

軟磁性用デジタル化 $M-H$ ループトレーサーDigital $M-H$ Loop Tracer for Soft-Magnetic Thin Films

姜 小明・鈴木俊行

九州芸術工科大学, 福岡市南区塩原 4-9-1 (☎815-8540)

X. Jiang and T. Suzuki

Kyushu Institute of Design, Shiobaru 4-9-1, Fukuoka 815-8540

Analysis of the measuring sensitivity of a conventional $M-H$ loop tracer revealed that the sensitivity is limited by undesirable signals, caused by imbalance of a pick-up coil pair, use of a non-ideal electronic integrator, and/or the presence of ambient magnetic or conductive bodies. Most of these noises are periodic and synchronized with the exciting magnetic field at 50-60 Hz. This paper proposes a new scheme utilizing digital signal-processing technique and virtual instrument software, to reduce such noises effectively, taking account of the above-mentioned noise properties. In the scheme, a pick-up coil signal without a magnetic thin film is first sampled and stored in memory as a background noise, then another signal with the thin film is sampled and the stored background noise is reduced. A pick-up coil pair, linear amplifiers, and digital-signal-processing software were optimally designed and installed. A newly designed $M-H$ loop tracer can measure thin soft-magnetic films with a magnetic moment as small as 2.5×10^{-5} emu.

Key words: $M-H$ loop tracer, magnetic measurement, soft-magnetic material, virtual instrument

1. はじめに

近年, 各種磁性材料を使用する部品の高性能化, 小型化に伴い, 使用される磁性材料そのものも小型化・薄膜化の傾向が著しい。磁気記録機器においても, 例えば, 薄膜磁気ヘッドから磁気抵抗効果型ヘッド (MR ヘッド), さらに巨大磁気抵抗効果型ヘッド (GMR ヘッド) へと開発が進むにつれて, 使用される軟磁性薄膜はその膜厚が数 μm から数 nm へと薄膜化している^{1)~3)}。これらの極薄軟磁性体の磁気特性評価は, その薄膜化に伴う測定試料の磁気モーメント低下により, 従来の $M-H$ ループトレーサーでは測定が困難となっている。このため, 磁気モーメント 10^{-4} emu 以下の磁気特性をも比較的簡便に測定できる $M-H$ ループトレーサーが求められている。

本稿では従来の $M-H$ ループトレーサーにおいて, その感度および精度が制限される原因を徹底的に分析した上で, デジタル信号処理による新たなノイズ低減法を提案し, 同時に検出コイルの最適化とアンプ系の高精度化を図った。それに基づいて試作したデジタル化 $M-H$ ループトレーサーを用いて, 厚さ 7.5 nm , 面積 $2 \times 2 \text{ mm}^2$, 磁気モーメント 2.5×10^{-5} emu の極薄膜軟磁性試料でもその磁気特性を測定することができるようになったほか, 今まで不可能であった試料の導電性基板あるいは磁性下部層の影響を除去した磁性層のみの磁気特性測定も

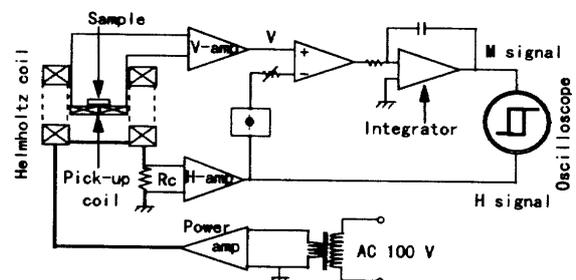
可能となったので報告する。

2. 従来型 $M-H$ ループトレーサーの問題点2.1 従来型 $M-H$ ループトレーサーの構成

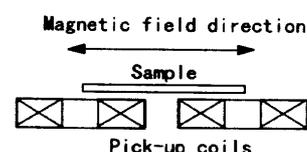
Fig. 1 に従来用いられている代表的な $M-H$ ループトレーサーの構成図を示す。この $M-H$ ループトレーサーでは, 同図 (a) に示すように, 商用電源をヘルムホルツコイルに供給し, 励磁磁界を発生させる。励磁磁界の振幅は励磁電流に比例するものとして, 抵抗 R_c により検出する。励磁磁界により, ヘルムホルツコイル中心軸上に置かれている試料を磁化し, 検出コイルによってその磁化に比例する微弱な電圧 V を検出する。

