

硬X線磁気顕微鏡による ネオジム磁石の元素識別・顕微観察

日立製作所 中央研究所

上田 和浩

HITACHI
Inspire the Next

Copyright © 2012 Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Jan 20, 2012

背景

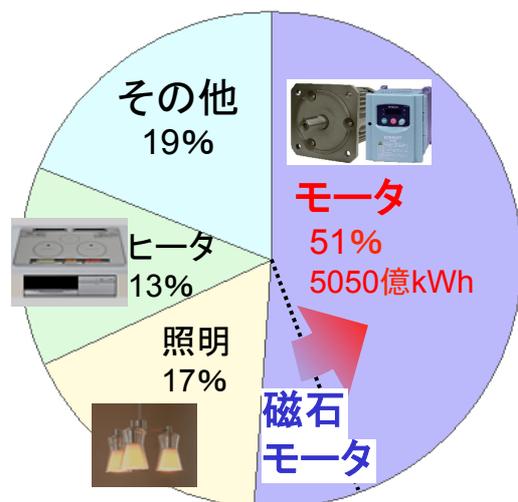


図1 国内電力消費量比率(03年度)

磁石モータは効率+静音性が高い

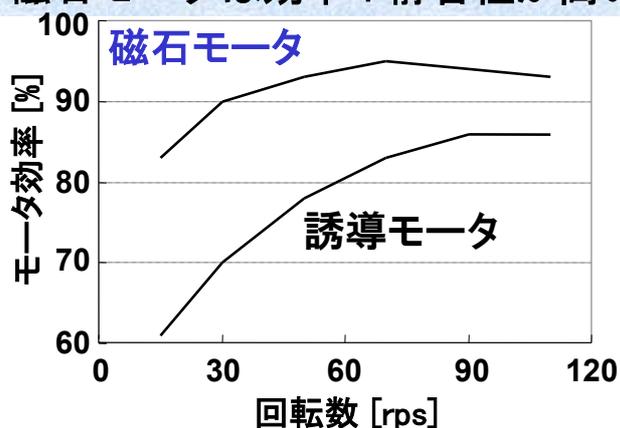


図2 モータの効率

- ・ 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

HITACHI
Inspire the Next

Copyright © 2012 Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Jan 20, 2012

