

磁気光学効果を用いた磁気測定装置

松本光功* 森迫昭光**

(昭和51年5月31日受理)

The Magneto-Optical Instrument for Measuring M-H Curve

Mitsunori MATSUMOTO and Akimitsu MORISAKO

This paper proposes a magneto-optical instrument, by which the M-H curve of magnetic thin film can be measured. The proposed instrument consists of the light source, the magnetic coil, the analyser (polarizer), the photo-detector, and the display. This instrument has no precision optical devices. Since we do not take personnel expenses into consideration and use simplified optical devices, the cost becomes nearly one-tenth of those of instruments previously produced, without deteriorating performance.

The experiment is made on the Permalloy films. Then, the M-H curves are obtained easily in any direction such as easy axis, hard axis, or thickness. The experiment is also made on the other Permalloy films, which are evaporated on a glass substrate with various thicknesses. Both the coercivity-thickness curve and the output-thickness curve are measured on the films. Finally, the magnetic shielding effect on the photomultiplier tube is experimentally demonstrated.

1 ま え が き

磁性材料の磁気特性の測定装置は原理上から次の2つに分類できる。

- ① 磁性体に作用する力を測定するもの：磁気てんびん, Sucksmith Ring Balance, 磁気振り子。
- ② 磁性体が生じる磁界を測定するもの：磁力計, 磁束計, 振動コイル形磁力計, 振動試料形磁力計, 交流式ヒステリシス直視装置, Recording fluxmeter (Cioffi).

現在は後の3者がよく用いられており、特に近年は振動試料形磁力計が主流となりつつある。

* 情報工学教室 助教授

** 昭和51年3月 大学院精密工学専攻, 修士課程終了

しかしながら、最近のエレクトロニクスにおける素子の集積化、小型化はめざましく、それに伴って磁性材料も小型化、薄膜化が進み蒸着膜、めっき膜を用いた素子の研究ならびに応用がたいへん盛んである。一個の磁性薄膜を上記の装置で測定することはきわめて困難である。これは薄膜が生じる磁界、外部磁界によって受ける力がともに微小なためである。これに対応して原理上からは第3番目に分類されるべき磁気光学効果（磁気 Faraday 効果、磁気 Kerr 効果）を応用した装置が実用されている。これは後述するように偏光面の回転角から磁化を検出するものであり薄膜の磁化曲線を観察する方法として最適である。磁気光学効果は磁区構造の観察も同一の原理・装置により可能であり、またいわゆる光メモリーの一方式としても研究されている。

本原理に基づく装置はすでに市販されている（アスカ電子・オプトロスコープ、溝尻光学・エリプソメータ）が、価格はいずれも 600 万円以上である。原理・機構ともにそれほど複雑でないので、未だ使用目的に応じて各自試作すべき段階にあると言える。しかし磁気、光学系という元来異なった分野の技術または経験が要求されるため、試作品が希望通りに動作しないという声も聞かれ一般的な測定装置になっていない。

我々はパーマロイ等の軟磁性材料を直流および交流磁場中で測定する目的で装置を試作した。得られた装置は市販品と性能的に同等であり材料費は50万円程度であった。本稿は今後の試作のための資料として使用されることを目的として、測定原理と構成上の問題点、雑音および実際の測定例について述べる。

2 測定原理

強磁性体に直線偏光が入射すると、反射光（または透過光）の偏光面は入射光の偏光面に対して回転する。この回転角は磁化の大きさに比例する。反射光に関する現象が磁気 Kerr 効果であり、透過光に関する現象が磁気 Faraday 効果である。磁化に比例した回転を受けた偏光は検光子を通過する際、回転角の大小により通過する光の量が異なる。この光の強弱を受光素子で電気信号に変換する。この時の基本となる偏光面の回転を与える式は、磁気 Faraday 効果、Kerr 効果の場合、それぞれ

$$\varphi_F = R_F \cdot \frac{(\mathbf{M} \cdot \mathbf{i})}{|\mathbf{M}|} \cdot t \quad (1)$$

$$\varphi_K = R_K \cdot \frac{(\mathbf{M} \cdot \mathbf{i})}{|\mathbf{M}|} \quad (2)$$