Fig. 1(b) に検出コイルと試料の位置関係を示す。一對の検出コイルはヘルムホルツコイルと直交配置し, 電気的に逆相に接続する。この構造は, 検出感度が多少犠牲になるものの, 基本的に励磁磁界を検出しないことと, 検出コイルの上部に試料を配置し, 試料を自由に回転させることができるため, 試料の異方性方向を容易に特定できるという特徴を有している。

しかし, 直交配置, 逆相接続にもかかわらず, 検出コイル対のアンバランスによって, 打ち消しきれなかった励磁磁界による電圧が磁化信号とともに検出される。打ち消しきれなかった電圧を未キャンセルノイズ電圧と呼び, Fig. 2 にその一例を示す。この未キャンセルノイズ電圧を, H 信号の位相と振幅を調整した電圧により, 差動アンプで除去する構成となっている。未キャンセルノイズ電圧の影響を除いた磁化による電圧を積分して, 試料の磁気モーメントを求め, 励磁信号 H と一緒にオン



(a) Functional block diagram



(b) Side view of sample and pick-up coils

Fig. 1 Conventional $M-H$ loop tracer.

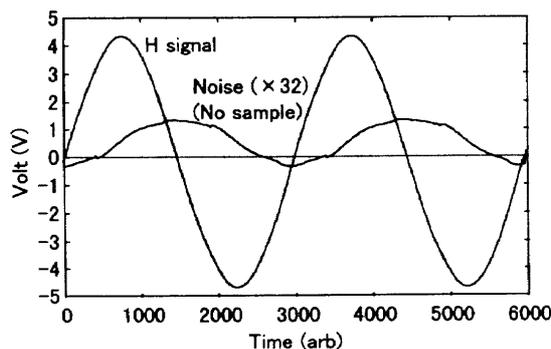


Fig. 2 H-signal and undesirable V-signal without sample, caused by imbalance of a pick-up coil pair and the presence of ambient conductive or magnetic bodies.

ロスコープに送って MH ループを描く。

2.2 従来型 $M-H$ ループトレーサーの問題点

H 信号を利用して、未キャンセルノイズ電圧を打ち消す効果は、未キャンセルノイズ電圧の波形に大きく依存するが、未キャンセルノイズ電圧は外来ノイズの影響で完全な正弦波の形にならないため、この方法では、これを完全に除去することができない。特に、ヘルムホルツコイルの励磁磁界の範囲内に導電体や測定試料以外の磁性物が存在する場合には、導電体に渦電流が生じたり、磁性物が磁化されたりすることによって、励磁磁界の分布が空間的あるいは時間的に変化し、その結果、測定試料近傍に作用する励磁磁界の均一性が悪くなり、励磁磁界による誘起電圧を一对の検出コイルで打ち消す効果がさらに低くなるほか、未キャンセルノイズ電圧の波形自身にも歪みを生じさせ、測定した $M-H$ ループが 8 の字を描いたり、ループが開いたりする主な原因となる。また、実際に試料に作用する磁界と励磁電流の間に位相ずれを生じ、測定精度を劣化させる原因となる。これらは励磁磁界強度によって変化する非直線性ひずみとなって現れる。 $M-H$ ループトレーサーが、鉄骨で建てられた建物の中に置かれる限り、壁、床中の金属が測定精度および感度に与える影響を避けることはできない。

さらに、理論値に近い結果を出すアナログ積分器を電子回路で製作することは非常にむずかしいため、サグの発生などにより不完全な積分波形となり、 $M-H$ ループは変形する。

