

磁界印加速度変化型磁気力一効果装置を用いた 保磁力測定による熱安定性の評価

Evaluation of thermal stability using magnetic Kerr effect with applied field of various sweep rate

宮嶋利之^{a)†}・遠藤拓^{b)}・鈴木良夫^{b)}

^{a)} 日本大学大学院, 福島県郡山市田村町徳定字中河原 1 (〒963-8642)

^{b)} 日本大学, 福島県郡山市田村町徳定字中河原 1 (〒963-8642)

T. Miyajima^{a)†}, H. Endo^{b)}, and Y. Suzuki^{b)}

^{a)} Graduate School of Engineering, Nihon University, Koriyama, Fukushima 963-8642, Japan

^{b)} College of Engineering, Nihon University, Koriyama, Fukushima 963-8642, Japan

The thermal stability of perpendicular magnetic films with different anisotropy fields, H_K , was evaluated from the coercivity change due to variations of the sweep-rate of the magnetic field in Kerr effect measurements. The sweep-rate of the magnetic field increases as the maximum field is increased, enabling the coercivity, H_c , to be measured over a range of sweep-rates. The variation of H_c due to changes in the sweep-rate can then be used to evaluate the thermal stability of the samples as the coercivity variation becomes wider in a thermally unstable sample. This technique allows the thermal stability to be measured using a Kerr magnetometer with a pulsed magnetic field.

Key words: thermal stability, coercivity, magnetic Kerr effect, residual coercivity, field change rate

1. はじめに

磁気記録媒体において、記録密度を増加させるには、磁性粒子の微細化が必要となる。しかし、磁性粒子の微細化を行うと、磁化反転のエネルギー障壁が低くなり、熱のエネルギーだけでエネルギー障壁を乗り越えてしまう熱ゆらぎの効果が大きくなる。この熱ゆらぎにより記録した情報の消失が大きな問題となる。熱ゆらぎを評価するために磁界印加速度を変えたときの保磁力の変化が測定されている。磁界印加時間と保磁力の関係の代表的な式として、Sharrock の式^{1,2)}がある。

$$H_c(t) = H_K \left\{ 1 - \left[\left(\frac{kT}{K_u V} \right) \ln(At) \right]^2 \right\} \quad (1)$$

ここで H_c は保磁力, H_K は異方性磁界, k はボルツマン定数, T は絶対温度, K_u は異方性定数, V は粒子の体積, A は周波数因子, t は磁界印加時間である。この式による磁界印加時間に対する保磁力の変化を Fig. 1 に示す。横軸の時間は、対数表示である。保磁力 H_c は時間の関数であり、十分に短い時間では、保磁力 H_c は異方性磁界 H_K に近づく。異方性磁界 H_K が大きいほど、保磁力 H_c の値は大きくなり、磁界印加時間が長くなるにつれて H_c は減少する。一方、熱ゆらぎの指標として一般的に使われる $K_u V/kT$ は、熱エネルギーに対する異方性エネルギーの比率である。この熱ゆらぎの指標の値が大きいほど、熱に対する記録情報の劣化が少ないことが期待される。Sharrock の式に当てはめると、 K_u が大きい (熱安定性が高い) 場合には減衰項が小さくなり、磁界印加時間に対する H_c の変化量は小さくなる。つまり、磁界印加速度が遅い測定での保磁力と磁界印加速度が

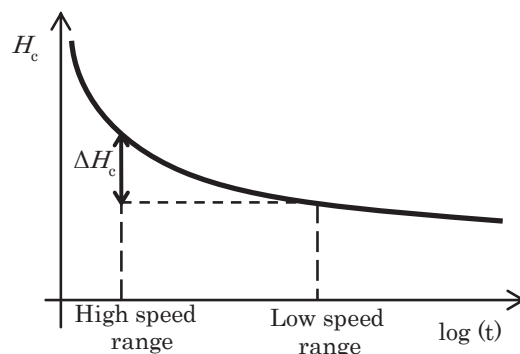


Fig. 1 Coercivity vs. time in logarithmic scale.

