

Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ の磁歪特性の温度依存性

小杉静花、久松美佑、藤枝 俊、大石佑治、牟田浩明、清野智史、中川 貴
(大阪大学 大学院工学研究科)

Temperature dependence of magnetostrictive properties of Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄

S. Kosugi, M. Hisamatsu, S. Fujieda, Y. Ohishi, H. Muta, S. Seino, T. Nakagawa
(Graduate School of Engineering, Osaka Univ.)

はじめに

立方晶スピネル構造の CoFe₂O₄ 系フェライトは、室温において大きな磁歪を示す。我々は、Co を Cu で部分置換した Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ が CoFe₂O₄ (x = 0.0) よりも優れた磁歪特性を示すことを明らかにした¹⁾。しかし、CoFe₂O₄ および CuFe₂O₄ のキュリー温度は、それぞれ 793 K および 728 K である²⁾。そのため、Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ のキュリー温度は Cu 部分置換量の増加に伴い低下すると予想される。そこで、本研究では Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ の磁歪特性の温度依存性を明らかにすることを目的とする。

実験方法

CoO、Cu₂O および α-Fe₂O₃ を出発原料として用いた。それらの混合粉を円板状に成型し、大気中において 950 °C で 20 時間の熱処理を施して Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ 試料 (x = 0.0 および 0.6) を作製した。磁歪特性の評価には歪みゲージを用いた。歪みゲージは円板型試料の上面に貼り、歪みの測定方向に対して平行および垂直に外部磁場を印加した。

実験結果

300 および 330 K における x = 0.0 と 0.6 の歪み ΔL/L の磁場依存性を Fig.1 に示す。平行磁場印加による ΔL/L (ΔL/L_{||}) は減少し、垂直磁場印加による ΔL/L (ΔL/L_⊥) は増加する。つまり、x = 0.0 および 0.6 は負の磁歪を示す。300 K において、x = 0.6 は x = 0.0 より大きい |ΔL/L_{||}| および |ΔL/L_⊥| を示す。さらに、低印加磁場における ΔL/L_{||} および ΔL/L_⊥ 曲線の磁場応答性を比較すると、x = 0.6 は x = 0.0 より優れている。同様の傾向は 330 K においても観察される。したがって、300-330 K において x = 0.6 は x = 0.0 より優れた磁歪特性を示す。

最大印加磁場での |ΔL/L_{||} - ΔL/L_⊥| と、その 300 および 330 K における差分を Table 1 に示す。x = 0.0 の 300 K における |ΔL/L_{||} - ΔL/L_⊥| は、330 K における値よりも大きい。x = 0.6 も同様の傾向を示すが、その差は x = 0.0 の値よりも大きい。つまり、Co の Cu 部分置換により、磁歪特性の温度依存性は顕著になる。

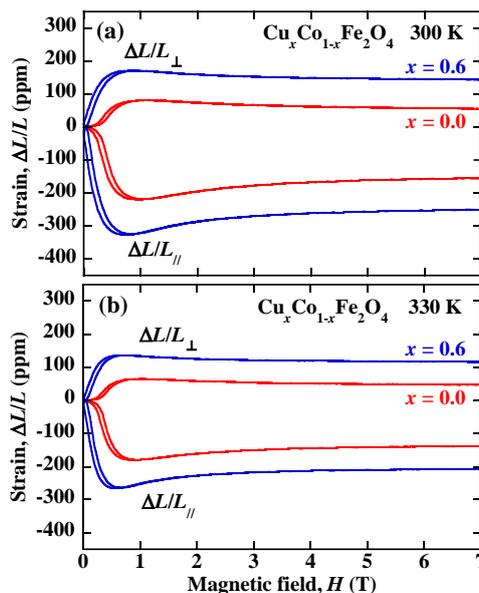


Fig.1 Magnetic field dependence of the strain ΔL/L of Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ (x = 0.0 and 0.6) at (a) 300 and (b) 330 K.

Table 1 |ΔL/L_{||} - ΔL/L_⊥| of Cu_xCo_{1-x}Fe₂O₄ (x = 0.0 and 0.6) at 7 T and the difference of |ΔL/L_{||} - ΔL/L_⊥| between 300 and 330 K.

	ΔL/L - ΔL/L _⊥ _{300 K}	ΔL/L - ΔL/L _⊥ _{330 K}	Difference
x = 0.0	209 ppm	185 ppm	24 ppm
x = 0.6	354 ppm	308 ppm	46 ppm

参考文献

- 1) S. Kosugi *et al.*, *Mater. Trans.* **64** (2023) in press.
- 2) V. G. Harris, *Microwave Magnetic Materials, Handbook of Magnetic Materials*, vol. 20, (North-Holland, Amsterdam, 2012) pp.1-63.

鉄損解析のための リアルタイム高速磁区構造計測システムの開発と機械学習応用

長岡 竜之輔¹, 増澤 賢¹, Foggiatto Lira Alexandre¹, 三俣 千春¹, 山崎 貴大¹,
大林 一平², 平岡 裕章³, 小嗣 真人¹
(東理大¹, 岡山大学² 京都大学³)

Development of real-time and high-speed magnetic domain measurement system
for iron loss analysis and Application of machine learning

Ryunosuke Nagaoka¹, Ken Masuzawa¹, Alexandre Lira Foggiatto¹,
Chiharu Mitsumata¹, Takahiro Yamazaki¹, Ippei Obayashi², Yasuaki Hiraoka³, Masato Kotsugi¹
(¹Tokyo Univ. of Science, ²Okayama Univ., ³Kyoto Univ.)

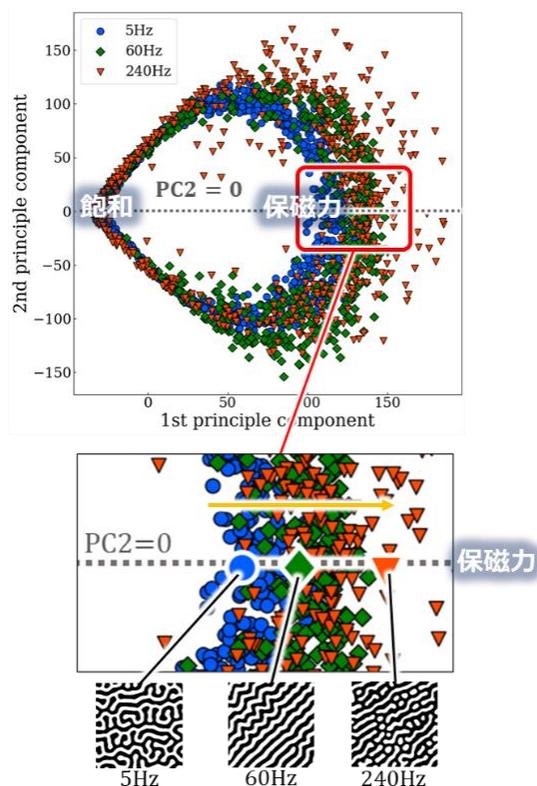
はじめに 電気自動車の世界的な普及を背景に、低鉄損なモーター用磁性材料の開発が急務となっている。これまで我々のグループは、機械学習を活用した「拡張型ランダウ理論」をミクロな磁区構造に適用することで、準静的過程の保磁力のメカニズムを解析してきた [1]-[4]。本研究では、交流磁界下での動的磁化反転機構の解析を目標とした。具体的には、計測システムの開発と、大規模磁区データの計測と、拡張型ランダウ理論に基づく特徴量抽出までを一貫して行った。

実験方法 まずハイスピードカメラ, Kerr 光学顕微鏡および電磁石を組み合わせた装置系を構築し、磁区構造の動的挙動データを取得可能な計測プログラムの開発を行った。次に、それを用いて 5, 60, 240Hz の外部磁場下における磁区構造の大規模データを取得した。さらに、取得した磁区構造データに対してパーシステントホモロジー(PH)や主成分分析(PCA)といった特徴量抽出手法を検討し、周波数に依存した磁区構造変化を記述可能な解析法を設計した。

結果および考察 特徴量抽出の結果を Fig. 1 に示す。新たに機械学習により生成した秩序変数 PC1 および PC2 からなる情報空間上で磁区構造変化を描くことに成功した。外部磁場が高周波になるにつれて保磁力点を示す PC1 が増大し、PC1 が保磁力と周波数を表現する特徴量であると示唆された。さらに、逆解析により PC1 増大に寄与する磁区構造中の因子の可視化に成功した。このことにより、鉄損の起源をミクロな磁区構造まで遡って明らかにできる可能性が期待される。

参考文献

- [1] K. Masuzawa et al. *T. Magn. Soc. Jpn.* **6**, 1, (2022)
- [2] S. Kunii, et al. *Sci. Tech. Adv. Mater.: Methods*, **2**(1), 445 (2022)
- [3] S. Kunii, et al. *Sci. Rep.* **12**, 19892 (2022)
- [4] A. Foggiatto et al. *Comm. Phys.* **5**, 277 (2022)



PC1は保磁力と周波数を表現する有用な特徴量

Fig.1 Feature extraction result by PH & PCA

ナノインプリント GdFeCo 磁性細線のマグネトリフラクティブ効果

鷲見 聡、田辺賢士、栗野博之 (豊田工業大学)

Magneto refractive effect in nano-imprinted GeFeCo nano-wires
S. Sumi, K. Tanabe and H. Awano (Toyota Technological Institute)

はじめに

磁性細線を用いたメモリは可動部がなく低消費電力化が期待できるため高信頼・省電力デバイスとして注目されている。我々はこれまでに、ナノインプリント法で作製した磁性細線について良好な特性が得られることを示してきた[1]。一方、交換結合多層膜や微細構造を有する磁性多層膜でマグネトリフラクティブ効果が報告されている[2][3]。

今回、同様な微細構造を有すると考えられるナノインプリント法で作製した GdFeCo 磁性細線のマグネトリフラクティブ効果について検討を行ったので報告する。

実験方法

磁性細線は深さ 100 nm のストライプ溝を形成したナノインプリント基板上に Pt 10 nm / GdFeCo 20 nm / SiN 10 nm をスパッタ法にて積層し作製した[1]。Figure 1 に作製した試料とカーブを示す。GdFeCo は面内膜で異方性磁界は 3.5 KOe であった。測定は光源に Xe ランプを使い偏光子で直線偏光とし行い、反射光をマルチチャンネル型分光器 (波長 500-800 nm) で測定し行った。

結果

反射率は磁性細線に対して直線偏光が垂直/平行で変化した。Figure 2 に偏光方向を垂直とした場合の反射率を示す。外部磁界 0 と 5 KOe で 1% 程度の変化が見られた。ナノインプリント GdFeCo 磁性細線でマグネトリフラクティブ効果が見られることが分かった。

本研究は科研費 20H02185, 21K18735, 21K14202 の支援を受けて行われた。

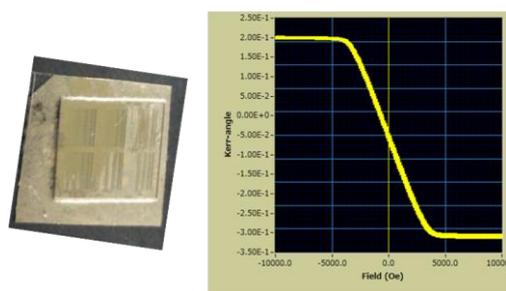


Figure 1. A nano-imprinted GeFeCo nano-wires and its Kerr hysteresis loop

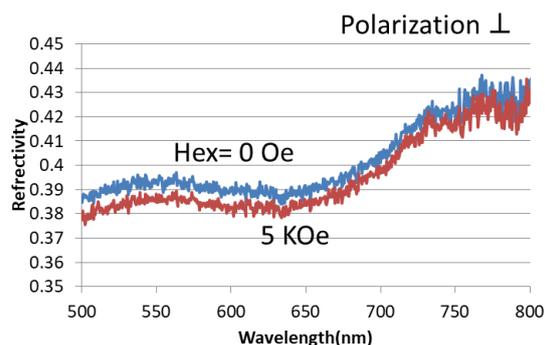


Figure 2. Reflectivity of the nano-imprinted GeFeCo nano-wires with a magnetic field of 0 and 5 KOe

参考文献

- [1] T. Asari et al., AIP Advances 7, 055930 (2017).
- [2] S. Saito et al., J. Mag. Jpn., 43, 25-28(2019).
- [3] Y. Takashima et al., Jpn. J. Appl. Phys. 57, 08PE01(2018).

