子状態を観察するた め、紫外光電子分光装置を使用した。さらに、第一原理計算を用いてコバルト原子の最安定位置を 探った。

実験結果

超高真空環境中、Cu(111)基板表面上の規則配列した有機分子単層膜に Co 原子を約 0.01ML 吸着した。その結果、有機分子と磁性金属は単純な積層構造を作らないことが判明した。インターカレーション、ナノクラスター形成、多様でありながら秩序だった規則によって有機分子と磁性金属界面が形成されることが分かってきた。

参考文献

- 1) The Journal of Physical Chemistry C 124, 3621-3631 (2020); Scientific Reports 8, 353 (2018).
- 2) The Journal of Physical Chemistry C 123, 18939-18950 (2019).

ポーラスターゲットを用いたホットカソード RF スパッタリングによる

MgO 薄膜の高速成膜

°宮崎 大輝^a),廣川 祐生^a),Seong-Jae Jeon^a),清水 章弘^a),岩谷 幸作^b),
日向 慎太朗^a),小川 智之^a),斉藤 伸^a)(^a)東北大学,^b豊島製作所)

High rate RF sputtering for MgO thin film by hot cathode method with porous target

°Daiki Miyazaki^{a)}, Yuki Hirokawa^{a)}, Seong-Jae Jeon^{a)}, Akihiro Shimizu^{a)}, Kosaku Iwatani^{b)},

Shintaro Hinata a), Tomoyuki Ogawa a), and Shin Saito a) (a)Tohoku University, b)Toshima Manufacturing Co.)

はじめに 酸化物や窒化物絶縁体薄膜の形成は、半導体メモリ、磁気記録・スピントロニクスデバイス等の先端電 子デバイスを実現する上で必須な基盤技術である。特に高い耐熱性、熱伝導特性、電気絶縁性、2次電子放出能を 有する MgO はその特長を活かして様々なデバイスで重要な機能を担っている。MgO の成膜技術としては、緻密・ 高密着性の観点から RF マグネトロンスパッタリング法が好適であり、成膜速度を一般の金属材料程度まで高速化 することが実用上期待されている。一般に RF スパッタリングにおいて成膜速度を向上させるにはカソードへの投 入電力を増加させればよいが、その場合 ① Ar イオンの衝撃エネルギーによってターゲットの温度が上昇し、ター ゲットとバッキングプレート (BP) とを接着している In (融点: 157 ℃) が溶けて BP が外れてしまうこと ② Ar イ オンの衝撃やターゲット内の温度分布によりターゲットが破断してしまうこと等が危惧され、現実的には投入電力 をあまり高められない。今回我々は BP や In ボンディングを使用せず MgO 素材のみで構成される高破断耐性ター ゲットを開発し、カソードプレートからの冷却を断熱するホットカソード法¹を用いて高速スパッタリングを実施 できたので報告する。

実験結果 実験にはプレーナー配置式スパッタリング装置を用いた。ターゲット素材の断熱のため、Cu 製の水冷 カソードプレートとターゲットとの間に厚さ2mmのSiO2プレートを挿入した。プレートおよびターゲットの形状 は4インチ¢、ターゲットー基板間距離は60mm、マグネトロン用の磁石には中心と外周の2極の一般的なサマリ ウムコバルト磁石を用いた。Fig.1に投入電力のタイムチャートとMgO焼結ターゲットをRF放電させた状況を示 す。タイムチャートの上側にはプラズマの発光状態、下側にはその投入電力でプラズマ放電を停止した直後のター ゲット表面の赤熱状態を付した。プラズマ発光は、投入電力増大にともない薄いArに起因する赤紫色からMgに 起因する緑色(主として518.4 nm)へと変化している。ターゲットは中央部から赤熱しており、投入電力増大にと もない赤熱強度が強くなっていることがわかる。1000 W放電時に薄膜を作製すると 2.0 nm/sの成膜速度が実現さ れていた。これは通常の冷却カソード成膜に比べ 10 倍程度の成膜速度である。ただし成膜後にはターゲットが破 断した。高破断耐性ターゲットの開発の発想は、熱応力をターゲット内各所で緩和させるポーラス構造である。Fig. 2 に一例として 230 μm 径の増孔材樹脂と MgO 粉を混練して焼成するポーラスターゲットの作製模式図と実際の ターゲット表面の走査電子顕微鏡像を示す。増孔材の素材、径、焼成温度を適切に選定することにより焼成後の素 材内に空孔を残すことができる。例示したターゲットでは焼成後のポア径は150 μm 程度、密度は 2.60 g/cm³ (MgO の理論密度: 3.58 g/cm³)であった。講演では開発したポーラス MgO ターゲットで高速成膜できることを紹介し、 焼成諸条件と、RF 放電状態、ターゲットの破断耐性との関係について説明する。

参考文献 1) M. Terauchi et al., Terauchi et al., J. SID, 16/12, 1995, (2008).





Fig. 1 Process flow of hot cathode RF sputtering. Upper photos are plasma discharge, and lower photos are red heat of MgO target surface just after discharge.

Fig. 2 (Upper) Schematics of fabrication of MgO target with high fracture resistance during sputtering. (Lower) SEM image of surface of porous MgO target.

N添加が Fe-Al 合金薄膜の構造と磁気・磁歪特性に及ぼす影響

佐藤公泰¹• 今村光佑¹• 前田悠良¹• 大竹充¹• 川井哲郎¹• 二本正昭¹• 桐野文良²• 稲葉信幸³ (¹横浜国大,²東京藝大,³山形大)

Influences of N Atom Addition on the Structural, Magnetic, and Magnetostrictive Properties of Fe-Al Alloy Thin Film Takayasu Sato¹, Kosuke Imamura¹, Yura Maeda¹, Mitsuru Ohtake¹,

Tetsuroh Kawai¹, Masaaki Futamoto¹, Fumiyoshi Kirino², Nobuyuki Inaba³

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

はじめに Fe-Al 合金は高い透磁率を示す軟磁性材料であり,磁気コアへの適用可能性を有しているが,磁歪が大きいことが技術課題となっている. Fe-Al 合金の特性制御を行うひとつの方法として,Nなどの軽元素添加が考えられる.これまで,Fe-Al 合金を窒化させる試みは行われているが¹⁻³,bcc 格子の Fe-Al 合金にNを固溶させて形成した報告は殆ど無い.このような試料の作製には,物理的気相エピタキシャル薄膜成長法の活用が有効である.本研究では,MgO(110)単結晶基板上に,反応性スパッタリング法により Fe-Al-N 薄膜を形成し,N添加量が構造と磁気・磁歪特性に及ぼす影響を調べた.

実験方法 製膜には超高真空 RF マグネトロン・スパッタリング装置を 用いた.400 °C の MgO(110)単結晶基板上にAr と N₂の混合ガス雰囲気下 で Fe_{100-x}Al_x合金ターゲット (予稿掲載データは x = 10 at.%) をスパッタ することにより,40 nm 厚の Fe-Al-N 膜を形成した.構造評価には RHEED, XRD, EDS, XPS, AFM, 磁化曲線測定には VSM, 磁歪測定には片持ち 梁法を用いた.

実験結果 MgO(110)基板上に形成した Fe-Al および Fe-Al-N 膜に対して MgO[001]方位から観察した RHEED パターンを Fig. 1(a-1)および(b-1)に 示す. N₂ 分圧比 0%で形成した Fe-Al 膜は, A: Fe-Al(211)[111]_{bec} || MgO(110)[110]および B: Fe-Al(211)[111]_{bec} || MgO(110)[110]の結晶方位 関係でエピタキシャル成長している. N₂ 分圧比 0.5%で形成した Fe-Al-N 膜についても,同様の回折パターンを観察することができ,エピタキシャ ル成長していることが分かる. XRD パターンを Fig. 1(a-2)および(b-2)に 示す. いずれの膜に対しても bcc(211)面からのみの反射を確認すること ができ, bcc 単相であることが分かる. また,N1sの光電子スペクトル を Fig. 1(a-3)および(b-3)に示す. Fe-Al 膜ではピークが見られないが, Fe-Al-N 膜では 397 eV 付近に N1s ピークが現れており,N 原子が bcc 格 子に固溶していることが分かる. 当日は,磁気・磁歪特性に加え,他の 組成で形成した膜についても報告する.

- W. D. Li, O. Kitakami, Y. Shimada, and Y. Takeno: J. Magn. Soc. Jpn., 19, 429 (1995).
- 2) S. Kikkawa, M. Fujiki, M. Takahashi, and F. Kanamaru: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall., 44, 674 (1997).
- 3) A. S. Kamzin, S. A. Kamzin, F. Wei, and Z. Yang: Tech. Phys., 50, 129 (2005).





Fig. 1 (a-1, b-1) RHEED, (a-2, b-2) XRD, and (a-3, b-3) XPS data of (a) Fe-Al and (b) Fe-Al-N films formed on MgO(110) substrates.

単結晶基板上にエピタキシャル成長した β-Mn型 CoZnMn 薄膜

大島、大輝、三橋 良祐、五十嵐 信行、加藤 剛志、長尾 全寛 (名古屋大学) β-Mn type CoZnMn thin film epitaxially grown on single crystal substrate D. Oshima, R. Mitsuhashi, N. Ikarashi, T. Kato, M. Nagao (Nagoya University)

はじめに

β-Mn 型の CoZnMn は反転対称性の破れたカイラル磁性体の一種であり,室温以上で Bloch 型の磁気スキル ミオンが観測されている¹⁾. β-Mn 型 CoZnMn 薄膜においては,多結晶膜の報告はあるものの²⁾,単結晶基板 上へエピタキシャル成長させたという報告はない.そこで本研究では,MgO(001)単結晶基板上の β-Mn 型 CoZnMn エピタキシャル膜の作製を試みた.

実験方法

サンプルは RF マグネトロンスパッタ法を用いて作製した. 成膜中の Ar ガス圧は 0.5 Pa とし, Co-Zn 複合 ターゲットおよび Mn ターゲットを用い, MgO(001)単結晶基板上に交互成膜することで総膜厚が 150 nm と なるよう [Co-Zn(10-t)/Mn(*t* nm)]_{15×}積層膜を形成した. なお,シード層およびキャップ層に W を 10 nm 堆積 した. Co-Zn 層の組成はエネルギー分散型 X 線分光法により計測し,その組成比は Co: Zn = 44:56%である ことを確認している. 成膜後,別の真空チャンバ内で熱処理を行った. 磁気特性は交番磁界勾配型磁力計, 結晶構造は X 線回折 (XRD) を用いて評価した.

実験結果

Mn 膜厚を *t*=2 nm とし, 熱処理温度を 300°C と したサンプルの逆格子マッピングの結果を図1(a) に示す. MgO(130)面に平行な面で測定したもの で、QyはMgO[310]方向、QzはMgO[001]方向に平 行なベクトルである. 図中に β-Mn 型の CoZnMn の 103, 104, 204 スポットが見られており, β-Mn 型 CoZnMn が単結晶基板上に(001)配向して成長して いることがわかる.図1(b)は103スポットを含む ように¢スキャンを行った結果であるが,計8本の ピークが見られている. これは, CoZnMn[100]方向 がそれぞれMg0[310]およびMg0[310]に平行な双 晶となっていることを示唆している. 今回作製し た CoZnMn は双晶を有しているものの、単結晶基 板上の β-Mn 型 CoZnMn エピタキシャル膜の作製 に成功したと言える.講演では、Arガス圧や熱処 理温度の違いについても述べる.

参考文献

- 1) Y. Tokunaga et.al., Nat. Comm. 6, 7638 (2015).
- 石川他,第66回応用物理学会春季学術講演 会,9p-PB1-15 (2019).



Fig. 1 (a) Reciprocal space mapping of the CoZnMn film in the plane parallel to MgO(130). (b) ϕ scan for the film including **\beta**-Mn type CoZnMn 103 diffractions.

振動発電に及ぼす片持ち梁の振動の影響

川井哲郎・石川瑛士・大竹 充・二本正昭 (横浜国大)

Effect of the Vibration of Cantilever Beam on the Vibration Power Generation Tetsuroh Kawai, Eishi Ishikawa, Mitsuru Ohtake, and Masaaki Futamoto (Yokohama National University)

はじめに IoT の進展に伴い多量のセンサが使われ、その電源として環境からエネルギーを取り込む、いわゆるエネルギーハーベスト型が注目されている。磁歪材料を使った振動発電はその有力な方式の一つで、多くの報告がある¹⁾.発電効率の良いデバイスを設計するためには振動と発電電圧との関係を明確にしておく必要がある。本報告では磁歪材料を使った片持ち梁の振動発電の現象をデバイス設計に役立つ解析式として求めることを目的とする。片持ち梁の減衰定数を実測から求め、自由端の振動を減衰がある強制振動の運動方程式で記述し、その振幅が発電電圧に及ぼす影響を実測と比較しながら解析した。

実験方法 振動発電用片持ち梁には Cu 基板(長さ:40 mm,幅:10 mm,厚さ:0.3 mm)に Fe-B-Si系アモルファスリボン(日立金属製 SA1,厚さ:25 μm)をエポキシ樹脂で貼り付けたものを使用し,振動試験機で 周波数を1 Hz 刻みで強制振動させた(加速度は1重力加速度に固定).発電コイル(抵抗:1.2 kΩ)には Cu 線(0.1 mm 径)を梁の長さ全体にわたって巻いたコイル(ターン数:8,000,最内径:12 mm×16 mm)を使 用した.このコイルの両端に発生する電圧をオシロスコープで観測した.梁にはバイアス磁場等は印可せず, 純粋に振動だけの影響を解析にした.

実験結果と考察 片持ち梁の自由端を弾いて、その減衰振動の様子を動画に撮影し、振幅の時間依存性を指数関数近似して減衰定数β(β=0.0061)を求めた.共振周波数は117 Hz であった.この減数定数を使い、自由端の振動が強制振動の運動方程式に従うとして計算した結果を Fig. 1(a)に示す.意図的に共振周波数から2 Hz ずらして強制振動させた時の自由端の振幅の立ち上がりを時間の関数として示してある.充分時間が経ち安定した強制振動に至るまでにいわゆるうなりが生じていることがわかる.Fig. 1(b)はオシロスコープで観測した発電電圧の立ち上がりを示す.最も大きな発電電圧が得られた共振周波数から2 Hz ずらした状態である.Fig. 1(a)と同様に安定した電圧が得られるまでにうねりを生じていることがわかる.これら2つの図を比較することにより、振動発電現象は減衰を考慮した強制振動の運動方程式で記述出来ることがわかる.





謝辞 Fe-B-Si 系アモルファスリボンをご提供頂いた日立金属(株)メトグラス安来工場 備前嘉雄 様に厚く お礼申し上げます.

<u>参考文献</u>

1) 上野敏幸: 応用物理, 89, 82-86 (2020).

磁歪式振動発電における磁化挙動と出力電圧に及ぼす バイアス磁界の影響 ^{石川瑛士・川井哲郎・大竹充・二本正昭}

(横浜国大)

Influences of Bias Magnetic Field on the Magnetization Behavior and the Output Voltage in Magnetostrictive Vibration Power Generation

Eishi Ishikawa, Tetsuroh Kawai, Mitsuru Ohtake, and Masaaki Futamoto

(Yokohama Nat. Univ.)

はじめに 環境発電デバイスをセンサと無線モジュールの自立型電源として組み合わせることで, IoTデバイ スのワイヤレスかつメンテフリー化が可能になることが期待されている.磁性材料の磁化方向が応力により 変化する逆磁歪効果を活用した振動発電では,磁化の変化量を大きくするためには,適度なバイアス磁界が 必要であることが知られている¹⁻³⁾.しかしながら,バイアス磁界の強度や印加方向が発電特性に及ぼす影響 を調べた報告は殆ど無い.本研究では,等方的な性質を持ち,比較的大きな磁歪を持つことが知られている Fe-B-Si系アモルファス薄帯から成る梁材料を用いて,バイアス磁界強度および印加方向が出力電圧に及ぼす 影響を系統的に調べた。

実験方法 梁材料は Cu 板 (50 mm×10 mm×0.3 mm) に Fe-B-Si 系アモルファス薄帯(日立金属製 SA1, 50 mm×10 mm×25 μm)をエポキシ接着材で貼り付けることにより作製した.長手方向の 10 mm の部分を固定し, 梁を片持ちの状態にし,発電コイル(抵抗:1.2 kΩ,巻数:8,000 回,最内径:12 mm×16 mm,全長:40 mm) に挿入し,梁のみを振動試験機を用いて強制振動させた.梁の共振周波数は105 Hz であった.また,ヘルム ホルツコイルを用いて梁にバイアス磁界を印加した.また,片持ち梁をビデオカメラで撮影することで自由 端の振幅を計測した.

実験結果 はじめに、梁の長手もしくは短手方向にバイアス磁界を印加し、磁界強度が発電特性に及ぼす影響を調べた. Fig.1 に発電ピーク電圧の磁界印加強度依存性を示す. 長手方向に印加した場合,出力が最大となる磁界は10 Oe であったのに対して、短手方向では38 Oe で最大となった. また、長手方向に印加した場合,376 mV の高い出力が得られた. 一方で、長手方向に強い磁界を印加してしまうと、出力が急激に減衰してしまうのに対し、短手方向では比較的強い磁界でも、出力が殆ど低下しないことが分かった. 次に、振動の周波数が発電特性に及ぼす影響を調べた. Fig.2 に周波数依存性を示す. 長手および短手のいずれの方向にバイアス磁界を印加した場合においても、共振周波数近傍で高い出力が得られ、そこから外れると出力が低下する傾向が認められる. 当日は、これらの現象を磁化挙動のモデルに基づいて説明する.



Fig. 1 Magnetic field dependence of peak voltage. Fig. 2 Frequency dependence of peak voltage.

謝辞 日立金属株式会社メトグラス安来工場の備前嘉雄様にアモルファス薄帯をご提供頂きました.

- 1) T. Ueno: J. Appl. Phys., 117, 17A740 (2015).
- 2) 上藤枝俊, 枦修一郎, 川又透, 志村玲子, 石山和志, 福田承生, 鈴木茂: まてりあ, 59, 14 (2020).
- 3) Z. Yang, R. Onodera, T. Tayama, Z. Yang, R. Onodera, T. Tayama, M. Watanabe, and F. Narita: *Appl. Phys. Lett.*, **115**, 243504 (2019).

磁歪式振動発電における電力密度向上のための 片持ち梁の磁気的断面構造の設計

石川瑛士・川井哲郎・大竹充・二本正昭 (横浜国大)

Design of Magnetic Cross-Sectional Structure of Cantilever Beam for

Improvement of Power Density in Magnetostrictive Vibration Power Generation

Eishi Ishikawa, Tetsuroh Kawai, Mitsuru Ohtake, and Masaaki Futamoto

(Yokohama Nat. Univ.)

はじめに IoT デバイスに搭載する自立型電源として,周囲の振動や衝撃から電力を取り出す振動発電デバ イスが注目されている.中でも,逆磁歪効果を利用した発電には,高出力化が可能で,耐久性や耐熱性も優 れることから,近年,盛んに研究されている¹⁻⁴⁾.交流発電の効率向上のためには,発生電圧の最大値だけで なく,波形の積分値に関係する電力密度も増加させることが重要である.多くの磁歪式発電デバイスでは, 磁歪材料の板と磁歪材料にバイアス磁界を印加するためのヨーク材料の板を貼り合わせた梁を片持ちで支持 する構造が採用されている.そして,振動で梁に作用する交番曲げ荷重により,中立面を境とする上下で引 張と圧縮の異なる応力が発生する.通常,中立面と交わらないように磁歪材料板が配置されるため,磁歪材 料に引張と圧縮の応力が同時に働くことはない.しかしながら,同時に活用することが出来れば,電力密度 の向上に繋がる可能性がある.本研究では,現象の基礎検討を目的に,バイアス磁界をヨーク板からではな く,ヘルムホルツ・コイルにより外部から印加することにより,梁の設計制約を取り除き,梁の磁気的な断 面構造と出力電圧波形の関係を調べた.そして,電力密度を向上させるための断面構造を考察した.

実験方法 梁の寸法は50 mm×10 mm×0.3 mmで一定とし, Fig. 1(a)に示す4種類の梁を使用した. 1つ目は0.2 mm厚のCu板上に0.1 mm厚の方向性珪素鋼(Fe-Si) 板を圧延方向が長手方向となるようにエポキシ樹脂で貼 り合わせた(Fig.1(a-1)). 2つ目は1つ目の上下を逆にしたもの(Fig.1(a-2)), 3つ目は2枚の0.1 mm厚のFe-Si 板で0.1 mm厚のCu板を挟み込んだもの(Fig.1(a-4)), そして, 4つ目は0.3 mm厚の板(Fig.1(a-5))とした. 長手方向の10 mmの部分を掴み,梁を片持ちの状態とし,発電コイル(抵抗:1.2 kΩ, ターン数:8,000, 最内 径:12 mm×16 mm, 全長:40 mm) に挿入した. そして, コイルは振動させず,梁のみを振動試験機で振動 させた. また,バイアス磁界をヘルムホルツコイルを用いて梁の長手方向に印加した. なお,振動試験機の 加速度の波形は, 圧電式加速度ピックアップを用いて計測した.

実験結果 0.1 mm 厚の Fe-Si 板と 0.2 mm 厚の Cu 板を貼り合わ せ、Fe-Si 板が上面になるように振動させた場合の出力電圧の波 形を Fig. 1(b-1), 下面になるようにした際の電圧波形を Fig. 1(b-2)に示す.両者は位相が反転した関係となっていることが分か る. Fig. 1(b-4)に 0.1 mm 厚の Fe-Si 板で 0.1 mm 厚の Cu 板を挟 み込んだ梁を振動させた場合の波形を示す. 片面に Fe-Si 板を 貼り付けた場合に比べて、ピークピーク値は大きくは変わって いないものの,周波数が2倍になっていると見なすことができ, 電力密度が向上していることが分かる. また, Fig. 1(b-3)は Fig. 1(b-1)と(b-2)の波形を足し合わせたものであり, Fig. 1(b-4)とよ く一致している. このことは、上下の Fe-Si 板は独立して動作 していることを示唆しており、梁に発生する引張と圧縮の応力 を同時に活用できていることが分かる. そして, Fig. 1(b-5)に 0.3 mm 厚の1 枚の Fe-Si 板を振動させることにより得られた出力 波形を示す. Fig. 1(b-5)も Fig. 1(b-4)と同様な波形となっており, 磁歪材料として Fe-Si 合金を用いる場合,3 層構造にしなくて も、同様な効果が得られることが示された.



