

水素アニールによる保磁力 15 kOe の Si 基板上 $L1_0$ -CoPt の作製

遠山諒¹、河智史朗^{2,3}、山浦淳一^{2,3}、村上洋一^{2,3}、細野秀雄²、真島豊^{1,2}

(¹東工大フロンティア材料研究所、²東工大元素戦略研究センター、³KEK 物質構造科学研究所)

Fabrication of $L1_0$ -ordered CoPt with high coercivity of 15 kOe on Si substrates by hydrogen annealing

R. Toyama¹, S. Kawachi^{2,3}, J. Yamaura^{2,3}, Y. Murakami^{2,3}, H. Hosono², Y. Majima^{1,2}

(¹MSL, Tokyo Tech, ²MCES, Tokyo Tech, ³IMSS, KEK)

はじめに

CoPt 合金は、アニール処理によって $A1$ 不規則相から $L1_0$ 規則相に構造変態すると、強い垂直結晶磁気異方性や高い保磁力を示すことが知られており、MRAM や超高密度 HDD などの次世代スピントロニクスデバイスへの応用を見据えた研究がなされている^[1,2]。我々はこれまでに、Si 基板上に作製した CoPt 薄膜の結晶構造、磁気特性、表面形態の解析を行い、真空アニール後に $L1_0$ -CoPt が形成されることを報告してきた^[3,4]。Pt/Co 二層蒸着薄膜においては、急速加熱 (RTA) 装置を用いたアニールによる相互拡散により、 $L1_2$ -CoPt₃、 $L1_0$ -CoPt、 $L1_2$ -Co₃Pt を含む傾斜薄膜が形成され、2.1 kOe の保磁力を示した^[3]。さらに、二層膜と総膜厚のほぼ等しい(Co/Pt)₄ 八層薄膜においては、真空アニール後に球状の $L1_0$ -CoPt が形成され、2.7 kOe の保磁力を示すことを報告した^[4]。本研究では、さらなる保磁力の向上に向けて、保磁力の増大が報告されている水素アニール^[5]を導入し、Si 基板上 CoPt 薄膜の磁気特性、結晶構造、表面形態の解析を行ったので報告する。

実験方法

電子線蒸着により、熱酸化膜付き Si 基板 [Si (525 μm)/SiO₂ (50 nm)] 上に、[Co (1.2 nm)/Pt (1.6 nm)]₄ 多積層薄膜を作製した。その後、Ar/H₂ 混合ガス雰囲気下において、RTA 装置を用いたアニール処理を行い、 $L1_0$ 規則化を試みた。作製した試料の磁気特性、結晶構造、表面形態は、それぞれ SQUID VSM (MPMS3)、放射光 XRD (KEK BL-8B)、SEM により評価した。

実験結果

VSM 測定結果より、800 °C で 60 分のアニール処理を行った試料において、約 15 kOe の高い保磁力を示すことが分かった。また、放射光 XRD の結果より、 $L1_0$ -CoPt 001 , 110 に起因する超格子反射を確認したことから、 $L1_0$ 規則相の形成を確認した。これらの結果から、水素雰囲気中のアニール処理によって、高い保磁力を持つ $L1_0$ -CoPt の Si 基板上への作製が確認された。

謝辞

本研究の一部は、文部科学省「元素戦略プロジェクト<研究拠点形成型>」、東京大学物性研究所共同利用の支援により行われた。

参考文献

- [1] S. Bhatti, R. Sbiaa, A. Hirohata, H. Ohno, S. Fukami, and S. N. Piramanayagam, *Mater. Today* **20**, 530 (2017).
- [2] D. Weller and A. Moser, *IEEE Trans. Magn.*, **35**, 4423 (1999).
- [3] R. Toyama, S. Kawachi, S. Iimura, J. Yamaura, Y. Murakami, H. Hosono, and Y. Majima, *Mater. Res. Express* **7**, 066101 (2020).
- [4] R. Toyama, S. Kawachi, J. Yamaura, Y. Murakami, H. Hosono, and Y. Majima, *Jpn. J. Appl. Phys.* **59**, 075504 (2020).
- [5] F. Yang, H. Wang, H. Wang, J. Zhang, J. Zhu, Q. Li, and Y. Jiang, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42**, 115001 (2009).

パルスレーザー蒸着(PLD)法による Cu 下地層の最適化および $L1_0$ -FeNi 磁性薄膜の作製

中尾 太一¹, 宮下 拓也¹, 熊谷 卓也¹, 齋藤 彪我¹, 古矢 大悟¹, 小嗣 真人¹
(東京理科大学¹)

Fabrication of Cu under layer and $L1_0$ -FeNi by using Pulsed Laser Deposition system

T. Nakao¹, T. Miyashita¹, T. Kumagai¹, H. Saito¹, D. Furuya¹, M. Kotsugi¹
(Tokyo Univ. of Sci.¹)

緒言

近年、レアアースの価格高騰と供給不足への懸念から、ありふれた元素のみで構成されるレアアースフリー磁性材料に注目が集まっている。そこで我々は、Fe と Ni が c 軸方向に交互に積層した構造を持つことで面直方向に磁化用意軸を持ち、非常に高い磁気異方性(K_u)を発現すると期待されている $L1_0$ -FeNi に着目し研究を進めてきた^[1]。そして、パルスレーザー蒸着(PLD)法を用いて $L1_0$ -FeNi の作製を試みた結果、蒸着時基板温度 300°Cにて作製試料中で最大の K_u を観測した^[2]が垂直磁化の実現には至らず、表面状態や結晶構造のさらなる最適化が必要であると考えられる。本研究では下地層の構成の簡便化と各条件の最適化を行い、異種元素の添加などから下地層の格子定数を制御し FeNi へ結晶歪みを導入し K_u を向上させることを目的としている。本報告では PLD 法により作製した下地層の Cu を蒸着後加熱により最適化し、今回作製した新下地層と従来の下地層を用いて作製した FeNi 薄膜の比較を行った。また、新下地上に作製した FeNi の蒸着時基板温度ごとの各物性の調査を行なった。

実験方法

PLD 法により MgO(100)基板上に Cu を室温で 25 nm 蒸着し、その後 300°Cで 30 分間加熱し新下地層 Cu(25 nm)/MgO-sub を作製した。FeNi 層は Fe と Ni を交互に 50ML 積層し、従来の下地層 Cu(50 nm)/Au(10 nm)/Fe(1 nm)/MgO-sub 上に作製した FeNi との比較を行なった。また、新下地での FeNi の蒸着時基板温度(T_s)を室温(RT)~400°Cの間で変化させながら試料を作製し物性の調査を行なった。表面の平坦性の評価には反射高速電子線回折(RHEED)・原子間力顕微鏡(AFM)、結晶構造の評価には X 線回折(XRD)、磁気特性の評価には超伝導量子干渉磁力計(SQUID)を用いた。

実験結果

Fig.1 に従来 Cu/Au/Fe/MgO-sub 下地上に $T_s = 300^\circ\text{C}$ で積層した FeNi と、今回新たに作製した Cu/MgO-sub 新下地上に同条件で作製した FeNi について SQUID により測定した磁化曲線を示す。Cu/MgO-sub 新下地を用いた FeNi の飽和磁化 M_s は 660 emu/cc、 K_u は 6.78×10^5 erg/cc と従来の下地を用いた試料と同程度の値となることを確認できた。当日は Cu/MgO-sub 新下地の平坦性や結晶性の評価、 T_s を変えて作製した試料の表面形状、結晶構造、磁気特性の詳細についても報告する。

参考文献

- [1] M. Kotsugi *et al.*, Appl. Phys. Express 3, 013001, (2010)
[2] M. Saito *et al.*, Appl. Phys. Letters 114, 072404, (2019)

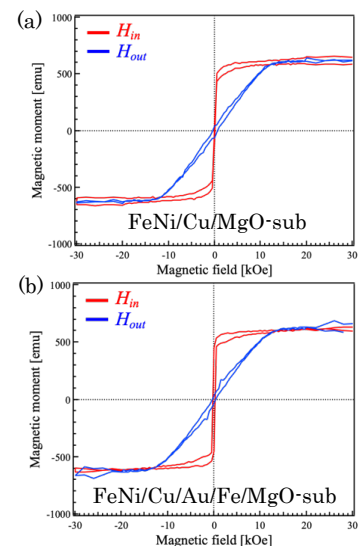


Fig.1 Magnetization curve of (a)new under layer, (b)previous under layer FeNi deposition at 300°C

六方晶系 FeNi 多層膜の作製と磁気特性調査

宮下拓也¹、齋藤彪我¹、中尾太一¹、熊谷卓也¹、古矢大悟¹、小嗣真人¹
(東京理科大¹)

Investigation of fabrication and magnetic property of hexagonal-FeNi multilayer films

Takuya Miyashita¹, Hyuga Saito¹, Taichi Nakao¹, Takuya Kumagai¹, Daigo Furuya¹ and Masato Kotsugi¹
(Tokyo Univ. of Sci.¹)

緒言

近年の急速な情報化社会の発展や環境・エネルギー問題に対する解決策の一つとして、我々のグループでは $L1_0$ -FeNi を代表とする規則合金薄膜の開発を行ってきた^{[1][2]}。特に FeNi 合金はレアアースフリーであり、高い飽和磁化(M_s)を有し、構造を適切に制御することで高い磁気異方性(K_u)を有することから、垂直磁化膜やスピントロニクス材料の候補として注目を集めている^{[3][4]}。そこで今回この正方晶系(fct)の規則合金の構造を、理論予測からも高い磁気特性を有すると予測されている六方晶系(hex)に拡張し高い磁気異方性を誘起することに着目した。しかし hex-FeNi は熱的に平衡相でなく、作製が非常に困難であるとされてきた。本研究では一般的に酸化物薄膜の作製に使用されるパルスレーザー蒸着(PLD)法を金属薄膜の作製に応用することで非平衡相の作製に取り組んだ。

方法

基板として六方晶構造を有する $Al_2O_3(0001)$ 基板を使用し、基板上に Cu を PLD 法により蒸着した。この時の蒸着時基板温度(T_s)、蒸着後熱処理温度(T_p)、蒸着後熱処理時間(t_p)を変化させ系統的に調査し平坦かつ結晶性の高い下地層を作製した。FeNi 層は最適化した Cu 下地層上に積層し、同様に T_s を変化させ調査した。表面平坦性及び表面形状の評価を反射高速電子線回折(RHEED)と原子間力顕微鏡(AFM)、結晶構造の評価を X 線回折(XRD)、磁気特性の評価を超伝導量子干渉磁力計(SQUID)を用いて行った。

結果考察

Fig.1 に磁気特性調査から算出された M_s 、 K_u をまとめた結果を示す。まず T_s と M_s 、 K_u の関係であるが、どちらも 300 °C にて最大値をとったことを確認した。平坦性、結晶性の評価も含め、低温領域では結晶性が低いこと、高温域ではインターミキシングにより界面構造が崩壊したことにより、磁気特性が $T_s = 300$ °C にて最大となったと考えられる。またこの時点で本研究にて作成された FeNi 薄膜が、同 PLD によって作製された $L1_0$ -FeNi よりも高い磁気特性を有することが確認できた。当日は下地層に関する調査結果や FeNi 薄膜の表面状態、結晶状態に関する詳細な結果も報告する。

参考文献

- 1) M. Saito et al., Appl. Phys. Letters **114**, 072404, (2019)
- 2) H. Ito et al., AIP Advances **9**, 045307, (2019)
- 3) M. Kotsugi et al., Appl. Phys. Express **3**, 013001, (2010)
- 4) M. Kotsugi et al., Journal of Magnetism and Magnetic Materials **326**, 235-239 (2013)

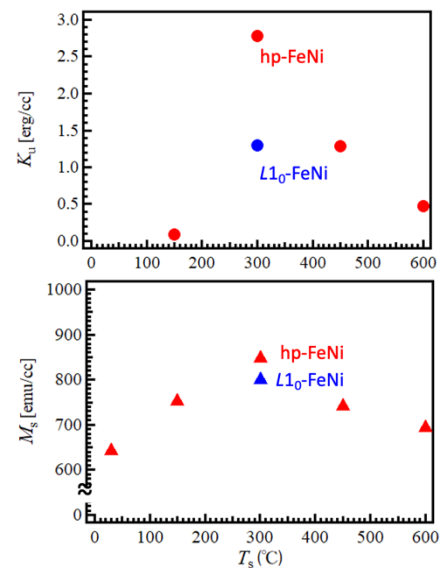


Fig.1 Relationship of T_s vs M_s and K_u for hex-FeNi. $L1_0$ -FeNi for comparison is fabricated by our group^[1].

Cr(001)下地層上に形成したエピタキシャル Mn-Ge 合金薄膜の構造解析

野呂翔太¹・中野光太郎¹・大竹充¹・二本正昭¹・川井哲郎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)

Structure Analysis of Epitaxial Mn-Ge Alloy Thin Films Formed on Cr(001) Underlayers

Shota Noro¹, Kotaro Nakano¹, Mitsuru Ohtake¹, Masaaki Futamoto¹, Tetsuroh Kawai¹, Fumiyoshi Kirino², Nobuyuki Inaba³
 (¹Yokohama Nat. Univ., ²Tokyo Univ. Arts., ³Yamagata Univ.)

はじめに 大きな一軸磁気異方性エネルギー (K_u), 小さな飽和磁化 (M_s), 小さなダンピング定数 (α) をもつ硬磁性規則合金材料は, スピン注入型磁気抵抗メモリの磁気トンネル接合素子への応用に向けて研究されている. $L1_0$ (CuAu 型, $tP4$), $D0_{22}$ (Al_3Ti 型, $tI8$) 構造を持つ Mn 系合金はこれらの特性を満たす材料として注目されている. $D0_{22}$ 構造を持つ Mn_3Ge 合金は, M_s が 100 emu/cm^3 程度と Mn 系磁性合金の中でも特に小さく, K_u も 10^7 erg/cm^3 オーダーと大きい¹⁾. これまでスパッタ法を用いて製膜を行い, 100 nm 厚程度の Mn_3Ge 薄膜が $D0_{22}$ 構造を持ち, 垂直磁気異方性を有することが調べられてきた¹⁾. しかしながら, デバイス応用について考えるためには数~数十 nm オーダーの膜厚における構造と磁気特性を把握する必要がある. 本研究では, RHEED による結晶成長のその場観察が可能な分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて Cr(001)単結晶下地層上に Mn-Ge 薄膜を作製し, 組成が成長, 構造, 磁気特性に及ぼす影響について系統的に調べた.

実験方法 MgO(001)基板上に 300 °C の基板温度で 5 nm 厚の Cr(001)下地層を形成し, その後, 20 nm 厚の Mn_xGe_{100-x} (at. %) 膜を作製した. 組成は $x=0\sim100$ の全範囲で変化させた. その場観察による結晶構造評価には RHEED, 格子定数や規則度の評価には XRD, 表面形態観察には AFM, 磁化曲線測定には VSM を用いた.