FePt ドットパターン膜の円偏光誘起磁化反転

本間拓真¹、坂口穂貴¹、中澤俊¹、佐々木悠太²、磯上慎二²、高橋有紀子²、石橋隆幸¹

(¹長岡技術科学大学、²物質・材料研究機構)

Magnetization reversal with circularly polarized light in dot patterned FePt thin films

T. Homma¹, H. Sakaguchi¹, S. Nakazawa¹, Y. Sasaki², S. Isogami², Y.K. Takahashi², and T. Ishibashi¹

(¹Nagaoka Univ. of Tech., ²NIMS)

はじめに 外部磁場や電流誘起スピントルクを主導記録原理として、種々の磁気ストレージデバイスの実用化が進んでいる。一方で超高速、省エネ、非接触、非破壊などの優れた磁気記録特性が期待されることから、近年、円偏光で磁化反転を制御する全光学的磁化反転 (AOS) が注目を集めている。多くの AOS 検証実験では希土類 (RE) - 遷移金属 (TM) 合金のフェリ磁性 Gd-Fe-Co 薄膜¹や Tb-Co 薄膜²、RE-TM 積層フェリ構造の Tb/Co³などが用いられているが、超高密度磁気記録媒体として開発が進む強磁性 FePt-C グラニューラー媒体でも実現されたことから⁴、実用化への期待が高まりつつある。今後、AOS の実用可能性をさらに拡張するためには、あらゆる強磁性薄膜を用いた検討が重要であると考えられる。そこで本研究ではまず、FePt 連続膜の AOS に対するパターンニング効果の調査を目的として実験を行った。

実験方法 DC マグネトロンスパッタリング法により膜厚 10 nm の FePt 薄膜を Ar 雰囲気下で STO(001)基板上に作製した。ターゲットの組成は Fe₅₀Pt₅₀、成膜基板温度は 500 °C とした。フォトリソグラフィと Ar イオンミリングを用いて FePt 薄膜を直径 5, 10, 20, 40 μm の円盤型に微細加工した。MOKE 顕微鏡で磁区観察を行い、磁化過程は光強度の変化から評価した。AOS では、永久磁石により外部磁場を印加し、上向きと下向きの磁区状態のドットが混在している状態を初期状態とし、ドット 1 個ずつ円偏光レーザーを照射した。使用したレーザーは波長 514 nm、周波数 10 kHz、パルス幅 230 fs である。レーザー照射前後の磁化状態は MOKE 像のコントラストの変化から算出した。

実験結果と考察 Fig. 1 に異なるドットサイズにおける FePt 微細加工膜の磁気ヒステリシス曲線を示す。20 μm 以上では、連続膜の状態と磁化過程に変化はなかったが、10 μm 以下では、磁化反転挙動が急峻に変化した。Fig. 2 (a) と 2 (b) はそれぞれ、円偏光照射前後の MOKE 像と画像ラインプロファイルを示す (縦横の番号でドットと紐づけ)。MOKE 像ドットの白色と黒色はそれぞれ正と負に飽和した磁化状態に対応する。円偏光照射前後のラインプロファイルを比較しても判るように、コントラストの変化は AOS によるものと推察される。一方で熱減磁成分や円偏光のヘシリティ依存性の観点から今回の結果を考察する必要があるため、講演会では他の実験データを示しながら議論を深める。

参考文献

- 1) Stanciu et al., PRL. 99, 047601 (2007).
- 2) Alebrand et al., APL. 101, 162408 (2012); Hassdenteufel et al., Adv. Mater. 25, 3122 (2013).
- 3) Mangin et al., Nature Mater. 13, 286 (2014).
- 4) Lambert et al., Science 345, 1337 (2014); Takahashi et al., Phys. Rev. Appl. 6, 054004 (2016).

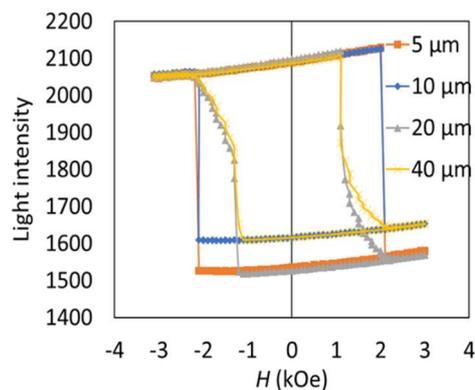


Fig. 1 Hysteresis loops obtained by MOKE microscope for patterned FePt thin films.

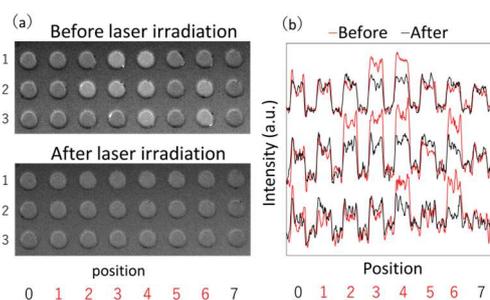


Fig. 2 (a) MOKE images of patterned FePt thin film before and after laser irradiation and (b) line profile obtained before and after laser irradiation.

Sm シード層導入による粒界拡散 Sm(Fe-Co)₁₂-B 薄膜の保磁力向上

森 裕一、中塚 奏賀、畑中 辰汰朗、土井 正晶、嶋 敏之
(東北学院大工)

Enhancement of coercivity for grain boundary diffused Sm(Fe-Co)₁₂-B thin films
by the introduction of Sm seed layer

Y. Mori, S. Nakatsuka, S. Hatanaka, M. Doi and T. Shima
(Tohoku Gakuin University)

はじめに

ThMn₁₂ 型構造を有する RFe₁₂ 化合物は高い飽和磁化を示すことから新規高性能永久磁石の候補に挙げられ、特に Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₂ 薄膜では室温において優れた飽和磁化 $\mu_0 M_s = 1.77$ T、異方性磁場 $\mu_0 H_A = 12$ T、キュリー温度 $T_c = 586$ °C が得られると報告されている¹⁾。我々は Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₂ 薄膜へ B 添加により $\mu_0 H_c = 1.2$ T へ保磁力が増加し、B を含有するアモルファス粒界相が SmFe₁₂ 柱状粒子を明瞭に分断した構造が形成されると報告した²⁾。また、粒界相の組成は Sm_{5.8}Fe_{73.3}Co_{10.6}B_{10.3} であることから粒界相は強磁性を示すと予測される為、粒界相の組成の制御により保磁力の更なる向上が期待されている。実際に Sm(Fe-Co)₁₂-B 薄膜の結晶粒界へ Si を選択的に拡散することにより、1.11 T から 1.32 T へ保磁力が増加したことが報告され、更にマイクロマグネティックシミュレーションを用いた磁化反転プロセスの評価では、Si がキャップ層から磁性層下部まで拡散し、下地層及び磁性層の界面に存在する軟磁性相が抑制されれば、約 3 T の大きな保磁力が得られると予測された³⁾。このように、非磁性元素の粒界拡散は Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})₁₂ 薄膜の保磁力向上に有効な手法であり、軟磁性相の生成抑制により更なる保磁力の向上が期待される。本研究では Al 及び Si 元素を用いた粒界拡散と Sm シード層の組み合わせにより、Sm(Fe-Co)₁₂-B 薄膜の保磁力向上を試みるため、シード層、磁性層及びキャップ層の膜厚を変化させた試料の結晶構造及び磁気特性を詳細に調査した。

実験方法

試料作製は超高真空多元スパッタ装置を用いて作製した。4.0 × 10⁻⁷ Pa 以下の真空雰囲気中において、700 °C で基板クリーニングした MgO(100)単結晶基板の基板温度を 400 °C に設定し、ガス圧 1.30 mTorr の Ar 雰囲気中において V 下地層を 20 nm、Sm シード層を $t_{Sm} = 0 \sim 3$ nm 成膜し、更に磁性層として Sm(Fe-Co)₁₂-B 層を $t_{1:12} = 30 \sim 100$ nm 成膜した。続いて、拡散元素として Al、Si をキャップ層として成膜した後、400 °C において 0~4 時間の熱処理を行い、最後に酸化防止層として V 層を 10 nm 成膜した。作製した試料の結晶構造は X 線回折 (XRD)、磁気特性は超伝導量子干渉磁束計 (SQUID) を用いて評価した。

実験結果

キャップ層を付与しない Sm(Fe-Co)₁₂-B (100 nm) 薄膜において膜面垂直方向に測定した磁化曲線より 1.2 T と高い保磁力が得られ、Sm シード層の導入により ThMn₁₂ 型構造に起因する(002)及び(004)ピークの強度が増加し、 α -(Fe,Co)相に起因するピークの強度が減少することが確認された。また、Al キャップ層を熱処理により拡散した Sm(Fe-Co)₁₂-B 薄膜において Sm シード層を導入した場合、最大 1.87 T の保磁力が得られた。講演では、Sm(Fe-Co)₁₂-B 薄膜及び Al、Si 元素を拡散させた試料において、Sm シード層導入による構造と磁気特性の変化について詳細に報告する。

参考文献

- 1) Y. Hirayama, Y. K. Takahashi, S. Hirose, K. Hono, *Scr. Mater.*, **138** (2017) 62-65.
- 2) H. Sepehri-Amin, Y. Tamazawa, M. Kambayashi, G. Saito, Y. K. Takahashi, D. Ogawa, T. Ohkubo, S. Hirose, M. Doi, T. Shima, K. Hono, *Scr. Mater.*, **194** (2020) 337-342.
- 3) A. Boyachkin, H. Sepehri-Amin, M. Kambayashi, Y. Mori, T. Ohkubo, Y. K. Takahashi, T. Shima, K. Hono, *Acta Mater.*, **227** (2022) 117716.

SrNi_xZn_{2-x}-W 型六方晶フェライトの生成条件及び磁気特性

石野晃成, 藤枝 俊, 清野智史, 中川 貴
(大阪大)

Synthesis conditions and magnetic properties of SrNi_xZn_{2-x}-W-type hexaferrites

K. Ishino, S. Fujieda, S. Seino, T. Nakagawa
(Osaka Univ.)

はじめに

六方晶系 SrMe₂-W 型フェライト (SrMe₂Fe₁₆O₂₇) は Me²⁺ = Zn²⁺ のとき, 一般的に用いられる Sr-M 型フェライト (SrFe₁₂O₁₉) よりも高い飽和磁化を示すことが報告されており, 次世代磁石として期待される¹⁾. しかし, SrZn₂-W 型フェライトは保磁力, キュリー温度などが著しく低いという課題がある. そこで本研究では, キュリー温度を向上させる可能性のある Ni に着目し, SrNi_xZn_{2-x}-W 型フェライト (SrNi_xZn_{2-x}Fe₁₆O₂₇) の磁気特性を評価する. また, W 型フェライトの単相の焼成には雰囲気操作が必要であるが²⁾, Ni を置換した際の生成条件を報告した例は少ない. よって, 本研究では, SrNi_xZn_{2-x}-W 型フェライト (x = 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0) の生成条件と磁気特性の Ni 置換依存性を明らかにすることを目的とする.

実験方法

SrCO₃, NiO, ZnO, α-Fe₂O₃ を出発原料として用いて, ペレットを形成し, 焼成雰囲気酸素分圧 $p_{O_2} = 5 \times 10^{-4} \sim 2 \times 10^{-1}$ atm と変えて, 200°C/h で昇温, 1250°C で 10 時間の熱処理を施した. 生成相の同定には実験室 XRD, ペレット表面の生成相の観察には SEM-EDS, 磁場磁化曲線の測定には PPMS を用いた.

実験結果

XRD パターンの各相のメインピークの大きさの比を構成相の割合として, x = 0.0 及び 0.5 における焼成雰囲気と生成相の関係を Fig.1 に示す. 全ての組成について, 酸素分圧が大きくなるほど W 型相の割合は大きくなった. また, XRD パターンから格子定数を算出したところ, 置換量が多くなるほど, 格子定数は小さくなった. このことから, 狙い通りに Zn が Ni に置換されていると言える.

SEM-EDS による表面観察の結果, XRD による同定の通り, ほぼ W 型相で構成されていることが分かった. しかし, スピネル相が一部観察された. したがって, 完璧な単相を得るには, 酸素分圧を更に上げるか, 焼成温度や時間の調整が必要と考えられる.

