

## MEMS 応用を鑑みた Si/ガラス膜/Nd-Fe-B 系磁石膜の開発

樋口晃太\*, 福田樹, 山下昂洋, 柳井武志, 中野正基, 福永博俊 (長崎大学)

Preparation of Si/glass film/Nd-Fe-B film applied to MEMS

K. Higuchi\*, I. Fukuda, A. Yamashita, T. Yanai, M. Nakano, and H. Fukunaga (Nagasaki Univ.)

## はじめに

すでに我々は、数 10  $\mu\text{m}/\text{h}$  の成膜速度を有する PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い、MEMS 応用に向けて Nd (or Pr)-Fe-B 系磁石膜を Si やテンパックスガラス基板上に 0.1 mm 厚以上に作製する研究に取り組み、磁石膜より発生する磁界を有効に利用するため、ガラス基板上の試料におけるマイクロ着磁を実現してきた<sup>[1]</sup>。更に最近、磁石膜と Si 基板の界面にガラス膜 (下地層) を挿入し、Si 基板上の Nd-Fe-B 系磁石膜においてもマイクロ着磁(交番着磁・ハルバツハ着磁)が可能である事を明らかにした<sup>[2]</sup>。しかしながら、ガラス下地層を挿入した Nd-Fe-B 系磁石膜の磁気特性は、既報の金属 (Ta, Fe, ステンレス等)、熱酸化膜付き Si 基板、テンパックスガラスといった基板上の試料の磁気特性に比べ劣る傾向が観察された。

本稿では、熱処理条件や Nd 含有量と共に、磁石膜やガラス下地層 (膜) の膜厚やその膜厚比が磁気特性に及ぼす影響を検討し、磁気特性の向上を図ったので報告する。

## 実験方法

約 6.5 rpm で回転させた松浪ガラス(S1111)や  $\text{Nd}_{2.2}\text{Fe}_{14}\text{B}$  合金といった各ターゲットに、波長 355 nm の Nd : YAG レーザーを照射し、ターゲット基板間距離を 10 mm として自然酸化膜付き Si 基板上にガラス下地層と磁石膜を様々な膜厚 (成膜時間) で作製した。成膜直後の磁石膜はアモルファス構造を有したため、時間 4.0 s (固定) でパルス熱処理を施した後、印加磁界 7 T のパルス着磁を行い、最大印加磁界 2.5 T のもと VSM で磁気特性を評価した。膜厚はマイクロメータ、組成は SEM-EDX で測定した。

## 実験結果と考察

図 1 にガラス下地層 (ガラス膜) 付き Nd-Fe-B 系磁石膜(ガラス膜:12~114  $\mu\text{m}$  厚, 磁石膜:15~60 $\mu\text{m}$  厚)の保磁力と膜厚比の関係を示す。ここで膜厚比とは、(ガラス膜の厚み) / (磁石膜の厚み) である。Nd 含有量 14.5~16.5 at.% とした際、膜厚比:2 以下の範囲において、500 kA/m を超える保磁力が発現し、保磁力向上にはガラス膜に比べ磁石膜の膜厚を厚くすることが有効であるとわかった。この現象の詳しいメカニズムは、今後の検討課題である。図 2 に既報のマイクロ着磁を施した試料<sup>[2]</sup>と本実験で最も大きな保磁力を得た試料の J-H ループを示す。上述の膜厚比以外に Nd 含有量や熱処理条件も吟味する事で、磁気特性が改善できた。

本研究を通じて、ガラス膜と磁石膜の膜厚比が、磁気特性向上に対し重要なパラメータの一つである事が示唆された。ガラス下地層 (膜) は、①磁石膜と Si 基板間の異なる線膨張係数に伴う応力の緩和や②Si 基板上でのマイクロ着磁を可能にするといった働きがある。今後、①・②を含め、総合的に検討する必要がある。

参考文献 [1] A. Yamashita *et al.*, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, **53**, #2100104 (2017).

[2] D. Han *et al.*, *IEEE MAGNETICS LETTERS*, **11**, #8103804 (2020).

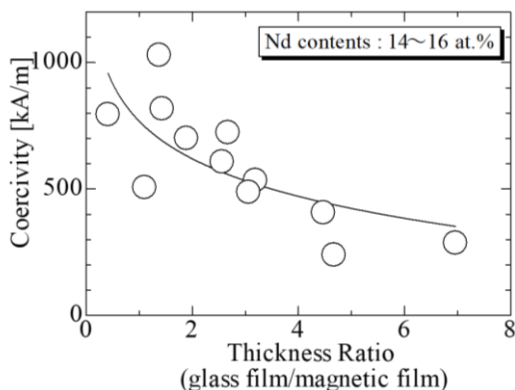


Fig. 1 Coercivity of samples as a function of thickness ratio.

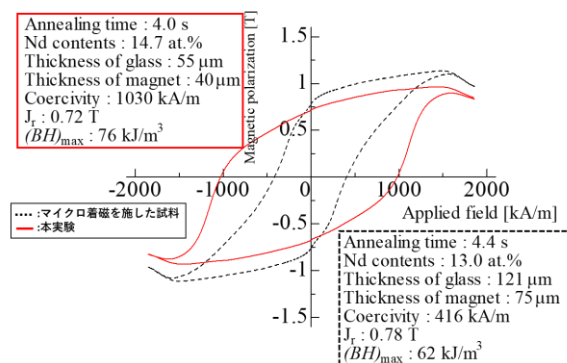


Fig. 2 Comparison of J-H loops of two samples.

# 磁気粒子イメージング用磁場発生装置の検出コイルの検討

古川 忠弥、清野 智史、中川 貴  
(大阪大学 大学院工学研究科)

Study of detection coil of magnetic field generator for magnetic particle imaging

A.Furukawa, S.Seino, T.Nakagawa

(Graduate school of Engineering, Osaka University)

## はじめに

近年、超常磁性酸化鉄ナノ粒子を画像化する磁気粒子イメージング法（以下 MPI）が新しい医療用画像診断技術として注目されている<sup>1)2)</sup>。しかしながら、核磁気共鳴法のような人体全身に適用可能な MPI 装置は実現していない。既往研究の多くは、検出コイル内部の対象を回転させてサイングラムを生成し、スキャンを実施する手法を検討している。しかし、人体への適応を考えると、人体を回転させること、大規模な装置になることが課題となる。そこで、回転操作不要かつ検出コイル内部に対象物を挿入しない構成を検討した。本稿では、その検出コイル構成の検討内容について述べる。

## 実験方法

4 パターンの検出コイル及び回路構成のシステム構成図を Fig.1 に示す。(a)は1つのコイルを用いて測定する構成、(b)は重畳磁場によるノイズを低減させる構成、(c)は検出領域を拡大させる構成、(d)は S/N 比を向上させる構成である。本実験に用いた検出コイルは 3320 巻を使用し、交流磁場振幅は検出範囲において約 5.6 kA/m、磁場勾配は約 0.13 T/m である。トレーサは 200  $\mu$ L の Ferucarbotran の磁気分離品（以下 FcM）を用いた。Fig.1 の空隙右端を原点とし、20 mm から 80 mm の範囲に 5 mm 間隔で FcM を移動させ、各位置において 10 回測定を行った。

## 実験結果

得られた結果の一例を Fig.2 に示す。実線は FcM を設置した場合の各データの平均の推移を示し、破線は FcM を設置しない場合の平均を示す。(a)においては交流磁場によるノイズが大きく実線と破線の差がほとんどみられない。(b)において、ノイズを低減させることができたため、(a)に比べ破線の強度が低減している。(c)において、検出コイルを両側に設置したため検出可能領域が拡大しているが、回路のインピーダンスが上昇し、実線の強度が低下している。(d)において、S/N 比を向上させることができたため、(c)に比べ実線の強度が上昇している。以上の結果から(d)が本装置において、比較した手法の中で最適であることが明らかになった。

## 参考文献

- 1) S. Choi *et al.* *Sci. rep.* **10**, 11833 (2020).
- 2) Zheng, B. *et al.* *Theranostics* **6**(3), 291 (2016).

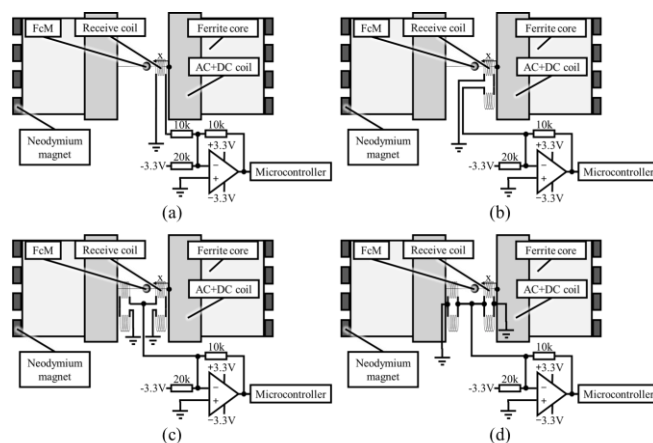


Fig.1 Configuration diagram of system

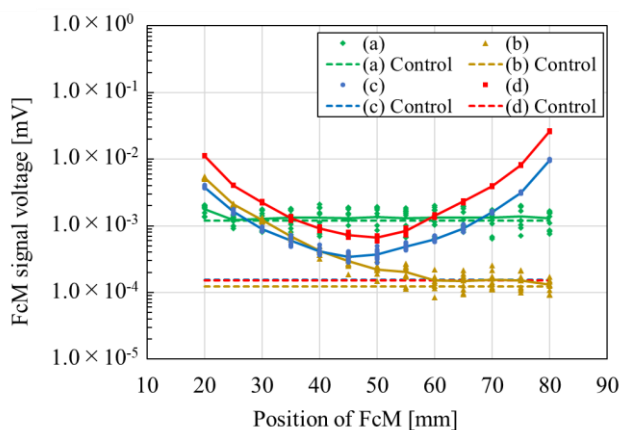


Fig.2 Magnetization signal of FcM at each position

# Cu<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> における Cu の Zn 部分置換による磁歪特性への影響

藤原 康太、小杉 静花、藤枝 俊、清野 智史、中川 貴  
(大阪大学 大学院工学研究科)