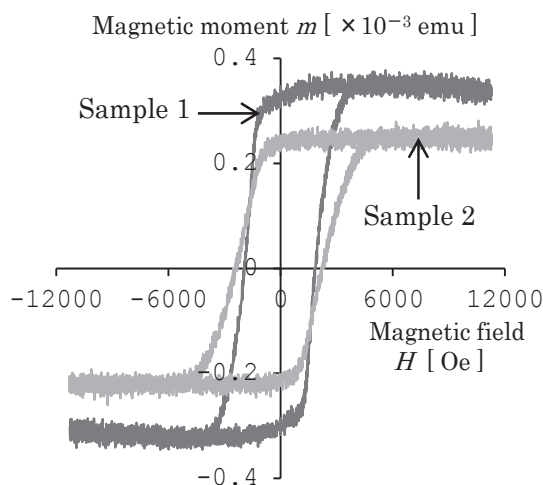


Fig. 2 $m-H$ curves of the samples.

速い測定での保磁力の差は小さくなる。一方、 K_u の小さい試料では、熱安定性が低いいため H_c が時間によって大きく変

化することになる。ここで、磁界印加速度が低速と高速の H_c の差を ΔH_c と定義する。熱安定性が高い試料は、 ΔH_c が小さく、熱安定性が低い試料は、 ΔH_c が大きい。つまり、磁界印加速度の異なる測定での保磁力の変化 ΔH_c を比較することにより、熱安定性が評価できる。これらの手法を用いた報告としては、島津らによるパルス磁界を用いて磁界印加速度 10^8 [Oe/s]での残留磁化曲線を求め、これと一般的な測定速度の VSM で得られた残留磁化曲線の比較から熱安定性を議論したものがあ^{3,4)}。

本研究では、磁界印加時間がミリ秒程度のパルス磁界を印加した際の磁化曲線を磁気カー効果測定装置を用いて測定し、その磁化曲線から得られた保磁力の差から熱安定性が評価できるか検討した。特に、従来よりも簡便で短時間に熱安定性が評価できる方法の探索を目的とした。

2. 実験方法

試料としては、2種類の垂直磁化膜を使用した。Fig. 2に試料の磁化曲線を示す。ただし縦軸は、磁気モーメントである。試料1は、組成 $\text{Co}_{69.1}\text{Cr}_{13}\text{Pt}_{17.9}$ [at.%]、飽和磁化 $M_s = 249.9$ [emu/cm³]、保磁力 $H_c = 1850$ [Oe]、異方性磁界 $H_k = 8100$ [Oe]、異方性定数 $K_u = 0.999 \times 10^6$ [erg/cm³]であり、試料2は、組成 $\text{Co}_{64.9}\text{Cr}_{15.4}\text{Pt}_{19.7}$ [at.%]、 $M_s = 212.1$ [emu/cm³]、 $H_c = 2200$ [Oe]、 $H_k = 8900$ [Oe]、 $K_u = 0.954 \times 10^6$ [erg/cm³]である。いずれも磁性層の層厚15 [nm]、結晶粒子の平均半径4.5 [nm]である。ここで H_k は、困難軸方向での磁化曲線から求めた。上述のパラメーター、特に K_u から2つの試料の熱安定性について考える。試料1と試料2を比べると、試料1の方が K_u が大きいため、Sharrockの式における減衰項が小さくなる。また、同試料で磁界印加速度の異なる測定を行えば、その2つの保磁力の差 ΔH_c が求められる。Sharrockの式によると、 ΔH_c が小さい方が熱安定性が高いと言えるため、試料1を熱安定性が高い試料とし、試料2を熱安定性が低い試料として、様々な測定を行っていく。

Fig. 3に磁気カー効果を用いた磁化反転測定装置（磁気カー効果装置）の概略図を示す。レーザー発振器から照射された光は、偏光板1を通り試料に達する。このとき、磁気カー効果により磁化の方向に比例した大きさに偏光面が回転し、反射する。ここで、その反射光を遮るように偏光板2を調節する。次に、試料に先程とは反対方向に磁界を印加すると、反射光の偏光面が回転し、光電子増倍管に達する。この光強度は、試料の磁化方向に比例しているため、光強度の測定は、磁化方向の測定と等価になる。