大気雰囲気で焼成した試料について, 5 K と 300 K における磁場磁化曲線を Fig.2 に示す. 5 K の飽和磁化に対する 300 K の飽和磁化の比の値を比較すると, x = 0.5 のほうが x = 0.0 より大きくなるため, Ni を添加することでキュリー温度が向上したと考えられる. また, Ni を少量添加した x = 0.5 で 300 K における飽和磁化の増加が見られたため, Ni の添加は磁化の向上にも有用であると考えられる.

参考文献

- 1) S. Dey, R. Valenzuela, "Advances in Ceramics", Vol.16, 155-158. (1985)
- 2) H. Neumann, et al., J. Am. Ceramic Soc, Vol. 51, pp.536, (1968)

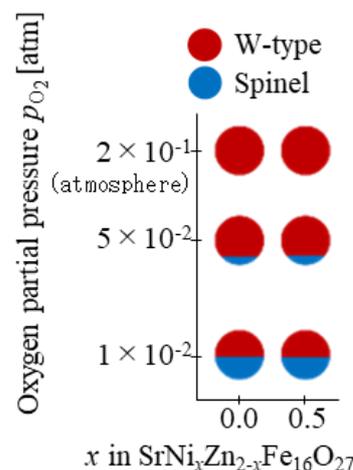


Fig.1 Sintering atmosphere dependence of formative phase

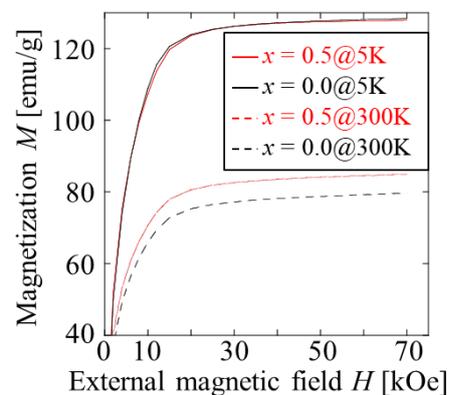


Fig.2 Dependence of magnetization on magnetic field (x=0.0, 0.5 @5 K&300 K)

窒素添加 Fe-Ga 薄膜の磁気特性における N₂ 分圧依存性

鈴木和歩, 日野達樹, 藤原裕司, 神保睦子, 大島大輝*, 加藤剛志*
(三重大学, *名古屋大学)

N₂ partial pressure dependence of magnetic properties of Fe-Ga-N film

K.Suzuki, T.Hino, Y.Fujiwara, M.Jimbo, D.Oshima*, T.Kato*
(Mie Univ., *Nagoya 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発電素子への応用が期待されている。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¹⁾²⁾。そのため B³⁾や C⁴⁾などの軽元素の添加により保磁力の低下や磁歪の増加が報告されている。本研究では軽元素である N を添加した Fe-Ga-N 薄膜を作製し結晶構造、磁気特性を評価した。

実験方法

試料はマグネトロンスパッタリング法によりマイクロカバーガラス上に作製した。成膜条件を Table.1 に示す。成膜時、基板に約 200Oe の直流磁界を印加した。また、全圧 (P_{Total}) に対する N₂ ガス分圧 (P_{N2}) を変化させることで添加量を制御し、表面には酸化防止のため SiN 膜を 30nm 成膜した。試料の磁気特性は VSM とトルク磁力計で評価し、結晶構造は XRD で確認した。

Table.1 Sputtering Condition

Target	Fe with Fe ₈₀ Ga ₂₀ chips
Sputtering Gas	Ar+N ₂
Sputtering Pressure	0.8Pa
Time	1h
DC Power	27 W

実験結果

Fig.1 に各 N₂ 分圧比 (P_{N2}/P_{Total}) に対する XRD パターンの変化を示す。N₂ 分圧比が 0%~10% では 45° 付近にピークがみられたが 12% 以上で回折ピークがなくなり、アモルファス化することがわかった。

Fig.2 には N₂ ガス分圧比に対する保磁力 (H_c) と飽和磁歪 (λ_s) を示す。N₂ 分圧比が 12% で保磁力が大きく低下し、13.5% で最小の 1.3Oe を示した、そのとき飽和磁歪は最大値 29ppm を示した。アモルファス化による結晶磁気異方性の低下の影響と考えられる。また、20% では保磁力が増加した。このとき、磁化曲線に垂直磁気異方性に起因すると思われる回転磁化過程が確認できたことから、これが保磁力増加の原因と考えられる。この垂直磁気異方性は成膜時に膜に不均一に導入された圧縮応力、または柱状構造の形成が原因であると推測されるが現時点では詳細は理解できていない。

以上から Fe-Ga 薄膜への窒素添加により結晶構造はアモルファスになり、保磁力は最小で 1.3Oe、磁歪 29ppm となった。

参考文献

- 1) D.Cao et al : AIP Advances **7**, 115009(2017).
- 2) S.Muramatsu et al : The Papers of Technical Meeting on Magnetism, IEE Jpn, MAG-21-085 (2021).
- 3) J.Lou et al : Appl. Phys. Lett. **91**, 182504 (2007).
- 4) S.Muramatsu et al : The Papers of Technical Meeting on Magnetism, IEE Jpn, MAG-22-085 (2022).

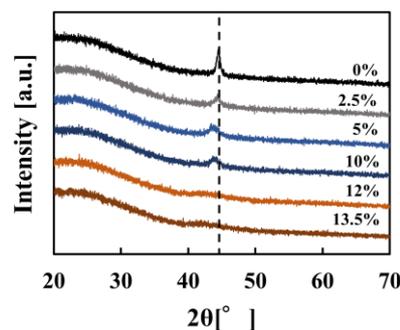
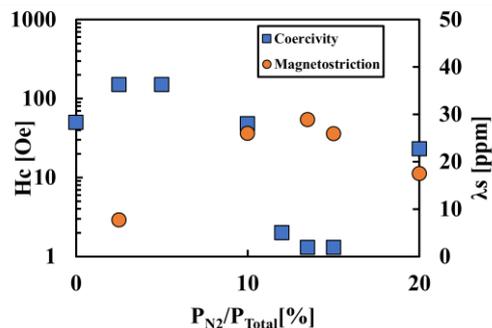


Fig.1 XRD patterns of Fe-Ga-N films

Fig.2 P_{N2}/P_{Total} dependence of coercivity and saturation magnetostriction

大バルクハウゼン効果を示す FeSiBNb 薄膜の ひずみセンサへの応用

前納洸矢、沓名勇輝、柳田真佑汰、藤原裕司、神保睦子、大島大輝*、加藤剛志*
(三重大学、名古屋大学*)

Strain sensor application of FeSiBNb film showing large Barkhausen jump
K.Maeno, Y.Kutsuna, M.Yanagida, Y.Fujiwara, M.Jimbo, *D.Oshima, *T.Kato
(Mie Univ., *Nagoya Univ.)

はじめに

新たなセンサ技術として磁性薄膜の大バルクハウゼンジャンプを用いたセンサの開発が行われている。⁽¹⁾⁽²⁾我々は FeSiBNb 薄膜を利用し、ひずみセンサの開発を試みた。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を測定した。また、いくつかの周波数においてひずみ印加によるパルス電圧の制御を行いセンサへの応用を検討した。

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。成膜時の Ar ガス圧は 0.42Pa であり、約 2000e の直流磁界を基板に印加した。膜構成は sub./FeSiBNb(300nm)/SiN(30nm) である。Fig1 に示すように 1000turn のピックアップコイル中に設置した試料に交流磁界を印加し、オシロスコープで電圧を観測した。印加した交流磁界は最大値 200e であり、周波数は 0.1Hz から 60Hz である。また、試料にはマイクロメータでひずみが印加可能である。

実験結果

Fig. 2 に 0.1Hz から 60Hz の 200e 外部磁界を印加したときのパルス電圧の周波数依存性を示す。このとき、試料にひずみは印加していない。5Hz 以下の周波数ではパルス電圧は約 10mV で一定であったことから、このパルス電圧は大バルクハウゼンジャンプに起因していると考えられる。Fig. 3 は外部磁界 200e、0.1Hz でのパルス電圧の印加ひずみ依存性である。各点は 5 回測定の実験結果から、5×10⁻⁵ の圧縮ひずみを検出可能であることがわかった。

参考文献

- 1) Y.Baba et al. :J. Magn. Soc. Jpn., **27**, 406-409 (2003).
- 2) Y.Takemura et al. :IEEE Trans. Magn., **40**, 2667-2669 (2004).

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。

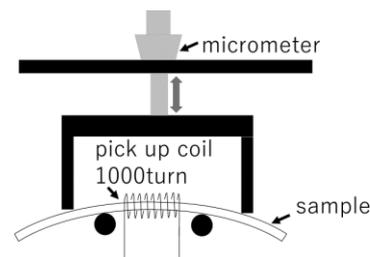


Fig.1 Schematic of experimental.

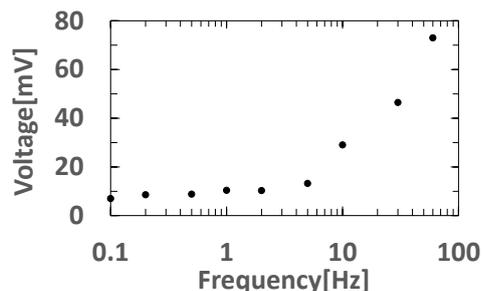


Fig.2 Pulse voltage depending on frequency.
(External magnetic field, 200e)

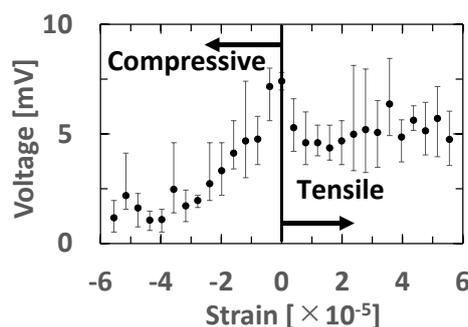


Fig.3 Pulse voltage depending on strain.
(External magnetic field, 200e, 0.1Hz)

剥離現象を用いた作製した Fe-Pt 系薄帯の磁気特性と機械的性質

宮原悠*, 山下昂洋, 柳井武志, 福永博俊, 中野正基 (長崎大学)

Chao Qi, 進士忠彦 (東京工業大学)

Magnetic properties and mechanical characteristic of Fe-Pt thin-sheets prepared by exfoliation behavior

Yu Miyahara*, Akihiro Yamashita, Takeshi Yanai, Hirotohi Fukunaga, Masaki Nakano (Nagasaki Univ.)

