

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 9 日現在

機関番号：11201

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2013

課題番号：23656259

研究課題名(和文) 磁壁移動・磁束変化の同時計測技術開発と磁壁・格子欠陥の相関メカニズム解明への展開

研究課題名(英文) Study on the interaction between magnetic domains and lattice defects and development of measurement technique for domain movement and magnetic flux changes

研究代表者

菊池 弘昭 (KIKUCHI, HIROAKI)

岩手大学・工学部・准教授

研究者番号：30344617

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円、(間接経費) 870,000円

研究成果の概要(和文)：本研究においては、まず、磁壁移動・磁束変化の同時計測技術が可能な測定系の構築を行った。加えて、磁区構造及び磁壁と格子欠陥の相互作用について知見を得ることを目的に、磁性薄膜に微小欠陥を導入し、磁区構造の挙動についての評価・考察を行い、微小欠陥を導入したことにより生じる磁区構造変化やその欠陥位置に磁壁がトラップされることについて実験的に明らかにした。また、薄膜の微細形状の違いによって磁区構造や磁壁移動挙動の違いが生じることも明らかにした。これらの知見を基に局所領域における磁区構造制御、磁気特性制御の可能性が示された。

研究成果の概要(英文)：In this study, a simultaneous measurement system for observation of domain wall movement and detection of induced voltage at pickup coil was developed. On the other hand, the relationships between magnetic domains and lattice defects were clarified experimentally when the micro lattice defects were introduced into the specimen. The defects pinned domain walls and affect the configurations of magnetic domains and behaviors of domain wall movements. The feasibility of controlling the local domain structures and local magnetic characteristics was indicated.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・計測工学

キーワード：磁壁移動 磁区構造 格子欠陥

1. 研究開始当初の背景

社会基盤構造物の老朽化・高経年化が進展し、健全性モニタリングや非破壊評価技術の高度化が望まれている。適用技術の候補に磁気バルクハウゼンノイズを利用した手法が挙げられる。研究事例は多数報告され、ヨーロッパでは自動車産業などで残留応力評価などに実用化されているが、発生メカニズムである磁壁の不連続な動きとセンサ出力との定量的対応が不明瞭なため、材質評価や構造物の経年劣化評価などへの応用は限定的であった。そこで磁壁移動の直接観察と検出コイル誘起電圧の同時計測が実現され、磁区構造及び磁壁と格子欠陥の相互作用の変化とコイル出力との定量的相関関係が明らかになると、信頼性の高いバルクハウゼンノイズを用いた非破壊評価技術開発への道が開ける状況にあった。また、磁区構造及び磁壁と格子欠陥の相互作用についての知見を得ることにより格子欠陥を利用した微小領域の磁区構造制御を行い磁気デバイスの高機能化に寄与できる可能性がある。比較的弱磁場で励磁する軟磁性材料を磁気デバイスに応用する場合、磁気異方性の制御が欠かせない。例えば、低周波(50 Hz~数 100 Hz)で使用する変圧器においては材料の容易軸方向と励磁方向を一致させる必要がある。また、高周波インダクタ(MHz, GHz 領域)では、その困難軸と励磁方向を一致させる必要がある。磁気異方性を制御するためには様々な方法がとられ、材料作製時の条件や作製後に磁場中で熱処理するなどの方法が例として挙げられる。しかし、現在用いられている手法は試料全体の異方性を一方向に制御する方法である。局所的な磁気異方性の制御の試みは、イオン照射による事例を除くとほとんど存在しない。また、材料の磁気特性を特徴づけるのは、その磁区構造によるもので磁区構造の制御も応用上重要である。試料形状や微小欠陥の導入により、磁区構造や磁壁移動挙動が制御できるようになると興味深い事例となる。

2. 研究の目的

カー効果顕微鏡による磁区構造・磁壁移動観察とウェハープローブを用いたコイル計測系の実現により、磁壁移動観察とその磁壁移動に起因するコイルの誘導起電力を同時に計測する測定系の構築について検討する。また、その測定系を用いて意図的に欠陥を導入した磁性薄膜を用いた動作検討を目的とした。一方、微細欠陥導入による局所的磁区構造、磁気特性の制御の可能性を検討するために、微細パターンを施した磁性薄膜の磁気異方性を磁界中熱処理により制御し、さらに微小欠陥を導入し、磁区構造の変化やその挙動についての評価・考察を行うことも目的とした。

