

令和 4 年 6 月 24 日現在

機関番号：54101

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2021

課題番号：19K14851

研究課題名（和文）革新的空間分解能を有する非破壊検査用フレキシブル磁気光学センサの創成

研究課題名（英文）Formation of flexible magneto-optical imaging sensor for the novel highly spatial resolution nondestructive inspection

研究代表者

橋本 良介 (Hashimoto, Ryosuke)

鈴鹿工業高等専門学校・その他部局等・講師

研究者番号：80783216

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000 円

研究成果の概要（和文）：本研究は、申請者が新たに開発した塗布技術を用いてフレキシブルに湾曲する磁気光学センサを作製し、その光学特性や磁気特性を定量的に明らかにすることを目的とした。センサの材料として、はじめに、イットリウム鉄ガーネットを用いて、本技術によってフレキシブル磁気光学センサが作製可能であることに加えて、定量的な光学特性を明らかにした。次に光学特性改善のために鉄をアルミニウムに完全に置き換えてセンサを作製し、光学特性が改善できることを示した。さらに、鉄とアルミニウムのハイブリッド材料を開発し、光学特性と磁気光学効果の大きさを両立したセンサを作製し、定量的な物理特性を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

磁気光学効果を用いたイメージング法による非破壊試験は、高速かつ容易にマイクロメートルオーダの革新的な空間分解能の欠陥画像を得ることが可能である。本研究では、材料組成を適切に設計することで、スピンコート法によりフレキシブルに湾曲する基板上に磁気光学材料が成膜可能であることを示し、定量的な物理特性を明らかにした。将来的には、非破壊試験の高精度化、高効率化を実現し、安心・安全な社会づくりに貢献できると期待される。

研究成果の概要（英文）：This study shows that it is possible to fabricate a flexible magneto-optical sensor using a newly developed deposition method by spin coating process. Yttrium iron garnet powder were used as a magneto-optical material to obtain quantitative optical properties. To improve transmittance of a fabricated sensor, yttrium aluminum garnet powder were prepared and investigated optical properties. The transmittance spectrum of the deposited films showed increasing trend. Then, aluminum-substituted yttrium iron garnet powder was deposited on a flexible substrate, and investigated optical and magneto-optical properties. As a result, this hybrid material showed translucency and large magneto-optical effect.

研究分野：電気・電子材料

キーワード：磁気光学効果 強磁性材料 非破壊検査

1. 研究開始当初の背景

磁気光学効果を用いたイメージング法（MO イメージング）は、金属構造物表面の欠陥から漏洩する磁界を、偏光子により光強度に変換して可視化することができるため、非破壊試験に応用することができる。MO イメージングの空間分解能は、漏洩磁界の検出に用いる MO センサを構成する強磁性材料の磁区の大きさに依存しており、マイクロメートルオーダーの革新的な空間分解能を実現することができる [R. Hashimoto et al., Journal of Applied Physics, 115, p.17A931, (2014)]。

MO センサには磁性ガーネット薄膜が用いられることが一般的であるが、その成膜工程に高温の結晶化熱処理が含まれることから、成膜基板には耐熱性が高い単結晶やガラスなどが用いられており、フレキシブルに湾曲させることができなかった。従って、MO イメージングを非破壊試験に応用する場合には、被検体の形状が MO センサの基板形状に制限されて、平板に限られていた。そこで、自在に湾曲させることができ可能なフレキシブル MO センサが開発できれば、革新的な空間分解能を有する非破壊試験技術の開発に寄与することができる。

2. 研究の目的

本研究の目的は、磁性ガーネット膜の低温形成法を確立し、プラスチックのような形状が自在に変化する基板を利用して、フレキシブルに形状が変化する MO センサを開発することである。スペッタ法は、磁性ガーネット膜の代表的な形成方法の一つであり、先行研究でも利用してきた。しかし、成膜直後の膜はアモルファスであるため、結晶化のために、成膜後に 600°C 程度の温度で熱処理する必要がある。