Chao Qi, Tadahiko Shinshi (Tokyo Institute of Technology)

はじめに

小型の希土類系バルク磁石をベースとした磁気 MEMS の研究開発⁽¹⁾が進められているものの、希土類系磁石は錆びやすく、耐食性を考慮したデバイス設計が必要である。例えば、「体内埋め込みデバイス」や「流体と接しやすいマイクロポンプ」の利用等を想定した際に、コーティングの検討やその信頼性確保が課題となる。我々は、PLD(Pulsed laser Deposition)法で成膜した Fe-Pt 系磁石膜と Si 基板との密着性が低く、磁石膜が基板より剥離しやすい現象を用いて、Fe-Pt 系(磁石)薄帯を作製してきた⁽²⁾。しかし、既報⁽²⁾においては、(1)薄帯が剥離するパラメータとして膜厚のみが議論、(2)磁気特性の組成依存性を検討していない等、更なる議論の余地がある。

本稿では、剥離時もしくは剥離後の Fe-Pt 系薄帯の機械的性質や磁気特性に及ぼす組成の影響を議論すると共に、高価な Pt 元素の使用量を低減するための薄帯構造を提案する。

実験方法

約 1.0×10^{-4} Pa の真空雰囲気下で、Nd-YAG レーザ(波長:355 nm, 周波数:30 Hz) をターゲット(3水準:Fe₇₀Pt₃₀, Fe₆₀Pt₄₀, Fe₅₀Pt₅₀)に照射し、500 nm 厚熱酸化膜付き Si 基板の上に Fe-Pt 系磁石膜を成膜した。成膜直後に Si 基板から Fe-Pt 系磁石膜を剥離し、Fe-Pt 系磁石薄帯とした。得られた薄帯を規則化するために、抵抗加熱炉を用い、昇温速度:100 °C/min. 保持時間:30 min, 熱処理温度:700 °Cとして熱処理を施した。膜厚はマイクロメータ、組成は SEM-EDX、磁気特性は VSM で測定し、結晶構造は X線回折で観察した。

実験結果と考察

Fe-Pt 系薄帯の剥離時の様子を詳細に観察した結果、一部の試料に基板または試料の破壊が見られた。具体的には、Fe-Pt 系薄帯を問題なく剥離するためには、膜厚と共に組成に着目する必要があると、55 at.%未満の Fe 含有量と 7 μm 以上の膜厚が最適条件あることが明らかとなった。(Fig.1)特に、基板破壊(図中:○)した試料は、化学量論組成に比べ Fe-rich 組成で確認された。これは、磁石膜と Si 基板の密着性の高い合金(例えば、鉄シリサイド)の存在を示唆しており、今後、観察する必要がある。問題なく剥離できた試料に対し、保磁力の組成依存性を検討した結果、Fe 含有量が 50 at.%程度で 380 kA/m の最大の保磁力が得られた。(Fig. 2)

Pt 元素の使用量を低減するため、Pr-Fe-B 系磁石膜を Fe-Pt 系膜でサンドイッチした 3 層構造の磁石薄帯の作製も検討した。現状、最大の保磁力は 210 kA/m 程度であり、Fig. 3 に示す様にループにニックも観察された。この 3 層構造薄帯に関しては、今後、熱処理条件を吟味し、磁気特性の向上を図る予定である。

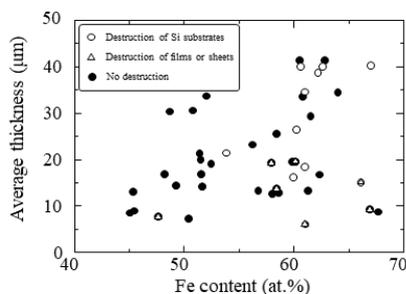


Fig.1 Mechanical characteristic of samples with various thicknesses and Fe contents

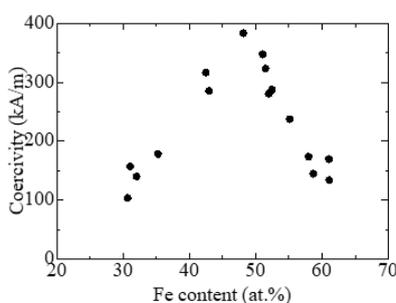


Fig. 2 Coercivity as a function of Fe content

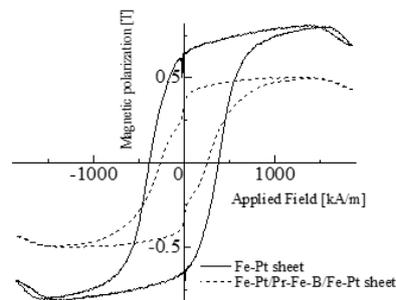


Fig.3 In-plane J-H loops of Fe-Pt sheet and Fe-Pt/Pr-Fe-B/Fe-Pt sheet

参考文献

- (1) 山本陽輔, 本田崇 : 日本 AEM 学会誌, vol. 21, No. 2, pp. 190–195(2013).
- (2) M. Nakano *et al.*, *AIP Advances*, vol. 12, No.3, #035232(2022).

水平方向からの磁場を用いた柔軟鋼板の磁気浮上 (2自由度モデルを考慮した制御システムの実験的検討)

鬼塚晴大、遠藤文人、黒田純平*、内野大悟*、小川和輝**、池田圭吾***、
加藤太朗****、成田正敬*、加藤英晃*

(福工大、*東海大、**愛知工科大、***北科大、****工科大)

Electromagnetic levitation for flexible steel plate using magnetic field from horizontal direction
(Experimental investigation on control system considering two-degree-of freedom model)

S. Onitsuka, A. Endo, J. Kuroda*, D. Uchino*, K. Ogawa**, K. Ikeda***,
T. Kato****, T. Narita*, H. Kato*

(FIT, *Tokai Univ., **AUT, ***Hokkaido Univ. Sci., ****TUT)

緒言

柔軟鋼板の製造工程では、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把持・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 以下の剛性が低い柔軟鋼板は、鋼板のたわみにより浮上安定性を保つことが困難となる場合がある。そこで、柔軟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把持を実現する磁気浮上方式を提案したり、柔軟鋼板を非接触に支持する際には電磁石によって重力とつり合う吸引力(支持力)を発生させる必要がある。また吸引力を発生させた際には鋼板のたわみを抑制する吸引力(張力)も発生する。従来の制御システムでは、水平方向にのみ振動すると仮定した 1 自由度モデルを対象としていた。この制御システムを用いて実験を行った場合、浮上することは確認できている。しかしながら、鉛直方向の振動により浮上状態を保つことが困難になる場合がある。そこで、水平方向と鉛直方向に振動が生じると仮定した 2 自由度モデルを用いて制御システムを構築し、実験を行った。

柔軟鋼板の磁気浮上実験

本検討で使用した磁気浮上装置を Fig. 1 に示す。本装置は 4 つの電磁石から構成されており、柔軟鋼板の両端に 2 つずつ設置している。電磁石に電流が流れることで、柔軟鋼板が電磁石中心へ向かうように吸引力が発生する。吸引力は Fig. 2 に示すように、鉛直方向の吸引力を支持力、水平方向の吸引力を張力のように分けて考えることができる。そのため本報告では 2 自由度モデルを考慮した制御システムを構築した。定常電流を 1.2 A として実験した際の鉛直方向変位時刻歴を Fig. 3 に示す。Fig. 3 では平衡点からの変位を示しており、平衡点近傍にて周期的に振動しながら浮上していることが明らかになった。今後は定常電流といった条件を変化させ、安定性に及ぼす影響について検討を行う。

参考文献

- 1) 椎名ら、日本磁気学会論文特集号、Vol. 5, No. 2, pp. 60-66 (2021).
- 2) 遠藤ら、日本磁気学会論文特集号、Vol. 6, No. 1, pp. 87-92 (2022).

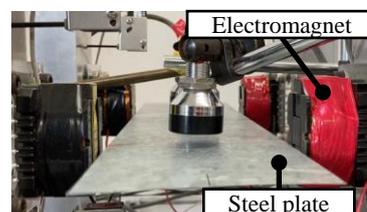


Fig. 1 Magnetic levitation system

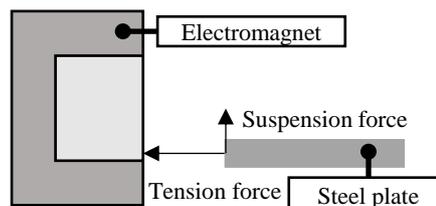


Fig. 2 Attractive force applied to flexible steel plate

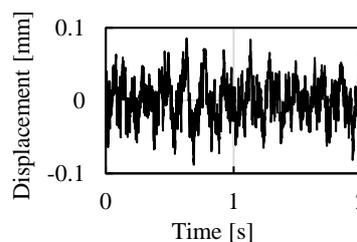


Fig. 3 Time history of vertical displacement

シームレスな極薄鋼板の磁気ガイドウェイシステムの開発 (エッジ方向と面外方向の制御モデルに関する基礎的検討)

大久保貴之、加納蓮、黒田純平、内野大悟、小川和輝^{*1}、
池田圭吾^{*2}、加藤太朗^{*3}、遠藤文人^{*4}、成田正敬、加藤英晃

(東海大学、^{*1}愛知工科大学、^{*2}北海道科学大学、^{*3}東京工科大学、^{*4}福岡工業大学)

Development of Electromagnetic Guideway System for Seamless Ultra-Thin Steel Plate
(Fundamental Consideration on Control Model in Edge and Out-of-Plane Direction)

T. Okubo, R. Kano, J. Kuroda, D. Uchino, K. Ogawa^{*1}, K. Ikeda^{*2}, T. Kato^{*3}, A. Endo^{*4}, T. Narita, H. Kato
(Tokai Univ., ^{*1}AUT, ^{*2}Hokkaido Univ. Sci., ^{*3}Tokyo Univ. Tech., ^{*4}FIT)

はじめに

鋼板を製造するラインでは、鋼板とローラによる接触支持搬送が行われている。この間、鋼板はローラとの接触支持搬送により生じる摩擦が原因で鋼板表面品質の劣化が問題視されており、高品質な製品の実現には鋼板とローラの接触を避ける必要がある。この問題点を解決するために当研究グループでは走行する連続鋼板のエッジ近傍に電磁力を印加することで鋼板の振動を抑制する非接触案内を検討してきた¹⁾。このシステムでは2方向に自由度を持った鋼板を1対の電磁石でエッジ方向に制御している。鋼板の面外方向は電磁石の吸引力によりパッシブに保持されている。しかし、この方式では面外方向に減衰要素がないために、振動が発生すると収束しない問題が存在する。そこで、今回の報告では、従来の電磁石に面外方向の制御を加えることで2方向をアクティブに制御し、振動現象を解決することを検討した。

実験装置

電磁石を用いた連続鋼板の非接触案内システムは走行中の鋼板の進行方向変更部分に電磁石を設置し、吸引力により鋼板を支持している。Fig. 1に示すように電磁石は対向して鋼板のエッジを挟むように設置されている。また、電磁石の向かい合う方向をy方向とし、y方向から直角に鋼板の面に垂直な方向をz方向、そして鋼板の面に平行な方向をx方向としている。従来の検討では鋼板を電磁石の中心で支持することでy方向の制御を行ってきたが、本検討では、外力を与えることでFig. 2に示すように鋼板を中心からオフセットさせた。

未制御時の応答特性

システムの持つ特性を調べるために未制御時の応答をシミュレーションにて検討した。Fig. 3は制御システムに初期変位をz方向に1mm入力した場合の応答である。同図より振動的傾向はz方向の変位、速度、電流のみに確認でき、y方向には応答が確認できないことから、z方向の運動は独立しており、y方向に影響を及ぼさないことが確認できた。

参考文献

- 1) 柏原, 押野谷, 石橋, 日本 AEM 学会誌, Vol. 11, No. 4, (2003), 235-241.

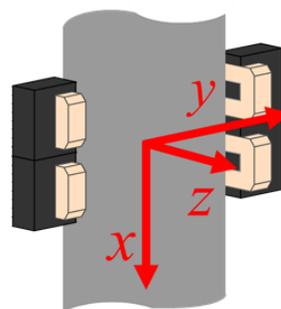


Fig. 1 Coordinate and direction in the non-contact guide control system

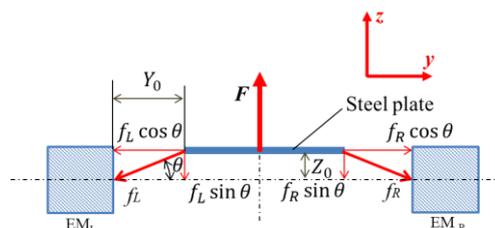


Fig. 2 Attractive forces generated by electromagnet

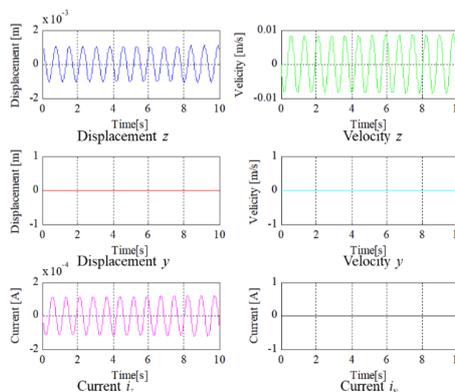


Fig. 3 Analyzed response of proposed control model with initial displacement in z-direction

電磁石を用いた連続鋼板の非接触案内 (電磁石位置による振動抑制効果に関する実験的検討)

加納蓮、大久保貴之、黒田純平、内野大悟、小川和輝*¹、池田圭吾*²、
加藤太朗*³、遠藤文人*⁴、加藤英晃、成田正敬
(東海大学、*¹愛知工科大学、*²北海道科学大学、*³東京工科大学、*⁴福岡工業大学)

Non-contact Guidance of Continuous Steel Plates Using Electromagnets

(Experimental Consideration on Effect of Vibration Suppression with Electromagnet Position)

R. Kano, T. Okubo, J. Kuroda, D. Uchino, K. Ogawa*¹, K. Ikeda*², T. Kato*³, A. Endo*⁴, H. Kato, T. Narita
(Tokai Univ., *¹Aichi Univ. Tech., *²Hokkaido Univ. Sci., *³Tokyo Univ. Tech., *⁴FIT)