3. 研究の方法

磁壁移動観察と誘導起電力の同時評価技術については、カー効果顕微鏡の試料台にウェハープローブが設置可能なステージと磁界印加用のヘルムホルツコイルとを構成することで実現した。ヘルムホルツコイルにより磁界を印加し、磁壁移動の様子をカー効果顕微鏡で、コイルの出力は増幅器を通し、オシロスコープにて観察する。一方、微細欠陥と磁区構造・磁壁移動の関係の検討にはアモルファス $\text{Co}_{85}\text{Zr}_3\text{Nb}_{12}$ の磁性薄膜を用いた。25 × 25 mm^2 のガラス基板(厚さ 1 mm)上に RFスパッタリングにより厚さ 1 μm の磁性薄膜を形成した。薄膜は四角、円、楕円等の形状にリフトオフプロセスを用いて微細加工した。CADのパターン図を図 1 に示す。成膜後、真空雰囲気中で 400°C、2 時間、回転磁界中熱処理を施した後、1 時間静磁界熱処理により磁性膜に一軸異方性を導入した。磁界印加方向が磁化容易軸方向となる。磁界中熱処理時の印加磁界は 3 kOe とした。これら作製した磁性薄膜の磁区構造及び磁界印加時の磁区構造変化をカー効果顕微鏡により評価した。その後、フォトリソグラフィ技術では導入が困難であった 10 μm 以下の微小欠陥の加工を FIB(集束イオンビーム)装置を用いて導入し、微小欠陥が磁区構造及びその磁壁移動挙動に及ぼす影響について検討を行った。

4. 研究成果

ウェハープローブによるコイルの計測系については、短冊磁性薄膜上にスパイラル形状のパターンニングをしたコイル(宮城県産業技術総合センター・研究協力者中居氏より提供)を用いて動作確認を行った。微細パターンにおける磁壁移動観察の確認は行ったが、膜の特性制御に時間を要したこととコイル 1 ターンでは発生電圧が非常に小さいこと等の理由により、微細加工した薄膜における同時計測の実証には至らなかった。この研究プロジェクトは終了するが、コイル巻数を増やす等対策を施し、検討は今後も継続する。

図 2 は欠陥のない試料の磁壁移動の挙動を、図 3 は数 10 μm の比較的大きな欠陥がある試

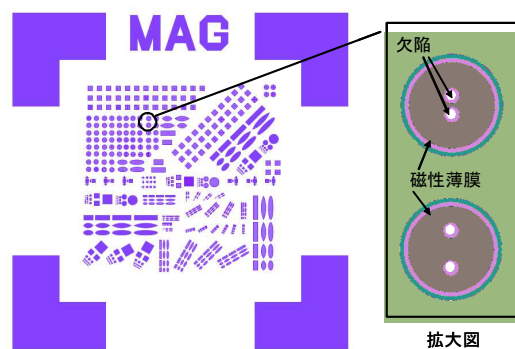
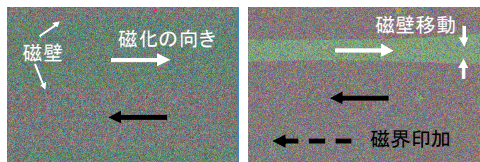
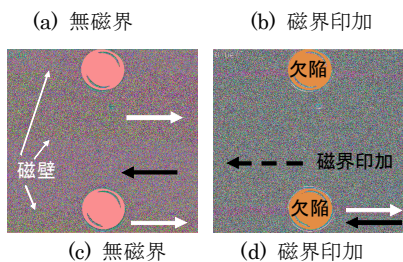
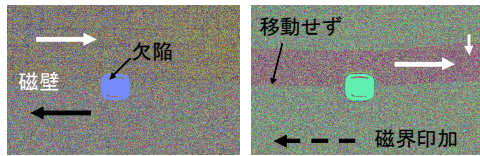


図 1 磁性薄膜加工用マスクパターンの CAD 図面。図面水平方向に磁界を印加して磁化容易軸を形成。



(a) 無磁界 (b) 磁界印加
 図 2 欠陥なしの試料の磁区構造. 磁壁が自由に移動する.