である。ここで R_F , R_K は物質定数、 \mathbf{M} は磁化ベクトル、 \mathbf{i} は光軸と平行な単位ベクトル、 t は膜厚である。

一般的に言って、Co の金属化合物、MnBi のように膜厚方向に磁化が安定に存在する場合は垂直入射光に対して最大の偏光面の回転を示すが、面内に磁化をもつ物質については入射光光軸に対してある角度をもたせねばならない。測定試料の膜厚によって磁気 Faraday 効果、Kerr 効果のいずれかを利用すればよい。本試作機はこのような簡単な原理に基づいている。試料を透過（反射）した光強度は、上述の偏光面の回転角 φ_F , φ_K の他に透過率（反射率）、膜面状態等が相関しているため磁化 M の絶対値を校正することは

極めてむつかしい。また試料膜面の表面性により感度が著しい影響を受ける。これがこの原理を用いる装置の欠点である。本装置には特に次の特長をもたせた。

- ① 膜面内の任意の方向の磁気特性を容易に測定できる。
- ② 光源の径を変化させることにより任意の領域についての測定が可能である。また試料を移動させることにより任意の場所における測定も可能である。
- ③ 直流磁界により初期磁化曲線を描くことが可能である。

3 装置構成

図1に示すように本装置は光源、偏光子(検光子)、励磁系、表示系とからなる。

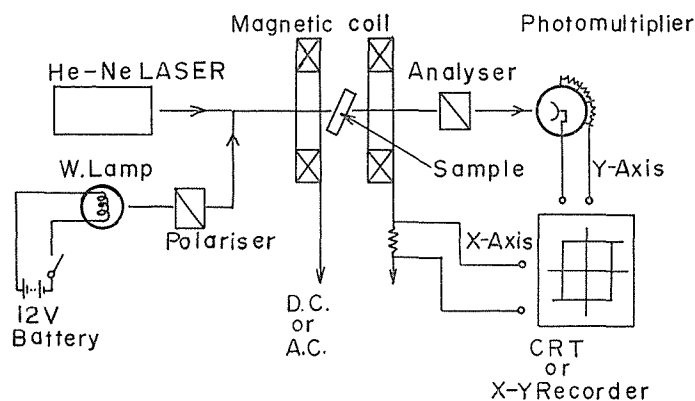


Fig. 1- Main structure of magneto-optical measuring instrument.

まず光源については以下の特性を満たすことが望ましい。

- ① 単一波長で輝度の高いもの

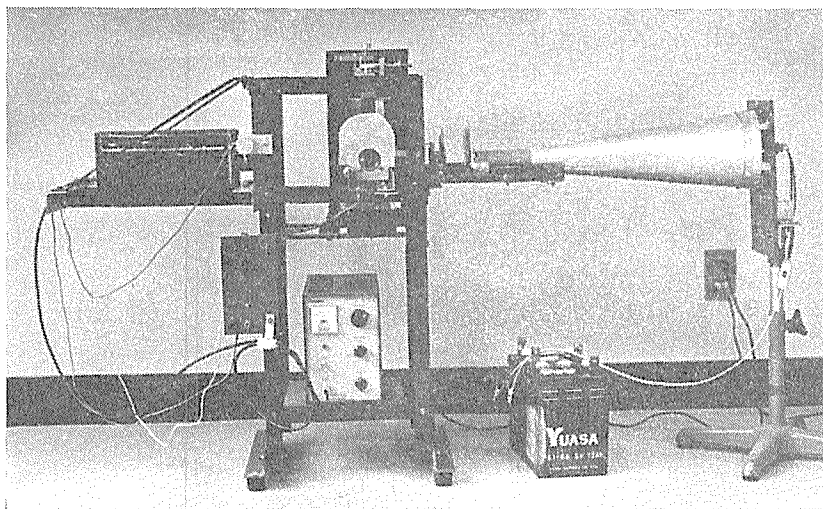


Photo. 1- Magneto-optical measuring instrument.