そこで、成膜後に熱処理を伴わない方法として、結晶化した磁性ガーネット微粒子を塗布するスピンドルコート法に着目した。この手法を用いることによりプラスチックのような耐熱性の低いフレキシブルな基板を使用することができる。本研究は、スピンドルコート法によりプラスチック基板上に磁性ガーネット微粒子を堆積させることができることを示し、さらに結晶性や光透過率、MO 効果といった材料特性を定量的に評価して明らかにすることが目的である。

3. 研究の方法

図 1 に本研究の成膜プロセスを示す。磁性ガーネット微粒子にはビスマス置換型イットリウム鉄ガーネット（Bi;YIG）を利用して、有機バインダ水溶液中に分散させた。有機バインダにポリビニルアルコール（PVA）を用いて、分散にはホットスターを利用して 26°C で 24 時間攪拌した。

こうして作製した混合液をプラスチック基板上に滴下して、スピンドルコートにより成膜した。スピンドルコートの条件は 3 段階に設定し、回転速度と回転時間を制御した。代表的な条件を例示すると、1st step : 500rpm/10sec.、2nd step : 3000rpm/60sec.、3rd step : 6000rpm/1sec. である。この場合、2nd step が本成膜となる。

作製した MO センサは走査型電子顕微鏡（FE-SEM）により断面を観察し、膜厚を評価した。また、結晶性の評価には X 線回折装置（XRD）を利用して、フレキシブル基板上で磁性ガーネットが形成できているか確認した。さらに、可視光域での透過率の測定には分光光度計を、MO 効果の定量的評価にはファラデー効果測定装置を利用して、作製した MO センサの光学特性を定量的に評価した。

4. 研究成果

（1）Bi;YIG に関する研究成果

図 2 に作製したフレキシブル MO 膜を湾曲させたときの様子を示す。試験片のサイズは、5 cm 角程度である。なお、試験片のサイズは基板をカットするサイズにより自由に変更することができる。湾曲させたサンプルは、表面に割れや剥離などは見られず、良好な表面状態を保っている様子が確認できた。

図 3 に FE-SEM により観察した断面像を示す。作製した MO 膜の膜厚は 30 μm 程度で、ある程度均一に成膜できている様子が確認された。

図 4 に XRD により結晶性を評価した結果を示す。この XRD パターンは典型的な磁性ガーネットの結晶性ピークを示しており、本手法により、フレキシブル基板上に磁性ガーネット膜を形成することができることを確認した。

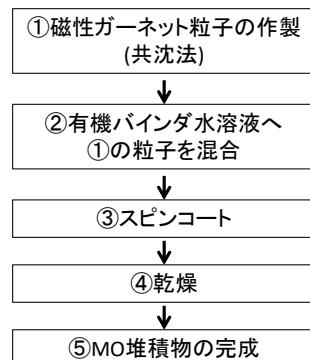


図 1. 成膜工程



図 2. 作製したフレキシブル
膜を湾曲させたときの様子

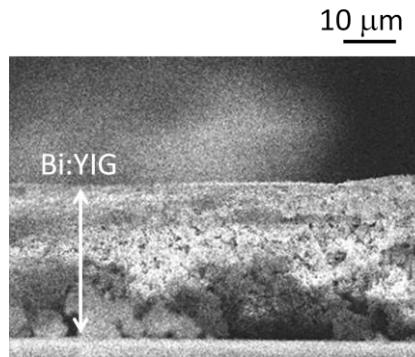


図 3. FE-SEM による断面観察像

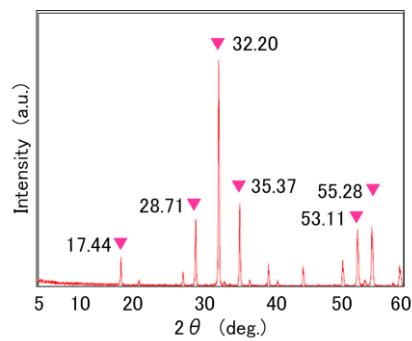


図 4. XRD による結晶性の評価結果

(2) YAG に関する研究成果

本手法によりフレキシブルな Bi:YIG 膜が形成できることが確認されたものの、分光光度計により評価した透過率は、可視光域においてほとんどゼロ%であった。MO イメージングには少くとも数%程度の透光性が必要であり、光学特性の改善が必要であることが分かった。