Fig. 1 (a) Cross-sectional structures of cantilever beam and (b) output voltage waveforms.

- 1) T. Ueno: J. Appl. Phys., 117, 17A740 (2015).
- 2) Z. Yang, K. Nakajima, R. Onodera, T. Tayama, D. Chiba, F. Narita: Appl. Phys. Lett., 112, 073902 (2018).
- 3) S. Yamaura, N. Kimura, M. Yokoyama, T. Kubota, Y. Furuya: Trans. Mat. Res. Soc. Japan. 42, 131 (2017).
- 4) T. Okade, S. Fujieda, S. Hashi, K. Ishiyama, S. Suzuki, S. Seino, T. Nakagawa, T. Yamamoto: *Mater Trans*, **61**, 1799 (2021).
電解めっき法により形成した Fe-Co 合金厚膜を用いた磁歪式振動発電

明田俊祐・石川瑛士・中村優太・大竹充・川井哲郎・二本正昭 (横浜国大)

Magnetostrictive Vibration Power Generation by Using Electroplated Fe-Co Thick Film Shunsuke Aketa, Eishi Ishikawa, Yuta Nakamura, Mitsuru Ohtake, Tetsuroh Kawai, Masaaki Futamoto (Yokohama Nat. Univ.)

はじめに エネルギー・ハーベスティング技術の一つである磁歪式振動発電が注目されている. これまで, 逆磁歪効果を発現させる磁性材料として,磁歪定数の大きな Fe-Ga¹⁾や Fe-Co²⁾合金に加え,磁気異方性が小さ な Fe-B³⁾や Fe-Si⁴合金が検討されている. また,出力電圧は磁性材料の断面積に比例するため,25~500 µm 厚のバルクの薄板もしくは薄帯が用いられている. 一方で,数十 µm 程度の厚さであれば,膜で置き換える ことができる. 厚膜を形成する手法として,製膜速度が速いめっき法が有効である. また,めっき膜は残留 応力によりバルクよりも大きな磁歪を持つ場合も報告されており,磁歪式発電用磁性材料に適していること が考えられる. 本研究では,磁性材料として Fe-Co 合金に着目し,電解めっき法により厚膜形成を行った. そして,発電用磁性材料への適用を試みた.

実験方法 膜形成には陽極が Fe 板, 陰極が Cu 基板 (25 mm×8 mm×0.1 mm) の電解めっき装置を使用した. 浴中の Fe と Co イオンの比率を 変えることで膜組成を変化させた. 膜組成分析には EDS, 構造評価に は XRD, 磁気特性評価には VSM, 磁歪特性評価には片持ち梁法を用 いた. 発電特性の評価には, ヘルムホルツ・コイルにより外部からバ イアス磁界を印加できる試験装置を用いた. めっき試料の長手方向の 5 mm の部分を固定し, 片持ち梁の状態とし, 検出コイル (抵抗:0.53 Ω, 巻数:4000 回, 最内径:14 mm×10 mm, 全長:20 mm) に挿入し た. そして, コイルは振動させず, 梁のみを振動させた. また, 長手 方向にバイアス磁界を印加した.

実験結果 Fig.1にCu 基板上に形成した 27 μm 厚の Fe₆₀Co₄₀ 膜を 151 Hz で共振させ,長手方向に 34 Oe のバイアス磁界を印加した場合に 得られた出力電圧波形を示す.振動の周期に伴い,100 mV 程度の電 圧が観察されており,めっき膜によっても出力が得られることが分かった.Fig.2に単位膜厚あたりの出力電圧の組成依存性を示す.出力電 圧は組成に強く影響を受けていることが分かる.当日は,めっき膜の 構造・磁気・磁歪特性と発電特性の関係について詳細に議論する.

- A. E. Clark, K. B. Hathaway, M. Wun-Fogle, J. B. Restorff, T. A. Lograsso, V. M. Keppens, G. Petculescu, and R. A. Taylor: *J. Appl. Phys.*, **93**, 8621 (2003).
- I. Hasif, T. Kubota, M. Matsumoto, S. Yamaura, and Y. Furuya: J. Jpn. Soc. Appl. Electromagn. Mech., 26, 254 (2018).
- 3) 長内史也, 枦修一郎, 石山和志: 電気学会全国大会., 2, 146 (2019).
- 4) 長内史也, 枦修一郎, 藤枝俊, 石山和志: 日本磁気学会学術講演概 要集, 43, 26aE-7 (2019).



Fig. 1 Output voltage waveform obtained by using an $Fe_{60}Co_{40}$ thick film.



Fig. 2 Compositional dependence of peak voltage.

方向性電磁鋼板の振動発電特性に及ぼす大型化の効果

岡田 拓*、藤枝 俊*、鈴木 茂**、清野智史*、中川 貴* (*阪大 工学研究科、**東北大 マイクロシステム融合研究開発センター) Effect of device size on vibration power generation property of grain-oriented electrical steel T. Okada^{*}, S. Fujieda^{*}, S. Suzuki^{**}, S. Seino^{*}, T. Nakagawa^{*} (*Graduate School of Engineering, Osaka Univ., **µSIC, Tohoku Univ.)

はじめに

逆磁歪効果(応力印加による磁気特性の変化)を利用した振動発電は、IoT デバイスの次世代電 力源として注目されている¹⁾。発電出力向上の一つの手段としてデバイスサイズの大型化が有効で あるが²⁾、有望材料である Fe-Ga 合金単結晶の大型化技術は研究開発の段階である。このような状 況で、Fe-Si 合金単結晶および方向性電磁鋼板と呼ばれる圧延方向に<100>配向した Fe-Si 合金多結 晶においても良好な振動発電特性が報告された^{3,4)}。本研究では、方向性電磁鋼板を搭載した振動発 電デバイスの発電特性に及ぼす大型化の効果を調べた。

実験方法

方向性電磁鋼板を圧延方向(RD: rolling direction)に対し て平行に長く切り出すことで、試料を得た。この試料を鉄 製の U 字フレームに貼り付け、空芯コイルと永久磁石を 取り付けることでユニモルフ U 字型デバイスを構成した。 これらのデバイスを強制振動させ、発電特性を評価した。

実験結果

Fig. 1 (a)に示すように、16×4×0.35 mm³の試料、32×8 ×0.35 mm³の試料2枚重ね、および64×16×0.35 mm³の 試料4枚重ねを用い、全長40mmのデバイス(40mmRD)、 全長 80 mm のデバイス (80mmRD) および全長 160mm の デバイス(160mmRD)を作製した。これらのデバイスを 加振機で周波数fが100Hzとなるように振動させた。また、 デバイスの大型化に合わせて 40mmRD、80mmRD、および 160mmRDの先端変位の振幅△dはそれぞれ 2.0 mm、4.0 mm および 8.0 mm に調整した。コイルに接続した負荷抵抗 R にかかる電圧から求めた平均電力 Pave を Fig. 1 (b)に示す。 40mmRD の Pave は最大値で 0.28 mW を示した。デバイス の大型化に伴い Pave は増加し、160mm RD の Pave は 36.7 m W の最大値を示した。つまり、デバイスの寸法を4倍(体積 は 64 倍)にすることで、Pave は約 131 倍となった。よって、 方向性電磁鋼板において大型化の効果は顕著であり、高出 力な大型デバイスへの応用が期待できる。

- 1) T. Ueno *et al.*, IEEE Trans. Magn., **47** (2011) 2407.
- 2) 上野敏幸, 日本金属学会会報 まてりあ 59 (2020) 6.
- 3) F. Osanai et al., Proc. 24th Soft Mag. Mater. Conf., (2019) P-071.
- 4) T. Okada et al., Mater. Trans., 62 (2021) 1798.





Fig. 1 (a) Picture of vibration power generation devices using grain-oriented electrical steel. (b) Relationship between average output power P_{ave} and load resistance R.

Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄の磁歪特性と結晶構造の関係

藤枝 俊、久松美佑、小杉静花、清野智史、中川 貴 (阪大 工学研究科) Relation between magnetostrictive properties and crystal structure of Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ S. Fujieda, M. Hisamatsu, S. Kosugi, S. Seino, T. Nakagawa

(Graduate School of Engineering, Osaka Univ.)

はじめに

立方晶スピネル構造のCoFe₂O₄系フェライトは、室温において比較的大きな磁歪を示す。例えば、Co_{0.8}Fe_{2.2}O₄の室温における<100>方向の磁歪定数は-590 ppm であり、この絶対値はFe₃O₄の値よりも約 30 倍も大きい¹⁾。CoFe₂O₄系フェライトの磁歪材料への応用に向けて、磁歪特性を向上させる有効な部分置換元素が求められている。立方晶スピネル構造のFe₂TiO₄は 142 K 以下で協力的Jahn-Teller 効果により正方晶に相転移し、77 K において<100>方向の磁歪定数が 4700 ppm 程度の巨大磁歪を示すことが報告されている²⁾。そこで、スピネル構造を構成する 6 つの酸素で囲まれた八面体の中心、すなわち八面体サイトを Cu²⁺が占有すると Jahn-Teller 効果が生じることに着目し、本研究では Co を Cu で部分置換した Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄の磁歪特性と結晶構造の関係を調べた。

実験方法

CoO、Cu₂O および α-Fe₂O₃を出発原料として用い、それらを混合してペレット化した後、大気中 において 950 ℃で 10 時間の熱処理を施して Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ 試料を作製した。X 線回折測定により結 晶構造を調べた。また、磁歪特性の評価には、歪みゲージを用いた。

実験結果

室温において Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ 試料は、 $x \le 0.7$ では立方晶構造を示し、 $x \ge 0.8$ では協力的 Jahn-Teller 効果により正方晶構造を示した³⁾。そこで、立方晶構造のx = 0.5 および正方晶構造のx = 0.8 の歪み $\Delta L/L$ の磁場依存性を Fig. 1 に示す。歪みの測定方向に対し、平行および垂直方向に磁場を印加した。

正方晶構造の $x = 0.8 \text{ o}\Delta L/L$ は平行磁場印加 ($H_{\prime\prime}$) により 減少し、垂直磁場印加 (H_{\perp}) により増加する。つまり、 比較のために示したx = 0.0 (CoFe₂O₄) と同様に、x = 0.8において負の磁歪が生じる。x = 0.8 の最大印加磁場にお ける H_{\prime} および H_{\perp} の $\Delta L/L$ の絶対値は、x = 0.0 の値よりも 小さい。ここで注目すべき点は、立方晶構造のx = 0.5 も 負の磁歪を示すが、最大印加磁場における $H_{\prime\prime}$ および H_{\perp} の $\Delta L/L$ の絶対値は、x = 0.0の値よりも大きいことである。 つまり、立方晶構造が安定な組成領域において CoFe₂O₄ の磁歪特性は Co の Cu 部分置換により向上することが明 らかになった。

- 1) R. M. Bozorth et al., Phys. Rev., 99 (1955) 1788.
- 2) Y. Ishikawa et al., Phys. Rev. Lett., 26 (1971) 1335.
- 3) M. Hisamatsu et al., IEEE Trans. Magn., **57** (2021) 2100804.



Fig. 1 Magnetic field dependence of strain $\Delta L/L$ of Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ with x = 0.0, 0.5 and 0.8.

Fe-Ga エピタキシャル薄膜の作製と磁歪特性

丁浩¹, 関剛斎¹, 遠藤恭², 高梨弘毅¹ (¹東北大金研、²東北大院工学研究科) Preparation and magnetostriction of Fe-Ga epitaxial thin films H. Ding¹, T. Seki¹, Y. Endo², K. Takanashi¹ (¹IMR, Tohoku Univ., ²Grad. Sch. Eng., Tohoku Univ.)

<u>はじめに</u>

準粒子間の相互作用の一つである「マグノン-フォノン結合」は、フォノンを使った磁気的信号の制御などの 新機能性を実現できることから、近年注目を集めている。磁歪材料である Fe-Ga 合金は、格子変形と磁気異 方性に強い相関があり、マグノンとフォノンの強い相互作用が期待できることから、Fe-Ga 単結晶薄膜や多 結晶薄膜を用いた研究が進められている¹⁾。しかしながら、種々の基板上に Fe-Ga 薄膜を単結晶成長させる ための条件や、それら Fe-Ga 単結晶薄膜における磁気ひずみや高周波磁気特性の合金組成依存性は十分に調 べられておらず、マグノン-フォノン結合の効率を上げるためには基本特性の理解が不可欠となっている。そ こで本研究では、マグネトロンスパッタ法を用いて Ga 組成の異なる Fe-Ga 薄膜を様々な基板材料上に成長し、 それらの構造および磁気特性、特に磁気ひずみを明らかにすることを目的とした。

<u>実験方法</u>

基板材料には、先行研究で用いられた GaAs (100) 基板¹⁾²⁾および Mg0 (100) 基板³⁾、さらに比較のため熱酸化 Si 基板を選択した。薄膜作製にはマグネトロンスパッタリング装置を用い、基板上に Fe_{100-x}Ga_x (20 nm) / Pt (2 nm) (x=0, 20, 30, 50)を成膜した。Fe-Ga 層成膜中の基板温度は室温および 400℃とした。X 線回折(XRD)お よび反射高速電子線回折(RHEED)を用いて構造解析を行った。さらに試料型振動磁束計を用いて磁気特性を評 価し、光てこ法を用いて磁気ひずみを評価した。

<u>結果</u>

まず、GaAs 基板の表面清浄化のプロセスを検討した。GaAs 基板を 36%塩酸に 3 分間、超純水に 30 秒浸漬し、 その後スパッタ成膜室で 400℃×30min の熱処理を行ったところ、平坦な表面を示す RHEED パターンが観察さ れた。さらに、成長中の基板温度を 400℃とすることにより、GaAs (100) 基板および Mg0 (100) 基板の上におい て、Fe₈₀Ga₂₀、Fe₇₀Ga₃₀、および Fe₅₀Ga₅₀ がエピタキシャル成長することが分かった。Mg0 (100) 基板上の Fe_{100-x}Ga_x の XRD パターンにおいて、Ga の組成が増えるにつれて回折ピーク角度が低角側へとシフトし、Fe-Ga 合金の 格子定数が増大することが確認された。Mg0 (100) 基板および GaAs (100) 基板の上に 400℃で成膜した Fe₇₀Ga₃₀ 薄膜は、バルクの Fe-Ga 合金 ⁴⁾と同程度の磁歪を示すことがわかり、磁気ひずみとマグノン-フォノン結合の 効率を調べるための対象となるエピタキシャル薄膜を作製することができた。

- 1) F. Godejohann et al. Phys. Rev. B 102, 144438 (2020).
- 2) D. E. Parkes, et al. Sci. Rep. 3, 2220 (2013)
- 3) H. Nakayama et al. Phys. Rev. Mater. 3, 114412 (2019).
- 4) A. E. Clark et al. J. Appl. Phys. 93, 8621 (2003)

異なる結晶方位のエピタキシャルγ'-Fe4N 薄膜の構造と磁歪特性

阿部航大¹·中村優太¹·今村光佑¹·前田悠良¹·大竹充¹·川井哲郎¹·二本正昭¹· 磯上慎二²·桐野文良³·稲葉信幸⁴ (¹横浜国大,²物材機構,³東京藝大,⁴山形大)

Structural and Magnetostrictive Properties of Epitaxial γ'-Fe₄N Thin Films with Different Orientations Kouta Abe¹, Yuta Nakamura¹, Kosuke Imamura¹, Yura Maeda¹, Mitsuru Ohtake¹,

Tetsuroh Kawai¹, Masaaki Futamoto¹, Shinji Isogami², Fumiyoshi Kirino³, Nobuyuki Inaba⁴

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

はじめに 窒化鉄のひとつである γ' -Fe4N は L'1 型 (ピアソン記号 : cP5, 空間群 : $Pm\bar{3}m$)の結晶構造を持ち, 結晶磁気異方性定数が $K_1 = 1.6 \times 10^5$ erg/cm³⁻¹)と低く,飽和磁化が $M_s = 1556$ emu/cm³⁻²)と高い軟磁気的な特 性を示す.また,スピン偏極率が大きいことからスピントロニクス応用に向けて注目されているだけではなく, 第一原理計算により $\lambda_{100} = -143 \times 10^{-6-3}$ の大きな磁歪定数を持つことが示唆されているため、レアメタルフリー磁 歪材料としての活用も期待できる.しかしながら、 γ' 相の磁歪に関する研究は殆ど行われていない.そこで,最近, 我々は MgO(110)基板上に γ' -Fe4N(110)単結晶膜を形成し、磁歪定数を実測した.その結果、 $\lambda_{100} = -80 \times 10^{-6}$, $\lambda_{111} =$ +220×10⁻⁶の大きな磁歪定数が得られた.磁歪は異方的な特性であり、結晶配向面の違いによって生じる結晶品質 によっても影響を受けることが考えられる.本研究では、(001)、(110)、(111)配向のエピタキシャル膜およびラン ダム配向の多結晶膜を形成し、構造と磁歪特性の関係を調べた.

実験方法 製膜には超高真空 RF マグネトロン・スパッ タリング装置を用いた. 基板には, MgO(001), MgO(110), MgO(111)/Al₂O₃(0001), poly-MgO/SiO_xを用いた. 基板温 度は400 ℃ とし, Ar と N₂の混合ガス雰囲気(全圧:0.67 Pa, N₂分圧比:5%)の下, Fe ターゲットをスパッタす ることにより40 nm のγ'-Fe₄N 膜を形成した. 構造評価 には RHEED, XRD, XPS, および AFM, 磁化曲線測定 には VSM, 磁歪測定には片持ち梁法を用いた.

実験結果 MgO(001), MgO(110), MgO(111)/Al₂O₃(0001) 基板上にはそれぞれ, γ' -Fe₄N(001)単結晶膜, (110)単結晶 膜, (111)双結晶膜がエピタキシャル成長し, MgO/SiO_x 基板上には多結晶膜が形成された. 1.2 kOe 面内磁界中で 測定した(001)単結晶膜の[100]および[110]方向の寸法変 化を Fig. 1(a), (110)単結晶膜の[001]および[111]方向の寸 法変化を Fig. 1(b)に示す.振幅と位相を解析すると磁歪 定数を算出することができ, (001)および(110)単結晶膜の 磁歪定数(λ_{100} , λ_{111})は, それぞれ, (-40×10⁻⁶, +80×10⁻⁶)お よび(-80×10⁻⁶, +220×10⁻⁶)であった. (110)膜の配向分散 $\Delta\theta_{50}$ は 1.2°であったのに対して, (001)膜の $\Delta\theta_{50}$ は 3.9°で あった. そのため,結晶性を反映して, (110)膜でより大 きな磁歪が得られたものと考えられる. 当日は(111)双結 晶膜および多結晶薄膜の磁歪特性や,結晶配向,構造, 磁歪特性との相関についても詳細に議論する.



Fig. 1 (a-1) $\Delta l/l_{[100]}(\theta)$ and (a-2) $\Delta l/l_{[110]}(\theta)$ of a γ' -Fe₄N(001) single-crystal film and (b-1) $\Delta l/l_{[001]}(\varphi)$ and (b-2) $\Delta l/l_{[1\bar{1}1]}(\varphi)$ of a γ' -Fe₄N(110) single-crystal film measured under an in-plane rotating magnetic field of 1.2 kOe.

- 1) K. R. Nikolaev, I. N. Krivorotov, E. D. Dahlberg, V. A. Vas'ko, S. Urazhdin, R. Loloee, and W. P. Pratt: Appl. Phys. Lett., 82, 4534 (2003).
- 2) I. Dirba, M. B. Yazdi, A. Radetinac, P. Komissinskiy, S. Flege, O. Gutfleisch, and L. Alff: J. Magn. Magn. Mater., 379, 151 (2015).
- 3) Y. Zhang, Z. Wang, and J. Cao: Comput. Mater. Sci., 92, 464 (2014).

(Fe0.7Co0.3)95Als合金単結晶薄膜の構造と磁気・磁歪特性

中村優太¹・大竹充¹・川井哲郎¹・二本正昭¹・桐野文良²・稲葉信幸³ (¹横浜国大,²東京藝大,³山形大)

Structural, Magnetic, and Magnetostrictive Properties of (Fe_{0.7}Co_{0.3})₉₅Al₅ Alloy Single-Crystal Thin Films Yuta Nakamura¹, Mitsuru Ohtake¹, Tetsuroh Kawai¹, Masaaki Futamoto¹, Fumiyoshi Kirino², Nobuyuki Inaba³ (¹Yokohama Nat. Univ., ²Tokyo Univ. Arts, ³Yamagata Univ.)

はじめに Fe-Co 合金は代表的な軟磁性材料であり,組成や形成条件より 100×10⁻⁶以上の大きな磁歪を示す ことから ¹⁻³⁾,逆磁歪効果を利用した振動発電デバイスやアクチュエータ等への応用に向けて注目されている. Fe-Co 合金における磁歪増大の要因のひとつは,bcc 格子の A2 不規則相に,bcc 格子の B2 規則相や fcc 格子 の A1 不規則相がナノレベルで混在することによる応力であることが示唆されている⁴⁾. 一方で,良好な軟磁 性を得るためには,結晶磁気異方性エネルギーがほぼゼロとなるように Co 組成を 30~40 at.%に制御するこ とが有効である.最近,我々は,材料基礎物性を調べることを目的に,Fe₇₀Co₃₀ 合金に B を 5 at.%添加した 単結晶膜を形成した⁵⁾. その結果, B 添加により B2 相への規則化が促進され,磁歪定数 λ_{100} が+310×10⁻⁶まで 増加した. AI は Fe や Co との合金において B2 相を形成し,Fe-Co 合金への AI 添加により, B2 相の組成幅を 拡大させる可能性がある.本研究では,Fe₇₀Co₃₀ 合金に AI を 5 at.%添加した(Fe_{0.7}Co_{0.3})95Al5単結晶薄膜の形 成を試み,構造と磁気・磁歪特性を調べた.