3. 基本設計コンセプト

前述の分析から、検出コイルのアンバランスによる電圧を効果的に除去できないことが測定感度が制限される主な原因であることと、さらに、アナログ積分器のサグが測定精度を劣化させることがわかった。これらのことを考慮して、新しいデジタル化 $M-H$ ループトレーサーは測定の簡便さを保ちつつ、感度と精度を向上するため、構成を以下のようにする。

- (1) 検出コイルの構造: 試料の異方性方向を容易に特定できる特徴を生かすため、従来型と同様な直交配置の試料回転方式の構造とし、検出コイルの最適設計を行う。
- (2) 測定方式: アナログ回路はプリアンプなどのリニアアンプのみとし、他をデジタル化した測定方式にすることによって、計算機と連携するようにする。これによって、柔軟な信

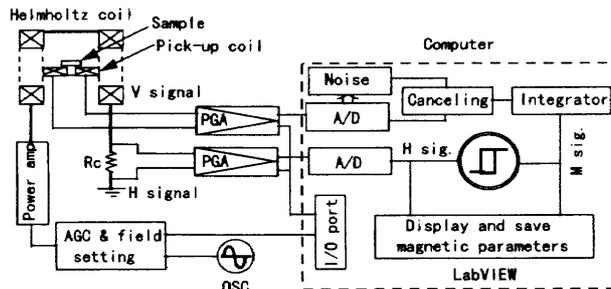


Fig. 3 Functional block diagram of a newly developed digital $M-H$ loop tracer.

号処理が使えるようになるほか、測定結果の保存も簡単に実現できる。

- (3) 未キャンセルノイズ電圧の消し方: 試料未挿入時の検出コイルのアンバランスによる電気信号をバックグラウンドノイズとして計算機のメモリに保存する。次に試料挿入時の電圧を取り込み、バックグラウンドノイズを差し引くことによって、未キャンセルノイズ電圧を除去する。
- (4) 積分器: デジタル化シンプソン数値積分器を用いる。
- (5) 測定条件: 試料直径は 6 mm、測定周波数は 50~60 Hz とする。

以上の基本設計に基づくデジタル化 $M-H$ ループトレーサーの構成を LabVIEW ソフト (National Instrument 社製) を使用して実現した。その機能構成図を Fig. 3 に示す。

デジタル化 $M-H$ ループトレーサーでのノイズのキャンセル方法は、以下の手順で行う。まず、ある大きさの励磁磁界をかけ、試料を入れない状態で V チャンネルから 1 回信号を取り込む。取り込んだ信号の中には検出コイルの非対称性による未キャンセルノイズ電圧、外来ノイズ、周辺金属などからのノイズを含んでいる。これをバックグラウンドノイズとしてメモリに保存する。次に、試料を入れて、試料の磁化に比例する信号電圧と上記のノイズ電圧の合わさった電圧を取り込み、キャンセル部分で先に取り込んだバックグラウンドノイズを差し引いて、試料の磁化による信号電圧のみを求める。このような方法により、検出コイルの非対称性による影響はもちろん、周囲環境からの影響もほとんど除去することができる。ノイズの影響を取り除いた磁化信号 V を、精度 10^{-5} を有するシンプソン型デジタル積分器で積分し、その試料の正確な磁気モーメントを求める。求めた磁化信号 M と磁界信号 H により磁化曲線を描く。

このノイズキャンセル方式は、検出コイルの非対称性による未キャンセルノイズ電圧、外来ノイズ (主として電源誘導ノイズ)、あるいは、周囲金属類の影響によるノイズなどが、いずれも商用電源周波数に同期し、かつ励磁磁界強度に依存している性質を利用したものである。したがって、励磁磁界として商用電源周波数とは異なる周波数の電源を用いる場合には、励磁磁界発振器を商用電源に同期させる必要がある。商用電源の電圧不安定性は、ノイズキャンセルの効果を悪くする一つの原因であるため、この設計では、商用電源に同期したより安定な発振器を導入した。