Nd-Fe-B磁石の利用分野

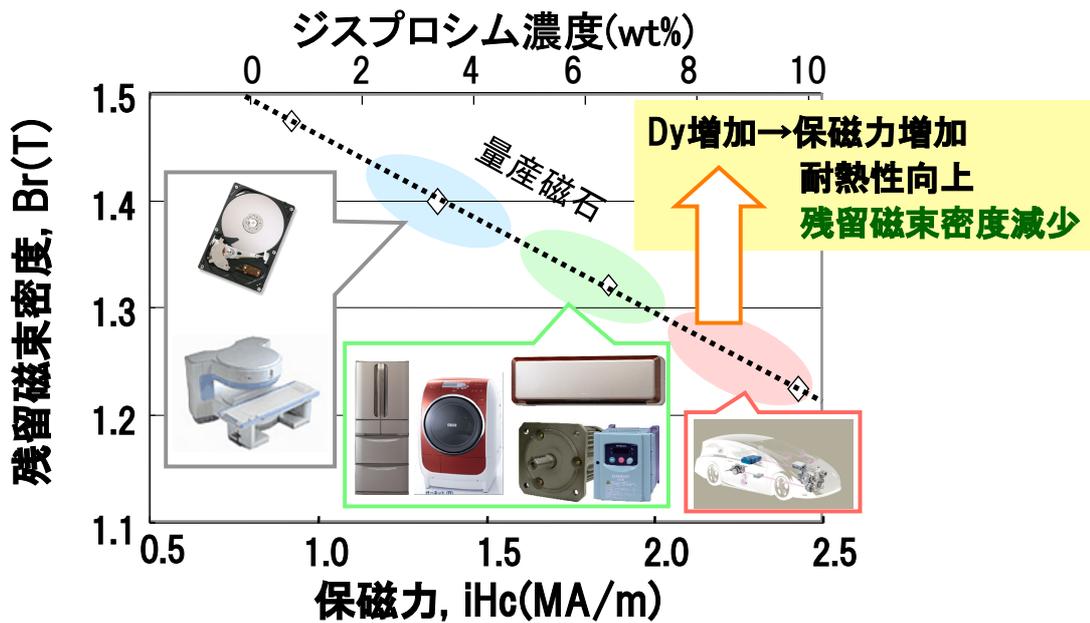


図3 ネオジム磁石の残留磁束密度と保磁力

永久磁石材料の開発

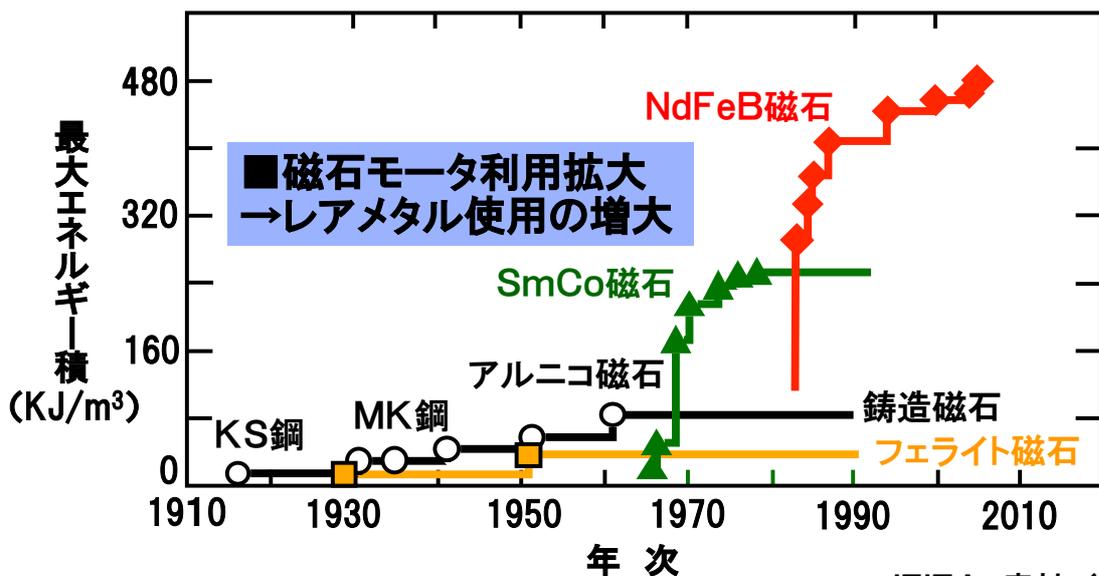


図4 永久磁石材料の変遷

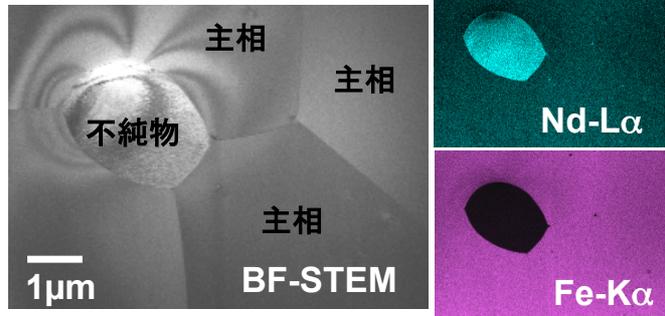
JEITA 素材/電子材料
Topics 第39回より

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

- ・ネオジウム磁石は焼結磁石→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

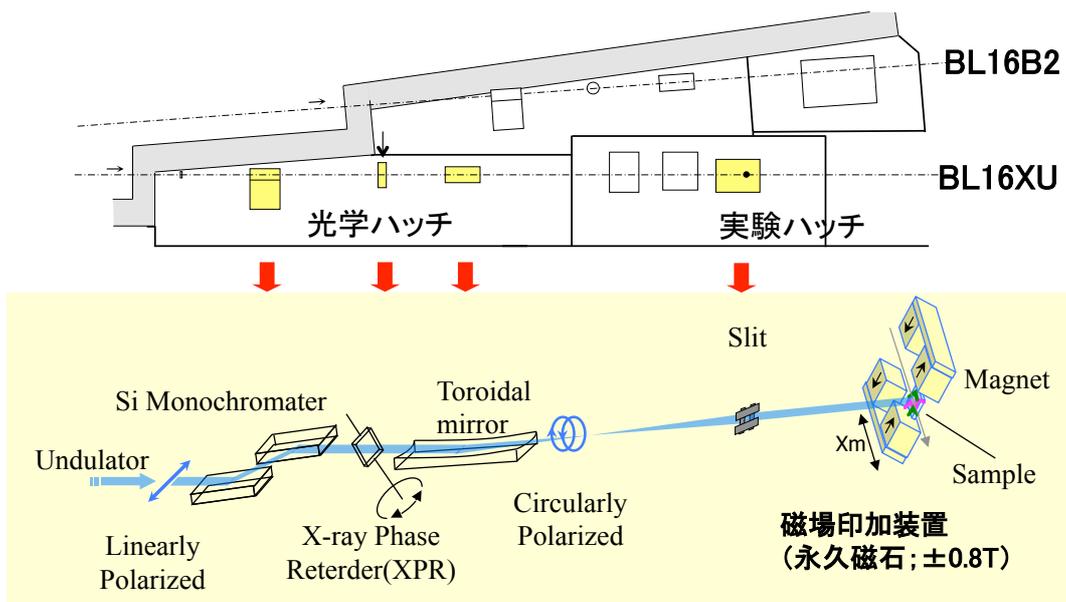
左図;STEMによるネオジウム磁石観察例
3重点析出物がEDX観測により, Ndリッチ相であることが分る
(結晶粒の大きさ~10 μ m以下程度)