実験方法 製膜には超高真空 RF マグネトロン・スパ ッタリング装置を用いた. 600 ℃ の MgO(001)単結晶 基板上に 10 nm 厚の VN(001)単結晶下地層, 10 nm 厚 の(Fe_{0.7}Co_{0.3})₉₅Al₅シード層を形成し,その後,室温(RT) から 600 ℃ の一定温度で 90 nm 厚の(Fe_{0.7}Co_{0.3})₉₅Al₅膜 を形成した.構造評価には RHEED, XRD, EDS, AFM, 磁気・磁歪特性測定には VSM, 片持ち法を用いた.

実験結果 いずれの基板温度においても,エピタキシャル単結晶膜が得られた. Fig. 1(a)および(b)に, RT および 600 ℃ で形成した膜の RHEED パターンを例として示す. この温度範囲で形成した膜はいずれも同様な



Fig. 1 (a, b) RHEED patterns and (e, f) out-of-plane XRD patterns of $(Fe_{0.7}Co_{0.3})_{95}Al_5$ films formed at (a, e) RT and (b, f) 600 °C. (c, d) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (001) single-crystal surfaces with bcc-based (c) disordered A2 and (d) ordered B2 structures.

回折パターンが観察されており, A2 不規則相もしくは B2 規則相の bcc(001)単結 晶表面に対応している. エピタキシャル方位関係は, (Fe_{0.7}Co_{0.3})95Al₅(001)[110]bcc || VN(001)[100]である. A2 と B2 相の違いは, Fig. 1(c)および(d)に示す RHEED パタ ーンの模式図において, 003 などの超格子反射の有無であるが, Fe と Co の原子 散乱因子の差は小さく, また, ストリーク状の回折パターンとなっているため, RHEED では検出できていない可能性がある. 低温の RT および高温の 600 °C の基 板温度で形成した膜の面外 XRD パターンを Fig. 1(e)および(f)にそれぞれ示す. い ずれの膜に対しても Fe-Co-Al(002)基本反射が観察されている. 一方で, 600 °C で 形成した膜では, Fe-Co-Al(001)超格子反射が見られ, A2 相に B2 相が混在してい ることが分かる. 以上の結果より, Fe₇₀Co₃₀の組成においても. Al を 5 at. %添加 し, 高基板温度で形成することにより, B2 相への規則化を促進できることが分か った. 磁化曲線を Fig. 2 に示す. 形成温度の違いにより磁気異方性も変化してい ることが見て取れる. 当日は, 規則度と磁歪を含む各物性の関係について詳細に 議論する.





- 1) H. M. A. Urquhart, et al.: DTIC Tech. Rep., no. AD0018771 (1953).
- 2) R. C. Hall: J. Appl. Phys., 30, 816 (1959).
- 3) D. Hunter, et al.: Nat. Commun., 2, 518 (2011).
- 4) Y. Han, H. Wang, T. Zhang, Y. He, J. M. D. Coey, and C. Jiang: J. Alloys Compd., 699, 200 (2017).
- 5) Y. Nakamura, M. Ohtake, T. Kawai, M. Futamoto, F. Kirino, and N. Inaba: J. Magn. Soc. Jpn., 45, 136 (2021).

組成比の異なる GdFe 薄膜における異常ホール効果の温度依存性

宋 嘉浩¹, 笠谷雄一², 吉川大貴², 塚本新²

(1日本大学大学院理工学研究科,2日本大学理工学部)

Temperature dependence of anomalous Hall effect in GdFe thin films with different composition ratios

Yoshihiro Sou¹, Yuichi Kasatani², Hiroki Yoshikawa², Arata Tsukamoto²

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

²College of Science and Technology, Nihon Univ)

はじめに GdFe に代表される希土類遷移金属合金フェリ磁性体は全光型磁化反転現象(AOS)などのスピント ロニクスの高速動作領域への発展に向けた報告にかかわる基礎検討が多く実施されている^[1]. 特に, 異常ホー ル効果(AHE)は微細高速磁化検出機構への応用や電気伝導・磁気構造の特徴の理解のために注目されている. 一方で,希土類遷移金属合金フェリ磁性体における AHE では遷移金属磁気モーメントだけでなく希土類磁気 モーメントとの相関も示唆されており^[2],合金の示す AHE や伝導機構に与える各元素の役割等の詳細につい ては未だ明らかではない.本研究は主たる構成元素が Gd または Fe となる GdFe 合金薄膜試料を用いて電流 磁気特性の温度依存性から異常ホール効果に対する各元素由来の電子系に基づく寄与を検討する.

<u>実験方法</u> スパッタリング法により作製した SiN (5 nm)/Gd₂₀Fe₈₀ (20 nm)/SiN (5 nm)/Si sub. (試料 A), SiN (60 nm)/Gd₇₀Fe₃₀ (20 nm)/SiN (5 nm)/Si sub. (試料 B) に対し, プローバーを用いた四端子計測によりホー ル電圧を評価した.真空度 3×10⁻⁵ Pa 程度で,背景温度 100 K, 200 K, 300 K にて, 膜面内 y 方向に 0.1 mA の 直流電流を印加し,膜面垂直 z 方向に最大 24 kOe の外部磁場 H を印加したときの x 方向の異常ホール電圧

 $V_{\rm x}$ を計測した.また、同環境における縦抵抗率 $\rho_{\rm xx}$ も求めた.

実験結果と考察 Fig.1 に 100 K における試料 A, B の V_x の 印加磁場依存性を示す. 測定範囲内の最大磁場における V_x をもとに各試料で温度毎に異常ホール抵抗率 ρ_{AHE} を算出し, Fig.2 に示した.また, Fig.2 内の差し込み図に縦抵抗率 ρ_{xx} の 温度依存性を示す. 低温において ρ_{xx} は組成で大きく異なる 一方, ρ_{AHE} は同水準であった.また,背景温度の変化に対し ρ_{xx} の変化はいずれの組成においても小さかった.しかし, ρ_{AHE} は温度変化に対し組成により大きく異なった.

以上のことから,一般的には主として遷移金属元素に由来 するとされる希土類遷移金属合金系での異常ホール効果に 対し,希土類元素も同様に大きな寄与度を有すると考えられ る.

<u>謝辞</u>本研究の一部は, JSPS 科研費(21K04184)の支援を受け たものである.

参考文献

[1] Ryo Ando, Takashi Komine, Shiori Sato, Shingo Kaneta, and Yoshiaki Hara, AIP Adv. 8. 056316 (2018).

[2] Hirosige Hachisuka, Yuichi Kasatani, Hiroki Yoshikawa, Arata Tsukamoto, 第 42 回 日本磁気学会学術 講演会. 14aC-1 (2018).



Fig.2 Temperature dependence of ρ_{AHE}

MOD 法により作製した CoFe₂O₄/LiNbO₃積層膜の磁気―電気効果

米山 佳吾、神島 謙二、柿崎 浩一 (埼玉大学)

Magneto-electric effect of CoFe₂O₄/LiNbO₃ laminated films prepared by metal organic decomposition

K. Yoneyama, K. Kamishima, K. Kakizaki

(Saitama Univ.)

<u>はじめに</u>

強磁性と強誘電性を併せ持ち、磁場が電気分極を発現させる磁気-電気(ME)効果を示すものは、磁気センサや多値メモリへの応用が期待されている¹⁾。本研究では強磁性体に CoFe₂O₄(CFO)を、強誘電体にLiNbO₃(LNO)を選択し、MOD 法によりこれらの積層膜を作製し、ME 係数を評価した。その結果、LNO 層が不均一な膜となり、ME 効果が発現しない問題が生じた。この原因は LNO 層を塗布する際、溶液の粘度が高すぎることにあると考え、出発溶液の加水分解時間(*a*_{hyd})が異なるCFO/LNO 積層膜を作製し、それらの ME 効果を評価したので報告する。

<u>実験方法</u>

試料は MOD 法で作製した。出発溶液は Li、Nb、Co、および Fe の有 機金属塗布材料(SYMETRIX)を用い、化学量論組成となるよう調製した。 CFO 溶液は大気中、24 時間攪拌した。一方、LNO 溶液は同様に 1~4 時 間攪拌した後、密封して更に 24 時間攪拌した。これらの溶液を FTO 電 極付きガラス基板上に CFO、LNO の順でスピンコートした。塗布後、 大気中 350℃で 30 分間溶媒を除去し、塗布と乾燥の工程を各層 3 回行 った。成膜後、CFO 層は大気中 640℃で 5 時間、LNO 層は 640℃で 3 時間熱処理を行い、試料を得た。各試料の最大 ME 係数は分極処理した 試料を用い、膜面垂直方向に直流磁場と交流磁場を印加し、誘起される 電圧をロックインアンプにより測定することで求めた。

<u>結果および考察</u>

Fig.1 は加水分解時間が異なる LNO 溶液で作製した CFO/LNO 積層膜の X 線回折図を示す。すべての試料で目的とする CFO および LNO 相のみが生成した。

Fig. 2 はこれらの試料表面における Nb の分布を示す。*n*_{hyd}=1 および 2 h.の試料では Nb 分布が均一であるのに対し、*n*_{hyd}=2.5 および 3 h.の試料 では不均一となり、膜が不連続になった。これは加水分解時間の増加に 伴い溶液の粘度が急激に上昇し、ゲル化が不均一に進行したことが原因 と考えられる。

Fig. 3 は 4.08 kOe の直流磁場下における ME 係数を示す。加水分解時間の増加に伴い ME 係数は増大し、 $\tau_{hyd}=2$ h.の試料において最大値 46.5 mV/cm・Oe となった。これは加水分解時間の増加に伴い LNO 相の結晶 化が進行し、より大きな圧電効果を発現したためである。しかし、 $\tau_{hyd}=2.5$ および 3 h.の試料では、ME 係数が減少に転じた。これは LNO 膜が不連続になり、CFO 層からの応力伝達が不均一になり誘起電圧が得られなかったためであると考えられる。

<u>参考文献</u>

1) T. Kimura, et al. : Nature, 426 (2003) 55.



Fig. 1 X-ray diffraction patterns of the CFO/LNO laminated films prepared by hydrolysis reaction of the LNO layer for τ_{hyd} =1.0-3.0 h.



Fig. 2 EDX maps for Nb of the LNO films prepared by hydrolysis reaction for τ_{hyd} =(a)1.0 h., (b)2.0 h., (c)2.5 h., and (d)3.0 h.



Fig. 3 τ_{hyd} dependence of the ME voltage coefficient of the CFO/LNO laminated films.

充填 β-Mn 構造カイラル磁性体における

磁気スキルミオンのトポロジカル量子物性

Topological Quantum Properties of Magnetic Skyrmions in Filled β-Mn-type Chiral Magnet 強 博文、深澤 健留、羽尻 哲也、富樫 将孝、桑原 真人、伊藤 孝寛、浅野 秀文 名大院工

B.W. Qiang, T. Fukasawa, T. Hajiri, M. Togashi, M. Kuwahara, T. Ito and H. Asano (Graduate School of Engineering, Nagoya Univ.)

【はじめに】実空間におけるスピンのトポロジカル構造である磁気スキルミオンは、実空間 でベリー位相を有することから、トポロジカルホール効果(THE)^{1,2} やノンコリニア磁気抵抗 効果(NCMR)³などの特異なトポロジカル量子輸送を起こしうることが報告されてきている。 これまでに強磁性スキルミオンの一般的な検出手法として確立されているのはローレンツ透 過型電子顕微鏡(Lorentz-TEM)による実空間観察が挙げられる。一方で、トポロジカルスピン 構造を電気的な手法により検出する、THE と NCMR の重要性が高まってきている。そこで 本講演では、Lorentz-TEM から室温以上までスキルミオンが存在する⁴ことが示されている 充填 β -Mn 型カイラル磁性体 Fe_{2-x}Pd_xMo₃N 薄膜におけるトポロジカル量子物性を調べた結果 について、Co_{2-x}Pd_xMo₃N 薄膜における系統研究の結果と合わせて報告する。

【実験及び結果】エピタキシャル薄膜 A_{2-x}Pd_xMo₃N (A = Fe, Co) はマグネトロンスパッタ法に より *c*-サファイヤ基板上に成長させた。Fig. 1 (a)に示すように、トポロジカルホール効果は スキルミオンの有効磁場による電子散乱に由来すると考えられている。Fe_{2-x}Pd_xMo₃N 薄膜 (*x* = 0.32) において 4 K で得たトポロジカルホール抵抗の結果から、ゼロ磁場近傍の強いピーク ($\rho_{\text{TH}}^{\text{TH}}$ = 0.21 μ Ω·cm)が観測されることを見出した。この結果は、高密度のスキルミオン相 が低磁場領域に存在することを示している。Fig. 1 (c) にトポロジカルホール抵抗及び物質全 体の電子構造を反映した通常ホール定数 *R*₀ の温度依存性を示す。 $\rho_{\text{TH}}^{\text{TH}}$ が急激に減少し符号 が反転する 100 K 近傍において、*R*₀が増大しピークが形成されることを見出した。この結果 は、100K 近傍における磁気相転移(スピンリオリエンテーション)の存在を示唆する。具体 的には、低温において巨大な正の有効磁場を持つ高密度スキルミオン相(Sk-I)から高温に おける若干弱い負の有効磁場を有するスキルミオン相(Sk-II)に電子構造の変化を伴って転移 することに起因するものと考えている。講演では、反強磁性 Co_{2-x}Pd_xMo₃N 薄膜におけるトポ ロジカル量子物性についても合わせて報告する予定である。

[1] P. Bruno, et al. Phys. Rev. Lett. **93**, 096806 (2004). [2] K. Nagasawa, et al., Phys. Rev. B **99**, 174425 (2019). [2] C. Hannelson, et al. Not. Neutrals, **10**, 1020 (2015). [4] P. W. Oieng, et al., Ann. Phys. Lett. **117**, 142401 (201





Figure 1 (a) A schematic illustration of topological Hall effect induced by magnetic skyrmion. (b) Magnetic field dependence of topological Hall resistivity, ρ_{TH} , at 4 K of a Fe_{2-x}Pd_xMo₃N film with x = 0.32. (c) Temperature dependences of topological Hall resistivity, ρ_{TH} , and normal Hall coefficient, R_0 , of a Fe_{2-x}Pd_xMo₃N film with x = 0.32.

(Bi,L)(Fe,Co)O₃(L: ランタノイド) 強磁性・強誘電性薄膜における Biに対するランタノイド置換が飽和磁化・垂直磁気異方性・ 磁気 Kerr 回転角に及ぼす効果

Soumyaranjan Ratha, 鈴木陸, 鈴木悠太, 武田航太朗, 山本大地, 江川元太, ^〇吉村 哲 (秋田大)

Effect of Lanthanoids substitution against Bi on various magnetic properties of multiferroic (Bi,L)(Fe,Co)O3 (L: Lanthanoids) thin films

S. Ratha, R. Suzuki, Y. Suzuki, K. Takeda, D. Yamamoto, G. Egawa, ^OS. Yoshimura

(Akita Univ.)

はじめに 強磁性・強誘電材料は,電場(E)もしくは磁場(H)による磁化(M)および電気分極(P)の方向制御が可 能とされていることから、電界駆動型の低消費電力な次世代電子デバイス用材料として研究が活発化してき ている.高性能磁気デバイス用磁性材料薄膜には、大きな飽和磁化(Ms)、大きな垂直磁気異方性(Ku)(1より 十分に大きな, 垂直保磁力($H_{e_{\perp}}$)/面内保磁力($H_{e_{\ell}}$)および垂直角型比(S_{\perp})/面内角型比(S_{ℓ})), 大きな磁気 Kerr 回転角(*θ*_k)などの高い機能性が求められるが、現行の強磁性・強誘電材料薄膜のそれらの値は大きくなく、本 薄膜の使用により磁気デバイスの低消費電力化はできても高性能化は容易でない. 著者らは近年, (Bi_{1-x}Ba_x)FeO₃(BBaFO) 薄膜, (Bi_{1-x}La_x)(Fe_{1-v}Co_v)O₃(BLaFCO) 薄膜における置換元素量の最適化により, BBaFO 薄膜では 90 emu/cm³程度の M_s, BLaFCO 薄膜では 75 emu/cm³程度の M_s, 1 を超える H_e // H_e // および S₁ / S₁ / S // , 大きなθ_k,などが得られることを報告している.またこれらの薄膜を用いて,局所電界印加によりその部分 の磁化反転にも成功し、デバイス駆動の検証も行っている^{1,2)}.しかしながら、真にデバイス実装を実現する ためには,更に磁気特性に優れた強磁性・強誘電薄膜を探索作製することが必要となる.これまでの検討から, Aサイトの置換元素とBサイトの置換元素の組み合わせにより、各元素単独での置換の場合とは全く異なる 磁気特性が得られることが判っている.よって本研究では,種々のランタノイド元素L(=La, Nd, Sm, Gd, Dy, Er)を置換元素に用いた(Bi,L)(Fe,Co)O3薄膜を作製し,優れた磁気特性を有する材料薄膜の探索を行った.

方法 (Bi_{0.6-0.4}L_{0.4-0.6})(Fe,Co)O₃(L = La, Nd, Sm, Gd, Dy, Er) (BLFCO) 薄膜 (膜厚 200 nm) を,反応性パルス DC スパッタリング法(周波数:100-200 kHz,電力:150 W,デューティー比:2:1)を用いて,熱酸化膜付き Si 基板/Ta(5 nm)/Pt(100 nm)下地層上に成膜した. 積層膜は, Ta を室温, Pt を 400 ℃, BLFCO を 700 ℃, の基板 温度で成膜した.磁気測定は振動試料型磁力計(VSM)および磁気 Kerr 効果測定装置により評価を行った.

結果 Table.1 に,作製した BLFCO 薄膜の M_{s} , $H_{c\perp}$, $H_{c\perp}/H_{c\prime\prime}$, $S_{\perp}/S_{\prime\prime}$, θ_{k} , をそれぞれ示す. 各置換元素 の原子番号、イオン半径の比(対 Bi)、Fe に対する Co 置換量、もあわせて示す. BLaFCO 薄膜について、Fe に対する Co 置換量が 25 at%程度において、いずれの磁気特性も最大値を示すことが判る. この結果をふま えて, BLFCO 薄膜における Fe に対する Co 置換量も 25 at%程度とした. BLFCO 薄膜において,一様に大き な M_sが得られたが,その中でも特に Nd や Er で置換した薄膜において 140 emu/cm³ 程度が得られた.そして, 一様に大きな $H_{c_{\perp}}/H_{c_{\parallel}}$ が得られたが,その中でも特に Sm や Gd で置換した薄膜において, S_{\perp}/S_{\parallel} も 1.0 以上

で明確に垂直磁気異方性が得られた. 更に、一様に大きなθ_kが得られたが、 その中でも特に Dy で置換した薄膜に おいて 0.12°が得られた. Bi のランタ ノイドでの置換においては,格子内の イオンバランスは変化しない(いずれ も 3+) ことから、この置換が磁気特 性に直接影響を与えるのではなく, Fe に対して置換された Co の各種磁 性に対して,各ランタノイド元素が及 ぼす効果が異なるものと考えられる.

参考文献 1) S. Yoshimura et al., JJAP, 57, 0902B7 (2018) 2) M. Kuppan et al., Scientific Reports, 11, 11118 (2021)

Table	1	Magnetic	properties	of	(Bi,L)(Fe,Co)O ₃ -based	films	with	various
Lantha	noic	ls substituti	ion against	Bi.				

Substitution element	La					Nd	Sm	Gd	Dy	Er	Bi	
Atomic number	57						60	62	64	66	68	83
Ratio of lon radius	1.11						1.09	1.07	1.06	1.04	1.04	1
Co ²⁺ / (Fe ³⁺ +Co ²⁺)	0	0.05	0.12	0.17	0.28	0.31	0.25	0.25	0.24	0.27	0.24	
M_{s} (emu/cm ³)	15	25	50	70	80	55	140	110	65	75	135	
H _{c⊥} (kOe)	0	0	2.8	3.1	2.6	2.7	2.1	1.9	2.2	2.7	1.9	
$H_{c\perp}/H_{c\prime\prime}$	0	0	1.1	1.2	1.6	1.0	2.6	2.1	2.8	1.7	1.5	l
s _/ s _/	0	0	0.8	0.9	1.3	0.5	1.0	1.4	1.4	0.6	0.6	
<i>θ</i> _k (°@800 nm)	0	0	0.02	0.03	0.08	0.01	0.09	0.05	0.08	0.12	0.05	_

BiFeO3系強磁性・強誘電薄膜におけるレーザーアシスト加熱成膜・ 後アニールが飽和磁化・磁気 Kerr 回転角に及ぼす効果

○鈴木陸, 江川元太, 吉村 哲

(秋田大)

Effect of laser-assisted heating / annealing on various magnetic properties of multiferroic BiFeO3-based thin films

^OR. Suzuki, G. Egawa, S. Yoshimura

(Akita Univ.)

はじめに 室温において反強磁性・強誘電性を有する BiFeO₃ において Bi³⁺や Fe³⁺を適切な価数を有する元 素で置換することで,強磁性が発現することが報告されている.我々は,反応性パルス DC スパッタリング 法を用いて 695 ℃で作製した(Bi,Ba)FeO₃, (Bi,Nd)(Fe,Co)O₃ 薄膜において 90 emu/cm³, 140 emu/cm³程度の高 い飽和磁化(*M*_s)が得られることを報告している¹⁾.しかし,電界駆動型磁気デバイスへ応用するにはさらに高 い*M*_sが求められる.BiFeO₃系薄膜は,成膜後にアニール処理を行うことによる相形成の促進によって特性が 向上すること,薄膜作製時の基板加熱温度の上昇により結晶性が向上すること,が一般的に知られている. 本研究では(Bi,Ba)FeO₃, (Bi,Nd)(Fe,Co)O₃薄膜において,真空成膜装置に取り付けた例はあまり報告されてい ないレーザーアシスト加熱機構を新規に用い,その基板温度に及ぼす性能を評価し,それを用いて更に高温 での成膜および後アニールを行い,それぞれが構造と特性に与える効果の大きさについて検討した.

