

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 11 日現在

機関番号：17104

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560402

研究課題名(和文) 紫外光 Kerr 効果顕微鏡による熱アシスト磁化反転の高速・高分解能動磁区観察

研究課題名(英文) High-resolution and dynamic domain observation in demagnetization process at elevated temperature using UV Kerr microscope

研究代表者

竹澤 昌晃 (TAKEZAWA, Masaaki)

九州工業大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：20312671

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000 円、(間接経費) 1,260,000 円

研究成果の概要(和文)：高温中での高異方性磁性材料の高速磁化反転機構をミクロな観点から解明するために、磁気 Kerr 効果顕微鏡による高分解能・高速動磁区観察システムを構築し、高速磁化反転動作における磁区観察を行った。光源波長を 248 nm 紫外光とすることで、100 nm を切る優れた磁区観察の空間分解能が得られることを明らかにした。高磁界中・高温中での高異方性材料の磁化過程の磁区観察が可能な観察システムを実現して Nd-Fe-B 系磁石の磁区観察を行ったところ、磁性材料の磁化反転に要する磁界は、その反転磁区の面積と大きな依存性があることを明らかにした。さらに、雰囲気温度によって反転磁区面積が変化した結果も得られた。

研究成果の概要(英文)：Magnetization reversal were clearly observed with a high-resolution and dynamic domain observation system using Kerr microscope in order to analyze the mechanism of magnetization reversal in high-anisotropic magnetic materials at elevated temperatures. It was found that nanometer-sized domain patterns could be observed with the UV Kerr microscope with a wavelength of 248 nm. The coercivity of the magnetic materials depends on the volume of magnetically coupled grains that simultaneously reverse their magnetization. We found that simultaneous magnetization reversal in several grains occurred at elevated temperatures, and the extent of simultaneous magnetization reversal increases with temperature.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・電子デバイス・電子機器

キーワード：電子デバイス・電子機器 磁区観察 磁区構造 磁気 Kerr 効果 ハード磁性材料 磁化反転 磁化過程 磁気異方性

1. 研究開始当初の背景

電子デバイスに應用される磁性体のマイクロ化と高速化が急速に進んでいる。MRAM素子は半導体メモリ(DRAM)にかわる次世代の超高速、高密度、低消費電力の不揮発性メモリ素子として大規模な研究プロジェクトチームが組織されて研究が進められている。これらの磁気記録素子の開発研究はスピン分極、交換結合バイアス等の材料物理の観点からの研究や、材料の磁気異方性の制御とナノ構造の採用により物性を操作することが行われている。物理定数を操作するような研究は、開発しようとする素子の本質的な進歩をもたらすが、マイクロ磁気素子の物理的特性を可視化し「磁区として把握する」ことは物理定数と物理現象の関係を理解し、開発研究にフィードバックするという観点から非常に重要である。

近年、プローブ顕微鏡、スピン走査型電子顕微鏡、磁気円二色性 X 線励起光電子顕微鏡等の分解能に優れた磁区観察方法が開発され、ナノメートル寸法磁性体の磁区観察が可能となった。一方で、研究代表者は「磁気光学的手法(磁気 Kerr 効果)」による磁区観察技術の開発を続けてきた。上記の近代ツールと比較して、光学顕微鏡は印加磁界下での磁区の動きを連続的に観察でき、「磁区・磁化過程のダイナミクス観察」が可能であるという大きな特長を有している。

本研究で用いる「磁気光学効果を原理とした高速磁区観察法」では、磁気光学効果の利用により磁化の面内成分を直接観測できるとともに、磁区構造変化のダイナミクス観察が可能となる。

1975 年にカリフォルニア工科大の F. B. Humphrey 教授によりレーザを用いたストロボ法による動磁区観察法が最初に報告されて以来、国外で英国カーディフ大学、ドレスデン I.F.W.などが技術開発を進めている一方で、国内においては動磁区観察の技術開発は研究代表者グループを含めわずかしが行われていなかった。なおかつ顕微鏡の分解能が 350 nm 程度であるため、観察対象は一辺が数 10 μm 程度の大きな試料に限られていた。

研究代表者は、これらの特徴を活かすべく、動磁区観察 Kerr 効果顕微鏡を開発してきた。特に磁区のダイナミクス観察に関しては、「CCD カメラのシャッタ制御」による商用周波数での動的観察システムの開発を出発点として動作周波数の高速化を進め、10 kHz で励磁したアモルファス磁性薄帯の高速動磁区観察を実現していた。このような、簡便で柔軟性の高い高速動的磁区観察の技術は、MRAM 素子の実用化や HDDR の高記録密度化に大きく貢献できる発展性の高い研究である。

