

X 線磁気顕微鏡の開発

BL16XU

日立・基礎研 上田 和浩

ネオジム焼結磁石は、その高い保磁力と経済性からエレクトロニクス、情報通信、医療、工作機械、産業用・自動車用モーター等広範な分野で利用されている。永久磁石材料は、環境負荷低減、省エネ、発電効率の向上等で、更なる高性能化が求められている。最近では、磁石構成元素と磁気を結びつける情報として X 線磁気円二色性(XMCD)が利用されている。そこで SPring-8 BL16XU において、外部磁場を $\pm 2.3\text{T}$ で可変可能な X 線磁気顕微鏡を開発したので、その結果を報告する。

測定には薄膜ネオジム磁石を C 基板上に多層積層し、FIB 加工により、 $4\mu\text{m}$ の四角柱、円柱の微小磁石を形成した試料を用い、 $1\mu\text{m}$ の円偏光集光ビームを利用して、透過像と XMCD 像を得た。図(a)は X 線磁気顕微鏡で測定した X 線顕微鏡像である。左の黒い帯がベタ膜部分であり、中央3個の島が四角柱、右側が円柱である。図(b)~(d)は外部磁場を変えて Nd-L₂ XMCD 強度を測定した結果である。微小磁石部分はベタ膜部分と異なり、複雑な分布をとりながら磁化反転していくことが可視化できた。この結果から開発した X 線磁気顕微鏡の分解能が $1\mu\text{m}$ であることが分かった。

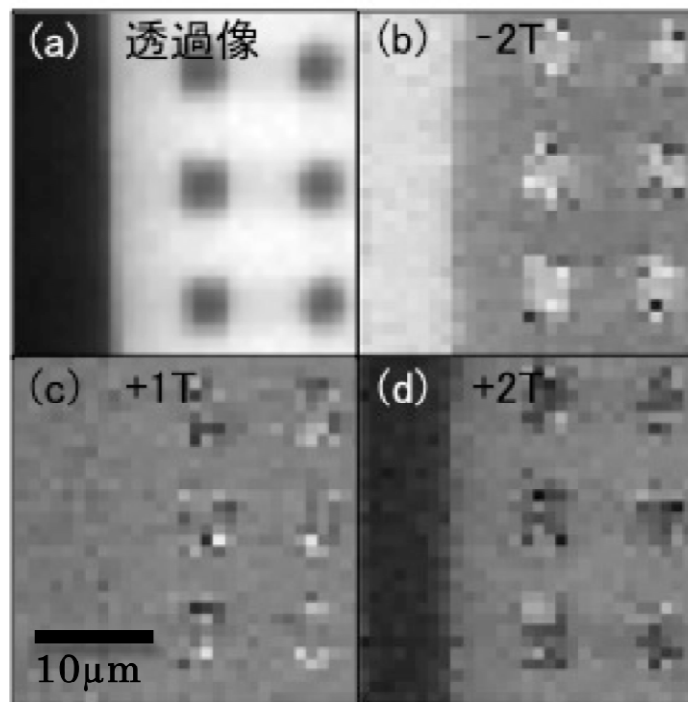


図 ネオジム薄膜磁石の X 線磁気顕微鏡像

(a) 透過像と Nd-L₂ XMCD 像。

外部磁場:(b)-2T, (c)+1T, (d)+2, T の場合

SPring-8における磁気顕微鏡の開発

日立製作所 基礎研究所

上田 和浩 米山 明男 南部 英

背景

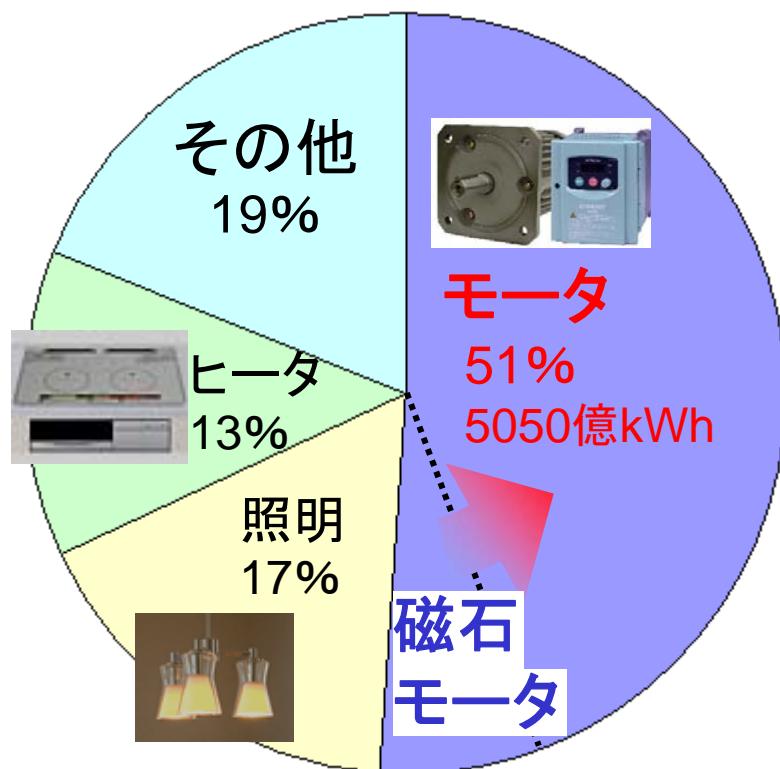


図1 国内電力消費量比率(03年度)

