

ナノ組織制御による高温超伝導体の磁束ピンニング

Flux Pinning in Nanostructured High Temperature Superconductors

松本 要^{1,2}

¹京都大学大学院工学研究科材料工学専攻, ²(独)科学技術振興機構

Kaname Matsumoto^{1,2}

¹Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University

²Japan Science and Technology Agency

1. はじめに

高温超伝導体発見以前の NbTi や Nb₃Sn 超伝導体等は金属であり臨界温度 T_c はおよそ 9 ~ 18 K である。これらは液体ヘリウム温度 (4.2 K) において, エネルギーロスが極めて小さく, 大電流通電可能な電気抵抗ゼロの材料として利用できる。コヒーレンス長も長いいため結晶粒界における超伝導電流の低下を考慮する必要がなく, また塑性加工法によって長尺化することが容易であり, ~ 100 km 級の超伝導線材がすでに市販されている。これより高磁場発生可能な超伝導コイルが作られ, 医療用診断装置, 理化学分析装置, 単結晶引き上げ装置, 素粒子加速器, リニアモーターカー, 実験用核融合装置など幅広い分野で利用されている [1]。しかし液体ヘリウム冷却による制約は超伝導技術の本格的な普及においては, これまで大きな障害となっていた。

このような中で, 1986 年以降に続いた高温超伝導体の発見は衝撃的であった。高温超伝導体の T_c は 90 ~ 130 K に達し, 液体窒素温度 (77 K) を越えた。ヘリウムは埋蔵量が少なくまたコストも高いが, 窒素は空気中に無尽蔵に存在しており, その利用コストは安い。77 K で動作する大電流通電可能な高温超伝導線材が利用できるようになれば, 低コストで前述の超伝導応用機器の利用が可能となり, さらにこれまでは不可能であった磁場応用も実現する。地球上のあらゆる国々でエネルギー消費が増えつつある 21 世紀においては, エネルギーの高効率利用は地球環境保護に直結して不可欠である。高温超伝導体はこの問題を解決する大きな可能性を秘めている [2]。

しかし高温超伝導体は酸化物で加工性がなく, また結晶異方性が強くコヒーレンス長が短いため結晶粒界の影響が大きい。このため線材化が大変難しかった。最初の成功は Bi2223 ((Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_x; $T_c = 108$ K) を用いた Bi 系銀シーステープ線材である。この物質は劈開性が強く, 銀パイプに入れて圧延加工し, その後熱処理することによって超伝導層がつながったテープ線材にすることができる [3]。Bi 系線材は第一世代線材と呼ばれ, 現在では 1 km 長テープが市販されている。しかし Bi2223 は 2 次元性が強く, 磁場中の臨界電流密度 J_c が低いという課題がある。

一方, Bi2223 よりも 3 次元的であり, 高温超伝導体の中でも磁場中 J_c 特性に優れた YBCO (YBa₂Cu₃O_{7-x}; $T_c = 92$ K) を用いた第二世代線材の開発が最近急ピッチで進んでいる [3]。その作製方法としては金属テープ上に高度に 2 軸配向した YBCO 薄膜を成長させるコーテッドコンダクター方式が有望視されている。しかし YBCO は結晶粒界の影響が大きく, その特性を最大限に引き出すには結晶粒界角度を 5 度以下にまでそろえる必要がある。これはいわば 1 km 長の擬単結晶テープを作製するようなもので多くの課題があるが, 現在,

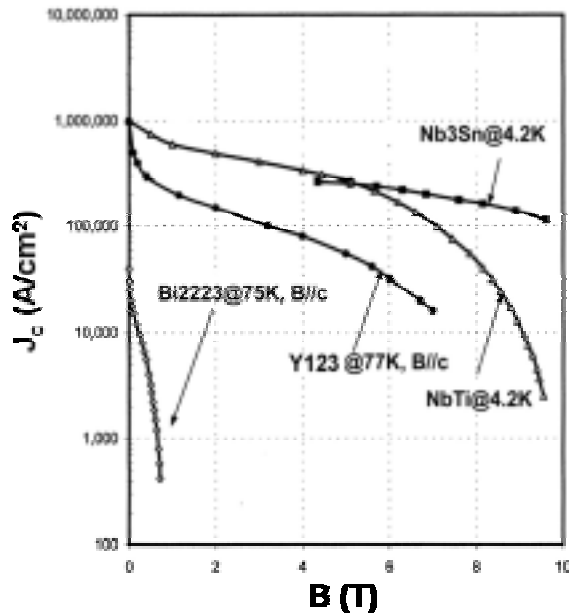


図1. YBCO 薄膜 (図中 Y123) の 77 K, B//c における J_c -B 特性と NbTi 等の J_c -B 特性との比較 .