しかし一方で、光学顕微鏡は磁気力顕微鏡(MFM)などと比較して「空間分解能」が低いという欠点を有している。光学顕微鏡の分解

能は使用する光源の波長で決定されるため、可視光を利用する場合、空間分解能は 350 nm 程度でありナノメートル寸法磁性体の磁区観察に利用するには無理があった。この分解能を向上させるためには、光源波長を短波長化する必要があった。

2. 研究の目的

本研究の目的は、磁気ランダムアクセスメモリ(MRAM)素子やハードディスクドライブ(HDD)における熱アシスト高速磁化反転機構をミクロな観点から解明するために、「加熱機構を有する試料ステージ」と、紫外光源および高速トリガ制御 CCD カメラを用いた「80 nm の空間分解能と 5 ns の高速応答」を有する磁気 Kerr 効果顕微鏡による「高分解能・高速動磁区観察システム」を構築し、「ナノ磁性ドットの熱アシスト高速磁化反転動作の磁区観察」を実現することである。

3. 研究の方法

光源として現在より短波長の 248 nm 波長紫外光を用いることで、顕微鏡の空間分解能を現状の 100 nm 強から 80 nm 以下まで向上させる。この顕微鏡に、温度制御可能な試料ステージと、シャッタのトリガ制御可能な高速・高感度 CCD カメラを組み合わせ、高速動磁区観察システムを構築する。この観察システムを用いて、磁性材料の磁区構造が変化する瞬間の画像を高速・高空間分解能で取り込むことを可能とするため、顕微鏡の使用波長の変更に伴う光量や磁区コントラストの低下を補うため、波長板などの光学素子および顕微鏡内光路のさらなる最適化を行う。さらに、温度制御ステージと、外部トリガ信号により最速 5 ns での CCD カメラシャッター開閉動作を可能にするゲートイメージインテンシファイアを用いた動的磁区観察システムを構築して、熱アシストにより磁性材料の磁区構造が高速で変化する瞬間の画像を高速に取り込むことができるようにする。

4. 研究成果

平成 23 年度は、磁区観察に用いる Kerr 効果顕微鏡の光源波長を可視光である 546 nm から紫外光である 248 nm まで変化させることで、光源波長と磁区観察の空間分解能の関係について調べた。観察試料には、ナノメートル寸法の微細な磁区構造が得られる HDDR プロセスによって作成された Nd-Fe-B 系微細結晶粒磁石を用いた。

その結果、248 nm あるいは 365 nm 波長光を用いることで、図 1 に示すように 100 nm を切る優れた磁区観察の空間分解能が得られることを明らかにした。また、観察像の撮影に用いるカメラとして、高感度・高 SN 比である裏面照射 CMOS カメラを用いることで、従来より高コントラスト・低ノイズの磁区像が得られることが分かった。

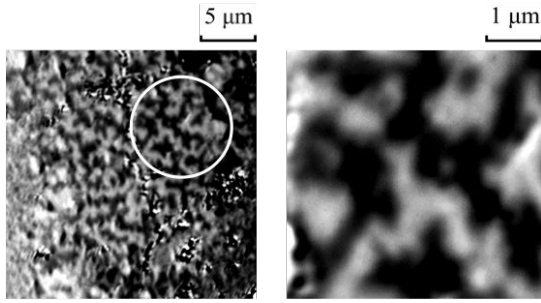


図 1. Nd-Fe-B 磁石の高分解能磁区観察

動磁区観察については、システム構築のための予備実験として磁性アモルファスリボンにより構成したトロイダルコアの動磁区観察を行った。カメラの高速シャッター制御によるストロボ法を用いて、シャッター速度 100 ns、6 kHz 励磁の際の動磁区観察を実現できた。これより、高速動磁区観察システム構築のためのシャッター速度と励磁周波数の関係に関する知見を得ることができた。さらに、磁区観察時の磁性体の温度制御を目的として、温度制御ステージを Kerr 効果顕微鏡に組み込んだ。この観察システムにより、Nd-Fe-B 系磁石の温度を室温から 300 °C まで変化させた状態での磁区観察を実現できた。また、高温観察時の保護膜として Ta スパッタ膜が有効であることも明らかにできた。

平成 24 年度は、前年度に構築した高空間分解能・高速動磁区観察システムを 20 kOe までの高磁界印加可能な電磁石内に組み込むことにより、高磁界中・高温中での高異方性材料の磁化過程の磁区観察が可能な観察システムを実現した。高異方性材料として、約 80 kOe の異方性磁界を有するにもかかわらず、その保磁力が 10 kOe 程度しかない Nd-Fe-B 系磁石をサンプルとして磁区観察した。様々な種類・寸法・形状の Nd-Fe-B 系磁石の高温・高磁界下での磁化過程の様子を磁区観察することで、磁化反転特性の雰囲気温度依存性に加えて、磁区構造の寸法依存性を調べた。