磁石モータは効率+静音性が高い

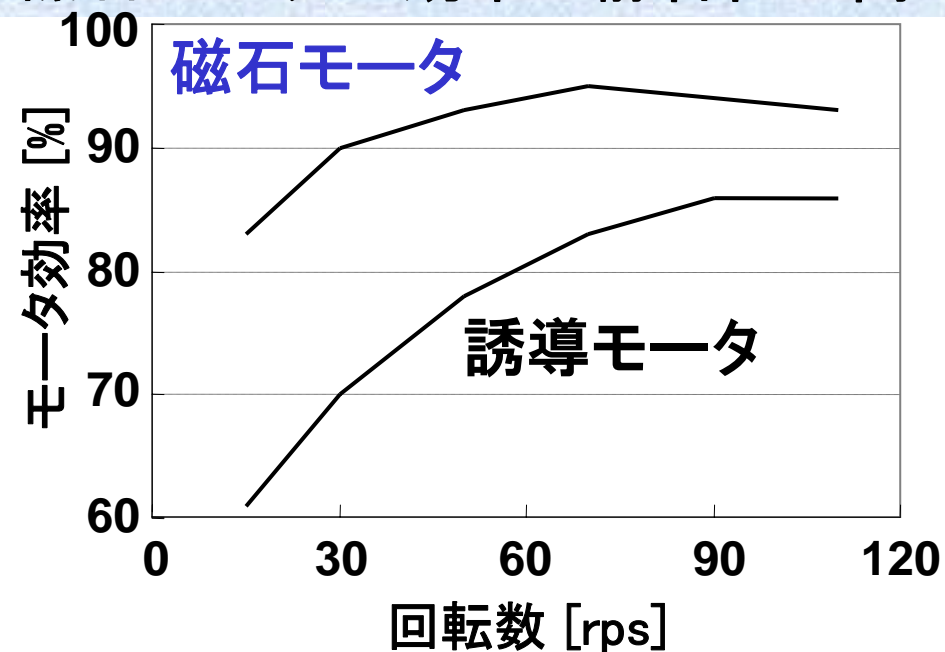


図2 モータの効率

- ・ モータは、国内総電力の半分を消費
- ・ モータ性能の向上=消費電力削減、CO₂排出量低減

Nd-Fe-B磁石の利用分野

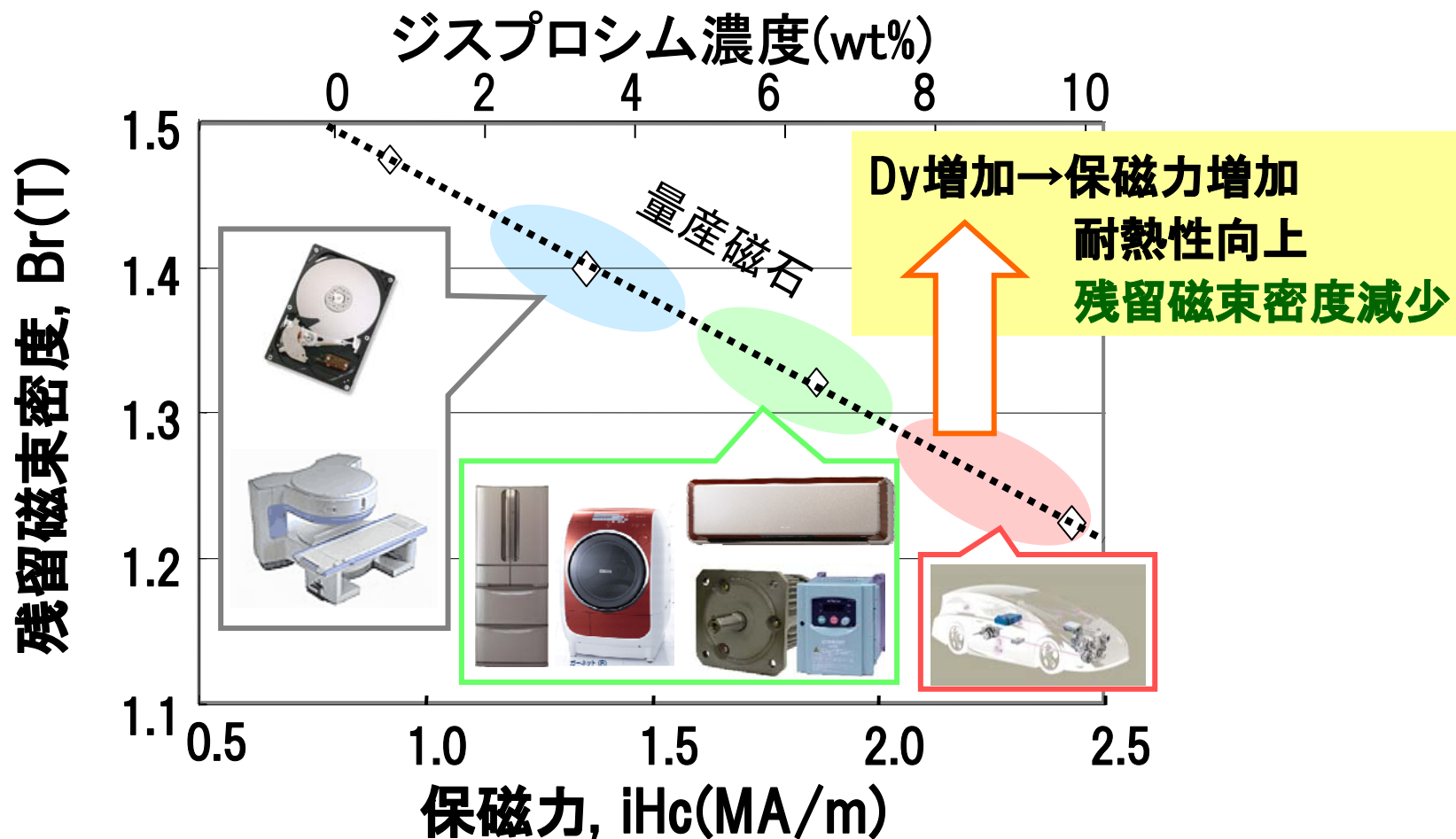


図3 ネオジム磁石の残留磁束密度と保磁力

永久磁石材料の開発

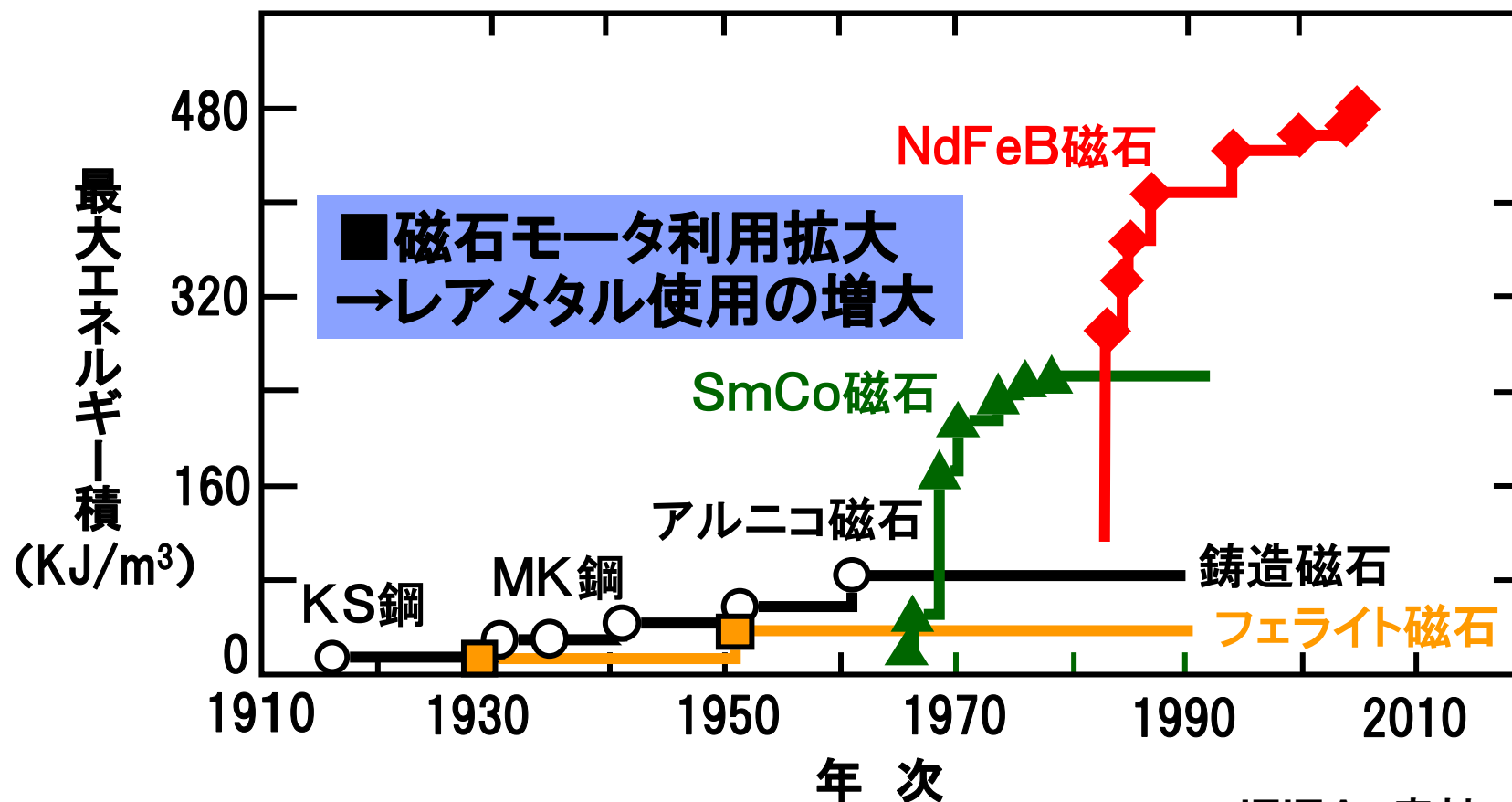


図4 永久磁石材料の変遷

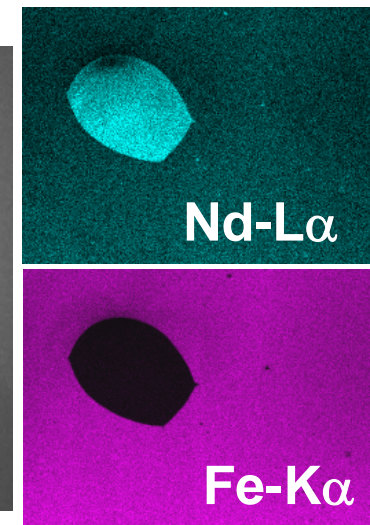