の数倍 ~ 10 倍向上させて少なくとも液体ヘリウム温度下 (4.2 K) における実用 NbTi 超伝導線材 [4] の J_c なみに引き上げることが必要と考えられる .

ここでは , ナノ組織制御により YBCO 高温超伝導薄膜中に結晶欠陥を導入して量子化磁束を強力にピンニングし , 高温超伝導薄膜の 77 K 近傍における磁場中 J_c を飛躍的に増大させることを目指した研究を紹介する . このような技術を用いて , 低コストで高特性を有する YBCO 線材を実現できれば高温超伝導技術の産業化・商業化の促進にもつながるものと期待できる .

2. 高温超伝導膜における磁束ピンニング

第 種超伝導体に B_{c1} 以上の磁場 B を印加するとチューブ状の量子化磁束が超伝導体中に侵入する . 量子化磁束は T_c 以下の温度 T において , 半径がロンドン侵入長 λ の遮蔽電流部分と , コヒーレンス長 ξ の半径のコアを持っており , $B_{c2}(= \phi_0 / 2\pi\xi^2)$ 以下の磁場まで超伝導が維持される . また超伝導体は内部に $\times B = \mu_0 J$ の巨視的な量子化磁束の密度勾配があるときにゼロ抵抗の超伝導電流を運ぶことができ , この勾配は超伝導体中の微細な結晶欠陥による量子化磁束のピンニングによって決定されている . ゼロ抵抗電流の最大値が臨界電流密度 J_c である .

実際には B_{c2} より低磁場側に不可逆磁場 B_{irr} が存在し , 金属系超伝導体で $B_{irr} \sim 0.85B_{c2}$ 以上で J_c は消失する [5] . 一方 , 高温超伝導体は層状構造を持つことから異方性が強く , 層に垂直方向を c 軸 , 平行方向を a 軸または b 軸とした時 , c 軸に平行に磁場が印加された時 (B//c) に超伝導特性が最も弱くなる . 高温超伝導体の B_{c2} は 100 T 以上と言われているが , 77 K, B//c における B_{irr} は B_{c2} に比べてはるかに低くなり , YBCO で 5 ~ 7 T, Bi2223 ではわずか ~ 0.2 T にすぎない [6] . この低い B_{irr} のため 77 K で Bi2223 を磁場中で用いることは不可能である . 唯一 YBCO がその可能性を有している .

物性研究に用いられる YBCO 単結晶には酸素欠損や双晶などの結晶欠陥が存在するが一般にその J_c は極めて低い . これは酸素欠損や双晶などによるピンニング力が弱いことを意味する . これに対して非平衡プロセスを経由して作製される YBCO 薄膜中には , 酸素欠損や双晶に加えて , 成膜中に自然に形成される種々の結晶欠陥 , すなわち転位 , 各種の結晶粒界 , 組成不純物 , 微細析出物 , ポイドなどが高密度に存在

高 J_c を有する YBCO 線材をいかに長く , 低コストで作るかという材料科学的・工学的挑戦が進んでいる .