Effect of partial substitution of Zn for Cu on magnetostrictive properties of Cu<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

K. Fujiwara, S. Kosugi, S. Fujieda, S. Seino, T. Nakagawa  
(Graduate School of Engineering, Osaka Univ.)

## はじめに

近年、磁歪材料の振動発電やアクチュエータへの応用研究が活発化している。立方晶スピネル構造の CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 系フェライトは、室温において比較的大きな磁歪を示すことが知られている<sup>1)</sup>。Co の Cu 部分置換により磁歪特性が向上すること、また、Co の Zn 部分置換により歪みの磁場感受率が向上することが報告されている<sup>2,3)</sup>。本研究では、Cu<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> の Cu の Zn 部分置換による磁歪特性への影響を明らかにすることを目的とする。

## 実験方法

CoO、Cu<sub>2</sub>O、ZnO および  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を出発原料として用いた。それらの混合粉をペレット化したのち、950 °C の大気雰囲気下で 20 時間の熱処理を施して Zn<sub>x</sub>Cu<sub>0.5-x</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 試料を作製した。結晶構造を調べるため、Cu-K $\alpha$  線での X 線回折測定を行った。磁歪特性の評価には、歪みゲージを用いた。

## 実験結果

Zn<sub>x</sub>Cu<sub>0.5-x</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> の X 線回折パターンを Fig. 1 に示す。 $x = 0.1$  の試料は立方晶の回折パターンのみを示した。Cu の Zn 部分置換後においても立方晶スピネル構造の単相が得られた。その歪み  $\Delta L/L$  の磁場依存性を Fig. 2 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。 $\Delta L/L$  は平行磁場印加 ( $H_{\parallel}$ ) 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  $x = 0.0$  (Cu<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) と同様に  $x = 0.1$  において負の磁歪が生じる。また、 $x = 0.1$  の最大印加磁場における  $\Delta L/L$  から求めた飽和磁歪定数は -122 ppm であった。この絶対値は  $x = 0.0$  の値 (-320 ppm) よりも小さい。しかし、 $x = 0.1$  において  $\Delta L/L$  の絶対値が最大となる磁場は約 3.5 kOe であり、 $x = 0.0$  の値よりも低磁場である。 $x = 0.0$  と比較して、 $x = 0.1$  は低磁場で高い歪みの磁場感受率を示すことが明らかになった。

## 参考文献

- 1) R. M. Bozorth, et al., Phys. Rev. **99** (1955) 1788.
- 2) 藤枝 俊 他, 日本金属学会 2022 年春期講演大会概要集 277.
- 3) P. N. Anantharamaiah, et al., Mater. Sci. Eng. B **266** (2021) 115080.

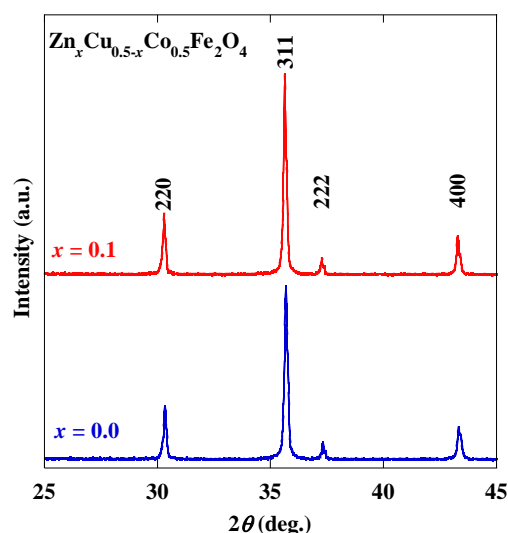


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of Zn<sub>x</sub>Cu<sub>0.5-x</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> with  $x = 0.0$  and 0.1.

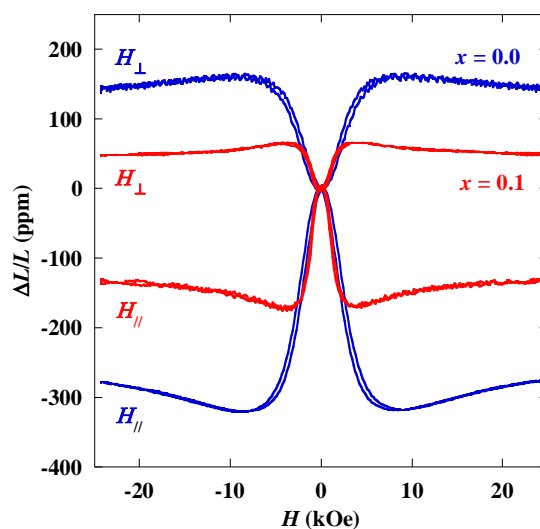


Fig. 2 Magnetic field dependence of strain  $\Delta L/L$  of Zn<sub>x</sub>Cu<sub>0.5-x</sub>Co<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> with  $x = 0.0$  and 0.1.

# D0<sub>19</sub>-Mn<sub>3</sub>Sn/Pt 二層膜における スピン軌道トルク磁化反転のパルス幅依存性

小林裕太<sup>1</sup>、塩田陽一<sup>1</sup>、成田秀樹<sup>1</sup>、小野輝男<sup>1,2</sup>、森山貴広<sup>1,2,3</sup>  
(<sup>1</sup>京大化研、<sup>2</sup>京大 CSRN、<sup>3</sup>JST さきがけ)

Pulse-width dependence of spin-orbit torque switching in D0<sub>19</sub>-Mn<sub>3</sub>Sn/Pt thin films  
Yuta Kobayashi<sup>1</sup>, Yoichi Shiota<sup>1</sup>, Hideki Narita<sup>1</sup>, Teruo Ono<sup>1,2</sup>, and Takahiro Moriyama<sup>1,2,3</sup>  
(<sup>1</sup>ICR, Kyoto Univ., <sup>2</sup>CSRN, Kyoto Univ., <sup>3</sup>PRESTO, JST)

## はじめに

近年カイラル反強磁性体の磁気構造をスピン軌道トルク(SOT)により制御することが可能であり、そのダイナミクスが LLG 方程式に基づくシミュレーションでよく記述されることが示された[1,2]。磁化反転の物理描像をより詳細に得るためには、LLG 方程式に基づくダイナミクスと同様に熱アシスト磁化反転の理解も重要である。今回我々は、D0<sub>19</sub>-Mn<sub>3</sub>Sn の熱アシスト SOT 磁化反転を電流パルス幅依存性から調査し、熱安定指数の評価を行った。

## 実験方法

スパッタリング法を用いて熱酸化シリコン基板上に Ta (2 nm)Ru (2 nm)/Mn<sub>3</sub>Sn (40 nm)/Pt (7 nm)を成膜した。D0<sub>19</sub>相を誘起するために Mn<sub>3</sub>Sn 層の成膜直後に 500°Cで in-situ アニールを 1 時間行った。作製した多層膜をフォトリソグラフィと Ar イオンミリングによりチャンネル幅 5 μm のホールバー状に加工した。面内にバイアス磁場をかけた状態で、パルス電流に対するホール抵抗の変化をいくつかのパルス幅  $t_p$  について測定した(Fig. 1 (a))。

## 実験結果

Fig. 1 (b)に測定結果を示す。パルス電流に依存して明確なヒステリシスが見られている。臨界電流  $\pm I_{critical}$  の  $\ln(t_p/t_0)$  に対するプロットを Fig.1 (c)に示す。 $\pm I_{critical}$  は  $\ln(t_p/t_0)$  に対して線形に変化している。これはスピントルク磁化反転が熱的にアシストされていることを示唆するものである。 $+I_{critical}$  の傾きから熱安定指数  $\Delta = 133.7 \pm 0.3$  (300 K)を得た。これは典型的な強磁性体を用いた SOT 磁化反転デバイスの熱安定指数と同等の値である [3]。講演では本結果の詳細について議論する。

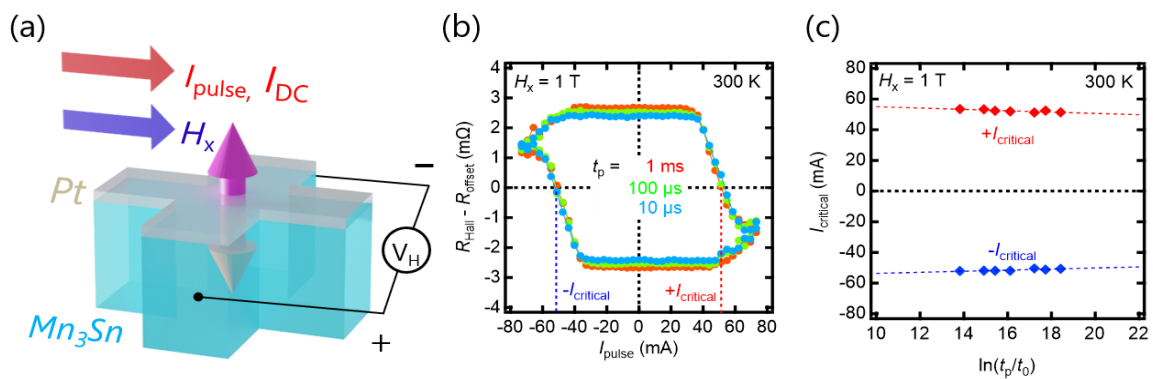


Figure 1 (a) Schematic illustration of the SOT switching measurement set up. The purple arrows represent the ferroic ordering of a magnetic octupole. (b) The constant background subtracted transverse resistance  $R_{Hall} - R_{offset}$  as a function of  $I_{pulse}$  with  $t_p = 1$  ms, 100  $\mu$ s and 10  $\mu$ s. In-plane magnetic field and measurement temperature were set to 1 T and 300 K, respectively. (c)  $I_{critical}$  as a function of  $\ln(t_p/t_0)$  with  $H_x = 1$  T at 300 K.  $1/t_0$  is an intrinsic attempt frequency assumed to be  $t_0 \approx 1$  ns just for the form's sake.