はじめに

溶融亜鉛めっき鋼板は塗装性、溶接性、耐久性に優れることから自動車や建材などに幅広く使用されている。鋼板を製造するラインでは、接触支持搬送がされており、ロールとの接触による表面品質の劣化などの問題点が多数存在する。この問題を解決するために著者らは、直線を走行する連続鋼板のエッジ近傍に電磁力を印加することで鋼板を非接触に案内する検討をしている¹⁾。これまでにマルチボディダイナミクスを用いて鋼板が静止した際のループ形状部の鋼板形状を求め、実験結果と解析結果が一致したことを確認している²⁾。しかし、電磁石の最適な設置位置に関する実験的検討は行われていない。そこで本報告は磁気ガイドウェイシステムに用いる制御用電磁石の設置位置を変更した際の鋼板の振動の変化について検討を行った。

非接触案内形成装置

本研究では、Fig. 1 に示すように連続鋼板が進行方向を変更する部分を模擬した装置により検討を行った。長さ 6894 mm、幅 150 mm、厚さ 0.3 mm のステンレス鋼材製ベルトを溶接した連続鋼板を直径 700 mm、幅 154 mm のプーリから吊り下げた。また、Fig. 1 に示すようにプーリから下に 500 mm、鋼板の面外方向に 50 mm 離れた箇所に外乱用電磁石、鋼板下部のループ部分に制御用電磁石を設置した。Fig. 2 には実験に用いた制御用電磁石ユニットの写真を示す。

外乱入力時における制振性能の実験

制御用電磁石に与える定常電流は 0.5 A とし、測定箇所は鋼板下部ループ部分の 0°、45°、90°、135°、180° とした。実験により得られた実験装置最下点である 90° 位置での鋼板面外方向変位の時刻歴波形を Fig. 3 に示す。同図より 90° 地点においては鋼板進行方向変更部の 0° に制御用電磁石を配置することで高い制御抑制効果を得ることが確認できた。

参考文献

- 1) 柏原, 押野谷, 石橋, 日本 AEM 学会誌, Vol. 11, No. 4, (2003), 235-241.
- 2) 中須賀, 奈良輪, 石原, 山口, 小川, 成田, 加藤, 日本磁気学会論文特集号, Vol. 5, No. 1, (2021), 37-43.

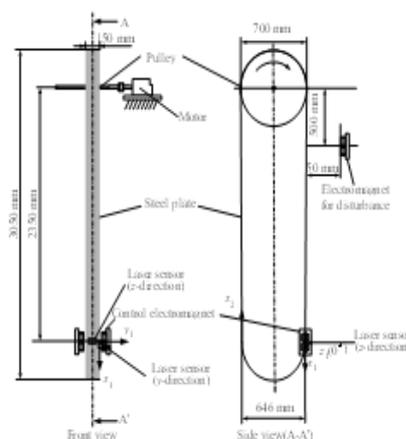


Fig. 1 Schematic diagram of experimental apparatus and measurement position.

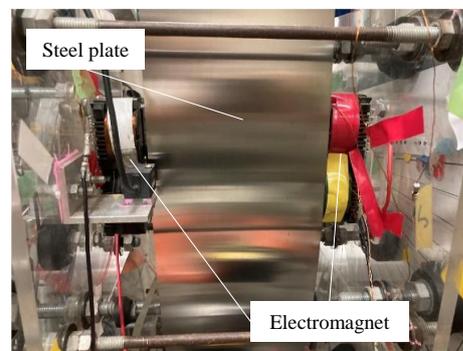
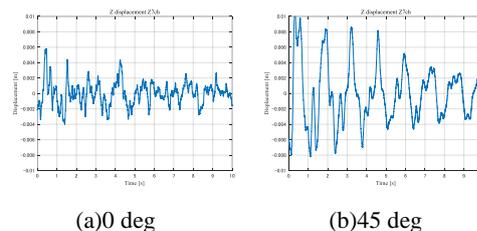


Fig. 2 Control system of the noncontact guide.



(a)0 deg (b)45 deg
Fig. 3 Time history of z-displacement of steel plate at the lowest point of the experimental apparatus, when changing the electromagnet position.

ドライバーの快適性を考慮した超小型モビリティの アクティブシートサスペンション (振動が入力された際の乗員の生体情報に関する実験的検討)

笠松忍、落合真輝、小林一景、内野大悟、黒田純平、遠藤文人*¹、池田圭吾*²、
加藤太郎*³、小川和輝*⁴、成田正敬、加藤英晃
(東海大学、*¹福岡工業大学、*²北海道科学大学、*³東京工科大学、*⁴愛知工科大学)

Active Seat Suspension for Ultra-Compact Mobility Considering Driver's Comfortability (Experimental Consideration on Biological Information of Oscillated Occupants)

S. Kasamatsu, M. Ochiai, I. Kobayashi, D. Uchino, J. Kuroda, A. Endo*¹, K. Ikeda*²,
T. Kato*³, K. Ogawa *⁴, T. Narita, H. Kato
(Tokai Univ., *¹FIT, *²Hokkaido Univ. Sci., *³Tokyo Univ. Tech., *⁴AUT)

はじめに

近年環境問題や高齢化社会問題の影響があり、超小型車両の需要が高まりを見せている。しかしながら超小型車両は非常にコンパクトであるためにあまり大掛かりな装置の改良は行えないという制限がある。例えば、細い道や舗装されていない道には細かな段差や凹凸や小さな障害物が多数路面上にあり、このような道での走行を考慮すると車両の乗り心地劣化が予想される。そこで著者らは、の問題を解決するために超小型車両を用いたアクティブシートサスペンションを提案し、乗員の乗り心地感覚やその時の心理状態を反映させることを目的としている^{2,3)}。本報告では悪路走行時の外乱を模擬した振動にアクティブシートサスペンションにより発生させた振動を重畳し、その際の乗員の乗り心地について生体情報を測定して評価を行った。

アクティブシートサスペンションの制御モデルと制御システム

本報告で使用したアクティブシートサスペンションのモデルを Fig. 1 に示す。制御用アクチュエータにはボイスコイルモータ (VCM) を使用した。実験は Fig. 2 に示すようにアクティブシートサスペンションが設置された超小型車両に着座して乗員を加振し、生体情報の測定を行った。アクティブシートサスペンションは車両の座席部に設置し、車体の固有振動数による共振を防ぐためにジャックアップした状態でアクティブシートサスペンションを動作させ、実験協力者を3分間加振した。加振周波数は悪路走行時の外乱を模擬した4 Hzの正弦波に2~10 Hzの正弦波でマスキングを行った。その結果3 Hzでマスキングを行った際に、ストレス指標となる生体情報が低下する傾向が得られた。

参考文献

- 1) 阿部, 新井, 押野谷, 石橋, 日本機械学会 2002 年度年次大会講演会論文集, 2002, Vol. 7, No. 02-1, pp. 175-176.
- 2) 押野谷, 石橋, 新井, 日本 AEM 学会誌, 2003, Vol. 11-No. 4, pp. 209-215.
- 3) 新井, 阿部, 押野谷, 石橋, 第 45 回自動制御連合講演会, 2002, pp. 471-472.

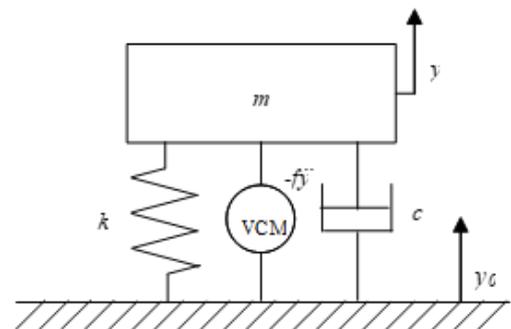


Fig. 1 Model of active seat suspension

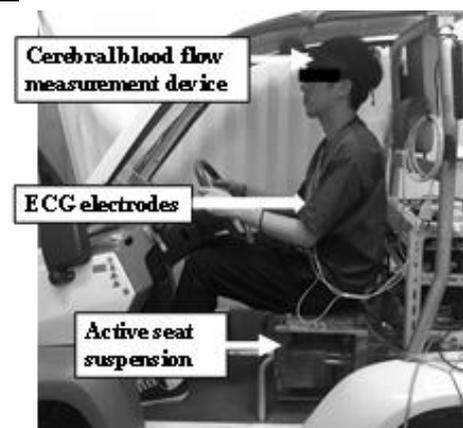


Fig. 2 Experimental Scene

熱流センサー開発のための GdCo(TbCo)合金における異常ネルンスト効果

小田切美穂、今枝寛人、鷲見聡、栗野博之、田辺賢士 (豊田工業大学)

Anomalous Nernst effects in TbCo and GdCo alloys for heat flux sensing

M. Odagiri, H. Imaeda, S. Sumi, H. Awano and K. Tanabe (Toyota Technological Institute)

はじめに

近年、熱流センサーの需要が高まっている。これは、熱流を検知することで、温度センサーよりも速く発熱を検知できる特徴がある。現在、実用化されている熱流センサーは、ゼーベック効果を用いたセンサーであるが、非常に高価という課題がある。そこで Zhou らは、安価に作製可能な、異常ネルンスト効果 (ANE) を利用した熱流センサーを提案した[1]。一般的に ANE 型センサーは、発生電界 E と熱流束密度 j の比 $|E/j|$ で評価される。 $|E/j|$ は、横ゼーベック係数 S_{ANE} に比例し、熱伝導率 K に反比例するため、大きな S_{ANE} と低い K を持つ材料が求められる。さらにデバイス化する際には、正負の S_{ANE} を持つ 2 種の材料が必要になることから、 $|E+/j+| + |E-/j-|$ で評価することが重要になる ($E+$ (E) と $j+$ (j) は、 $S_{ANE} > 0 (< 0)$ の材料の E と j)。ここで我々は、希土類遷移金属合金 (TbCo, GdCo) に着目した。この合金は、希土類元素の濃度変調により、 S_{ANE} の符号を反転させることができ、またアモルファス合金であるため、低い熱伝導率が期待される。

実験方法および結果

作製した試料構造は、 $\text{Si}_3\text{N}_4(10 \text{ nm})/\text{Gd}_x\text{Co}_{1-x}(\text{Tb}_x\text{Co}_{1-x})(20 \text{ nm})/\text{Si}_3\text{N}_4(3 \text{ nm})/\text{SiO}_2$ glass sub. である。この試料における S_{ANE} を測定し、熱流センサーとして利用した際の感度 ($|E+/j+| + |E-/j-|$) を評価した。 S_{ANE} 測定の結果 (Fig. 1)、GdCo と TbCo 合金はともに類似の傾向を示し、おおよそ 20at% で符号反転することが明らかになった。次に S_{ANE} の最大値 ($\text{Gd}_{8.9}\text{Co}_{91.1}$) と最小値 ($\text{Gd}_{23.7}\text{Co}_{76.3}$) となった組成において、 $|E/j|$ を測定した。その結果、それぞれ 0.17, 0.29 ($\mu\text{V}/\text{m})/(\text{W}/\text{m}^2)$ となり、合計すると $|E+/j+| + |E-/j-| = 0.46$ ($\mu\text{V}/\text{m})/(\text{W}/\text{m}^2)$ となることが分かった (Fig. 2)。この値は、過去の先行研究[1-2] と比較して約 2 倍大きい結果である。

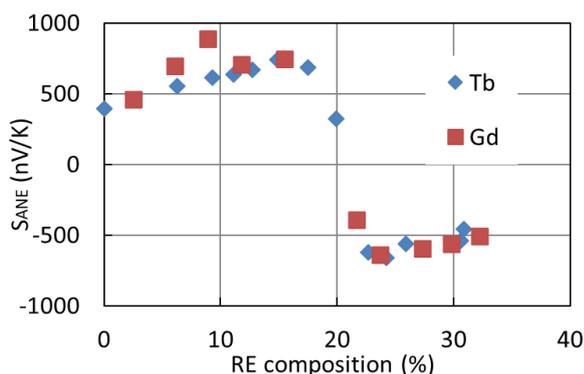


Fig. 1 横ゼーベック係数の組成依存性

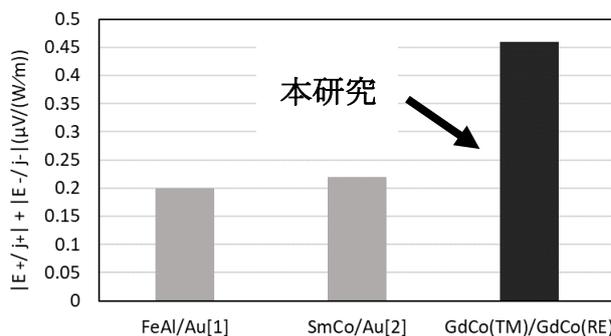


Fig. 2 先行研究との感度に関する比較

参考文献

[1] W. Zhou and Y. Sakuraba, Appl. Phys. Express 13 (2020) 043001.