しかし YBCO 線材の実現に必要な YBCO 薄膜の J_c は実用化にはまだ不十分である . 図1は 77 K における高温超伝導体の J_c と 4.2 K における金属系超伝導線材の J_c を比較したものである . YBCO 薄膜の J_c は Bi2223 線材に比べればはるかに高いが , NbTi 超伝導線に比べるとまだ低い . J_c が低い理由は粒界の影響だけでなく , YBCO 薄膜中に効果的な量子化磁束のピンニング点が不足しているためである . 磁場中 J_c が高ければ高いほどコイルに高密度の電力エネルギーを貯蔵でき , また各種応用製品の低コスト化やコンパクト化ができるようになる . 高温超伝導体を魅力的な材料として実用化するためには , 77 K において磁場中 J_c を現在

し、これらが量子化磁束のピンニング点(natural pinning centers)として作用することで J_c が高くなっていると考えられている [7]. YBCO 高温超伝導体の ξ は 1.2 ~ 1.8 nm と短いので、これと同等スケールの超伝導体中の結晶欠陥が量子化磁束の強いピンニング点として作用すると考えられる. 特に c 軸方向に相関を持つ結晶欠陥は、量子化磁束がチューブ状であるためピンニングに有効に作用すると期待される.

最近の研究によれば、2 軸配向した YBCO 薄膜においては c 軸方向に伸びたらせん転位や刃状転位が強いピンニング点として作用すると考えられている [8]. 転位コアは絶縁体であり、その直径は 1 ~ 3 nm なので量子化磁束が転位に捕捉された場合には強いピンニング力を与える. 特に $B//c$ の場合に最大のピンニング力を示す. 実験的にも転位密度が増大するにつれて薄膜の J_c が増大することが確認されている. これらの転位は基板表面、小傾角粒界あるいは薄膜中の微細析出物等から発生したものである.

図 2 は SrTiO₃ 単結晶基板上に形成された YBCO 薄膜の $B//c$ における $\log J_c$ - $\log B$ 特性を示している. この試料では転位が優先的なピンニング点として作用していると考えられる. 広い温度領域において $B < B^*$ まで J_c は変化せず、 $B^* < B$ においては $J_c \sim B^{-\alpha}$ の依存性を持って J_c は低下する. ここに $\alpha=0.5 \sim 1.0$ 程度の値である. $B < B^*$ では、すべての量子化磁束が転位に捕捉された single vortex ピンニングの領域にあり、一定の J_c を示すと考えられる. 一方 $B^* < B$ においては磁束格子のせん断、あるいは集団ピンニングが J_c を支配する領域である. B^* はアコモデーション磁場と呼ばれ二つの領域を分ける磁場である. 転位の密度と量子化磁束の数とが等しくなる磁場をマッチ

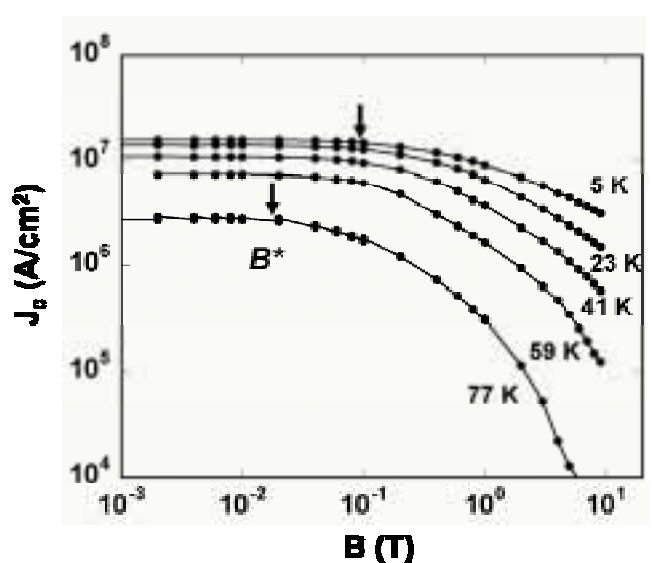


図 2 典型的 YBCO 薄膜の J_c - B 特性の温度依存性($B//c$). B^* はアコモデーション磁場.

ング磁場 B とすると、 $B^*(T) \sim B (c_0/2\xi_0)^2 (1 - T/T_c)$ の温度依存性がある [9]. なおここで c_0 は転位の半径である. 77 K における YBCO 薄膜中の B^* は数 10 mT であり、応用上興味深い数 T の磁場領域では転位のピンニング力だけでなく磁束線間の相互作用等も重要となる.