- ② 安定性に富むもの
- ③ 平行光束であるもの

これら①, ②, ③を満足するものとしてレーザーがあげられるが Hg ランプ, Xe ランプ, W ランプも用いる偏光子, 受光素子によっては十分使用可能である. He-Ne ガスレーザーは①, ②, ③共に満足し一般に偏光率の良い直線偏光を発生する装置も市販されている. これを使用すれば偏光子は不要であり検光子のみ必要となる. 他の光源を使用する場合は偏光子が必要となってくる. 本装置では He-Ne レーザーと W ランプ (バッテリー点灯) を用いた. 偏光子 (検光子) にはプリズムと偏光板とあるが, グラントムソンプリズムとダイクロームの両方を用いてみた. 本装置を写真 1 で示す. ここでの光源は W ランプである.

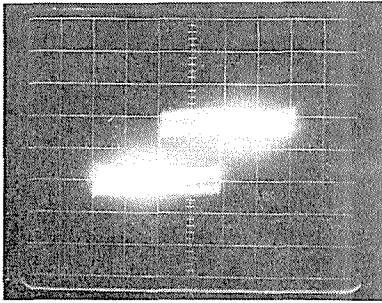


Photo. 2- M-H curves with Dichrom and Gran-Thompson prism. Inner loop is with Dichrom.

光源に He-Ne レーザーを使用してグラントムソンプリズム, ダイクロームを検光子として用い, 両者の比較を行なった. 写真 2 から明らかなように, グラントムソンプリズムを使用した方が出力は大きいダイクロームでも充分使用可能である. 光軸の調整は, 構造的にみてダイクロームが楽である.

受光系として光電子増倍管 (7696) を使用している. 他に光電管, フォトトランジスタの使用も可能である.

以上, 光源, 偏(検)光子, 受光素子について述べてきたが, この 3 者は別々に考えた場合, 特性が良くても, 用いる光源の波長によって特性が左右される. つまりこの 3 者は波長特性が同一か, 近いものを用いなければならない. 図 2 に 7696, グラントムソンプリズム, ダイクローム, He-Ne レーザー, W ランプの波長特性を示す. W ランプ (12V バッテリー点灯, 自動車前照灯) は輝度が低く, 光束はあまり絞れないという 2 点を除けば安

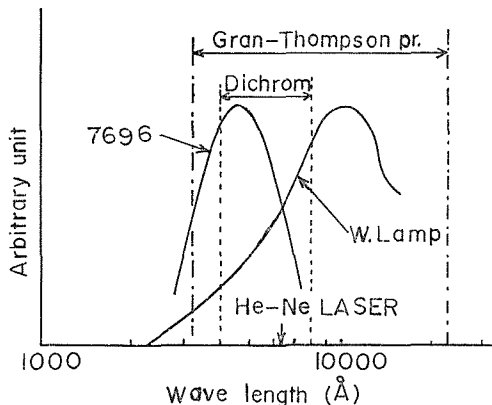


Fig. 2- Wave length characteristics of each element.

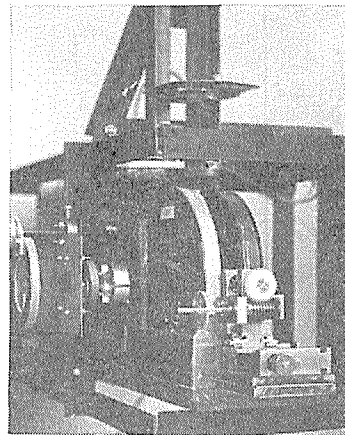


Photo. 3- Magnetic coil and sample holder.