実験結果 異なる組成の Mn-Ge 薄膜に対して観察を行った RHEED パターンを Fig. 1 に示す. $Mn_{75}Ge_{25}$ 周辺において, Fig. 1(c-1), (c-2)のように成長初期段階から, Fig. 1(c-3)に示す $D0_{22}$ 構造に対応するパターンが得られ, Mn-Ge(001)[100] $_{D0_{22}}$ || Cr(001)[1 $\bar{1}$ 0]の結晶方位関係で $D0_{22}$ 構造を持つ Mn-Ge(001)単結晶膜が得られていることが分かった. $D0_{22}$ 構造の化学量論組成から Mn の割合を減らしていくと, $Mn_{50}Ge_{50}$ 周辺においては, Fig. 1(b-3)に示す格子定数が 0.94 nm 程度の単純立方格子 (cP , 原子数不明) を有する結晶表面のパターンが Fig. 1(b-1), (b-2)のように見られ, Mn-Ge(001)[1 $\bar{1}$ 0] $_{cP}$ || Cr(001)[1 $\bar{1}$ 0]の方位関係で単結晶膜が成長していることが分かった. これはバルクでは報告のない相であり, 薄膜特有の相であると考えられる. さらに Mn の割合の小さい $Mn_{20}Ge_{80}$ の組成周辺においては,

Fig. 1(a-3)に示す $A1$ (fcc) 構造のパターンが, Fig. 1(a-1), (a-2)のように見られ, Mn-Ge(001)[100] $_{A1}$ || Cr(001)[1 $\bar{1}$ 0]の方位関係で単結晶膜が成長していることが分かった. Mn リッチの組成域においては, Fig. 1(d-1), (d-2)のように, Fig. 1(d-3)に示す $A12$ (α -Mn 型, $cI58$) 相に対応するパターンが見られ, Mn-Ge(001)[1 $\bar{1}$ 0] $_{A12}$ || Cr(001)[1 $\bar{1}$ 0]の方位関係で単結晶膜が成長していることが分かった. このように, 300 °C の基板温度での Cr(001)下地層上の Mn_xGe_{100-x} 薄膜の結晶構造は, x を 100 から小さくしていくと, $A12 \rightarrow D0_{22} \rightarrow cP \rightarrow A1$ と変化することが分かった. 当日は, 組成が合金規則度や磁気特性に及ぼす影響についても報告する.

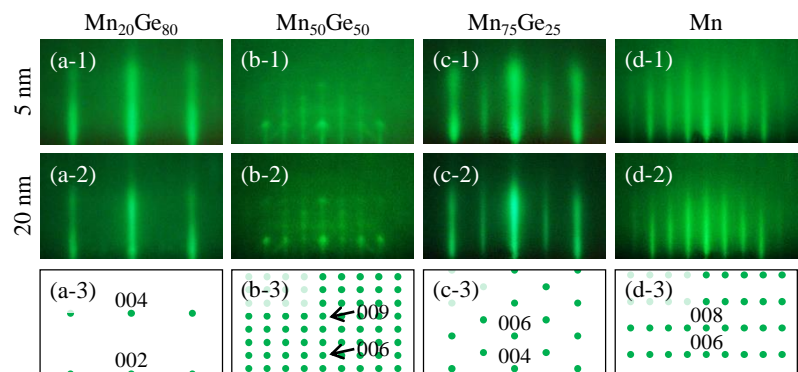


Fig. 1 (a-1)–(d-2) RHEED patterns observed for Mn_xGe_{100-x} films formed on Cr(001) underlayers. The incident electron beam is parallel to MgO[100]. (a-3)–(d-3) Schematic diagrams of RHEED patterns simulated for (001) single-crystal surfaces with (a-3) $A1$, (b-3) cP , (c-3) $D0_{22}$, and (d-3) $A12$ structure.

1) A. Sugihara, K. Suzuki, T. Miyazaki, and S. Mizukami: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **54**, 083001 (2015).

Mn_xFe_yGa 薄膜における磁気特性の作製手法依存性

片山靖和、渡邊彩恵、峯田陸、嶋敏之、土井正晶
(東北学院大)

Dependence of fabrication method on magnetic properties of Mn_xFe_yGa thin films

S.Katayama, S.Watanabe, R.Mineta, T.Shima, M.Doï
(Tohoku Gakuin Univ.)

はじめに

Mn-Ga 薄膜はバルク調整可能な飽和磁化($M_s \sim 200-600 \text{ emu/cm}^3$)¹⁾、高い垂直磁気異方性($K_u \sim 10 - 20 \text{ Merg/cm}^3$)¹⁾、高スピン分極率($\sim 88\%$)²⁾を示すことが知られている。そのため、貴金属や希土類元素を含まない新規永久磁石材料やスピエレクトロニクスデバイスの次世代材料としての幅広い可能性を有している。現在、Mn-Ga 薄膜は盛んな研究が行われているが蒸着法を用いた報告はわずかしかない¹⁾³⁾。そのため、当研究室では蒸着法を用いた Mn-Ga 薄膜の研究を行ってきたが、先行研究より膜厚の減少に伴う垂直磁気異方性の減少が報告されている。従って、本研究では Mn-Ga に Fe を添加した Mn_xFe_yGa 薄膜を作製し、組成変化に伴う磁気異方性および諸磁気特性の関係を明らかにし、膜厚を薄くした際の磁気特性の変化を調べることを目的とした。また、蒸着法およびスパッタリング法を用いて試料を作製することにより、作製手法による磁気特性への影響を検討した。

実験方法

試料は超高真空電子ビーム蒸着装置および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. / Mn-Fe-Ga / Cr (10 nm) である。主層の Mn-Fe-Ga の膜厚は $t_{\text{Mn-Fe-Ga}} = 1, 2, 3, 5, 10, 20 \text{ nm}$ と変化させた。はじめに、基板処理を 700°C で 30 分間行った後、Mn_xFe_yGa を基板温度 $T_s = 200^\circ\text{C}$ で Mn-Ga と Fe を交互積層させることにより成膜を行った。その後、 $T_a = 300^\circ\text{C}$ で 30 分間熱処理し、キャップ層として Cr を室温で成膜した。作製した試料の組成はエネルギー分散型 X 線回折装置(EDX)、結晶構造は X 線回折装置(XRD)、磁気特性は超伝導量子干渉時束計(SQUID)で評価し、表面荒さは原子間力顕微鏡(AFM)で観察した。また、超高真空電子ビーム蒸着法を用いた試料作製では結晶成長は反射高速電子回折装置(RHEED)によりその場観察を行った。

実験結果

蒸着法を用いて作製した Mn_xFe_yGa 薄膜では全組成の試料において、膜厚の減少に伴い $t_{\text{Mn-Fe-Ga}} = 5 \text{ nm}$ 近傍で面内容易軸から垂直容易軸へと変化し、飽和磁化(M_s)および垂直磁気異方性(K_u)の上昇が確認され、 $x = 0.5$ 、 $y = 2.5$ で最大の飽和磁化 $M_s = 878 \text{ emu/cm}^3$ 、 $x = 1.5$ 、 $y = 1.5$ で非常に大きな垂直磁気異方性 $K_u = 20.1 \text{ (Merg/cm}^3)$ が得られた。XRD パターンより、膜厚の減少に伴う c 軸の格子定数が減少する傾向および RHEED 構造解析により a 軸を算出した結果、膜厚の減少に伴う格子定数の増加が確認された。また、蒸着法とスパッタ法の両手法を用いて作製した Mn_{0.5}Fe_{2.5}Ga において、飽和磁化は作製手法による大きな差は確認されなかった。然しながら、蒸着法を用いた試料においては $t_{\text{Mn-Fe-Ga}} = 1 \text{ nm}$ で垂直磁気異方性の発現が確認されたが、スパッタ法を用いて作製した試料においては全ての膜厚において面内容易軸を示すことが確認された。従って、蒸着法を用いて作製した場合、スパッタ法と比較して面内容易軸から垂直容易軸へと変化しやすいことが考えられる。講演では、磁気特性の膜厚依存性および作製手法依存性について格子歪の観点から考察する。

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).
- 3) K. Sato, Y. Takahashi, H. Makuta, T. Shima and M. Doi, T. Magn. Soc. Jpn., 2, 48-51 (2018)

C11_b構造を有する Cr₂Al(001)薄膜の作製

濱口 峻佑, 豊木 研太郎, 白土 優, 中谷 亮一
大阪大学大学院工学研究科

Fabrication of C11_b-type Cr₂Al(001) thin film

Shunsuke Hamaguchi, Kentaro Toyoki, Yu Shiratsuchi and Ryoichi Nakatani
Graduate School of Engineering, Osaka University

【はじめに】

近年、強磁性トンネル接合(MTJ)素子を使用することで、ハードディスクの磁気ヘッドや不揮発性磁気抵抗メモリの性能が大幅に向上している。中でもトンネル障壁絶縁層材料に MgO(001)層を用いた積層膜において、高い TMR 比が報告されている¹⁾。MTJ 素子の動作を容易にするために、一方の強磁性層の磁化は反強磁性体や Synthetic フェリ磁性体を用いて磁氣的に固定される。強磁性層に Co-Fe(B)を用いる場合、MTJ 素子では MgO 層と Co-Fe(B)層を(001)配向させることが重要である。一方、従来のスピバルブ薄膜に用いられてきた反強磁性体は Mn-Ir(111)層が用いられており、上記 MTJ 素子膜の各層との格子整合性の観点から(001)配向した反強磁性層を用いた高い交換バイアス膜の実現が望まれる。

Cr₂Al²⁾は C11_b構造を有する反強磁性体であり、Cr₂Al(001)配向させた場合の MgO(001)との格子ミスフィット 0.84%と小さくなることが期待できる。しかしながら、これまでに C11_b Cr₂Al 薄膜に関する研究はほとんど行われておらず、C11_bCr₂Al の成長条件を始め、C11_bCr₂Al を用いた交換バイアスに関する研究も行われていない。本研究では、分子線エピタキシー(MBE)法を用いて MgO(001)基板上での C11_bCr₂Al(001)薄膜の形成について検討した。

【実験方法】

試料作製には、分子線エピタキシー(MBE)法を用いた。MgO(001)単結晶基板を大気雰囲気下 1273 K で 3 h 熱処理した後、超高真空中で Ar イオンミリング、および、1073 K で 1 h アニールすることで基板表面の水和物などの除去と基板表面の平坦化を行った。Cr₂Al の成長温度を 323, 373, 473, 573, 673, 773, 873, 973, 1073 K、膜厚を 50 nm として製膜した。製膜前に水晶振動子を用いて両元素の成長速度を測定・制御し、Cr : Al = 2:1 の組成比となるように成長速度を調整した。作製した試料の構造を、X線回折(XRD)測定を用いて評価した。

【実験結果】

Figure 1 に代表的な XRD プロファイルとして、成長温度を 473, 673, 873, 1073 K として作製した試料に対する測定結果を示す。成長温度を 473 K とした場合、C11_bCr₂Al(200)と考えられる回折ピークが観測された。成長温度の上昇とともに、C11_bCr₂Al(200)に起因すると考えられる回折ピーク強度は低下し、一方、C11_bCr₂Al(006)および C11_bCr₂Al(002)に起因すると考えられる回折ピークが観測された。この結果は、成長温度の上昇とともに *a* 面配向から *c* 面配向に変化することを示唆するが、成長温度を 873, 1073 K とした場合でも、C11_bCr₂Al(200), (006)に起因する回折ピークが観測され、完全な *c* 面配向製の実現には、成長温度のみでなく、適切なバッファー層の選定など、更なる検討が必要であることがわかった。

参考文献

- 1) S. Yuasa, T. Nagahama, A. Fukushima, Y. Suzuki, K. Ando, Nat. Mater. **3** (2004) 868–871.
- 2) A. Kallel, Comptes Rendus Acad. Sci. B **268** (1969) 455-458.

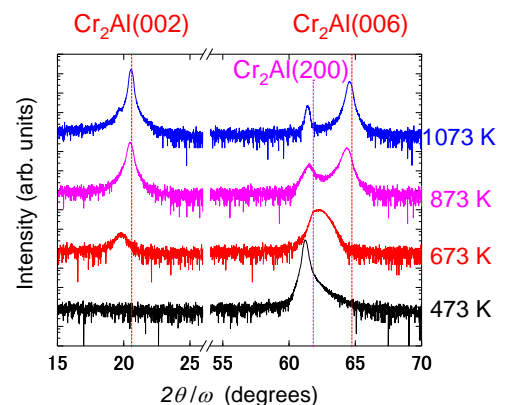


Fig. 1 473, 673, 873, 1073 K で作製した薄膜の XRD プロファイル。

MgO/Co/Pt 積層膜における磁気異方性および ダンピング定数の電界効果

砂古口藍子、大島大輝、岩田聡*、加藤剛志
(名古屋大、*名産研)

Electric field effect of magnetic anisotropy and damping constant in MgO/Co/Pt trilayers

A. Sakoguchi, D. Oshima, S. Iwata*, T. Kato
(Nagoya Univ., *NISRI)

はじめに

磁気ランダムアクセスメモリ(MRAM)は、高い書き換え耐性があり、高速で読み書きが可能な不揮発性メモリとして注目される一方で、書き込み時の消費電力の低減が課題である。電界アシスト磁化反転¹⁾は、現在主流のスピン移行トルク(STT)磁化反転に対し、書き込み時の電力を飛躍的に低減できる技術として注目されている。電界アシスト磁化反転において安定した書き込みを行うためには、電界印加時における磁性膜の磁化ダイナミクスを理解する必要がある²⁾。本研究では、垂直磁気異方性を示す MgO/Co/Pt 積層膜において、垂直磁気異方性とダイナミクスの電界による変調を時間分解磁気光学 Kerr 効果(TRMOKE)を用いて調べた。

実験方法

スパッタリング装置にて、ITO(35 nm)/MgO(10 nm)/Co(1.2 nm)/Pt(1.6 nm)/Ta(10 nm)/熱酸化膜付き Si 基板を成膜した。異常ホール効果(AHE)測定のため、Ar⁺エッチング装置を用いて十字のパターンを作製し、クロス部分に電圧印加用電極を配線して-3 V~3 Vの電圧を印加した。磁化ダイナミクスを調べる 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、Pump 光として波長 1040 nm、Probe 光として二次高調波の 520 nm のレーザ光を試料に入射した。測定の際、外部磁界を膜面法線方向から 73° の角度、5-14 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 $\exp(-t/\tau)\sin(\omega t)$ でフィッティングし、角周波数 ω と緩和時間 τ から実効異方性磁界 H_{keff} 、g 係数、ダンピング定数 α を算出した。

実験結果

Fig. 1 は AHE と TRMOKE 測定から得た H_{keff} の電界依存である。両測定において電界の増加に伴い、 H_{keff} は直線的に減少した。AHE と TRMOKE の測定から得た磁気異方性の電界効果はそれぞれ -32 fJ/Vm, -47 fJ/Vm である。Fig. 2 は α の電界依存を示している。 α は電界が印加されていない場合、 $\alpha = 0.024$ 程度であったが、電界の増加に伴い減少し、0.3 V/nm の電界で 0.019 まで減少した。これは、MgO/CoFeB/Ta 積層膜³⁾で報告されている値の 5 倍程度の電界効果であった。

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).
- 3) A. Okada, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 052415 (2014).