## 参考文献

[1] T. Tsai *et al.*, *Nature* **580**, 608 (2020). [2] Y. Takeuchi *et al.*, *Nat. Mater.* **20**, 1364 (2021). [3] W. Liao *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **117**, 182402 (2020).



## fcc 構造を有する $\text{Fe}_2\text{MnGa}_x$ 合金の作製と磁気特性の Ga 組成依存性

### Dependence of magnetic properties on Ga composition for fcc - $\text{Fe}_2\text{MnGa}_x$ alloys

東北学院大学工、○佐々木嘉葵 (M2)、嶋敏之、土井正晶

Tohoku Gakuin Univ., ○Y. Sasaki (M2), T. Shima and M. Doi

#### 【緒言 Introduction】

$\text{D0}_{22}$  型 Mn 系材料では高い磁気異方性や高い保磁力が確認されているが、永久磁石としては飽和磁化が低いことが欠点である<sup>[1][2]</sup>。当研究室では bcc 系  $\text{Fe}_2\text{MnGa}$  において、飽和磁化  $M_s = 24.0$  emu/g と低く、低保磁力  $H_c \sim 0$  kOe と確認されている。 $\text{Fe}_2\text{MnGa}$  より Ga がリッチの  $\text{Fe}_{1.5}\text{MnGa}_{1.5}$  において強磁性が安定し、bcc と fcc の混相が確認されたが、約 3 倍の飽和磁化  $M_s = 81.2$  emu/g を示した。 $\text{L1}_2$  型規則構造を有する合金である  $\text{Fe}_2\text{MnGa}$  合金において飽和磁化 115 emu/g と高飽和磁化が報告されている<sup>[3]</sup>。本研究では、fcc 系  $\text{Fe}_2\text{MnGa}$  合金の Ga の組成量を変化させることによる結晶構造およびその磁気特性の変化を調べることを目的とする。

#### 【実験方法 Experimental】

作製した試料は  $\text{Fe}_2\text{MnGa}_x$  ( $x = 0.5 \sim 1.5$ ) であり、アーク溶解炉を用いて、Ar ガス雰囲気中で真空度  $7.0 \times 10^{-3}$  Pa 以下で合金が均一になるように表裏 5 回ずつアーク溶解を行った。原材料は Fe (4N)、Mn (5N)、Ga (6N) を使用した。合金を作製した後、ダイヤモンドやすりで粉末化し、真空度  $7.0 \times 10^{-3}$  Pa 以下で真空封入した。マッフル炉を用いて熱処理 ( $T_a = 850$  °C,  $1000$  °C,  $t = 24$ h) を行い、マッフル炉から取り出した後に急冷した。各種評価は、組成分析をエネルギー分散型 X 線装置 (EDX)、結晶構造を X 線回折装置 (XRD)、磁気特性を物理特性測定装置 (PPMS - VSM)、キュリー温度を振動試料型磁力計 (VSM) で測定し評価を行った。

#### 【結果 Results】

EDX による組成分析において作製した各試料を 5 箇所測定した値の平均を算出した結果、全ての試料において最大でも  $\pm 5\%$  以内に収めた試料を測定に使用した。XRD の結果から、全ての試料において fcc 単相が確認され、 $\text{Fe}_2\text{MnGa}_{1.1}$  ( $T_a = 850$  °C,  $t = 24$ h) 合金では  $\text{L1}_2$  単相が確認されたと考えられ、 $\text{Fe}_2\text{MnGa}_{0.5}$  合金より Ga が増加することで回折ピークが大きくなり、a 軸の格子定数が 1.09% 増加した。 $\text{Fe}_2\text{MnGa}_{1.4}$  合金では最大の飽和磁化  $M_s = 124.9$  emu/g と  $\text{Fe}_2\text{MnGa}_{0.5}$  合金の飽和磁化に対して 1.8 倍の磁化の増加が確認された。また Ga の組成量を増やすことで保磁力はわずかに増加し、 $\text{Fe}_2\text{MnGa}_{1.3}$  合金では最大となる保磁力  $H_c = 0.16$  kOe が確認された。講演では磁化の増加の原因を組成比および結晶構造、キュリー温度での変化の関係から考察する。

#### 【参考文献 References】

- [1] T. Saito and R. Nishimura, J. Appl. Phys. 112, 083901 (2012).
- [2] A. Koeba and T. Shima and M. Doi, Jpn. J. Appl. Phys. 55, 07MC04 (2016)
- [3] Y. V. Kudryavtsev, N. V. Uvarov, V. N. Iermolenko, I. N. Glavatsky, and J. Dubowik, et al. Acta Materialia 60. 4780 - 4786 (2012).

## $L2_1$ - $Fe_xMnGa$ 薄膜における磁気特性の Fe 組成および膜厚依存性

Dependence of magnetic properties on Fe composition and thickness for  $L2_1$ - $Fe_xMnGa$  thin films

東北学院大学 ○峯田 陸 M2、渡邊 彩恵、嶋 敏之、土井 正晶

Tohoku Gakuin Univ., ○R. Mineta (M2), S. Watanabe, T. Shima and M. Doi

### 【諸言】

MnGa 薄膜は飽和磁化  $M_s \sim 200 - 600 \text{ emu/cm}^3$ <sup>[1]</sup>、結晶磁気異方性エネルギー  $K_u \sim 10 - 20 \text{ Merg/cm}^3$ <sup>[1]</sup>、高スピンドル率  $\sim 88\%$ <sup>[2]</sup>を示し、貴金属や希土類元素を含まない新規永久磁性材料やスピンドルデバイス次世代材料としての可能性を有している。当研究室で蒸着法を用いて作製した MnGa 薄膜において、膜厚を減少させた場合に飽和磁化および磁気異方性の減少が確認された。また、MnGa に Fe を添加し、 $FeMnGa$  薄膜の膜厚を減少させた場合、膜厚の減少に伴い、磁気特性が向上すると報告している。従って、本研究においては  $Fe_xMnGa_{1.5}$ 、 $Fe_xMnGa$  薄膜を作製し、Fe の組成を変化させる。また、磁性層の膜厚を減少させ、磁性層と MgO 基板とのミスフィットによる格子の歪みによって結晶磁気異方性を増加させることを目的として実験を行った。

### 【実験方法】

試料は超高真空マグネトロンスパッタリング装置を用いて作製した。膜構成は MgO (100) sub. /  $FeMnGa$  / Cr である。主層の  $Fe_xMnGa_{1.5}$  ( $x = 1, 1.5, 2$ ) の膜厚を  $t_{Fe-Mn-Ga} = 20, 10, 5, 3, 2, 1 \text{ nm}$  と変化させた。はじめに、基板処理を  $700^\circ\text{C}$  で 30 分間行い、主層の  $FeMnGa$  を基板温度  $T_s = 200^\circ\text{C}$  で Mn-Ga と Fe を交互積層法を用いて成膜を行った。次に、熱処理温度  $T_a = 300, 500^\circ\text{C}$  で 30 分間熱処理後、キャップ層として Cr を室温で成膜した。磁気特性評価を超伝導量子干渉磁束計 (SQUID)、構造解析を X 線回折装置 (XRD)、表面粗さと表面形状を原子間力顕微鏡 (AFM)、組成分析をエネルギー分散型 X 線回折装置 (EDX)、異方性磁気抵抗効果 (AMR) を四端子法を用いて評価した。

### 【結果】

膜厚を変化させた試料において、XRD の結果より、 $L2_1(002)$ 、 $(004)$ ピークは 20、10、5 nm で確認されたが膜厚の減少に伴い、ピーク強度が小さくなっていくことが確認された。 $L2_1(002)$ 、 $(004)$ ピークが広角側にシフトしていることから  $L2_1$  構造の c 軸が縮むことが確認された。SQUID の結果より磁性層と MgO 基板とのミスフィットによる歪みで垂直磁気異方性の発現が 3nm 以下の試料で見られた。これらの要因として面内の原子間距離が伸び、垂直磁気異方性が大きくなったと考えられる。熱処理温度  $500^\circ\text{C}$  の  $FeMnGa_{1.5}$  薄膜の 2nm の試料で、飽和磁化  $M_s = 397 \text{ emu/cm}^3$ 、結晶磁気異方性エネルギー  $K_u = 4.98 \text{ Merg/cm}^3$  という値が確認された。講演では、 $Fe_xMnGa$  ( $x = 1, 1.5, 2$ ) 薄膜の組成比を変え、膜厚の変化による結晶構造および磁気特性の変化について考察する。

### 【参考文献】

- [1] Y. Takahashi, H. Makuta, T. Shima and M. Doi, *T. Magn. Soc. Jpn.* **1**, 30-33(2017).  
 [2] B. Balke, G. H. Fecher, J. Winterik, and C. Felser, *Appl. Phys. Lett.*, **90**, 152504 (2007).

