

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 10 月 25 日現在

機関番号：11501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K04498

研究課題名(和文) サニャック干渉計を用いた永久磁石材料の表面磁化評価用超高感度カー効果測定系の開発

研究課題名(英文) The highly sensitive magneto-optic measurement system for the surface magnetization of permanent magnets with a Sagnac interferometer

研究代表者

高橋 豊 (Takahashi, Yutaka)

山形大学・大学院理工学研究科・准教授

研究者番号：00260456

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)：サニャック干渉計を用いた磁気光学測定系に標準試料(TGG)用いて小さい磁場を印加してファラデー回転角の測定を行った。短時間であれば0.1 mradまでの変化を測定できるが、磁化曲線測定では10分程度の時間スケールで起きるドリフトのため1 mrad程度のばらつきが発生する。光学系を精査した結果レンズからの残留反射光がビーム本心と干渉を起こしていることが問題であると判明した。光路長が変動するために干渉が不安定となり、これがメインの信号に重畳されて時間的にドリフトするノイズを発生させる。通常のLD光源ではなくコヒーレンス長が短いSuper Luminescent Diodeを使う必要がある。

研究成果の学術的意義や社会的意義

永久磁石はスピーカー、ハードディスクドライブ、汎用モーター等広く使われており、特に急速に普及することが予想される電動自動車のパワーユニットの主要部品としてその性能向上が急務となっている。本研究は永久磁石材料開発の初期段階において薄膜状の結晶を作製し、その基本的な磁気特性(磁化)を測定する際に必要となる磁気光学測定法の測定精度向上と、位置分解測定を目指した。精度向上のために通常使われている測定法とは異なる手法を試みて、この手法を使った測定における問題点を明らかにすることができた。

研究成果の概要(英文)：We demonstrated the Faraday rotation angle measurements with a standard sample (TGG), applying a small magnetic field ( $< 10$  G). (Faraday angle is 1 mrad when 3.2 G is applied, estimated from the Verdet's constant of the sample.) The precision of angle reached 0.1 mrad in the short time measurements, but we encountered the drift of the order of 1 mrad in the long time ( $>10$  min.) magnetization curve measurements. The close inspection shows that the interference between the main beam and the residual reflection from the objective lens is the source of fluctuations. (The intensity of interference is unstable due to the path lengths changes of the two lights) It is necessary to use the light source with a short optical coherence length, such as super luminescent diode, to suppress the noise.

研究分野：磁性物理学

キーワード：磁気光学カー効果 磁気光学ファラデー効果 永久磁石 磁性薄膜 サニャック型干渉計

1. 研究開始当初の背景

永久磁石はその用途が広く、スピーカーやハードディスクドライブ、そして現在急速に普及が進んでいる電動自動車のパワーユニットの主要部品としてその開発が進められている。様々な視点からの研究が進められているが、特に結晶粒界の制御と結晶界面における界面修飾が保持力と磁化の増大に重要な役割を果たすと考えられている。このため永久磁石のバルク表面あるいは積層された薄膜の表面に対する高感度な空間分解磁化測定を行うことにより磁区構造等の重要な情報を得ることが必要となっている。磁化の測定は試料振動型磁力計(VSM)による測定が基本であるが、測定感度が試料の体積で決まるため薄膜測定では感度が低下する。また位置分解測定ができない。このため、ある程度の位置分解能を持ちかつ高感度な磁化測定法が必要となる。