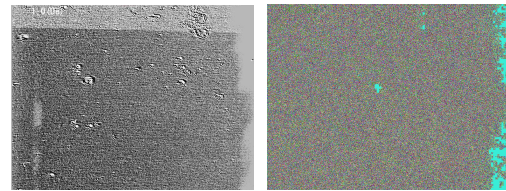


(a) 無磁界 (b) 磁界印加
 (c) 無磁界 (d) 磁界印加
 図 3 欠陥に磁壁が交差. 磁界を印加すると交差する磁壁は移動しない.

料の磁壁の挙動を示している. 図 3 における欠陥は薄膜成膜時にフォトリソグラフィ技術により導入した欠陥である. 欠陥がない場合, 磁界を印加することで磁壁はスムーズに移動する. 一方で欠陥がある場合, 欠陥位置に磁壁が交差し, 磁界を印加しても磁壁は欠陥にトラップされて移動しない(図 3 (a), (b)). 欠陥が複数ある場合については, 各々の欠陥に磁壁がトラップされて移動しない(図 3 (c), (d)).

図 4 は FIB で微細加工を施した楕円形試料(長手: 2400 μm , 幅: 500 μm)の欠陥なしの箇所と欠陥のある箇所の磁区観察画像を示したものである. 欠陥は楕円の中央に直径 10 μm の微細な円形欠陥を空けた. どちらの像も印加磁界は 1 Oe であるが, 図 4 (b) に示されるように欠陥を導入したことで磁壁の位置が欠陥導入前の位置とは異なり, 白色の領域が下方方向に移動し, 磁壁が欠陥位置にトラップされている様子が観察された. 他の試料についても同様に磁界の変化に伴い, 磁壁が移動する際には欠陥位置にトラップされ磁壁と交差していることが確認された.

図 5 は紡錘形試料(長手: 500 μm , 幅: 100 μm)の中央縦一列に円形の欠陥を 4 箇所導入した様子を示したものである. 欠陥の大きさは上から直径 5, 10, 5, 1 μm である. この形状の試料において欠陥なしと欠陥ありの場合における磁区観察画像を示したものが図 6 である. 欠陥がない場合には中央に黒色の磁区領域が走っているのに対し, 欠陥がある場合には一番大きな欠陥である 10 μm の孔を交差するように磁壁が走っている構造に変化している. また, 同一試料において, 印加磁界を変化させたときの磁区観察画像が図 7 である.



(a) 欠陥なし (b) 欠陥あり
 図 4 楕円形中央 1.0 Oe

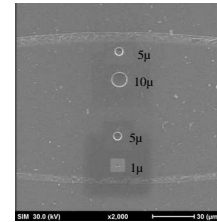
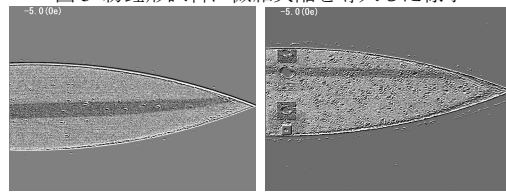
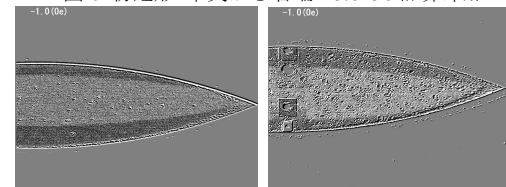


図 5 紡錘形試料に微細欠陥を導入した様子



(a) 欠陥なし (b) 欠陥あり
 図 6 紡錘形 中央から右端 -5.0 Oe 磁界印加



(a) 欠陥なし (b) 欠陥あり
 図 7 紡錘形 中央から右端 -1.0 Oe 磁界印加

印加磁界は -1.0 Oe で, この時 10 μm の欠陥に磁壁が交差しそこに止まり続けていることが観察された. この磁壁の引掛かりにより, 欠陥のない場合と比較して磁区領域の幅が異なっていることがわかる. この引掛かりは磁界をプラスからマイナスに変化させていく中で観察され, すなわち, 白い磁区領域が磁区範囲を広げていく中でトラップされつづけ, 約 3 Oe の磁界変化が起こるまで引掛かることを確認した. また, 下 2 つの欠陥においては磁壁の引掛かりは観察されなかったものの, 欠陥の中間の位置を磁壁が走っており, 二つの欠陥の存在により磁区構造に何らかの作用を与えている可能性を示唆するものである. 図 4 から図 7 までの結果より, 磁壁が磁界印加により移動する際, 微小欠陥がある場合にはトラップされていることがわかった. この磁壁が欠陥にトラップされるのは, 欠陥の端部に磁極が発生することに起因する. 磁区構造は低いエネルギーバランスになるような構造をとり, 欠陥に磁極が発生したことにより, 元の磁区構造より静磁エネルギーを減少させようとした結果, 観察された磁区構造の変化が生じた.