これ以外にも種々の粒界や析出物等の有効なピンニング点が考えられるが、転位を含めたこれらの結晶欠陥の密度、分布等々を工学的に制御して J_c を向上させることは大変難しく、その結果として YBCO 薄膜の 77 K の磁場中 J_c はこれまで低い値のままであった. YBCO 単結晶に高エネルギーの重イオンを照射して、トップダウン的に結晶中にコラムナ欠陥を形成してピンニング点を導入する方法 [10] もあるが、線材の製造方法としてはコストが高く実用的ではない. そのため結晶成長プロセス中、あるいは後熱処理等によって薄膜中にピンニング点を導入する簡便な方法が求められている.

3. YBCO 薄膜への APC 導入

我々は薄膜成長にナノ組織制御を施すことによって、YBCO 薄膜中に人工的な結晶欠陥を高密度に導入するボトムアップ的なプロセス開発を進めている. こうして導入された結晶欠陥は人工ピンニング点 (APC: Artificial Pinning Center) と呼ばれる [11]. APC 法では最大の J_c が得られるように、ナノスケールの結晶欠陥の分布や密度をピンニング理論に基づいて設計し、薄膜中に導入することを可能にする. 現在、APC により量子化磁束をピンニングすることで 77 K の磁場中 J_c が飛躍的に向上することが明らかになりつつ

あり, 4.2 K での NbTi 線材の磁場中 J_c を凌駕する値が実現可能であると考えられている. APC として利用できる結晶欠陥を次元性で分類すると, 転位やコラムナ欠陥のような 1 次元 APC, 小傾角粒界 (転位列) や大きな析出物表面などの 2 次元 APC, そして ξ と同等スケールの析出物や異相などの 3 次元 APC などがある. 図 3 にそれらをまとめた.

ここでは APC 導入の一例として Y_2O_3 ナノアイランドを用いるナノプレート法を紹介する [11, 12]. この方法では基板上にあらかじめ Y_2O_3 ナノアイランドを形成し, これらを起点として薄膜中に転位等の c 軸平行な 1 次元 APC を高密度に導入しようとするものである. 実験では最初に, パルスレーザー蒸着 (PLD) 法によって $SrTiO_3(100)$ 単結晶基板上に Y_2O_3 ナノアイランドを形成させた. レーザーパルス数制御により, 基板上的ナノアイランド密度をかなり自由に变化させることができることが明らかになっている. 図 4 に $SrTiO_3$ 上の Y_2O_3 ナノアイランドの一例を示す. アイランドの直径は約 25nm, 高さ 3nm であり, その密度は $90 \mu m^{-2} \sim 150 \mu m^{-2}$ の間で变化させた. これは量子化磁束のマッチング磁場 B に換算すると $B = 0.18 \sim 0.31$ T に相当する. この値は自然に導入される転位密度よりかなり大きい.

図 5 はナノアイランドを含む基板上に成膜した YBCO 薄膜の断面 TEM 写真である. 薄膜中にはナノアイランドを起点として薄膜表面に向かって転位が導入されていることが分かる. 図 6 は得られた YBCO 薄膜と natural pinning center のみを含む純 YBCO 薄膜の 77 K の磁場中 J_c 特性を示したものである. この薄膜の B_{irr} は 7 T (77 K, $B//c$) であるが, ナノアイランド形成により J_c が 2 ~ 5 倍向上していることが分かる. これは超伝導薄膜中に導入された転位が, 量子化磁束を有効にピンニングし, その結果として磁場中での J_c 増大を引き起こしたためと考えられる. 図 7 は 1 次元 APC を含む YBCO 薄膜と純 YBCO 薄膜における J_c の角度依存性 $J_c(\theta)$ を比較したものである. APC を導入することで $\theta = 0^\circ$ ($B//c$) 近傍にブロードな J_c ピークが現れ, いずれの磁場下においても上昇している. こ

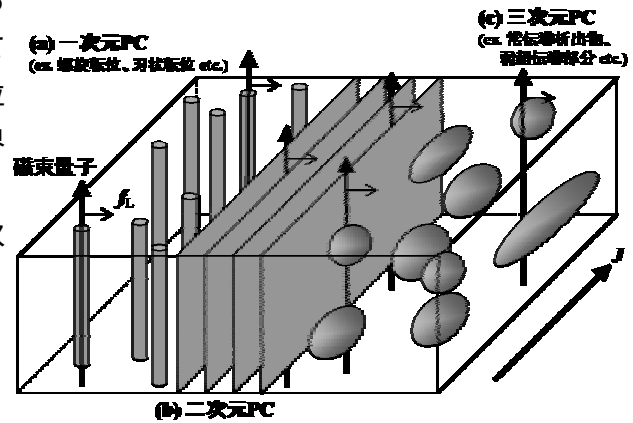


図 3. 薄膜中の各種結晶欠陥と量子化磁束との関係の模式図.