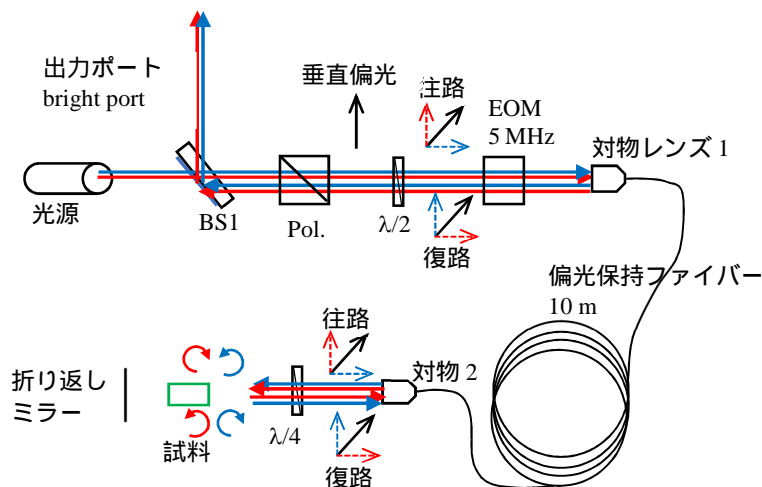
2. 研究の目的

本研究では空間分解能を持つ測定法として磁気光学測定を採用し、またその測定感度を大幅に向上することを目的とする。磁気光学測定では直線偏光のビームを試料に入射し、反射あるいは透過光の直線偏光方向の変化(回転角)を測定する。上流の偏光子の角度に対する下流の偏光子の角度を精密に測定し、また差動測定を利用することにより測定精度を上げることが可能で、mrad 程度の回転角まで測定が可能である。

これに対して、1990 年ころに Stanford の Kapitulnik らのグループが偏光の回転を 2 つの光の位相差に変換して、それらの干渉を光ファイバーを使った Sagnac 干渉計により測定する方法を考案した(文献(1) - (3))。この方法では回転角の測定精度は  $5 \times 10^{-6}$  deg. に達し、それまでの測定精度を 3 桁上げること成功した。本研究ではこのファイバー干渉計を基にした磁気光学測定系を構築し、さらに空間分解能を持たせることにより永久磁石材料の薄膜表面あるいはバルクの表面磁化状態を高精度に測定することを目的とした。

3. 研究の方法

下図に示す折り返し光路を使った測定光学系を用いた。これは文献(1) - (3)で使われた光学系をさらに改良したもので(文献(4), (5)) 1 本の光ファイバー中を偏光方向が直交した 2 つのビームを通すことにより、Sagnac 干渉計を構成している。



により、Sagnac 干渉計を構成している。この方法では元の干渉計よりも光ファイバーの長さが半分で済むため、より安定した干渉が期待される。また図ではファラデー効果測定を行うため折り返しミラーと 1/4 波長板 ( $\lambda/4$ ) の間に透過型の試料を置いているが、カー効果測定に切り替える際には試料を取り除き、折り返しミラーの位置に反射型試料を置くだけでよい。

## 4. 研究成果

### 実験の現状

光源は波長 635 nm、出力 3 mW の半導体レーザーを使用している。カー効果の測定ではスパッター法などで作製したパーマロイ、鉄など薄膜を使用することになるが、試料毎の表面状態変化、また同一の試料でも経時変化のためレーザー光の反射率に変化が生じて定量的な比較が難しい。このため本研究では測定にはカー効果ではなくファラデー効果を利用した。ファラデー効果用の標準試料として直径 5 ミリメートル・長さ 10 ミリメートルのテルビ・ガリウムガーネット(TGG)を使用し、これに自作のヘルムホルツコイルで小さい磁場(< 16 G)を印加している。TGG のヴェルデ定数から換算して、印加磁場 3.2 G の場合にはファラデー回転角は 1 mrad 程度と見積もっている。

研究の第 1 段階では文献(1) - (3)に示されたループ型干渉計を用いたが、第 2 段階ではより安定な干渉計を目指して 1 ページに示した折り返し型の Sagnac 干渉計を構築してテストを行った。これだけで信号の安定性は向上した。ファイバー長が半分の 10 メートルに短縮されたことが要因と考えている。これに加えて、いくつかの信号不安定化要因を特定して取り除いた。

