

X線磁気トモグラフィーによる3次元磁区観察法の開発と

応用

P21

Development and application of three-dimensional imaging of magnetic domains by hard-X-ray microtomography

鈴木基寛 m-suzuki@spring8.or.jp

高輝度光科学研究センター

1. ネオジム焼結磁石の磁気特性と磁区構造

高性能永久磁石の開発は、ハイブリッド/電気自動車の高トルクモーターや発電機の省エネルギー性能の向上に不可欠であり、産業や社会に大きなインパクトをもたらす。そのために新しい組成を有する新規永久磁石材料の開発が行われているが、それと並行して、高性能永久磁石を代表する Nd-Fe-B 焼結磁石についても一層の性能向上が求められている。

一般的な Nd-Fe-B 焼結磁石では、直径数ミクロンの $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相粒子が 90%以上の体積を占め、その粒間を Nd やその酸化物からなる副相が満たしている。このような微細組織の形成が高い保磁力の発現と密接な関係にある。焼結磁石における逆磁区の形成・拡大過程と微細組織の相関を解明することで保磁力の発現メカニズムの理解が進展し、ひいては材料の保磁力向上に資すると期待される。この目的のため、カー顕微鏡や放射光走査型 XMCD 顕微鏡による磁区観察[1,2]が行われている。しかし、従来の手法での観察は試料表面での磁区構造に限られており、バルク磁石内部の磁区構造およびその磁化反転過程を調べることはできなかった。本ポスター発表では、最近 SPring-8 で開発された硬X線磁気トモグラフィー測定[3]により Nd-Fe-B 焼結磁石の内部の磁区構造を非破壊に観察し、磁化反転過程を3次元的に可視化した研究を紹介する。

2. 硬X線磁気トモグラフィーによる Nd-Fe-B 焼結磁石の3次元磁区構造観察

ネオジム焼結磁石 (組成: $\text{Nd}_{13.7}\text{Fe}_{80.3}\text{B}_6$) のバルク材料を、集束イオンビーム法 (FIB) によって直径 12 μm 、高さ 100 μm の円柱状に加工した試料を観察した。磁化容易軸である c 軸が、円柱の軸と垂直方向になるように材料を切り出した。硬X線磁気トモグラフィー測定は SPring-8 BL39XU にて行った。Nd L_2 吸収端 (6.725 keV) でのX線磁気円二色性およびX線吸収コントラストによる、試料角度 $-90^\circ \sim 90^\circ$ 、角度ステップ 5° で測定した 37 枚の走査型透過2次元像から、3次元の磁区像およびNd密度分布像を再構成した。再構成の際には、試料が c 軸方向に強い磁気異方性を有するという仮定のもとに修正した、代数的反復アルゴリズムを用いた[3]。電磁石を用いて、磁化容易軸方向に一定の磁場(最大 10 kOe)を印加した状態でのトモグラフィー測定を行った。

図 1 に(a)熱消磁状態、(b)20 kOe の外部磁場印加後の残留磁化状態、(c)-10 kOe の逆磁場印加状態での3次元磁区構造を示す。3次元再構成磁気像の空間分解能は 600 nm であ

った。逆磁場の印加によって、円柱状試料の表面から内部へと逆磁区が拡大する様子が観測されており、ネオジム焼結磁石の磁化反転過程の解明に寄与する手法となりえる。また、X線吸収トモグラフィーからは試料中の Nd 濃度の3次元分布が得られており、Nd の組成と磁区の分布を比較することでバルク試料の組織構造と個々の磁石粒子が関与する磁区伝搬過程の相関解明に役立つ知見が得られると期待される。

3. 今後の課題

トモグラフィー測定に関しては、印加磁場強度を増大させるための装置開発、および磁化ベクトルの3成分を再構成するためのアルゴリズム開発を進めている。応用に関しては一般的な粒径の Nd-Fe-B 磁石だけでなく PLP 磁石等への応用に着手している。本手法で得られる3次元磁区構造を数値シミュレーションによる磁化反転過程解析の参照データとして用いることで、解析精度を向上させることも可能になると期待される。

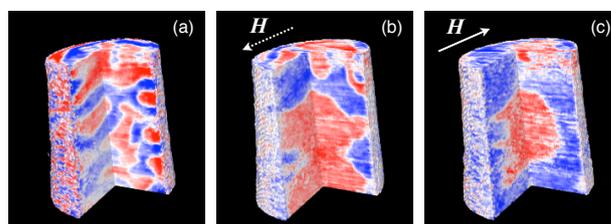


図 1 直径 12 μm の Nd-Fe-B 焼結磁石試料内部の磁区構造。(a) 熱消磁状態、(b) 磁場 20 kOe にて磁化容易軸方向に飽和させた後の残留磁化状態、(c) -10 kOe の逆磁場を印加した状態。

[共著者(所属)]

豊木研太郎(高輝度光科学研究センター/ESICMM-NIMS, 現大阪大学)・岡崎宏之(高輝度光科学研究センター/ESICMM-NIMS, 現QST)・小林慎太郎(高輝度光科学研究センター/ESICMM-NIMS)・小谷佳範(高輝度光科学研究センター)・中村哲也(高輝度光科学研究センター/ESICMM-NIMS, 現東北大多元研/ESICMM-NIMS)

[関連プロジェクト]

元素戦略プロジェクト<研究拠点形成>磁性材料拠点

[参考文献]

- [1] Y. Kotani et al., J. Synchrotron Rad. 25, 1444 (2018).
 [2] D. Billington et al., Phys. Rev. Mater. 2, 104413 (2018).
 [3] M. Suzuki et al., Appl. Phys. Express 11, 036601 (2018).