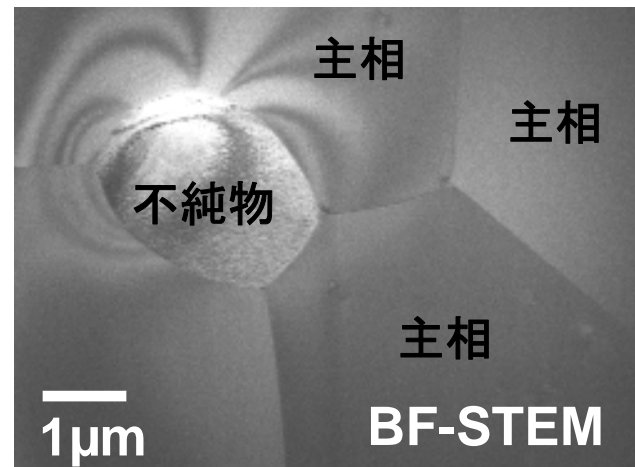
JEITA 素材／電子材料
Topics 第39回より

希土類元素設計指針として、元素選択磁気測定を活用

磁気顕微鏡による磁石研究の意義 Page 5

- ネオジム磁石は焼結磁石→微結晶(主相と不純物)の集合
- 焼結磁石中, 主相と不純物(酸化物)相の界面が保磁力に影響
- 添加Dyを界面に凝縮させることが有効→Dyの削減

左図;STEMによるネオジム磁石観察例
3重点析出物がEDX観測により, Ndリッチ相であることが分る
(結晶粒の大きさ~10 μ m以下程度)