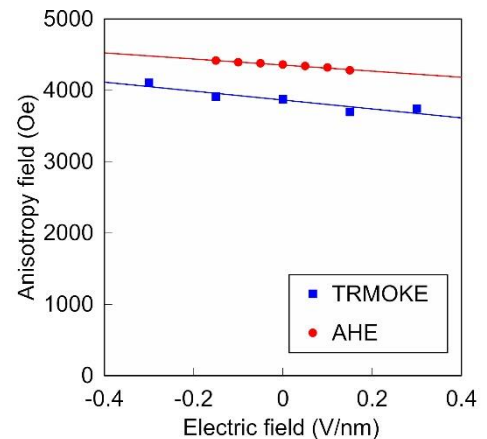


Fig.1 Electric field dependence of effective magnetic anisotropy field of the MgO/Co/Pt trilayer

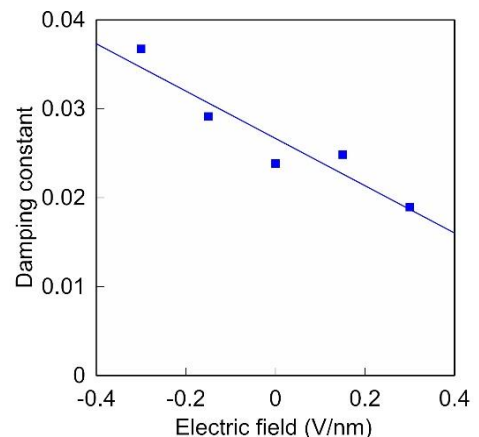


Fig.2 Electric field dependence of damping constant of the MgO/Co/Pt trilayer

FeCo/Pt/CoNi 多層膜による DMI の強化

大原健太郎, 劉小晰
(信州大工)

Enhancement of DMI on Multi-layer FeCo/Pt/CoNi

Kentaro Ohara, Xioaxi Liu
(Shinshu University)

はじめに

強磁性体と重金属からなる空間反転対称性の破れた磁性多層膜において、ジャロシンスキ・守谷相互作用 (DMI) によってカイラル磁壁や磁気スキルミオンなどのトポロジカル磁気構造は発現し、それがスピントロニクス研究として注目されている。磁気スキルミオンはナノスケールの極小なサイズで、トポロジカルのにも保護されているため、超高密度・超低消費電流の磁気記録デバイスへの応用が期待されている^[1]。そのため、磁気スキルミオンの応用の実現には磁気スキルミオンが室温かつゼロ磁場を含む広い環境の範囲において安定していることが望まれる。磁気スキルミオンの発現には DMI を有し、膜構造の非対称性が必要であるといわれている。DMI は強磁性体と重金属の界面に生じる相互作用であり、これまで先行研究の多くは DMI の強化を行うために同じ磁性体を異なる重金属が挟むことによる磁気スキルミオンの発現である。一方で、異なる磁性層を挟む重金属の磁気スキルミオンの発現についての報告は少ない。したがって今回は、Pt/FeCo/Pt/CoNi/Pt の多層膜 (FeCo/Pt/CoNi 膜) において同条件で製膜した Pt/CoNi/Pt/CoNi/Pt (CoNi/Pt 膜) の多層膜より DMI が強化されたことについて報告する。

実験結果

Fig.1 に CoNi/Pt 膜と FeCo/Pt/CoNi 膜のヒステリシスループ、磁気光学カー効果 (MOKE) 顕微鏡の観察結果を示す。二つの膜はマグネトロンスパッタ装置によって製膜しており、それぞれの膜の層の厚さは 0.5nm 以下になるようにした。その結果、CoNi/Pt 膜では保磁力が 70Oe 程度の垂直磁気異方性を示したのに対し、FeCo/Pt/CoNi は保磁力、残留磁化がほぼ 0 な軟磁性を示した。これは一般的にスキルミオンが発現するヒステリシスループの形であり、スキルミオンの発現が期待できる^[2]。次に MOKE 顕微鏡を用いて、磁区構造を観察したところ、Fig.1 (b) で CoNi/Pt 膜は DMI がほぼ 0 な磁区構造を得られたのに対して、Fig.1 (c) で FeCo/Pt/CoNi 膜は DMI が大きい値を示す磁区構造を得られた。また実際に 80e

の垂直外部磁場を与えたとき、FeCo/Pt/CoNi 膜でスキルミオンの発現を確認することができた。したがって、異なる磁性体を挟む重金属の構造で DMI を大きく強化することができることを確認した。

参考文献

- 1) W. Jiang, G. Chen, et al. Physics Reports. 704 (2014) 1-49.
- 2) T. Nozaki, Y. Jibiki, et al. Appl. Phys. Lett. 2019, 144 012402

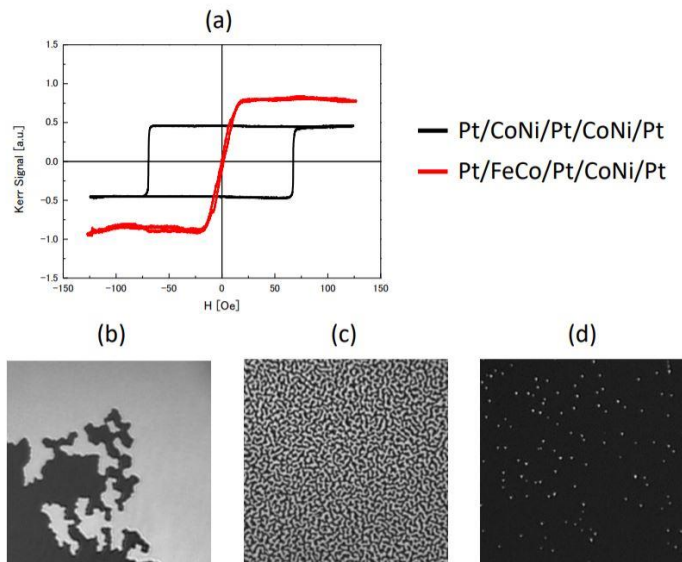


Fig. 1 (a) Hysteresis Loops for Perpendicular Magnetization. (b,c) MOKE images at zero field room temperature (Pt/CoNi/Pt/CoNi/Pt) and (Pt/FeCo/Pt/CoNi/Pt) (d) MOKE images applying 80e Perpendicular field to (Pt/FeCo/Pt/CoNi/Pt).

[Fe/Co/Ni]_n 多層膜の作製と温度の最適化

齋藤 彪我¹, 宮下 拓也¹, 熊谷 卓也¹, 中尾 太一¹, 古矢大悟¹, 小嗣 真人¹
(東京理科大学¹)

Fabrication of [Fe/Co/Ni]_n thin films and optimization of temperature

Hyuga Saito¹, Takuya Miyashita¹, Takuya Kumagai¹, Taichi Nakao¹, Daigo Furuya¹, Masato Kotsugi¹
(Tokyo Univ. of Sci.¹)

はじめに

社会の次世代エネルギーの発展に伴い、高い磁気異方性をもつハード磁性材料は非常に重要な役割を果たす。さらに、資源の枯渇リスクや環境破壊の観点から、貴金属フリーの新規磁性材料が求められている。そこで我々は、レアアースフリーかつ高い一軸異方性をもつ規則合金に着目し、L1₀合金のパルスレーザー蒸着(PLD)法による人工創製と物性調査に取り組んできた。しかしながら、既往の研究では2元系合金に限定されており、元素種および積層順、また蒸着温度には検討の余地が大きく残されている。

そこで本研究では、PLD装置を用いてFe、Co、Niを蒸着元素とし、単原子構造積層により、新たな磁気多層膜の創製を行った。さらに蒸着温度を変えたものを複数作製し、それらの表面構造、結晶構造解析、磁気特性解析を行うことによって作製温度の最適化を行った。

実験方法

実験では、MgO(001)単結晶上にPLD装置による単原子交互積層法を用いて成膜を実施した。試料の内容としては、Cu 25 nmの下地層の上に(Fe/Co/Ni)を1単位として51ML蒸着した。このときの蒸着温度を室温から600°Cまで100°Cごとに変化させた。作製した試料については、各層ごとに反射高速電子回折(RHEED)を用いた表面の面内格子定数の調査を行った。物性解析では、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて表面平坦性の調査し、X線回折(XRD)を用いて結晶構造を評価した。さらには超伝導量子干渉磁力計(SQUID)を用い、磁気特性評価を行った。

実験結果

Fig1にXRD測定で得られたFe/Co/Ni試料の200°C、300°C、400°Cにおける面外スペクトルを示す。本測定結果より、どの蒸着温度においてもCu(002)ピークとCu(004)ピークの広角側にそれぞれ試料由来と見られるピークが出現した。また、温度が上がるとそれらのピークが低角側にシフトしていく傾向が見られた。

Fig2にSQUID測定で得られた蒸着温度300°C作製のFe/Co/Ni試料の磁化曲線を示す。磁気ヒステリシスより、飽和磁化M_sは549 emu/cc、磁気異方性エネルギーK_uは9.39×10⁴ erg/ccと算出された。まず磁化容易軸は面内方向であった。今回の試料では蒸着レートが遅れによりM_s、K_uともに値が小さかったが、今後は特性の更なる向上が期待される。

参考文献

- [1] M. Saito et. al., Appl. Phys. Letters 114, 072404, (2019)
- [2] T. Kojima et. al., Jpn. J. Appl. Phys., 51, 010204, (2012)
- [3] H. Ito et al., AIP Advances 9, 045307 (2019)

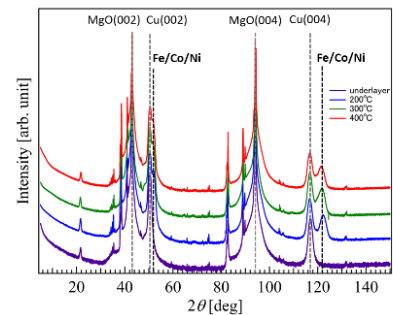


Fig.1 XRD patterns of Fe/Co/Ni sample

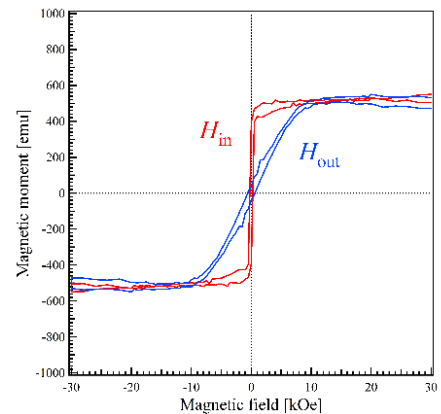


Fig.2 Magnetization curve of Fe/Co/Ni deposited on 300°C

Perpendicular magnetic anisotropy of Fe/cubic CrO/MgO heterostructures

Y. Iida^{1,2}, Q. Xiang², T. Scheike², Z. Wen², J. Okabayashi³, T. Ohkubo², K. Hono^{1,2}, H. Sukegawa² and S. Mitani^{1,2}

¹ Graduate School of Pure and Applied Sciences, University of Tsukuba, Tsukuba 305-8577, Japan

² Research Center for Magnetic and Spintronic Materials, National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba 305-0047, Japan

³ Research Center for Spectrochemistry, The University of Tokyo, Tokyo 113-0033, Japan

Single-crystalline Fe/MgO interfaces show large perpendicular magnetic anisotropy (PMA) of 2 mJ/m².¹⁾ The hybridization of Fe-3d_{z²} and O-2p_z orbitals plays an important role for PMA at Fe/MgO interface.²⁾ Moreover, the magnetic anisotropy at Fe/oxide interface can be tuned by the electric field,³⁾ and large voltage control magnetic anisotropy (VCMA) coefficients of 290 fJ/Vm at Fe/MgO interface were reported.⁴⁾ Experimental and theoretical approaches have also been performed for enhancing PMA and VCMA by inserting heavy metals into Fe/MgO interface.^{5,6)} Thus, Fe/MgO based magnetic tunnel junctions (MTJs) are promising for voltage-control magnetoresistive random access memory. In this study, we investigated structure and magnetic properties of Fe/MgO heterostructures formed by a sputtering process and found the formation of rock-salt-type CrO at the Fe/MgO interface, which shows interface PMA energies of 1.55 mJ/m².

The multilayered stacks of MgO substrate (001)/MgO(5 nm)/Cr(30 nm)/Fe(0.7 nm)/MgO(2 nm) were prepared by rf-sputtering. MgO substrate and Cr buffer were annealed at 500 °C. After the deposition, post-annealing was performed at $T_a = 300, 400, 500$ °C, and an as-deposited sample was also prepared for comparison. The structural analyses were performed using aberration corrected scanning transmission electron microscopy (STEM) with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). In as-deposited samples, the oxidation of Fe layer was confirmed, suggesting that it was oxidized during the sputter-deposition of MgO layer. After the post-annealing with $T_a = 500$ °C, Cr-oxide was segregated between Fe and MgO layers. From the nanobeam electron diffraction (NBD) patterns, the Cr-oxide layer was characterized as the rock-salt type structure. In addition, it was found that the Fe oxide was reduced by Cr and returned to pure Fe.

The magnetic properties were investigated using a vibrating sample magnetometer. Saturation magnetizations increased with the post-annealing temperatures. The stacks with $T_a = 400, 500$ °C show effective PMA energies of 0.82 and 0.77 MJ/m³, respectively. Interface PMA energies of 1.55 mJ/m² were achieved in the samples with $T_a = 500$ °C, suggesting that the PMA occurs at the Fe/CrO interface. Our demonstration revealed that the diffusion of Cr leads to the well-controlled flat heterostructure, resulting in a cubic CrO ultrathin layer stabilized at Fe/MgO interface.

Acknowledgements

We thank J. Uzuhashi for the structural analyses. This work was partly supported by the JSPS KAKENHI Grant Number 16H06332. Y. I. acknowledges the National Institute for Materials Science for the provision of the NIMS Graduate Research Assistantship.

References

- 1) J. W. Koo *et al.*, Appl. Phys. Lett. **103**, 192401 (2013).
- 2) H. X. Yang *et al.*, Phys. Rev. B **84**, 054401 (2011).
- 3) T. Maruyama *et al.*, Nat. Nanotechnol. **4**, 158 (2009).
- 4) T. Nozaki *et al.*, Phys. Rev. Appl. **5**, 044006 (2016).
- 5) T. Nozaki *et al.*, APL Mater. **6**, 026101 (2018).
- 6) K. Masuda *et al.*, Phys. Rev. B **98**, 224421 (2018).