定性に富んだ良質な光源である。

励磁コイルは内径 13cm, 外径 20cm のベーク系樹脂の外側に溝を彫り, 巻線数 520 のものを 1 組用いている。コイル間隔をコイル半径と等しくするいわゆる Helmholtz コイルにするのが望ましいのであるが, 本装置では間隔を 25mm としている。このコイルの発生磁界は 70Öe/A である。測定場所はコイル中で一定であり, 試料のみを移動させているため, 測定場所の磁界強度のずれはない。

写真 3 にコイルと試料移動用のつまみを示す。コイル中の試料は, 上下 25mm の移動と水平に 360° 回転できるようになっている。

4 構成上の問題点

光学系を床の振動, その他機械的振動に対して不感ならしめる必要がある。我々は写真 1 に示す如く, やまがた鋼材を用いて強固なフレームを作り, 受光系, 励磁コイル部, 試料設定部を組み込んだ。

受光系に使用した光電子増倍管は後で述べるように磁界の影響をたいへん受けやすい。ここでは厚さ 1 mm のパーマロイ円筒で光電子増倍管を包みそれを 10mm 厚の軟鉄板を用いたシールドボックス中に入れて使用した。さらにコイルと受光素子の間に 10mm 厚の軟鉄板を置いた。製作上の問題点として以上のように振動やシールドに留意する必要がある。また光軸を一致させることも重要である。

次に各素子については前述したように, 個々の特性よりも, 光源, 偏 (検) 光子, 受光素子の 3 者を 1 体として考えるべきである。

本装置では, 磁気 Kerr 効果による測定は入射角 45° のみで使用する構造となっている。

5 測定例

透過光で測定するか, 反射光で測定するかは試料の膜厚でほぼ決定される。図 3 に He-Ne レーザー (出力 15mW), 検光子にグラントムソンプリズムを用い, 光電子増倍管印加電圧 1KV において, 各膜厚での出力電圧を示す。これは磁気 Faraday 効果 (透過光測定) を用いたものである。図 3 より 1000Å 以上の膜厚では磁気 Kerr 効果を用いて測定せねばならない。このことは一般的には言えない。それは膜面の状態, キズ等を考慮していないからである。ここでは基板にスライドガラスを用いた蒸着直後の 45Å パーマロイ薄膜についての測定結果である。しかし大体の目安として, 1000Å 以上は反射光測定に切換えるべきであると言えよう。

このことについて考察すると, 一般に膜厚が増加すると透過光は指数関数的に減少してくる。それは次式で表わされる。

$$y = e^{-ax} \quad (3)$$

ここで y は透過光量を入射光量で規格化したものであり x は膜厚を表わす。また膜厚が増加するに伴って回転角は増加する。これは (1) 式のように一次関数で表わされる。ここで膜厚 t を x で表わす。

$$\varphi_F = bx \quad (4)$$

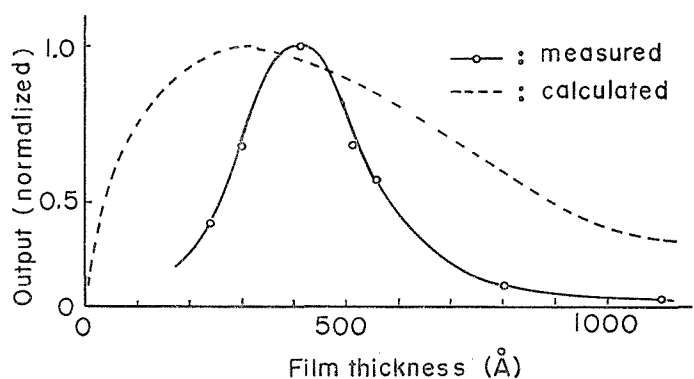


Fig. 3- Output vs. film thickness.

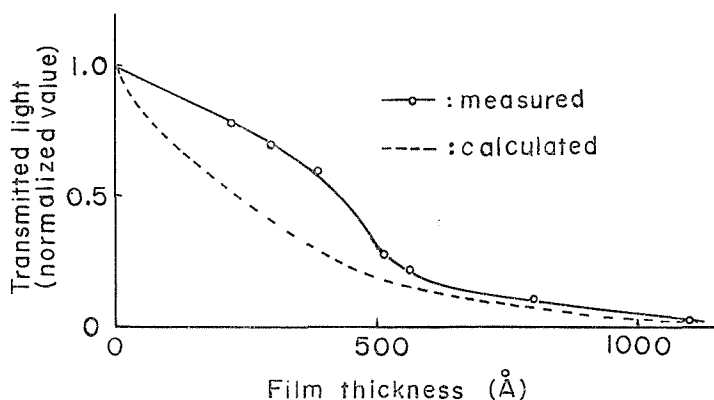


Fig. 4- Transmitted light vs. film thickness.