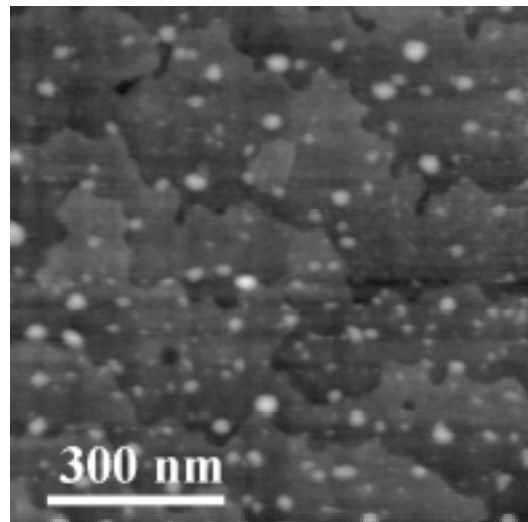


図 4. $SrTiO_3$ 基板上に形成した Y_2O_3 ナノアイランドの AFM 写真.

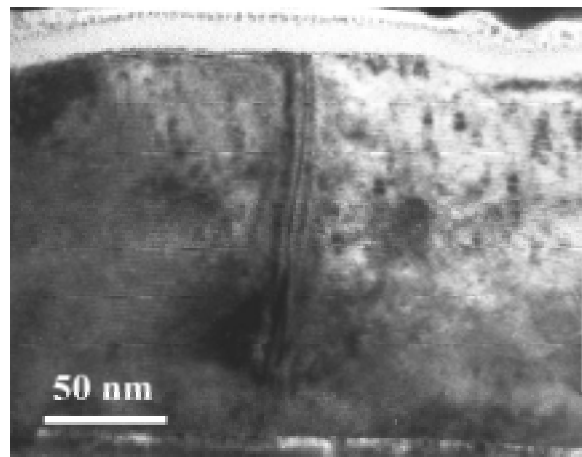


図 5. ナノアイランドを起点に導入された 1 次元 APC の TEM 写真.

で $\theta = 90^\circ$ ($B//c$) に現れる鋭い J_c ピークはイントリニックピンニング, あるいは積層欠陥に起因するものと考えられる.

YBCO 薄膜の磁場中における異方性の背景には B_{c2} の異方性がある. c 軸方向と a/b 軸方向の電子の有効質量をそれぞれ m_c, m_{ab} として異方性パラメータを $\gamma = (m_c/m_{ab})^{1/2}$ と定義すると, 層状結晶構造に由来して YBCO で $\gamma = 5 \sim 7$, Bi2223 では $\gamma = 50 \sim 200$ に達する. これらの物質の B_{c2} の磁場印加角度依存性は c 軸からの角度を θ とすれば, $\epsilon(\theta) = [\cos^2\theta + \gamma^2 \sin^2\theta]^{1/2}$ として $B_{c2}(\theta) = B_{c2}(0)\epsilon(\theta)$ と表わされる. B_{irr} の磁場印加角度依存性もこれとほぼ同じ振る舞いを持つことが知られており, $B_{irr}(\theta) = B_{irr}(0)/\epsilon(\theta)$ と表せる [13]. $B_{irr}(\theta)$ は多くの YBCO 試料において, 磁束液体状態から磁束固体へと遷移する臨界点近傍で確認されている. しかし c 軸方向に伸びた結晶欠陥, つまり c 軸方向に相関のある強いピンニングを有する試料においては 磁場印加方向が $B//c$ の場合に $B_{irr}(\theta)$ にピークが現れることがある. これはボーズグラス転移の証拠とされる [9].