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

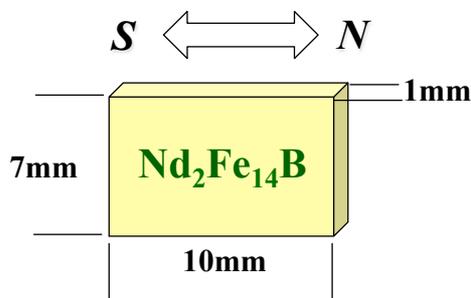
ビームラインとHXMCD実験装置



測定試料

➤ 試料構成

- $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 焼結 : 残留磁化 ~ 1.37 T

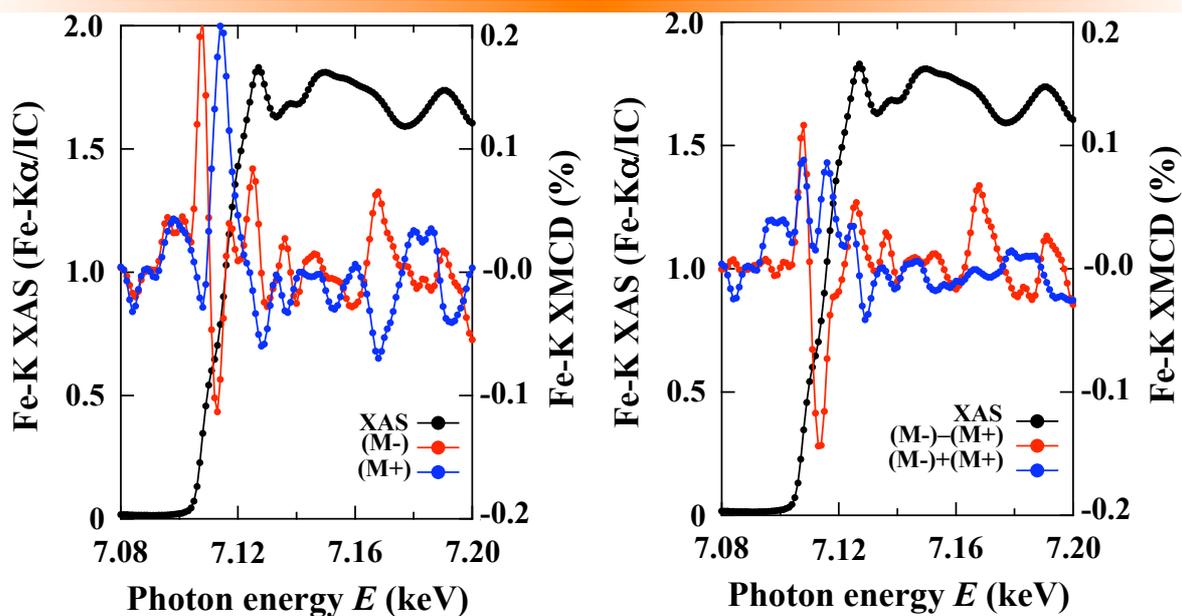


➤ 減磁条件

VSM(Vibrating Sample Magnetometer) 装置

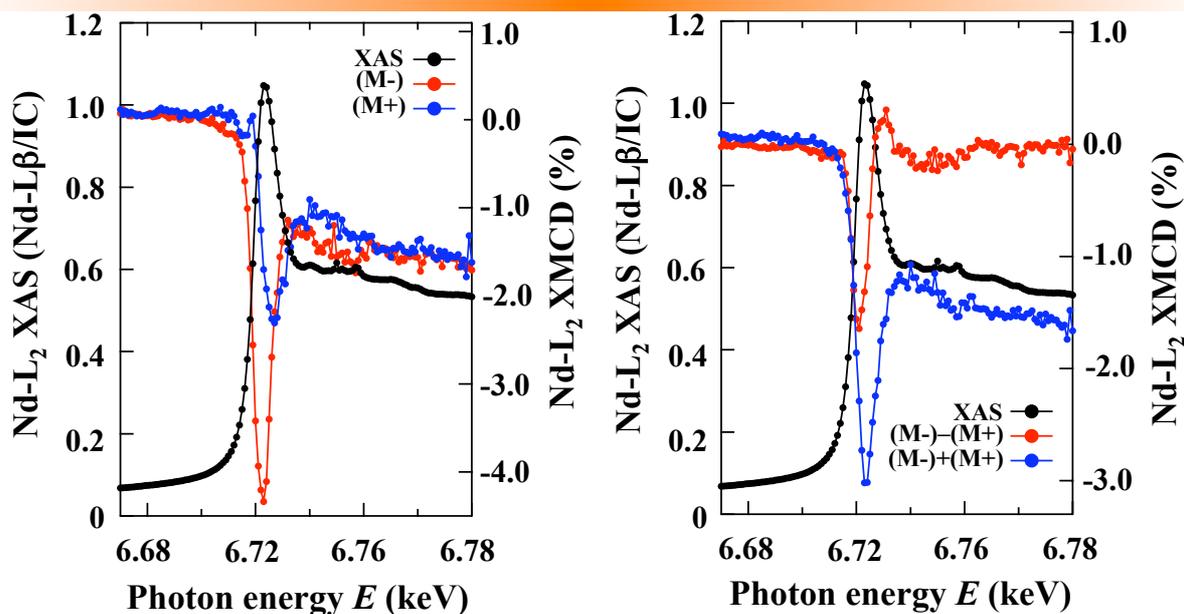
- 残留磁化 : ~ 1.0 T
- 残留磁化 : ~ 0.025 T

鉄のFe-K吸収端 XMCD



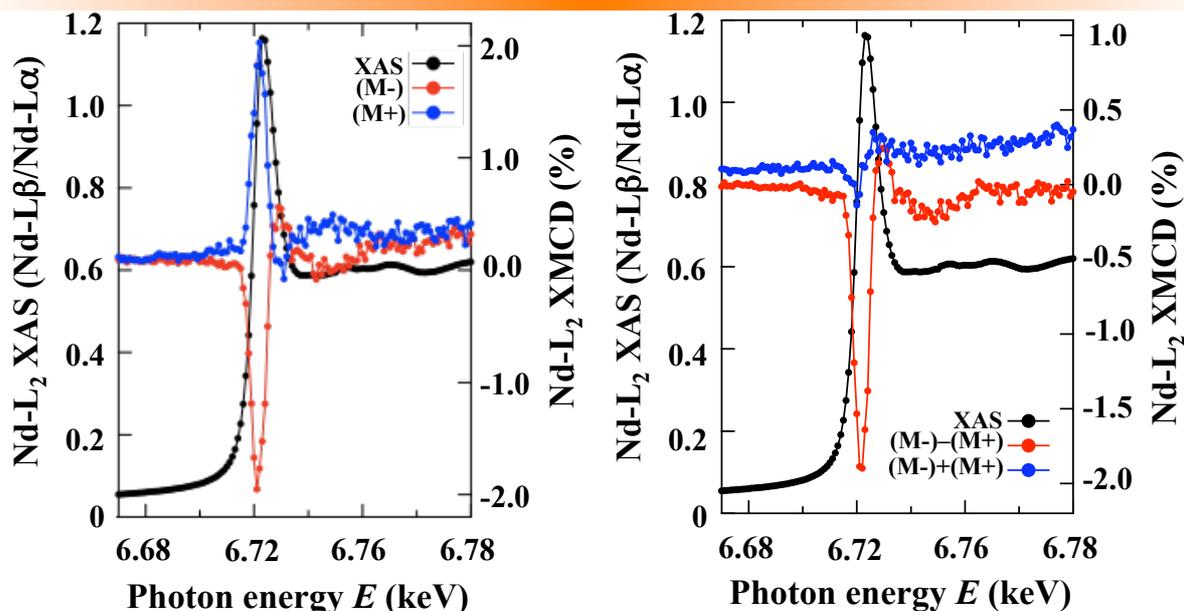
XMCDの信号量が少ないため、バックグラウンドに構造がみられる。7.18keV付近では、MCD信号は磁化の方向に合わせて、プラス、マイナスに変化する。