光が透過しない原因には鉄による光吸収や粒子による光の散乱などが考えられる。そこで、Bi:YIG 膜の透過率が著しく低かった主要な原因が、鉄による光吸収であると考え、Bi:YIG よりも光吸収が小さいイットリウムアルミニウムガーネット (YAG) 粒子を用いてフレキシブル MO 膜を作製し、透過率を測定した。図 5 に作製した YAG 膜の透過率スペクトルを示す。色の違いは本成膜時のスピンドルの回転速度の違いを示しており、回転速度が速くなるにつれて透過率が向上する傾向を示した。これは、遠心力により基板上に堆積した YAG の膜厚が薄くなることによるものと考えている。

いずれの条件においても透過率の大幅な改善が認められたことから、鉄による光吸収が Bi:YIG 膜の透過率を低下させる主要な原因であると確認された。

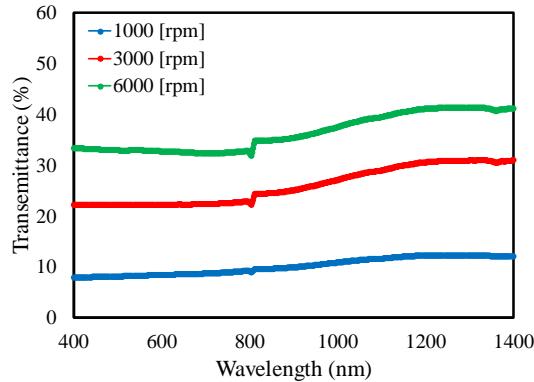


図 5. YAG 膜の透過率スペクトル

(3) Bi/Al:YIG に関する研究成果

鉄をアルミニウムに置換することにより透過率の改善が認められたが、YAG は常磁性ガーネットであり、MO 効果が強磁性ガーネットと比較して著しく低い。そこで、Bi:YIG の鉄サイトの一部をアルミニウムで置換したビスマス/アルミニウム置換型イットリウム鉄ガーネット微粒子 (Bi/Al:YIG) を開発し、透過率と MO 効果の大きさを評価した。材料の組成は、 $(\text{Bi}_{0.5}\text{Y}_{2.5})_3(\text{Fe}_{3.8}\text{Al}_{1.2})_5\text{O}_{12}$ とした。

図 6 に作製した Bi/Al:YIG 膜の透過率スペクトルを示す。アルミニウムを置換していない Bi:YIG 膜の透過率はゼロ%だったのに対して、今回試作したサンプルは 1%程度の透光性を示し、わずかではあるが透過率の改善が確認できた。

図 7 に波長 532 nm にて測定したサンプルのファラデー回転角ヒステリシスループを示す。図 7 は強磁性特有のヒステリシス特性を示しており、Bi/Al:YIG のファラデー回転角が観測できていることが確認できた。鉄を含まない YAG 膜のファラデー回転角は 0.04 deg. 程度であったのに対して、今回のサンプルは、その約 5 倍の約 0.2 deg. のファラデー回転角を示した。

3 年間の研究で、ビスマス置換による MO 効果の増大とアルミニウム置換による透過率の改善が同時に認められる材料を開発することができた。以上によりフレキシブル MO イメージングセンサによる高空間分解能非破壊試験実現への可能性を示した。