本装置における出力は(3)式と(4)式を乗じたものと考えることができるので、出力 y_0 は

$$y_0 = bx \cdot e^{-ax} \quad (5)$$

となる。(3)式における係数 a を実験的に求めるため各膜厚における透過光量を測定し、入射光量で規格化したものを図4に示す。

これから係数 a を求めるには、膜厚の大きいもの、たとえば 800\AA 、 1100\AA から a を求めるのが適当である。これは、膜厚の小なるもの(たとえば 200\AA 近辺)では薄膜は島状構造となっており、いわゆるピンホールが多数存在している。そのため実際の透過光の中には薄膜物質を通過せずピンホールを通過したものも含まれている。膜厚の大なるものから a を求めると、 $a = 3.19 \times 10^5$ となり(3)式は

$$y = e^{-3.19 \times 10^5 \times x} \quad (3')$$

となる。ここで x の単位は cm である。(3)'式を計算したものを図4に破線で示している。また(5)式は

$$y_0 = bx \cdot e^{-3.19 \times 10^5 \times x} \quad (5')$$

となり、これに各膜厚を代入して γ_0 の値の最大値で規格化したものが図3に破線で示している。実測値、計算値とも出力の最大となる膜厚は大体一致している。

次に異方性の測定について述べる。磁性薄膜に異方性を持たせる手段として電気めっき中や真空蒸着中に外部より直流磁場を加える方法が用いられる。真空蒸着においては斜め蒸着が一番簡単な方法である。ここでは45パーマロイの斜め蒸着試料(膜厚400Å)について測定を行なった。写真4は容易軸方向、写真5は45°方向、写真6は90°方向(困難軸方向)のM-H曲線をそれぞれ示す。

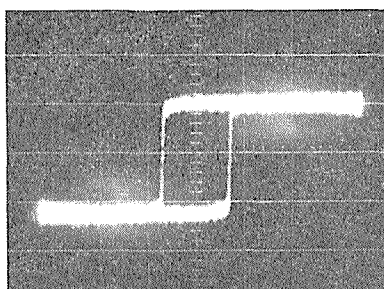


Photo. 4- M-H curve in the direction of easy axis. (45 Ni-Fe, film thickness 400Å)

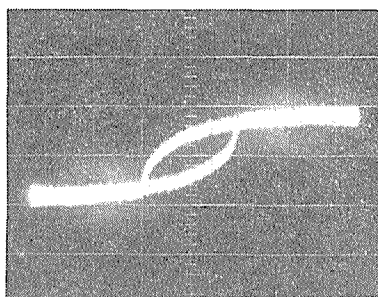


Photo. 5- M-H curve in the direction of 45° from easy axis. (45 Ni-Fe, film thickness 400Å)

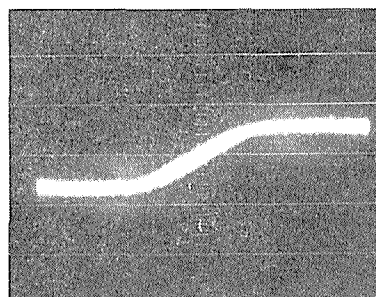


Photo. 6- M-H curve in the direction of hard axis. (45 Ni-Fe, film thickness 400Å)

薄膜ヘッドにおいて通常、困難軸方向で薄膜を用いる理由が写真6からわかる。このように本装置を用いれば、所望する方向に異方性を持っているか否かの判別が簡単にできる。これは、薄膜素子の研究に大いに貢献するものである。

