

放射光と電子顕微鏡の融合による磁石解析

菅原 昭

(株)日立製作所 研究開発グループ 基礎研究センタ

Dyのような希少元素の使用を減らしつつ、ネオジム磁石を高性能化することは、低エネルギー消費社会の実現のための重要な技術開発である。焼結ネオジム磁石は数 μm サイズの結晶粒の集合体であり、その磁化反転は磁壁移動によって起こると考えられている。特に、微細構造と磁区構造の関連を調べるのが重要である。

磁区構造の観察では、偏光顕微鏡を応用したカー顕微鏡法、走査プローブ顕微鏡を応用した磁気力顕微鏡法、透過電子顕微鏡を応用したローレンツ電子顕微鏡法・電子線ホログラフィ法などが有効な手法として従来から用いられてきた。これに対して、近年急速に発達してきたのが、放射光を応用した光電子顕微鏡やX線磁気円二色性 (XMCD) 測定である。

永久磁石の磁化反転機構の研究において、kOe クラスの大磁場をかけながらサブミクロンの分解能で磁区構造を観察出来る、走査マイクロビームによる XMCD 顕微鏡法は特に魅力的である。試料を $20\mu\text{m}$ 以下程度に薄片化すると、透過配置での吸収実験を行うことが可能になる。また、マッピングによる磁区構造計測以外にも、測定点を固定して磁場を掃引することで、ミクロン領域の局所的な磁化曲線を得ることが出来る。

本講演においては、ミクロンサイズの微小単結晶について、印加磁場と結晶の磁化容易軸の間の角度を変化させながら、一連の磁化曲線を取得し、磁化過程を解析した結果を紹介する。この試料準備には、透過電子顕微鏡の試料作製を応用した。後方電子散乱回折(EBSP)を備えた収束イオンビーム＝走査電子顕微鏡複合装置(FIB-SEM)を用い、方位があらかじめ定まったミクロンサイズの円柱状単結晶を抜き出し、試料を回転させながら磁化曲線を取得した。一連のデータから、孤立結晶の磁化反転もまた磁壁移動によることが明らかになった。

一方で、透過電子顕微鏡を応用したローレンツ電子顕微鏡法・電子線ホログラフィ法は、 10nm 程度の分解能で磁区構造観察を行える利点を持つものの、試料に磁場を印加した状態で磁壁移動を観察する際には、電子ビームが大きく偏向されてしまうため、従来は比較的低磁場 (100Oe 程度まで) の観察しか行えなかった。これに対して我々は、 3kOe までの磁場印加下で磁壁の移動をその場観察出来る新機構の磁場印加試料ホルダを開発した。その観察結果について併せて紹介する。

X線計測技術と電子線計測技術を単に相補的に適用するだけでなく融合領域を開拓することで、材料解析を一層進歩させる可能性についてご議論いただきたい。