# 超小型 EV 搭載用 ANC システムにおける 超磁歪アクチュエータの開発 (ロードノイズに含まれる帯域の推力特性に関する検討)

加藤太朗, 北村拓也\*, 前原史弥\*, 内野大悟\*, 小川和輝\*,  
池田圭吾\*\*, 遠藤文人\*\*, 加藤英晃\*, 成田正敬\*, 古井光明  
(東京工科大学, \*東海大学, \*\*北海道科学大学, \*\*\*福岡工業大学)

Development of the giant magnetostrictive actuator with ANC system for the ultra-compact EV  
(A consideration on thrust force characteristics including road noise range)

T. Kato, T. Kitamura, F. Maehara, D. Uchino, K. Ogawa, K. Ikeda, A. Endo, H. Kato, T. Narita, M Furui  
(TUT, \*Tokai Univ., \*\*HUS, \*\*\*FIT)

## はじめに

2015年, 国連総会で採択された持続可能な開発目標 (Sustainable Development Goals) において, 人間の福祉を支援するためのインフラ開発や人々に安全で利用が容易な移動手段の提供が含まれている. そこで近年では, 従来の自動車に代わり 1~2 人乗りの超小型電気自動車 (以下, 超小型 EV) 普及している. しかし, 超小型 EV は小型・軽量な車体であるため外板の剛性が低く, タイヤが回転することで発生するロードノイズや車体の突起形状から発生する風切り音などの雑音が車内の快適性の劣化に多大な影響を与えている.

この問題に対して, 著者らは超小型 EV に超磁歪材料を用いたアクチュエータを設置し, 壁面振動によって制御音波を発生させて車内騒音の低減を図るアクティブノイズコントロール (以下, ANC) システムを提案している<sup>1,2)</sup>. 提案するシステムは, スピーカの代わりに小型な超磁歪アクチュエータを利用するため, ANC システム全体の小型・軽量化することで超小型 EV への搭載が可能と考えられる. このシステムにおいて, 超磁歪アクチュエータには制御音波の出力に十分な推力と制御音波の歪みや遅れの小ささが要求される. そのため, 著者らは既存の超磁歪アクチュエータの有限要素モデルを作成し, 磁界によって超磁歪材料の形状が変化した磁歪による発生力について, 電磁界解析を用いた検討を行ってきた<sup>3,4)</sup>. 本報告では, 超小型 EV への搭載を考慮し, 超磁歪材料やアクチュエータ全体の形状や材質を変更した複数の超磁歪アクチュエータのモデルを作成し, 制御対象である 100~500 Hz の低周波数帯域の磁歪による発生力について検討を行った.

## 超磁歪アクチュエータの構造と超磁歪材料が発生する力

Fig. 1 に超磁歪アクチュエータの構造を示す. 超磁歪アクチュエータはアクチュエータの中心に柱状の超磁歪材料とその周りに永久磁石, ソレノイドコイルで構成される. 本検討では, 超磁歪材料の形状や材質が異なる複数の超磁歪アクチュエータの有限要素モデルを構築し, 音波出力のための制御信号としてコイルに正弦波の電圧を加えた. 印加する電圧の周波数は 100 Hz から 500 Hz まで変化させ, 電磁界解析により算出された超磁歪材料における磁束密度から算出される磁歪と材料のヤング率, ポアソン比により磁歪による発生力を算出した.

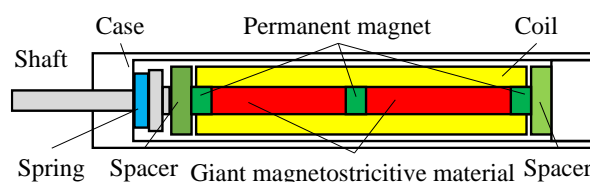


Fig. 1 Interior components of the giant magnetostrictive actuator

## 参考文献

- 1) 石塚ら, 日本 AEM 学会誌, Vol. 25, No. 2, (2017), pp. 88-93.
- 2) T. Kato et al, Actuators, 7, 49, (2018).
- 3) 加藤ら, 日本磁気学会特集号, Vol. 5, No. 1, (2021), pp. 44-49.
- 4) T. Kato et al, J. Magn. Soc. Jpn., Vol. 46, No. 3 (2021), pp. 70-75.

## Fe-Ga-M 薄膜の磁気特性と熱処理温度の影響

鈴木和歩, 藤原裕司, 大島大輝\*, 加藤剛志\*, 神保睦子\*\*

(三重大学, \*名古屋大学, \*\*大同大学)

Magnetic Properties of Fe-Ga-M Thin Film and Effect of Annealing Temperature

K.Suzuki, Y.Fujiwara, \*D.Oshima, \*T.Kato, \*\*M.Jimbo

(Mie Univ., \*Nagoya Univ., \*\*Daido Univ.)

### はじめに

FeGa 合金は大きな磁歪定数、飽和磁化を持ち、良好な機械特性からセンサやアクチュエータへ応用されている。近年では高周波デバイスへの応用のため薄膜での軟磁気特性、高周波特性の改善が求められている<sup>1)2)</sup>。また B を 9at.% 以上添加するとアモルファスになり、保磁力の低下、磁歪の増加が報告されている<sup>3)</sup>。本研究では第三元素 M を添加した Fe-Ga-M 薄膜を作製し結晶構造、軟磁気特性およびその熱処理依存性を評価した。

### 実験方法

成膜には DC・RF 電源を持つマグネトロンスパッタリング装置を使用した。スパッタ圧力は 0.5Pa (Ar) である。Fe<sub>80</sub>Ga<sub>20</sub> ターゲット上にチップをのせた複合ターゲットを用いてマイクロカバーガラス上に Fe-Ga-M 薄膜を 300nm 成膜した。表面には酸化防止のため SiN 膜を 30nm 成膜した。基板には約 200Oe の直流磁界を印加した。磁気特性の測定には VSM、トルク磁力計を組成分析には EPMA を結晶構造の測定には XRD を使用した。また、試料は真空中で 100~300°C、1 時間熱処理した。

### 実験結果

第三元素として Hf を添加した Fe-Ga-Hf 薄膜の結果を示す。組成比は Fe-Ga-Hf (77.3 : 17.3 : 5.4)であった。Fig.1 に XRD の結果を示す。参考として Fe-Ga 薄膜の結果も示す。Hf の添加前に見えた回折ピークは見られなくなっており、アモルファスになっていることが示された。Fe-Ga-B 薄膜よりも少量の添加物で Fe-Ga をアモルファス化できることが分かった。

Fig.2 には各熱処理温度での磁化曲線を示す。ここでは示していないが as-dep. の試料において面内に異方性は見られなかった。as-dep. と 150°C の試料では磁化回転過程がみられるが、これは成膜時に加わった圧縮応力が原因で現れた垂直磁気異方性だと考えられる。垂直磁気異方性は熱処理により徐々に小さくなり 250°C の熱処理では完全に見られなくなった。これは熱処理による基板と金属膜との熱膨張率の差から、膜面内の応力が圧縮から引張に変化したためと考えられる。

Fig.3 には FeGa 薄膜(as-dep.)の保磁力と Fe-Ga-Hf 薄膜の熱処理温度に対する保磁力と飽和磁化の変化を示す。保磁力は熱処理により徐々に低下し 250°C の熱処理では最小の 0.3Oe を示した。250°C で急激に保磁力が低下しているのは垂直磁気異方性の完全な消失に起因していると考えている。

以上の結果は Fe-Ga への Hf の添加は保磁力の低下に効果的であると示している。当日はその他の添加元素の測定結果も併せて報告する。

### 参考文献

- 1) D.Cao et al : AIP Advances 7, 115009(2017)
- 2) S.Muramatsu et al : IEEJ, MAG21085 (2021)
- 3) J.Lou et al : Applied Physics Letters 91, 182504 (2007)

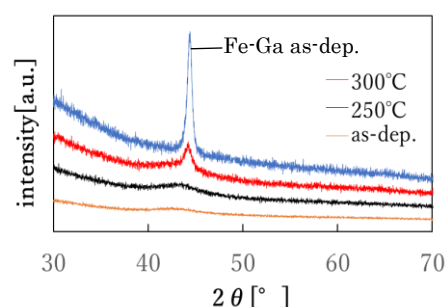


Fig.1 XRD patterns of as-deposited and annealed Fe-Ga-Hf sample

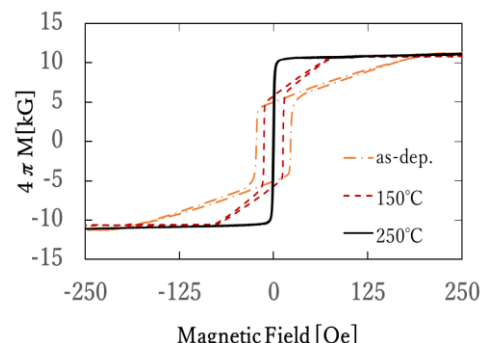


Fig.2 Hysteresis loop of as-deposited and 150°C, 250°C annealed Fe-Ga-Hf sample

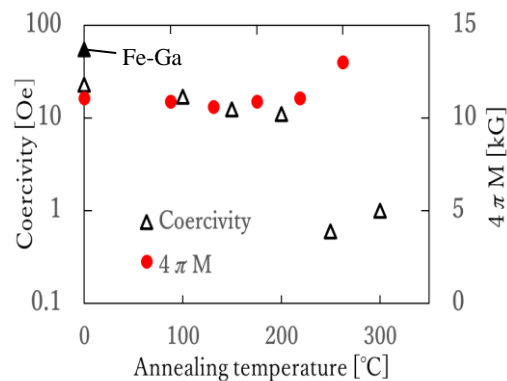


Fig.3 Annealing temperature dependence of Coercivity and Saturation Magnetization



## 電子線ホログラフィーによるコンケーブ型 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ナノ粒子の磁化分布の直接観察

野田千晶, 小林悟, 小野和輝, 松尾咲琴, 赤瀬善太郎<sup>1</sup>, 葛西裕人<sup>2</sup>  
(岩手大理工,<sup>1</sup> 東北大多元研,<sup>2</sup> 日立製作所)

Direct Observation of magnetization distribution for concave  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles by electron holography

C. Noda, S. Kobayashi, K. Ono, S. Matsuo, Z. Akase<sup>1</sup>, H. Kasai<sup>2</sup>

(Iwate Univ.,<sup>1</sup> IMRAM Tohoku Univ.,<sup>2</sup> Hitachi, Ltd.)

