

マイケルソン光干渉法による磁歪測定装置の作製

Magnetostriction measurement system of magnetic thin films with Michelson interference

佐藤睦規・吉田悠人・鈴木貴彦・高橋豊・小池邦博・稲葉信幸

山形大学大学院理工学研究科, 山形県米沢市城南 4 丁目 3-16 (〒992-8510)

M. Sato, Y. Yoshida, T. Suzuki, Y. Takahashi, K. Koike, and N. Inaba

Graduate School of Science and Engineering, Yamagata Univ., 4-3-16 Jhonan, Yonezawa, Yamagata, 992-8510, Japan

We developed a sensitive magnetostriction measurement system of magnetic thin film specimens using a Michelson interference. When magnetic field is applied parallel to the film plane of the cantilevered specimen, the magnetostriction of the film makes the specimen slightly bend, and the movement of the interference patterns is observed depending on the deflection d of the specimen. Variation of d can be detected with the precision of about one hundredth of wavelength of laser beam. The magnetostriction constant λ_{110} of Fe(001) single crystal thin film deposited on MgO(001) single crystal substrate with film thickness of 61 nm was estimated to be $(1.4 \pm 0.27) \times 10^{-5}$ from the deflection of 2.6 ± 0.5 nm.

Key words: magnetic single crystal thin film, magnetostriction, Michelson interferometer

1. はじめに

最近の磁気デバイスでは、薄膜の多層構造となっていることから、HDD(hard disk drive)やMRAM(magnetic random access memory)などのデバイスの特性を考えるうえで、磁歪が重要な要因の一つになっている。また、磁歪により磁気異方性が誘起されることから、ナノコンポジット磁性材料の特性向上においても重要である。

磁歪を磁気緩和現象の観点からみると、Ni-Fe多結晶薄膜では、ダンピング定数 α と磁歪定数 λ との間に相関があることが報告されている¹⁾。パーマロイ組成近傍で α , λ がともに最小値をとり、パーマロイ組成から離れるにしたがって両者とも増大していく。一方、Ni-Fe単結晶薄膜では、結晶方位に依存して α が変化することが報告されている²⁾。この変化がバルク試料の結晶方位に対する磁歪の変化と似た変化を示していた。薄膜試料について、ダンピング定数と磁歪の関係を結晶方位の点から詳細に調べるためには、同一の単結晶試料で磁歪定数を測定する必要がある。

磁性薄膜試料の磁歪測定法は、ひずみゲージや光てこ法などの磁歪によって生じる試料のたわみを計測する手法が一般的である。前者の手法で測定可能な最小のたわみ量は $1 \mu\text{m}$ 程度であり、後者は 100 nm 程度である。一方、単結晶薄膜の形成によく使用される MgO 基板は、ガラス基板に比べてヤング率が 3 倍以上大きく、硬く曲がりにくい。例えば、板厚が 0.2 mm の薄い MgO 基板上に膜厚 100 nm の Fe を成膜した試料では、試料の一端を片持ちで固定したとき、固定端から 10 mm の位置での試料のたわみ量は 5 nm 程度となる。このため、従来の測定法では、たわみ量の計測が困難であり、新たな高分解能の測定装置が求められている。

本研究では、光学系を用いた高分解能な変位測定法として知られているマイケルソン干渉計を応用した磁歪測定装置を製作したので報告する。

2. 磁歪測定装置の構成

2.1 マイケルソン干渉計を用いた測定装置の原理

作製した磁歪測定装置は、マイケルソン干渉計の原理を応用した。マイケルソン干渉計の構成図を Fig. 1 に示す。マイケルソン干渉計では、光源から出た光がハーフミラーで固定ミラー側と可動ミラー側の 2 光路へ分けられる。以後、固定ミラー側の光を参照光、可動ミラー側の光を測定光と呼ぶことにする。参照光、測定光ともにそれぞれのミラーで反射し、再度ハーフミラーで合成され、スクリーン上に干渉縞が結像される。可動ミラーが距離 Δd 移動すると、測定光の光路長が $2\Delta d$ 変化し、参照光と干渉する際の位相が変わるため、干渉縞が移動する。例えば、可動ミラーが光源の波長 λ_L の $1/2$ 波長分移動すると、光路長が 1 波長分変化したことになり、干渉縞は 1 本分移動する。干渉縞の間隔 L_{pp} が $\lambda_L/2$ の可動ミラーの移動に対応していることから、干渉縞の移動量 ΔL を測定すれば、

$$\Delta d = \frac{\Delta L}{L_{pp}} \cdot \frac{\lambda_L}{2} \quad (1)$$

から、 Δd を得ることができる。この測定法を用いることで、光源の波長の $1/10 \sim 1/100$ の分解能で可動ミラーの移動量を測定することが可能である。