励磁コイルに長時間電流を流す場合、ヘルムホルツコイルと

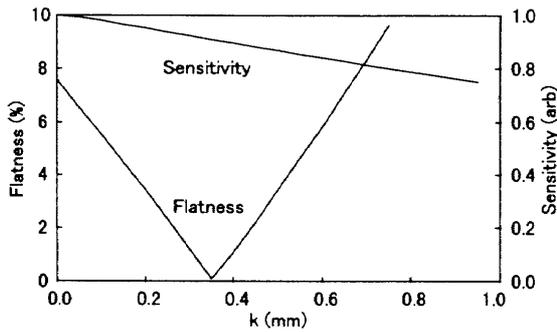


Fig. 7 Flatness and sensitivity as functions of the gap between pick-up coils. Parameters: $a=10$ mm, $b=4$ mm, $h=3$ mm, $t=6$ mm, $s=2$ mm, $d=6$ mm.

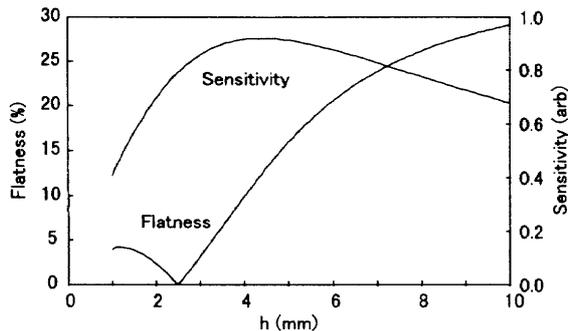


Fig. 8 Flatness and sensitivity as functions of the coil height, h . Parameters: $a=10$ mm, $b=4$ mm, $h \times t=18$ mm², $d=6$ mm, $s=2$ mm, $k=0.35$ mm.

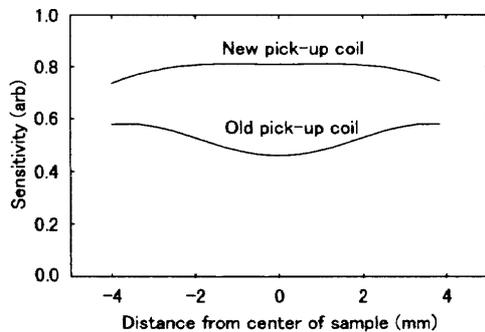


Fig. 9 Sensitivity curves for new and old pick-up coils.

は、平坦に巻いた方が良くわかった。

以上4つのシミュレーションを通じて、感度と平坦性の良いコイルの寸法および形を求めてきたが、その最適な寸法は以下のとおりである。

$2a=10$ mm, $2b=4$ mm, $2k=0.7$ mm, $h=3$ mm, $t=6$ mm, $s=2$ mm

Fig. 9に、現用10 mm ϕ 試料検出コイルと新しく設計した6 mm ϕ 試料検出コイルの特性を比較している。これによれば、新設計の検出コイルは、感度および平坦性が倍以上に向上していることがわかる。

4.2 増幅アンプの設計

検出信号Vの周期は60 Hzであるが、検出パルスの勾配が非常に急峻であるため、Vチャンネルアンプの帯域は、検出パ

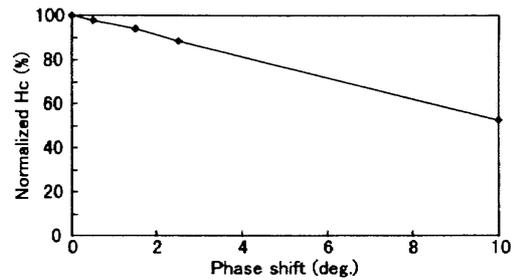


Fig. 10 Effect of amplifier phase shift on H_c , calculated from $M-H$ loops.