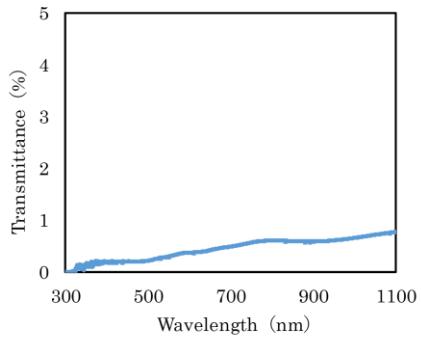


図 6. Bi/Al;YIG の透過率スペクトル

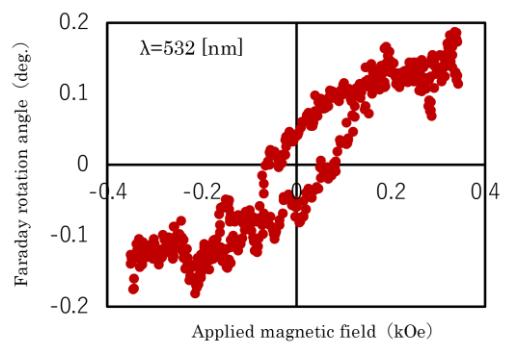


図 7. Bi/Al;YIG のファラデー回転角

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] 計6件 (うち査読付論文 4件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 2件)

| | |
|--|---------------------------|
| 1. 著者名 Hashimoto Ryosuke, Itaya Toshiya, Uchida Hironaga, Funaki Yuya, Fukuchi Syunsuke | 4. 卷 15 |
| 2. 論文標題 Properties of Magnetic Garnet Films for Flexible Magneto-Optical Indicators Fabricated by Spin-Coating Method | 5. 発行年 2022年 |
| 3. 雑誌名 Materials | 6. 最初と最後の頁 1241 ~ 1241 |
| 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/ma15031241 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である) | 国際共著 - |

| | |
|---|-----------------------|
| 1. 著者名 Hashimoto Ryosuke, Itaya Toshiya, Kato Hiroki, Ito Junya, Nakagawa Kyoma, Nishimura Hitoshi, Fukuchi Syunsuke | 4. 卷 7 |
| 2. 論文標題 Magneto-optical images for nondestructive inspection of plant steel structures using deep generative models | 5. 発行年 2021年 |
| 3. 雑誌名 Journal of Information and Communication Engineering | 6. 最初と最後の頁 448-454 |
| 掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) なし | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である) | 国際共著 - |

[学会発表] 計17件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件)

| |
|--|
| 1. 発表者名 Hashimoto Ryosuke, Itaya Toshiya, Kato Hiroki, Ito Junya, Nakagawa Kyoma, Nishimura Hitoshi, Fukuchi Syunsuke |
| 2. 発表標題 Nondestructive inspection technology for plant steel structures using magneto-optical images using deep generative models |
| 3. 学会等名 International Conference on Intelligent Informatics and BioMedical Sciences 2021(国際学会) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 Ryosuke Hashimoto, Yuya Funaki, Toshiya Itaya |
| 2. 発表標題 Fabrication of flexible magneto optical indicator with KOSEN students for engineering education of non destructive inspection |
| 3. 学会等名 14th International Symposium on Advances in Technology Education(国際学会) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1 . 発表者名 橋本良介, 船木佑也, 水谷拓都, 中川響真 |
| 2 . 発表標題 フレキシブルイットリウムアルミガーネット塗布膜の形成と評価 |
| 3 . 学会等名 第30回日本MRS年次大会 |
| 4 . 発表年 2020年 |

| |
|--|
| 1 . 発表者名 橋本 良介, 船木 佑也, 水谷 拓都, 中川 韶真 |
| 2 . 発表標題 塗布型磁性ガーネットを利用した磁気光学イメージングの高機能化に関する研究 |
| 3 . 学会等名 電気学会マグネティックス研究会 |
| 4 . 発表年 2019年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-
6 . 研究組織

| | | | |
|--|---------------------------|-----------------------|----|
| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|--|---------------------------|-----------------------|----|

7 . 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| | |
|---------|---------|
| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|