Nd₂Fe₁₄B磁石のNd-L₂XMCD



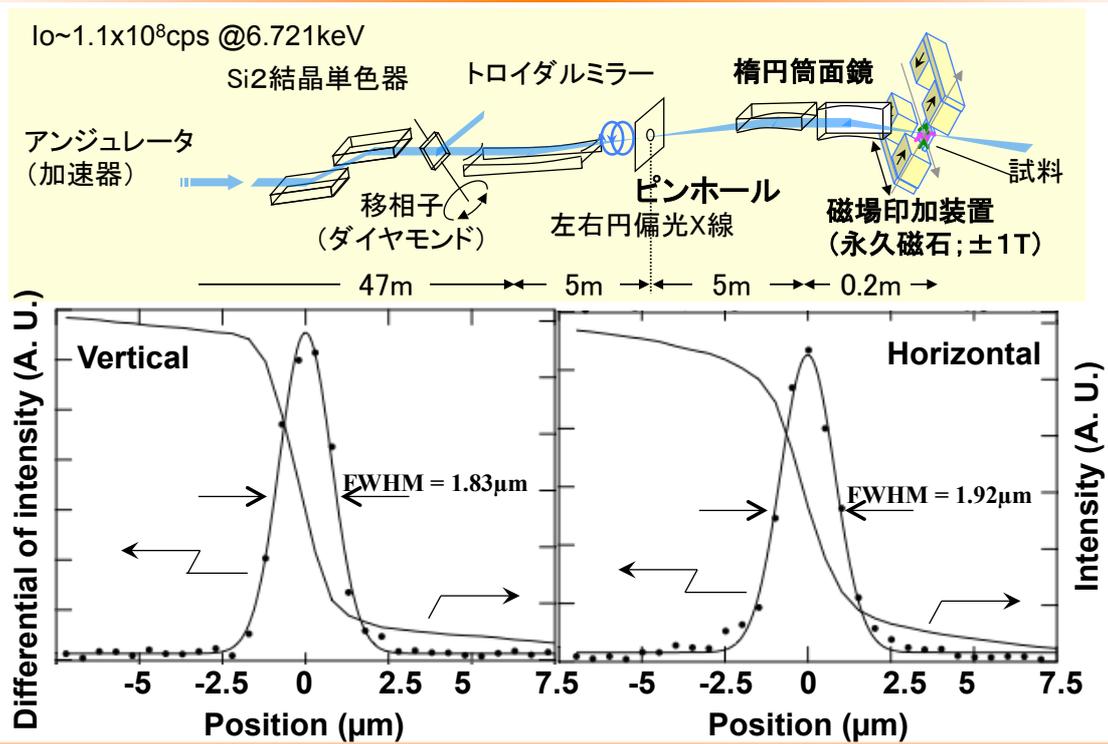
ICの電流値を I_0 とすると、入射X線の侵入深さ変化の影響と考えられるバックグラウンドの影響で、(M-), (M+)とも信号はマイナスになる

Nd₂Fe₁₄B磁石のNd-L₂XMCD

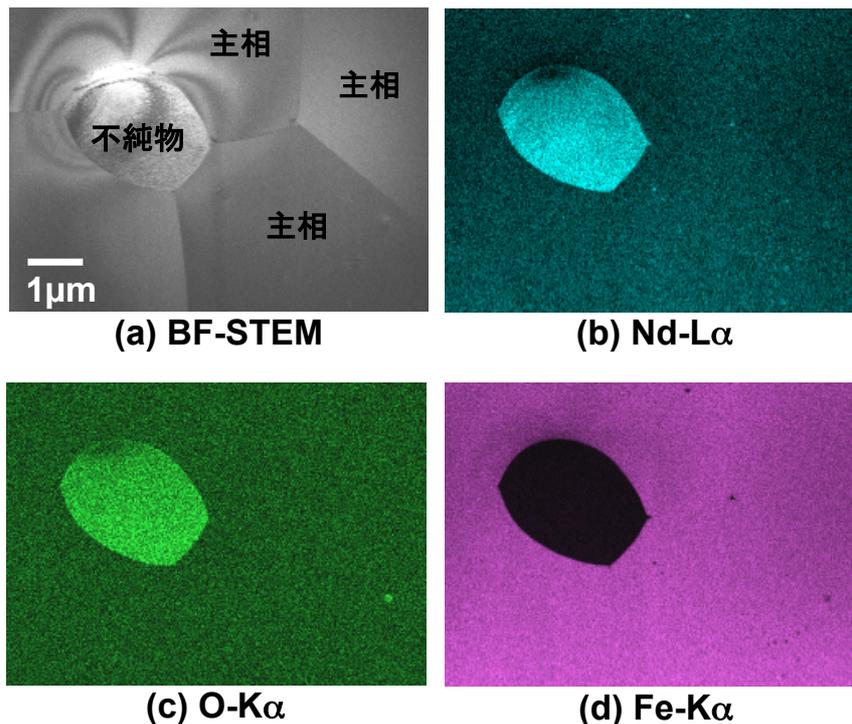


Nd-L α を I_0 とすることで、バックグラウンドは平坦になり、MCD信号は磁化の方向に合わせて、プラス、マイナスに変化する

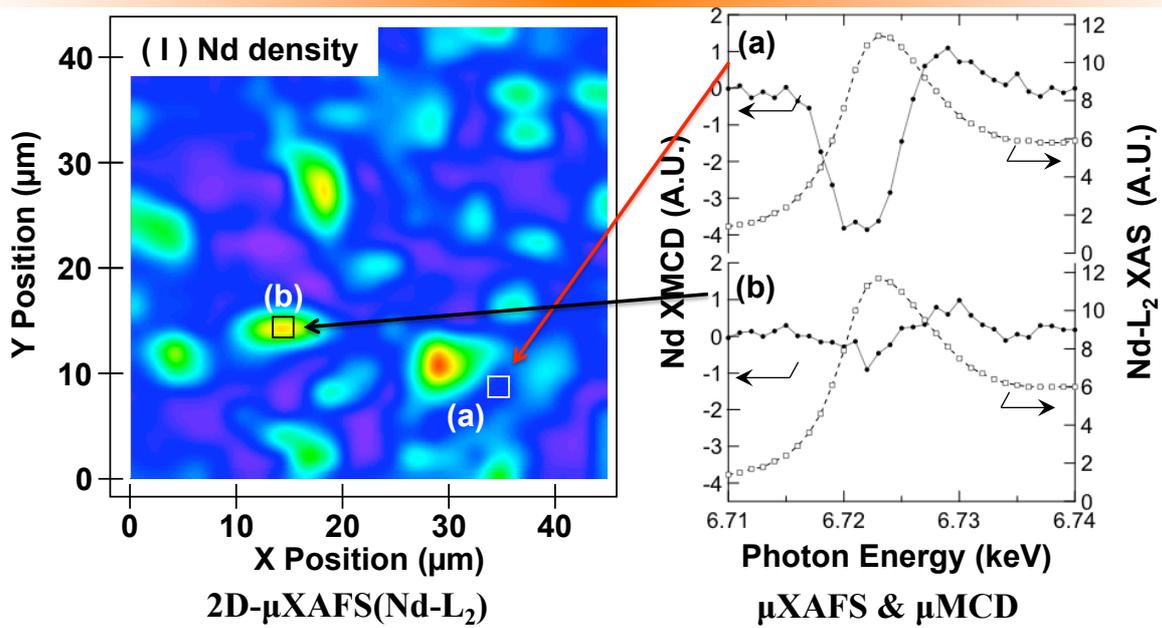
硬X線磁気顕微鏡(1)