ルスの最も急峻な立ち上がりに対応する時間により決められる。励磁磁界が5~80 Oeの間であれば、検出コイルによる検出信号の振幅は大体5~400 mVであり、検出パルス立ち上がり時間に対応する周波数は3~100 kHzの間で変化する。増幅したV信号を、入力範囲5 VのA/Dコンバータに供給する。サンプリング精度を高めるため、A/Dコンバータの入力のピーク値が常に $\pm 3 \sim \pm 5$ Vの間になるように、この設計では、PGA(Programmable Gain Amplifier)を用いて増幅を行う。必要ゲインは20~60 dBとなる。

次に、 $M-H$ ループトレーサではHとV信号の位相差が極めて重要である。V信号が増幅される前後の位相にずれが生じると、 H_c の値が変わる。計算機シミュレーションにより求めた位相ずれが H_c の値に与える影響をFig. 10に示す。 H_c の精度を1%以内に確保するためには、増幅されるV信号の位相ずれを0.5°以下に抑える必要がある。以上のことを考慮に入れてVチャンネルアンプ、Hチャンネルアンプとも十分な余裕を持たせてアンプの帯域は最低1 MHzとし、増幅前後の位相が変わらないように、60 dBのゲインを3段にわけて得ることとした。同様の考慮はHチャンネルアンプについても必要であり、HチャンネルアンプにもPGAを採用している。

4.3 ソフトの設計

この設計では、上述のデジタル信号処理を、仮想計測器LabVIEWを用いて行う。そのソフトの主な流れをFig. 3の点線に囲まれる部分に示す。

AD変換器は、H、V信号に対し、一周期ごとに3000点のサンプルを同時に取り込む。デジタル化 $M-H$ ループトレーサのノイズのキャンセル機構は、保存されたバックグラウンドノイズの振幅と位相が、V信号に含まれるノイズの振幅と位相に等しい場合、すなわち、励磁磁界に同期した(したがって、商用電源に同期した)定常ノイズに対して効力を発揮する。したがって、H信号に同期した周期的なトリガを用いて、サンプリングを行う。さらに、このトリガを用いて、H、V信号において同期平均化を行うことによって、ランダムノイズを低減する。

このように、LabVIEWソフトは、ノイズキャンセリングのほか、リニアアンプの自動ゲイン設定、励磁磁界設定、磁気モーメントを求める数値積分、 $M-H$ ループからの H_c や角型比などのパラメータ計算、データの表示と保存、およびシステム全体の制御を行う。

5. 測定例

試作したデジタル化 $M-H$ ループトレーサーを用いて、Table 1 に示す試料 A について最大測定磁界 10, 40, 80 Oe をかけて磁化容易軸方向と困難方向方向の $M-H$ ループを測定した結果を Fig. 11 に、また試料 B, D に対しては最大磁界 10 Oe をかけて磁化容易軸方向の $M-H$ ループを測定した結果を Fig. 12 にそれぞれ示す。なお、図の $M-H$ ループの縦軸の値は、試料 A を用いて VSM での測定値に対して校正している。Fig. 11 からわかるように、デジタル化 $M-H$ ループトレーサーは、磁気モーメント 2.3×10^{-3} emu の試料に対し、磁界の大きさにかかわらず、 $M-H$ ループを正確に測定できる。Fig. 12 によると、従来測定できなかった最も磁気モーメントが小さい試料 D (2.5×10^{-5} emu) においても、磁化容易軸方向の磁化特性を測定できることがわかった。なお、試料 D の面積は他の約 1/11 であるため、6 mm ϕ の試料面積に換算すると、膜厚は

Table 1 Test samples

Sample	Composition	Thickness (nm)	Area (μm^2)	Moment ⁽¹⁾ (emu)
(A)	Unknown	Unknown	7 \times 7	2.3×10^{-3}
(B)	NiFe	10	7 \times 7	2.5×10^{-4}
(C)	NiFe/Ta	3	7 \times 7	5.6×10^{-5}
(D)	NiFe	7.5	2 \times 2	2.5×10^{-5}

(1) Magnetic moment was measured by a VSM at the maximum field of 40 Oe.