Rashba 型スピン軌道結合が誘起する Fe/Au(111) 界面の垂直磁気異方性

岡林潤¹、李松田²、境誠司²、三井隆也²、小林康浩³、田中清尚⁴、三谷誠司⁵

¹東大理、²量研機構、³京大複合研、⁴分子研、⁵NIMS

Perpendicular magnetic anisotropy induced by Rashba-type spin-orbit coupling in Fe/Au

J. Okabayashi¹, S. Li², S. Sakai², T. Mitsui², Y. Kobayashi³, K. Tanaka⁴, and S. Mitani⁵

¹UTokyo, ²QST, ³Kyoto Univ., ⁴IMS, ⁵NIMS

Au (111) 表面上の Fe 超薄膜は、界面における軌道混成の変調により Fe 層が垂直磁気異方性を示すことが報告されている[1]。第一原理計算やモデル計算、及び磁気円二色性(XMCD)による研究が 20 年来行われてきた[2, 3]。しかし、界面の Fe の 3d 軌道状態と軌道角運動量の異方性は明確ではなく、スピン軌道相互作用が絡んだ特異なバンド構造の元素別な軌道分解解析が重要になる。特に、Rashba 型スピン軌道相互作用が誘起する垂直磁気異方性について理論的に提唱されており[4]、空間・時間反転対称性の破れたトポロジカルスピン軌道物性の舞台ともなりうる。本研究では、極薄 Fe 堆積に伴う界面電子状態を調べるために、 γ 線領域のメスバウアー分光、軟 X 線領域の X 線磁気円二色性(XMCD)、真空紫外領域の角度分解光電子分光 (ARPES) を用いて Fe/Au(111) 界面の軌道状態を議論することを目的とする。

試料作製について、超高真空中にて Au(111) 表面に 3 分子層 (ML) の Fe を 150°C にて電子線蒸着により堆積した。メスバウアー分光測定用に界面 1 層には ⁵⁷Fe 同位体を用い、他は安定核種 ⁵⁶Fe を用いた。最表面には Au 1nm の被覆層を用いた。単結晶成長を高速電子線回折により確かめた。放射光メスバウアー分光について、SPring-8 B11XU にて 14.4 keV の偏光入射光を用い、20 K にて垂直磁場印加中に測定を行った。XMCD 測定について、高エネルギー研 PF BL-7A(東大理)にて行った。また、分子科学研究所 UVSOR にて、直線偏光を用いた ARPES を行った。

磁化測定では、Fe 3 ML/Au(111) の構造において垂直磁気異方性を観測した。面内面直の磁化曲線の異方性が 0.01 μ_B であり、軌道異方性エネルギーに換算すると 10^5 J/m³ となった。さらに、放射光メスバウアー分光では、微細構造の解析により、原子核内部磁場が界面にて増大した。この理由は、界面の軌道磁気モーメントの増大を反映していることとして説明できることが判った。角度依存 XMCD にて、軌道磁気モーメントの異方性は $\Delta m_{orb} = 0.01 \mu_B$ となり、磁化測定と同等の軌道異方性を説明できる。さらに、試料作製後に超高真空中を搬送し、その場(in-situ)ARPES を行った。Au(111) の表面状態は、Rashba 分裂していることを確認し、その上に Fe を堆積し、*s*, *p* 直線偏光を用いた ARPES を行った。面内・面直軌道を分解したバンド分散を観測し、3 ML の Fe 堆積の電子状態は、バルク Fe と異なる Au(111) 表面との pd 混成軌道を示した。

これらの結果により、Fe/Au(111) の界面の軌道状態と垂直磁気異方性を議論できる[5]。

(1) メスバウアー分光にて軌道磁気モーメントを検出できるか メスバウアースペクトルにおける内部磁場は $H_{hf} = H_{fermi} + H_{dipole} + H_{orb}$ と表され、原子核周囲の *s* 軌道が軌道モーメント(H_{orb})を有し、*sd* 結合を通して *d* 軌道の磁気モーメントが判る。Au との界面の成分にて H_{hf} の増大があり、これが軌道モーメントの増大に起因し、XMCD による軌道成分の見積もりと一致することが判った。

(2) Fe/Au(111) の垂直磁気異方性の起源は何か Au 原子のスピン軌道相互作用により Rashba 分裂した Au(111) 6p 表面準位が界面にて Fe と結合することで、Fe の軌道異方性は Au のスピン軌道相互作用を通して獲得できるものと考えられる。このように、異種界面のそれぞれの特性を活かした結果として界面垂直磁気異方性が生じる可能性があり、界面新機能性の開拓に繋がる。

参考文献

- [1] K. Shintaku et al., Phys. Rev. B **47**, 14584 (1993). [2] O. Toulemonde et al., J. Appl. Phys. **95**, 6565 (2004)
 [3] P. Ohresser et al., Phys. Rev. B **64**, 104429 (2001). [4] S.E. Barnes et al., Sci. Rep. **4**, 4105 (2013).
 [5] J. Okabayashi et al., submitted.

Si₃N₄ 添加 Fe 薄膜の成膜条件と膜構造の関係

三浦直之, 桐野文良*, 成田克, 稲葉信幸, 高橋豊
(山形大学大学院理工学研究科, *東京藝術大学)

Relationship between deposition condition and film structure of Si₃N₄-added Fe thin films
Naoyuki Miura, Fumiyoshi Kirino*, Yuzuru Narita, Nobuyuki Inaba, and Yutaka Takahashi
(Graduate School of Science and Technology, Yamagata Univ, *Tokyo Univ. of Arts)

はじめに 電子機器の作動周波数の高周波化に伴い素子間での電磁波干渉が問題視されているが、現在実用化されているフェライト系電波吸収体では数 GHz 以上の帯域において良好な吸収特性を得られないため新たな電波吸収材料の開発が必要である¹⁾。高周波帯における電磁波ノイズの吸収方法として磁性体の強磁性共鳴が挙げられ、その自然共鳴周波数を高周波シフトさせるためには高異方性磁界、高飽和磁化の磁気特性を有し、さらに棒状または扁平状の磁性粒子形状が望ましいとされている²⁾。そこで本研究では磁性体 Fe、高周波帯での表皮効果を避けるため誘電体 Si₃N₄ を用いた材料を作製し、その構造及び特性変化を成膜時の Ar ガス圧とアニールのそれぞれの条件を変え調べたので、これを報告する。

実験方法 Fe-Si₃N₄ 薄膜は Si₃N₄ ターゲットと Fe チップを用いた RF マグネトロンスパッタにより Si 基板上に室温成膜した。同チップ配置にて成膜を行い、Ar ガス圧は 0.5 Pa (Fe_x:Si_{100-x}, x=72), 2.0 Pa (x=65), 5.0 Pa (x=57) の 3 種類とし、アニール試料は成膜後に真空中にて 300 °C で 30 分間の熱処理を施した。構造は XRD, SEM 及び TEM, 磁気特性は VSM, 電気特性は四探針測定法を用いてそれぞれ評価した。

実験結果 表面 SEM 像から Ar 2.0 Pa 及び 5.0 Pa で凹凸を持つ表面構造がみられた。それらの詳しい評価のため断面 TEM 観察を行ったところ Ar 0.5 Pa では粒はみられず高倍率にて bcc Fe (110) の格子像が確認され (Fig. 1(a)), Ar 5.0 Pa では平均粒径(短軸) 2.8 nm の柱状粒がみられたが格子像はみられなかった (Fig. 1(b))。また Out-of-plane XRD では 0.5 Pa のみ bccFe(011) の配向がみられた。電気抵抗率(90 K) は bulk Fe と比較し 15.7(0.5 Pa)~319(5.0 Pa) 倍の値を示した。これらから高压成膜によってグレインを持つ構造が見られることがわかった。次に膜質と磁気特性の向上を目的とし、同条件成膜後に真空中で 300 °C 30 分間のアニールを施した。XRD では 2.0 Pa で新たに bccFe(011) の配向がみられた。電気抵抗率はいずれも減少した。磁気特性は飽和磁化が平均 13.5 % 増加した。さらに磁化曲線の概形を比較したところ、高压試料の磁化曲線が図のような変化を示した (Fig. 2)。これらからアニールは膜質向上、結晶成長と飽和磁化の増加に寄与することがわかった。また磁化曲線の概形変化について柱状粒との結びつきを検討する必要がある。発表では異なるチップ配置の結果も含めて報告する。

参考文献

- 1) T. Tsutaoka, J. Appl. Phys. 93, 2789 (2003)
- 2) 平塚信之『軟磁性材料のノイズ抑制設計法』科学情報出版株式会社, vol.1, p190(2015)

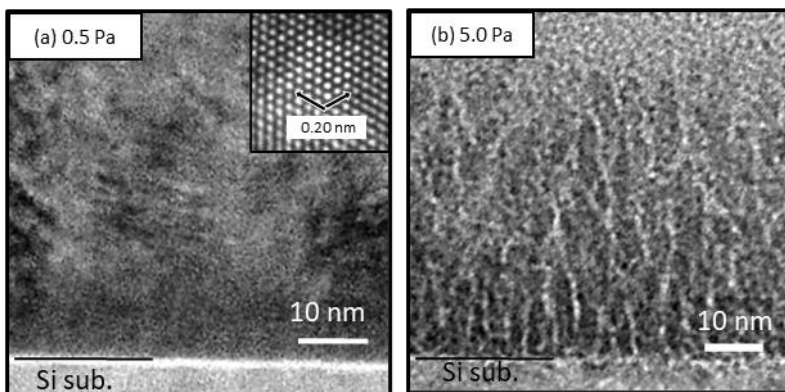


Fig. 1 Cross-sectional TEM images of Fe-Si₃N₄/ Si film deposited at different Ar gas pressures (a) 0.5 Pa and (b) 5.0 Pa. Inset: HR lattice image of Fe (111)

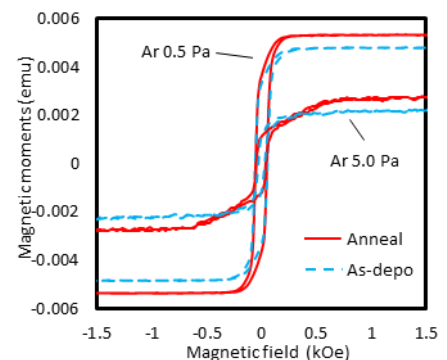


Fig. 2 In-plane M-H loops of Fe-Si₃N₄/ Si film.

異なる磁気異方性主軸をもつ2層膜界面におけるねじれたスピン構造

小野田 浩成¹, 雨宮 健太², 柳原 英人¹¹ 筑波大学, ² 高エネルギー加速器研究機構物質構造研究所

Twisted spin structure at the interface of bilayers having different magnetic anisotropy

H. Onoda¹, K. Amemiya², and H. Yanagihara¹¹ University of Tsukuba, ² KEK IMSS)

1 はじめに

低消費電力デバイスの実現に向け、電圧磁化反転方式の研究が盛んに行われている。電圧による磁化反転を実現し得る候補の1つとして、電気磁気 (ME) 効果が挙げられる。2005年に桂らによって、サイクロイド型磁気構造においてスピン軌道相互作用を組み込んだ計算により電気分極が発現するモデル (非線形 ME 効果) が提唱された¹⁾。しかし、単一物質内におけるサイクロイド型らせん磁気構造は不安定であり、非線形 ME 効果の観測例はほとんど低温でのものである。一方このモデルに従うと、ネール型 90° 磁壁 (ねじれスピン構造) においても電気分極の発現が期待できる。そこで我々は非線形 ME 効果が発現する新たな系として、磁気異方性主軸の異なる絶縁性強磁体 2 層膜における ME 効果について検討している。この構造では、一方の膜は垂直磁化膜で、もう一方の膜は形状磁気異方性が強く面内磁化膜となっている必要がある。本研究では、深さ分解 X 線磁気円二色性 (XMCD)²⁾ を用いて磁気異方性主軸の異なる絶縁性強磁体 2 層膜界面におけるスピン構造を調べた。

2 実験

試料は RF マグネトロンスパッタリング法で作製した。MgO(001) 基板の上に垂直磁化膜として (Co,Fe)₃O₄ (CFO) を 50 nm, その上に面内磁化膜として γ -Fe₂O₃ (GFO) を 30 nm 成膜した。スピンの向きを調べるために、深さ分解 XMCD 測定を KEK BL-16 で行った。測定前に膜面垂直方向から 30° 傾けた方向に磁場を印加し、その残留状態について調べた。その後、膜面内方向に磁場を印加した状態について調べた。また、スピンのヘリシティを調べるため直入射 (NI), 斜入射 (GI), 逆斜入射 (iGI) の 3 方向に対して XMCD 測定を行った。ここで、GI (iGI) は基板法線方向から 45° (-45°) である。

3 結果および考察

Fig. 1 に Fe の残留状態における深さ分解 XMCD の結果を示す。GI と iGI の結果から、XMCD 強度は表面に近いほど強くなる傾向を示し、これは表面に近いほど磁化の面内成分が強いことを意味する。また、Co の残留状態における XMCD 強度は深さに依らず一定であったことから、Co, すなわち、CFO の磁化の向きは膜面垂直方向であることが分かる。これらの結果から、GFO の磁化の向きが界面から表面に向かってねじれていると予測できる。講演当日は、磁化の傾きをパラメータとした深さ分解 XMCD スペクトルのフィッティング結果も報告する。

References

- 1) H. Katsura *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **95**, 057205 (2005).
- 2) M. Sakamaki and K. Amemiya, *Rev. Sci. Instrum.*, **88**, 083901 (2017).

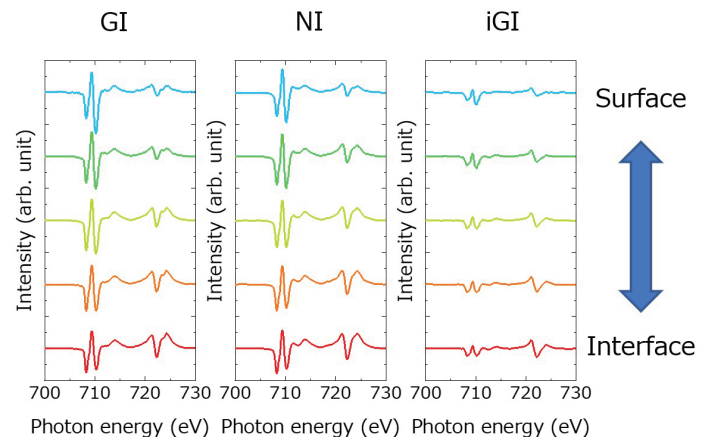


Fig. 1 Fe 2p \rightarrow 3d XMCD spectra for Fe in remanent at the GI, NI, and iGI configurations.

水素雰囲気下で熱処理された単層グラフェンの磁気特性

園田蓮、木村恭輔、藤原裕司、小林正、神保睦子*
(三重大、*大工大)

Magnetic properties of monolayer graphene annealed in hydrogen atmosphere
R.Sonoda, K.Kimura, Y.Fujiwara, T.Kobayashi, M.Jimbo
(Mie Univ., *Daido Univ.)