Fig. 4に測定に用いたパルス磁界の波形を示す。パルス磁界は、コンデンサに充電した電荷をコイルに放電することによって発生させている。そのため、パルス磁界の立ち上がりでの磁界印加速度は、充電する電圧によって異なってしまう。そこで、パルス磁界の立ち上がりの20 [%]と80 [%]の2点間の傾きから平均磁界印加速度を求めた。平均磁

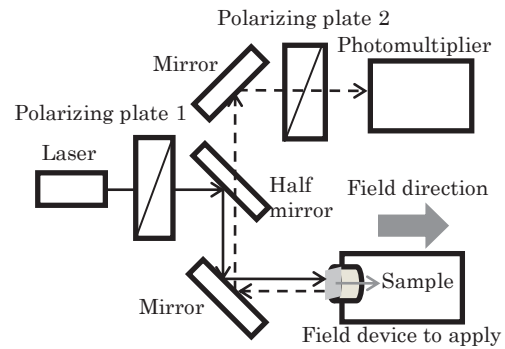


Fig. 3 Magnetization reversal measurement system using magnetic Kerr effect.

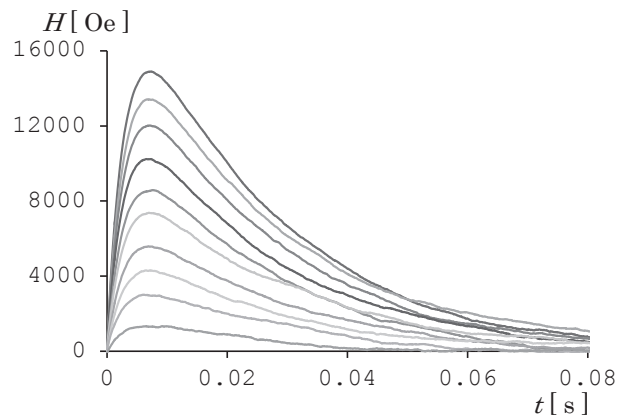


Fig. 4 Wave form of pulsed magnetic field.

界印加速度は、最大磁界が大きくなるにつれ速くなり、両者は比例関係にあることを確認した。保磁力は磁界印加速度によって変化するため、正確な検証をするためには、平均的な磁界印加速度よりも、保磁力付近での瞬間的な速度の方が適している。以降の磁界印加速度は、保磁力付近での瞬間速度である。

3. 実験結果及び考察

3.1 試料1と試料2の磁化曲線

実験方法で述べた通り、本研究では、磁気カー効果装置を用いて磁化方向に相当する光強度を測定している。この際、同時刻のパルス磁界の時間応答も測定しておけば、時間を媒介として、磁化曲線が描ける。

この装置を用いて光強度の測定を行ったところ、非磁性体である Si 基板試料でも光強度変化が観測されてしまった。そこで、磁性体である試料と Si 基板の光強度波形の差をとることで、磁性に由来する本来の波形を抽出することにした。光強度から磁気モーメントへの変換は、以下のような方法で行った。あらかじめ VSM 装置で残留磁化 (M_r) と飽和磁化 (M_s) を測定しておく。 M_s は磁界印加速度に依存しないが、 M_r は磁界印加速度に依存する。そこで、磁

気カー効果装置での測定では、まず十分に大きな負の磁界を印加して磁化反転させ、その後 M_r が一定値になるのに十分な時間をおいてから、磁化変化の測定を行った。つまり、磁気カー効果装置での初期状態である $-M_r$ は VSM 装置での測定と同じとなる。従って、光強度の変化量は VSM 装置で測定した $M-H$ 曲線の $-M_r$ から M_s までの幅に相当することとなり、既知である VSM 装置での測定 M_r と M_s の比率を用いて、光強度曲線に磁界軸 ($M=0$) を引くことができる。また、VSM 装置の磁化曲線の縦軸から光強度の値を磁化の絶対値に換算することができる。