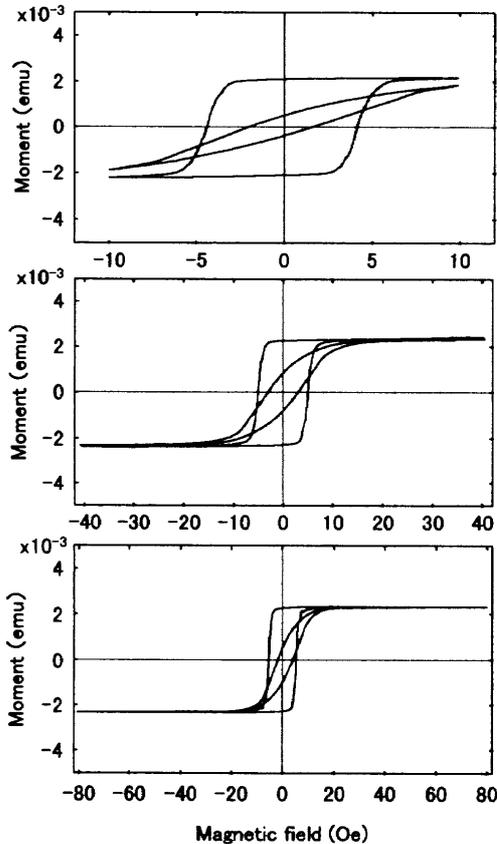


Fig. 11 $M-H$ loops in the easy and hard directions for sample A, with maximum magnetic fields of 10, 40, and 80 Oe.

1.2 nm に相当する。

デジタル化 $M-H$ ループトレーサーのノイズキャンセルの構成は、電源周波数に同期した周期性ノイズと、アンプのオフセット電圧のような直流電圧のみに対応するため、アンプの熱ノイズ、コイルが拾った高周波電気信号などのランダムノイズをキャンセルできない。平均化によって、ランダムノイズは低減されるが、高周波数ランダム波に変調された低周波数ランダムノイズに対して平均化の効果が少ない。観察結果から、今回試作のデジタル化 $M-H$ ループトレーサーは、磁気モーメント 2.5×10^{-5} emu の試料に対しても比較的精度良く測定できている。最大印加磁界強度にもよるが、感度として 10^{-5} emu 程

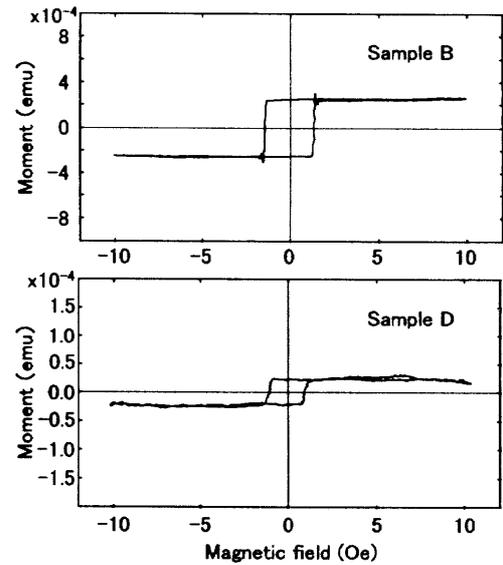


Fig. 12 $M-H$ loops in the easy axis direction for samples B and C, with a maximum magnetic field of 10 Oe.