方法 (Bi,Ba)FeO₃, (Bi,Nd)(Fe,Co)O₃ (BBFO, BNFCO) 薄膜(200 nm)を反応性パルス DC スパッタリング法に よって成膜した. 熱酸化膜付き Si 基板上に Ta(5 nm)/Pt(100 nm)を下地層として成膜した. このとき Ta 層は DC 電源を用いて室温で, Pt 層は RF 電源を用いて 400 ℃で成膜した. BBFO, BNFCO 層は, 薄膜作製装置 に付属のランプヒーターを用いて 695 ℃で成膜(通常成膜), 695 ℃で成膜した後に酸素雰囲気中で 30 分間の 後アニール(後アニール成膜), ランプヒーターが ON の状態において更にレーザー光を照射するアシスト加 熱を行って成膜した後にそのまま酸素雰囲気中で 30 分間の後アニール(レーザー照射後アニール成膜), の各

手法を用いて作製した. Fig.1 にレーザーアシスト加熱機構を取り付け た超高真空スパッタリング装置の概略図を示す. Pt および BBFO, BNFCO 薄膜を成膜する際,結晶性の向上を図るため,VHF プラズマ を照射した.スパッタリングターゲットには,BBFO 層は Ba-Fe-O 粉 末,Fe 粉末を,BNFCO 層は Nd-Fe-O 粉末,Fe 粉末,Co 粉末を焼結 させて作製した導電性ターゲットにBi シートを配置したものを用い た.反応性パルスDC スパッタリング法におけるパルス条件として,

BBFO, BNFCO 薄膜は,周波数をそれぞれ 100 kHz, 200 kHz,電力は 150 W, ON:OFF 比は 3:2 とした.磁化曲線の測定には振動試料型磁力 計(VSM)を,磁気 Kerr 回転角の評価には磁気 Kerr 測定装置を用いた.

結果 ランプヒーター加熱に加えてレーザーアシスト加熱(6 W)を併 用することで、基板温度を 695 ℃から 858 ℃へと増大させることが できた. Fig.2 に通常成膜(緑)、後アニール成膜(青)、レーザー照射後 アニール成膜(赤)、の各手法を用いて作製した BBFO 薄膜の M_sにおけ る Bi に対する Ba の置換量依存性および代表的な *M*-H 曲線を示す. Ba 置換量が 50~60 at%の薄膜において、通常成膜と比較して後アニ ール成膜では、M_sは増加し、さらにレーザー照射後アニール成膜にお いて M_sは 98 emu/cm³と増加し、これまでの BBFO 薄膜の中では最も 高い値が得られた. 薄膜の結晶性の向上や表面平坦性の改善によるも のと思われることから、大きな M_sが得られたと考えられる. 当日の学 術講演会では、レーザー照射後アニール成膜が BNFCO 薄膜の磁気特 性に及ぼす効果、BiFeO₃系薄膜の磁気 Kerr 回転角に与える影響につい ても述べる予定である.

参考文献 1) 吉村 他, 第 45 回日本磁気学会学術講演会, 31aB-5



Fig.1 Schematic diagram of ultra-high vacuum sputtering equipment with laser assisted heating system.



Fig.2 Dependence of Saturation magnetization of BBFO thin films on amount of Ba substitution against Bi. Typical *M*-*H* curves are also shown in figure.

Perpendicular magnetic anisotropy of an interface of Fe/NiO investigated by polar magneto-optic Kerr effect

S. Jung¹, A. Hidaka¹, and H. Yanagihara¹

1. Department of Applied Physics, University of Tsukuba, Tsukuba 305-8573, Japan

The voltage controlled magnetic anisotropy (VCMA) is of great interest in that its properties can lead to useful low energy consuming, high speed spintronics devices. According to Maruyama *et al.*, the VCMA property and perpendicular magnetic anisotropy (PMA) were found at the interface of ultrathin Fe and MgO¹). However, the change in its VCMA is not enough to be utilized for devices as it is. Inspired by the result, Kobayashi *et al.* recently found that the interface of ultrathin Fe and NiO shows PMA which is measured by VSM²). They also evaluated the thickness dependency of the interface with AHE measurements, from which the interfacial magnetic anisotropy energy of 1.07 mJ/m² was derived. As it is hard to investigate VCMA properties with conventional magnetization measurement, a suitable method should be considered. In this research, the magnetic properties of the interface investigated by polar magneto-optic Kerr effect (PMOKE) are presented.

For the measurement, a Cr (2)/Fe (0-3)/NiO (10) thin film was prepared with reactive RF magnetron sputtering method grown on MgO (001) substrate. A NiO layer was grown at 500°C, while Fe and Cr layers were grown at room temperature. The thickness gradient with a range of 0 to 3nm was applied to the Fe layer. The Cr layer was used as a cap layer. After the fabrication, the sample was annealed at 450°C for 1 hour. The crystal structure and saturation magnetization of the film were investigated by an x-ray diffractometer (XRD) and VSM measurement, respectively. The magnetic properties at the interface were investigated using PMOKE. From the analysis, the evaluated interfacial magnetic anisotropy energy was 0.93 mJ/m².

In order to study the VCMA effect of the Fe/NiO interface, a thin film of conductive spinal oxide CoV_2O_4 was inserted as a bottom electrode between the NiO and MgO substrate, which makes it possible to apply voltage to the interface of Fe/NiO layer. The insertion of the electrode layer did not greatly affect the interfacial magnetic anisotropy energy of the interface.

References

- 1) T. Maruyama et al., Nat. Nanotechnol 4, 158 (2009)
- 2) S. Kobayashi et al., 16p-Z19-7, JSAP Spring Meeting (2021).





Fig 1. Normalized Kerr signal which is derived from two sites on a wedged Fe layer with thickness of 0.8 and 1.6 nm grown on NiO, for applied magnetic fields.



Co/Ru/Co人工フェリ磁性体の磁化過程

久田優一、小森祥央、井村敬一郎、谷山智康 (名古屋大学)

Magnetization process of Co/Ru/Co Synthetic Ferrimagnets Yuichi Hisada, Sachio Komori, Keiichiro Imura, and Tomoyasu Taniyama (Department of Physics, Nagoya University, Japan)

<u>はじめに</u>

反強磁性結合において、磁気モーメントが打ち消しあわず、有限の値を示すフェリ磁性体は、強磁性体の ように容易に磁場に応答し、かつ反強磁性体のような高速な磁場応答を示す[1,2]ため、近年研究が盛んに行 われている。その中でも、本研究では、強磁性体/非磁性体/強磁性体構造から実現される人工フェリ磁性体に 着目した。この構造では、非磁性層を介し、二つの強磁性層がフェリ磁性のように結合されることが知られ ているが、その磁化過程については十分な研究がなされていない。今回我々は、人工フェリ磁性体の磁化過 程において特異な現象を見出したので、報告する。

<u>実験方法</u>

RFマグネトロンスパッタリングを用いて、(011)配向の Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-PbTiO₃ (PMN-PT) 基板上に、人工 フェリ磁性体 Nb(3 nm)/Co (3 nm)/Ru(*d*_{Ru})/Co (3 nm)/Nb(5 nm)を成膜し、磁気特性を磁気光学 Kerr 効果及び振 動試料型磁力計によって測定した。

<u>実験結果</u>

Fig. 1 に、Nb(3 nm)/Co (3 nm)/Ru(d_{Ru})/Co (3 nm)/Nb(5 nm)人工フェリ磁性体における飽和磁場の Ru 膜厚依存 性を示す。 $d_{Ru} = 0.5$ nm 付近において、飽和磁場の値が極大となり、Ru を介した二つの Co 間の反強磁性結合 が強くなることが確認された。 $d_{Ru} = 0.5$ nm の試料の磁化曲線を Fig. 2 に示す。ゼロ磁場付近では、フェリ磁 性特有の強磁性成分が確認された。また、500 Oe 付近において、反強磁性体と類似したスピンフロップのよ うな磁化過程が確認された。この現象については現在調査中である。講演当日には、フェリ磁性体の磁気異 方性や、さらには電界効果についても報告をする。

- [1] K. J. Kim *et al.*, Nat. Mater. **16**, 1187 (2017)
- [2] L. Caretta et al., Nat. Nanotechnol. 13, 1154 (2018)









FeCo-SiN ナノグラニュラー薄膜の磁気光学ヒステリシスの解析

池田 賢司,小林 伸聖,荒井 賢一 (公益財団法人 電磁材料研究所) Magneto-optical hysteresis analysis in FeCo-SiN nanogranular films Kenji Ikeda, Nobukiyo Kobayashi, Ken-Ichi Arai

(Research Institute for Electromagnetic Material, DENJIKEN)

<u>はじめに</u>

ナノグラニュラー薄膜は、絶縁体のマトリックス中に磁性金属ナノ粒子を分散させた構造を有しており、 多様な物性を示すことで知られている。我々のグループは、フッ化物系ナノグラニュラー膜が光透過性を示 し¹⁾、巨大なファラデー効果を示すことを見出した²⁾。ナノグラニュラー薄膜における大きな磁気光学効果 は、マトリックス界面近傍の磁性原子の磁気モーメントがエンハンスされることに起因すると考えられる²⁾。 ナノグラニュラー構造では、ナノ磁性粒子に起因する超常磁性を示すことが多いが、強磁性としてファラデ ーヒステリシスを形成することが可能となれば、磁界が印加されていない状態であっても磁気光学効果を発 現することが期待される。本研究では、磁気光学ヒステリシスを有するナノグラニュラー薄膜の作製を目的 として、SiN をマトリックスとしたナノグラニュラー薄膜を解析した。本報告では、FeCo-SiN ナノグラニュ ラー膜の、ファラデーループの解析結果について報告する。

<u>実験方法</u>

ナノグラニュラー薄膜の成膜には、シリコンナイトライドターゲット上に Fe₆₀Co₄₀ 合金チップを配置した 複合ターゲットを用い、Ar+N₂の混合ガス雰囲気において作製した。成膜は 400℃の加熱雰囲気で行い、膜 厚が約 800 nm の薄膜を作製した。結晶構造は XRD で解析し、磁化曲線は VSM で測定した。ファラデー効 果は、分光式ファラデー効果測定装置(NEOARK, BH-501F-SVI)を用いて評価した。薄膜の光透過率は、 分光光度計(Shimadzu, UV-3150)を用いて測定した。光学定数はエリプソメータ(Horiba, UVISEL-Plus)による解 析により求めた。

<u>実験結果</u>

スパッタ中の混合ガス雰囲気を変えて成膜した FeCo-SiN ナノグラニュラー薄膜の磁化曲線を Fig.1 に示す。 窒素ガス比率が高くなるに従い、超常磁性から強磁性に変化することが確認される。Fig.2 に N2 雰囲気で作 製した薄膜のファラデー回転角ループ(1310 nm)を示す。明瞭なファラデー回転ヒステリシスを示すことが確 認される。10 kOe 印加時の Faraday 回転角が 1.9 deg./µm であるのに対し、ゼロ磁界での回転角は 0.8 deg./µ m であり、磁界の印加がない状態であっても高い Faraday 回転角を示すことが分かる。今回の結果は、スパッ タ時のガス雰囲気を変えることにより FeCo 粒子の磁気異方性が変化したことが影響していると推測できる。

<u>謝辞</u>

本研究はJST⁻CREST、

- JPMJCR19T1 および JSPS 科研費
- 20K03843, 20H02468, 19K21959 O

助成を受けたものです。

<u>Reference</u>

1) N. Kobayashi H. Masumoto, S. Takahashi and S. Maekawa, Sci. Rep., 6, 34227 (2016).

2) N. Kobayashi, K. Ikeda, B. Gu, S. Takahashi, H. Masumoto and S. Maekawa, Sci. Rep., 8, 4978 (2018).



Fig.1 Magnetization hysteresis curves of FeCo-SiN films.

Fig.2 Faraday hysteresis loop of FeCo-SiN film.

Co-SiO2 グラニュラー薄膜の光学および磁気光学特性

舩木佑也,北原旭,橋本良介*,内田裕久 (豊橋技科大,*鈴鹿高専) Optical and magnetooptical properties of Co-SiO₂ granular thin films Yuya Funaki, Akira Kitahara, Ryosuke Hashimoto, Hironaga Uchida (Toyohashi University of Technology, *NIT. Suzuka College)

<u>はじめに</u>

新しい磁気光学(Magneto-optical: MO)材料として磁気光学グラニュラー薄膜が注目されている.この材料は,誘電体媒体中に強磁性粒子が分散したグラニュラー構造を持ち,近赤外波長域で高い光透過率と大きなMO効果が発現することが報告されている¹⁾.我々は,このグラニュラー薄膜について,高い透過率や大きなファラデー回転角を得るために誘電体や強磁性材料の種類や組み合わせ,作製方法の検討を行ってきた²⁾.先行研究では,Co-SiO₂磁気光学グラニュラー薄膜で基板加熱無しで作製した試料で,波長 900 nm 近傍で光透過率 25%,ファラデー回転角 -1.6 deg./µm の試料を作製することができた³⁾.本研究では,この試料を用いて,光学および磁気光学測定を行い,その機構について考察を進める.

実験結果および考察

Co-SiO₂磁気光学グラニュラー薄膜は, RF マグネトロンスパッタ法 で室温(厚さ 330 nm, Co 41 atom%) および 200°C(厚さ 280 nm, Co 39 atom%)で加熱して作製した. Fig. 1 に,室温と 200°Cで加熱して製膜し た Co-SiO₂磁気光学グラニュラー薄膜の透過率スペクトル(UV-3150, Shimadzu)を示す. 200°Cで成膜したグラニュラー薄膜のこの実験では, 薄膜中の Co の割合は同程度であったが, 200°Cで加熱製膜した場合の透 過率は低下してしまった. さらに高い温度である 400°Cと 600°Cで加熱 成膜した場合でも同様に透過率は低下した.

エリプソメータ(RC2-DI, J.A. Woollam)によって導出した室温と 200℃で成膜した薄膜の屈折率 n と消衰係数 κを Fig. 2 に示す. 600nm 以下の波長では光の透過はほとんどなくなるが,これは大きな消衰係数 によるものである. 600 nm 以上で室温成膜した薄膜の透過率が大きいの は,室温成膜した試料の消衰係数がより小さいことに起因するものであ る.

磁気光学効果測定装置(J-1700FK,日本分光)によって室温で作成し たグラニュラー薄膜のファラデー楕円率角スペクトルを測定し,さらに クラマース・クローニッヒの式を用いて,ファラデー楕円率角を求めた. それらのスペクトルを Fig.3 に示す.ファラデー回転角は400~600nm では正の方向に回転し,800 nm 以上では負の方向に回転するのが,この 試料の大きな特徴であり,赤外光域での利用の可能性がある.ファラデ 一楕円率角のスペクトルは回転角の変化に対応したものになる.今後, このグラニュラー薄膜の誘電率テンソルを求め,シミュレーションなど により解析を進める.

参考文献

- 1) N. Kobayashi et al., Scientific Reports 8, 4978 (2018).
- 2) 西本光佑 他, マグネティックス研究会資料, MAG-19-227, 35-29 (2019).
- 3) 北原旭 他, 第44回日本磁気学会学術講演概要集, 17pB-4, 207 (2020).



Fig. 1 Transmissivity spectra for films deposited at room temperature and 200°C



Fig. 2 Refractive index and extinction coefficient spectra



angle and faraday ellipticity angle

反強磁性結合を有する CoPt/Ru 積層膜における表面プラズモン共鳴

山根治起、小林政信*、安川雪子* (秋田県産業技術センター、*千葉工業大学)

Magneto-optical surface plasmons on CoPt/Ru stacked films with antiferromagnetic coupling H. Yamane, M. Kobayashi*, Y. Yasukawa*

(Akita Industrial Technology Center, *Chiba Institute of Technology)

<u>はじめに</u>

大きな磁気光学応答は、光アイソレータや光検知式バイオセンサなど光機能デバイスの高性能化に繋がる と期待されている。我々は、*hcp*(001)-Co₈₀Pt₂₀垂直磁化膜にナノ構造を付与することで、プラズモン共鳴や光 学干渉による磁気光学効果の増強/変調、ならびに、化学センサへの応用について検討を進めている[1],[2]。 本研究では、反強磁性結合を有する[CoPt/Ru/CoPt]垂直磁化積層膜において、表面プラズモン共鳴が磁気光学

特性(極 Kerr 効果)に与える影響について検討を行った。

<u>実験方法</u>

試料の膜構造は、Fig. 1 に示すように、 $[Al_2O_3(5 \text{ nm})/CoPt(4.8 \text{ nm})/Al-ZnO(30 \text{ nm})]/ガラス基板とし、Ru$ 中間層の厚さを変えることで CoPt 層間の磁気結合を制御した。試料の作製にはマグネトロンスパッタ装置を用い、垂直磁気特 $性の向上を図るために Al-ZnO 下地層、および、Al_2O3 表面保$ 護層を形成した。直角プリズムと光学結合させた全反射光学系にて、表面プラズモンを励起した。基板裏面側から、p 偏光(半 $導体レーザ: <math>\lambda = 658 \text{ nm}$)を照射した状態で、膜面垂直方向に磁 場を印加する極 Kerr 配置にて磁気光学効果の測定を行った。

<u>実験結果</u>

[CoPt/Ru/CoPt]積層膜では、Ru 中間層を介して CoPt 層間に 働く RKKY 的な交換相互作用によって磁化の反平行配列状態 が実現される。Fig.2に、通常の極Kerr装置にて測定したマイ ナーループのシフト磁界(交換結合磁界: HEX)のRu層厚依存性 を示す。Ru 層厚: 0.26~1.0 nm の範囲で、反強磁性結合(AFC) が実現されているのが分かる。次に、Fig.1で示した全反射光 学系において、AFC-CoPt 積層膜の反射光強度および偏光状態 の磁場依存性を測定した。その結果、表面プラズモンの共鳴条 件では、大きな磁気 Kerr 効果(偏光角: 0k = 74.5 度)とともに、 反射光強度も磁場印加によって大きく変化することが確認さ れた。Fig. 3 は、Ru 層厚が 0.77 nm の試料の結果であり、CoPt 層の磁化配列(平行/反平行)に依存して、反射光強度が大きく 異なることが分かる。本現象は、偏光度に依存する表面プラズ モン共鳴に起因した光学吸収の違いによって説明できる。飽和 磁化状態では、反射光は主にs偏光成分で構成されるのに対し て、反平行配列では疑似的な非磁性状態となり、磁気光学効果 が消失してs偏光成分は生じないために反射光強度が減少する。 本研究は、科研費(20K05375)の助成を受けて実施した。

<u>参考文献</u>

H. Yamane *et al*, J. Appl. Phys. **124**, 083901 (2018)
 H. Yamane, Jpn. J. Appl. Phys. **60**, SCCG01 (2021)



Fig. 1 Schematic illustration of AFC-CoPt magneto-plasmonic system.



Fig. 2 Dependence of exchange coupling field on Ru thickness for AFC-CoPt films.



Fig. 3 Change in reflective intensity of AFC-CoPt by magnetic applied field.

透磁率時間変調メタマテリアルを用いたマイクロ波の周波数変換

児玉俊之¹、黒澤裕之²、大野誠吾³、菊池伸明⁴、畑山正寿⁴、岡本聡^{4,5}、冨田知志^{1,3} (¹東北大高教機構、²京都工繊大電子、³東北大院理、⁴東北大多元研、⁵東北大 CSIS)

Microwave Frequency Conversion Using Time-Varying Permeability Metamaterials

Toshiyuki Kodama¹, Hiroyuki Kurosawa², Seigo Ohno³, Nobuaki Kikuchi⁴, Masatoshi Hatayama⁴, Satoshi Okamoto⁴, Satoshi Tomita^{1,3}

(¹IEHE, Tohoku Univ., ²Kyoto Inst. Tech., ³Dept. of Physics, Tohoku Univ., ⁴IMRAM, Tohoku Univ., CSIS, Tohoku Univ.)

<u>はじめに</u>

第6世代移動通信システムの社会展開のためにはミリ波やテラヘルツ(THz)光の小型でチューナブルな THz光源が必要不可欠である。透磁率が時間領域で変化する媒質を通過した電磁波は、周波数に変調を受け ると期待される。そこで我々は透磁率を変調させる時間変調メタマテリアルを用いて、マイクロ波の周波数 を変換し、ミリ波やTHz波を得ることを目指している¹⁾。本報告では数値シミュレーションの結果を示す。

<u>シミュレーション条件</u>

電磁場計算には COMSOL Multiphysics と RF モジュールを用いる。長方形の 2 次元モデルで、長手方向に 空気層、透磁率時間変調メタマテリアル(MM)を想定した媒質、空気層と 3 つの層を構成する。平面波が片方 の空気の層から入射され、透磁率時間変調 MM を通過し、他方の空気の層へと伝搬する。短手方向の幅は 2.5 mm である。空気の層の厚さは入射するマイクロ波の波長の 4 分の 1 である。マイクロ波の電場は短手方向 に偏光させる。マイクロ波が入射または出射する空気の層と外部との境界は散乱境界条件を与える。短手方 向の外部との境界面は周期境界条件を与える。透磁率時間変調 MM を想定した媒質の比透磁率を $\mu_r = 1 + A_0\{1 - \cos(2\pi f_{mod} \times t)\}$ として与える。ここで f_{mod} は変調周波数であり、変数tは時間である。透磁率時間変調 MM を通過して空気層から出射するマイクロ波の電場強度を計算した。時間波形を得るためにマイクロ波の入射時刻を 0 として 80 nsec までの計算を実施した。

<u>結果と考察</u>

図1に計算結果の一例を示す。入射するマイクロ波の周波数は10 GHz とした。比透磁率の振幅A₀は100 とした。変調周波数f_{mod}は2 GHz とした。透磁率時間変調 MM の厚さは0.1 mm とした。挿入図は時間波形である。これをフーリエ変換して得られた周波数スペクトルを示している。周波数分解能は約0.01 GHz である。入射波と等しい周波数10 GHz のマイクロ波の信号強度が最も大きい。一方で10 GHz の高周波側と低周波側にも信号が得られている。これらの信号は10 GHz から離れるにつれて強度が低下していることが分かる。またこれらの信号は周期的に現れており、周期間隔は2 GHz である。これは透磁率の変調周波数とよく一致し

ている。この結果は、透磁率時間変調 MM に よりマイクロ波の周波数変換が生じている ことを示している。発表では実験結果も紹介 する。

<u>謝辞</u>

金森義明博士との有益な議論に感謝しま す。本研究は JST-CREST (JPMJCR2102) に よって支援されています。

参考文献

 菊池伸明 他,第69回応用物理学会春 季学術講演会,22p-P01-7



Fig. 1 : Frequency-domain spectrum of transmitted microwave through a time-varying permeability medium. (Inset: Time-domain waveform)

ディスク状微細加工磁性ドットアレイによる高周波電磁波吸収材特性

彭牧天¹、大沼智幸¹、畑山正寿¹、菊池伸明¹、田丸慎吾²、岡本聡^{1,3} (1 東北大多元研、²産総研、³東北大 CSIS)

High-frequency electromagnetic wave absorption in micropatterned magnetic disk array M.Peng¹,T.Onuma¹,M.Hatayama¹,N.Kikuchi¹,S.Tamaru²,S.Okamoto^{1,3} (¹IMRAM, Tohoku Univ.,²AIST,³CSIS, Tohoku Univ.)

