

1. 実施課題番号: 2007B1838

2. 実施課題名: XMCD-PEEM 測定による Nd-Fe-B 系焼結磁石の高分解能磁区観察

3. 実験責任者所属機関および氏名: (株)豊田中央研究所 高田幸生

共同実験者: 川浦宏之*¹、野崎 洋*¹、荒木 暢*¹、高橋直子*¹、妹尾与志木*¹、真鍋明*²、平野雅揮*²、矢野正雄*³、小森 聡*³、井戸田修一*³、中津嘉隆*³、今田 真*³、菅 滋正*³

*¹ 株式会社豊田中央研究所

*² トヨタ自動車株式会社

*³ 大阪大学基礎工学研究科物質創成専攻

4. 使用ビームライン: BL17SU

5. 実験結果

【背景】

ハイブリッド自動車のモータなどに Nd-Fe-B 系焼結磁石が使用されているが、磁気特性向上によるコストダウンや小型化が求められている。磁化と共に重要なパラメータの 1 つである保磁力を向上するためには、着磁状態の磁石表面での逆磁区の発生箇所を特定し、微細組織や元素分布との相関があるかどうかを調査する必要がある。放射光軟 X 線を用いた XMCD-PEEM(X 線磁気円二色性-光電子顕微鏡)測定は磁区構造と元素分布を同時に観察できる有用な手段の 1 つである^[1]。

2007A 期の BL25SU における XMCD-PEEM 実験で、着磁状態の Nd-Fe-B 系焼結磁石に軟磁性材を組み付けて磁気閉回路を構成し、漏洩磁場を低減して検出電子の軌道に及ぼす影響を抑制することで、図 1 に示すように磁区像の結像に初めて成功した^[2]。しかし得られた磁区像の分解能は約 1.5 μm 程度であり、粒界部近傍でのスピン反転挙動を詳細に解析するにはさらに分解能の高い磁区像を得る必要がある。

本報告ではより高い空間分解能の磁区像を得るために、試料からの漏洩磁場を前回の測定よりさらに低減させ、より高い空間分解能を持つ BL17SU の光電子顕微鏡を用いて測定を行った。得られた磁区像の空間分解能は 100 nm 程度であった。

【試料準備・XMCD-PEEM 実験条件】

(1) 測定試料の加工

本測定で用いた試料は、 $2.5 \times 2.5 \times 2.5$ mm の一軸磁気異方性を持つ Nd-Fe-B 系焼結磁石である。観察面の酸化保護のため表面加工し、前回^[2]と同様に 10 T のパル

ス磁場で着磁した。

(2) 着磁試料の漏洩磁場抑制

上記の手順で加工・着磁した残留磁化状態の磁石試料から発生する漏洩磁場を抑制するため純鉄材により磁気閉回路を構成した^[2]。本検討で用いた着磁試料に磁気閉回路を組み付けない場合では、試料から発生する磁場により観察面直上での磁場が 70 mT であったのに対し、磁気閉回路を構成することによって 0.3 mT まで低減することができた。

(3) XMCD-PEEM 測定

XMCD-PEEM 測定は SPring-8 の軟 X 線固体分光ビームライン BL17SU に設置されている高空間分解能光電子顕微鏡(ELMITEC 社製)で行った。

より明瞭な観察像を得るため、測定前に試料準備槽内で Ar ガス圧力 3.3×10^{-5} Torr、RF 出力 0.5 kV の条件で 60 分間 Ar⁺イオンスパッタエッチングを施し、観察面の酸化保護のために被覆した Pt を除去した。X 線は Nd₂Fe₁₄B 結晶の c 軸と平行に入射させ、Fe-L₃ と Nd-M₄ 吸収端での磁区像・組成分布像を室温で観察した。

【結果・考察と課題】

(1) 着磁磁石の磁区像

本検討で用いた試料の Fe 元素の磁区像(観察視野径 30 μm)を図 2 に示す。磁区像中の、白く映る部分は入射 X 線方向と磁化方向が平行に、黒く映る部分は反平行に配列している磁化領域である。また灰色の部分は入射 X 線方向に対して磁化方向が平行あるいは反平行に配列していない領域である。これを見ると、残留磁化状態の磁石の表面では大部分の領域が着磁方向に平行に磁化されている一方で、着磁方向と反平行なスピンを有した磁区、すなわち逆磁区が数ミクロンの幅を持って複数の粒子を貫いていることが判る。