Fig. 5 に磁気カー効果装置で測定した試料 1 の磁化曲線を示す。保磁力付近を見ると、保磁力の値がバラついていることがわかる。これは最大磁界が変わると、磁界印加速度が変化し、それに伴い保磁力も変化するためである。Fig. 1 のモデル図において、磁気カー効果装置での磁界印加時間は、一点であったが、実際は、磁界印加速度の変化により保磁力に変化が生じた。この現象を説明するために Fig. 1 のモデルを変更したものを Fig. 6 に示す。磁気カー効果装置での磁界印加時間の幅を t_1 , t_2 とする。この時間幅により、保磁力も変化し、その幅を $\Delta H_c'$ と新しく定義した。また、Fig. 1 で定義していた ΔH_c は、磁界印加速度の差の midpoint から求められる保磁力と VSM 装置から求められる保磁力の差として再定義する。磁気カー効果装置での磁化曲線 (Fig. 5) に示すようにそれぞれの値は、 $\Delta H_c' = 500$ [Oe], $\Delta H_c = 1650$ [Oe] となった。次に、Fig. 7 に磁気カー効果装置で測定した試料 2 の磁化曲線を示す。保磁力付近を見ると試料 1 の磁化曲線 (Fig. 5) よりも保磁力の変化量が大きいことがわかる。磁界印加速度は、1.8 [MOe/s] から 2.3 [MOe/s] まで変化し、それに伴い保磁力は、3390 [Oe] から 4350 [Oe] まで変化した。その結果 Fig. 7 に示すように $\Delta H_c' = 960$ [Oe], $\Delta H_c = 1670$ [Oe] となった。

しかし、Fig. 5 と Fig. 7 の磁化曲線の磁界印加速度の幅が異なってしまった。磁気カー効果装置で測定した H_c と VSM 装置で測定した H_c を磁界印加時間 t でプロットし直したものを Fig. 8(a) に示す。これらの H_c に近似線をフィッティングした。この近似線の交点から同じ時間幅における試料 1 と試料 2 の保磁力の差を求めることができた。これを新しく $\Delta H_c'_{-fit}$ と定義した。試料 1 の $\Delta H_c'_{-fit}$ は、271 [Oe] となり、試料 2 の $\Delta H_c'_{-fit}$ は、295 [Oe] となった。また、時間幅を統一したことにより、 ΔH_c も計算し直した。それを Fig. 8(b) に示す。再計算した値を ΔH_c_{-fit} とした。試料 1 の ΔH_c_{-fit} は 1579 [Oe] となり、試料 2 の ΔH_c_{-fit} は、1760 [Oe] となった。この Fig. 8(a) と (b) から、どちらの保磁力の差でも試料 1 の方が値が小さくなった。値が小さい方が熱安定性が高いため、試料 1 の方が試料 2 より、熱安定性が高いことがわかる。これは、異方性定数 K_u から予想される順と一致している。

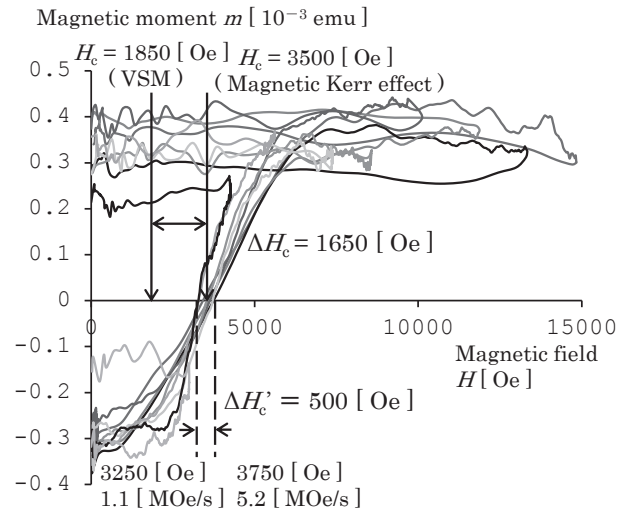


Fig. 5 $m-H$ curves of sample 1 measured using magnetic Kerr effect.