Nd-Fe-B磁石中の析出物

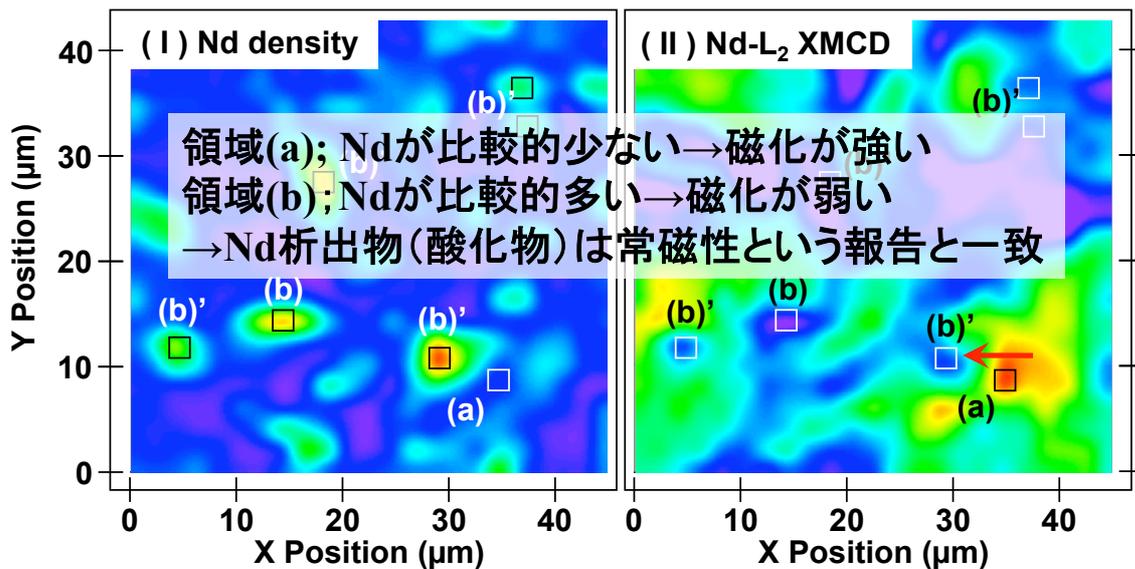


硬X線磁気顕微鏡による μ XMCD測定



領域(a)は強磁性, 領域(b)は常磁性のNd析出物。
硬X線磁気顕微鏡による μ XAFS及び μ XMCD測定に成功

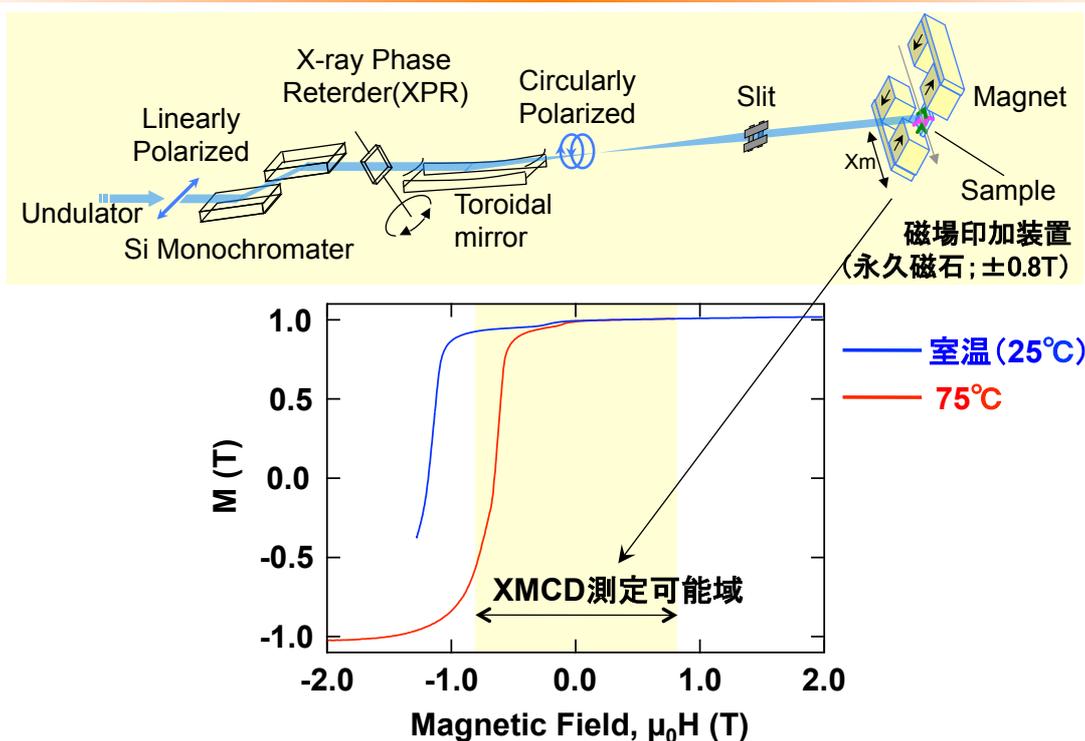
Nd濃度とNd-L₂ XMCD強度分布



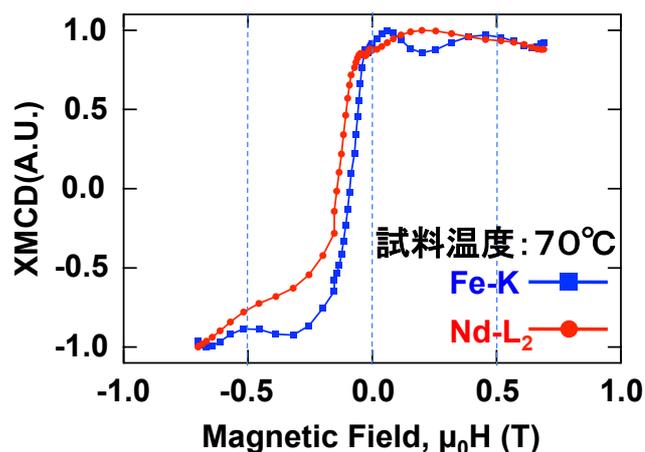
Nd濃度(XAFS)とNd原子の磁化(MCD)の相関可視化に成功

課題: 1.高分解能化(現状:2 μm) 2.測定時間短縮(現状:22x23点:31時間)

Nd-Fe-B磁石の磁気ヒステリシス



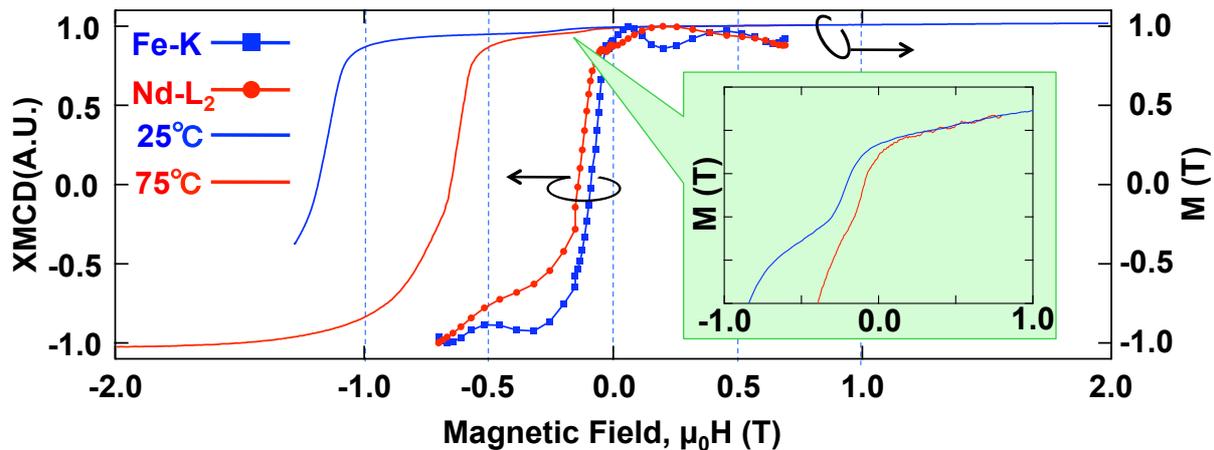
元素選択磁気ヒステリシス (ESMH) 測定



➤ Nd-L₂吸収端, Fe-K吸収端, それぞれのXMCD強度から, Nd-Fe-B磁石の元素別減磁曲線が測定できた。

➤ NdとFeで減磁曲線に違いが見られたが, これはFeとNdで異なる試料を測定したためである。