本測定装置では、Fig. 1 の挿入図に示すように、可動ミラーの部分を試料の一端を固定した片持ち構造の磁性薄膜試料に置き換えることにより、磁歪によって生じる試料のたわみ量 d を検出できるようにした。

2.2 光干渉磁歪測定装置の構成

作製した光干渉磁歪測定装置の写真を Fig. 2 に示す。レーザー、ミラーなどの光学系は除振台上に配置した。試料に磁界を印加する電磁石は、重量、測定系の光軸とポールピースの高さの関係、また、冷却水による振動防止の点から、光学系とは独立した台に設置した。

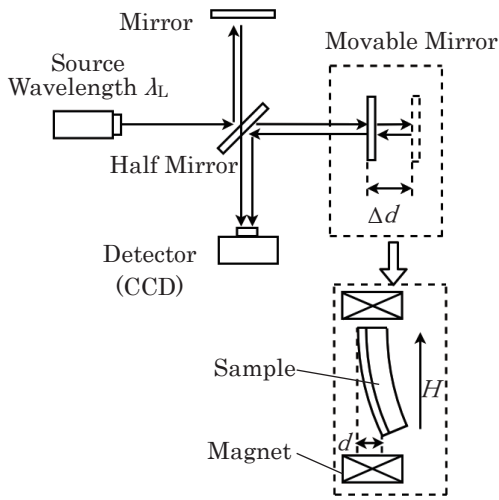


Fig. 1 Schematic picture of Michelson interferometer.

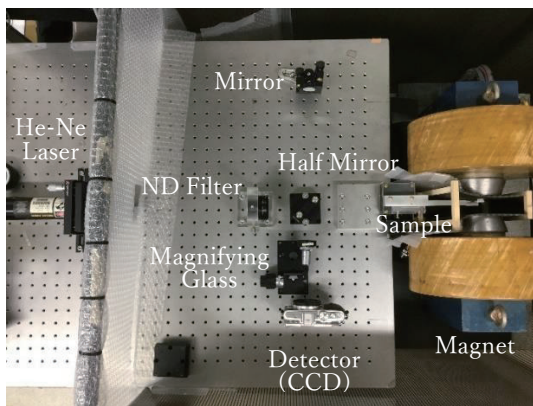


Fig. 2 Picture of the magnetostriction measurement system.

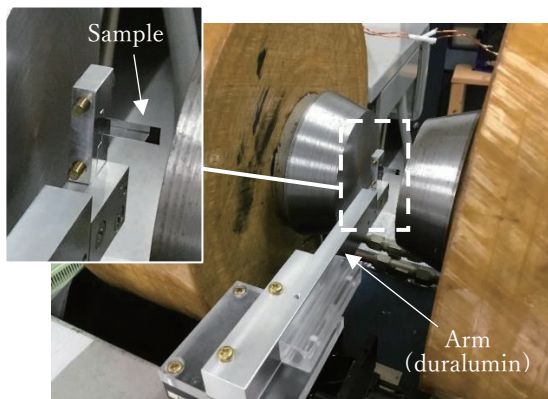


Fig. 3 Picture of sample holder.