また磁性薄膜の H_c は膜厚により変化する。これを図5に示す。この試料は、蒸着を繰り返すことにより数種の厚さに蒸着して各部の特性を測定している。

また直流磁界を印加することにより異方性の測定もできる。図6にこれを示す。

同様に直流磁界を用いて、薄膜の初期磁化曲線を描くことも可能である。図7にこれを示す。図7-(a)からわかるように、パーマロイのような軟磁性材料は消磁が困難であり、

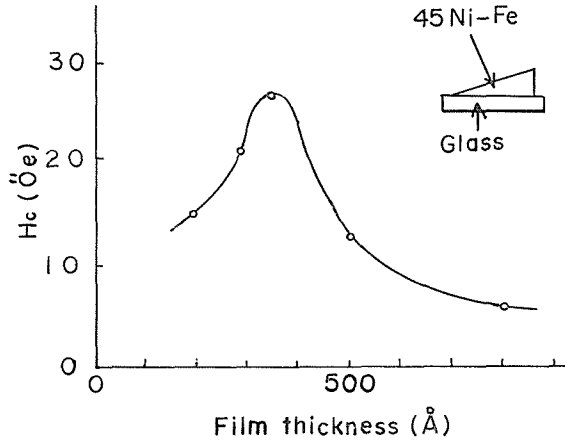


Fig. 5- H_c vs. film thickness.

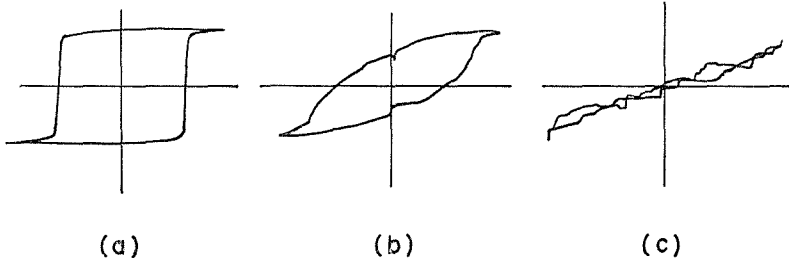


Fig. 6- D. C. M-H curves ; (a) easy axis direction, (b) 45° direction from easy axis, (c) hard axis direction. (45Ni-Fe, 300\AA , 35 Oe/zero-peak)

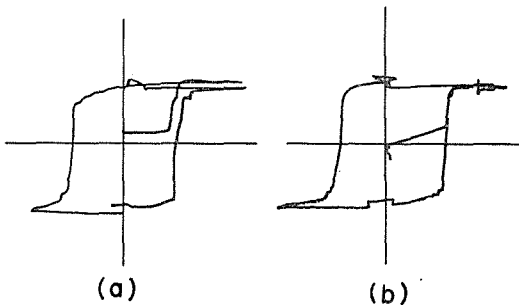


Fig. 7- Initial M-H curves ; (a) incompletely erased, (b) completely erased. (45Ni-Fe, 200\AA , 35 Oe/zero-peak)

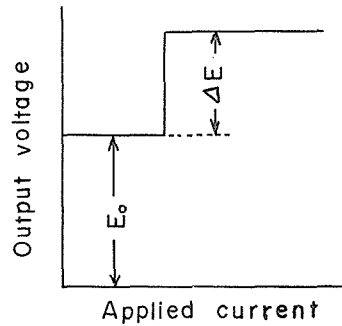


Fig. 8- Output voltage vs. applied current.