元素選択磁気ヒステリシス (ESMH) 測定



- XMCDを測定した試料温度は70°Cであるが、減磁曲線は75°Cで測定したVSMの減磁曲線より小さな外部磁場で回転した。
- 磁石表面の保磁力の小さい領域がXMCDで計測されている。

課題: 磁石のバルク情報を得るには、強外部磁場化と透過測定が必要である

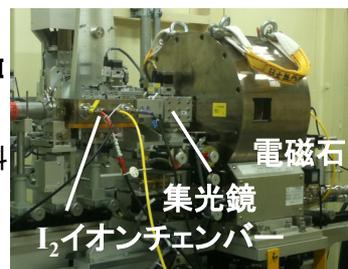
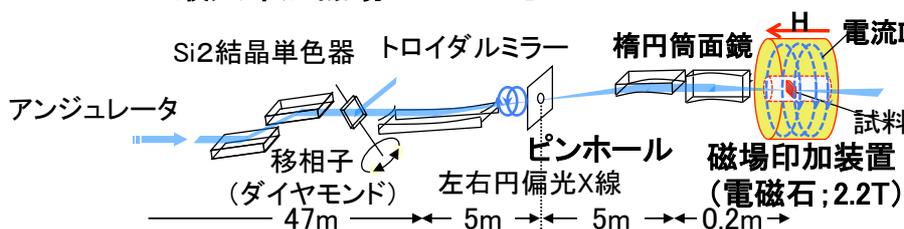
まとめ

- 焼結ネオジム磁石を円偏光X線による蛍光XMCD測定により、以下のことが分かった。
 - Nd-L2端のマイクロビームマッピングにより,
 - 1) Nd濃度の高い領域は常磁性であること
 - 2) Nd濃度の低い領域は強磁性であること
 - 元素別磁気ヒステリシス測定により,
 - 1) Nd, Feの元素別減磁曲線が測定できること
 - 2) 蛍光XMCDは、表面から深さ数μm領域の磁気情報が測定できること
 - 表面に露出している結晶粒は、表面の影響を大きく受けるため、バルク磁石として振る舞わないことがわかった

硬X線磁気顕微鏡(2)