<u>はじめに</u>

第5世代移動通信方式(5G)の普及によって、より高速な通信が実現できる一方、高周波ノイズが課題となる。 ノイズ抑制シート(NSS)は電磁干渉問題の対策部品として用いられており、5G用途では電磁波吸収特性を従 来のUHF帯(300MHz ~3.0GHz)からSHF帯(3GHz – 30GHz)へ高周波化する必要がある。NSSは、扁平磁性 金属とポリマーの複合構造であり、その電磁波吸収特性は扁平磁性紛内部の磁気構造が渦状磁化状態(磁気 Vortex)となっており、特徴的なバイモダル型透磁率スペクトルが説明できることが分かった¹⁾。本研究では、 磁気 Vortex モデルに基づく解析の検証を目的として、微細加工されたディスク状磁性ドットアレイを作製し、 その透磁率特性を評価した。

<u>実験方法</u>

本研究では、電子線微細加工を用いて、カプトンフィルム上にディスク状 FeSi ドットアレイを作製した。FeSi ドットの直径は $D = 2 \sim 20 \ \mu m$ で、厚みは $t = 200 \ nm$, 400 nm とした。透磁率スペクトル はトランス結合型透磁率測定法(以下 TC-Perm)²⁾を用いた。 TC-Perm では外部磁場印加中の透磁率測定が可能であり、ここで は $\mu_0 H_{dc} = 0 \sim 200 \ nm$ を印加した。周波数は 10 MHz ~ 40 GHz とし た。

<u>実験結果</u>

Fig.1 に磁性ドットアレイ(t = 200 nm, D = 10 µm)の虚部透磁率ス ペクトルを示す。これまでの扁平磁粉を用いた NSS と同様にバイ モダル型透磁率スペクトル³となっており、磁気 Vortex 状態がそ の起源であることを改めて確認した。Fig.2 に磁性ドットアレイ (t = 200 nm)の高周波側ピーク f_{HR} 及び低周波ピーク周波数 f_{LR} の直 径依存性を示した。磁気 Vortex 理論に基づいて計算される Gyrotropic mode⁴と Flux closure mode での計算結果をそれぞれ赤 線と青線で示した。 f_{HR} と f_{LR} はドット径の減少に伴い高周波側に シフトしており、NSS の高周波対応は磁性紛の直径を下げるこ とが有効であることが示される。また f_{LR} は Gyrotropic mode の計 算値とほぼ一致しているが、 f_{HR} は Flux closure mode よりも低い 値となっている。この違いはドット形状が理想的な円筒形状か らのズレなどが原因と考えており、今後詳細に検討する。

<u>参考文献</u>

- 1) 五十嵐 利行、東北大学博士論文、2021
- 2) S. Tamaru, et al. IEEJ Trans. FM, Vol.141, No.5, 2021
- 3) J. Neige, et al. Appl. Phys. Lett., vol. 102, p. 242401, 2013.
- 4) B. A. Ivanov, C. E. Zaspel, J. Appl. Phys. 95, 7444 (2004)



Fig.1 Imaginary part of permeability of magnetic dot array



 f_{HR} and f_{LR} of magnetic dot array

微粒子試料における異方性磁場の定量的評価手法の検討

窪田寬久、岸本幹雄、柳原英人 (筑波大学)

Study of quantitative evaluation methods for anisotropic magnetic field in magnetic particles

H.Kubota, M. Kishimoto, and H. Yanagihara

(Univ. of Tsukuba)

はじめに

配向性の低い微粒子や粉末形態の磁性材料においては、一般的に磁気異方性 定数や異方性磁場の定量的な評価は困難である。従来から粉末試料や多結晶試 料の磁気異方性評価手法として磁気トルクの回転ヒステリシスを用いる方法[1] や高磁場での磁化曲線を用いる方法[2]が知られているが、これらの手法で得ら れる磁気異方性定数の比較や手法を適用できる条件などが系統的に十分整理さ れているとは言い難い。そこで本研究では、磁気異方性が既知の粉末材料につ いて、静磁場配向の度合いを変化させた試料を用意し、これら2つの手法によ り磁気異方性の解析を行い、評価方法の定量的な比較を試みた。

実験方法

磁性材料として、市販の針状 γ -Fe₂O₃ 微粒子を用いた。共重合樹脂(ソル バイン TAO)と MIBK 溶媒を撹拌して作製した 20 wt%のバインダー溶液 10 g と ϕ =5.0 mm のビーズ 60 g、 γ -Fe₂O₃ を 1.0 g、ボールミルを用いて十分 時間撹拌して分散させた。試料をプラスチックフィルム上に薄く塗り、印 加する磁場や時間を調整して配向させた。調整した試料を振動試料型磁束計 (VSM)による磁化測定を行い、角型比(M_r/M_s)を算出した。磁気異方性につい ては、磁気トルク測定を行い、各磁場で得られた回転ヒステリシスを用いる 手法と振動試料型磁力計等による磁化測定を行い、高磁場での飽和漸近則 (LAS)を用いる二つの手法で異方性磁場を見積もった。

実験結果

Fig.1 に各試料の磁化測定結果を示す。無配向試料(角型比 *M_r/M_s* = 0.5)に対し、印加する磁場や時間が増加すると角型比は増加し、最大で *M_r/M_s* = 0.79 を示した。形状磁気異方性が支配的であるとすると、針状 γ-Fe₂O₃の異方性

を示した。形状磁気異方性が支配的であるとすると、針状 γ -Fe₂O₃の異方性 磁場は 2.5 kOe である。Fig.2 に回転ヒステリシス損失 W_r の磁場変化を示す。ピークを越えた後の変曲点か ら直線的に $W_r=0$ に外挿し、x 切片から異方性磁場 H_A を決めた。各試料の角型比に関わらず $H_A = 1.7$ kOe 程度であった。Fig.3 に試料と平行方向に磁場を印加して磁化測定した後に LAS を用いて解析した結果を示 す。x 軸が 1/ H^3 、y 軸が dM/dHのグラフに磁気測定値をプロットして得られた一次式の切片と傾きから異方 性磁場を算出した。 $M_r/M_s = 0.5$ の場合、 $H_A = 4$ kOe であった。講演では Stoner-Wohlfarth model[3]の数値シミ ュレーションと実験の比較についても報告する。

- [1] H.Nishio, H.Humihiko, H.aguchi, and T.Takeishi: J.Jpn.Soc.Powder and Powder Metallurgy, 41,701(1994)
- [2] T. Kuno, S. Suzuki, K. Urushibata, K. Kobayashi, N. Sakuma, K. Yokota, M. Yano, A. Kato and A. Manabe: J. Jpn. Soc.Powder Powder Metallugy 63 (2016) 1053–1059.
- [3] Stoner, E. C. & Wohlfarth, E. P. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. A 240(826), 599–624 (1948)



Fig.1 VSM measurements for different M_r/M_s





XMCD を用いた Co フェライトの陽イオン欠陥の定量解析

<u>岡林潤</u>、田中雅章*、森下雅也*、柳原英人**、壬生攻* 東大理、*名工大、**筑波大

Quantitative analysis of cation defects in Co ferrites studied by XMCD

<u>J.Okabayashi</u>, M.A. Tanaka^{*}, M. Morishita^{*}, H. Yanagihara^{**}, and K. Mibu^{*} U. Tokyo, ^{*}Nagoya Inst. Tech., ^{**}U. Tsukuba

はじめに スピネル型フェライト CoFe₂O₄ (CFO)は、スピンフィルター、高周波デバイス、磁気弾性効果な どの応用から多くの研究が行われてきている。近年では、基板からの格子ひずみによる垂直磁気異方性(PMA) も報告されている[1]。CFO は、O_h対称サイトの Co²⁺, Fe³⁺, Fe²⁺, T_d対称サイトの Fe³⁺から構成される。これ らの構成比を調べるには、元素選択的かつサイト選択的な計測が必要となり、内殻励起を用いた X 線吸収分 光(XAS), X 線磁気円二色性(XMCD)が強力な手法となる。今回、XAS, XMCD から求まる Co と Fe の組成比、陽 イオンサイトの原子数の比、電荷中性条件を連立することによって、陽イオンサイトの欠損量を定量的に求 める方法を検討したので報告する。

<u>実験方法</u> 試料について、パルスレーザー堆積法にて MgO(001) 基板上に膜厚 13 nm の Co_xFe_{3-x}O₄₊₆(x=0.2, 0.6)を堆積した。x=0.2 では PMA を示し、x=0.6 では面内磁化容易軸を示す。表面には Cu を 1 nm 堆積した。 X 線回折から CFO の面内に引っ張りひずみが印加されていることも判っている[1]。Fe, Co L 吸収端の XAS, XMCD 測定について、高エネ研 Photon Factory BL-7A(東大理)にて、室温にて行った。

<u>結果と考察</u> XAS の強度比が Fe:Co=14:1 程度となり、x=0.2 と一致することを確かめた。Fe²⁺(0_h), Fe³⁺(0_h) の磁気モーメントが平行で、これらは Fe³⁺(T_d)の磁気モーメントと反平行結合であることが図 1 の XMCD の符 号から明確に観測できる。サイト別の成分に分離するために、配位子場理論計算によるスペクトルの再現を 行った。Co²⁺(0_h)は一成分から成り立つことがスペクトル形状から判った。PMA の起源は、Co の大きな軌道磁 気モーメントに起因することが判った[2]。

x=0.2 の場合の欠損量の評価のために、陽イオンサイト数、単位胞内の電荷中性、XMCD 強度について以下の4式が成り立つ。

 $14\text{Co}^{2+} = \text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+}(O_h, T_d)$ (1)

 $2\text{Co}^{2+} + 2\text{Fe}^{2+} + 3\text{Fe}^{3+}(O_h, T_d) = 8$ (2)

Fe³⁺(T_d): Fe³⁺(O_h): Fe²⁺(O_h) = 1:1.3:0.25 (3,4) パラメータはCo, Fe(3種)の陽イオン数の4つであり、 方程式の数はFe XMCDの強度比(2つ)を含めて4つ あり、連立方程式から各サイトを占める原子数が算出 される。酸素欠陥量はないものとする。その結果、カ チオン数の形式価数からのずれを陽イオン欠陥数とし て見積もれる。実際に陽イオン欠損数は0.185となり、 主にBサイト欠損によることが判った。Co組成の異な る場合でも試み、欠損量の組成依存性を捉える手法と して有用であることを実証している。この解析は、サ イト別にスピン軌道状態を観測できる内殻磁気分光に より初めて行えるものである。講演では、X線磁気線二 色性(XMLD)を用いた定量解析の詳細、モデルの妥当性 についても議論する。



Fig. 1, XAS and XMCD of $Co_{0.2}Fe_{2.8}O_{4+\delta}$ film. (a) Fe *L* edge and (b) Co *L* edge. Dot curves in XMCD are the calculation using ligand-field theory. [2]

参考文献

[1] K. Naruse et al., J. Magn. Magn. Mater. 475, 721 (2019).

[2] J. Okabayashi et al., Phys. Rev. B 105, 134416 (2022).

強磁性共鳴測定による EuBi₂Fe₅-xGaxO12 薄膜の評価

朝野 航¹、西 敬生²、大島大輝³、加藤剛志³、李 基鎮⁴、河原正美⁵、西川雅美¹、石橋隆幸¹ (¹長岡技科大、²神戸高専、³名古屋大学、⁴西江大学、⁵高純度化学)

Characterization of EuBi₂Fe_{5-x}Ga_xO₁₂ thin films by Ferromagnetic Resonance Measurements

W. Asano¹, T. Nishi², D. Oshima³, T. Kato³, K. Lee⁴, M. Kawahara⁵, M. Nishikawa¹, T. Ishibashi¹

(¹Nagaoka Univ. Tech., ²Kobe City College Tech., ³Nagoya Univ., ⁴Sogang Univ., ⁵Kojundo Chem.)

1. はじめに

我々はこれまでに、Nd_{0.5}Bi_{2.5}Fe₅O₁₂薄膜を開発し、磁気光学イメージングにおいて 6 GHz までの高周波に 応答することを確認した¹⁾。高周波特性をさらに向上させるためには磁気回転比を増大させる必要がある。 我々は、角運動量補償組成付近で大きな磁気回転比が得られることに着目した。そして、希土類元素に Eu を選択することで、角運動量補償組成付近で面内磁気異方性を維持したまま、高周波特性の改善ができる可 能性があると予想した。そこで今回は、EuBi₂Fe_{5-x}Ga_xO₁₂ (x=0, 0.5, 1, 1.5, 2)薄膜を作製し、強磁性共鳴(FMR) 測定により評価した結果について報告する。

2. 実験方法

EuBi₂Fe_{5-x}Ga_xO₁₂ (x=0, 0.5, 1, 1.5, 2)薄膜は、MOD 溶液(BiFeEu(2/5/1), BiFeEuGa(2/3/1/2), 高純度化学研究所) を用いて各 Ga 置換量になるように調製した溶液を Gd₃Ga₅O₁₂ (GGG) (100)基板上に滴下、スピンコーターで 3000 rpm, 30 秒の条件で塗布した。その後、100°C のホットプレートで 10 分間乾燥させ、450°C のホットプ レートで 10 分間仮焼成を行った。この操作を 5 回繰り返した後、770°C のマッフル炉で 3 時間本焼成を行っ た。FMR 測定は、マイクロ波周波数 9.09 GHz、掃引磁場範囲 0 - 10 kOe、電力 5 mW、磁場印加角度β=0-180° (面直方向を 0°)として行った。

3. 結果および考察

Fig.1 に Ga 置換量=1 の FMR の磁場印加角度依存性の測定結果 を示す。共鳴磁場 H_{res} は印加磁場を面直方向(β = 0°)から面内方 向 (β = 90°)に変化させると 2.45 kOe から 1.70 kOe まで変化した。 H_{res} は β = 90°で最小値を示していることから、面内方向に磁化容 易軸を持つことがわかる。Fig.2 に β = 0°での Ga 置換量と H_{res} お よび磁気回転比 γ の関係を示す。 H_{res} は Ga 置換量=0 - 0.5 で約 5 kOe を示したが Ga 置換量=1 - 1.5 で約 2.5 kOe と急激に下がった。 一方、 γ は Ga 置換量=0 - 0.5 で約 15 MHz/Oe を示したが Ga 置換 量=1 - 1.5 で約 30 MHz/Oe と急激に増加した。この理由は、Ga 置換量が 1 付近に角運動量補償組成が存在しているためと考え られる。また、Ga 置換量 1 の γ の値は、過去に報告された Nd_{0.5}Bi_{2.5}Fe₅O₁₂の β = 0°での γ ¹と比較すると約 1.3 倍大きい。詳 細は、当日報告する。

謝辞:本研究の一部は、JSPS 二国間交流事業(JPJSBP120208805) 名古屋大学未来材料・システム研究所共同研究の支援を受けて実施された。

参考文献

1) T. Ishibashi et al., J. Magn. Soc. Jpn., 44, 108 (2020)



Fig.1 FMR spectra of EuBi₂Fe₄Ga₁O₁₂ thin films measured at $\beta = 0 - 90^{\circ}$.



Fig.2 Resonance magnetic fields of EuBi₂Fe_{5-x}Ga_xO₁₂ thin films with Ga content of 0 - 2 measured at $\beta = 0^{\circ}$.

X線磁気円偏光発光顕微鏡を用いた方向性電磁鋼板の transverse 磁区の観察

稲見俊哉、菅原健人、中田崇寛*、阪口友唯*、高橋真* 量研放射光、*JFE テクノリサーチ)

Observation of transverse domains in grain-oriented electrical steel by means of X-ray magnetic circularly polarized emission microscopy T. Inami, K. Sugawara, T. Nakada^{*}, Y. Sakaguchi^{*}, and S. Takahashi^{*} (OST, *JFE-TEC)

1 はじめに

方向性電磁鋼板は変圧器の鉄心に用いられる軟磁性材料で、エネルギー損失(鉄損)と磁歪の改善が産業上の重要課題である。 厚さ 300 µm 程度の鋼板で、圧延と再結晶化処理により、圧延方向が [001] 軸、表面が (110) 面という、非常に方向のそろった単 結晶粒から構成される。また、この異方的な結晶構造を反映し、[001] 軸に平行に交互に磁化したストライプ状の磁区が、基本と なる磁区構造である。

一方、実際の方向性電磁鋼板では、[001] 軸は表面と完全に平行ではなく、数度の傾きを持っている。この角度をβ角といい、 有限のβ角では、表面磁荷による静磁エネルギーを低減するため、Fig.1に示すような、補助磁区と呼ばれる特徴的な構造が現れ る。補助磁区は表面の lancet 磁区とこれをつなぐ内部の transverse 磁区から形成され、特に transverse 磁区は [100] または [010] 方向に磁化していると考えられており、方向性電磁鋼板の磁歪の原因となっている。

しかしながら、この transverse 磁区は、磁性体内部に存在する埋もれた磁区であり、表面の磁区を観察する磁気光学 Kerr 効果 顕微鏡等では直接観測することはできない。最近、我々は、物質透過能の高い硬 X 線領域で 3d 遷移金属元素の磁性に感度の高い 磁気光学効果、X 線磁気円偏光発光 (XMCPE) を利用した磁気顕微鏡の開発を行った^{1,2)}。今回、この顕微鏡を用い、方向性電磁 鋼板の磁区像を取得し、transverse 磁区の観察に成功したので報告する³⁾。

2 結果および考察

実験は大型放射光施設 SPring-8 の量研専用ビームライン BL11XU で実施した。入射 X 線のエネルギーを 26 keV とし、単色 化した放射光 X 線を屈折レンズで 10 µm 角に集光し、試料 (市販の方向性電磁鋼板) に照射した。試料から放出される特性 X 線 (FeKα 線) は、ミラーで受光、平行化し、下流の円偏光解析器で円偏光度を評価した。得られた円偏光度から発光領域の磁化を見 積もり、さらに試料を走査し、2 次元の磁区像を取得した。

今回の実験の特徴としては、出射 X 線方向に着目して測定したこ とがあげられる。XMCPE では出射 X 線方向に射影した磁化を検出 する。そこで、試料表面と入射 X 線、および試料表面と出射 X 線の なす角を入射角 θ_{in} および出射角 θ_{ex} と定義し、(θ_{in}, θ_{ex}) = (90°,70°)、 (70°,90°)、(50°,110°)の3つの条件で、lancet 磁区の根本近傍を測定 した。 θ_{ex} を 90° 近傍にすることにより、試料表面に垂直な磁化成分 を持つ transverse 磁区に対する感度を高めることが目的である。特に、 θ_{ex} = 90° では、ストライプ状の磁区や lancet 磁区とのコントラストを 大きくとれるため、transverse 磁区を強調した磁区像を得ることが出 来た。

講演では、得られた2次元磁区像を示すとともに、今回観測できた transverse 磁区の特徴について述べる。また、簡単な磁区モデルを計 算で得られた装置分解能で畳み込んだ結果と比較し、補助磁区につい てある程度定量的な議論を行う予定である。



Fig. 1 Side view of a supplementary domain. The basic slab domain and the lancet domains are magnetized along the [001] direction, whereas the transverse domain is magnetized along the $[\bar{1}00]$ direction.

References

- 1) T. Inami: Phys. Rev. Lett., 119, 137203 (2017).
- 2) K. Sugawara et al.: J. Appl. Phys., 130, 113901 (2021).
- 3) T. Inami et al.: J. Appl. Phys., submitted.

光周波数コムのフェムト秒レーザパルスを用いた Kerr 効果顕微鏡

目黒 栄, 斉藤 伸(ネオアーク株式会社, 東北大)

Kerr Effect Microscope using Femtosecond Laser Pulses of Optical Frequency Comb Sakae Meguro, Shin Saito (NEOARK Corp., Tohoku University)

<u>はじめに</u>

レーザ光は直進性に優れ出力が大きいという特長を有するが、観察用光源に用いた場合、光学素子端面の 反射光による干渉縞や散乱光の干渉によるスペックルノイズが発生して観察像の偏光情報を乱すというとい う問題があった.¹⁾ これらはコヒーレンシーの問題であり、レーザ光が空間・時間的に重なり合うことによ り生じる.我々はKerr 効果顕微鏡の光源にフェムト秒レーザである光周波数コムを用いることで光の重なり を時間的に回避し干渉縞やスペックルノイズを低減した磁区像の取得に成功したので報告する.

原理

Fig.1に一般的なイメージセンサーの構造を示す。イメージセンサーには撮像素子を保護するための窓ガラ スが取り付けられており、入射した光(①)は窓ガラスのセンサー側の面で反射され(②)、さらに入射側の面 で再び反射されて(③)、撮像素子に入射する.窓ガラスの両面はほぼ平行なことから入射光①と窓ガラスの 反射光③が干渉することにより干渉縞が生じる.ここで窓ガラスの厚みを1mm、屈折率を1.5とすると反射 光③は入射光①に対して10 psec.遅れてセンサーに入射することになる.Fig.2は干渉縞低減の原理を説明し たタイミングチャートである.(a)のように連続発振レーザ(CW)では入射光①と反射光③が常に重なり合 うため干渉が生ずる.一方、パルス幅が前述の遅延時間10 psec.より短い0.1 psec.=100 fsec.の光源を用いれ ば時間的な重なりを無くすることができるためコヒーレント光源であっても干渉縞は生じないことになる.

<u>実験結果</u>

Fig. 3 に YIG 単結晶の極 Kerr 効果による磁区像を示す。(a) は波長 1550 nm の分布帰還型半導体レーザを CW 駆動した場合の観察像である。磁区像に横方向の干渉縞が重畳していることがわかる.また,視野外の 周辺部に散乱光によるスペックルノイズが多数生じている。(b) は波長 1550 nm の光周波数コムを用いた場 合の磁区像である.干渉縞の重畳は見られず,スペックルノイズも低減されていることがわかる.