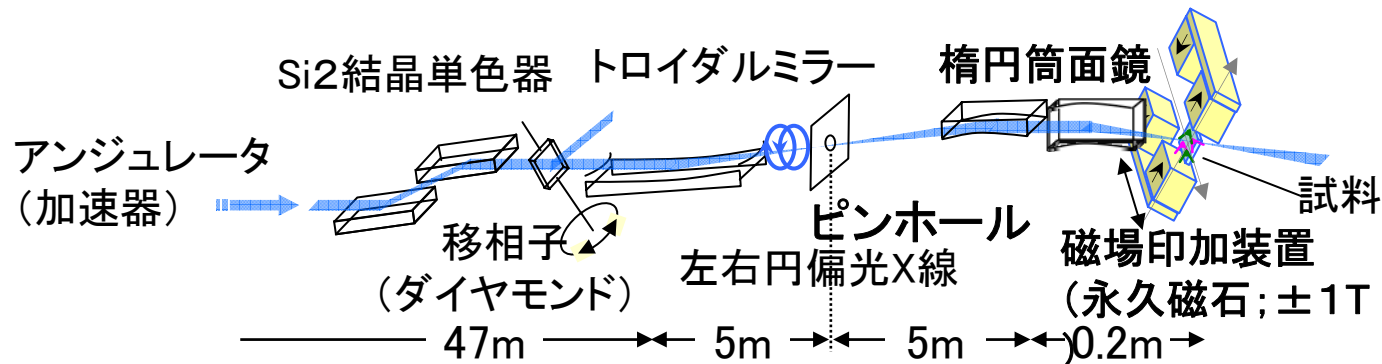


X線磁気2色性顕微鏡 (TEM, MFM, PEEM等と比較して)
利点 元素選択測定・強磁場中測定(p-in p-out)
欠点 分解能・放射光光源

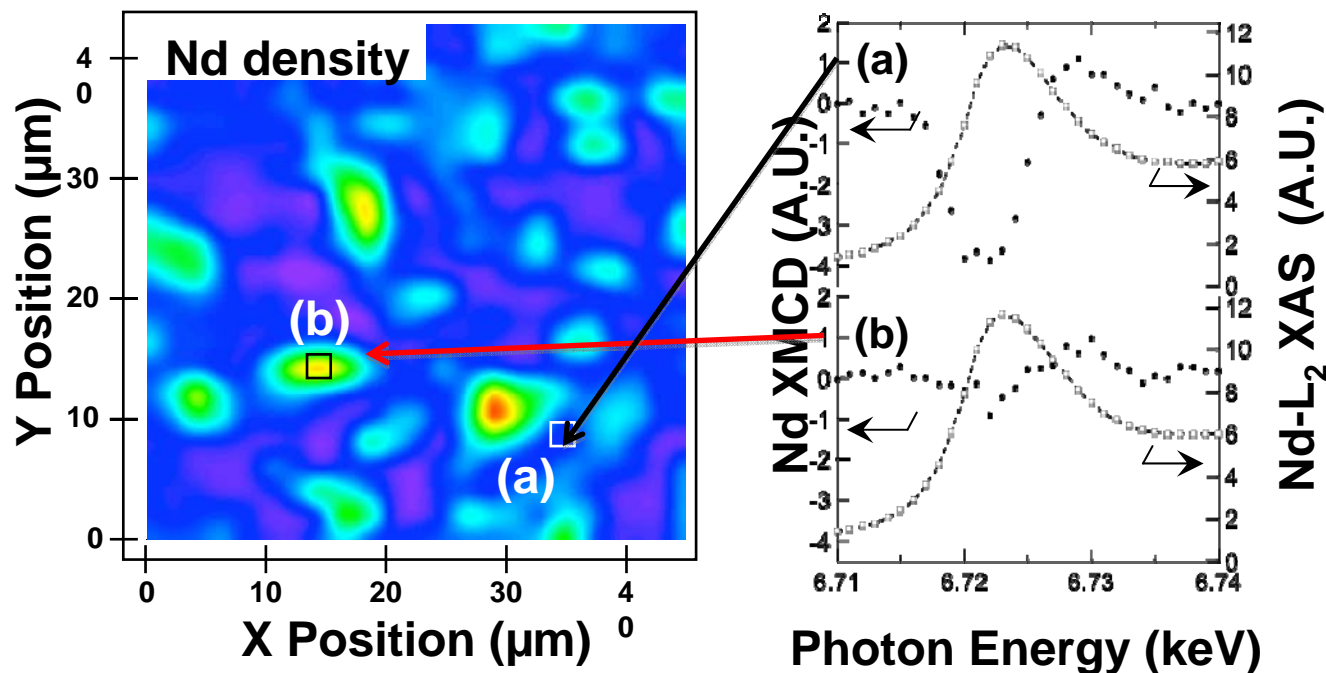
研究の目的;ミクロン〜サブミクロン程度での磁化と元素分布の相関

これまでの結果1

磁気顕微鏡
@SP8-BL16XU
(概略図)