光源には波長 $\lambda_L = 633$ [nm] の He-Ne レーザーを用いた。レーザー光の光軸上に、片持ちで固定した試料の自由端がくるように試料ホルダー、電磁石を配置した。試料とレーザーとの間にハーフミラーを設置し、試料に向かう光と直行する方向にレーザー光を分割し、その光軸上に固定ミラーを配置した。レーザー光のコヒーレント長を考慮して、ハーフミラーから固定ミラー、ハーフミラーから試料までの距離が等しくなるように配置している。

固定ミラーからの反射光(参照光)と試料からの反射光(測定光)はハーフミラーで合成されて干渉縞が結像される。この干渉縞の動きを観察するため、スクリーンの代わりに、ミラーレスデジタルカメラ(OLYMPUS E-PL5)を利用した。カメラはレンズを外し、干渉縞が直接撮像素子上に結像するようにした。拡大用対物レンズは、干渉縞を撮像素子上に適切な大きさに拡大するために使用している。また、遮光フィルターは、撮像素子の飽和を防ぎ、素子の最適な検出感度で干渉縞が測定できるように、レーザー光の光量を調整するために使用している。

電磁石の構造上、試料ホルダーを電磁石に直接設置することは困難であった。このため、除振台の端部からポールピース部までジュラルミン製のアームをのぼし、その端部に試料ホルダーを取り付ける構造にした(Fig. 3)。

電磁石は、バイポーラ電源を用いて $-319 \leq H \leq 319$ [kA/m] ($-4.00 \leq H \leq 4.00$ [kOe]) の範囲で磁界を印加することができる。ポールピースの中心近傍 20 mm の領域で磁界が一樣であることから、測定用試料の長さは 20 mm 以下とした。また、印加磁界の大きさは、試料ホルダー近傍に設置したホール素子で測定している。

2.3 測定プロセス

本装置では Python⁴⁾を用いて磁界制御を行うプログラムを作成し、半自動測定をできるようにした。測定では、磁界の変化に対する干渉縞の動きをカメラの動画モードで撮影している。プログラムによってバイポーラ電源の電流を変化させ、そのときの測定時刻とホール素子で測定した磁界の値のログが取得できるようにしてある。撮影した動画は、測定時のログと動画の時間を対応させ、測定磁界ごとのスナップショットとして画像化する。得られた画像はイメージシーケンスとして画像処理ソフト ImageJ⁵⁾へ取り込み、干渉縞(Fig. 4 (a))の y 方向で平均化する事により Fig. 4 (b)のような 1 次元の干渉縞の強度プロファイルを得る。グラフ化した干渉縞強度の半値幅から、ピークを中心位置を見積もり、各測定磁界のピーク位置の移動量を算出した。解析の際には複数本の干渉縞ピーク値の移動量を平均化している。

3. 実験方法

作製した磁歪測定装置の性能評価のため、同一の磁性薄膜試料について従来から知られている光てこ法と本方式の光干渉法で磁歪測定を行い、両者の測定結果を比較した。

比較用の試料には、RF マグネトロンスパッタ装置を用いて、基板厚 0.16 mm の MgO(001)単結晶基板上に作製した膜厚 254 nm の Ni(001)単結晶薄膜試料を準備した。

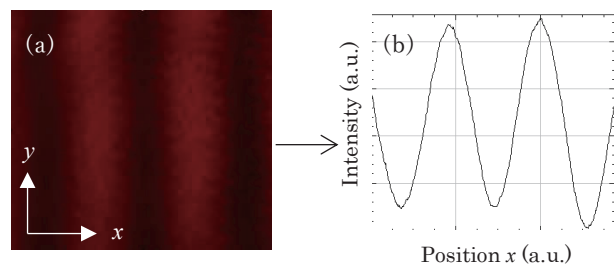


Fig. 4 (a) Picture of interference patterns. (b) Averaged intensity of interference fringes as a function of pattern.

Ni 薄膜と基板は、Ni(001)[100]//MgO(001)[100]の結晶方位関係となっている。試料の形状は、Ni[100]方向を長軸、Ni[010]方向を短軸とする 20 mm × 7 mm の短冊形にした。また、Ni 試料と同様に MgO 基板上に作製した膜厚 61 nm の Fe 単結晶薄膜試料を準備した。試料の結晶方位関係は Fe(001)[110] // MgO(001)[100]である。MgO[100]方向が短冊形試料の長辺方向となるように基板を準備したことから、Fe 試料では短冊形試料の長軸が Fe の[110]方向となっている。この試料に用いた MgO 基板の厚さは 0.18 mm であった。