### 背景

軟磁性と生体適合性を示す  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ナノ粒子は、医療分野で活発に研究されている。特にコンケーブ型  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ナノ粒子は高い発熱効率を示す<sup>[1]</sup>ことから、磁気ハイパーサーミアへの応用が期待されている。しかし、球状や立方体型の粒子は精力的に研究されているが、コンケーブ型  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ナノ粒子の磁気特性の詳しい知見は得られていない。本研究では電子線ホログラフィーを用いて磁化分布の直接観察を行い、コンケーブ型  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ナノ粒子における安定な磁化状態を検討した。

### 実験方法

コンケーブ型  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ナノ粒子 ( $51 \pm 7$  nm) について、透過型電子顕微鏡 (TEM) による電子線ホログラフィー観察を行った。観察はゼロ磁場および室温で行った。得られた電子線の位相変化から電場と磁場の情報を分離するため、試料を  $180^\circ$  回転させ表裏のホログラムを取得した。得られた位相再生像から磁化分布を再構築した。

### 結果および考察

Fig. 1 (a), (b)にそれぞれ明視野像および磁気ポテンシャルによる位相変化を示す。粒子は一次元鎖状に $[100]$ 方向に配向する傾向を持つとともに、一次元鎖の長軸方向に平行な磁化分布を持つことが分かった。また、粒子内部の平均磁束密度は  $0.3 \sim 0.4$  Tであり  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  のバルク値 ( $\sim 0.6$  T) より低いことが分かった。同様なコンケーブ粒子の一次元鎖形成および鎖内の磁化分布は他の視野でも観測された。我々のマイクロマグネティクス計算によると、単一粒子の場合、ゼロ磁場中では、 $[111]$ 方向に磁化が配向した単磁区構造が安定化することが明らかになっている。従って、以上の観察結果は、 $[111]$ 方向に磁化配向した粒子が、一次元鎖内で磁化が長軸方向にジグザグ状のように配向している、あるいは、一次元鎖全体の静磁エネルギーを低下するため、各コンケーブ粒子の磁化が安定な $[111]$ 方向から $[100]$ 方向に再配向していることを示唆している。

### 謝辞

本研究は文部科学省先端研究基盤共用促進事業 (先端研究設備プラットフォームプログラム) JPMXS0450200722 で共用された機器を利用した。

### 参考文献

- [1] Z. Nemati, J. Alonso, and H. Martinez J. Phys. Chem. C 2016, 120, 15, 8370–8379

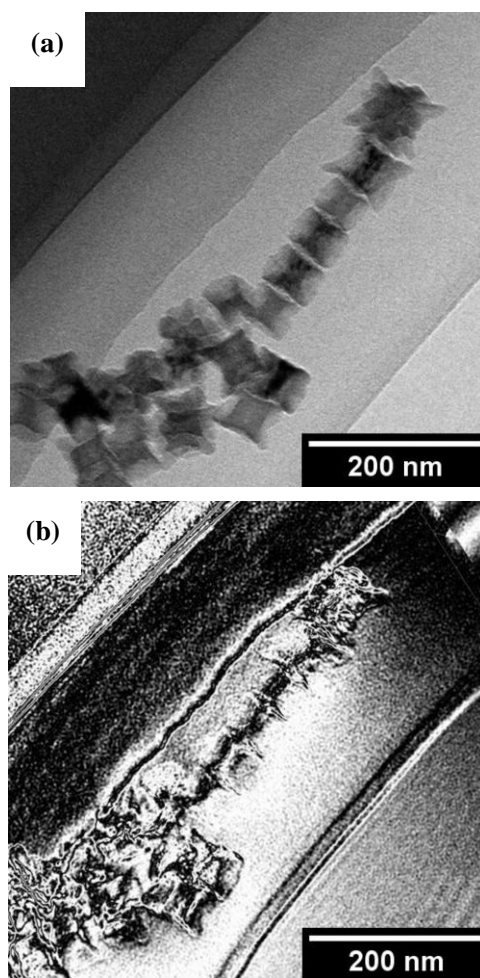


Fig. 1 (a) Bright field image and (b) reconstructed magnetic potential phase image of concave  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles. The phase information was amplified by a factor of 10.

## ひずみ印加による FeSiBNb 薄膜の磁化制御とパルス電圧の観測

杓名勇輝、藤原裕司、大島大輝\*、加藤剛志\*、神保睦子\*\*

(三重大学、名古屋大学\*、大同大学\*\*)

Control of magnetic moment of FeSiBNb film by strain

Y.Kutsuna, Y.Fujiwara, \*D.Oshima, \*T.Kato, \*\*M.Jimbo

(Mie Univ., \*Nagoya Univ., \*\*Daido Univ.)

はじめに

GMR や TMR 素子のフリー層に磁歪膜を利用することで新規なひずみセンサを開発する試みが盛んに行われている。<sup>(1)(2)</sup> FeSiBNb 薄膜は熱処理することで容易に軟磁気特性を得ることができ、比較的大きな磁歪定数を示す。<sup>(3)</sup> 本研究ではピックアップコイルを巻いた FeSiBNb 薄膜に交流磁界を印加した際に得られるパルス電圧のひずみ印加による制御を試みたので報告する。

実験方法

試料は DC、RF 電源を持つマグネトロンスパッタリング装置を用いて、水冷したガラス基板 (10×20×0.16mm) 上に成膜した。膜構成は sub./FeSiBNb(300nm)/SiN(30nm) である。成膜時の Ar ガス圧は 0.5Pa であり、約 2000e の直流磁界を基板に印加した。また、成膜後 100~300°C で 1 時間熱処理を行った。パルス電圧測定の様式図を Fig. 1 に示す。試料には 150turn のコイルが巻いてあり、オシロスコープで電圧を観測できるようになっている。また、マイクロメータでひずみが印加可能である。ヘルムホルツコイルにより、200e、60Hz 外部磁界を印加した。

実験結果

Fig. 2(a) に得られたパルス電圧を示す。使用した試料は 100°C の熱処理を行ったものであり、ひずみは印加していない。20mV 程度の電圧が得られているが、パルスの形状は対照的ではなく、磁壁の移動が一樣ではないことが伺える。Fig. 2(b) にパルス電圧の印加ひずみ依存性を示す。各プロットは 5 回測定の実験結果の平均値であり、エラーバーは最大最小を示している。ひずみが  $-4 \times 10^{-5}$  から  $3 \times 10^{-5}$  では、パルス電圧が単調に増加することがわかった。当日は詳細な実験結果を報告する。

参考文献

- (1) Y.Hashimoto et al. : J.Appl. Phys., 123, (2018) 113903.
- (2) Yong Zhou et al. : J. Magn. Magn. Mater., 292 (2005) 255-259.
- (3) Y.Fujiwara et al. : J. Magn. Magn. Mater., 540 (2021) 168410.

謝辞

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

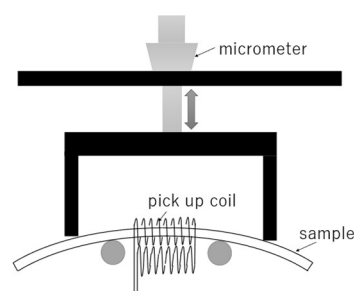


Fig.1 Schematic of experimental.

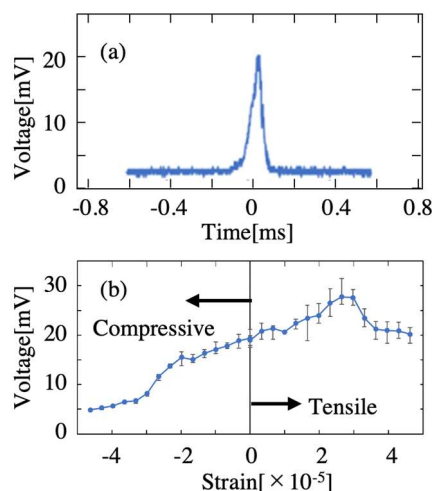


Fig.2 (a) Obtained pulse and (b) pulse voltage depending on strain.

# 超小型ステッピングモータ用希土類系厚膜磁石の開発

河野 一輝\*, 山下 昂洋, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊 (長崎大学)

Development of rare-earth thick-film magnets applied to ultra-small stepping motors

Kazuki Kouno\*, Akihiro Yamashita, Takeshi Yanai, Masaki Nakano, Hirotohi Fukunaga (Nagasaki Univ.)