#### (1) ファイバーの断熱・防振

ファイバーに手で触れるとそれだけで信号が大きく変化した。ファイバー全体を断熱・防振を施した箱に収納した。

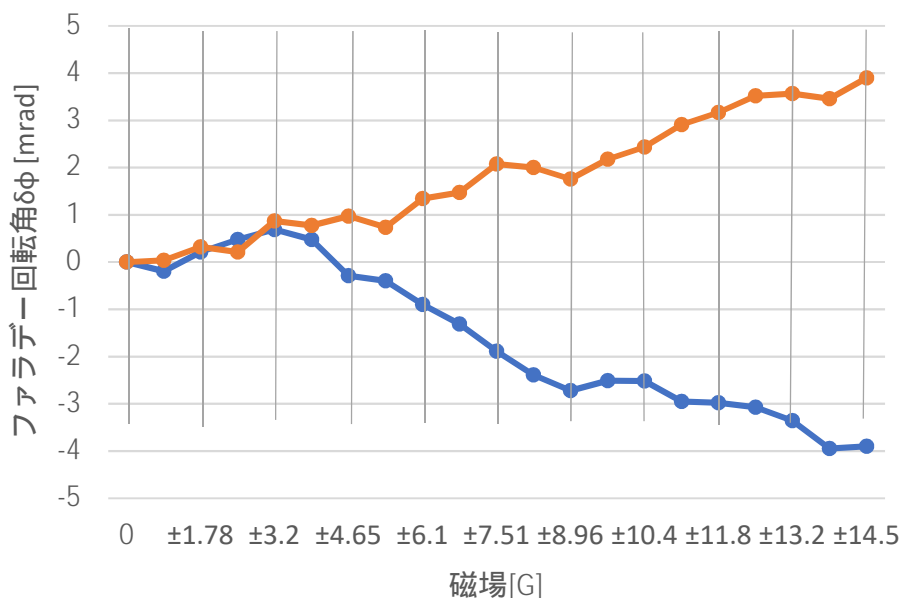
#### (2) エアコンからの風

実験室のエアコンからの風を遮断するためにアクリル製の「ふた」を用意して、測定中はこれで干渉計全体を覆った。但しこれによりこの「ふた」内にある EOM からの熱が内部にたまって、起動直後は温度が上昇する。30 分から 1 時間放置して干渉計の温度が定常になるのを待つ必要がある。

#### (3) エレクトロニクスからの振動・風

測定用エレクトロニクス(発振器、ロックインアンプ)は冷却のため内蔵のファンが回っているが、これからの振動、風が干渉計に影響しないように十分に距離を置いた。

### ファラデー効果測定値



#### (4) 光検出器 (PIN フォトダイオード) への電氣的ノイズ

光検出器には PIN フォトダイオード(Hamamatsu S3399)を使用している。これが EOM から高周波 (5MHz)の電氣的ノイズを拾ってしまう。EOM と光検出器との距離を充分大きくとるために出力ポートから出てくる光を遠方に飛ばした後に光検出器に入射している。

以上のような対策を施した後で測定を行ってみると、短時間 (10 秒から 1 分) の間であれば 0.1 mrad のファラデー回転角変化を検出することが可能になった。しかし、これよりも長い時間スケール (数分から 10 分) でバックグラウンドのノイズが変動して測定信号を変化させてしまう。

測定結果を 2 ページの図に示す。円柱状の TGG 試料にヘルムホルツコイルで軸に平行 (光軸に平行) に磁場を印加した。赤色 (青色) のデータ点が正方向 (負方向) に磁場を印加した場合である。この測定では最初に正方向にゼロから磁場を増加させて測定 (赤のデータ点) を行い、次に磁場をゼロに戻してから負方向に磁場を増加させて測定 (青のデータ点) を行った。測定全体に要した時間は片側 30 分程度である。ファラデー回転角は磁場に比例して増加するはずであるが、特に後半の測定では低磁場 (0 G から -4.65 G) 部分でノイズレベルのドリフトが顕著に見られる。

測定精度を上げるためにはこのドリフトを除去することが必要で、その原因を追究した。光学系を精査した結果ファイバークプラーに用いている顕微鏡対物レンズからの残留反射が干渉計を走るビーム本芯と干渉を起こしていることが問題であるとの結論に達した。サニャック干渉計は 2 つのアームに光路長差が生じないために安定な干渉が観測される。しかし残留反射光とビーム本芯の干渉ではそうはいかない。折り返しミラーと対物レンズの距離がわずかに変化すると、2 つの光の光路長に変化が生じ干渉光強度が変化する。これがメインの信号に重畳されて時間的にドリフトするノイズを発生させる。偏光子や波長板などの光学素子は表面が平面なため、これらからの残留反射は素子をわずかに傾けることでビーム本芯から空間的に分離することができる。しかし曲面からなるレンズからの残留反射は除けない。