はじめに

グラフェンは高い電子移動度や熱伝導率などの特徴から、近年注目されている材料の一つである。一般的にグラフェンは反磁性を示すが、表面および端部への官能基の結合や欠陥より、強磁性や超常磁性の性質を発現するという理論的な報告²⁾³⁾がされている。炭素と軽元素の組み合わせで強磁性が発現した場合、価格や入手のしやすさに優れているため、新規な磁性材料として期待されている。本研究では酸化させたグラフェンを水素含有雰囲気下で還元することにより、磁気特性を制御することを目指した。

実験方法

この実験では、Cheap Tube 社より購入した単層のグラフェンを使用した。この単層グラフェンは修正ハマ一法により作製されたものである。試料は、約 5wt%の塩酸で酸処理した後に蒸留水を加え 1 日ほど放置し、その後上澄みを廃棄する。これを繰り返すことで金属不純物を取り除いた。熱処理による試料の還元は Ar ガス中および Ar +H₂ 混合ガス中で行い、処理温度の条件を 400°C から 900°C で変化させ比較した。試料の磁気特性を VSM、化学結合状態を XPS、結晶構造を XRD で評価した。また、磁気的不純物の確認を EPMA で行った。

実験結果

Fig.1 に熱処理前の試料の XPS の測定結果を示す。スペクトルはガウス関数を用いてピーク分離した。Fig.2 は Ar +H₂ 混合ガス中で熱処理した試料の結果を示す。熱処理前の試料は sp³ と C-OH、O=C-OH のピークが存在している。熱処理後は、sp³ のピークが sp² に移動し C-OH のピークが小さくなっている。これは熱処理によって官能基が減少し、試料が還元されたためだと考えられる。

Fig.3 に Ar +H₂ 混合ガス中熱処理前後の酸化グラフェンの典型的なヒステリシスループを示す。還元前の酸化グラフェンは反磁性を示したのに対し、還元後の酸化グラフェンは強磁性を示し、約 0.01 emu/g の飽和磁化が確認できた。また、Ar 雰囲気中で熱処理された酸化グラフェンは強磁性を示さなかった。

これらの結果は、酸化グラフェンの磁気特性を決定する上で、H₂ の化学吸着が重要な役割を果たしていることを示している。

参考文献

- 1) M. Koshino : TANSO, **243**, pp. 104 - 109, 2010.
- 2) M. Maruyama et al.: J. Phys. Soc. Jpn., **73**, pp. 656 - 663, 2004.
- 3) J. Zhou et al.: Nano Lett., **9** No.11, pp. 3867 - 3870, 2009.

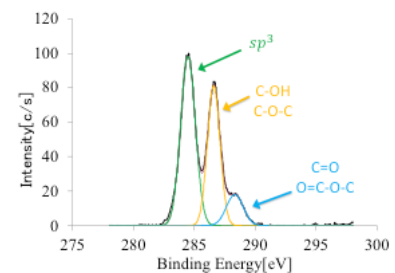


Fig.1 XPS spectrum of GO

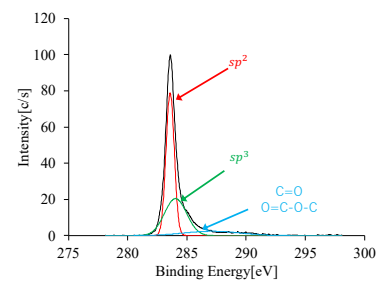


Fig.3 XPS spectrum of reduced GO

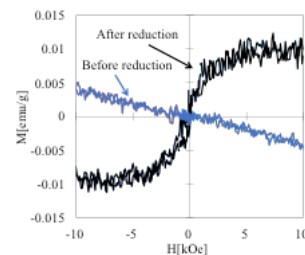


Fig.3 Typical hysteresis loops.

磁気光学イメージングに適するグラニューラー薄膜の材料探索

北原旭, 橋本良介*, 後藤太一, 中村雄一, Pang Boey Lim, 井上光輝**, 内田裕久
(豊橋技科大, *鈴鹿高専, **高専機構)

Material investigation of granular thin films suitable for magneto-optical imaging
A. Kitahara, R. Hashimoto*, T. Goto, Y. Nakamura, P. B. Lim, M. Inoue**, H. Uchida
(Toyohashi Univ. of Tech., *NIT. Suzuka College, **National Institute of Technology)

はじめに

鉄鋼の破壊原因の一つに疲労亀裂があり、マイクロクラックと呼ばれる微小欠陥から進展することが知られている。微小な亀裂を高分解能で検査する技術の開発によって、建造物の安全性を保つことができるようになる。鉄鋼材の傷からの漏れ磁束を観察できる方法として磁気光学 (Magneto Optical : MO) イメージング¹⁾がある。これは、被検体表面に配置した磁性薄膜により欠陥からの漏洩磁界を光強度に変換する技術で、欠陥の可視化が可能になる。しかし、磁気光学薄膜の特性により感度が異なり、磁気飽和の大きさが測定感度とダイナミックレンジに関係するため、測定対象ごとに印加磁界の大きさを変える必要が生じることが予想される。最近、新規な磁気光学材料として磁性グラニューラー薄膜²⁾が開発された。そこで本研究では、強磁性体と絶縁媒体による磁気および磁気光学特性への影響を明らかにし、MO センサへの利用に適する磁性グラニューラー薄膜の開発を目指す。

実験方法

本研究では、強磁性体金属に Co, FeCo, 絶縁媒体として SiO₂, Si₃N₄ などを用い、RF マグネトロンスパッタ装置 (HSR-551, 島津製作所) によって、石英基板上に磁性グラニューラー薄膜を作製した。透過率を分光光度計 (UV-3150, Shimadzu) で、ファラデー回転角の波長依存性を磁気光学効果測定装置 (J-1700FK, 日本分光) で測定した。

実験結果

基板加熱無しで作製した磁性グラニューラー薄膜の透過率を Fig. 1 に示す。実線は今回作製した Co-SiO₂ 磁性グラニューラー薄膜、破線は先行研究³⁾で作製した FeCo-Si₃N₄ 磁性グラニューラー薄膜である。Fig. 1 より、Co-SiO₂ 磁性グラニューラー薄膜 (厚さ 340 nm) のほうが FeCo-Si₃N₄ 磁性グラニューラー薄膜 (厚さ 224 nm) より透過率が高いことが分かる。MO 効果の利用では、透過率と回転角の両方が必要であるため、この SiO₂ 媒体を利用する薄膜は MO センサとして有利であると考えられる。Fig. 2 はファラデー回転角スペクトルを示し、Co-SiO₂ 磁性グラニューラー薄膜では波長 900 nm 近傍で -1.6 deg/μm が得られた。これは FeCo-Si₃N₄ 磁性グラニューラー薄膜の 1500 nm 近傍で得られる回転角 -1.3 deg/μm より大きかった。

参考文献

- 1) 岩崎勝博, “磁気光学素子を利用した磁気探傷技術”, 検査技術, 44-50 (2011).
- 2) N. Kobayashi et al., Scientific Reports 8, 4978 (2018).
- 3) 西本光佑 他, マグネティクス研究会資料, MAG-19-227, 35-39 (2019).

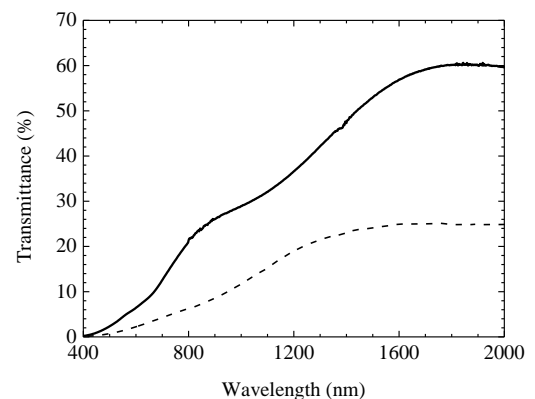


Fig. 1 Transmittance spectra for granular films. Solid curve: Co-SiO₂, dashed curve: FeCo-Si₃N₄.

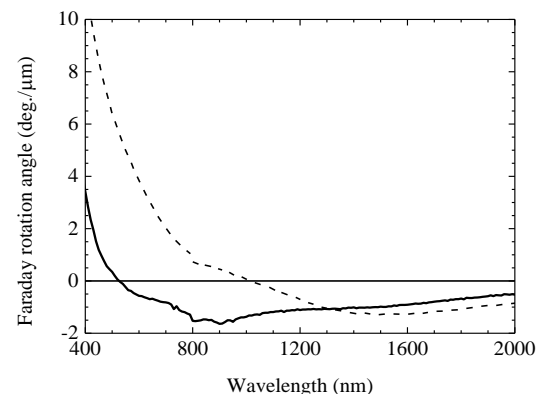


Fig. 2 Faraday rotation spectra for granular films. Solid curve: Co-SiO₂, dashed curve: FeCo-Si₃N₄.

グラニューラ薄膜を用いたひずみセンサの開発

上部智也、藤原裕司、大島大輝*、加藤剛志*、神保睦子**、岩田聡*
(三重大、*名古屋大、**大同大)

Development of strain sensor with granular film

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

はじめに

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

実験方法

成膜は DC 電源・RF 電源を持つマグネトロンスパッタリング装置を使用した。a-FeSiBNb 薄膜は 0.5Pa、Co-AIO 薄膜は 1Pa で成膜した。膜厚はともに 300nm である。基板はマイクロカバーガラスを使用した。ひずみセンサ素子はリフトオフにより a-FeSiBNb 電極を作製し、ギャップ部に Co-AIO を成膜することで作製した。素子の設計値は、ギャップ長は 4 μm 、幅は 600 μm である。磁気抵抗(MR)測定は直流二端子法で行った。磁気特性は VSM、トルク磁力計で評価した。

実験結果

本研究のひずみセンサ素子の概略図を Fig.1 に示す。a-FeSiBNb ヨークの磁気モーメント M を飽和させるために、外部磁界 H_{DC} を特定の方向に印加する。ひずみにより a-FeSiBNb ヨークの磁気モーメント M の方向を制御し、Co-AIO グラニューラ薄膜の抵抗を変化させる。これにより、Co-AIO グラニューラ薄膜の抵抗変化としてひずみを検出する。Fig.2(a)は簡単なモデルで行ったシミュレーション結果であり、引張ひずみに対する抵抗変化を示しており 1.0×10^{-4} 程度までのひずみを検出できることを示している。

Fig.2(b)は作製した素子に印加した引張ひずみに対する抵抗変化である。ひずみの印加方向は $H \perp \text{gap}$ で、ひずみ印加前に外部磁界 H_{DC} を $H // \text{gap}$ 方向に印加し、a-FeSiBNb の磁気モーメント M を $H // \text{gap}$ 方向に揃えている。 6.7×10^{-5} の引張ひずみを印加すると抵抗が減少していることがわかる。ひずみに対する抵抗変化率から求めたゲージ率(抵抗変化率/ひずみ)は約 11 で一般的な金属ひずみゲージ(ゲージ率約 2)より高感度であることがわかる。ただし、それ以上のひずみを印加すると抵抗が増加しており、これは Co-AIO グラニューラ薄膜の微粒子間隔が大きくなったことが一因と考えられる。

参考文献

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

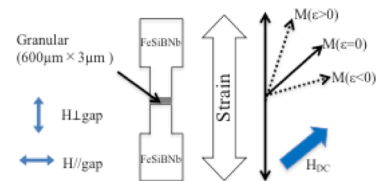
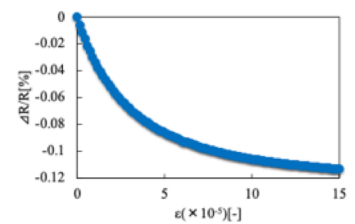
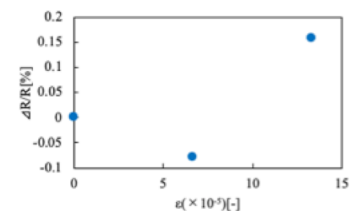


Fig. 1 Schematic of strain sensor



(a)



(b)

Fig.2 Resistance change on strain.

(a)Simulation and (b)Experimental results.

X/Co-Fe-B 薄膜における

飽和磁気ひずみおよびダンピング定数の膜厚による変化

田中 治憲, 宮崎 孝道, 栢 修一郎, 遠藤 恭 (東北大学)

Change in saturation magnetostriction and damping constant of X/Co-Fe-B thin films with thickness

H. Tanaka, T. Miyazaki, S. Hashi, Y. Endo (Tohoku University)

はじめに

Co-Fe-B 薄膜は高い飽和磁気ひずみ (λ_s) を有していることから, MTJ 素子を用いた高感度磁気ひずみ検知素子への応用が期待されている¹⁾. これまでの研究では, $(\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65})_x\text{B}_{100-x}$ 薄膜における λ_s は, B 組成の増加にともない減少することが報告されている²⁾. また, 10 nm 厚の Co-Fe-B 薄膜の λ_s 値は約 31 ppm と¹⁾, バルク値 (約 20 ppm)³⁾ に比べて高くなることが報告されている. しかしながら, Co-Fe-B 薄膜における λ_s の膜厚依存性や下地層効果などについては不明瞭な点が多い. これに加えて, STT-MRAM やスピントルクダイオードなどのスピントロニクス素子の創製にあたり, Co-Fe-B 膜は素子の一部を構成し, その動的磁化挙動の重要なパラメータであるダンピング定数 (α) について理解する必要がある. 本研究では, 異なる下地層上に製膜した Co-Fe-B 薄膜における λ_s および α について系統的に理解するために, それらの膜厚依存性について詳細に検討する.

実験方法

Co-Fe-B 薄膜および下地層は RF スパッタリングおよび DC マグネトロンスパッタリングを用いて製膜した. ここで, 下地層 (X) には Cu, Ti および Pt を選択した. 膜構成に関しては, Glass Sub./X(50 nm)/Co₄₀Fe₄₀B₂₀(3–30 nm) とした.

作製した薄膜の結晶構造および表面形状解析は, XRD および AFM を用いて行った. XRD より, Co-Fe-B 薄膜の結晶構造はアモルファスであることがわかった. 磁気特性評価は, VSM, 光てこ法による高感度薄膜磁気ひずみ測定装置および B-FMR 測定装置を用いて行った.

実験結果および考察

図 1 に下地層 (X) の異なる Co-Fe-B 薄膜における λ_s の膜厚依存性を示す. 下地層によらず, λ_s は膜厚の増加にともない増加する傾向を示した. また, いずれも λ_s 値はバルク値と比較して高く, 製膜時の応力誘起によるものと考えられる. 図 2 からわかるように, 下地層により α の膜厚依存性は異なった. すなわち, X = Cu の場合, α は膜厚の増加にともない緩やか減少した. また, X = Ti の場合, 膜厚の増加にともない減少し, その後一定となった. バルク値に対する α の増大は, 異方性分散などの磁氣的不均一性によるものと考えられる. X = Pt の場合, α は 7.5 nm 厚以下では約 0.03 であり, 10 nm 厚以上では約 0.01 となった. 他の下地層に比べて α が高く, スピンポンピングに由来するものと考えられる⁴⁾.