臨界点よりも内側のより低温・低磁場側においては, $J_c(\theta)$ にピンニングの影響が強く現れると考えられる. c 軸に平行に磁場が与えられた場合 ($\theta = 0^\circ$) には転位や小傾角粒界が優先的なピンニング点として作用すると考えられる. 転位や小傾角粒界によるピンニングの証拠としては,

4度の傾角を持つバイクリスタル YBCO 薄膜の $J_c(\theta)$ の磁場角度依存性の報告がある [14]. この場合, 粒界を通過する磁場中 $J_c(\theta)$ を測定すると c 軸方向に磁場を与えた場合にブロードな J_c ピークが現れる. しかしながら, 粒内において同様の測定をおこなった場合にはピークが現れないことから, J_c ピークの原因は粒界を構成する転位列であると結論されている. 同様に双晶粒界においても, c 軸方向に磁場が印加された場合に小さな J_c ピークが観測されることが指摘されている.

YBCO 薄膜の J_c の角度依存性や温度依存性はこれまでのところ通常のスケール側では説明できていない. これは磁場や温度ごとに異なるピンニングが優先的になり, それらのピンニングの磁場依存性や温度依存性が異なるためと考えられる. 完全な解明には優先的なピンニング点を同定し, そのピンニング点の密度や分布を制御して J_c の磁場依存性や温度依存性を詳しく調べる必要がある. また高温超伝導物質の中で, 77 K における磁場中 J_c の最高値はこれまで YBCO 薄膜によるものであったが, これは成膜過程で自然に導入されるピンニング点を利用したもので, YBCO が本来有する潜在力を十分引き出したものとは言えなかった. 1次元 APC 導入によってこの点が改善されるのは応用上興味深い.

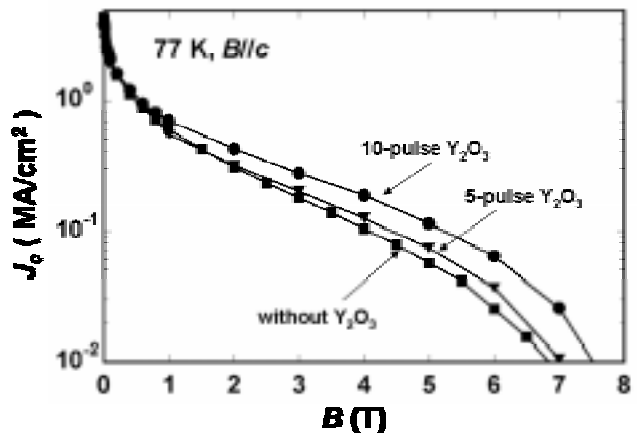


図 6. 1次元 APC - YBCO (Y_2O_3 あり) と純 YBCO 薄膜の J_c 特性比較(77 K).

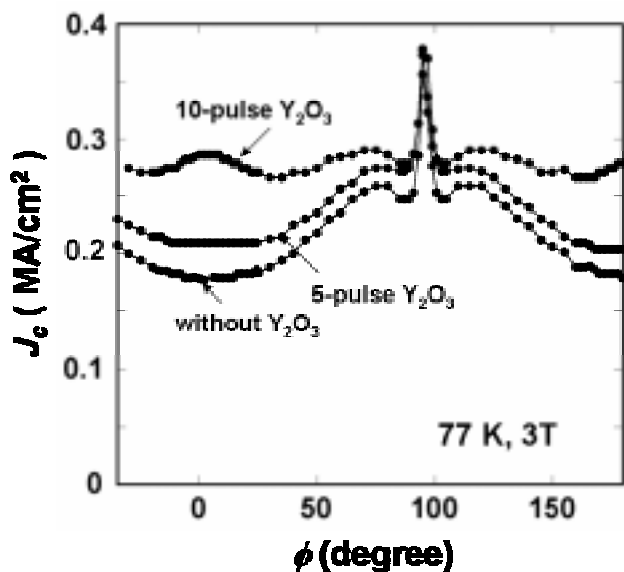


図 7. 1次元 APC - YBCO (Y_2O_3 あり) と純 YBCO 薄膜の J_c の磁場印加角度依存性の比較(77 K).