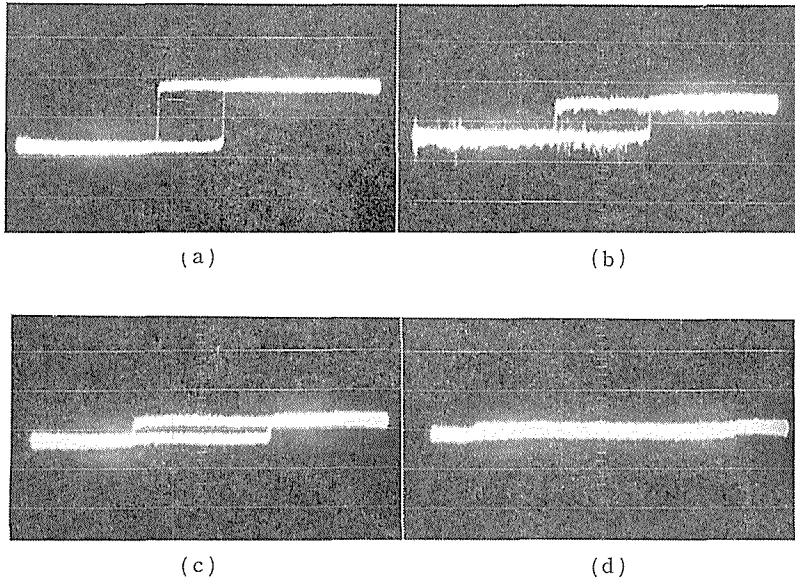


Photo. 7- M-H curve in the direction of film thickness.
 (a) : nearly in the film plane.
 (b), (c) : 30°, 60° from film plane respectively.
 (d) : nearly in the direction of film thickness.

いずれかの方向にわずか残留磁化が存在してしまう。この直流の磁化曲線を描く場合に、光源の安定性が非常に問題となる。交流磁化曲線は、光源に多少ドリフトがあっても、C. R. T. 上では電氣的に直流分がカットされるから問題はない。なお直流磁化曲線を描く場合 X-Y Recorder は、図 8 に示す下地の直流分を補償する能力がないので、 E_0 を極小にするように電圧補償をする必要がある。

薄膜は膜厚に対して、長手方向、横方向ともに無限大と考えてよい。つまり薄膜平面内方向では反磁界係数は 0 と考えてよく、また膜厚方向では反磁界係数は 1 と考えてよい。それ故磁気特性の測定に際しては平面内方向を測定磁界方向に近づける必要がある。写真 7 において、測定方向が膜面方向に近いもの(写真 7-(a))から、膜厚方向に近いもの(写真 7-(d))までを示す。膜厚方向で測定を行なうためには非常に高い磁界が必要となる。つまり反磁界の影響をうけるためである。反磁界を求める式は

$$H_d = N \frac{I_s}{\mu_0} \tag{6}$$

である。ここで H_d は反磁界、 N は反磁界係数、 I_s は飽和磁化 (パーマロイ : 1.16 Wb/m^2)、 μ_0 は真空透磁率である。膜厚方向で、 $N = 1$ となるから

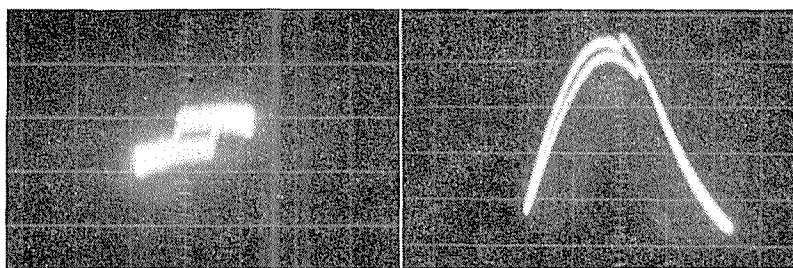
$$H_d = \frac{I_s}{\mu_0} = \frac{1.16}{4\pi \times 10^{-7}} = 9.23 \times 10^5 \text{ A/m} (= 1.15 \times 10^4 \text{ Öe})$$

と非常に大きな値となる。つまりこれ位の大きな磁界を印加して始めて膜厚方向の磁化曲線が得られる。

6 雑音について

主たる雑音源は光電子増倍管である。他には膜面のキズ、ピンホール、光源のドリフト、偏光性の不良等が考えられる。

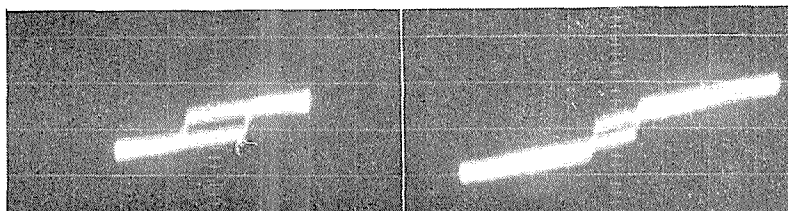
前述した磁気シールドと波形の乱れについて、簡単にふれる。写真8はシールドボックス、コイルと光電子増倍管の間のシールド板の両方とも無い場合である。わずか 10Öe で