以上より, λ_s は下地層による依存性はなく, いずれもバルク値に比べて高くなった. 一方で, α は下地層により大きく依存することがわかった.

謝辞

本研究を行うにあたり, 試料作製および測定の一部に関して, 東北大学多元物質研究所 岡本 聡 教授, 菊池 伸明 助教のご協力を得ました. ここに深謝します. 本研究の一部は, 東北大学先端スピントロニクス研究開発センター, 東北大学スピントロニクス学術連携研究教育センター, 東北大学国際集積エレクトロニクス研究開発センターの支援により行われた. また, 本研究の一部は, 科研費(No. 17H03226)の補助のもとで行われた.

参考文献

- 1) D. Wang *et al.*, J. Appl. Phys., Vol.97, No.10, 10C906 (2005).
- 2) C. L. Platt *et al.*, IEEE Trans. Mag., Vol. 37, No. 4 (2001)
- 3) R. C. O'Handley, *Modern Magnetic Materials Principles and Applications*, John Wiley & Sons, Inc., NY, USA, (1999).
- 4) H. Lee *et al.*, J. Phys. D, Vol. 41, 215001 (2008).

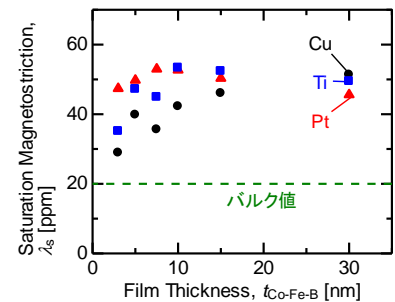


Fig. 1. Effect of underlayers on saturation magnetization.

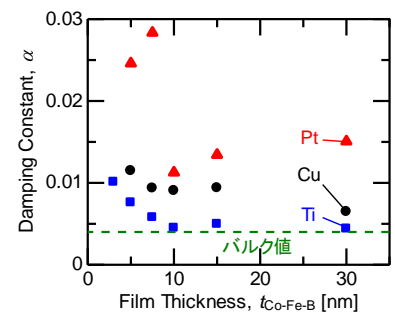


Fig. 2. α of Co-Fe-B thin films on different underlayers.

(Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{100-x}B_x 膜における構造と磁気特性の B 組成依存性

遠藤恭, 川辺泰之, 村松省吾, 宮崎孝道 (東北大学)

Dependence of Structure and Magnetic Properties on the B Composition for (Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{100-x}B_x Films

Y. Endo, Y. Kawabe, S. Muramatsu, T. Miyazaki (Tohoku Univ.)

はじめに

情報通信技術に関連する高速・小型・エネルギー高効率なデバイスの創製に向けて、強大な磁気ひずみを有する Fe-Ga 膜がその材料候補として期待されている¹⁾。我々はこれまでに Ga 組成の異なる Fe-Ga 多結晶膜の構造と磁気特性に関して詳細に検討し、Ga 組成の増加とともに飽和磁気ひずみが増加するものの、FMR 線幅が広がり面内有効ダンピング定数が高くなることを明らかにした^{2,3)}。これらの結果は、Fe-Ga 多結晶膜を情報通信技術に関連する新規デバイスへ応用するためにはそれらの軟磁気・高周波磁気特性を改善する必要があることを意味している。本研究では、Fe-Ga 膜における磁気特性の改善のために半金属元素の添加による効果を検討した。すなわち、半金属元素として B を選択して、B 添加した Fe-Ga 膜の構造と磁気特性の B 組成依存性について検討した。

実験方法

50 nm 厚の (Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{100-x}B_x (Fe-Ga-B) (0 ≤ x ≤ 14.9) 膜を石英基板上に DC マグネトロンスパッタ装置を用いて作製した。作製した Fe-Ga-B 膜の構造および組成は、XRD, TEM および EDX を、また磁気特性は、VSM, 光てこ法を用いた高感度薄膜磁歪装置およびブロードバンド FMR 測定法を用いた評価した。

結果および考察

B 組成の異なる Fe-Ga-B 膜の X 線回折パターンを図 1 に示す。いずれの B 組成においても回折角 44° 付近に弱いピークが観測された。これらの結果は、Fe-Ga-B 膜の結晶構造が B 組成によらず主に (110) 配向した bcc 構造であることを示唆している。このような結晶構造を有する Fe-Ga-B 膜における磁気特性を詳細に検討した。図 2(a) に示すように、飽和磁気ひずみ (λ_s) は B 組成を増加させると若干減少し、8.2 at.% 以上の B 組成範囲では増加する傾向が見られた。 λ_s 値は 9.4 at.% 以上の B 組成範囲では Fe-Ga 多結晶膜^{2,3)}よりも高くなった。この原因は bcc 格子中の格子間位置に B 原子が存在することによるものと考えられる。また、図 2(b) からわかるように、面内有効ダンピング定数 ($\alpha_{||}$) は、B 組成 4.7 at.% を除いて B 組成の増加とともに減少した。 $\alpha_{||}$ 値はいずれの場合も B を添加しない Fe_{0.75}Ga_{0.25} 膜に比べて低く、とりわけ B 組成 13.6 at.% 以上では Co-Fe-B 膜やゼロ磁歪組成の Ni-Fe 膜とほぼ同等となった。以上の結果から、Fe-Ga 膜は 10 at.% 以上の B を添加することにより磁気特性を改善させることができることがわかった。

謝辞

本研究の一部は、科研費基盤研究 (B) (No. 17H03226) の補助と、東北大学 CSRN, 東北大学 CSIS, 東北大学 CIES および ASRC の支援のもので行われた。

参考文献 1) B. K. Kuanr et al., JAP, **115**, 17C112 (2014)., 2) YE et al., JMMM, **487**, 165323 (2019)., 3) Y. Kawabe et al., JMSJ **3**, 34 (2019) (Japanese).

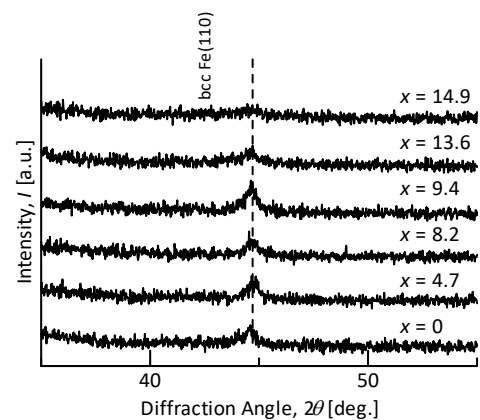


Fig. 1. X-ray diffraction (XRD) patterns of 50-nm thick (Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{100-x}B_x films with various B compositions.

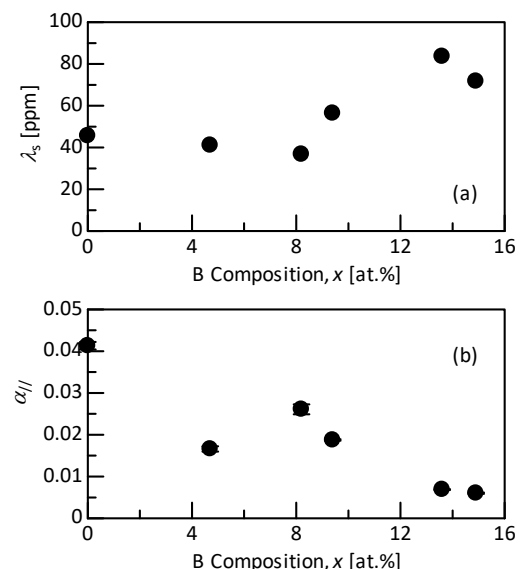


Fig. 2. Change in (a) saturation magnetostriction (λ_s) and (b) in-plane effective damping constant ($\alpha_{||}$) of 50-nm thick (Fe_{0.75}Ga_{0.25})_{100-x}B_x films with B composition (x).

Ga 組成の異なる Fe-Ga-B 薄膜における 構造と静的・動的磁気特性に関する研究

村松省吾、宮崎孝道、遠藤恭

(東北大学)

Study on the structure and static and dynamic magnetic properties of Fe-Ga-B thin films with various
Ga composition

Shogo Muramatsu, Takamichi Miyazaki, Yasushi Endo

(Tohoku Univ.)

はじめに

巨大な飽和磁歪を有する Fe-Ga 合金薄膜は高速かつ小型な高周波磁気デバイスへの応用が期待されている。我々はこれまでに Fe-Ga 多結晶薄膜における静的・動的磁気特性の Ga 組成による変化を検討し、それらの保磁力とダンピング定数が高くなることを報告した⁽¹⁾。この結果は Fe-Ga 多結晶薄膜を高周波磁気デバイスへ応用するためには、それらの磁気特性を改善する必要があることを示している。そこで本研究では、Fe-Ga 膜の軟磁性化および高周波磁気特性の改善を目指して、B を添加した Fe-Ga-B 薄膜を作製し、Ga 組成の異なる Fe-Ga-B 薄膜の構造と静的・動的磁気特性について検討・議論する。

実験方法

10 nm 厚の $\text{Fe}_{85.1-x}\text{Ga}_x\text{B}_{14.9}$ ($x=17.8-27.7$) をガラス基板上に DC マグネトロンスパッタリングを用いて製膜した。作製した試料の組成に関しては EDX および飽和磁化値から算定した。表面形状については AFM を、結晶構造については XRD および TEM を用いて評価した。また、静的・動的磁気特性については VSM、光てこ法を用いた高感度薄膜磁歪測定装置およびブロードバンド FMR(B-FMR)測定法を用いて評価した。

実験結果

Fe-Ga-B 薄膜における容易軸方向の保磁力 (H_c) およびダンピング定数 (α) の Ga 組成依存性を図 1 示す。 H_c に関しては Ga 組成に依存せずほぼ一定となり 10 Oe 程度であった。これらの値は先行研究のアモルファス Fe-Ga-B 膜(1 Oe)⁽²⁾に比べて高く、その原因は製膜法の違いによるものと考えられる。また、これらの値は Fe-Ga 多結晶膜(50 Oe)⁽¹⁾に比べて非常に低い値となった。 α に関しては Ga 組成の増加に対して 21.8 at.% まではほぼ一定であり、24.5 at.% で極小を取り、さらに Ga 組成を増加させると増加した。これらの値は 0.006 - 0.010 であり、Fe-Ga 多結晶膜(0.04)に比べて一桁ほど低くなった⁽³⁾。

以上の結果は Fe-Ga 合金への B の添加が Fe-Ga 多結晶膜の軟磁性化および高周波磁気特性を改善させることができることを表している。

謝辞 本研究の一部は、JSPS 科研費 JP17H03226 の助成と、東北大学国際集積エレクトロニクス開発センター (CIES)、東北大学先端スピントロニクス研究開発センター (CSIS)、東北大学スピントロニクス学術連携研究教育センター (CSRN) および情報ストレージ研究推進機構 (ASRC) の支援のもとで行われました。

参考文献 (1) 川辺泰之ら, T. Magn. Soc. Jpn, (Special Issues), **3**, 34-38 (2019). (2) J. Lou et al, Appl. Phys. Lett. **91**, 182504(2007). (3) Daniel B. Gopman et al., IEEE TRANSACTIONS, VOL. 53, NO.11, (2017).

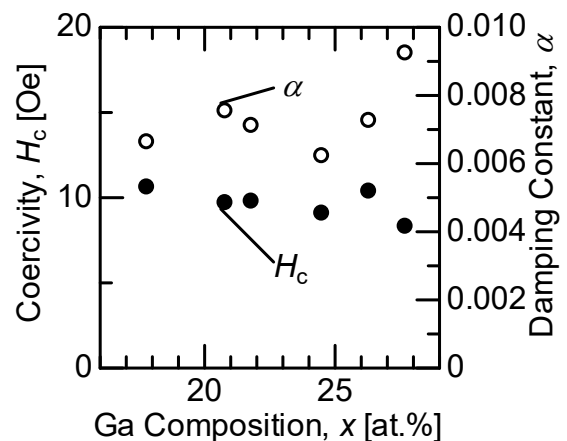


Fig.1 Dependence of coercivity and damping constant on Ga composition

アモルファス Fe-B 軟磁性微粒子の高周波磁気特性

村田 啓太、宮崎 孝道、増本 博、遠藤 恭
(東北大学)

Study of magnetic properties of amorphous Fe-B soft magnetic particles
Keita Murata, Takamichi Miyazaki, Hiroshi Masumoto, Yasushi Endo
(Tohoku Univ.)

はじめに

電子機器の高周波化が進むにつれて、GHz 帯における電磁ノイズ抑制体 (NSS) の需要が高まっている。一般的な NSS は、フェライトや磁性粉を樹脂に含んだシート状の構造となっているが、抵抗率が低く、渦電流損失によって GHz 帯において NSS 特性が低下する問題が指摘されている。我々のグループでは、これまでに水溶液還元反応法を改良した合成法で作製した Fe-B-P や Co-Fe-B などのアモルファス軟磁性合金微粒子の構造・磁気特性を検討し¹⁾、高抵抗率かつ良好な軟磁気特性が得られることを報告してきた。

本研究では、新たに高い飽和磁束密度 (B_s) の高い Fe-B アモルファス合金を選択し、アモルファス Fe-B 軟磁性微粒子の合成法とそれらの構造・磁気特性について検討した。

実験方法

アモルファス Fe-B 微粒子の合成法は、水溶液還元反応法を改良した方法であり、鉄塩を含む水溶液中に還元剤となる NaBH_4 を攪拌しながら滴下することで微粒子を得ることができる。

合成した微粒子の形状観察および構造解析に関しては、SEM および TEM を用いた。また、それらの磁気特性に関しては、微粒子とバインダーに用いた絶縁体の樹脂との Vol.% を 50% : 50% としてコンポジット材を作製し、それらを用いて VSM および複素透磁率測定装置により評価した。

実験結果

図 1 は合成した Fe-B 微粒子における SEM 像の一例である。形状は分散した粒径で、平均粒径 D_{50} はとなった。合成法を調整することにより、所望の D_{50} を有する Fe-B 微粒子の合成が可能であることを確認した。また、合成した微粒子における TEM 像においてハローパターンが観測されたことから、これらの結晶構造はアモルファス状態であることがわかった。

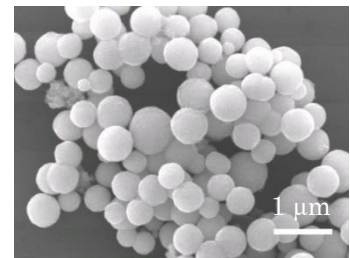


Fig. 1. SEM image of amorphous Fe-B particles

また、合成した微粒子における磁気特性に関して、飽和磁化 (σ_s) は D_{50} に関係なくほぼ一定で、それらの値は 130~150 emu/g となった。保磁力 (H_c) は平均粒径 D_{50} の増加にともないおおむね D^{-1} に沿って減少した。図 2 は複素透磁率の虚部をフィッティングおよび解析して導出した D_{50} による Fe-B 微粒子における共鳴ピーク周波数 (f_{FMR}) と線幅 (Δf_{FMR}) の変化である。 f_{FMR} は D_{50} の増加にともない 2.5 GHz から 1.7 GHz へ減少した。これらはいずれも L-S バンド内に存在した。また、 Δf_{FMR} は 5G に利用される 3~6 GHz を包含していた。以上より、合成したアモルファス Fe-B 軟磁性微粒子は GHz 帯における NSS への応用が期待できることと考えられる。

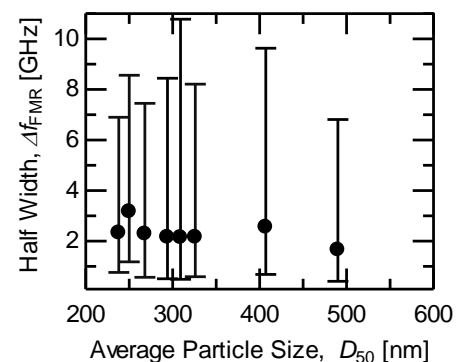


Fig. 2. Size dependence of Half-Width of FMR frequency, Δf_{FMR}

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 JP19K21952 の助成と、東北大学国際集積エレクトロニクス開発センター(CIES)、東北大学スピントロニクス学術連携研究教育センター(CSRN)および東北大学先端スピントロニクス研究開発センター(CSIS)の支援のもとで行われました。

参考文献

1) Y. Shimada, Y. Endo, M. Yamaguchi, S. Okamoto, O. Kitakami, Y. Imano, H. Matsumoto, and S. Yoshida, IEEE Trans. Magn., 45 (2009) 4298–4301.