## はじめに

我々は、組み込むモータの構造を下に磁石の動作点での特性を鑑み、室温での大きな異方性磁界を持つ  $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相を活かした厚み 0.25 mm の等方性 Pr-Fe-B 系厚膜磁石を棒状シャフトへ作製、更には 3 mm 径を下回る超小型のステッピングモータへ応用した<sup>[1]</sup>。その中で、(1)「シャフトの素材であるステンレス」と「希土類の Pr 元素」の線膨張係数の差により、成膜後のいくつかの厚膜磁石に剥離やクラックの発生が見られる、(2) 100 °C以上の温度範囲で市販の Nd-Fe-B 系ボンド磁石の磁気特性より劣化する等の課題が示唆された。

本研究では、Nd 元素の線膨張係数 ( $9.6 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ) が Pr 元素 ( $6.7 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ) に比べステンレス ( $10 \sim 11 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ) の値に近い事に着目し、ステンレス基板 (シャフト) 上の Nd-Fe-B 系厚膜磁石における①磁気特性の温度依存性の評価と②機械的性質の観察を進め、ステッピングモータへの搭載に向けて検討した。

## 実験方法

本実験では、紫外線波長 (355 nm) のパルスレーザを Nd-Fe-B 系ターゲット表面に Defocus させ照射し、真空中で数  $\mu\text{m}$  径の微粒子を発生させる手法を用い、ステンレス基板およびステンレスシャフト上へ Nd-Fe-B 系厚膜磁石を成膜した。その後、極短時間の熱処理を施し、印加磁界 7 T のパルス着磁後、最大印加磁界 2.5 T のもと VSM で磁気特性を評価した。膜厚はマイクロメータ、組成は SEM-EDX で測定した。

## 実験結果

図 1 にステンレス基板上に作製した Nd-Fe-B 系厚膜磁石の動作点でのエネルギー積 (パーミアンス係数:1) の温度依存性を示す。比較のために、Pr-Fe-B 系厚膜磁石の結果も示した。両厚膜磁石の室温でのエネルギー積は、Nd-Fe-B 系ボンド磁石の値 ( $57 \text{ kJ/m}^3$ ) よりも優れていた。これは、ボンドレスで固化成型するため、高い残留磁気分極を獲得できた事が一つの原因と考えられる。更に、125 °Cでは、Nd-Fe-B 系厚膜磁石のエネルギー積が、Pr-Fe-B 系厚膜磁石や Nd-Fe-B 系ボンド磁石 ( $35 \text{ kJ/m}^3$ ) の値を上回る事を確認した。この結果は、 $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相と  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の異方性磁界の温度依存性の違いによるものと考えられる。

ステンレス基板上に Pr リッチな Pr-Fe-B 系厚膜磁石を 50  $\mu\text{m}$  厚以上で成膜した際、Pr 含有量の増加 (15 ~ 18 at.%) に伴い剥離する試料が複数枚観察された。一方、同程度の厚み・希土類含有量の Nd-Fe-B 系厚膜磁石では剥離が生じなかった。図 2 にシャフトに成膜した様々な厚みの Nd-Fe-B 系厚膜磁石と Pr-Fe-B 系厚膜磁石の膜厚と希土類含有量、クラックの有無の関係を検討した結果を示す。希土類含有量を 14 ~ 15 at.% の範囲とした際、特に Pr-Fe-B 系厚膜磁石の 130  $\mu\text{m}$  厚の試料でクラックが生じる様子が観察された。今後、モータシャフト上の Nd-Fe-B 系厚膜磁石の試料数を増やし検討を続けると共にモータへの搭載も進める。

参考文献 [1] M. Nakano, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 45, 12-15(2021).

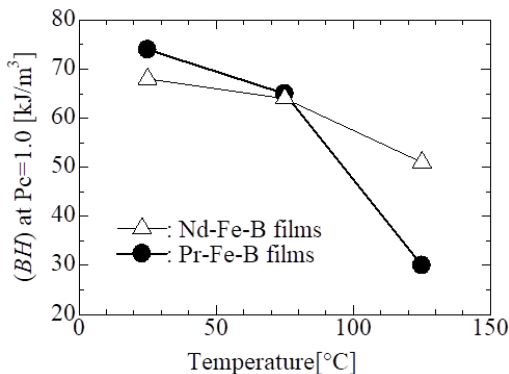


Fig 1 Energy product (Pc = 1.0) of (Nd or Pr)-Fe-B thick film magnets as a function of operating temperature.

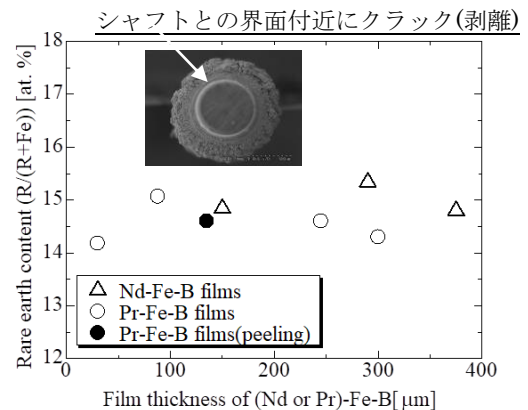


Fig. 2 Exfoliation phenomenon of as-deposited (Nd or Pr)-Fe-B thick-films on stainless shafts.

## FePt-BN グラニューラ薄膜の組織および磁気特性に及ぼす スパッタ時の N<sub>2</sub> ガス添加効果

◦タム キム コング<sup>a)</sup>, 齊藤 節<sup>b)</sup>, 櫛引 了輔<sup>a)</sup>, 齊藤 伸<sup>b)</sup>  
(<sup>a)</sup>田中貴金属工業株式会社, <sup>b)</sup>東北大学)

### Effect of N<sub>2</sub> gas addition of sputtered FePt-BN granular films on nanostructure and magnetic properties

◦Kim Kong Tham<sup>a)</sup>, Takashi Saito<sup>b)</sup>, Ryosuke Kushibiki<sup>a)</sup>, and Shin Saito<sup>b)</sup>  
(<sup>a)</sup>TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K., <sup>b)</sup>Tohoku University)

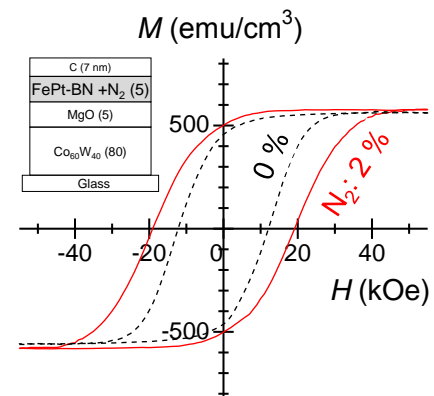
**はじめに** L1<sub>0</sub> 型 FePt 相は室温で  $5 \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> の高い一軸結晶磁気異方性エネルギーを備えているため、次世代磁気記録媒体材料として注目を集めている。実用化のためには、*c* 軸の膜面垂直高配向、高規則度を有する微細なコラム状磁性粒子のグラニューラ組織の実現が必須である。これらの要件を達成するために、粒界材 (GBM) として B<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>1)</sup>, SiO<sub>2</sub><sup>2)</sup>, TiO<sub>2</sub><sup>3)</sup>, BN<sup>4)</sup>, C<sup>5,6)</sup> などの様々な材料を FePt 薄膜へ添加するグラニューラ磁性層の研究が盛んに行われてきた。以前我々は、グラニューラ薄膜の飽和磁化 (*M<sub>s</sub>*) が GBM の融点に依存しており、特に FePt-BN グラニューラ薄膜の場合、コンポジットターゲットを用いたスパッタ成膜時に、窒素欠損と磁性結晶粒への B の固溶が同時に生じる可能性があることを報告した<sup>1)</sup>。窒素の補給により B を完全に窒化させることが肝要である。本講演では、FePt-BN コンポジットターゲットの N<sub>2</sub> ガス添加スパッタリングで作製されるグラニューラ薄膜の磁気特性および組織を調べたので報告する。

**実験結果** 媒体の層構成は Sub./ Co<sub>60</sub>W<sub>40</sub>(80 nm)/ MgO(5 nm)/ FePt-30vol%BN(5 nm)/ C(7 nm) とした。FePt-BN グラニューラ薄膜は Ar ガスに対し 0-5%の流量比で N<sub>2</sub> ガスを添加しながら、550°Cの基板温度で成膜した。

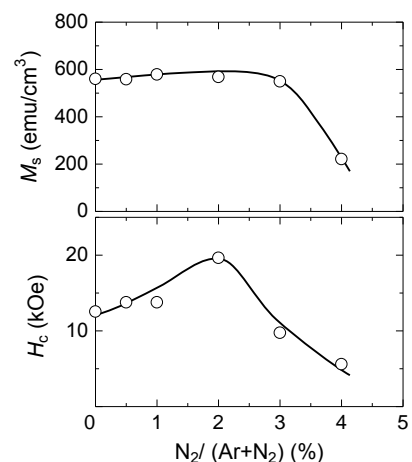
Fig. 1には Ar ガスに N<sub>2</sub> ガスを添加しながら成膜した FePt-BN グラニューラ薄膜の磁化曲線を示している。挿入図には試料の層構造を示した。2%の N<sub>2</sub> ガスを導入した場合、導入しない場合と比べヒステリシスが大きくなり、保磁力 (*H<sub>c</sub>*) 近傍の磁化曲線の傾きが小さくなっている。

Fig. 2には FePt-BN グラニューラ薄膜の *M<sub>s</sub>* および *H<sub>c</sub>* の N<sub>2</sub> ガス流量比依存性を示している。N<sub>2</sub> ガス添加量を 0 から 2%へ増加すると、*M<sub>s</sub>* は約 560 から 600 emu/cm<sup>3</sup> にわずかに増加し、*H<sub>c</sub>* は 12 から 19 kOe に大幅に増加していることが確認できる。*H<sub>c</sub>* が増加する理由の一つは、垂直磁気異方性エネルギーが 1.1 から  $1.7 \times 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> に増大し、それにより異方性磁界が 38 から 58 kOe に増大したためと考えられる。これらの結果は結晶粒に固溶している B の窒化がグラニューラ薄膜中の L1<sub>0</sub> 型 FePt 磁性結晶粒の真性的な一軸結晶磁気異方性の増大をもたらしたことを示している。講演では、規則度および組織についても報告する。

**参考文献** 1) T. Saito et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **59**, 045501 (2020). 2) E. Yang et al., *J. Appl. Phys.*, **104**, 023904 (2008). 3) Y. F. Ding et al., *Appl. Phys. Lett.*, **93**, 032506 (2008). 4) B. Zhou et al., *Appl. Phys. Lett.*, **118**, 162403 (2021). 5) J. S. Chen et al., *Appl. Phys. Lett.*, **91**, 132506 (2007). 6) A. Perumal et al., *J. Appl. Phys.*, **105**, 07B732 (2009).



**Fig. 1** *M-H* loops of FePt-BN granular films sputtered with N<sub>2</sub> gas addition. Layer structure of the film is shown in the inset.