<u>今後の展望</u>

光周波数コムを用いればコヒーレント光源であっても空間・時間的な光の重なりを抑制でき、干渉縞やスペックルノイズを低減した磁区像を取得できることを示した.本手法では、外部からの電気信号に同期させてフェムト秒レーザを発振させられるため、光源側でのストロボ法が適用できる. 今後 GHz~THz 動作素子のストロボ磁区観察を行なう予定である. また、波長変換による 775 nm、517 nm 光による磁区観察も計画している.

<u>参考文献</u>

 齐藤 伸, 目黒 栄 他, 第 30 回日本応用磁気学会学術講演会概要集, ¹¹pB-1 (2006).

Interference



Fig. 1 Structure of image sensor.



Fig. 2 Timing chart of light incident on sensor with (a) CW Laser, (b) Femtosecond Laser.



Fig. 3 Magnetic domain image of YIG single crystal with (a) DFB laser, (b) optical comb.

磁気光学イメージングプレートを用いた

絶縁被覆された方向性電磁鋼板の磁区観察

坂口穂貴、目黒 栄*、齊藤 準**、石橋隆幸 (長岡技科大、*ネオアーク株式会社、**秋田大) Magnetic domain observation of grain-oriented electrical steel with insulation coating using magneto-optical imaging plate H. Sakaguchi, S. Meguro, H. Saito, T. Ishibashi

(Nagaoka Univ. of Tech., *Neoark Corp., **Akita Univ.)

1. はじめに

主に変圧器などの静止機器に使用される方向性電磁鋼板は、腐食防止や渦電流低減のため表面に絶縁被膜を形成している。この被膜は鋼板への応力付与による磁区構造の制御も行っており鉄損特性の改善に寄与している。しかし、一般に用いられている Kerr 効果顕微鏡では、絶縁被膜の除去や表面研磨が必要であり、これら処理の影響で本来の磁気特性とは異なることが懸念されている。一方、磁気光学イメージングプレート(MOIP)を用いた MO イメージング¹⁾では、絶縁被膜がある状態や無研磨の状態でも磁区観察が可能である。 さらに、我々が開発した漏洩磁場の3次元分布計測技術も利用可能である²⁾。今回は、表面未処理の電磁鋼板について、絶縁被膜の上から磁区観察を行った結果について報告する。

2. 実験方法

Fig.1に実験に用いた光学系を示す。光源に赤色 LED を用 い、MOIP に直線偏光を入射した。MOIP はガラス基板上に有 機金属分解法により Bi 置換磁性ガーネット薄膜を作製し、さ らに反射膜を形成したものを用いた。測定対象には、絶縁被 膜に覆われた表面未処理の厚み 0.23 mm の方向性電磁鋼板 (JFE Steel Corp., 23JGH095)を用い、MOIP と密着させて固定 した。2 倍の対物レンズ(Mitutoyo, M Plan Apo 2×)を用い、シ ングルショットで定量測定が可能な偏光カメラ(Baumer, VCXU-50MP)で撮影した。試料の面内方向に磁場を印加し、 露光時間 10 ms、積算回数 500 回で撮影した。得られた偏光 方位角の画像は、消磁状態で撮影した画像と差分を取得した。

3. 結果と考察

印加磁場 299 Oe で撮影した方向性電磁鋼板の MO 像を Fig. 2 に示す。絶縁被膜に覆われた試料でも幅 0.2 mm 程度 のストライプ磁区が明瞭に観察され、磁場の減少に伴う磁区 の移動や細分化も確認できた。これらのコントラストは、各 磁区の磁化が試料表面に対して傾いていることで生じる漏洩 磁場の影響だと考えられる。このように、Kerr 効果顕微鏡 では不可能な絶縁被膜に覆われた試料の磁区観察が MO イ メージングでは可能である。

参考文献

T. Ishibashi, J. Magn. Soc. Jpn., 44, 108-116 (2020).
 H. Sakaguchi, J. Magn. Soc. Jpn., 46, 2, 2203R002 (2022).



Fig. 1 Optical setup for MO imaging using MOIP.



Fig. 2 MO image of a grain-oriented electrical steel with an insulation coating.

<u>謝辞</u>本研究の一部は、JSPS 二国間交流事業(JPJSBP 120208805)、名古屋大学未来材料・システム研究所共同研究の支援を受けて実施された。

DPC-STEM 法による磁壁幅の直接計測

村上善樹¹、関岳人^{1,2}、木下昭人³、庄司哲也³、幾原雄一^{1,4}、柴田直哉^{1,4}

(¹東京大学大学院工学系研究科総合研究機構,²JST さきがけ,³トヨタ自動車東富士研究所先端 材料技術部,⁴ファインセラミックスセンターナノ構造研究所)

Direct measurement of magnetic domain wall width by DPC-STEM

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, ²JST presto,

³Advanced Material Engineering Division, Toyota Motor Corporation, Susono, Shizuoka, Japan, ⁴Nanostructures 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)は材料の局所構造・組成分布を高い空間分解能で 観察できる手法である. さらに Fig.1 に示す分割型検出器を STEM に導入することにより、試料中の磁場分布を実空間で可視化する微 分位相コントラスト(differential phase contrast: DPC) 法[1]を利用する ことができる. DPC 法と近年開発された無磁場環境原子分解能 STEM[2]を組み合わせることで、原子磁場の直接観察までが可能にな った[3]. また、従来 DPC 像には電子回折に起因する電磁場以外の コントラストが重畳する問題があったが、電子線を試料に対してわ ずかに傾斜させ、さまざまな回折条件の DPC 像を平均化すること で精度の高い磁場計測が可能となった[4,5]. さらに DPC 法による 磁場観察は、他の STEM 法による構造観察を同時あるいは同一視野 で行えるため、磁性材料中の磁気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 法による磁気構 造観察と, STEM-EELS による組成分布観察を組み合わせ、組成に依存し て変化する磁壁幅の直接計測を行った.

<u>実験方法</u>: Nd-Fe-B 系異方性磁石に La を浸透させ主相結晶粒内に Nd の 濃度勾配を施した La 置換型試料と, La 浸透のない従来型試料に対し, そ れぞれ収束イオンビーム(FIB)装置を用いて TEM 試料を作製した. La 置換 型試料では, DPC 観察と EELS 観察により同一結晶粒内の Nd-rich

領域と Nd-poor 領域をまたぐ1本の磁壁を特定し、それぞれの領域 で高倍率の DPC 像を取得した.従来型試料で観察された磁壁に対 しても同様に高倍率 DPC 像を取得した.

<u>実験結果</u>: Fig.2 に La 置換のない従来型試料で取得した磁壁の高倍率 DPC 像を示す. Nd の濃度の異なる計 3 つの領域で同様の像を取得し,それぞれ磁壁に沿った平均化により得たプロファイルに対して磁壁の解析 My = tanh(x/d)でフィッティングを行った. 回折コントラストの影響やフィッティング領域の影響も考慮 し誤差を算出した. 計測された磁壁幅 $w = \pi d$ と,連続体モデル $d = \sqrt{A/K}$ で交換定数が一定と仮定して算出 した結晶磁気異方性の相対値を Table.1 に示す. 磁壁幅が Nd の濃度変化に応じて有意に変化することが明ら かとなり、組成変化に伴う磁気異方性の局所変化を捉

えることに成功した.詳細は講演にて述べる.

参考文献: 1) N. Shibata et al., Acc. Chem. Res., (2017).

- 2) N. Shibata et al., Nat. Commun. (2019)
- 3) Y. Kohno et al., Nature, (2022).
- 4) Y. O. Murakami et al., Microscopy, (2020)
- 5) S. Toyama et al., Ultramicroscopy, (2022)



Fig. 1 (a) DPC STEM の概略図. (b) 40 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.



Fig. 2 磁壁計測のため取得した高倍率 DPC 像. 矢印は磁場の方向を, 点線枠は フィッティングに用いた ROI の一例を示 す,

Table1. 磁壁幅計測値と算出された結晶磁気異方性

		試料	磁壁幅	結晶磁気異		
			計測値(nm)	方性相対値		
	従习	来型試料	8.01 ± 0.6	1		
Ι	La置換	Nd-rich 領域	10.3 ± 0.7	0.62		
	試料	Nd-poor 領域	11.1 ± 0.6	0.54		

疎サンプリング像復元を応用した

スピン SEM による高速磁区イメージング

今井悠太¹、孝橋照生¹、小林光俊¹、藪修平²、片根純一² (¹株式会社日立製作所、²株式会社日立ハイテク)

Application of compressed sensing to high-throughput magnetic domain imaging by spin-SEM Yuta Imai¹, Teruo Kohashi¹, Mitsutoshi Kobayashi¹, Shuhei Yabu² and Junichi Katane² (¹ Hitachi, Ltd. R&D group, ² Hitachi High-Tech Corporation)

<u>背景と目的</u>

スピン偏極走査電子顕微鏡 (スピン SEM) は、走査電子顕微鏡を用いて強磁性体試料表面をプローブ電子線で走査し2次電子のスピン偏極度をマッピングすることで、磁区像を得ることのできる装置である[1,2]。 我々はスピン SEM の課題である像 S/N の向上および撮像スループットの改善を目的に、疎サンプリング撮像 と圧縮センシングの概念を応用した画像復元技術の適用を試みた。

<u>実験方法</u>

Motto検出器を備えたスピン SEM において、観察領域の限られた画素のみにプローブ電子線が照射される ようにスキャンを設定して像取得を行い、疎サンプリング像を得た。得られた疎サンプリング像に対して、 畳み込みニューラルネットワークを用いた深層学習ベースのアルゴリズムを用いて画像復元を行った。

<u>結果</u>

Fig.1 に鉄単結晶(001)面のスピン SEM による磁区像観察に本手法を適用した結果を示す。(a)および(d) は 通常撮像の X 方向、Y 方向の磁区像であり、鉄単結晶の磁気異方性に準じたコントラストが現れていること が分かる。(b)および(e)は試料の同じ領域で、観察領域全体の 1/10 の画素のみに電子線照射取得した疎サンプ

リング像であり、通常撮像の 1/10 の撮像時間で取得し たものである。これらの疎サンプリング像(b,e)を基に 計算機処理した復元像を(c)および(f)にそれぞれ示す。 結果として、復元像(c,f) においても通常撮像画像(a,d) にみられるような磁区コントラストが良く再現されて いることが確認できる。また、通常撮像画像(a,d)から 導出した磁化方向のベクトルマップを(g)に、疎サンプ リング復元像(c,f)から導出したベクトルマップを(h)に 示す。復元像から導出したベクトルマップ(h)において も、通常撮像(g)と比較し、同様の領域、角度が推定で きていることが確認できた。また、復元像からの導出結 果はノイズ低減され同一磁区での磁化ベクトルの揺ら ぎが小さい画像が得られている。

このように本手法を用いることで、通常撮像の1/10 の撮像時間で、試料の磁化方向判別に十分な像が得られ ることが分かった。本手法は材料内の磁化の大きさ、相 判別にも適用可能なことが示唆される。

- 1) Koike et al., Jpn. J. Appl. Phys. 23. 3., L187-188. (1984).
- 2) Koike et al., Microscopy 62. 1., 177-191. (2013).



Fig 1. Reconstruction of magnetic domain image with 10% available pixels of Fe single crystal by spin-SEM: (a, d) original image of X- and Y-direction; (b,e) 2D sparse image (10% sampling); (c,f) reconstructed image from (b) and (e); (g,h) vector map from the original and reconstructed images.

超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による 垂直磁気記録ヘッドの広帯域・高周波磁場イメージング

鈴木 魁智、M. Makarova、園部 博、松村 透、齊藤 準 (秋田大理工)

Wideband high-frequency magnetic field imaging of perpendicular magnetic recording head by alternating magnetic force microscopy with superparamagnetic tip K. Suzuki, M. Makarova, H. Sonobe, T. Matsumura, H. Saito (Akita Univ.)

<u>はじめに</u>

ハードディスクドライブの高密度化には、主要部品である磁気記録ヘッドの動作時の高周波磁場を高空間 分解能で観察することが有効となる。このため我々は、試料表面近傍の交流磁場を高空間分解能で観察可能 な、交番磁気力顕微鏡(Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)を開発し、加えて探針磁化が印加 される磁場に比例する超常磁性探針を用いて、磁場より近距離的な力となる磁場エネルギーを検出すること で高い空間分解能を実現している¹⁾。本報告では、超常磁性探針において高い周波数までの磁場応答性およ び異なる磁場周波数での磁場応答の重ね合わせが可能であることに着目して、垂直磁気記録ヘッドについて、 100 kHz から磁気記録ヘッドの動作周波数付近の1 GHz までの交流磁場イメージングを行った結果を述べ る。

<u>実験方法</u>

探針には Co-GdO_x 系超常磁性探針 (磁性膜厚 100nm)を用い、垂直磁気記録ヘッドを観察した。磁気記録ヘッドの高周波磁場を A-MFM が検出できる周波数に変換するために、磁気ヘッドには高周波数 ω_H の電流を低い周波数 ω_L で振幅変調した電流を印加して、振幅変調磁場 $H = H_0^{\alpha c} (1 + \alpha \cos(\omega_L t)) \cos(\omega_H t)$ を発生させた。 ここで ω_H はキャリア周波数、 ω_L は変調周波数、 α は振幅変調率である。探針磁化 m^{tp} は探針に印加される磁場に比例するので ($m^{tp} = \chi H$)、磁気力勾配 $F_{\chi}' = \partial^2 (m^{tp} \cdot H) / \partial z^2$ の ω 成分は、

 $F'_{z}(\omega_{L}) = \alpha \chi (\partial^{2} (H_{0}^{\alpha})^{2} / \partial z^{2}) \cos(\omega_{L} t)$ となり、交流磁場の2乗の勾配になることから交流磁場エネルギーの勾配 による交番磁気力が発生する。この交番磁気力を振動した探針に加えることで発生する探針振動の周波数変 調信号を、復調後にロックイン検出することで高周波磁場のイメージングを行った。観察では、 ω_{H} を100 kHz から1 GHz まで変化させ、 ω_{L} は89 Hz、 α は0.9 で一定とした。

<u>実験結果</u>

Fig. 1(a), (b), (c)に各々、交流磁場周波数 ω_{μ} が 100 kHz, 10 MHz, 1 GHz の場合の主磁極付近の A-MFM 像(Lock-in X 像)を示す。図 中の破線は垂直磁気記録ヘッドの主磁極の輪郭を示している。全て の周波数で主磁極から発生する交流磁場が明瞭に観察できること がわかる。像の明暗コントラストは交流磁場エネルギーの周期的な 時間変化の方向が逆であることを示しており、明部で磁場エネルギ ーが増加しているときには、暗部で磁場エネルギーが減少している。 主磁極付近の明部と左右の暗部は隣り合っていることから、主磁極 表面から発生した磁場エネルギーが左右の主磁極の側断面に吸い 込まれている²⁾ ことがわかる。講演ではこれらの詳細について述 べる。

- 今,齊藤他,第44回日本磁気学会学術講演概要集,15pD-1,125 (2020).
- 2) P. Kumar, H. Saito et al., J. Appl. Phys, 123(2018) 214503



Fig. 1 A-MFM images of perpendicular magnetic recording head by using a Co-GdO_x superparamagnetic tip. [(a) 100 kHz, (b) 10 MHz, and (c) 1 GHz]

交番磁気力顕微鏡を用いた高周波磁場イメージングに向けた マイクロ波磁場照射機構の開発

梅田 尚優希、M. Makarova、園部 博、松村 透、齊藤 準 (秋田大理工)

Development of microwave radiation system for high frequency magnetic field imaging

by using alternating magnetic force microscopy

N. Umeda, M. Makarova, H. Sonobe, T. Matsumura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 近年、磁気記録におけるマイクロ波アシスト方式や高周波無線通信技術の進展等により、マイク ロ波領域における磁性材料の微視的な強磁性共鳴現象や電磁波吸収特性等の理解が重要になってきている。 このため我々は、これまでに開発した、交流磁場を試料表面で単独検出可能な高空間分解能を有する交番磁 気力顕微鏡において、高周波磁場イメージング技術の開発を進めている。高周波磁場イメージングを種々の 磁性材料に応用するには、観察試料にマイクロ波磁場を照射する機構を交番磁気力顕微鏡に組み込む必要が ある。このため我々はこれまで導波管スリットアンテナに着目して周波数特性のよい進行波型アンテナを目 指してきたが、導波管内の定在波をなくすることができず照射マイクロ波強度の増大に課題があった¹⁾。 本研究では、新たに、電磁波の導波管の一端を開放した開口型アンテナに金属反射板を付加することで、 試料台の背面からマイクロ波を照射できる機構を開発したのでその結果を報告する。

試料台の背面からマイクロ波を照射できる機構を 着果 Fig. 1 に試作したマイクロ波磁場照射機構の模式図を示す。マイクロ波増幅器からの出力を、一端を開放した導波管(WRJ220)に同軸導波管変換器を用いて接続した。導波管は TE10 モードで使用し、その周波数帯域は 17.6~26.7 GHz である。導波管を反射波のない進行波アンテナとするため、インピーダンス整合用のスリットを広壁の中央に設け、スリット部にマイクロメータに固定した金属針を接触させた状態で、マイクロ波増幅器の出力端子に接続した方向性結合器の反射電力が最小になるように、金属針挿入位置と挿入深さを調整してインピーダンス整合を行った。

Fig. 2 に導入電力に対する進行波電力の比率の周波数 依存性を示す。この比率は方向性結合器で投入電力と反 射波電力を測定して求めた。全ての周波数で進行波電力 の比率を 99.9%以上に調整できることがわかった。

このインピーダンス整合された導波管アンテナから放 射されるマイクロ波を、図のように金属薄膜を用いた反 射板に45°入射させることで、反射したマイクロ波を試料 台の背面から照射する機構を試作した。マイクロ波の電 場と磁場の方向は図の通りであり、垂直磁化膜および面 内配向磁化膜については、強磁性共鳴に必要となる、磁 化容易方向と直交方向からマイクロ波磁場を印加するこ とができる。

現在、このマイクロ波磁場照射機構の交番磁気力顕微 鏡への組み込みを進めており、振幅変調マイクロ波を用 いることで、試料台上で電磁場を検出できることを確認 できている。開発したマイクロ波照射源は微視的な強磁 性共鳴や電磁波吸収等のイメージングに資するものと考 えている。学会では、本機構の詳細と共に、試料台に種々 の磁性薄膜を設置した場合の電磁波強度の計測結果につ



Fig. 1 Schematic figure of present microwave radiation system.



Fig. 2 Frequency response of Power transmission ratio.

の磁性薄膜を設置した場合の電磁波強度の計測結果についても報告する予定である。

参考文献

1) 佐藤 駿介, 齊藤 準, 他, 第45 回日本磁気学会学術講演概要集, 02aA-2, 141 (2021)

06aD-8

超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による 永久磁石の直流磁場の定量イメージング

江原 廉、三浦 健太、松村 透、齊藤 準

(秋田大理工)

Quantitative magnetic field imaging by using alternating magnetic force microscopy with

superparamagnetic tip

R. Ehara, K. Miura, T. Matsumura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 磁気力顕微鏡は磁場勾配を検出しているため、空間分解能は優れるものの測定量の定量性に劣る ことが課題であった。我々は昨年,試料表面の磁気力を高空間分解能で単独検出できる交番磁気力顕微鏡

(Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)に、超常磁性探針(探針磁化が磁場印加により磁場方向に印加磁場強度に比例して発生)と、交流磁場を発生する空芯コイル(磁場の空間分布が既知)により超常磁性探針を励磁することで、直流磁場の定量イメージング法を提案した。また、永久磁石を観察試料として、一様な外部直流磁場を印加することで、磁場値の校正の可能性を示した。本報告では、永久磁石試料のA-MFM 像から抽出した磁場像について、上記の手法を用いて、等高線図を重ねることで磁場の定量イメージングを試みた結果を述べる。

実験方法 観察試料として表面磁場強度が 2.3[k0e]程度の市販の NdFeB 磁石を用いた。超常磁性探針は Si 探針母材に Co-GdOx 超常磁性薄膜を 100 nm 成膜して作製した。超常磁性探針の励磁には 2 層の空芯コ イル(内径、外径等)を用い、試料の観察面が空芯コイルの高さの中央にな

るように設置し、試料面に垂直方向の交流磁場 $H_z^{ac}\cos(\omega t)$ を前記の探針に 印加した。ここで、探針にかかる磁場Hは試料から発生する直流磁場を H^{ac} とすると、

 $H = H^{dc} + H_z^{ac} \cos(\omega t) e_z [c \alpha \delta c \delta , 探針磁化 m^{tp} は磁場に比例する$ $(m^{tp} = \chi H)。そこで、A-MFM が検出する磁気力勾配 <math>F'_z = \partial^2 (m^{tp} \cdot H) / \partial z^2$ の ω 成分は、 $F'_z(\omega t) = 2\chi(\partial^2 (H_z^{dc} H_z^{ac}) / \partial z^2) \cos(\omega t) \delta \delta c$ 。前式を展開する ことで現れる空芯コイルの H_z^{ac} , $\partial H_z^{ac} / \partial z$, $\partial^2 H_z^{ac} / \partial z^2$ の値は既知であるた め、これらを定数として、磁場に係わる試料の H_z^{dc} 像、 $\partial H_z^{dc} / \partial z$ 像、 $\partial^2 H_z^{dc} / \partial z^2$ 像を、探針伝達関数に基づく空間周波数フィルター処理を行う ことにより抽出した (参考文献)。試料の H_z^{dc} 像の磁場値の校正は、空芯コ イルの下に設置した電磁石による一様な直流磁場より求められた H_z^{dc} 像の 信号強度の変化量を用いて行なわれた。

<u>10µт</u> (b) 6000е 3000е 00е -3000е -3000е -3000е -3000е -3000е -3000е -3000е

(a)



3000e

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 02aA-1,140(2021)

交番磁気力顕微鏡における超常磁性探針の 高機能磁気イメージングへの応用

齊藤 準

(秋田大理工)

Application of superparamagnetic tip to advanced magnetic imaging on alternating magnetic force microscopy

H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 筆者により提案された交番磁気力顕微鏡(Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM)は、振動させた磁性探針にその共振周波数と異なる非共振の交番磁気力を印加することで発生する探針振動の周波数変調現象を利用した磁気力顕微鏡であり、試料表面近傍の磁気力を単独検出できることから高空間分解能が得られ、探針に用いる磁性体を選択することで磁気記録媒体や永久磁石材料の直流磁場、および磁気記録 ヘッド等からの交流磁場を観察することができる¹⁾。