急凝固法により作製した MnPt 合金の構造

江良 尚哉、佐藤 史和、佐々木 巖、飯久保 智、徳永 辰也、小川 俊文*

(九州工業大学、*福岡県工業技術センター)

Structure of MnPt alloy produced by the quench solidification method

N. Era, H. Sato, I. Sasaki, S. Iikubo, T. Tokunaga, T. Ogawa*

(Kyushu Institute of Technology, *Fukuoka Industrial Technology Center)

背景・目的

MnPt 系合金は組成や温度領域により複雑な磁気構造を有する材料である。Mn がリッチな Mn₃Pt は反強磁性を示し、MnPt では常磁性の不規則相とネール温度約 1000 K の反強磁性の規則相を有する¹⁾。また、Pt がリッチな MnPt₃ では強磁性を示す合金系として知られている²⁾。一方、ナノスケール化することにより、そのバルク特性とは異なる独特の物理的および化学的特性を示す。小野らは、反強磁性体である MnPt を化学的手法で作製し、MnPt がナノ粒子になることで強磁性を発現することを報告している³⁾。しかしその発現メカニズムは解明されていない。さらに、Lee らは同様に化学的手法により MnPt ナノ粒子の作製を試みたが、L1₀ 型の MnPt は得られず MnPt₃ が得られており、これが強磁性の要因であるとしている⁴⁾。このように化学的手法で作製した MnPt ナノ粒子の磁性は不明な点が多い。そこでナノ構造 MnPt の磁気特性を調査するために金属的手法に着目した。本研究では、単ロール式液体急凝固装置を用いて MnPt および B の添加をした MnPtB の急冷薄帯を作製し、構造等の調査を行った。

実験方法

高純度 Mn, Pt, B 始発原料から真空アーク溶解炉(協立電機製作所)を用いて MnPt 母合金および MnPtB 母合金を作製した。この母合金を単ロール式液体急凝固装置(日新技研 NEV-A05)にて急冷処理した。冷却速度は直径 200 mm の銅ロールの周速度を変化させることによる。構造解析には全自動水平型多目的 X 線回折装置 (リガク SmartLab)、表面の解析には走査型電子顕微鏡(日本電子 JSM-6010Plus/LA)を使用した。

結果

図 1 に MnPt 母合金および急冷薄帯の XRD 測定結果を示す。この結果より母合金は MnPt 単相であることが確認できた。急冷薄帯のピークの半値幅は母合金と比較し広がりを示しており、急冷することによる結晶粒径の微小化が確認された。また、シェラー式により導出した急冷薄帯結晶粒径は 20~30 nm であり先行研究³⁾より大きい。本講演では MnPtB の評価も併せて発表を行う予定である。

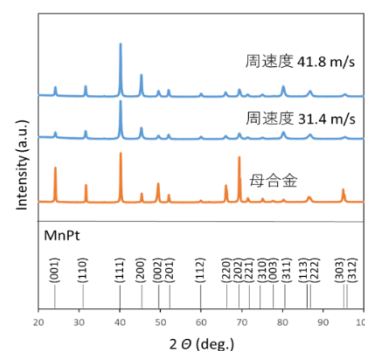


図 1 MnPt 母合金、急冷薄帯の XRD

参考文献

- 1) 梅津 理恵、深道 和明、佐久間 昭正、まてりあ、2004 年 **43** 卷 10 号 pp. 831-839
- 2) 加藤 剛志、岩田 聡、網島 滋、内山 晋、日本応用磁気学会誌、1995 年 **19** 卷 2 号 pp. 205-208
- 3) K. Ono, R. Okuda, Y. Ishii, S. Kamimura, and M. Oshima, J. Phys. Chem. B, 2003, **107**, pp. 1941-1942
- 4) D. C. Lee, A. Ghezlbash, C. A. Stowell, and B. A. Korgel, J. Phys. Chem. B, 2006, **110**, pp. 20906-20911

M 元素置換型ゲーサイトを出発原料とした還元窒化プロセスによる α'' -(Fe, M)₁₆N₂ ナノ粒子 (M= Co, Al) の作製

○ 飛世 正博, 齊藤 伸 (東北大学)

Synthesis of α'' -(Fe, M)₁₆N₂ nanoparticles obtained by hydrogen reduction and subsequent nitrogenation starting from α -(Fe, M)OOH (M= Al, Co)

Masahiro Tobise, Shin Saito (Tohoku University)

はじめに α'' -Fe₁₆N₂ は高い飽和磁化 1680 emu/cm³ と一軸結晶磁気異方性エネルギー 9.6×10^6 erg/cm³ を示すことから希土類フリーギャップ磁石材料としての可能性を有している¹⁾。講演者らは水酸化鉄等を出発原料として還元窒化を行うことにより α'' -Fe₁₆N₂ 粒子を合成するプロセスにおいて, α'' -Fe₁₆N₂ 相の生成率を高めることにより, より高い結晶磁気異方性の発現を目指して原料組成やプロセス条件を変え, α'' -Fe₁₆N₂ 粒子およびその集合体の形態と磁気特性との関係について一連の研究を行っている^{2), 3)}。今回は Fe の一部を Co と Al で複合置換した α'' -(Fe, Co, Al)₁₆N₂ ナノ粒子の合成を検討した。

実験方法 出発原料には単独置換した α -(Fe_{1-x}M_x)OOH ナノ粒子 (M=Co, Al, x=0, 0.02, 0.05) および複合置換した α -(Fe_{0.95}Co_{0.02}Al_{0.03})OOH ナノ粒子を用いた。これらを 300~500 °C で 4 h 水素中還元し, 引き続き 150~180 °C で 5 h アンモニア中窒化を行った。生成相は X 線回折, 磁気特性は VSM (最大印加磁場: 15 kOe) で評価した。

実験結果 Fig. 1 に α -FeOOH, α -(Fe_{0.98}Co_{0.02})OOH, α -(Fe_{0.95}Al_{0.05})OOH, α -(Fe_{0.95}Co_{0.02}Al_{0.03})OOH を出発原料として還元窒化処理を行った後のナノ粒子集合体の磁化 M_{15k} , 保磁力 H_c を, 還元温度 T_r および窒化温度 T_n に対してプロットした。また α'' -(Fe, M)₁₆N₂ 相が生成した領域を示した。Co: 0.02 置換の場合, α'' 相が生成したのは T_r : 340 °C, T_n : 170 °C のときのみであった。このとき磁化 M_{15k} は 184 emu/g で置換なしの場合と同等であったが H_c は低下した。Co 量を増加し 0.05 とした場合, α'' 相は生成しなかった。一方 Al: 0.05 の場合は T_r : 400~500 °C, T_n : 150~170 °C の広い範囲にわたって α'' 相が生成した。このときの M_{15k} は 137~173 emu/g, H_c は 1180~1480 Oe を示した。Co 置換系は高い磁化が得られるものの生成条件は限られている。Al 置換系は生成条件の範囲が広く高い H_c が得られるが磁化が低い。そこで Co: 0.02 と Al: 0.03 の複合置換系を検討した。この系では T_r : 400~500 °C, T_n : 160~170 °C の範囲にわたって α'' 相が生成し M_{15k} は 150~175 emu/g, H_c は 1410~1850 Oe を示した。Table 1 に M_{15k} と H_c の代表的な値をまとめた。Co と Al の複合置換により α'' 相が生成する還元, 窒化条件の範囲が広くなるとともに, H_c は Co と Al それぞれの単独置換よりも高い値が得られ, 磁化は Al 単独置換よりも高くすることができた。講演では TEM 法による組織観察および回転ヒステリシス損失法による異方性磁界評価に基づき, α'' -(Fe, M)₁₆N₂ ナノ粒子集合体の構造と磁気特性との相関について報告する。

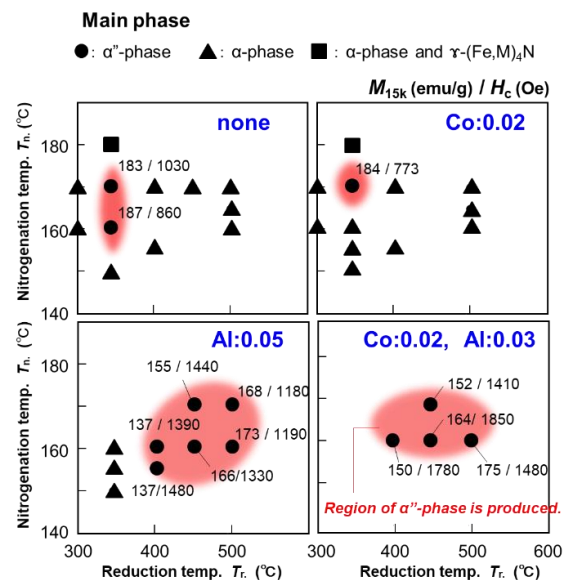


Fig. 1 Plots of M_{15k}/H_c of nanoparticles as a function of reduction temp. and nitrogenation temp. for several starting materials.

Table 1 M_{15k} and H_c of nanoparticles after reduction and nitrogenation for several starting materials.

Starting material	M_{15k} (emu/g)	H_c (Oe)
FeOOH	183	1026
(Fe _{0.95} Co _{0.02})OOH	184	773
(Fe _{0.95} Al _{0.05})OOH	137	1480
(Fe _{0.95} Co _{0.02} Al _{0.03})OOH	164	1850

参考文献 1) R. Skomski et al., *Scripta Mater.*, **112**, 3 (2016). 2) M. Tobise et al., *J. Magn. Soc. Jpn.*, **41**, 58 (2017). 3) M. Tobise et al., *AIP Adv.*, **JMI2019**, 035233 (2019).

異なる粒径を有する鉄および酸化鉄ナノ粒子 共凝集体の作製と磁気特性

小川智之,[○]小坂奈月, 山口恭周, 斉藤伸
(東北大院工)

Synthesis of Fe-Fe₃O₄ coagulated nanoparticle assembly with different nanoparticle diameter

T. Ogawa,[○] N. Kosaka, Y. Yamaguchi, S. Saito
(Eng. Tohoku Univ.)

はじめに

単磁区強磁性ナノ粒子の集合体では、粒子間に働く磁気双極子相互作用が顕著になり、スーパースピンングラスや超強磁性などのバルク体とは大きく異なる磁気特性が発現することが報告されている。これまで、鉄ナノ粒子と非磁性である金ナノ粒子の共凝集体において、粒子濃度を制御した場合における静的・動的磁気特性を詳細に調べ、磁気相図を得てきた[1,2]。本研究では、相互作用の変調を促進することを目的に、飽和磁化の異なる鉄 (Fe) ナノ粒子と酸化鉄 (Fe₃O₄) ナノ粒子について、Fe ナノ粒子に対して粒径が小さい Fe₃O₄ ナノ粒子を合成し、それらの共凝集体の作製、ならびにそれらの磁気特性の評価を行った。

実験方法

Fe ナノ粒子の合成は、加熱したドデカン溶媒中に Fe(CO)₅ とオレイルアミンの反応前駆体を投入し攪拌を行った。一定時間反応させたのち反応溶液を冷却し、アセトンで洗浄し真空乾燥によって粉末を得た。一方、Fe₃O₄ ナノ粒子の合成は、オレイルアミン溶媒中に Fe(CO)₅ とオレイン酸を投入し、一定温度下で一定時間反応させ、冷却後アセトンで洗浄して粉末を得た。また、総重量に占める Fe ナノ粒子の割合を 0% から 100% まで変化させた Fe-Fe₃O₄ ナノ粒子の複合粉末を作製し、トルエン中に再分散させエタノールを用いて分離し共凝集体を得た。作製したサンプルについて、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた構造評価および、振動試料型磁力計 (PPMS-VersaLab) を用いた磁化曲線ならびに交流磁化率測定装置 (SQUID, PPMS-ACMS) を用いた複素磁化率の評価を行った。

実験結果

Fe および Fe₃O₄ ナノ粒子の TEM 像をそれぞれ Fig.1,2 に示す。これより、Fe および Fe₃O₄ ナノ粒子の平均粒径はそれぞれ 12.5 nm および、3.4 nm となった。Fe, Fe₃O₄, 共凝集体について磁化曲線を測定した結果を Fig.3 に示す。Fe および Fe₃O₄ ナノ粒子の飽和磁化はそれぞれ 113.1 emu/g, 56.1 emu/g となった。また、共凝集体の飽和磁化は Fe および Fe₃O₄ ナノ粒子複合比によって、系統的に変化することが分かった。当日は、複素磁化率の温度依存性と磁気相図との関係について議論を行う。

参考文献

- 1) K.Hiroi *et al.*, *J. Phys: Cond. Mat.* **26**, 176001 (2014).
- 2) 蔵裕彰 等, *日本磁気学会誌* **35**, 203-210 (2011)

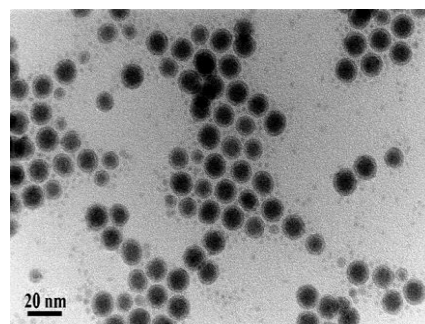


Fig. 1 TEM image of Fe NPs.