図 8, 9 は先に示した磁区像に基づいて, 磁壁移動する際の磁区幅や磁区領域の変化量の割合を求めて印加磁界に対して示したものである. 図 8 においては磁界変化による黒色領域幅の変化を示しており, 欠陥があると領域

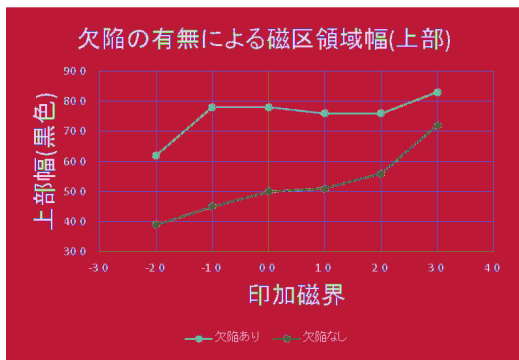


図8 黒色領域幅の印加磁界依存性

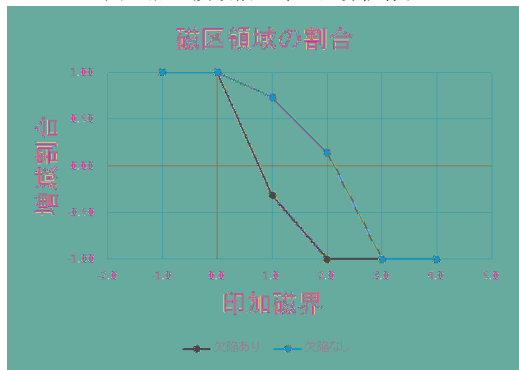


図9 磁区領域変化割合の印加磁界依存性

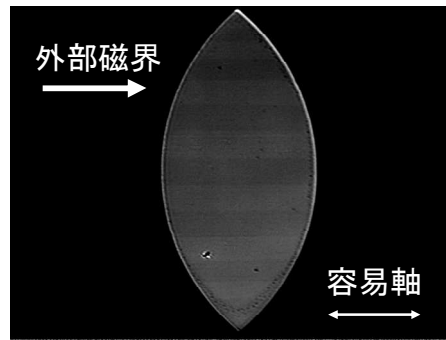
幅は広くなり、変化量は少ない。図9は磁界変化による局所領域での磁区領域割合を示しており、黒領域を1 白領域を-1としている。欠陥があることで磁区領域の変化が大きくなる。

図10は同一の試料に対し、磁化困難軸(磁化容易軸に対し垂直方向の成分)に磁界印加後、磁界なしの状態を観察した磁区像であり、同様に容易軸方向に印加したものが図10(b)である。両者では磁区構造が異なり、磁化困難軸励磁後のほうがより細分化された磁区構造をとることが観察された。

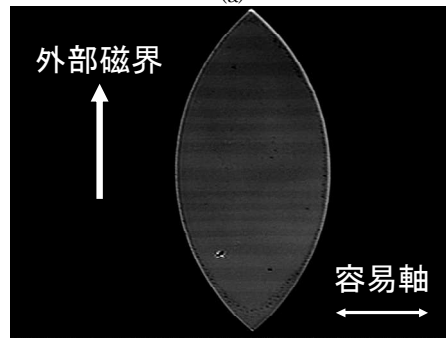
本研究において、磁気薄膜を微細加工し、かつ、微小欠陥を導入して磁区観察を行い、以下の知見を得た。