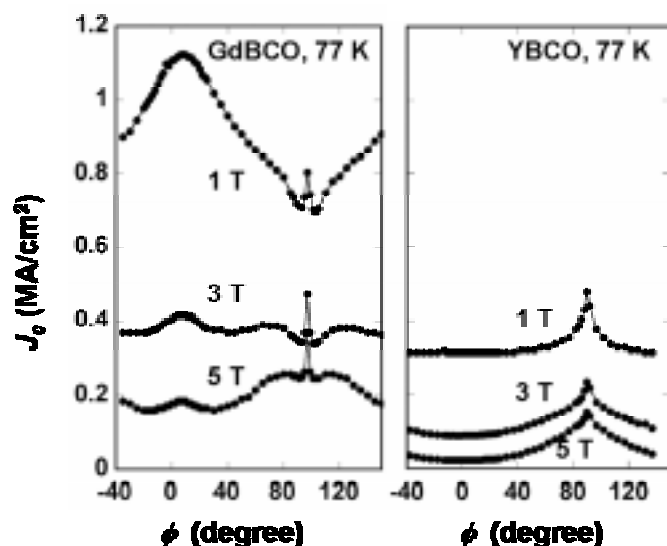


図 8 . 2 次元 APC を持つ $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜(GdBCO)と純 YBCO 薄膜の J_c の磁場角度依存性の比較(77 K). GdBCO においては $B//c$ に大きな J_c ピークがある .

4 . RE 置換と 2 次元 , 3 次元 APC 導入

YBCO 超伝導体の Y サイトを希土類元素 (RE=Nd, Sm, Gd など) で置換した $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ では T_c を 2 ~ 4 K 上昇させることが可能であり, 77 K の磁場中ピンニング力の上昇に有効に働くことがすでに高温超伝導体バルクの分野において確かめられていた [15]. しかしこれまで作製された $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜では T_c は上昇するものの, 効果的なピンニング点を膜中に多数導入することが難しく, 磁場中 J_c の増大は実現できていなかった . 我々は $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜にナノコンポジション制御技術を適用して組成ゆらぎ (3 次元 APC) を導入し, 77 K, 5 T ($B//c$) の強磁場中で 4.2 K で動作する実用 NbTi 線材の 5 T の J_c と同等の値を達成し, 高温超伝導体の潜

在力を実証した [16]. また $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜においても同様に, 77 K, 5 T の磁場中において先の NbTi の J_c に匹敵する値が得られることを報告してきた [17]. この場合は結晶粒界 (2 次元 APC) が量子化磁束のピンニングに参与している可能性がある .

一例として図 8 に $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜の 77 K における $J_c(\theta)$ 特性を, 通常の YBCO 薄膜の $J_c(\theta)$ 特性と比較した結果を示した . すべての磁場, 角度領域において $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜の J_c は YBCO 薄膜の J_c を大きく凌駕している . $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜においても同様である . またピンニングの影響が強い $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜や $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜の B_{irr} は 77 K, $B//c$ において 10 T を超え, YBCO 薄膜の B_{irr} を ($= 5 \sim 7$ T) を大きく上回っており, 高磁場領域まで使用できる可能性を示している . 以上の結果は高温超伝導のエネルギー応用の観点から大変意義のあるものであり, 早速内外の研究機関で追試が始まっている .

これ以外にも最適キャリアドーピング技術, およびナノ組織分析評価技術等の研究においても多くの知見が得られつつある . またごく最近, BaZrO_3 ナノ粒子を $\text{ErBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜に導入することに成功し, その結果としてマイクロ波特性においても大幅な改善を得た [18]. この場合, BaZrO_3 ナノ粒子が自己整列する現象も観測されており, こちらもナノ組織制御の観点から大変興味深い . 今後, $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ 薄膜に積極的にナノ組織制御を適用し, J_c 特性の大幅な改善を行う研究が盛んになると思われる .

5 . おわりに

ナノ組織制御による APC 技術は内外から興味を持たれており, 同様の研究が始まった . 競合外国研究機関として, 米国の国立研究所 (ロスアラモス [19], オークリッジ), 空軍研究所 [20], 大学, ベンチャーが参入してきている . 今回, 開発した手法はナノテクノロジーと薄膜技術によって高温超伝導体の J_c を飛躍的に向上させようというもので, 現在, 日米欧や韓国で盛んに研究開発が進んでいる YBCO コーテッドコンダクターの作製プロセスにも十分適用可能なものであり, 2010 年前後から活発化すると予想される高温超伝導体の電力・産業応用への展開に少なからず資するものと期待される .