[2] R. Modak et al., Sci. Technol. Adv. Mater., 23 (2022) 768.

謝辞 この研究はパロマ環境技術開発財団の助成を受けて行われたものです。

薄膜磁気インピーダンス素子の GHz 帯でのインピーダンス変化率

田中 雄太, 谷井 雅, 菊池 弘昭
(岩手大学)

Impedance change ratio of thin-film MI element at GHz range

Y. Tanaka, M. Tanii, H. Kikuchi
(Iwate University)

1. はじめに

センサへの要件として、電子デバイスの携帯性や利便性の向上のために素子の小型化や、非破壊検査応用においてより小さな欠陥を検出するために空間分解能の向上、高感度化が挙げられる。本研究では、小型化が可能で、室温動作するセンサの中では高い感度を有している薄膜 MI センサに焦点を当て、素子の構造が単層で、素子長 1.0 mm の薄膜において 1 GHz で数 100% の変化率を実現してきた。回路の高周波化やそれと対応する電流分布計測、非破壊検査の渦電流探傷における高周波磁界計測の需要が進展するものと思われる。よって、本研究では、薄膜 MI 素子の GHz 帯での高周波特性を実験的に調べるとともに GHz 帯で大きなインピーダンス変化率実現の可能性について磁界シミュレーションに基づいて検討した。

2. 実験方法

素子はアモルファス CoZrNb 膜、電極には Cu を用いた。素子の寸法は、長さ 1.0 mm、幅 10~80 μm 、厚さは 1~5 μm とした。薄膜はマグネトロンスパッタを用いて形成し、磁界中熱処理（真空中、400°C、3 kOe）により素子の幅方向に一軸磁気異方性を付与した。素子のインピーダンスはネットワークアナライザを用いて、入力電圧 -20 dBm、励磁周波数 1 MHz~3 GHz の範囲で計測した。その際、直流磁場を素子長手方向に印加した。磁界シミュレーションには FEMtet (ムラタソフトウェア) を使用し 2 次元解析とした。

3. 実験結果

図 1 には膜厚 5 μm 素子におけるインピーダンスの周波数特性を示した。外部磁界をパラメータとしている。印加磁界を増加すると周波数 1 GHz 付近でインピーダンスの最大値が得られている。2, 3 GHz においてインピーダンスが減少しているのは、強磁性共鳴による。図 2 は膜厚 5 μm の素子において、最大インピーダンス変化率の周波数依存性を示した図である。幅が 40 μm で 1 GHz のときにインピーダンス変化率が最大となった。インピーダンス変化が最大となる周波数は強磁性共鳴に依存すると考えられる。図 3 は 1 GHz での最大変化率の素子幅依存性を示した。実験値とともに計算値も併せて示す。定性的には変化は一致している。計算に強磁性共鳴の効果は取り込めていないが、実験的に強磁性共鳴周波数がわかると最大インピーダンスの見積もりが可能になる。

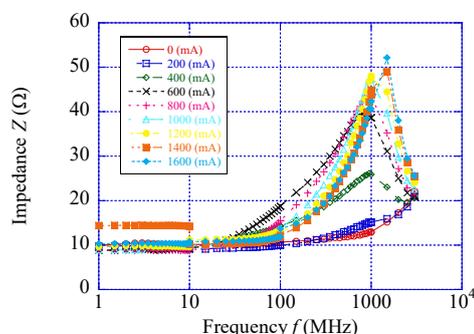


Fig. 1 Frequency dependence of impedance.

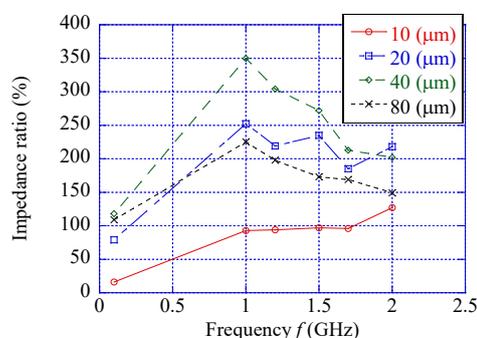


Fig. 2 Dependence of maximum impedance change ratio on frequency.

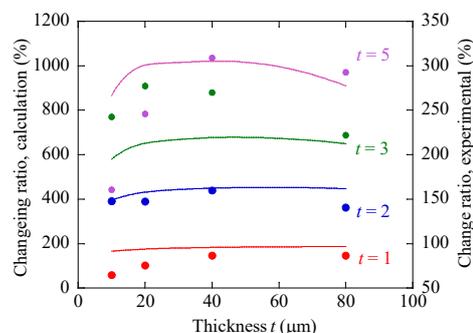


Fig. 3 Dependence of maximum impedance change ratio on element width (calculation and experimental).

磁気円二色性(MCD)を用いた高飽和磁化($\text{Fe}_{75}\text{Co}_{25}$) $_x$ - Ir_{1-x} 組成傾斜膜における磁気モーメントの起源の解析

Analysis of the origin of magnetic moments in ($\text{Fe}_{75}\text{Co}_{25}$) $_x$ - Ir_{1-x} composition gradient alloy with high saturation magnetization using magnetic circular dichroism (MCD)

東理大先進工¹, NIMS², JASRI³

○河崎 崇広¹, 山崎 貴大¹, Foggiatto Lira Alexandre¹, 福 健太郎¹, 遠山 諒², Varun K. Kushwaha², 桜庭 裕弥², 岩崎 悠真², 小谷 佳範³, 大河内 拓雄³, 東 晃太郎³, 河村 直己³, 小嗣 真人¹

Tokyo Univ. of Sci.¹, NIMS², JASRI³, °Takahiro Kawasaki¹, Yamazaki Takahiro¹, Foggiatto Lira Alexandre¹, Kentaro Fuku,

Ryo Toyama², Varun K. Kushwaha², Yuya Sakuraba², Yuma Iwasaki², Yoshinori Kotani³, Takuo Ohkochi³, Kotaro Higashi,

Naomi Kawamura³, Masato Kotsugi¹

多元系磁性合金の磁気モーメントは構成元素の組み合わせに大きく依存し、複雑な相互作用によって発現することが知られている。近年我々は、第一原理計算と機械学習とコンビナトリアル材料合成を組み合わせ、スレーターポーリング曲線を超える高磁気モーメント材料“ $\text{Fe}_3\text{Co-Ir}$ ”を提案することができた^[1]。その一方で磁気モーメントの起源である電子スピン状態は明らかになっておらず発現メカニズムは未解明である。そこで本研究では磁気円二色性(MCD)測定を用いて、軌道とスピン磁気モーメントを元素選択的に解析し、磁気モーメントの起源を議論した。解析ではコンビナトリアル手法によるハイスループット計測を実施した。

コンビナトリアルスパッタリング装置を用いて $\text{MgO}(100)$ 基板上に $(\text{Fe}_{75}\text{Co}_{25})_{1-x}\text{Ir}_x$ ($0 \leq x \leq 0.11$)の組成傾斜膜を 30 nm 成膜し、酸化防止層として Ru を 2 nm 蒸着した。組成は蛍光 X 線分析(XRF)を用いて確認を行った。次に SPring-8 の MCD を用いて BL25SU では Fe, Co の, BL39XU では Ir の L 吸収端における X 線吸収分光(XAS)スペクトルを取得した。このスペクトルから磁気光学総和則を用いて軌道磁気モーメント, スピン磁気モーメントを算出した^[2]。

Fig1(a)に Fe のスピン磁気モーメント, (b)に軌道磁気モーメントの Ir 濃度に対する結果を示す。Ir の濃度が増加するにつれて各モーメントの値が増加することが明らかとなった。MCD の実験結果は第一原理計算の結果と自己矛盾の無い結果であった。

本研究では FeCoIr の磁気円 MCD を用いた解析を行った。Ir 濃度が増えることによるスピン及び軌道磁気モーメントの変化を実験的に明らかにした。当日は Ir の磁気モーメントについても議論を行う。

[1] Y. Iwasaki *et al.*, *Commun Mater* **2**, 31 (2021).

[2] C.T.Chen *et al.*, *Phys.Rev.Lett.* **75**, 152 (1995).

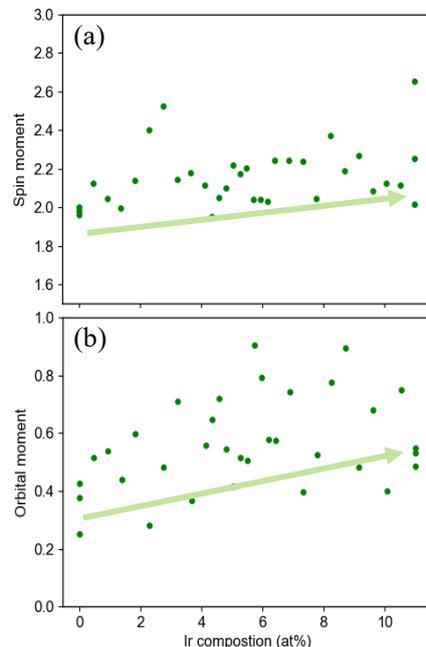


Fig1. Ir composition dependence of spin and orbital magnetic moments of Fe evaluated by Sum-rule analysis

マイクロパウダードライ法を用いた PEG 化酸化鉄ナノ粒子の乾燥技術の検討

西垣紘汰¹、清野智史¹、田邊瑞姫¹、此尾友花¹、上松天^{1,2}、中川貴¹
(¹大阪大学、²株式会社アルバック)

Investigation of drying technique for PEGylated iron oxide nanoparticles using the Micro Powder Dry method.

K. Nishigaki¹, S. Seino¹, M. Tanabe¹, T. Konoo¹, S. Uematsu^{1,2}, T. Nakagawa¹
(¹Osaka University, ²ULVAC, Inc.)

1. 緒言

脳内標的部位への磁性ナノ粒子の送達手段として、粒子が分散した水溶形態での経鼻投与法が検討されている¹⁾。磁性ナノ粒子の投与形態を粉末とすることで、経鼻投与量を増加させることができれば、脳内への移行量の向上が期待される。粉末試料を得るための乾燥技術に求められる条件としては、良好な再分散性を示すこと、また磁気物性に影響を及ぼさないことが挙げられる。その乾燥技術として、マイクロパウダードライ法（以下、 μ PD法と表記）に着目した。 μ 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。これまでの研究で、カルボキシデキストランで保護された酸化鉄ナノ粒子分散液（Ferucarbotoran）に μ PD法を適用することで、乾燥前後で磁気物性に变化がなく、非常に良好な再分散性を示す乾燥粉末が得られることを報告した²⁾。本研究では、PEG修飾された酸化鉄ナノ粒子の水分散液を検討対象とした成果について報告する。

2. 実験方法

Ferucarbotoran 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）を磁性ナノ粒子として使用した。FcM の表面に放射線還元法を用いて Au ナノ粒子を固定化した後（Au/FcM）、PEG-SH 水溶液と混合することで、Au-S 結合を介して粒子表面を PEG 化した（PEG-Au/FcM）³⁾。乾燥手法として、 μ 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 TEM および SEM 観察により評価した。また粉末試料を純水、または PBS 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を行った。磁気特性は VSM で評価した。

3. 結果と考察

TEM 観察により、粒径約 5nm の酸化鉄粒子と金粒子が複合化していること、また μ PD法による乾燥前後で複合粒子の形態に変化がないことが分かった。SEM 観察により、 μ PD法で作製した PEG-Au/FcM 試料は約 1 μ m 前後の粉体になっていることが分かった (Fig.1)。DLS 測定による二次粒子径評価の結果、 μ PD法で得られた粉末試料が最も良好な水再分散性を示した。 μ PD法による乾燥技術は、PEG 化磁性ナノ粒子の乾燥処理法としても有望であると言える。

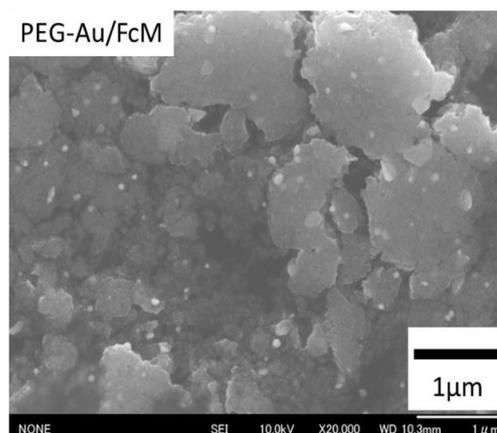


Fig.1 SEM observation results of PEG-Au/FcM powder samples prepared by the μ PD method.