- (1) 磁壁挙動については、欠陥がない場合、磁界変化で磁壁は自由に移動を行う。始めから欠陥をつけてある場合には欠陥位置に磁壁が交差し、磁界の変化によって磁壁移動しないことを確認した。磁界中熱処理後では欠陥位置に磁壁がトラップされ、トラップされる磁界強度範囲は欠陥の大きさによって差は見受けられない。また、複数個の欠陥がある場合には最大径の欠陥に磁壁がトラップされる。
- (2) 試料の大きさによっては、磁界中熱処理の段階でとりうる磁区構造が大きく異なる。また、その磁区構造の変化に伴う磁壁数の変化、磁壁移動挙動が変化する。
- (3) 容易軸方向や困難軸方向といった試料に対する磁界印加方向を変えることで磁区構造が大きく変化する。試料形状によらず、どの試料であっても困難軸方向印加時には容易軸方向印加時に比べ細分化された磁区領域となる磁区構造をとる。

これらの実験結果から、局所領域の磁区構



(a)



(b)

図10

造制御、磁気特性制御の可能性を示すことができた。

また、関連して本研究の範囲内で矩形上微細薄膜素子における磁区構造・磁壁移動観察を素子幅、長さ、容易軸角度を系統的に変えて行い、磁区構造変化について評価した。この微細素子に高周波電流を通電し、そのインピーダンスの変化と磁区構造変化との対応について調べ、単純な磁区構造モデルを用いることで、磁区構造変化とインピーダンス変化との定性的対応を説明できることを明らかにした。これらの成果は、5. 主な発表論文等に記載した論文投稿や学会発表を行った。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計3件)

- ① H. Kikuchi, Y. Takahashi, K. Takahashi, T. Nakai, S. Hashi, K. Ishiyama, Effects of direction of easy axis on the magnetoimpedance properties of thin film with uniaxial anisotropy, *Journal of Applied Physics*, Vol. 115, 17A303, 2014, 査読有。
- ② H. Kikuchi, J. Kumano, T. Nakai, Y. Onodera, S. Hashi, K. Ishiyama, Effects of the shape of the elements on the properties of stepped giant magnetoimpedance, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 49, No. 7, pp. 4044-4047, Jul 2013, 査読有。
- ③ 菊池昭, 高橋健太, 小野寺雄紀, 高橋洋介, 中居倫夫, 杉修一郎, 石山和志, MI特性に及ぼす容易軸方向及び端部素子形状の影響, 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-13-034, LD-13-038, 2013, 査読なし。

〔学会発表〕(計5件)

- ① 鎌田信吾, 菊池昭, 中居倫夫, 杉修一郎, 石山和志

素子端部と中央部におけるMI特性と反磁界の影響
平成 26 年電気学会全国大会, 愛媛大学, 2014. 3.
18-20.

- ② H. Kikuchi, Y. Takahashi, K. Takahashi, T. Nakai, S. Hashi, K. Ishiyama, Effects of direction of easy axis on magnetoimpedance properties of thin film with uniaxial anisotropy, The 58th Annual Magnetism and Magnetic Materials (MMM) Conference, Denver, Colorado, USA, Nov. 4 - 8, 2013.
- ③ 鎌田信吾, 菊池弘昭, 中居倫夫, 栢修一郎, 石山和志
異なる素子位置における MI 特性と磁区構造変化,
平成25年度スピニクス特別研究会, 銀可ホール, 岩
手大学, 2013.10. 17, 18.
- ④ 菊池弘昭, 高橋健太, 小野寺雄紀, 高橋洋介, 中居倫
夫, 栢修一郎, 石山和志, MI 特性に及ぼす容易軸方
向及び端部素子形状の影響電気学会マグネティッ
クス研究会, 信州大学, 長野, 2013. 6.20, 21.
- ⑤ H. Kikuchi, J. Kumano, T. Nakai, S. Hashi, K. Ishiyama, Effects of edge shape on properties of stepped giant magnetoimpedance, 12th Joint MMM/Intermag Conference, Chicago, Illinois, USA, January 14-18, 2013.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

菊池 弘昭 (KIKUCHI, HIROAKI)
岩手大学・工学部・准教授
研究者番号：30344617

(2) 研究分担者

石山 和志 (ISHIYAMA, KAZUSHI)
東北大学・電気通信研究所・教授
研究者番号：20203036

栢 修一郎 (HASHI, SHUICHIRO)
東北大学・電気通信研究所・准教授
研究者番号：90324285