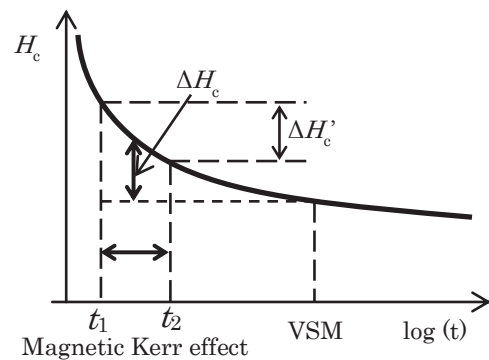


Fig. 6 Coercivity vs. time in logarithmic scale.

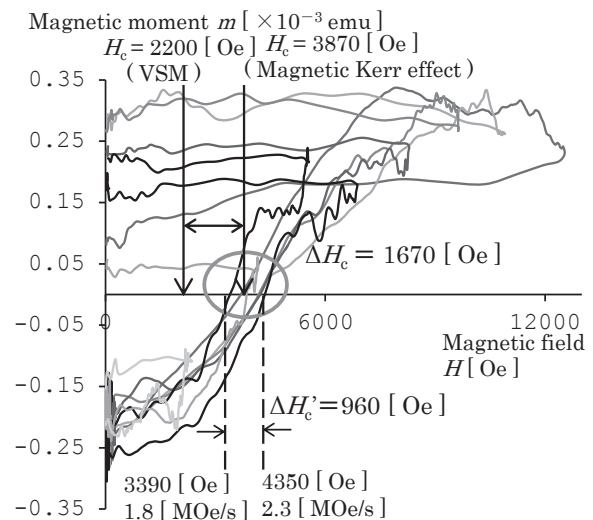


Fig. 7 $m-H$ curves of sample 2 measured using magnetic Kerr effect.

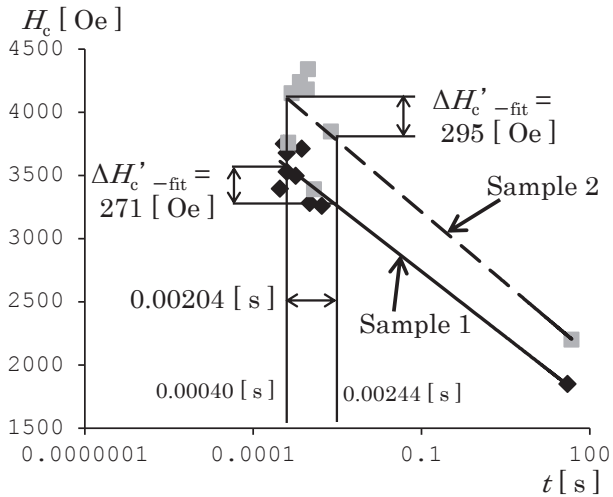


Fig. 8(a) $\Delta H_{c\text{-fit}}$ vs. time in logarithmic scale

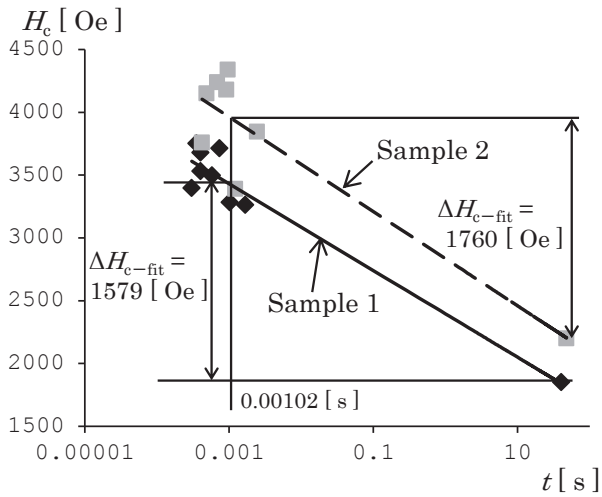


Fig. 8(b) $\Delta H_{c\text{-fit}}$ vs. time in logarithmic scale.