ここでご紹介した研究は多くの方々の協力によってなされたものです . 共同研究者の吉田 隆氏 (名古屋大学), 向田昌志氏 (山形大学), 堀井 滋氏 (東京大学), 一瀬 中氏 (電力中央研究所), 長村光造先生

(京都大学)および長村研究室(京都大学)の皆様にご場をお借りして感謝いたします。なおこの研究は科学技術振興機構・戦略的創造研究推進事業(JST-CREST)におけるテーマ「ナノ組織制御による高臨界電流超伝導材料の開発」において遂行されたものです。

参考文献

- [1] 太刀川恭治, 熊倉浩明, 応用物理 **72**, 13 (2003).
- [2] 北澤宏一, 応用物理 **70**, 3 (2001).
- [3] 長村光造, 松本 要, 応用物理 **73**, 3 (2004).
- [4] C. Meingast and D. Larbalestier, J. Appl. Phys. **66**, 5971 (1989).
- [5] E. H. Brandt, Rep. Prog. Phys. **58**, 1465 (1995).
- [6] D. Larbalestier, A. Gurevich, D. M. Feldmann and A. Polyanskii, Nature **414**, 368 (2001).
- [7] J. M. Huijbregtse, F. C. Klaassen, A. Szepielow, J. H. Rector, B. Dam, R. Griessen, B. J. Kooi and J. Th. M. de Hosson, Supercond. Sci. Technol. **15**, 395 (2002).
- [8] B. Dam, J. M. Huijbregtse, F. C. Klaassen, R. C. van der Geest, G. Doornbos, J. H. Rector, A. M. Testa, S. Freisem, J. C. Martinez, B. Stauble-Pumpin and G. Griessen, Nature **399**, 439 (1999).
- [9] D. R. Nelson and V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **48**, 13060 (1993).
- [10] L. Civale, Supercond. Sci. Technol. **10**, A11 (1997).
- [11] K. Matsumoto, T. Horide, K. Osamura, M. Mukaida, Y. Yoshida, A. Ichinose and S. Horii, Physica C **412-414**, 1267 (2004).
- [12] K. Matsumoto, T. Horide, A. Ichinose, S. Horii, Y. Yoshida, and M. Mukaida, Jpn. J. Appl. Phys. **44**, L246 (2005).
- [13] G. Blatter, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, Phys. Rev. Lett. **68**, 875 (1992).
- [14] A. Diaz, L. Mechin, P. Berghuis and J. E. Evetts, Phys. Rev. Lett. **80** (1998) 3855.
- [15] M. Murakami, N. Sakai, T. Higuchi, and S. I. Yoo, Supercond. Sci. Technol. **9**, 1015 (1996).
- [16] Y. Yoshida, K. Matsumoto, Y. Ichino, M. Itoh, A. Ichinose, S. Horii, M. Mukaida, and Y. Takai, Jpn. J. Appl. Phys. **44**, L129 (2005).
- [17] K. Matsumoto, D. Takahara, T. Horide, A. Ichinose, S. Horii, Y. Yoshida, M. Mukaida, and K. Osamura, *to be published in IEEE Trans. Appl. Supercond.* (2005).
- [18] M. Mukaida, M. Miura, R. Kita, S. Horii, A. Ichinose, K. Matsumoto, Y. Yoshida, A. Saito, K. Koike, F. Hirose, and S. Ohshima, Jpn. J. Appl. Phys. **43**, L1623 (2004).
- [19] J. L. MacManus-Driscoll, S. R. Foltyn, Q. X. Jia, H. Wang, A. Serquis, L. Civale, B. Maiorov, M. E. Hawley, M. P. Maley and D. E. Peterson, Nature Materials **3**, 439 (2004).
- [20] T. Haugan, P. N. Barnes, R. Wheeler, F. Meisenkothen and M. Sumption, Nature **430**, 867 (2004).