参考文献

1) 清野他, 第45回日本応用磁気学会学術講演会概要集 (2021) 01aA-5, 2) 西垣他, 第46回日本応用磁気学会学術講演会概要集 (2022) 07aPS-13, 3) S.Seino et al., J Nanopart Res., 15 (2013) art. no. 1305

熱分解法によるオレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子の合成

山下詩織、三浦麗央、瀧源裕仁、清野智史、中川貴
(大阪大学)

Synthesis of oleic acid-stabilized iron oxide nanoparticles by thermal decomposition

S. Yamashita, R. Miura, H. Takimoto, S. Seino, T. Nakagawa
(Osaka Univ. of Engineering)

はじめに

磁気粒子イメージング (MPI) 用トレーサーとして用いる磁性ナノ粒子 (MNP) に酸化鉄ナノ粒子が検討されている¹⁾。生体内での MPI イメージングは、トレーサーとして体内に注入した MNP からの交流磁化信号を検出し、生体内を高感度・高解像度にイメージングする技術であり、高い MPI シグナルを示す粒子設計が重要である。高 MPI シグナルを示す MNP の磁気特性には、磁気緩和が早いこと、飽和磁化が大きいこと、磁化率が高いことが挙げられる。一般に、これらを満たす MNP は単磁区構造で粒径が大きく、狭い粒径分布を持つと知られている²⁾。熱分解法により作製した粒子は、粒径や形状の分散性が低く、高い磁化を示すことから、MPI 用トレーサーに用いる MNP として有望である³⁾。本研究では、MPI 用トレーサー粒子の開発に向けた MNP の合成を熱分解法により行った。出発原料溶液の組成と加熱処理時間に着目し、合成した粒子の形態や粒径分布、磁気特性の相関に基づいて考察した粒子生成過程について報告する。

実験方法

既往研究を参考に、オレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子の合成を行った⁴⁾。鉄原料としてオレイン酸鉄を使用し、粒子の表面保護材であるオレイン酸と共に、オクタデセンを溶媒として出発原料溶液を調製した。出発原料溶液を反応容器内に密封、脱気した後、アルゴン雰囲気下で 300°C の高温加熱処理を行った。加熱処理温度を 300°C で固定し、出発原料溶液中のオレイン酸鉄に対するオレイン酸の割合と加熱処理時間を任意で設定した。熱処理後の溶液を回収し、メタノール/アセトン混合溶液による洗浄操作を複数回行った後、沈殿物をトルエンで再分散させた。得られたナノ粒子分散液の評価は、磁気特性は VSM 測定で、粒子の形状や粒径分布は TEM 観察で行った。

実験結果及び考察

合成したナノ粒子の TEM 観察の結果を Fig.1 に示す。Fig.1 より、粒径と形状が揃った粒子が観察された。オレイン酸鉄に対するオレイン酸の割合が 1:3 の時、MPI に適した磁場磁化曲線となった。オレイン酸鉄に対するオレイン酸の割合を 1:3 で固定した場合、加熱処理時間の長い 24 時間の時に、粒子の飽和磁化がバルク体と同等の大きさを示した。加熱処理により、粒子内の原子配列の向上と粒子の単結晶化が進み、結晶性が高くなったためだと考えられる。また、加熱処理時間が 8 時間未満では、大きな粒子と小さな粒子との間に 15 nm 以上の粒径のばらつきがあったが、加熱処理時間を長くするにつれて、平均一次粒径は増大し、粒径分布は単峰性分布に近づいた。発表では、酸化鉄ナノ粒子の生成過程及びそれぞれの磁気特性について議論する。

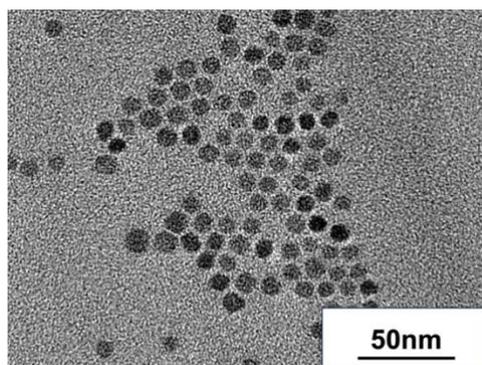


Fig.1 TEM image of oleic acid-stabilized iron oxide nanoparticles.

参考文献

- (1) 吉田敬 et al., まぐね, **13** (2018), (2) R.M. Ferguson et al., *Med. Phys.*, **38** (2011), p.1619-1626
(3) R.M. Ferguson et al., *J. Appl. Phys.*, **111** (2012), (4) R. Nikhil et al., *Chem. Mater.*, **16** (2004), p.3931-3935

オレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子への シランカップリング処理条件の探索

瀧源裕仁、三浦麗央、山下詩織、清野智史、中川貴
(大阪大学)

Exploration of silane coupling treatment conditions for oleic acid-stabilized iron oxide nanoparticles

H. Takimoto, R. Miura, S. Yamashita, S. Seino, T. Nakagawa
(Osaka Univ. of Engineering)

はじめに

磁性ナノ粒子 (MNP) の存在部位を高感度・高分解能に画像診断することが期待される磁気粒子イメージング (MPI) は医療応用に向け注目されている¹⁾。熱分解法から得られるオレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子は高い MPI シグナルを示す MNP として有望である²⁾。しかし、粒子表面を保護しているオレイン酸は疎水性であることから水分散が困難である。本研究ではオレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子へのシランカップリング処理による疎水性高分子保護材の除去とアミノ基の付与、および PEG 修飾による水分散性の向上を図った。

実験方法

熱分解法で合成したオレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子を出発原料として使用した。溶媒としてトルエンを使用し、シランカップリング剤として 3-アミノプロピルトリメトキシシランを、添加剤として超純水およびトリエチルアミンを添加した後、反応容器に封入した。混合液を一定温度で超音波処理することでシランカップリング処理を行った。得られた粒子を磁気分離とアセトン洗浄により精製し、超純水中に分散させた。シランカップリング処理後の粒子にアミン反応性の NHS 基を有する PEG を添加して反応させた。

結果・考察

シランカップリング処理前後の各溶媒中での分散状態を比較した結果を図 1 に示す。オレイン酸被覆酸化鉄ナノ粒子はトルエンに分散したのに対し、シランカップリング処理後に得られた粒子は水に分散した。この結果から、シランカップリング処理によってオレイン酸が脱離したことが示唆される。図 2 にシランカップリング処理後の粒子の TEM 像を示す。表面修飾工程において、酸化鉄ナノ粒子の一次粒子径は変化しないことが確認された。また、PEG 修飾前後の二次粒子径を測定したところ、PEG 修飾後に二次粒子径が大きく減少した。シランカップリング処理により粒子表面に導入されたアミノ基を介して PEG 修飾が行われたものと考えられる。発表では処理条件と得られた粒子の物性との相関を議論する。

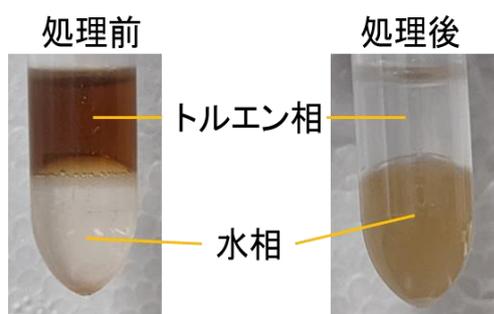


図 1 処理前後の粒子の水分散性の変化

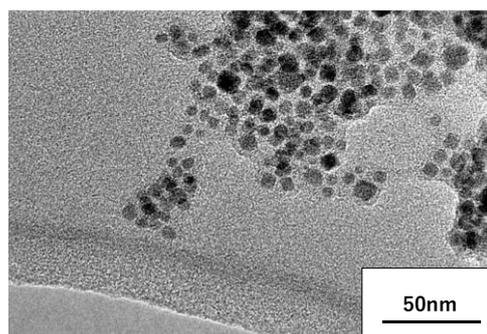


図 2 シランカップリング処理後の粒子 TEM 像

参考文献

- 1) 吉田敬 et al., まぐね, **13** (2018), 2) R.M. Ferguson et al., *J. Appl. Phys.* **111** (2012)

平行直流交流磁場を用いた磁気粒子イメージングシステムの 信号処理に関する研究

飯塚 森人, 古川 忠弥, 清野 智史, 中川 貴
(大阪大)

Study on Signal Processing of Magnetic Particle Imaging System with Parallel DC AC Magnetic Field
M. Iizuka, A. Furukawa, S. Seino, T. Nakagawa
(Osaka Univ.)

はじめに

近年、磁気ナノ粒子を画像化する磁気粒子イメージング(MPI)法が医療用画像診断技術として注目されている¹⁾²⁾。MPIには様々な課題がある中で、本研究では空間分解能の向上に着目する。MPIでは、磁気粒子を励起するための交流磁場と、空間分解能を得るための直流磁場(傾斜磁場)による無磁場領域(FFR)を用いる。この交流磁場と直流磁場を一对のコイルによって発生し、平行に磁場を印加する装置を製作した。本装置では無磁場線(FFL)を用いる。一般にMPIでは奇数倍高調波の絶対値が用いられる。しかし、このような印加磁場下では粒子が存在する場所以外にもピークが表れる。これにより偽像が発生し、分解能の低下につながる。

本研究では高分解能化を目指した信号処理について述べる。本手法では信号を位相情報から正負符号化し、積分を行う。奇数倍高調波に加えて、積分した偶数倍高調波を用いることにより偽像の抑制を行う。

手法

交流磁場と直流磁場を平行に印加した場合でのMPIで得られる高調波信号のシミュレーションを行った。磁気粒子の磁場磁化曲線はランジュバン関数で再現した。交流磁場の振幅は8 kA/mとして行った。取得した磁化信号からフーリエ変換を行った際の位相情報から正負符号化を行った。印加している交流磁場周波数の信号を基準とし、そこからの高調波の位相差を求める。この高調波の実成分の符号を用いて正負の符号化を行った。符号化した偶数倍高調波を積分することで粒子のある位置にピークを持つ信号に変換し、高調波信号の和をとった。

結果

シミュレーション結果をFig.1に示す。それぞれの信号の最大値で規格化している。(a)は2倍高調波と3倍高調波のシグナルの正負の符号化を行ったものである。従来手法ではこのシグナルの絶対値を用いており、2倍高調波はFFRで値が0になりこのままでは粒子の検出に用いることは難しい。また、3倍高調波ではFFRでピークを持つが、両脇にピークが表れており偽像が発生する。(b)は2倍高調波を積分したものと3倍高調波の和である。ピークが正の値を持つようにそろえている。(c)は3倍高調波の絶対値と、符号化し積分した2倍高調波と3倍高調波の和の比較である。この手法により、従来の3倍高調波の絶対値のみを用いた方法と比較し、偽像を大幅に抑制できることが明らかになった。当日にはこの手法を用いてサイングラムを取得し、画像化した結果を掲載する。