本稿の超常磁性探針は、A-MFM で強磁性探針を用いた場合に磁気ヒステリシスや磁気飽和により発生する 不具合の解決のために開発を進めたものであり、高磁化 Co-GdO_x探針(グラニュラー型超常磁性合金中の Co 粒子の体積分率が44 vol% 程度)の開発に成功している²⁾。超常磁性探針は、1)磁気ヒステリシスがなく探 針磁化が印加磁場に比例して印加磁場方向に可逆的に発生し、2)探針磁化が GHz 以上の高い周波数でも磁 場に応答し、また異なる周波数の磁場応答の重ね合わせが可能である特徴を有する。本報告では、強磁性探 針には見られないこれらの超常磁性探針の特徴を利用することで可能になる高機能磁気イメージングについ て紹介する。

<u>**直流磁場の定量イメージング</u>** 磁気力顕微鏡は磁場勾配を検出しているため、空間分解能は優れるものの 測定量の定量性に劣ることが課題とされてきた。本手法では、超常磁性探針の交流磁化方向を外部交流磁場 方向に揃えることができること(計測磁場方向を外部交流磁場方向に固定)、および超常磁性探針の直流磁化 が試料からの直流磁場に比例することを利用する。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、探針にかかる磁場 H は、試料から発生する直流磁場を H^{ac} とすると、 $H = H^{ac} + H_z^{ac} \cos(\omega t) e_z$ とな る。探針磁化を m^{ip} は、磁場に比例する ($m^{ip} = \chi H$)ので、A-MFM が検出する磁気力勾配 $F_z' = \partial^2 (m^{ip} \cdot H) / \partial z^2$ の ω 成分 (探針振動の周波数変調を引き起こす交番磁気力) は、 $F_z'(\omega t) = 2\chi (\partial^2 (H_z^{ac} H_z^{ac}) / \partial z^2) \cos(\omega t)$ となる。</u>

ここで交流磁場源に空芯コイルを用いることで、前式の展開により現れる H_z^{ac} , ∂H_z^{ac} / ∂z , $\partial^2 H_z^{ac}$ / ∂z^2 が既知 となるのでこれらを定数として、試料からの磁場に係わる H_z^{ac} , ∂H_z^{ac} / ∂z , $\partial^2 H_z^{ac}$ / ∂z^2 を、探針伝達関数に基づ く空間周波数フィルター処理を行うことにより抽出できる。磁場値の校正は、試料に一様な外部直流磁場を 印加した際に抽出される H_z^{ac} 信号の変化を利用する。以上により磁場の定量イメージングが可能になる。

交流磁場の高周波イメージング磁気力顕微鏡では、高い周波数の交流磁場の計測が困難であることが課題とされてきた。本手法では、超常磁性探針がGHz以上の高い周波数で磁場に応答し、異なる周波数での磁場応答の重ね合わせが可能であることを利用する。高周波数の交流磁場をA-MFMが検出できる周波数で検出するために、高周波磁場を低周波数で強度変調(振幅変調)する。(*H* = *H*₀^{ac}(1+α cos(*ω*_Lt))cos(*ω*_Ht))

探針磁化 \mathbf{m}^{ip} は磁場に比例するので ($\mathbf{m}^{ip} = \chi \mathbf{H}$)、磁気力勾配 $F'_{z} = \partial^{2}(\mathbf{m}^{ip} \cdot \mathbf{H})/\partial z^{2}$ のの成分は、 $F'_{z}(\omega_{L}) = \alpha m (\partial^{2}(H^{ac}_{0})^{2}/\partial z^{2}) \cos(\omega_{L} t)$ となる。この交番磁気力を、振動した探針に加えることにより探針振動に周波数変調が発生し、GHz 以上の高周波磁場の計測が可能になる。

超常磁性探針を使用することで新たに実現できる高機能磁気イメージングの詳細は学会で報告する。

参考文献

1) H. Saito, まぐね/Magnetics Jpn., Vol.11, No.4, 214-220, 2016

2) Y. Cao, H. Saito, et al., J. Magn. Magn. Mater., Vol.462, 119-126, 2018

プリント基板上のコイルを用いたコアレス電流センサの開発

栗原晋、山内芳准、小泉和裕、原山滋章* (富士電機(株)、*富士電機メーター(株)) Development of coreless current sensor using coil on printed circuit board S. Kuribara, H. Yamauchi, K. Koizumi, S. Harayama

(Fuji Electric Corp., *Fuji Electric Meter Corp.)

<u>はじめに</u>

近年、電流センサは様々な分野で利用されているが、高精度で耐ノ イズ性能の優れた電流センサを実現する場合、磁性体コアによりセン サが大型化するため、小型化の実現が課題である。そこで我々は、プ リント基板上の配線パターンで形成したコイル(以下パターンコイル) を用いて、磁性体コアの小型化を検討した¹⁾。今回、更なる小型化の ため、コアレス電流センサの検討を行ったので報告する。

<u>センサ構成</u>

Fig.1 に示すように、検出電流が往復するように平行に配置した電流 線と、4 つのパターンコイルを配置したプリント基板とを、電流線の平 行部分に設けた2つの貫通穴に配置する構成を考案した。本構成にて、 電流によって電流線の周囲に生じる磁束の変化をパターンコイルでの 誘導電圧として取り出すことで電流を検出する。

本構成では、外部磁場の影響低減のため、測定電流の通電方向に対し て左右に2つのパターンコイルを配置し、測定電流により生じる誘導電 圧が左右のコイルで加算されるよう直列に接続している。この配置によ り、基板垂直方向の外部磁場の影響を左右のコイルで相殺し低減できる。 さらに、電流の往路・復路に対して2組のパターンコイルを配置し、4 つのコイルを直列に接続することで、電流検出感度を向上している。

また基板の位置ずれにより生じる電流検出感度の変動低減のため、電 流線の中央に貫通穴を設け、貫通穴の中央に基板を配置し、基板と貫通 穴の上下の電流線との距離が等しくなるような構成としている。これに より、基板が Fig.1 の Y 方向にずれた場合、貫通穴上下の電流線に対し て、一方は近づき、もう一方は遠ざかるため、基板位置ずれによる磁界 の変化を相殺でき、電流検出感度の変動を抑えることができる。

設計検証

電力量計への適用を想定して上記センサの設計検証を行った。 電 流検出範囲 0.5A~250A にて、磁界解析を用いてコイルの誘導電圧か ら計算した各性能の検証結果を Fig.2~4 に示す。電流検出感度は 0.12mV/A でリニアな特性が得られ(Fig.2)、基板位置ずれ時(±0.1mm) の感度変動率は最大 0.016%(Fig.3)、外部磁場(0.125mT@50Hz)による 出力誤差は最大 0.015%であり(Fig.4)、電流センサとして十分な性能 が得られることを確認した。







参考文献

1) S. Kuribara et al., Proceedings of The 2022 Annual Meeting IEE of Japan (1-040)

高感度光プローブ式電流センサ用 磁気ヨーク埋込型センサヘッドの検討

村上 拓也¹, 曽根原 誠¹, 佐藤 敏郎¹, 須江 聡^{2,1}, 久保 利哉², 宮本 光教² (¹信州大学, ²シチズンファインデバイス)

Investigation of magnetic yoke with embedded sensor head for optical probe current sensor with high sensitivity

T. Murakami¹, M. Sonehara¹, T. Sato¹, S. Sue^{2,1}, T. Kubo², M. Miyamoto²

(¹Shinshu University, ²Citizen Finedevice Co.,Ltd.)

はじめに

現在,電流センサにはシャント抵抗器やCT (Current Transformer),ロゴスキーコイルなどが利用されている が,劣悪な電磁ノイズ環境下では,信号伝送経路上の電気信号に電磁ノイズが重畳することが危惧され,使 用可能な環境が限定される問題がある.

筆者らは電磁ノイズの影響を受けない電流センサとして光を検出信号に用いたグラニュラー磁性薄膜の Faraday 効果を利用する光プローブ式電流センサの開発を進めている¹⁾.現在,小電流計測におけるセンサ出 力が低く,ノイズに埋もれてしまうことが問題となっている.そのため,電流測定領域を小電流範囲に拡張 することを目的として,センサヘッド部に扁平磁性微粒子複合材料を用いた開磁路型磁気ヨークを付与する ことで印加磁界をエンハンスし,単位磁界あたりのセンサ出力を増大させる検討を進めてきた²⁾.

本稿では、電流センサの更なる高感度化を目的に、センサヘッド部に付与する磁気ヨーク形状を再検討し、 センサヘッドを磁気ヨークでサンドイッチした場合の効果について検討したので報告する.

磁気ヨーク形状の構造と解析結果

これまで検討されてきた磁気ヨーク形状および磁気 ヨークを付与した Faraday 素子センサヘッドを Fig. 1 に示す.素子センサヘッドを台形状磁気ヨーク(短辺 1 mm,長辺 5 mm,長さ 5 mm,厚さ 1 mm,ヨーク間 ギャップ 0.2 mm)で覆い被せた構造になっていて,セ ンサヘッドの下側にはヨークは無い²⁾.本稿では,セ ンサヘッドの下側にも厚さ 0.1 mm でヨーク間ギャッ プ 0.1 mm の台形状磁気ヨークを装荷し,センサヘッ ド上下の台形状磁気ヨークの総厚さを 1 mm とし, JMAG-Studio を用いて電磁界解析した.

解析結果をFig. 2に示す. H_oは磁気ヨークが無い場合 の磁界強度である.下部磁気ヨークの有無で比較する と、下部磁気ヨークを用いるとそれが無い場合に比べ て、感度が約1.5倍高くなり、磁気ヨーク自体を用いな い場合よりも約15倍高くなった.詳細は磁束密度分布 の解析結果などを含め当日説明する.

<u>参考文献</u>

- 1) 宮本 光教,他:第41回日本磁気学会講演概要集,21aB-1 (2017).
- 2) 寺岡 佑恭, 他: 電気学会全国大会, 2-C-p2-5 (2021).



Fig.1. Faraday-effect optical sensor head with magnetic-yoke (long side: 5 mm, short side: 1 mm, length: 5 mm, thickness: 1.0 mm).



Fig.2. Analysis results of magnetic field magnification H/H_0 vs. position x in magnetic-yoke.

AC 磁界変調高感度 GMR センサの磁場顕微鏡応用と空間分解能

喜々津哲、東祥弘、黒崎義成、白鳥聡志、*長塚雄大、*鈴木一博、*照井裕二 ((株)東芝、*東芝ナノアナリシス(株))

Application of High Sensitive AC Field Modulation GMR Sensor to a Magnetic Field Microscope and its Spatial Resolution

A. Kikitsu, Y. Higashi, Y. Kurosaki, S. Shirotori, *T. Nagatsuka, *K. Suzuki, *Y. Terui (Toshiba Corp., *Toshiba Nanoanalysis Corp.)

はじめに

偶関数 GMR を AC 磁界変調する高感度磁界センサを開発した¹⁾。1/f ノイズが支配的な GMR 素子でも低周 波数領域の微弱磁界を高感度に検出できるのが特徴である。このような高感度磁界センサの用途として、半 導体チップなどにおける微弱な欠陥電流を磁界で可視化する磁場顕微鏡²⁾があるが、課題は測定時の実効的 な感度と空間分解能になる。今回、試作したセンサ素子を磁場顕微鏡システムに適用し、Cu プリント配線が 発生する磁界検出を行い、感度と空間分解能に関して考察を行ったので報告する。

実験方法

Fig.1 に磁場顕微鏡と磁界センサユニットの模式図を 示す³⁾。線状の GMR 素子は 10 kHz の AC 磁界で変調さ れる。変調の位相で差動検出するフルブリッジをセンサ ユニットとし、各 GMR 素子の両側に 1 mm 角の NiFe の MFC (Magnetic Field Concentrator)を設けた。MR 特性上 の感度は約 5%/Oe、ノイズレベルは 13 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$ @100Hz であった。Cu 配線サンプルに 100 Hz の交流電流を印可 し、センサユニット出力を再度ロックインアンプで検波 する。センサ面を距離 1 mm でサンプルと対向させて 0.1s/ pixel (16 μ m×10 μ m/pixel)で走査した。磁場像が確認できな くなるサンプル電流値で感度を評価し、有限要素法で求め た磁界分布と比較することで空間分解能を評価した。結果 は、MI センサ(5 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$ @100Hz)と比較した。測定は、磁 気シールドされていない環境下で行った。



ノイズレベルに差があるにもかかわらず、MI センサと GMR センサで検出限界は同じであった。約 10 nT の環境







Fig.2 Magnetic field images of GMR sensor. Profiles along the broken line are also shown.

磁界ノイズのためであり、このノイズは2個のセンサユニットによる差動検出で低減できることを確認した。 Fig.2に4.5 mA_{pp}を印加したときの磁場像と磁界プロファイルを示す。クランク型のCu配線形状が概ね再現 でき、MIセンサよりも高い空間分解能が得られた。測定プロファイルは磁界分布の計算値から半値幅で約3 mm広がっており、MFCを含めたセンサユニットの幅の3/4程度が検出窓のサイズとなっている。

<u>参考文献</u>

- 1) S. Shirotori et. al.: IEEE Trans. Magn., 57, 4000305 (2021)
- 2) K. Kimura et al.: Electro. Packaging Technol., 28, 16 (2012)
- 3) A. Kikitsu et al.: Abstract book of 2022 Joint MMM-Intermag, IOF-07 (2022)

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

スリットを有するマイクロストリップ型プローブによる透磁率評価

渡辺佳是,益子朝日,坂本雅弥,佐久間勝美,沖田和彦,薮上信 (東北大) Evaluation of Permeability using Microstrip line slitted Probe

Y. Watanabe, A. Mashiko, M. Sakamoto, K. Sakuma, K. Okita, S. Yabukami

(Tohoku Univ.)

<u>はじめに</u>

移動体通信システム5G, 6Gと続く高速大容量通信時代おいては,通信エラーの発生は致命的となる為, 通信エラーの抑制技術が必要不可欠となってくる.この背景の下新しい電磁波吸収体の開発が活発に行われ ている¹⁾.本発表は,これらの電磁波吸収体の透磁率という評価指標を簡単に高帯域で評価する手法を提案 し,それを用いた測定結果について述べる.

新マイクロストリップ型プローブの提案

50 ~ 100 μ m程度の比較的厚い磁性体を従来型のマ イクロストリップライン(以降 MSL)で測定すると、反 磁界の影響で、強磁性共鳴周波数が、高周波側にシフト する事が報告されている²⁾.この現象の対策を想定し、 線幅の広い MSL を設計、磁界の発生をサンプル全体へ広 がる事を目論んだ。また GHz 帯において顕著となる表皮 効果の影響で、高周波電流は MSL の線幅方向の両端に集 中する.この対策案として、Fig.1に示す様に、MSLの 中央部に横方向のスリットを8本配置し、仮想の端部を 作り電流密度の均一化を目論んだ.

実験結果

提案したMSL型プローブを使い NiZn ferrite サ ンプルの高磁場環境下と無磁場環境下の*S21*の値を ネットワークアナライザーで測定し,その差分から複 素比透磁率を導出した.Fig.2にその複素比透磁率測 定結果を示す.黒の実線・破線は、レファレンスとな る Nicolson-Ross-Weir法³⁾での測定結果であり、本 測定方法で導出した赤と青のドットと比較し、ほぼ対 応しているのが分かる.この結果、本報告書で提案す るスリットを有する MSL 法は、反磁界の測定誤差を 低減できる手法と言える.



Fig. 1 Configuration of MSL slitted Probe



Fig. 2 Comparison of NRW method and MSL slitted probe

参考文献: 1) S. Ajia et.al, J. Alloys Compd, 903,

163920(2022). 2) Yabukami et.al,, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 58, No. 2, p. 1-5 (2022).
3) W. B. WEIR: *Proc IEEE*, vol. 62, 33 (1975).

<u>謝辞</u>: 本研究は総務省「電波の高分解能計測・解析技術を活用したノイズ抑制技術の研究開発」(JPJ000254), NEDO Entrepreneurs Program(0349006), AMED(22ym0126802j001)の支援を受けた.

フェライト薄膜を磁心とした高周波インダクタの

GHz 帯における電磁気特性向上

中野拓真、宮崎翔太、尾崎由美子、小池邦二、井ノロ大輔

(TDK 株式会社)

Improvement of Electromagnetic Properties in GHz Frequency of Ferrite Thin Film Integrated RF Inductor Takuma Nakano, Shota Miyazaki, Yumiko Ozaki, Kuniji Koike, Daisuke Inokuchi (TDK Corporation)

<u>はじめに</u>

5Gの導入に伴い、高周波インダクタ(RFI)に対して、さらなる小型化とQ値の向上の必要性が増してきた。市販のRFIでは主に空芯タイプのインダクタが採用されている。磁性体をコアにすることで、コイルの断面積や巻き数を減らすことが出来るため、これらの要求を達成することが期待されるが、GHz帯では磁性体のうず電流損失や強磁性共鳴の高周波数化などが課題となっている。フェライトは金属と比較して高い電気抵抗を持ち、高周波でのうず電流損失を低減できることが知られている。また、磁性体を薄膜化することで、より大きな形状磁気異方性を利用でき、広い周波数帯において透磁率実部を利用できる可能性がある。本報告では、NiZnおよびCoフェライト薄膜を内蔵した RFIを作製し、その高周波特性について検討する。

<u>実験方法</u>

フェライト薄膜を磁心としたソレノイドコイルを用いた RFIの外観と断面図を Fig.1 に示す。RFI は下部配線、フェ ライト薄膜、上部配線から構成され、上下配線はビアによ り電気的に接続されている。コイル部分は Cu の電解めっき により形成した。比較として空芯タイプの RFI についても 作製した。フェライト薄膜はフェライトめっき法¹⁾により 成膜し、組成は Ni_{0.16}Zn_{0.20}Fe_{2.63}O_{4+δ}もしくは Co_{0.11}Fe_{2.89}O_{4+δ} とした。

RFIの高周波特性は RF 同軸 GS プローブを接続したネットワークアナライザを用いて評価した。

<u>実験結果</u>

作製した RFI のインダクタンスおよび Q 値の周波数特性 を Fig.2 に示す。空芯タイプの RFI と比較して、NiZn フェ ライトを磁心とした場合は 1GHz 程度まで、Co フェライト を磁心とした場合は 2GHz まで、インダクタンス、Q 値と も向上することが確認された。フェライト薄膜の利用によ り、5G 周波数帯域においても優れた高周波特性を持つ RFI が得られることが分かった。当日はフェライト薄膜の高周 波透磁率など、その他磁気特性も併せて報告する。

<u>謝辞</u>

NiZn フェライト薄膜のサンプルをご提供いただきました 東京工業大学 松下伸広教授、高周波磁気特性を測定して いただきました Tohoku-TMIT 薮上信教授、遠藤恭准教 授、沖田和彦研究員に深く感謝申し上げます。

参考文献

1) N. Matsushita, et. al., J. Surface Finishing Society Jpn., 61, 425 (2010).



Fig. 1 (a) Top view and (b) cross sectional view of ferrite thin film integrated RFI



Fig. 2 Frequency dependence of (a) inductance and(b) Q factor of ferrite thin film integrated RFI

電子機器の実回路に適応可能な高周波近傍磁界測定手法の提案

苅田健徳^{1,2*},石田竜太^{1,2},後藤太一²,石山和志² (¹東北大学大学院 工学研究科,²東北大学 電気通信研究所)

Proposal of a High Frequency Near Magnetic Field Measurement Method Applicable to Actual Circuits in Electronic Devices T.Karita^{1,2*}, R.Ishida^{1,2}, T.Goto², K.Ishiyama²

(¹Graduate School of Engineering, Tohoku Univ., ²RIEC Tohoku Univ.)

はじめに

高周波近傍磁界計測用プローブとして一般的にループ コイルが用いられている¹⁾が、金属製のため本来の磁界 分布を乱してしまう²⁾。そのため本研究では、磁気光学 結晶のガーネットとパルスレーザを利用し、さらにスト ロボ法により交流磁界の位相情報を含めて低侵襲に測定 可能な高周波近傍磁界計測システム³⁾について検討を行 っている。ストロボ法を使う上ではレーザのパルス発振 と被測定信号の同期が必要である。先行研究では測定対 象から基準となる同期信号を取り出し、それを用いて

被測定磁界とレーザ発振を同期させていた。しかし、 GHz 級の信号を取り出すことは、測定対象ヘノイズを与 え本来の磁界分布を乱す可能性があり、容易ではない。

そこで本研究では、PLL を用いて基本クロックから高 周波信号を生成する電子機器の基本的な構成に着目し、 同期信号を測定対象回路の測定位置における駆動信号 ではなく、基本クロック源から取得することで、測定対 象への影響を低減した磁界測定法を提案する。測定対象 回路の水晶発振器から取り出した基本クロック信号 (10MHz)を PLL によって逓倍し、トリガ信号をレーザ 発振周波数帯まで引き上げることで同期を実現する。



これにより、本測定システムを実際の電子機器へ対応可能となり、より効率的な電子機器の EMI 対策 を行うことができると考える。

実験方法

Fig.1 に本研究における磁界計測システムの概略を示す。測定対象のマイクロストリップ線路(MSL) に配置したガーネットにレーザ光を垂直に照射し反射光を検出する。反射光はガーネットの磁気光学 効果により、垂直磁界強度に依存した偏光状態の変化が起こるため、それを検出することで垂直方向 成分の磁界強度が測定できる。今回は検証として測定回路の基本クロック信号源(水晶発振子)としてフ ァンクションジェネレータ(FG)を用いる。FG から PLL に参照信号として 10 MHz の信号を入力し、 3.2 GHz の信号を生成する。分周器を用いて 1/32 分周し、後段の回路を用いてレーザトリガ信号を生 成する。FG より 10 MHz の参照信号によって同期しているシグナルジェネレータ(SG)を測定回路内 の PLL に模し、MSL への投入電力を 17 dBm として、900 MHz, 1200 MHz, 2400 MHz の 3 つ正弦波 信号についてそれぞれ磁界測定を行った。

実験結果

MSLの磁界分布計測結果を Fig.2 に示す。MSL の両端部に位相情報を含めた出力が確認でき、設置 したガーネットに対して面直方向の発生磁界が精度よく取得できていることが伺える。また、FG の参 照信号を基に SG で生成した複数の周波数の磁界についても磁界計測が可能であり、提案した手法によ って、同期信号として水晶発振器の基本クロック信号を用いた磁界計測が可能であることを示すこと ができた。製品化された電子回路を用いた測定結果については講演会で発表する。

参考文献

1)R. Paul: Introduction to Electromagnetic Compatibility 2nd edition, pp. 10-11, John Wiley, NewYork (2006).