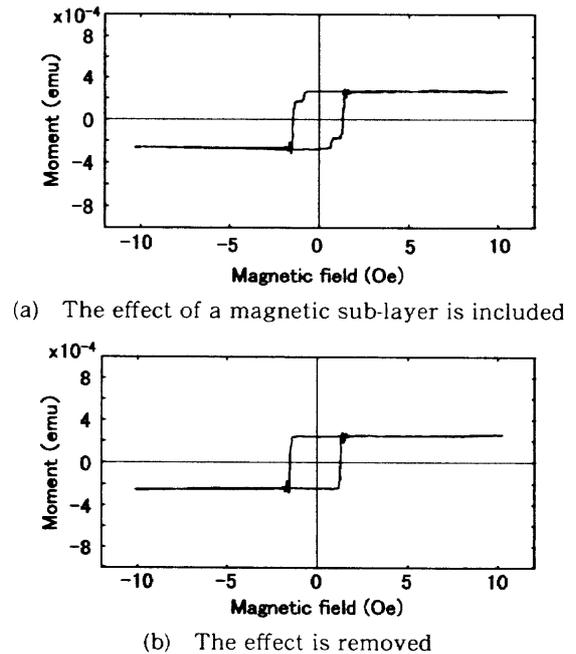
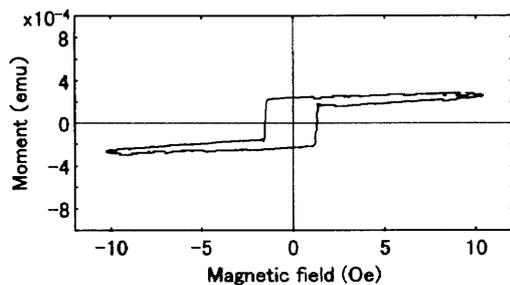
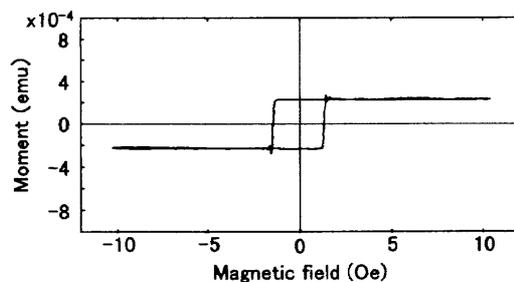


Fig. 13 Example of removing the effects of a magnetic sub-layer.



(a) The effect of a conductive substrate is included



(b) The effect is removed

Fig. 14 Example of removing the effect of a conductive substrate.

度を達成していると結論できる。

6. 応用例

本測定器の興味ある応用例として、導電性基板および磁性下部層の影響を除去した磁性層のみの測定がある。軟磁性薄膜を付着する基板が下地層を含めて、導電性あるいは磁性を有する場合は、磁性層が非常に薄くなると、その基板の存在が、渦電流損、磁化損を通じて磁化曲線に影響を与える。デジタル化 $M-H$ ループトレーサーは設計の構造上、基板のみを挿入して測定した信号をバックグラウンドノイズとして取り込むことより、基板の影響を取り除いた磁性層のみの磁化曲線を測ることが可能である。この応用例の実験には以下の試料を用いた。

- 磁性層試料: 試料 B. 試料 B は磁気モーメントが高く、かつガラス基板を使用するため、試料自身の基板の影響を無視できる。
- 模擬基板 A: 試料 C.
- 模擬基板 B: 面積 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 、厚さ数 μm のアルミ箔。実験結果を Fig. 13, 14 に示す。Fig. 13, 14 の各 (b) に示す基板の影響を除去した結果を Fig. 12 の結果と比較すると、その差がほとんどないことから、デジタル $M-H$ ループトレーサーは導電性あるいは磁性を有する基板の影響を分離して測定できるとわかった。

7. むすび

今回試作したデジタル化 $M-H$ ループトレーサーは、以下の性能を達成した。

- (1) 本測定器により $2.5 \times 10^{-5}\text{ emu}$ の軟磁性薄膜の $M-H$ ループが測定可能となった。
- (2) 本測定器は、励磁用ヘルムホルツコイルの近傍に金属や磁性体が存在しても、これらの影響を除去する能力があり、正確な測定結果を得ることができる。したがって、本測定器は、置き場所によらず、高精度の測定結果を得ることができる。
- (3) 本測定器の応用例として、基板の材料にかかわらず、その影響をほとんど取り除いた磁性層のみの磁気特性を測定することが可能である。

謝辞 本研究は株式会社テスラとの共同研究の一環として行ったものである。

文献

- 1) 石綿延行: 日本応用磁気学会誌, 18, 744(1994).
- 2) 越川善生, 上原裕二, 大塚善徳, 戸田順三, 小林和雄: 日本応用磁気学会誌, 18, 764(1994).
- 3) 中谷亮一, 星屋裕之, 杉田 愷: 日本応用磁気学会誌, 18, 770(1994).

1998年3月5日受理, 1998年5月7日採録