対物レンズからの残留反射光と、折り返しミラーで反射するビーム本芯では 20 cm ほど距離に差がある。光源レーザーの空間コヒーレンス長が 20 cm よりも短ければ、これら 2 つの光は干渉を起こさなくなる。現在使用している通常の LD 光源ではコヒーレンス長がこれよりも長いため 2 つの光に干渉が起きてしまう。コヒーレンス長が短い Super Luminescent light-emitting Diode (SLD) を使うことでこの干渉をなくし、検出信号のドリフトを除くことができると予想される。(LD のコヒーレンス長は数メートルに対して SLD のコヒーレンス長は数十マイクロメートル)

#### 現状の測定系での懸案事項

##### (a) 光学部品の機械的安定性：特にファイバークプラー

自由空間を走るレーザー光を、顕微鏡対物レンズを使って、光ファイバーにカップリングしている部分が 2 か所ある。2 か所ともかなり重い、そして高価なファイバークプラーを使用しているが、対物レンズに軽く触れただけで結合効率が低下し、光強度が下がる。よりリジッドなファイバークプラーが望ましい。

##### (b) 光源強度補償用エレクトロニクスが未装荷

本研究の測定法では検出光信号の EOM 変調周波数 5 MHz とその 2 倍高調波成分 (10 MHz) を同時に検出してこの 2 つの商を求めることで、レーザー光強度の変動をキャンセルしてファラデー回転 (カー回転) に起因する信号のみを検出することができることが分かっている。この測定のためにカスタム

メイドのエレクトロニクスを用意しているが、完成には至らず、ここで報告している実験結果はすべて基本周波数成分(5 MHz)だけを検出した結果である。

研究期間がちょうどコロナウイルスが世界的に猛威を振るっている期間に一致してしまい、世界的に電子部品の供給が滞り、このエレクトロニクス用の部品調達に予想外の時間がかかってしまった。現在電子部品は購入済みで組み立て中である。完成次第測定系に組み込んで測定を進める計画である。この報告書には間に合わないが、その結果は下記の研究室のホームページを通じて随時公表する。

<https://takahashilab.yz.yamagata-u.ac.jp/>

#### (c) 対物レンズからの残留反射

現状でのファラデー(カー)回転角検出の角度の下限(測定精度)を制限しているのは、顕微鏡対物レンズからの残留反射光とビーム本芯との間の干渉であると考えられる。この干渉を除去する確実な方法はコヒーレンス長が短いSLD等の光源を採用することであることが最終的に判明したが、残念ながら本研究期間内にこれを調達することはできなかった。

もう一つの可能性として、項目(b)に記述したように、検出光信号の周波数 5 MHz 成分と 10 MHz 成分の割り算を行うことである。上記の残留反射光とビーム本芯との干渉強度を理論的に解析したところ、2つの周波数成分が存在し、それらの強度は比例している。したがって光学素子間の距離が変化し、干渉光強度が10パーセント増加すれば、周波数 $\omega$ 成分(5 MHz)と $2\omega$ 成分(10 MHz)もそれぞれ10パーセント増加するが、2つの商をとればこの変動はキャンセルできる。干渉を除去することはできないが、干渉光強度の変動をキャンセルして一定の大きさのバックグラウンドノイズに抑え込むことができる。

#### (d) 位置分解測定

試料表面の位置分解測定を行うことが最終的な目的であったが、本研究期間内でそこまで到達することはできなかった。位置分解測定を行うためには試料前に顕微鏡対物レンズを設置して入射ビームを絞って試料表面に照射する必要がある。しかし上記項目(c)で指摘したようにレンズからの残留反射は時間的に変動するノイズ源となっている。ビームのコヒーレンスが長いままで更にもう一つレンズを光学系内に導入することは、このノイズをさらに顕著にする可能性がある。

#### 参考文献

- (1) S. Spielman *et al.* PRL 65 (1) 123 (1990)
- (2) S. Spielman *et al.* PRL 68 (23) 3472 (1992)
- (3) A. Kapitulnik *et al.* JAP 75 (10) 6872 (1994)
- (4) Jing Xia *et al.* PRL 97 167002 (2006)
- (5) Jing Xia *et al.* APL 89 062508 (2006)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

高橋研究室 <a href="https://takahashi lab.yz.yamagata-u.ac.jp/">https://takahashi lab.yz.yamagata-u.ac.jp/</a>
--

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
---------	---------