$H_{o-p} = 10 \text{ Öe}$

$H_{o-p} = 100 \text{ Öe}$

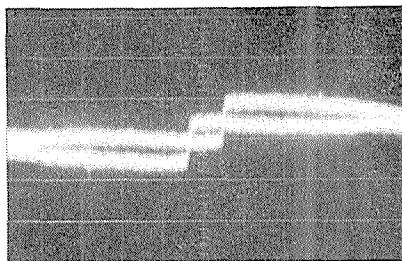
Photo. 8- M-H curves without any magnetic shielding.



$H_{o-p} = 10 \text{ Öe}$

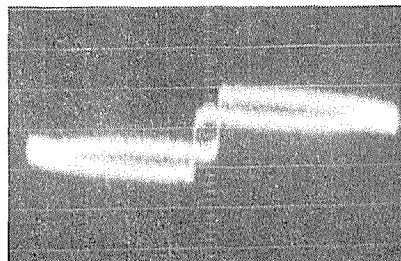
$H_{o-p} = 30 \text{ Öe}$

Photo. 9- M-H curves as used only magnetic shielding plate.



$H_{o-p} = 100 \text{ Öe}$

Photo. 10- M-H curve as used only magnetic shielding box,



$H_{o-p} = 200 \text{ Öe}$

Photo. 11- M-H curve as used both magnetic shielding plate and magnetic shielding box,

すでに波形は乱れ始め、 100Öe にいたっては最悪の状態となる。写真9はシールド板のみを使用した場合でやや効果があるように思える。写真10はシールドボックスのみの場合でありこれは効果が大である。写真11はシールドボックス、シールド板の両方とも用いた通常の使用状態のものである。 180Öe 近くなると波形が乱れはじめる。さらに高磁界を必要とする場合はシールド材に高透磁率のパーマロイを用いた方がよいだろう。

また光源から出る雑音としてドリフト的なものの他に、レーザーの発振状態が不良の時にも雑音がひどくなる。写真12にこれを示す。(写真7-(b)についても同様のことが言える)

膜面のキズ、ピンホールによってもS/Nは低下する。これは偏光面の回転に寄与しない光量の増加を考えれば理解できる。

他には、電源から混入するノイズがある。超音波洗浄器がこの種の雑音源としては最悪のものである。また外部の光もS/Nを低下させる原因となる。

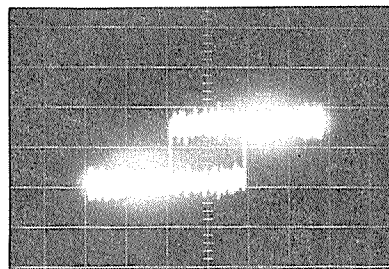


Photo. 12- Noise due to emission of LASER.

7 あとがき

磁気光学効果を応用した測定装置について、構成の問題点、構造、雑音を検討し、また磁気 Faraday 効果を用いた測定例を示した。

得られた装置は非常に満足のゆくものであり市販品となんら性能的に劣る点はない。

現在、本原理を用いて、電磁石の中に光路を通し、硬磁性材料の薄膜も測定できるような装置を検討中である。

最後に、日頃御支援賜わっている本学土屋英俊教授ならびに適切なる御教示を頂いた中村義作教授、本装置試作に際して協力頂いた卒業生佐藤正輝君（現、富士通勤務）に感謝する。

参 考 文 献

小林・石原，カー磁気光効果を利用した磁気測定，日本学術振興会応用磁気第137委員会資料第22号 (1968)