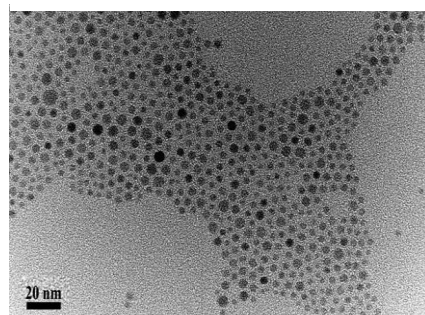


Fig. 2 TEM image of Fe₃O₄ NPs.

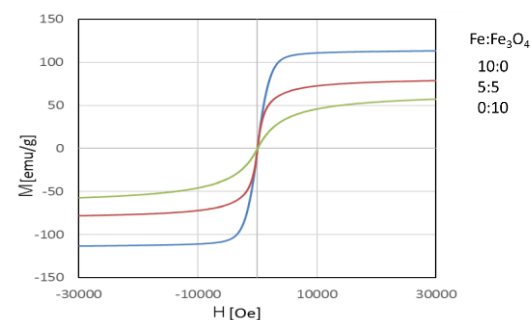


Fig. 3 Magnetization curves of Fe-Fe₃O₄ NPs.

針状 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MnFe}_2\text{O}_4/\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ナノ粒子の合成と磁気特性

山田壮太、岸本幹雄、柳原英人
(筑波大学)

Synthesis and magnetic properties of needle shaped $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MnFe}_2\text{O}_4/\text{CoFe}_2\text{O}_4$ nanoparticles

S. Yamada, M. Kishimoto, and H. Yanagihara

(Univ. of Tsukuba)

はじめに

コアシェル構造を持たせた磁性粒子は、膨大なコア・シェル材料の組み合わせやシェル厚さの制御に加えて、異なる材料界面の相互作用により、新たな機能性を持つ材料設計を可能とする^[1]。薄膜を用いた我々の先行研究では、Co フェライト薄膜に MgO 基板との格子不整合による歪みを導入することで、大きな一軸磁気異方性を発現することを確認している^[2]。しかし、磁石材料としてバルク化が困難であることから、この格子不整合によって誘導される大きな磁気異方性を微粒子試料において発現させることを目指している。そこで、磁気記録材料として広く生産されている針状 Co エピタキシャル酸化鉄に注目し、この Co フェライトとマグネタイトとの間に大きな格子定数を持つ Mn フェライトを挟むことで、Co フェライトにエピタキシャル歪みを導入させることを最終目標としている。今回の研究では、針状 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MnFe}_2\text{O}_4/\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ナノ粒子の合成方法の確立と、結晶構造および磁気特性について検討した。

実験方法

コアとなる出発原料には、前駆体 $\alpha\text{-FeOOH}$ を水素還元して作った針状 Fe_3O_4 を用いた。第一段階として、針状 Fe_3O_4 および Fe^{2+} 、 Mn^{2+} イオンを含む水溶液に NaOH 水溶液を混合することで共沈させ、これをオートクレーブ内にて高温高压下で反応させた。沈殿物を数回水洗し中性にした後、乾燥させて粉末状の試料とした。ここで、生成する MnFe_2O_4 が針状 Fe_3O_4 に対し、質量比率 5~30% の範囲となるよう調製した。第二段階として、その生成物と Fe^{2+} 、 Co^{2+} イオンを含む水溶液で、同様に水熱合成を行った。ここで、 CoFe_2O_4 が前段階の生成物に対し、質量比率 30% となるようにした。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、振動試料型磁束計(VSM)による磁化測定を行った。

実験結果

Fig.1 に針状 Fe_3O_4 および第一段階で作製した各試料の XRD パターンを示す。いずれの XRD パターンでも立方晶スピネル構造の回折線が観測された。格子定数は針状 Fe_3O_4 で 8.393 Å、 Mn^{2+} イオンを含む水溶液で合成した試料では質量比率が増加するほど大きくなり、質量比率 30% の試料で 8.408 Å である。Fig.2 に第二段階で作製した各試料の磁化曲線を示す。飽和磁化、保磁力ともに質量比率 10% で最大値を示し、それぞれ $M_s = 83.4 \text{ emu/g}$ 、 $H_c = 1100 \text{ Oe}$ であった。講演では、合成条件や結晶構造、表面状態の観察について詳細な実験結果を報告する。

参考文献

- [1] Q. Song, Z.J. Zhang, *J. Am. Chem. Soc.* **134**, 10182-10190 (2012)
[2] T. Niizeki *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **103** 162407 (2013)

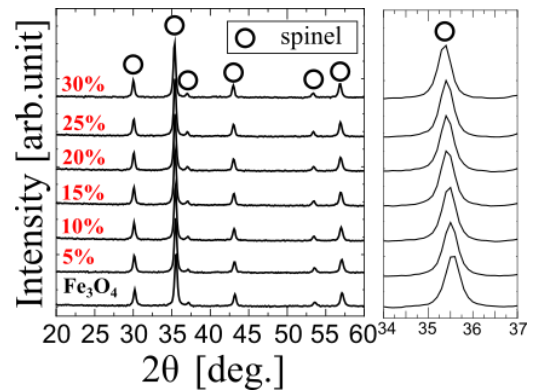


Fig. 1 XRD patterns of needle shaped Fe_3O_4 and samples ranging from 5 to 30% in the mass ratio.

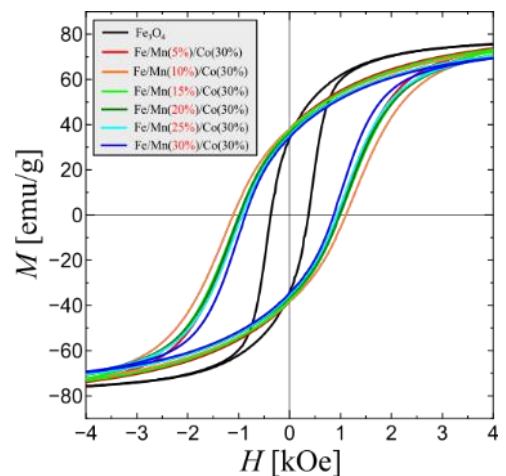


Fig. 2 Magnetic hysteresis loops for each sample prepared in the second stage.

置換反応による針状 CoFe_2O_4 および針状 MnFe_2O_4 ナノ粒子の合成と磁気特性評価

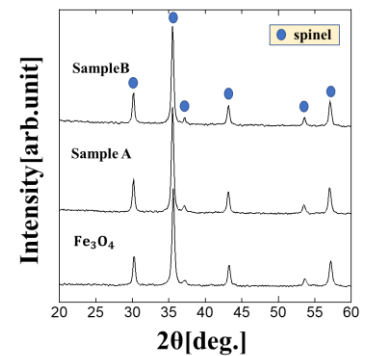
廣瀬大地、山田壮太、岸本幹雄、柳原英人 (筑波大学)

Synthesis and measurements of magnetic properties of needle-shaped nanoparticles of CoFe_2O_4 and MnFe_2O_4 by substitution reaction

D.Hirose, S.Yamada, M.Kishimoto, H.Yanagihara (Univ. of Tsukuba)

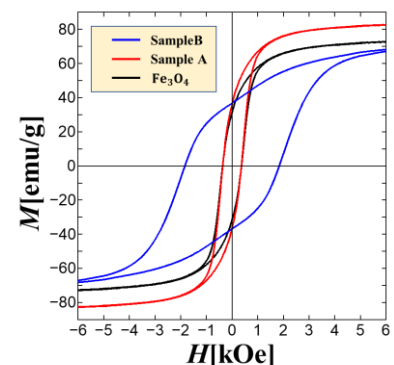
はじめに

針状の酸化鉄ナノ粒子は、その形状磁気異方性による高い保磁力を持つことから磁気記録材料として広く生産されている[1]。なかでも CoFe_2O_4 は、大きな磁気弾性効果を示すことで知られており、先行研究では MgO (001) 基板上で CoFe_2O_4 薄膜をエピタキシャル成長させると、基板と薄膜との格子不整合によって歪が生じ、大きな磁気異方性が発現することが報告されている[2]。そこでバルク材料への展開が可能な微粒子形態で適用を考え、格子不整合に伴う格子歪を導入させる材料として、針状の酸化鉄ナノ粒子に注目した。このナノ粒子の格子定数が調節可能となれば格子不整合を引き起こす材料の幅が広がる。そこで針状 Fe_3O_4 を出発原料として針状 CoFe_2O_4 、針状 MnFe_2O_4 を作製することを目指し、本研究では置換反応による針状 CoFe_2O_4 、針状 MnFe_2O_4 ナノ粒子の合成条件、結晶構造、磁気特性について検討した。

Fig.1 XRD patterns of needle-shaped Fe_3O_4 , sample A, and sample B

実験方法

出発原料として保磁力 3700e、飽和磁化 78emu/gの針状 Fe_3O_4 を用いた。まず針状 Fe_2O_4 、 Co^{2+} もしくは Mn^{2+} を含む水溶液とポリエチレングリコールを混合した。次に二種類の手法で微粒子を合成した。一つ目の手法では、混合溶液を高温下で一定時間攪拌し反応させた。二つ目の手法では、混合溶液をオートクレーブ中に入れ高温高圧下で反応させた。いずれの手法で反応させた試料も沈殿させ水洗することで余分なイオンや溶液を取り除き、 60°C で乾燥させることで完成する。ここで反応時間、温度、金属イオンの仕込み量を変化させて合成条件の最適化を行った。完成した試料の評価方法として結晶構造解析にXRD、磁気特性評価にVSMを使用した。

Fig.2 Magnetic hysteresis loops of needle-shaped Fe_3O_4 , sample A, and sample B

実験結果

Fig.1に針状 Fe_3O_4 、CoとFeの物質質量比55:45で作製した試料A、MnとFeの物質質量比59:41で作製した試料BのX線回折パターンを示す。試料A、試料Bともに立方晶スピネル構造を示す回折線が観測された。また、針状 Fe_3O_4 、試料Bの格子定数はそれぞれ 8.382\AA 、 8.403\AA となっておりMnを導入することで格子定数が0.25%増加している。続いてFig.2に針状 Fe_3O_4 、試料A、試料Bの磁化曲線を示す。それぞれの試料の保磁力は3700e、18400e、3600eとなった。講演では、各試料の合成条件、表面状態の観察、結晶構造や磁気特性に関する詳細な実験結果を報告する。

参考文献

[1] A.H.Morrish and L.A.K.Watt, *J.Appl.Phys.*, 29, 1029 (1958) [2] T.Niizeki et al., *Appl. Phys. Lett.*, 103, 162407 (2013)

偏極中性子小角散乱による中空 Fe₃O₄ 粒子の磁化解析

野村英志, 松尾咲琴, 小林悟, J. Manjanna¹, 河村幸彦², 鈴木淳市², 大石一城², 廣井孝介³
(岩手大理工, ¹Rani Channamma Univ., ²CROSS, ³JAEA)

Magnetization analysis of hollow Fe₃O₄ particles by polarized small angle neutron scattering

E. Nomura, S. Matsuo, S. Kobayashi, J. Manjanna¹, Y. Kawamura², J. Suzuki², K. Ohishi², K. Hiroi³
(Iwate Univ. ¹Rani Channamma Univ., ²CROSS, ³JAEA)

はじめに

近年、磁気ハイパーサーミアの新たな応用可能性として、ナノ・サブミクロン強磁性粒子が示すスピン・ボルテックス構造(SV)が注目されている¹⁾。我々は、中空 Fe₃O₄ サブミクロン粒子の磁気一次反転曲線(FORC)測定を行い、SV がゼロ磁場近傍で形成し、 $T = 10 \sim 300$ K の広温度範囲で安定的に存在することを見出した²⁾。本研究では、最近の中性子小角散乱実験結果³⁾を踏まえ、偏極中性子を用いて中空 Fe₃O₄ 粒子の SV 形成過程を再調査したので報告する。

実験方法

中空 Fe₃O₄ サブミクロン粒子(平均粒径: 417 nm, 平均孔径: 211 nm)について、大強度陽子加速器施設(J-Parc)の中性子小角・広角散乱装置を用いて、温度 $T = 10, 300$ K, 印加磁場 $B = 1$ T \sim -1 T の条件で偏極中性子小角散乱実験を行った。中性子の入射方向に対して垂直方向に磁場を印加し、磁場に対して垂直方向の磁気散乱強度 $I(q)_{V,mag}$ と平行方向の磁気散乱強度 $I(q)_{H,mag}$ を観測した。

実験結果

Fig.1(a), (b)に $T = 10$ K における $I(q)_{V,mag}$, $I(q)_{H,mag}$ の磁場依存性をそれぞれ示す。飽和状態の $B = 1$ T から磁場を減少すると、SV の形成開始磁場($B \sim 0.03$ T)で $I(q)_{V,mag}$ が急激に減少し始め、保磁力近傍の $B = -0.03$ T で最小を示すことが分かった。一方、 $I(q)_{H,mag}$ は磁場の減少とともに増加し、SV の形成磁場近傍で、 $I(q)_{V,mag}$ と同程度以上の散乱強度を示すことが分かった。この結果は、中空粒子内において、磁場方向に垂直な強磁性的な磁気モーメント成分の増大を示唆しており、SV 形成を示唆する FORC 測定結果と矛盾しない。

謝辞

本中性子散乱実験はユーザープログラム(課題番号 2020A0014)のもと、J-PARC 物質・生命科学実験施設で実施した。

参考文献

- 1) N.A. Usov *et al.*, Scientific Reports, vol.8, 1224 (2018).
- 2) M. Chiba *et al.*, J. Mag. Mag. Mater., **512**, 167012 (2020)
- 3) M. Chiba *et al.*, 27aD-4, 第43回日本磁気学会学術講演会概要集

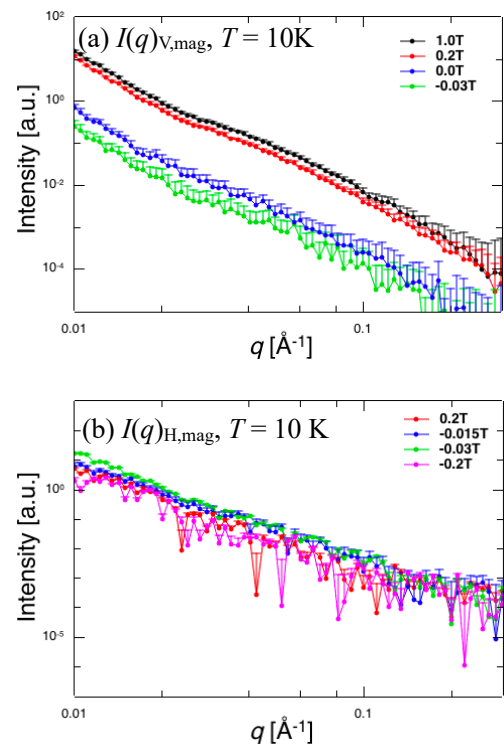


Fig.1 Magnetic field dependence of magnetic scattering Intensity in the (a) vertical and (b) horizontal directions at $T = 10$ K.