光てこ法の測定では、一端を固定した片持ちの短冊試料をポールピース間の中心部に配置し、長軸方向に磁界を印加して、たわみを測定した。試料の飽和磁界を考慮し、磁界は $-319 \leq H \leq 319$ [kA/m] ($-4.00 \leq H \leq 4.00$ [kOe]) の範囲で変化させた。光源には He-Ne レーザーを用い、片持ちの試料の固定端からの距離 10 mm の位置にレーザー光が当たるように光軸を調整した。反射光は、試料から $p = 550$ [mm]程離れた位置に配置した撮像素子で検出した。磁歪により試料がたわむと、撮像素子で検出されるレーザースポットの位置が移動する。磁界の変化に伴うレーザースポットの位置の変化を撮像素子で動画撮影し、動画から各測定磁界についてスナップショットを作成した。画像化された反射光を ImageJ へ取り込み、反射光強度をグラフ化し、半値幅からピーク位置を求めた。ゼロ磁界での反射光の位置を原点として、原点と任意の磁界印加時の反射光のピーク位置との距離 s を求めた。得られた変位量から、以下の式³⁾を用いて飽和磁歪 λ_s を算出した。

$$\lambda_s = \frac{E_s t_s s}{18pL t_f E_f (\cos^2 \theta - 1/3)} \quad (2)$$

ここで、 t_s は基板厚、 E_s は基板のヤング率、 t_f は試料薄膜の膜厚、 E_f は試料薄膜のヤング率、 L は試料固定端からレーザースポットまでの距離、 θ は試料と印加磁界のなす角である。今回の測定では $\theta = 0$ [deg.] である。

光干渉磁歪測定装置の測定では、光てこ法と同様に短冊試料の長軸方向が印加磁界方向となるように試料をポールピース間の中心部に配置し、 $-319 \leq H \leq 319$ [kA/m] ($-4.00 \leq H \leq 4.00$ [kOe]) の範囲で磁界を変化させた。片持ち試料の固定端から約 10 mm の位置に He-Ne レーザー光が当たるように配置した。2.3 節で述べた測定プロセスに従って干渉縞移動量からたわみ量 d の変化を求め、無磁界でのピークの位置を基準とし、磁歪定数 λ_s を算出した。 λ_s の算出には以下の式(3)、(4)を用いた³⁾。

$$\lambda_s = \frac{t_s^2 d}{3t_f L^2 \varepsilon} \quad (3)$$

$$\varepsilon = \frac{E_f(1 - \nu_s)}{E_s(1 + \nu_f)} \quad (4)$$

ここで、 ν_s は基板のポアソン比、 ν_f は薄膜のポアソン比である。

4. 実験結果

4.1 Ni 単結晶薄膜試料

Ni(001)単結晶薄膜の[100]方向に磁界を印加して磁歪定数を測定した。光てこ法による磁歪測定では、片持ち試料の固定端から $L = 9.0$ [mm]の位置にレーザー光を当て、撮像素子を $p = 575$ [mm]離れた位置に配置して測定を行った。 $H = 0$ に対して $H = 160 \sim 319$ [kA/m] (2.00 ~ 4.00 kOe) 印加したとき、撮像素子上でレーザースポットが $s = 23 \pm 0.1$ [μ m]変位した。式(2)を用いて磁歪定数を算出すると、Ni[100]方向の磁歪定数は $\lambda_{100} = (-4.5 \pm 0.02) \times 10^{-5}$ となった。Ni 単結晶[100]方向のバルクの磁歪定数は $\lambda_{100} = -4.5 \times 10^{-5}$ であり⁷⁾、一致する結果となった。計算に使用した値を Table 1 にまとめておく。

次に光干渉磁歪測定装置での測定結果について述べる。片持ち試料の固定端から $L = 13$ [mm]離れた位置にレーザー光を当て、結像された干渉縞の移動量から得られた試料のたわみ量のグラフを Fig. 5 に示す。 $H = 239$ [kA/m] (3.00 kOe) から磁界を減少させていくと $H = 80.0$ [kA/m] (1.00 kOe) 付近でたわみ量が増え始め、 $H = 0$ [kA/m] (0 kOe) 付近でピークをとる。その後逆方向に磁界を印加していくと、再び試料がたわみはじめ、 $H \sim -160$ [kA/m] (-2.00 kOe) で飽和した。 $H = -239$ [kA/m] (-3.00 kOe) から $H = 239$ [kA/m] (3.00 kOe) まで変化させても同様の変化を示した。この結果から、平均のたわみ量は $d = -120 \pm 3$ [nm] であった。