**Fig. 2** *M<sub>s</sub>* and *H<sub>c</sub>* dependence of FePt-BN granular films on N<sub>2</sub> gas flow ratio during the sputtering.



# 高再分散性を示す磁性ナノ粒子の乾燥技術の検討

西垣紘汰<sup>1</sup>、清野智史<sup>1</sup>、田邊瑞姫<sup>1</sup>、上松天<sup>1,2</sup>、中川貴<sup>1</sup>

(<sup>1</sup>大阪大学、<sup>2</sup>株式会社アルバック)

## Investigation of drying technique for magnetic nanoparticles with high redispersibility

K. Nishigaki<sup>1</sup>, S. Seino<sup>1</sup>, M. Tanabe<sup>1</sup>, S. Uematsu<sup>1,2</sup>, T. Nakagawa<sup>1</sup>

(<sup>1</sup>Osaka University, <sup>2</sup>ULVAC, Inc.)

### 1. 研究背景

磁性ナノ粒子の生体内での用途として、MPI や MRI に用いる磁気造影剤としての応用が研究されている。将来的な臨床応用を想定し、磁性ナノ粒子分散水溶液を乾燥させる技術の検討を行った。粉末状にした磁性ナノ粒子に求められる条件としては、人に投与した際に再分散し、粉末にする前の磁性ナノ粒子分散水溶液と同様の物性を示すことである。本研究では、人の体液に触れると高再分散性を示す乾燥技術の確立を研究目的とした。その手法として、マイクロパウダードライ法（以下、 $\mu$ PD 法と表記）に着目した。 $\mu$ PD 法とは、真空中に直接液体を噴射し、水分の蒸発による自己凍結で凍結粒子を生成させ凍結乾燥する技術である。

### 2. 実験方法

磁性ナノ粒子分散水溶液として、フェルカルボトランを永久磁石により磁気分離して得た磁性画分（以下 FcM と表記）を使用した。乾燥手法として、 $\mu$ PD 法、減圧濃縮法、凍結乾燥法を適用した。得られた粉末試料の形態を SEM 観察により評価した。また粉末試料を純水で再分散させた液体試料について、DLS 測定による二次粒子径評価および VSM による磁気特性評価を行った。

### 3. 結果と考察

磁性ナノ粒子分散水溶液を測定試料として得た磁場磁化曲線を Fig. 1 に示す。適用した乾燥手法によらず、再分散水溶液の磁気特性は出発原料とした FcM 分散水溶液とほぼ一致することが分かった。出発原料とした FcM 分散水溶液の二次粒子径が 54 nm であった。減圧濃縮法と凍結乾燥法で得た試料を再分散させたところ、二次粒子径は 400 nm 以上という大きな値を示した。一方、 $\mu$ PD 法で得た試料は二次粒子径が 83 nm であった。 $\mu$ PD 法で乾燥させた粉末試料は非常に良好な再分散性を示すことが分かった。 $\mu$ PD 法で乾燥させた粉末試料の SEM 像を Fig.2 に示す。他の乾燥手法とは異なり、多孔質な粉体であることが分かった。保護剤であるカルボキシデキストランの水への再溶解が容易となり、結果として良好な再分散性が得られたと推測される。 $\mu$ PD 法による乾燥技術は、磁性ナノ粒子の乾燥処理法として有望であると言える。

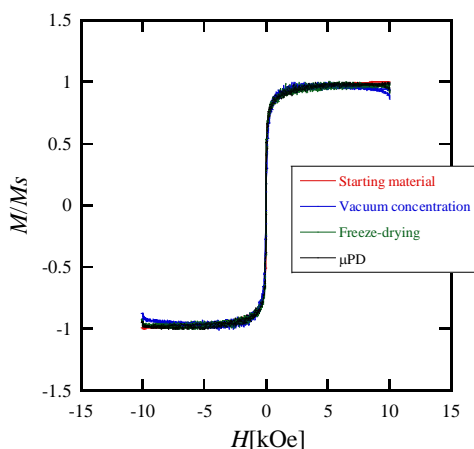


Fig.1  $M$ - $H$  curves before and after drying treatment

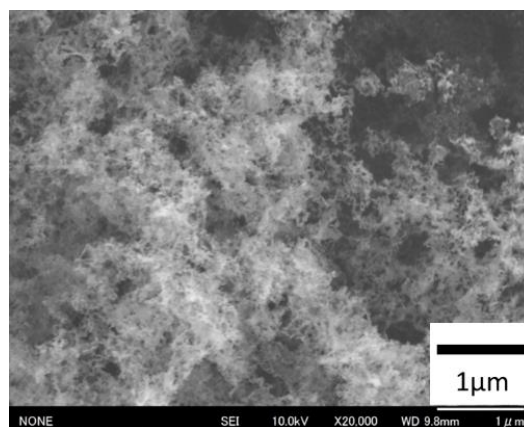


Fig.2 SEM image of powder sample obtained by  $\mu$ PD method

# 一次反転曲線法によるコンケーブ型 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ナノ粒子の磁化過程解析

松尾咲琴, 小林悟, 野田千晶, 武田佳奈, Yallappa Shiralgi, 上野凌, 小野和輝  
(岩手大学理工)

Magnetization process analysis of concave  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles by FORCs method

S. Matsuo, S. Kobayashi, C. Noda, K. Takeda, Y. Shiralgi, R. Uwano, K. Ono

(Iwate Univ.)

## はじめに

近年、磁気ハイパーサーミアにおいて高い発熱効率を得るために磁性ナノ粒子の形状・表面効果を利用した研究が注目されている。特に、立方体の{100}面が凹んだ形状を持つコンケーブ粒子は従来の球状粒子と比較して最大約2倍の比吸収率を示すことが報告されているが、磁場中での詳しい磁化反転機構は理解されていない。本研究では、コンケーブ型及びキューブ型粒子について磁気一次反転曲線(FORC)測定を行い、コンケーブ形状が磁性に与える影響を調べたので報告する。

## 実験方法

Fe 前駆体であるオレイン酸鉄、オレイン酸ナトリウム、オレイン酸、トリオクチルアミンを用いて、約  $340^\circ\text{C}$  で加熱しナノ粒子を得た。本研究では、一辺  $51 \pm 7 \text{ nm}$ 、 $30 \pm 2 \text{ nm}$ 、 $33 \pm 4 \text{ nm}$  の3種類のコンケーブ型粒子、一辺  $23 \pm 3 \text{ nm}$  のキューブ型粒子を用いた。X線回折から  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  単相であること、電子線回折から凹面が{100}面であることを確認した。SQUID 磁化測定装置を用いて、 $T=10\sim 300 \text{ K}$ 、最大磁場  $H=5 \text{ kOe}$  の範囲で FORC 測定を行った。

## 実験結果

Fig.1 にサイズ  $51 \text{ nm}$  のコンケーブ粒子の  $10\text{K}$ 、 $300\text{K}$  における FORC 図を示す。縦軸は相互作用磁場  $H_u$ 、横軸は保磁力  $H_c$  である。 $T=10\text{K}$  で強い2つの FORC 分布ピークが現れ、温度上昇とともに両ピークは原点にシフトし、 $T\sim 50\text{K}$  以上で単一ピークになることが分かった。同様な振る舞いは他のコンケーブ粒子でも観測された。Fig.2 に  $T=10\text{K}$  の FORC 分布強度を  $H_c$  方向に積分した相互作用磁場分布  $\rho(H_u)$  を示す。コンケーブ粒子は2ピークを示すが、キューブ粒子では単一ピークのみであることが分かる。更に、OOMMF によるマイクロマグネティック計算から、キューブ粒子ではスピンの配向が  $\langle 100 \rangle$  に対して、コンケーブ粒子ではスピンの配向が強く  $\langle 111 \rangle$  配向した単磁区構造が安定化することを見出した。 $\langle 111 \rangle$  方向に粒子が伸びたコンケーブの異方的形状を考慮すると、コンケーブ粒子で観測された2つの強い FORC 分布ピークは、磁化の方向が  $\langle 111 \rangle$  軸から他の  $\langle 111 \rangle$  軸方向に不連続的に磁場変化する過程を反映していると解釈できる。

## 参考文献

- 1) Z. Nemati *et al.*, *J. Phys. Chem. C*, 120 (15), 8370–8379 (2016)

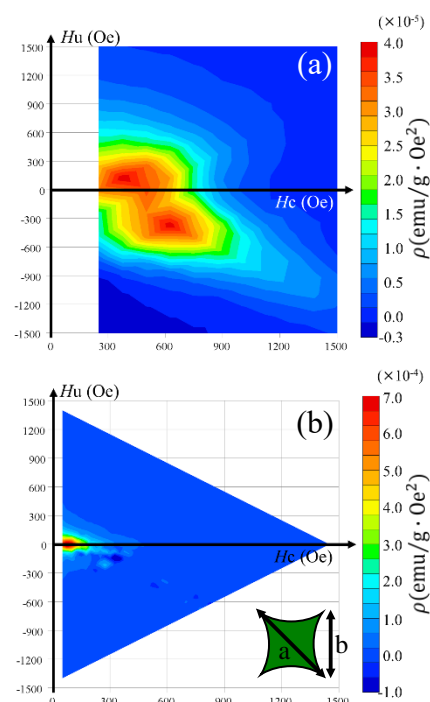


Fig.1: FORC diagram at (a)  $T=10 \text{ K}$  and (b)  $300 \text{ K}$ ; size:  $a=73 \pm 12 \text{ nm}$ ,  $b=51 \pm 7 \text{ nm}$ .

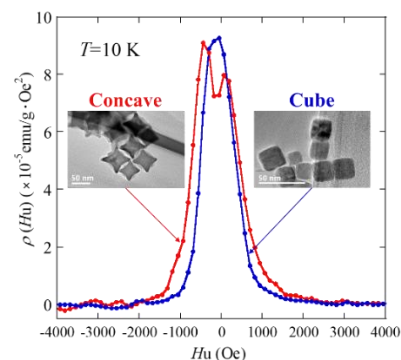


Fig.2:  $\rho(H_u)$  as a function of  $H_u$  at  $T=10\text{K}$ .