3.2 試料1と試料2の残留磁化曲線

一般に磁化曲線は、可逆部分と不可逆部分に分けることができる。熱の影響は、不可逆部分に関わるため、正確な熱安定性を評価するためには、不可逆成分である残留磁化曲線から求められる残留保磁力 H_r を求めることが望ましい。Fig. 9 に残留磁化曲線の測定方法を示す。磁化曲線上の任意の点から磁界を零にした時の残留磁化を印加磁界に対してプロットしていく。これにより残留磁化曲線が描ける。その残留磁化曲線と磁界軸との交点が残留保磁力 H_r と呼ばれている。

Fig. 10 に試料1の残留磁化曲線を示す。破線は、磁気カー効果装置で測定した残留磁化曲線である。実線は、VSMで測定した残留磁化曲線である。磁気カー効果測定での残留保磁力 H_r は、3491 [Oe]、VSMの残留保磁力 H_r は、3172 [Oe]となり、磁気カー効果測定での残留保磁力の方がVSMのものより大きくなった。磁気カー効果測定での残留保磁力とVSMの残留保磁力の差を ΔH_r と定義した。試料1では Δ

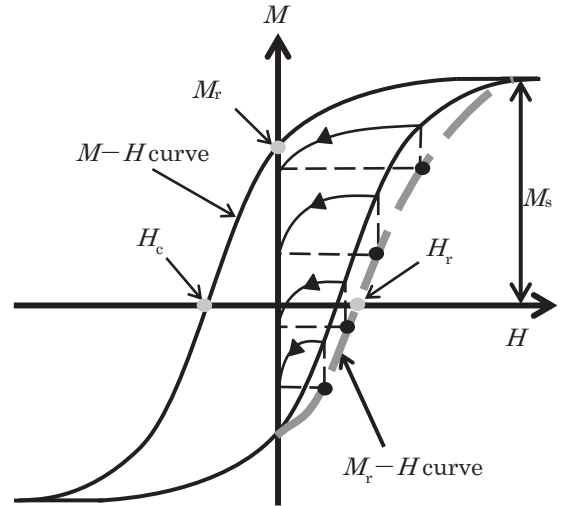


Fig. 9 The method of obtaining the residual magnetization curve.

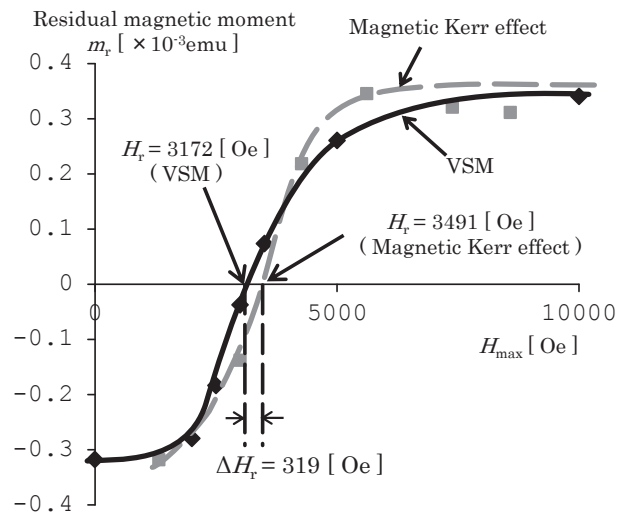


Fig. 10 Residual magnetization curve of sample 1.