また、得られたたわみ量のグラフは、正から負に磁界を印加した場合と負から正に磁界を印加した場合でピーク位置がずれ、バタフライ曲線のようにになっている。試料振動型磁束計により測定した試料の保磁力が 6.4 kA/m (80 Oe) であり、保磁力近傍でたわみ量がピーク値をとっている。ヒステリシスが存在するためにたわみ量ピーク値のずれが生じていると推察できる。

Table 1、および Table 2 の各値を用いて式(3)、(4)から λ_{100} を算出すると、 $\lambda_{100} = (-4.6 \pm 0.14) \times 10^{-5}$ となり、光てこ法で得られた結果と極めて良い一致を示した。この結果は、光干渉法を用いた新たな測定装置が、従来から知られている光てこ法と同様に測定できることを示している。

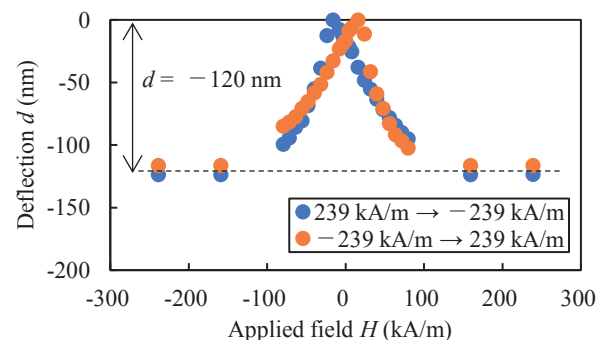


Fig. 5 Variation of deflection for the Ni (001) single crystal thin film specimen on magnetic field

Table 1 Parameter in optical lever method

Film thickness t_f	254 nm
Film Young's module $E_f^{(8)}$	200 GPa
Substrate thickness t_s	.016 mm
Substrate Young's module $E_s^{(9)}$	245 GPa
Displacement s	23 μ m
Laser spot position L	.9.0 mm
Distance from sample to detector p	575 mm

Table 2 Parameter in optical interference method

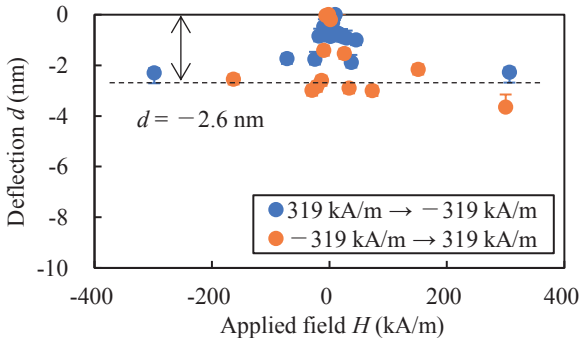
Film Poisson's ratio $\nu_f^{(10)}$	0.31
Substrate Poisson's ratio $\nu_s^{(9)}$	0.19
Laser spot position L	13.0 mm

4.2 Fe 単結晶薄膜試料

たわみ量の小さい試料について両測定法を比較するため前述の Ni 試料に比べて磁歪定数が小さく、膜厚の薄い Fe 単結晶薄膜試料を準備した。この試料では、短冊形の試料の長軸方向が Fe[110]となっている。光てこ法では片持ち試料固定端から $L = 10.6$ [mm]の位置にレーザー光を当て、試料から $p = 540$ [mm]離れた位置に撮像素子を配置して測定を行った。その結果、磁界を $-319 \leq H \leq 319$ [kA/m] ($-4.00 \leq H \leq 4.00$ [kOe])の範囲で変化させても反射光の位置は変化せず、たわみ量を検出できなかった。

光干渉法では試料固定端から $L = 7.9$ [mm]の位置にレーザー光を当て測定を行い、各印加磁界での干渉縞移動量からたわみ量を求めた。印加磁界とたわみ量の関係を Fig. 6 に示す。 $-80.0 \leq H \leq 80.0$ [kA/m] ($-1.00 \leq H \leq 1.00$ kOe)以上の領域で d はほぼ一定となった。測定値のばらつきは、熱ドリフトや測定系内の気流などの影響と考えられる。 $-80.0 \leq H \leq 80.0$ [kA/m] ($-1.00 \leq H \leq 1.00$ kOe)以上の領域 d について平均すると、 $d = 2.6 \pm 0.5$ [nm]となった。得られたたわみ量と Table 3 に示す各値から式(3)、(4)を用いて Fe 単結晶の[110]方向の磁歪定数を算出したところ、 $\lambda_{110} = (-1.4 \pm 0.27) \times 10^{-5}$ となった。バルク Fe 単結晶[110]方向の磁歪定数は $\lambda_{110} = -1.0 \times 10^{-5}$ であることから⁸⁾、本測定で得られた値は文献と近い値となっている。