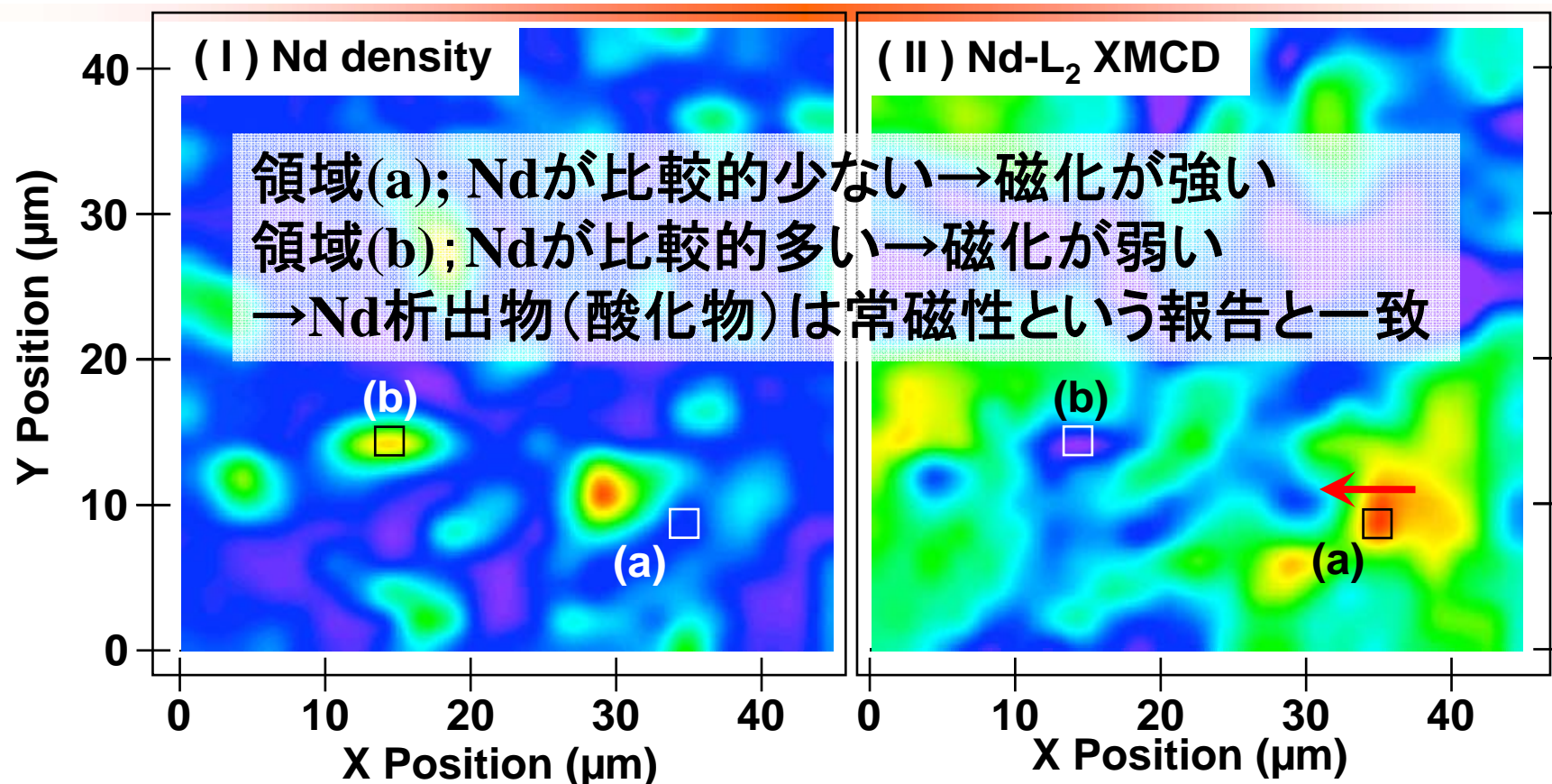


実験結果
左; 2D- μ XAFS
右; μ XAFS &
 μ MCD



磁気顕微鏡による μ XAFS 及び μ XMCD 測定に成

これまでの結果2



Nd濃度(XAFS)とNd原子の磁化(MCD)の相関可視化に成功

課題: 1.強磁場化
2.高分解能化

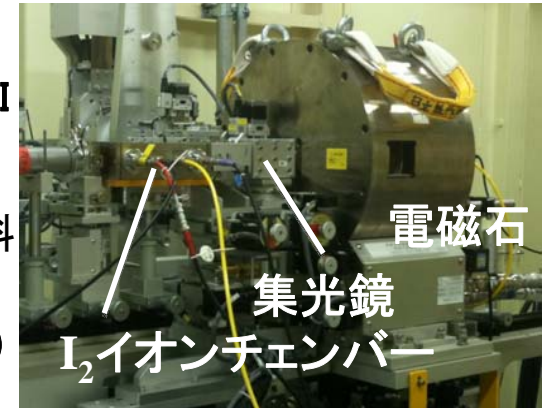
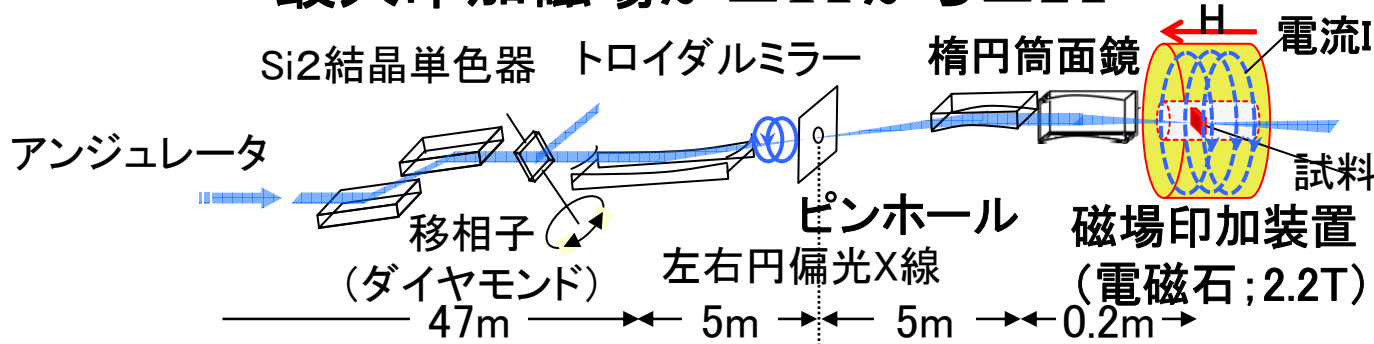
3.測定時間短縮

APL97,022510(2010)