図 2 に Nd-Fe-B 磁石の減磁過程の磁区構造変化の温度依存性を示す。結果として、磁性材料の磁化反転に要する磁界は、その反転磁区の面積と大きな依存性があることを明らかにした。このことは、磁性材料の磁気特性を制御するためには従来より知られる結晶粒径を制御するだけでなく、結晶粒間の磁氣的結合の強さをも制御する必要があるということを示唆する結果であり、粒界組成の制御など新たな磁気特性制御法が有効なものと期待される。さらに重要なことは、雰囲気温度によって反転磁区面積が変化した結果も得られたことである。これは、結晶粒間の磁氣的結合の強度が温度によって変化したためだと考えられるが、このことは熱アシスト磁化反転では磁界のみによる磁化反転と磁化反転過程における磁区構造変化が異なる可能性があることを示唆するものであり、

実デバイスでの磁化反転特性を考える上で大変に重要な成果である。

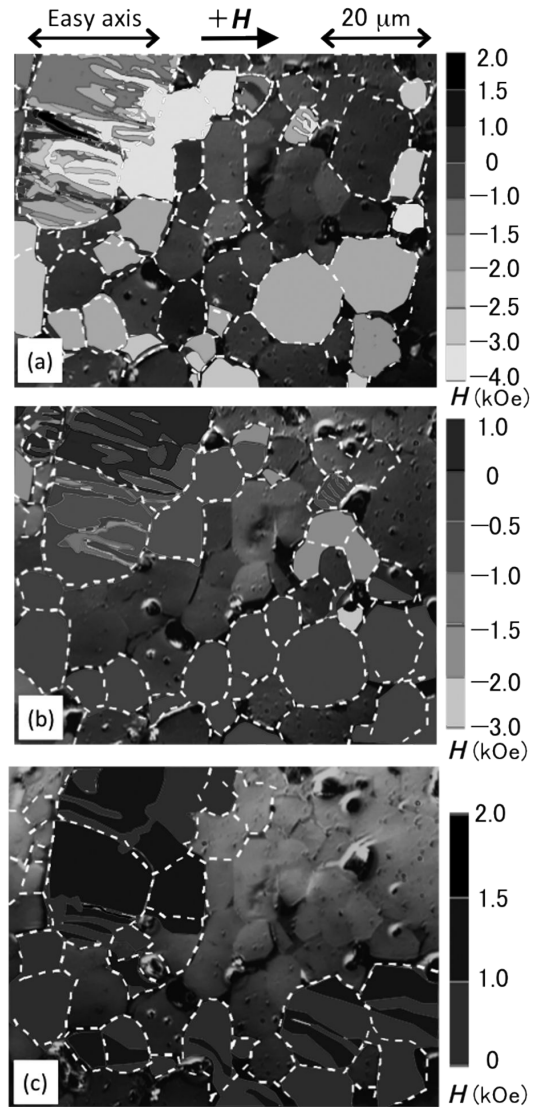


図 2. 減磁過程の磁区構造変化 (a)25 , (b)60 , (c)150

平成 25 年度は平成 24 年度に引き続き、様々な磁気特性を有する Nd-Fe-B 系磁石の磁化過程の様子を観察するのに加えて、磁区の観察場所について電子顕微鏡による組成分析を行うことで、反転磁区の生成とその増大が磁性体の結晶組織とどのような関係にあるのかについて調べた。その結果、反転磁区が発生する箇所は非磁性元素の量が多い箇所であり、結晶粒内部からでも反転磁区の生成が起こることが分かった。これらより、結晶粒端部から磁化反転が起きやすいとされていたこれまでの結果に加えて、磁化反転の発生場所を制御できる新たな手法としてデバイス応用に対して非常に重要な成果が得られたことが分かった。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 6 件)