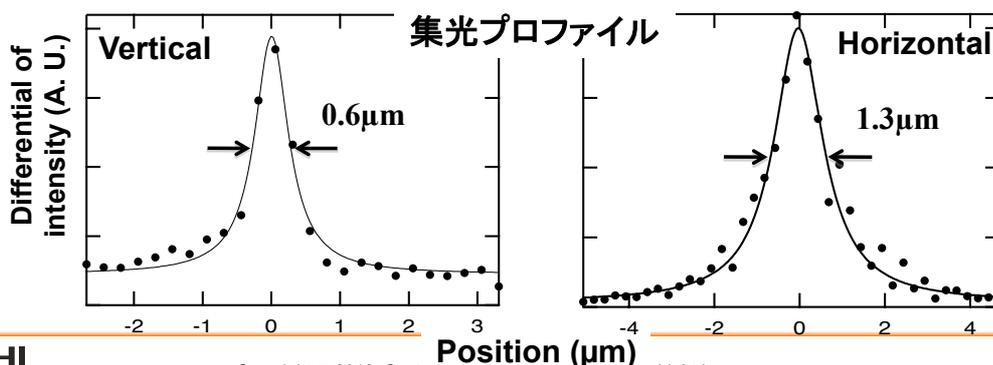
☆ 電磁石磁場印加装置の導入

→最大印加磁場が±1Tから±2Tへ



☆ 楕円筒面鏡集光最適化

→ $3.5\mu\text{m}^2$, $2 \times 10^9 \text{cps}$ から $0.8\mu\text{m}^2$, $3 \times 10^9 \text{cps}$ に



HITACHI
Inspire the Next

Copyright © 2012 Cent. Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Jan 20, 2012

ネオジム磁石試料

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

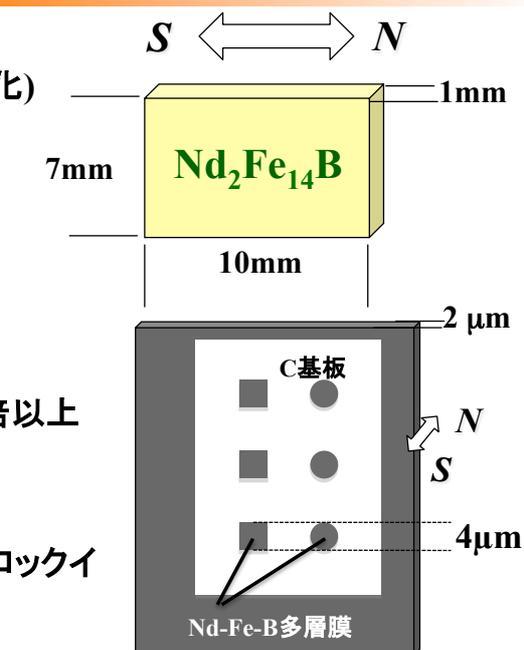
→透過法適用可能

→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



Ta(40)/[Nd-Fe-B(200)/Ta(10)]x10/Sub.

前回 31時間/1枚 → 今回 3時間/1枚

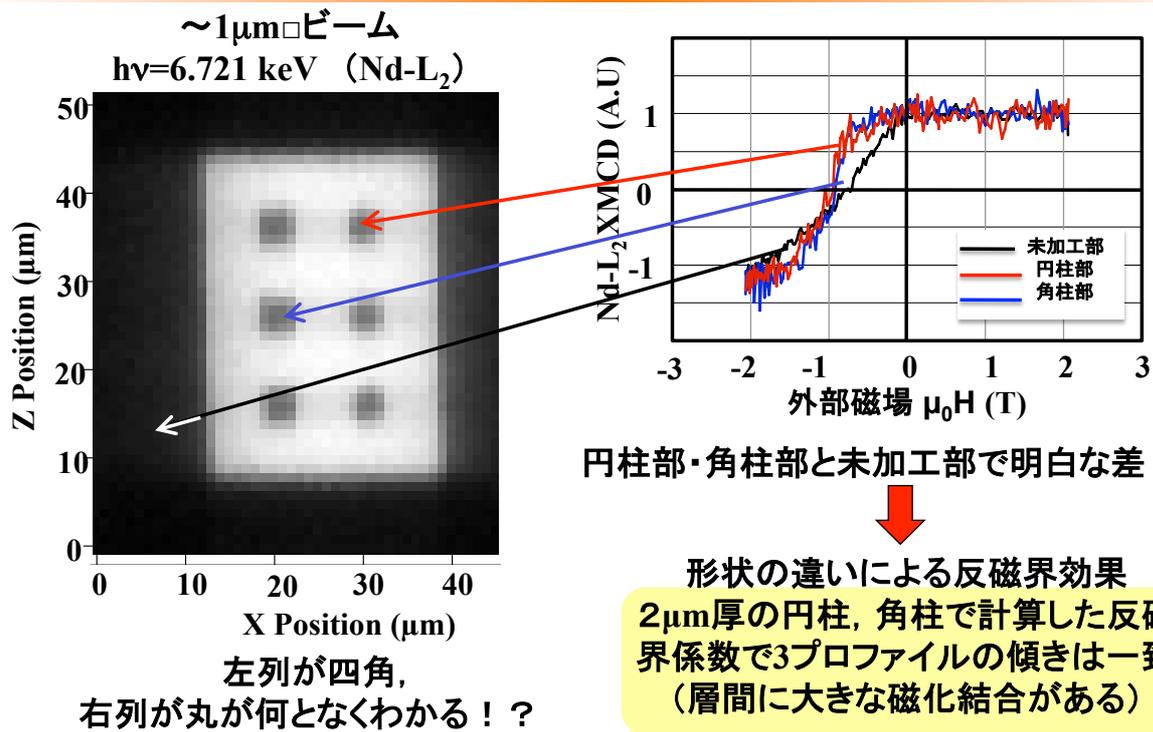
= $2\mu\text{m}$ (実効厚さ)