参考文献

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

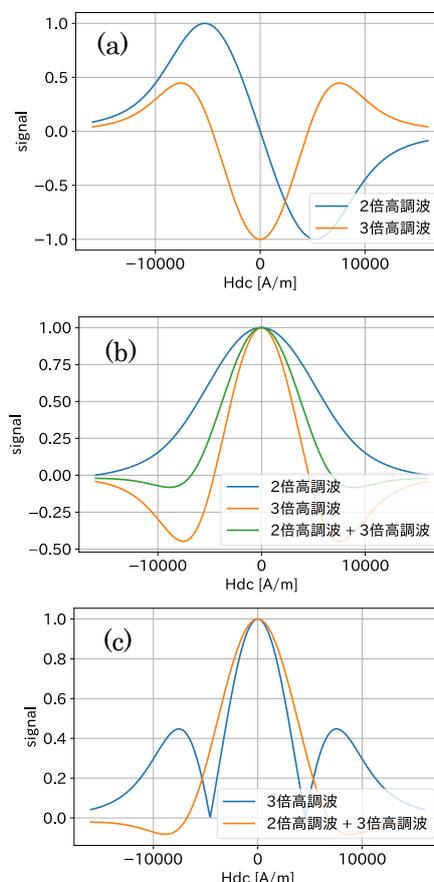


Fig. 1 MPI Signal Simulation Results

FePt グラニューラ薄膜の磁気特性と組織に及ぼす粒界酸化物のカーボン置換効果

°タム キム コング^{a)}, 櫛引 了輔^{a)}, 斉藤 伸^{b)}
 (°^{a)}田中貴金属工業株式会社, °^{b)}東北大学)

Effect of Carbon Substitution into Oxide Grain Boundaries on Magnetic Properties and Microstructure of FePt Granular Thin Films

°Kim Kong Tham^{a)}, Ryosuke Kushibiki^{a)}, and Shin Saito^{b)}
 (°^{a)}TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K., °^{b)}Tohoku University)

はじめに $L1_0$ FePt 薄膜は室温で 5×10^7 erg/cm³ の高い磁気異方性エネルギー (K_u) および適度なキュリー温度を備えているため、次世代熱アシスト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、結晶粒が孤立しているグラニューラ構造、 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_2O_3 ¹⁾, SiO_2 ²⁾, TiO_2 ³⁾, BN ⁴⁾, C ^{5,6)} などの様々な材料を FePt 薄膜へ添加した研究が盛んに行われてきた。以前、我々は薄膜の飽和磁化 (M_s) が GBM の融点に依存していることを報告した¹⁾。粒界材が C と氧化物とのグラニューラ薄膜を比較すると、C の場合では、 M_s は FePt と C との体積平均値よりも大きく低下している反面、 c 軸が膜面平行に配向している結晶粒の割合は少ない。氧化物の場合では、 c 軸膜面内配向結晶粒の割合は多いものの、 M_s は C 添加薄膜ほど低下しない。そこで、FePt グラニューラ薄膜において、高 M_s と c 軸膜面内配向結晶の形成を抑制することを両立するために、FePt グラニューラ薄膜の粒界酸化物の一部に C で置換する検討を行い、磁気特性および組織を調べたので報告する。

実験結果 試料の層構成は Sub./ $Co_{60}W_{40}$ (80 nm)/ MgO (5 nm)/ FePt-15vol%oxide-15vol%C (5 nm)/ C(7 nm) とした。FePt-oxide-C グラニューラ薄膜は Ar ガスを流しながら、550°C の温度で成膜した。

Fig. 1 に、様々な酸化物材料種に対して作製した FePt-oxide-C、並びに FePt-oxide グラニューラ薄膜における M_s および $K_{u\perp}$ を粒界材の平均融点 (T_m^{ave}) に対して示す。いずれの材料系についても M_s が T_m^{ave} に対してほぼ直線的に変化しており、 T_m^{ave} を約 2000 から 3500°C まで変化させると、 M_s は約 600 から 530 emu/cm³ に変化する。一方、 $K_{u\perp}$ については FePt-oxide-C 薄膜では、 9×10^6 erg/cm³ 以上の値を示しているものの T_m^{ave} と強い相関は見られない。

Fig. 2 に、(a) FePt-oxide-C および (b) FePt-oxide グラニューラ薄膜の面内 XRD プロファイルを示している。いずれのグラニューラ薄膜においても、ブラッグ角 33°, 47°, 69° 付近で、それぞれ $L1_0$ -FePt 相の (110), (200), (220) 回折線が観測され、FePt 磁性粒が c 軸の膜面垂直に優先配向していることが明らかになった。FePt-oxide-C グラニューラ薄膜では、ブラッグ角 24° 付近の $L1_0$ -FePt 相の (001) 回折線の積分強度が FePt-oxide グラニューラ薄膜に比べて小さいことから、FePt-oxide-C は FePt-oxide グラニューラ薄膜に比べて c 軸を膜面平行に配向させている結晶粒が少ないことがわかる。講演では、FePt-oxide-C グラニューラ薄膜の規則度および組織を報告する予定である。

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).

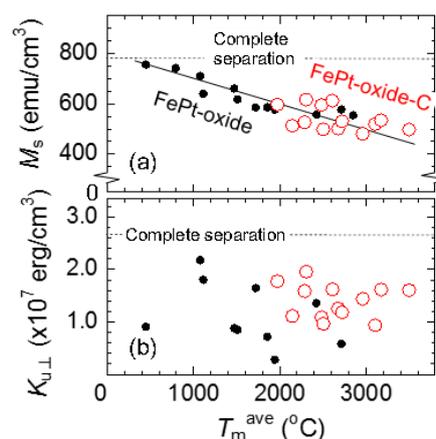


Fig. 1 M_s and $K_{u\perp}$ for FePt-oxide-C and FePt-oxide granular films prepared with various oxides against the average melting point of the GBM (T_m^{ave}).

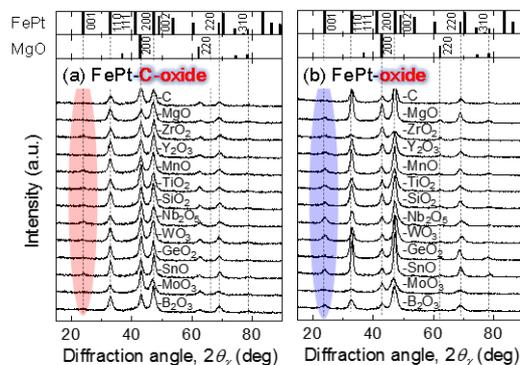


Fig. 2 In-plane XRD profiles for (a) FePt-oxide-C and (b) FePt-oxide granular films.

温度履歴を用いた L1₀ 型 FePt グラニューラ薄膜の ブロッキング現象の評価

○岩動 大樹¹, 齊藤 節¹, 兼子 隼¹, タム キム コング², 小川 智之¹, 齊藤 伸¹

(1. 東北大学, 2. 田中貴金属工業)

Evaluation of blocking phenomenon for L1₀ typed FePt granular films by using temperature hysteresis

○Daiki Isurugi¹, Takashi Saito¹, Shun Kaneko¹, Kim Kong Tham², Tomoyuki Ogawa¹, and Shin Saito¹

(1. Tohoku Univ., 2. TANAKA KIKINZOKU KOGYO K. K.)

はじめに 熱アシスト磁気記録 (HAMR) はハードディスクドライブ (HDD) における次世代の磁気記録技術であり、記録時にレーザーによる加熱で反転磁界を低下させる方式である。その磁性層としては室温で異方性エネルギーが高く適度なキュリー温度 (T_C) をもつ磁性材料に粒界材 (GBM) を添加した L1₀ 型 FePt グラニューラ薄膜が有望視されている¹⁾。一般に、グラニューラ薄膜中の結晶粒の熱磁化反転は、温度を上げると熱エネルギーに対する活性化ポテンシャルが低くなるため、最終的には磁化の時間平均がゼロになるブロッキング現象として顕在化する。したがって、HAMR 用グラニューラ材料においてはブロッキング温度 (T_B) やその分散 (ΔT_B) が重要であるが、HAMR の書き込み時間スケールでの T_B 分散を議論した報告は少ない。そこで本発表では、様々な GBM を有する FePt グラニューラ薄膜のブロッキング現象を VSM 変調検出の時間スケールで評価し、書き込み時間スケールでのブロッキング現象を定量的に見積もったので報告する。

評価の方法と評価結果 ブロッキング現象の評価には、試料の残留磁化 (M_r) の温度履歴を利用した。Fig. 1 に計測の手順を示す。① 磁界を印加し、グラニューラ薄膜中の全ての FePt 結晶粒の磁化を上方向に揃える、② 試料の温度を上昇させ、ある温度までの M_r を測定する、③ 試料の温度を低下させ、室温までの M_r を測定する。試料の温度が上昇するとブロッキング現象を起こす結晶粒が出現する。その後温度が低下して T_B 以下になると、ブロッキング現象を起こしていた結晶粒の磁化の向きは周囲の結晶粒からの双極子磁界により下向きに凍結される。したがってこのときの温度上昇、低下時の残留磁化の値を $M_r^{\text{for}}(T)$, $M_r^{\text{back}}(T)$ とすると $M_r^{\text{for}}(T) > M_r^{\text{back}}(T)$ となる。ブロッキングされた FePt 結晶粒の割合は $(M_r^{\text{for}}(T) - M_r^{\text{back}}(T))/2M_s(T)$ で表され、これは Fig. 1 (b) に示すようにブロッキングされた結晶粒の累積分布に相当する。この累積分布を微分することで、ブロッキングされた結晶粒の頻度の温度分布すなわち T_B 分散が得られる (Fig. 1 (c))。

Fig. 2 は、様々な GBM を有する FePt グラニューラ薄膜の T_B (T_B^{ave}) と T_C との比 (T_B^{ave}/T_C) に対する ΔT_B を示したものである。ここで T_B 分散の最小値と最大値をそれぞれ T_B^{min} と T_B^{max} とし、 $T_B^{\text{ave}} = (T_B^{\text{min}} + T_B^{\text{max}})/2$ 、 $\Delta T_B = T_B^{\text{max}} - T_B^{\text{min}}$ と定義し、 T_C は様々な規則度を有する FePt 合金薄膜から算出した。本実験の測定時間 60 秒において、 ΔT_B は GBM によって 200–260 K の値を示し、 T_B^{ave}/T_C とは負の相関を示した (図中水色)。この結果を用いて、HAMR-HDD の記録時間に相当する $\tau = 2 \times 10^{-7}$ 秒における ΔT_B を Arrhenius-Neel の式から推定したところ、24.1–72.0 K と見積もられた (図中赤色)。

参考文献 1) T. Saito et al., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **59**, 045501 (2020).

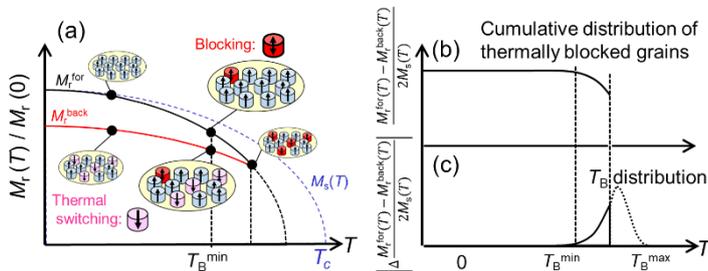


Fig. 1 (a) A schematic diagram of the evaluation method for blocking temperature. (b) Temperature dependence of $(M_r^{\text{for}}(T) - M_r^{\text{back}}(T))/2M_s(T)$, which corresponds to the cumulative distribution of thermally blocked grains. (c) The absolute value of derivative of $(M_r^{\text{for}}(T) - M_r^{\text{back}}(T))/2M_s(T)$, which corresponds to the T_B distribution.

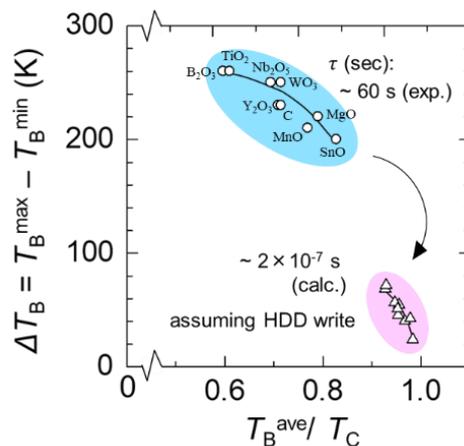


Fig. 2 The variation of T_B distribution (ΔT_B) with respect to the ratio of mean of T_B^{max} and T_B^{min} (T_B^{ave}) to T_C , for FePt granular films with various GBMs. The circle and triangle symbols represent the results at measurement time, τ , of 60 s, and those estimated with $\tau = 2 \times 10^{-7}$ s considering the relaxation equation.