改良点; 1. 強磁場化 2. 高分解能化

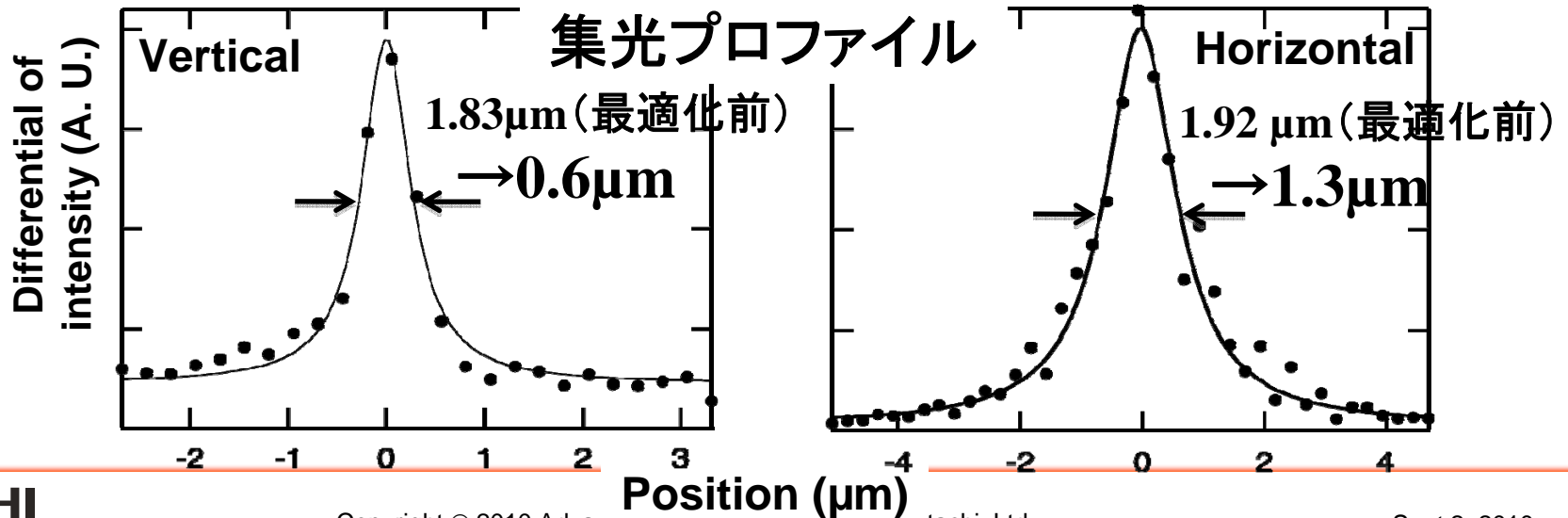
☆ 電磁石磁場印加装置の導入

→ 最大印加磁場が±1Tから±2Tへ



☆ 楕円筒面鏡集光最適化

→ 3.5 μm^2 , 2x10⁹cpsから0.8 μm^2 , 3x10⁹cpsに



改良点;3. 測定時間短縮

a. 試料の工夫による透過法の採用

従前; 厚さ1mmの $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 焼結磁石(面内磁化)

→厚すぎて透過法は無理

本実験; 厚さ $2\mu\text{m}$ のスパッタ薄膜 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁石

IEEE Transactions on Magnetics, 41, pp.3838(2005)

(面直磁化; 日立金属磁性材料研究所提供)