- M. Takezawa, Y. Kimura, Y. Morimoto and J. Yamasaki: "Analysis of Magnetization Reversal Process of Nd-Fe-B Sintered Magnets by Magnetic Domain Observation Using Kerr Microscope", IEEE Trans. Magn., 査読有、Vol.49, pp.3262 - 3264 (2013). DOI: 10.1109/TMAG.2013.2241748
- M. Takezawa, T. Mihara, Y. Morimoto, J. Yamasaki and M. Yagi: "Easy Axis Orientation of Nd-Fe-B Melt-Spun Magnets Caused by Hot-Rolling", 電気学会論文誌 A (基礎・材料・共通部門誌)、IEEJ Transactions on Fundamentals and Materials, 査読有、Vol.132, pp.818-821 (2012). DOI: 10.1541/ieejfms.132.818
- M. Takezawa, Y. Nakanishi, Y. Morimoto, J. Yamasaki and M. Yagi: "Investigation of Easy Axis Orientation of Nd-Fe-B Melt-Spun Ribbons Produced by hot Rolling and Influence of Ti-C Addition", J. Appl. Phys., 査読有、Vol.111, pp.07A703 (2012). DOI: 10.1063/1.3670976
- M. Takezawa, Y. Nagashima, Y. Kimura, Y. Morimoto, J. Yamasaki, N. Nozawa, T. Nishiuchi and S. Hirose: "Magnetic Domain Observation of Nd-Cu-Diffused Nd-Fe-B Magnets with Submicron Grains by Kerr Effect Microscopy", J. Appl. Phys., 査読有、Vol.111, pp.07A714 (2012). DOI: 10.1063/1.3675157
- M. Takezawa: "Magnetic Domain Observation and Magnetization Process Analysis of Nd-Fe-B Sub-Micron Grain Sized Magnet with High-Resolution Kerr Microscope", J. Japan Inst. Metals, 査読有、Vol.76, pp.48-51 (2012). <http://www.jim.or.jp/journal/j/76/01/48-51.html>
- M. Takezawa, Y. Nagashima, Y. Morimoto and J. Yamasaki: "Magnetic Domain Observation of Nd-Fe-B Sintered Magnets at Elevated Temperatures by Using Kerr Microscope", IEEE Trans. Magn., 査読有、Vol.47, pp.3256 -3258 (2011). DOI: 10.1109/TMAG.2011.2154316

〔学会発表〕(計 32 件)

- 江島 潤, 森本 祐治, 竹澤 昌晃, 中野善和, 荒木 健: "Nd-Fe-B 系焼結磁石における残留応力と磁区構造の関係", 平成 26 年度 電気学会全国大会, 2-143,

愛媛大学, 2014 年 3 月 18 日-20 日
荻本 紘史, 木村 祐弥, 森本 祐治, 竹澤 昌晃: "磁区観察を用いた Nd-Fe-B 系焼結磁石の高温中における減磁過程の検討", 電気学会マグネティクス研究会, MAG-13-109, 東京, 2013 年 12 月 2 日

M. Takezawa, H. Ogimoto, Y. Kimura and Y. Morimoto: "Analysis of Demagnetization Process of Nd-Fe-B Sintered Magnets at Elevated Temperatures by Magnetic Domain Observation Using Kerr Microscope", 58th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, AV-02, Denver, Colorado, USA, 2013.11.4-8

T. Maki, M. Natsumeda, T. Nishiuchi and M. Takezawa: "Influence of Microstructure on Magnetic Domain Propagation in Nd-Fe-B Sintered Magnet Analyzed by SEM/EBSD and in-situ Kerr Microscope", 58th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, FF-03, Denver, Colorado, USA, 2013.11.4-8

江島 潤, 長澤 佑紀, 森本 祐治, 竹澤 昌晃: "Nd-Fe-B 系焼結磁石における残留応力と磁区構造の関係", 平成 25 年度 電気関係学会九州支部連合大会, 09-2A-07, 熊本大学, 2013 年 9 月 24 日、25 日

荻本 紘史, 木村 祐弥, 森本 祐治, 竹澤 昌晃: "Nd-Fe-B 系焼結磁石の高温中における減磁過程の磁区観察", 第 37 回日本磁気学会学術講演会, 4aB-5, 北海道大学, 2013 年 9 月 3 日~6 日

種子田 大幸, 中西 勇太, 森本 祐治, 竹澤 昌晃: "異方性 Nd-Fe-B 系急冷薄帯磁石の磁区構造と磁化過程", 電気学会マグネティクス研究会, MAG-13-077, 大同大, 2013 年 8 月 7 日、8 日

荻本 紘史, 木村 祐弥, 森本 祐治, 竹澤 昌晃: "Nd-Fe-B 系焼結磁石の高温中減磁過程の磁区観察", 電気学会マグネティクス研究会, MAG-13-052, 松島, 2013 年 6 月 13 日、14 日

竹澤 昌晃, 木村 祐弥, 永島 優樹, 森本祐治山崎 二郎: "Nd-Fe-B 系磁石の磁区観察のための高分解能磁気 Kerr 効果顕微鏡の開発", 日本磁気学会 第 52 回ナノマグネティクス専門研究会, 中央大学駿河台記念館, 2013 年 5 月 31 日

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.kyutech.ac.jp/professors/tobata/t7/t7-3/entry-633.html>

http://www.tobata.kyutech.ac.jp/professor/takezawa_masaaki

6 . 研究組織

(1)研究代表者

竹澤 昌晃 (TAKEZAWA, Masaaki)

九州工業大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：20312671