2)M. Takahashi, K.Kawasaki1, H.Ohba, T.Ikenaga, H.Ota, T.Orikasa, N.Adachi, K.Ishiyama and K.I Arai J. Appl. Phys. 107, 09E711 (2010). 3)立岡大青, 枦修一郎, 石山和志, パルスレーザを用いた高周波近傍電磁界計測における新しい同期手法の提案, 日本磁気学会論文特集号,

Vol. 4, No. 1, pp. 37-40 (2020 年 4 月)
低周波 Wiegand パルスによる MI センサの駆動に関する研究

姚睿軒^{1,2},竹村泰司²,内山剛¹ (¹名古屋大学,²横浜国立大学) Study on Driving MI Sensor Using Low Frequency Wiegand Pulse R. Yao^{1,2}, Y. Takemura², T. Uchiyama¹ (¹Nagoya Univ., ²Yokohama National Univ.)

<u>はじめに</u>

アモルファスワイヤなどの軟磁性体に高周波電流又はパルス電流を通電すると、表皮効果によってそのインピーダンスは外部磁界による巨大変化を示す。これを磁気-インピーダンス効果(Magneto-impedance effect、MI 効果)を呼ぶ。MI センサの駆動には、従来は MHz 以上の高周波交流電流やパルス電流が使われることが多く¹⁾、低周波信号を使った駆動に関する研究は少ない。Wiegand センサの特徴は、低速で変化する磁界に対してその変化速度にほぼ無依存なパルスを出力することであり、バッテリーレス IoT 設備の開発に有用なものである²⁰。本研究は、低周波パルス電流駆動による MI センサの出力特性を検討した結果に基づいて、パルス高速整形駆動回路を開発し、10Hz の Wiegand パルスで MI センサの駆動に成功したので報告する。

実験方法

ファンクションジェネレータからのパルス電流を MI センサに通電して、立ち上がり時間 t_r 、繰り返す周波 数 f_{osc} 、励磁電流 i_w を調整し、MI センサの出力電圧 E_w を測定した。Wiegand センサ(Wiegand ワイヤ: ϕ :0.25 mm, length:11 mm、検出コイル:3000turn)の長手方向にf=10Hz、500eの交流磁界を印加し、Wiegand パルスを高速整形駆動回路から MI センサに通電し、MI センサの出力電圧 E_w を測定した。

実験結果

Fig. 1 に示すように、500kHz 以下のパルス電流を入れた時、MI センサの出力特性は繰り返す周波数 f_{osc} に依存せず、出力電圧はほぼ同じである。MI センサの出力電圧は励磁電流 i_w と立ち上がり時間 t_r にのみ依存し、 i_w と t_r が小さいほど MI 効果は顕著になる。高速整形回路によって、パルス幅 20 μ s の Wiegand パルスを立ち上がり時間 t_r が 100ns 以下のときに大きな MI 効果が観測できた。整形回路の外部電圧 V_{cc} を変化すると、MI センサの入力電圧も変化する。Fig. 2 に示すように、最小 V_{cc} =1.31V で、MI センサ出力の良い直線性を維持することも可能である。この場合の MI センサの消費電力は約 2 μ W である。

参考文献

1) K. Mohri and Y. Honkura, Sensor Letters Vol.5, pp. 267-270, 2007.

2) Takahashi et al., J. Mag. Soc. Jpn. 42, 49, 2018.

謝辞

本研究の一部は、名古屋大学卓越大学院未来エレクトロニクス創成加速 DII 協働大学院プログラム、JST 及 び名古屋大学融合フロンティアフェローシップの支援を受けたものである。この場を借りて御礼申し上げま す。



Fig 1. Characteristics of pulse driven MI effect depending on different frequency of pulse.



Fig 2. E_w - H_{ex} characteristics at different pulse input V_{cc} .

非破壊検査応用に向けた TMR センサによる鉄板の固有振動計測

伊藤淳,金珍虎,大兼幹彦

(東北大学大学院工学研究科)

Natural Vibration Measurement of Steel Plates by TMR Sensor for Nondestructive Testing Application

Jun Ito, Jin Zhenhu, Mikihiko Oogane

(Graduate School of Engineering, Tohoku University)

はじめに

従来のインフラ点検法では、地下埋設配管の内部の傷や腐食を遠方から評価することは難しく、検査対象 物を破壊せず、遠方から調査可能な非破壊検査の実現が期待されている。高感度かつ省エネルギーで効率的 な非破壊検査が求められている中で ^D、トンネル磁気抵抗型磁気センサ(TMR センサ)はその高い性能要求 を満たす可能性を有している。本研究では TMR センサを高感度なインフラ非破壊検査へ応用するため、鉄 鋼材料を打撃して生じた固有振動から得られる磁気信号を TMR センサで取得する打磁試験を考案した。本 研究の目的は、打磁試験法の非破壊検査への応用可能性を検討するため、寸法の異なる複数の鉄板試験体を 用いて、試験体の固有振動特性を評価することにした。

実験方法

試験体には、奥行き、幅及び厚さがそれぞれ異なる鉄板(SS400)を用いた。標準試験体には、奥行 99, および, 100 mm、幅 200 mm、厚さ 6 mm の鉄板を用いた。打撃装置はピエゾ素子を用いており、図 1 のような構成で本検査方法を実施した。振動により生じる磁場の測定には、スピンセンシングファクトリー社製の非破壊検査用 TMR センサを用いた²⁾。

実験結果

奥行きが99 mmと100 mmの試験体に対して本試験を実施 し、得られた磁気信号を周波数解析して得られたスペクトル を図2に示す。図から分かる通り、打撃周波数(617 Hz)に由来 したシャープなピークと、試験体の固有振動(3200Hz 及び 3800Hz 近傍)に由来したブロードなピークが観測された。固有 振動に由来するピークに注目すると、99 mmの奥行きをもつ 試験体は、100 mmの試験体と比較して、周波数が高い側にシ フトする結果が得られた。この結果は、試験体の固有振動の 微小な変化をTMRセンサによって検出可能であることを示し ている。これは、境界条件による固有振動数の変化を説明す る数式モデルから定性的に説明できる³。

謝辞

本研究は、東北大学先端スピントロニクス研究開発センター、スピントロニクス学術連携研究教育センター、および、 東北大学 AIE 卓越大学院プログラムの支援を受けて行われた。 また、TMR センサはスピンセンシングファクトリー株式会社 より提供を受けた。



参考文献

- N. Gucunski et al., National Academies of Sciences, Engineering, and Medicine. Nondestructive Testing to Identify Concrete Bridge Deck Deterioration. Washington, DC: The National Academies Press (2012)
- M. Oogane, K. Fujiwara, A. Kanno, T. Nakano, H. Wagatsuma, T. Arimoto, S. Mizukami, S. Kumagai, H. Matsuzaki, N. Nakasato, and Y. Ando, Appl. Phys. Express 14, 123002 (2021)
- 3) P. Dumond, D. Monette, F. Alladkani, J. Akl, I. Chikhaoui, MethodsX, 6, pp. 2106-2117 (2019)

偶関数型 GMR の AC 変調下における出力解析

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)

Investigation of output signal in symmetric response GMR under AC modulation Yoshihiro HIGASHI, Akira KIKITSU, Yoshinari KUROSAKI and Satoshi SHIROTORI Corporate Research and Development Center, Toshiba Corporation

はじめに

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、特に磁気抵抗効果 (MR)素子 は高密度実装や集積化が容易なため、高感度化の研究がなされている (1)。さらなる高感度化のために、AC 変調が注目されており、偶関数形状の磁場-抵抗 (R-H)特性をもつ GMR素子に、近接して配置した銅配線より構成される磁場発生部から磁場を発生させ、AC 変調を行う小型 化・低消費電力の磁気センサを作製した^{(2),(3)}。本発表では、偶関数を用いた AC 変調動作把握のため、変調 下での R-H 特性から求めた実験式の出力信号と、実測の出力信号を比較した。

変調信号の実験式と実測の比較

変調出力信号の実験式は、式 (1) の測定磁場 H_m (角速度 ω_m)、変調用 AC 磁場 H_{ac} (各速度 ω_{ac}) とバイアス磁場 H_b からなる磁場 H が、式 (2) の偶関数形状の GMR 素子に印可された場合、側帯波 $\omega_{ac} \pm \omega_m$ において式 (3) で表せる。

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

$$R(H) = C + a_4 H^4 + a_3 H^3 + a_2 H^2 + a_1 H$$

$$(2)$$

$$S = 2H_m H_{ac} \left\{ 6a_4 \left(H_b + \frac{a_3}{4a_4} \right)^2 + a_2 - \left(\frac{a_3}{4a_4} \right)^2 \right\}$$
(3)

ここで、偶関数形状は実測の R-H 特性に近い 4 次 関数を用いた。Fig. 1 に示した測定ブロック図により 実測の出力信号を求めた。実験式の出力電圧は、 変 調用 AC 信号と出力電圧より R-H 特性を実測し、4 次 関数でフィッティングを行い、各係数を求め、式 (3) を用いて算出した。

結果および検討

Fig.2(b)に出力電圧の H_b 依存性を示す。 $H_{ac} =$ 30.7. A/m (青)では、計算値と実測値はよい一致 が見られた。 $H_{ac} = 62.3$ A/m (赤)では、計算値 と実測値では異なり、 H_b に応じて出力が減少し ている。この結果は、式(3)の4次関数の係数 の符号が反転していることで得られる。偶関数 を用いた AC 変調では、R-H 特性が大きく出力電 圧に影響することが分かった。



Fig.2 (a)実測した RH 特性 (b)出力電圧のバイアス磁場依存性

参考文献

- K. Fujiwara et. al.: Appl. Phys. Express, vol. 11, no. 2, Feb. 2018, Art. no. 023001.
- (2) S. Shirotori et. al.: IEEE Trans. Magn., Vol.57, Iss.2, Part1, 4000305, 2021
- (3) Y. Higashi et. al.: Abstract of MSJ 2021

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)

Lock-in Amp

逆位相で磁化変調したフィードバック型 GMR センサの作製

小室虎祐,大島大輝,加藤剛志 (名古屋大学)

Fabrication of feedback-type GMR sensors using antiphase magnetization modulation

K. Komuro, D. Oshima, T. Kato

(Nagoya Univ.)

はじめに

GMR (Giant Magnetic Resistance) センサは作製プロセスが比較的簡単であり,高感度かつ室温動作,集積 化,低価格化が実現可能なセンサデバイスとして期待されている。これまでに筆者らの研究グループでは, 磁化変調フィードバック型 GMR センサを提案しており¹⁾,数 nT 程度の最小検出感度を達成できることを確 認している。また,本方式を用いることで,ヒステリシスの影響や GMR 素子抵抗ドリフトの影響を受けな くなり,磁性層のヒステリシスの影響を受けず,高い線形性が担保されると考えられる。近年,偶関数 GMR を逆位相で接続することで GMR センサの高感度化が報告されている²⁾。そこで,磁化変調フィードバ ック型 GMR センサの高感度化を目的に,2つの GMR 素子を逆位相で接続した磁化変調フィードバック型 GMR を試作し,その基礎特性を調べた。

実験手法

微細加工により,GMR 素子上にフィードバック磁界および変調 磁界 H_{ac}(周波数 f)印加用のアルミワイヤを配置し,図1に示す 回路に挿入した。本回路では、ブリッジ回路中の2つのGMR 素子 に、それぞれの素子の磁化を逆位相に変調されるようH_{ac}を印加 し、ブリッジ出力に2f 成分が重畳しないようにする。次に、ブリ ッジ回路の中間端子間における電圧の差分を計装アンプで増幅さ

せ、f成分の信号をロックインアンプで検出す る。また、ロックインアンプ出力に比例した信 号をAlワイヤに流すことで、外部磁場H_{ext}に対 しフィードバックをかける。これにより外部磁 場H_{ext}に比例した出力電EV_{out}が得られる。な お、この比例定数はGMR素子抵抗に依存しない ため、温度ドリフトの影響を抑制できる。

実験結果

10 Hz の検出磁場 $H_{ext} = 1.5 \,\mu \text{Trms}$ を印加した際の,フィードバック型および開ループ型の任意の時間における出力波形をそれぞれ図 2,図

L,図1に示す 2つのGMR素子 5) H_{ac} を印加 3。次に、ブリ アンプで増幅さ M_{ac} M_{ac}

3に示す。なお、開ループ型の測定は、図 1のロックインアンプの出力波形を観察しており、フィードバック電流供給用のオペアンプとは切断されている。 図 2においては、波形の直流成分が大きく変化していることがわかる。これは、開ループ型の出力は GMR 素子の抵抗値に大きく依存し、ブリッジ回路のバランスが崩れたことによって出現したものと考えられる。一方、図 3の波形の直流成分はオフセットである3 µTを維持しており、フィードバックによるドリフト抑制の効果が得られたと考えられる。

<u>参考文献</u>

- 1) G A Wang et al.: J. Phys. D: Appl. Phys. 44, 235003 (2011).
- 2) S. Shirotori et al.: IEEE Trans. Magn., 57, 400305 (2021).

局所異方性測定による歪センサの動作解析

豊田恵伍^{1,2}, 後藤太一², 石山和志² (¹東北大学大学院 工学研究科、²東北大学 電気通信研究所) Analysis of strain sensor operation by local anisotropy measurement K. Toyoda^{1,2}, T. Goto², K. Ishiyama²

(¹Graduate School of Engineering, Tohoku University, ²RIEC, Tohoku University)

1. はじめに

磁性膜と導体膜の積層構造からなる逆磁歪効果を 用いた歪センサを高感度化するための手法として、 異方性の均一化が挙げられる¹⁾。そこで、カー効果 を利用して局所BHループを取得することにより、磁 性膜の局所の異方性を測定して均一性を評価した。 その際、センサに歪を与えることで逆磁歪効果によ る局所的な異方性の変化を測定し、センサの動作状 態を詳細に見積もるとともに、感度特性への影響に ついて検討した結果を報告する。

2. 実験方法

本研究において作製したセンサ素子の寸法は Fig.1に示す通りで、厚さ150µmのカバーガラス上に 1ターンミアンダ形状に成膜したMo膜の導体層の上 下に、短冊状のFe72Si14B14磁性膜を配置し3層積層構 造となっている。このセンサを、Fig.1におけるB-C 間を治具上に固定したカンチレバーとして、自由端 をマイクロメータヘッドで変位させる。この際に、 カー効果を用いて磁界をセンサ長手方向に印加した 際の磁区コントラスト画像の平均輝度を局所的に測 定した。横軸に印加磁界、縦軸に輝度をプロットす ることで得られる局所BHループの、磁化が飽和に達 する磁界強度を異方性磁界Hkとして場所ごとに求 めた。また、同様にしてセンサを治具に固定して歪 を加えたときの歪-インピーダンス特性をネットワ ークアナライザにより測定した。

3. 実験結果



Fig. 1. Diagram of the sensor element



Fig. 2. Optical micrograph of Fe-Mn-Al-Ni alloy



Fig. 3. Variation of Hk by distance

<u>参考文献</u>

 1) 曽良, 枦, 石山, 日本磁気学会論文特集号, 4, 41 (2020).

磁石と直接通電による簡便な磁性薄膜素子の異方性制御

上野明続,谷井雅,菊池弘昭 (岩手大学)

Magnetic anisotropy control using permanent magnets and applying direct current

A. Ueno, M. Tanii, H. Kikuchi

(Iwate Univ.)

1. はじめに

薄膜磁気デバイスにおいて異方性の制御が重要となる場合も多い.磁気異方性は成膜時に誘導する,もしくは, Co基アモルファス材料では,成膜後に磁界中熱処理により異方性制御できる.ただし、いずれの場合も基板上における一方向への制御であり、磁界中熱処理では真空系を有する大型炉が必要となり,消費電力も大きく,長時間を要する.ここでは,リボンやワイヤにおいて主に作製時に導入された応力の緩和を目的として利用されるジュール加熱^{1),2)}の薄膜への適用性を検討するとともに,永久磁石と組み合わせて簡便な方法により磁気異方性制御を試みたので報告する.

2. 実験方法

異方性制御は薄膜の磁気インピーダンス素子を例に行った.磁気インピーダンス素子は高感度磁界センサ に利用されるが、高感度にするには素子の幅方向に異方性を制御する必要がある. Co₈₅Nb₁₂Zr₃アモルファス 薄膜を用いてスパッタ・リフトオフ法により矩形素子を作製し, NdFeB 磁石により磁界を印加しながら, 直流 電流を素子に直接通電し大気中で加熱を行った. その後, 素子インピーダンスの外部磁界依存性をネットワー クアナライザ, ヘルムホルツコイルを用いて測定した.

3. 実験結果

Fig. 1 は幅 40 µm, 厚さ 2 µm、長さ 1 mm の素子における インピーダンスの外部磁界依存性を示した図である.素子 作製後と 120 mA でジュール加熱を行った後の結果を示し ている. 通電時間は 60 秒とし, インピーダンスの測定周波 数は 100 MHz とした.素子作製後の場合, 磁界 0 でインピー ダンスは最大となりその後低下する変化を示している. こ れは、素子長手方向に磁界容易軸を有する場合の典型的な 変化である. 一方, 120 mA の通電後には, ダブルピーク特性 を示した. ダブルピークの特性は幅方向に容易軸を持つ場 合の典型的な特性であり, 磁区観察の結果からも幅方向に 容易軸が誘導されていることも確認した.

Fig. 2は, 120 mA と電流値は一定として, 通電時間を変化 させた場合のインピーダンス変化を示した図であり, 時間 は総加熱時間である. インピーダンス変化は最大印加磁界 のインピーダンスとの差分で示しており, 測定周波数は 100 MHz である. 1 秒の加熱ですでにダブルピークを示してい るが, 異方性制御は不完全であるが, 60 秒の印加で幅方向に 異方性は制御できているものと考えられる.

参考文献

- 1) T. Yanai, et al., J. Magn. Magn, Mater., vol. 320, e833-e836, 2008.
- R. Dost, et al., J. Magn. Magn. Mater., vol. 499, Art no. 166276, 2020.



Fig. 1 Field dependence of impedance *Z* before and after Joule heating with magnets.



Fig. 2 Field dependence of impedance change ΔZ when heating time changes.

高周波駆動薄膜センサにおける磁性薄膜スリットの最適幅に関する検討

坂本 雅弥 鈴木 椋太 石原 知弥 本多 順一 薮上 信 (東北大学)

Considerations on Appropriate Slit Width of Line Type Thin Film Magnetic Field Sensor Masaya Sakamoto, Ryota Suzuki, Tomoya Ishihara, Junichi Honda, Shin Yabukami (Tohoku University)

はじめに これまで磁性薄膜を用いた直線コプレーナ線路を構成し,GHz 帯において表皮効果や強磁性共鳴 を利用したセンサについて検討してきたが,強磁性共鳴周波数におけるセンサシステムの感度が悪化するこ とが課題であった.この原因はインピーダンス不整合による反射損失であることが示され⁽¹⁾,磁性薄膜にスリ ットを設けることでインピーダンス整合が実現できることを予測した.本稿では磁性薄膜のスリット幅を有 するセンサ素子を作製し,各スリット幅における磁界に対する透過係数の測定値から最適なスリット幅につ いて考察したので報告する.

センサの動作原理及び実験方法本センサは薄膜の幅方向を磁化容易軸となるように磁気異方性を制御した磁性薄膜と誘電薄膜を介して成膜された直線コプレーナ線路によって構成されている. Fig. 1 に示すように磁性薄膜スリット幅がそれぞれ 6.0, 10, 26, 36, 50 µm であるセンサ素子をガラス基板上に作製し,電磁石を使用して・20 Oe ~ +20Oe までの直流磁界を線路の長手方向(磁化困難軸)へ印加したときの透過係数(*S*₂₁)の振幅及び位相をネットワークアナライザ(Advantest 社, R3767CG)を用いて測定した.

実験結果 Fig. 2 に印加磁界に対する透過係数の振幅の 測定結果を示すが,スリット幅が狭いほど磁界に対する 振幅の変化が大きい傾向が確認でき,これは位相につい てもおおむね同様であった.センサ素子の感度は(1)式よ り磁界に対する振幅及び位相の変化の割合と高周波キ ャリアの振幅の積に比例する⁽²⁾と仮定して求めた.

$$|V_o(\omega_c \pm \omega_s)| = \frac{JS(Z_b + R_o)R_oh_{ac}}{2\{Z_b + R_o + R_i\}^2} \left(\frac{\Delta Z}{\Delta H}\right) \tag{1}$$

ただし、ω_c, ω_sはキャリア及び側波帯の角周波数,Jはセ ンサに流れる電流密度,Sは素子断面積,Z_b,R_o,R_iは素子 の特性インピーダンスおよび測定器の入出力抵抗, ΔZ/ΔHは外部磁界に対するインピーダンスの変化率 である。Fig.3は測定値より求めた振幅および位相の磁 界に対する最大の変化の割合から導出したスリット幅 に対するモンサ感度を示している.同図より振幅及び位 相感度はスリット幅 10 μm 付近で最大値であることか ら,この高周波駆動薄膜センサにおける磁性薄膜スリッ トの最適幅は 10 μm 付近となった.

参考文献 (1) T. Ishihara et al, Journal of Magnetic of Japan, vol. 6 (2022). (2) N. Horikoshi et al, Journal of Magnetic of Japan, vol. 29, pp. 472 (2005).

<u>謝辞</u>本研究は総務省「電波の高分解能計測・解析技術 を活用したノイズ抑制技術の研究開発」(JPJ000254), NEDO Entrepreneurs Program (0329006), AMED (22ym0126802j0001)の支援を受けた.



Fig. 1 Structure of proposed sensor.



Fig. 2 Amplitude of transition coefficient versus magnetic field.



Fig. 3 Calculated amplitude and phase sensitivities.