FIB加工により, 角柱と円柱の形状効果の検討

→透過法適用可能

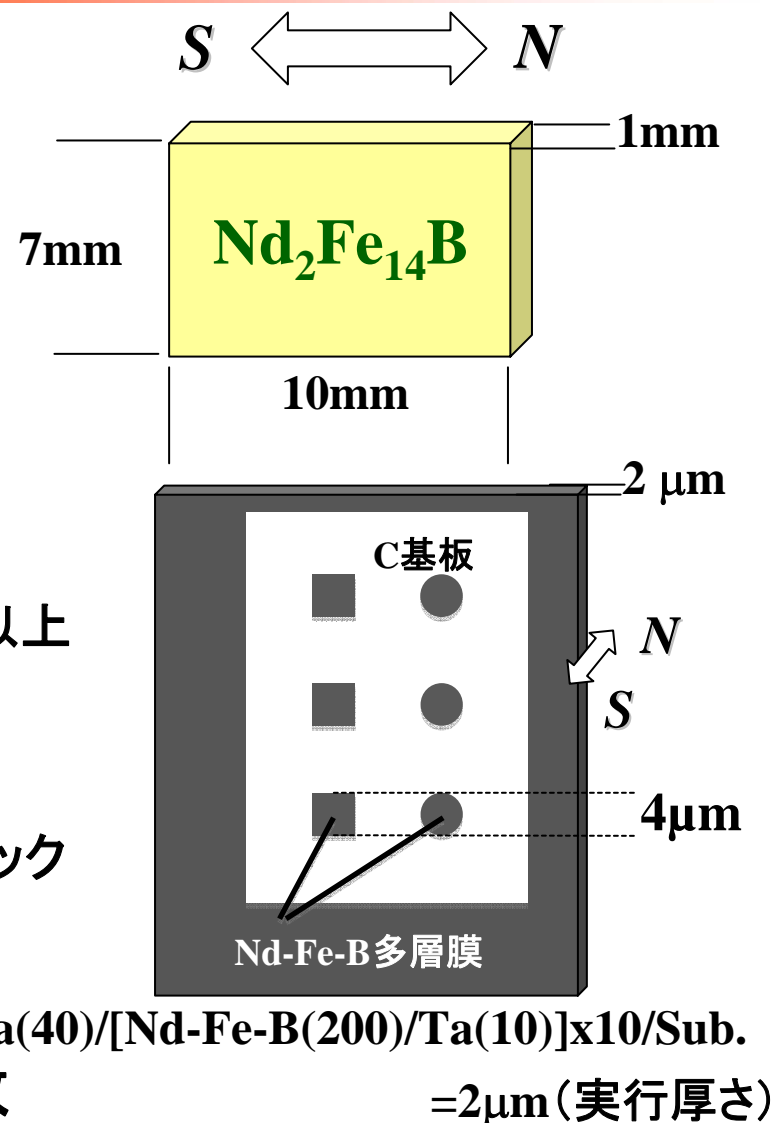
→検出効率は蛍光収量に比べて~300倍以上

b. ロックイン検出の採用

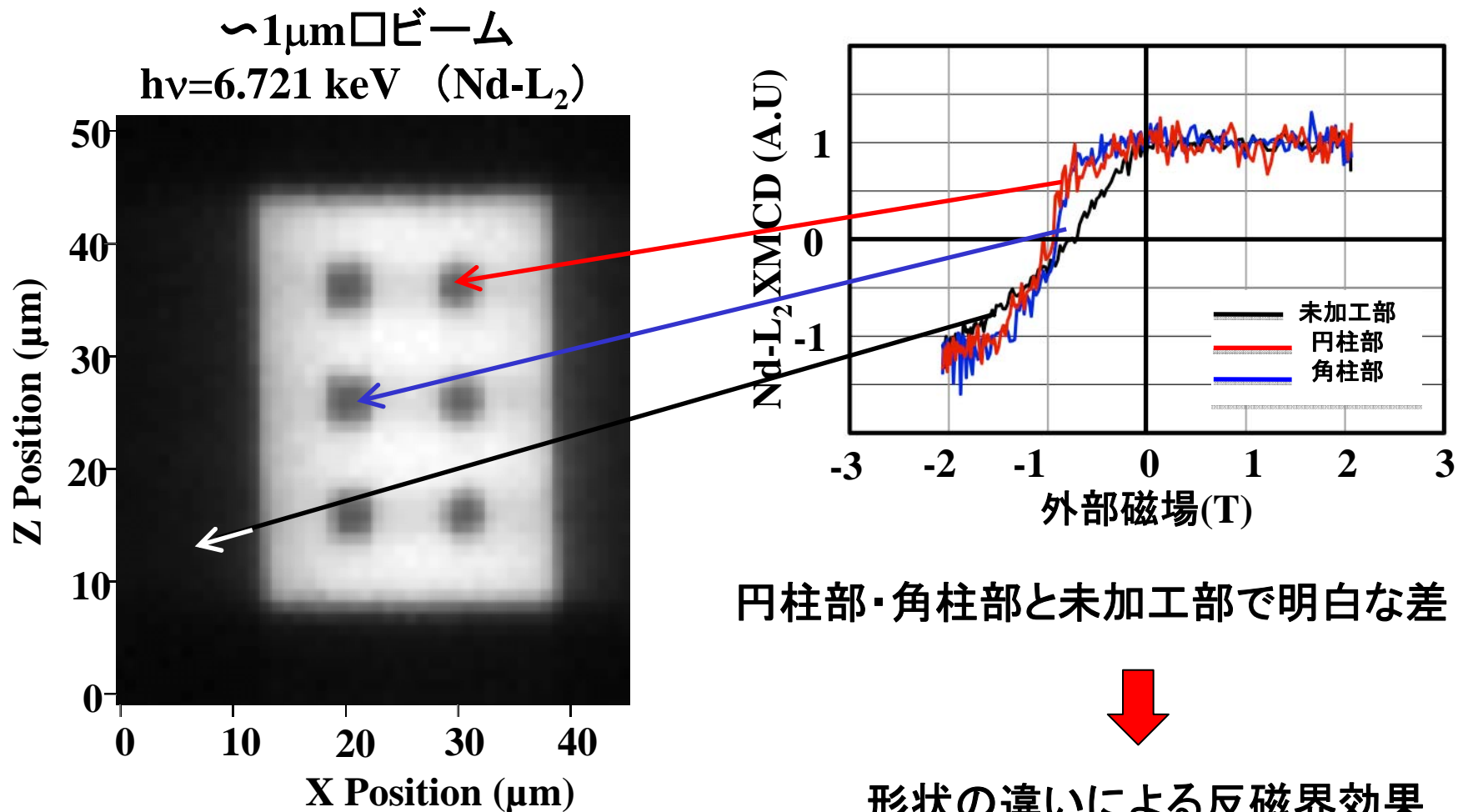
左右円偏光の切り替えによるMCD信号のロックイン検出を採用

→光強度の変動の影響を軽減

前回 31時間/1枚 → 今回 3時間/1枚



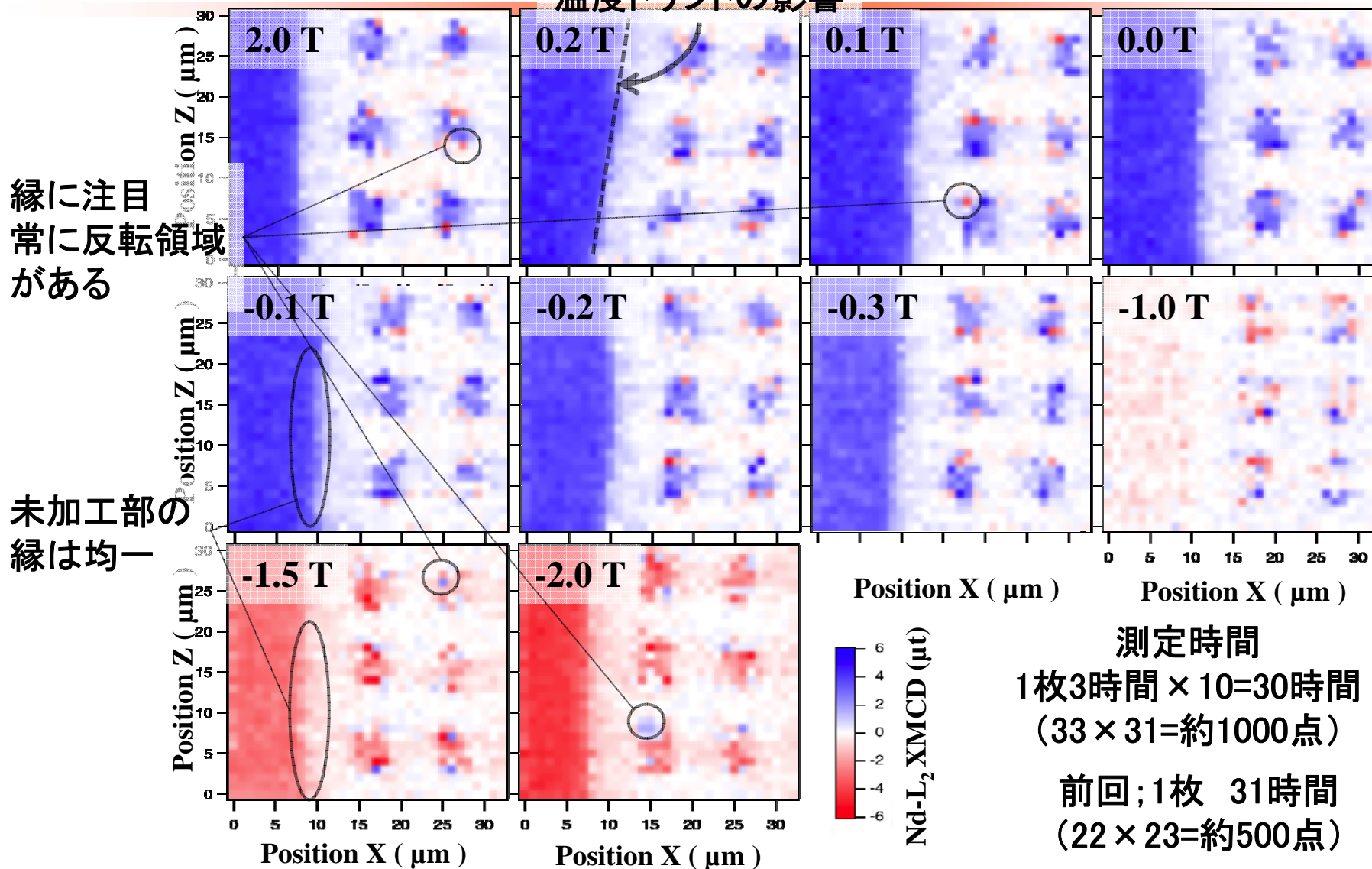
試料透過像と微小部減磁曲線



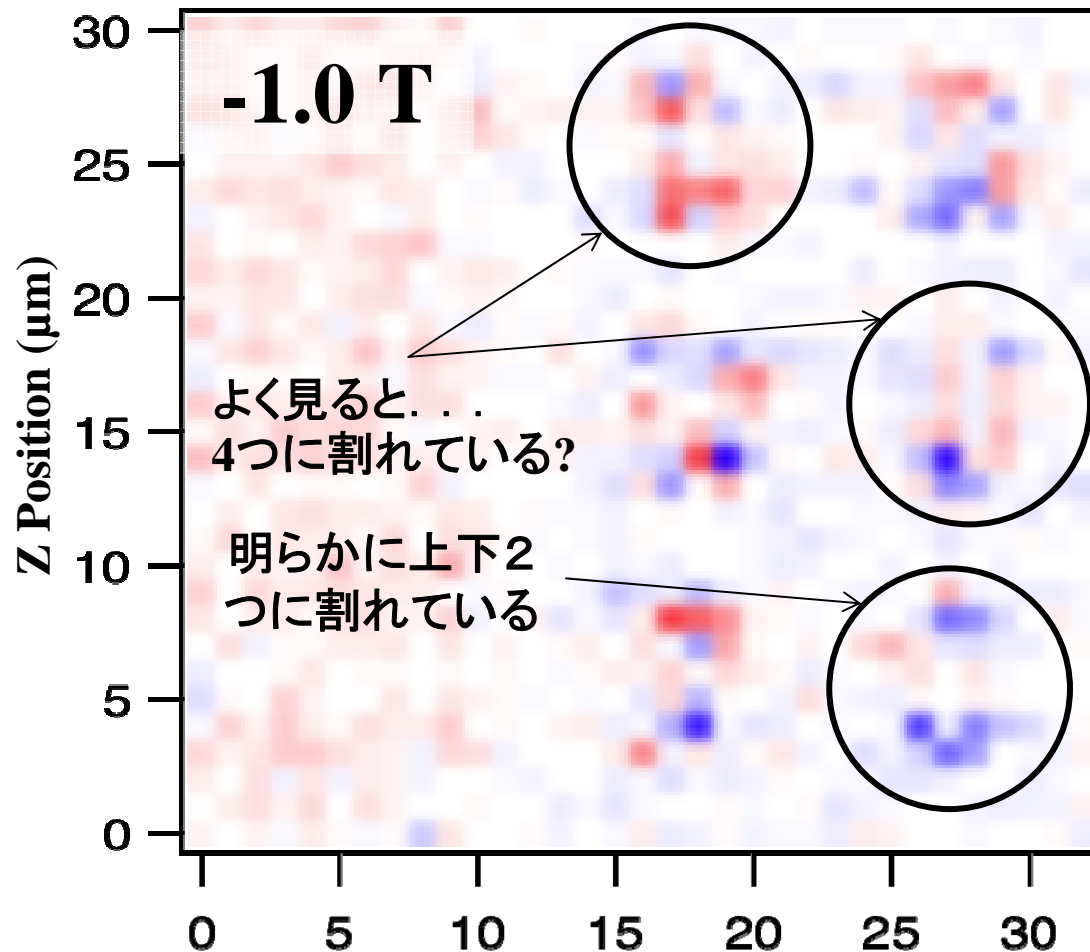
左列が四角,
 右列が丸が何となく分る! ?

磁化反転マッピング (2次元ヒステリシス)

温度ドリフトの影響



微細加工部の磁化反転メカニズムの詳細



- “島”の縁の磁化反転が明瞭に観測
- “島”の内部に特徴的な模様
- “島”の縁には磁化反転が現れるが、未加工部の縁には無い→なぜ？

“島”の内部に磁化反転の遅い領域が現れる
現在他手法での実験を検討中(MFM等)

Summary

- マイクロビーム円偏光と電磁石の組み合わせによるX線磁気顕微鏡の開発が進行中
 - 現状の性能
 - $1 \mu\text{m}^2$ ビームによる元素/磁気マッピングが可能
 - 電磁石により, $\pm 2\text{T}$ の磁場を印加可能
 - 透過法により, $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ 領域を3時間で測定可能
- X線磁気顕微鏡による薄膜ネオジム磁石の観察を行った
 - マイクロ領域の減磁曲線の測定
 - 加工部と未加工部で減磁曲線が異なる
 - 加工部(島部)の縁に磁化反転領域を観測
 - 2次元ヒステリシスの観測により確認
 - 未加工部の縁には磁化反転領域が観測されない
 - 他手法の結果と組み合わせて現象の解析を検討中

謝辞

日立製作所 鈴木 啓幸 小室 又洋
日立金属 磁性材料研究所 西内 武司 上原 稔