HITACHI
Inspire the Next

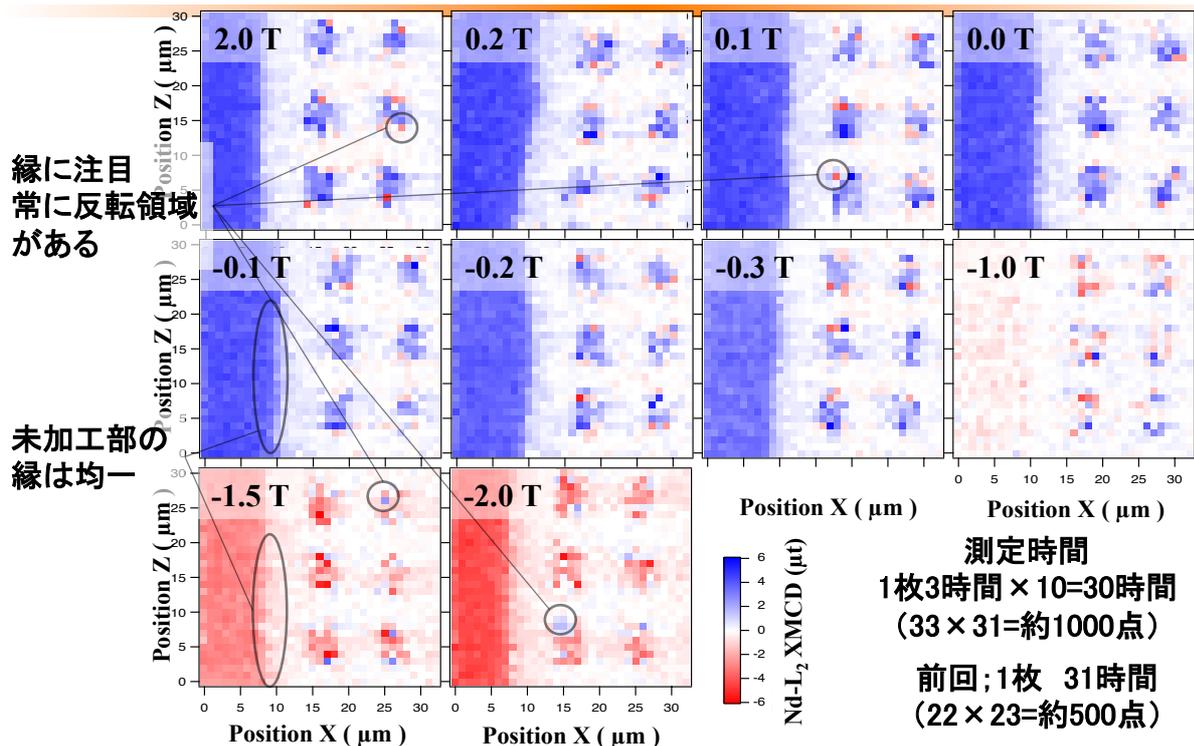
Copyright © 2012 Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Jan 20, 2012

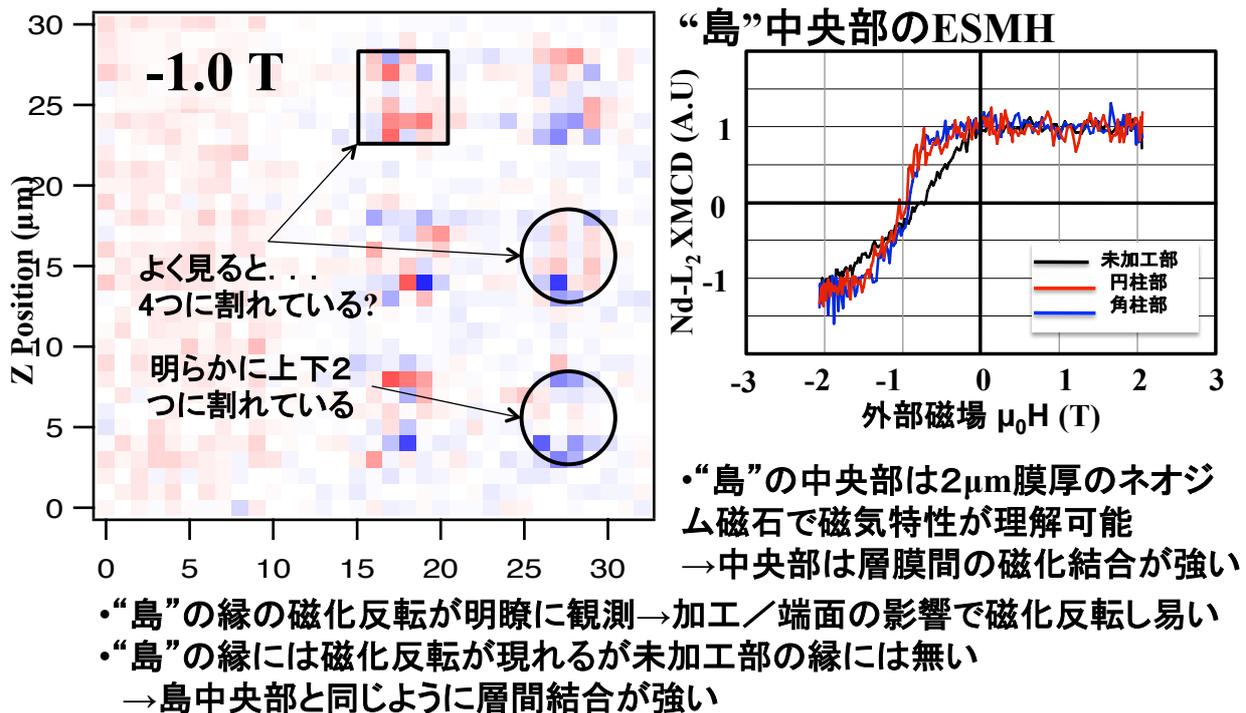
試料透過像と微小部減磁曲線



磁化反転マッピング(2次元ヒステリシス)



微細加工部の磁化反転メカニズムの詳細



まとめ

- マイクロビーム円偏光と電磁石の組み合わせによるX線磁気顕微鏡を開発し、多層薄膜ネオジウム磁石の磁化分布を計測。
 - X線磁気顕微鏡による多層薄膜ネオジウム磁石を観察。
 - 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
プロファイルの差異は、2 μm 厚の垂直磁化膜の反磁界の影響で理解可能。
 - 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。
 - 島中央部、未加工部は層間の磁化結合が大、島縁部は層間の磁化結合が弱いと考えられる。

まとめ

- 開発したX線磁気顕微鏡の性能
 - $1\mu\text{m}^2$ 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.

謝辞

JASRI 鈴木基寛

日立金属 西内 武司 上原 稔

日立製作所 鈴木 啓幸 小室 又洋