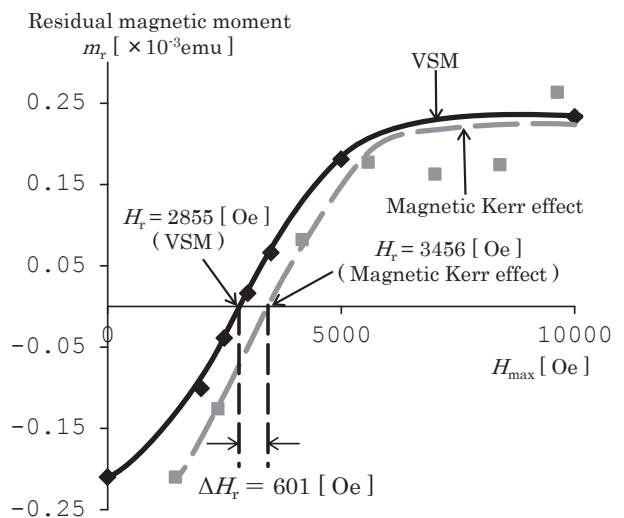


Fig. 11 Residual magnetization curve of sample 2.

H_r は319 [Oe]となった. Fig. 11に試料2の残留磁化曲線を示す. 磁気カー効果の残留保磁力は, 3456 [Oe], VSMの残留保磁力は, 2855 [Oe]となり, 試料2での ΔH_r は601 [Oe]となった. 試料1と試料2の残留保磁力の差 ΔH_r を比較すると試料1の方が値が小さくなった. この残留保磁力の差 ΔH_r も値が小さい方が熱安定性が高いため, 試料1の方が試料2より, 熱安定性が高いことを示唆している.

3.3 磁界印加速度の違いによる $\Delta H_c'_{-fit}$ と $\Delta H_c'_{-fit}$ と ΔH_r の比較

Table1に試料1と試料2の $\Delta H_c'_{-fit}$, ΔH_c_{-fit} , ΔH_r を示す. どの指標でも試料1の方が試料2に比べて保磁力の差の値が小さいことがわかる. このことは, 試料1は試料2に比べて熱安定性が高いことを意味している. 熱の影響だけを評価するには, ΔH_r で比較するのが最も正確であるが, ΔH_r を求めるには, 磁気カー効果の残留磁化曲線とVSMの残留磁化曲線の両方の結果が必要になるため, 熱安定性の比較に時間がかかる. しかし, $\Delta H_c'_{-fit}$ ならば, 磁化曲線のみで熱安定性を簡易的に短時間で評価できる.

Table 1 Difference of coercivity of the samples.
($\Delta H_c'_{-fit}$, ΔH_c_{-fit} , ΔH_r)

	$\Delta H_c'_{-fit}$ [Oe]	ΔH_c_{-fit} [Oe]	ΔH_r [Oe]
Sample 1	271	1579	319
Sample 2	295	1760	601

4. まとめ

本研究では, 磁界印加速度を変えることができるパルス磁界を試料に印加した際の磁化応答を磁気カー効果装置を用いて測定した. 磁気カー効果装置による測定において, 磁界印加速度の変化による磁化曲線の保磁力の差を $\Delta H_c'_{-fit}$ 定義した. 一方, VSM装置での保磁力測定と磁気カー効果装置での保磁力測定という時間幅が広い場合での保磁力の差を ΔH_c_{-fit} と定義した. また, VSM装置と磁気カー効果装置から得られる残留保磁力の差を ΔH_r とした. これら3つの保磁力の差は, いずれも, 値が小さい方が熱安定性が高いことを示しており, 2つの試料における, 3つの保磁力測定結果(ΔH_c_{-fit} , $\Delta H_c'_{-fit}$, ΔH_r)は, 全て同じ傾向を示した. このことから, 本研究で提唱した $\Delta H_c'_{-fit}$ による熱安定性の評価は, より簡便に熱安定性の評価ができるため, 多くの試料の熱安定性を評価するのに適していることが確認された.

References

- 1) P. J. Flanders and M. P. Sharrock: *J. Appl. Phys.*, **62**, 2919 (1987).
- 2) M. P. Sharrock: *J. Appl. Phys.*, **76**, 6413 (1994).
- 3) T. Shimatsu, H. Uwazumi, I. Watanabe, H. Muraoka, and Y. Nakamura: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **25**, 539 (2001).
- 4) T. Shimatsu and H. Aoi: *Magnetics Japan*, **2**, No.1, 20 (2007).

2016年10月11日受理, 2016年12月10日再受理, 2017年1月26日採録