## 水平方向からの磁場を用いた柔軟鋼板の磁気浮上 (吸引力によるたわみの抑制に関する実験的考察)

遠藤文人、川島和磨、馬場翔太郎、鬼塚晴大、小川和輝\*、内野大悟\*、  
池田圭吾\*\*、加藤太朗\*\*\*、成田正敬\*、加藤英晃\*

(福岡工業大学、\*東海大学、\*\*北海道科学大学、\*\*\*東京工科大学)

Electromagnetic levitation for flexible steel plate using magnetic field from horizontal direction  
(Experimental consideration on decreasing deflection using attractive force)

A. Endo, K. Kawashima, S. Baba, S. Onitsuka, K. Ogawa\*, D. Uchino\*,  
K. Ikeda\*\*, T. Kato\*\*\*, T. Narita\*, H. Kato\*

(FIT, \*Tokai Univ., \*\*Hokkaido Univ. of Sci., \*\*\*TUT)

### 緒言

鋼板は製造工程においてローラを使用した接触搬送が行われており、鋼板とローラの接触によって鋼板の表面品質が劣化することが懸念されている。そこで、磁気浮上技術を使って鋼板を非接触に支持・搬送する方法が提案されている。しかしながら、厚さが 0.3 mm 以下の剛性が非常に低い柔軟鋼板は浮上中の変形が起因した弾性振動が発生し、安定して浮上させることが難しい。このことから著者らは鋼板を挟むように電磁石を設置し、両端から引っ張るように吸引力を発生させ、柔軟鋼板のたわみを抑制しながら非接触支持を実現する磁気浮上方式を提案した<sup>2)</sup>。柔軟鋼板を非接触に支持させる際には電磁石によって重力とつり合う吸引力を発生させる必要がある。この吸引力は柔軟鋼板を水平方向へも引っ張り、たわみを抑制する効果も担っている。これまでの研究では吸引力が大きくなると振動が抑制されることを確認しているが、柔軟鋼板の板厚によってはある所から浮上安定性が劣化することも確認している<sup>3)</sup>。そこで、本報告では柔軟鋼板の吸引力と浮上安定性の関係性について磁気浮上装置を用いて実験的に明らかにした。

### 柔軟鋼板の磁気浮上実験

Fig. 1 に著者らが提案した磁気浮上装置を示す。本装置は4つの電磁石ユニットから構成されており、柔軟鋼板の両端に中心間距離を 220 mm として2つずつ設置している。電磁石は電流を印加することで鋼板に対して吸引力を発生する。この時、Fig. 2 に示すように柔軟鋼板には水平方向への張力に加え、鉛直方向への支持力も発生し、支持力が柔軟鋼板にかかる重力とつり合うことで非接触に浮上する。電磁石を流れる電流に加え、レーザセンサにより水平方向変位を計測、また差分近似により速度を算出している。平衡状態からの柔軟鋼板の変位ならびに速度、電磁石に流れる電流をフィードバックすることで安定した浮上を実現している。本報告では厚さが 0.05、0.19、0.24 mm の柔軟鋼板 (SS400) を対象とした浮上実験を行った。この時、柔軟鋼板の鉛直方向ならびに水平方向の変位を計測し、吸引力との関係性を明らかにした。

### 参考文献

- 1) 木田ら、日本磁気学会論文特集号、Vol. 1, No. 1, pp. 76-81 (2017).
- 2) Y. Oda et al, J. Magn. Soc. Jpn., 43, 11-16 (2019).
- 3) 遠藤ら、日本磁気学会論文特集号、Vol. 6, No. 1, pp. 87-92 (2022).

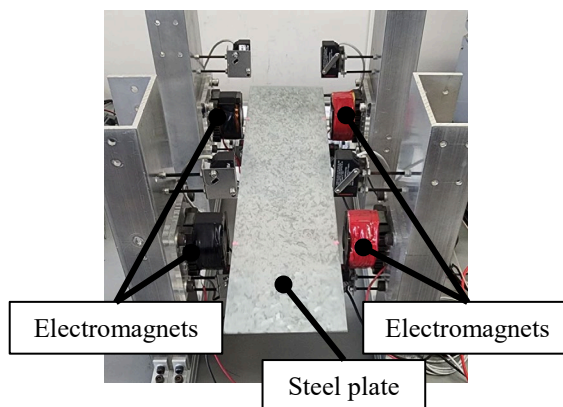


Fig. 1 Magnetic levitation system

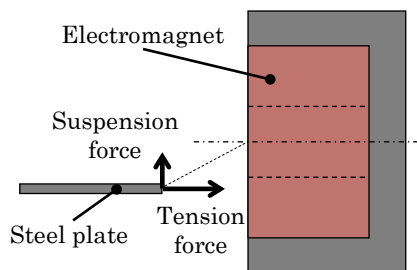


Fig. 2 Attractive force for steel plate

## 六角錐状 hcp-CoO ナノ粒子における表面スピン凍結

堀田侑里、小林悟、野田千晶、高橋和也  
(岩手大学)

Surface spin freezing for hexagonal pyramidal hcp-CoO nanoparticles

Y. Hotta, S. Kobayashi, C. Noda, K. Takahashi

(Iwate Univ.)

### はじめに

磁場による磁性体の発熱・吸熱 (磁気熱量効果、以降 MCE) を利用した磁気冷凍技術は、従来の冷凍技術と比べて理論上のエネルギー効率が高く、冷媒ガスやコンプレッサーが必要ないという特徴を持つため、環境に優しい技術として注目を集めている。特に磁性体がナノ粒子の場合には、デバイスに組み込んだり、複合材料に加工して利用するなどといった多様な応用可能性がある。表面磁気異方性が大きい Co では表面スピン凍結による大きな MCE が報告されているが<sup>1)</sup>、中空構造を持たせることで MCE の更なる向上が見込める。本研究では、特に中空 Co ナノ粒子の合成過程の生成物である六角錐状 hcp-CoO 粒子に着目し、その磁気特性と表面効果の粒子サイズ依存性について詳しく調べたので報告する。

### 実験方法

前駆体としてコバルト(III)アセチルアセトナートとオレイルアミンを用いた。Ar 雰囲気中で 135°C で 5 時間加熱後、250°C まで急昇温・3 時間保持し自然冷却させた<sup>2)</sup>。試薬の量や昇温レートを調整し粒子サイズを制御 (平均粒径: 26 ~ 32nm) した。SQUID 磁化測定装置を用いて M-T 曲線、M-H 曲線を測定した。

### 結果及び考察

Fig.1 に合成試料の TEM 像を示す。サイズがほぼ均一な六角錐形状を持つこと、電子線回折・X 線回折から hcp-CoO 構造を持つことを確認した。Fig. 2 にサイズ 26nm 試料のゼロ磁場冷却(ZFC)、磁場中冷却(FC)条件下における M-T 曲線を示す。ZFC 後の MT 曲線において 65K 近傍でピークが現れること、ZFC 及び FC 条件の M-T 曲線が広温度範囲で一致しないことが分かった。前者は hcp-CoO 粒子の反強磁性秩序、後者は粒子表面の非補償スピンによる強磁性の発現を示唆している。Fig.2 挿入図に M-H 曲線の温度依存性を示す。なお、強磁性の寄与を詳しく調べるため、反強磁性秩序の寄与を差し引いている。温度の低下とともに、飽和磁化は緩やかに増加し、特に  $T=20\text{K}$  以下で急激な増大を示した。一方、保磁力も温度の低下とともに増加するが、 $T_N$  近傍以下でほぼ一定となった。サイズ 32nm 試料でも似た振る舞いが観測されたが、 $T_N$  の低下 ( $\sim 60\text{K}$ )、飽和磁化及び保磁力の増大が見られた。この結果は、表面スピンのスピン凍結と粒子コア部の反強磁性秩序の間の競合を示唆している。

### Reference

- 1) P. Podder et al., J. Phys. Chem. C, vol.111, 14060 (2007).
- 2) K. M. Nam et al., Angew. Chem. Int. Ed., vol.47, 9504 (2008).

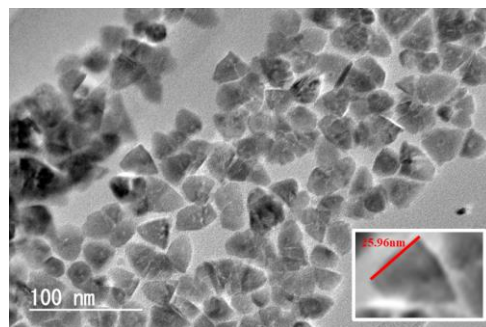


Fig.1: TEM image of 26nm-size hcp-CoO sample

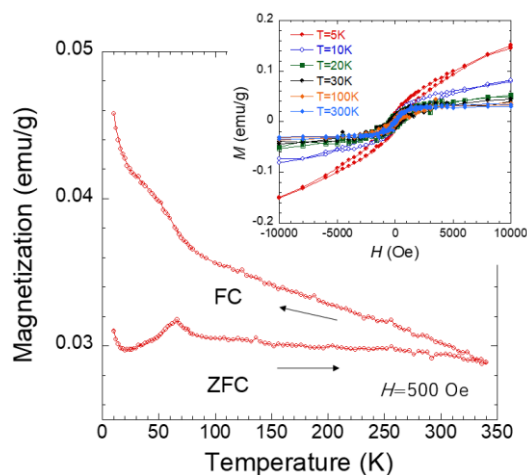


Fig. 2: M-T curve at  $H=500$  Oe for 26nm size hcp-CoO sample. The inset shows M-H curves, where the contribution of antiferromagnetic ordering of hcp-CoO is subtracted.