この結果より、光干渉法では波長のおおよそ 1/100 の試料のたわみが検出でき、光干渉法が光てこ法よりも高分解能な磁歪測定法として利用可能である。

**Fig. 6** Variation of deflection for the Fe(001) single crystal thin film specimen on magnetic field**Table 3** Parameter of Fe single crystal sample

Film thickness t_f	61 nm
Film Young's module $E_f^{(10)}$	208 GPa
Substrate Poisson's ratio $\nu_f^{(10)}$	0.291
Substrate thickness t_s	0.18 mm
Laser spot position L	7.9 mm

5. 結言

マイケルソン干渉計の原理を応用した光干渉磁歪測定装置を新たに作製した。MgO 基板上に成膜した Ni(001)単結晶薄膜(膜厚: 254 nm)について従来法である光てこ法と作製した光干渉法で磁歪測定を行ったところ、光てこ法では $\lambda_{100} = (-4.5 \pm 0.02) \times 10^{-5}$ 、本方式では $\lambda_{100} = (-4.6 \pm 0.14) \times 10^{-5}$ が得られ、きわめて良い一致を示した。この結果は、新方式の磁歪測定装置が従来の光てこ法と同様に測定できることを示している。

Ni 試料より膜厚が薄く、磁歪定数の小さい MgO 基板上に成膜された Fe(001)単結晶薄膜(膜厚: 61 nm)について、両測定法で磁歪測定を行ったところ、光てこ法では試料のたわみ量を検出できなかった。一方、光干渉法では、約 2.6 nm のたわみが検出され、Fe 試料の[110]方向の磁歪定数は $\lambda_{110} = (-1.4 \pm 0.27) \times 10^{-5}$ と算出された。この値は、バルクの Fe 単結晶試料の λ_{110} とほぼ一致し、本測定方式が従来の光てこ法に比べて高感度測定が可能であることがわかった。nm オーダーのたわみ量を測定する場合、熱ドリフトや気流などの外乱がノイズとなることから、さらなる高感度化のために対策が必要である。

謝辞 本研究の一部は科研費基盤研究 B(No.16H0448)の補助を受けている。

References

- 1) Y. Endo, Y. Mitsuzuka, Y. Shimada, and M. Yamaguchi: *J. Appl. Phys.*, **109**, 07D336 (2011).
- 2) Y. Yoshida, S. Yamanaka, T. Suzuki, Y. Takahashi, N. Inaba, F. Kirino, M. Ohtake, and M. Futamoto: *Proceeding of 18th International Symposium on Applied Electromagnetics and Mechanics (ISEM2017)*. Chamonix-Mont Blanc. France. 2017. 9, SP_459-1.
- 3) Y. Shimada, H. Fukunaga, S. Hatta, and K. Yamada: *Jiseizairyoubussei kougakutekitokusei to sokuteihou* (in Japanese), p326, (Kodansha, Tokyo, 1999).
- 4) <https://www.python.org/>
- 5) W. S. Rasband, ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, <http://rsb.info.nih.gov/ij/>, 1997-2012.
- 6) A. C. Tam, *IEEE Trans. Magn.*, **25**, 2629 (1989).
- 7) S. Chikazumi: *Kyojiseitai no butsurei* (in Japanese), p. 117, (Syokabo Tokyo, 1973).
- 8) Y. Tanji, Y. Shirakawa and H. Moriya: *J. Magn. Soc. Jpn.*, **4**, 417 (1970).
- 9) <http://www.tateho.jp/j/mgo/miracrystar.html>
- 10) G. R. Speich, A. J. Schwoeble and W. C. Leslie: *Met. Trans.*, **3**, 2031 (1972).

Received Oct. 28, 2018; Accepted Dec. 28, 2018