別の視野での磁区像をより高倍率で観察し、得られた結果を Fe 元素について図 3(観察視野径 10 μm)に示す。これを見ると、着磁方向にスピンの配列していない灰色の領域と、着磁方向に反平行にスピンの配列した黒色の領域が存在し、着磁方向に平行に磁化されない領域にコントラスト差があることが判る。これらの領域について Fe, Nd の元素分布に着目して検討するため、同じ視野の Fe, Nd 元素の元素分布像を図 4 に示す。白く映る部分が測定元素の多く含まれる領域、黒く映る部分が測定元素の少ない、もしくは存在しない領域を示している。これらと図 3 を比較すると、図 3 で見られる灰色の領域には Nd-rich 相が偏在していることが判る。しかし逆磁区と Fe, Nd 元素の相関はなかった。

今後、同視野の SEM・EPMA 観察から本検討で得られた磁区像と組織・元素分布の相関を調査する。

(2) 磁区像の分解能

本検討で得られた磁区像から見積もった分解能は約 100 nm であり、前回の検討で得られたもの(図 1)と比較しても、より分解能の高い磁区像を得ることができた。しかし厚さ数 nm – 数 10 nm の粒界部やその近傍でのスピン反転挙動を詳細に解析するには磁区像の分解能をさらに向上させる必要がある。

【結言】

本検討では前回検討よりさらに漏洩磁場を低減させた試料を用い、より分解能の高い分光器を用いて測定を行うことで、より分解能の高い磁区像を得ることができた。

- (1) 逆磁区が数ミクロンの幅を持って複数の粒子にまたがっている領域が存在する。
- (2) 本検討で得られた逆磁区は、一般的に言われているような Nd-rich 相から発生している可能性は低い。今後広い視野でより多くの逆磁区を観察し、元素分布との相関を調査する。
- (3) 厚さ数 10 nm の粒界部の近傍でのスピン挙動を詳細に解析するには磁区像の分解能をさらに向上させる必要がある。

【参考文献】

- [1] 橋爪弘雄、岩佐俊明 編集、「放射光 X 線磁気分光と散乱」
- [2] SPring-8 User Experiment Report, 課題番号 2007A1884

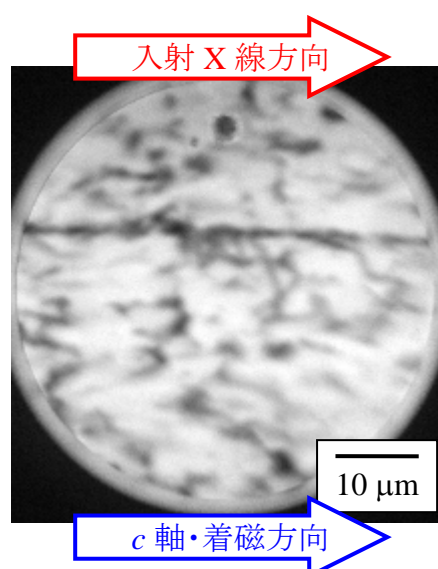


図 1. 前回の検討で得られた着磁状態の Nd-Fe-B 焼結磁石の Fe の磁区像

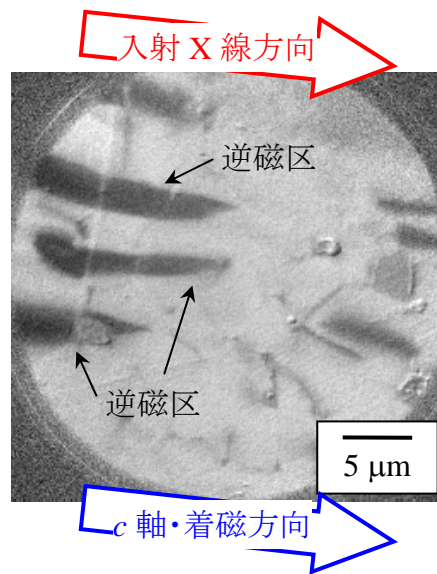


図 2. 本検討で得られた着磁状態の Nd-Fe-B 焼結磁石の Fe の磁区像

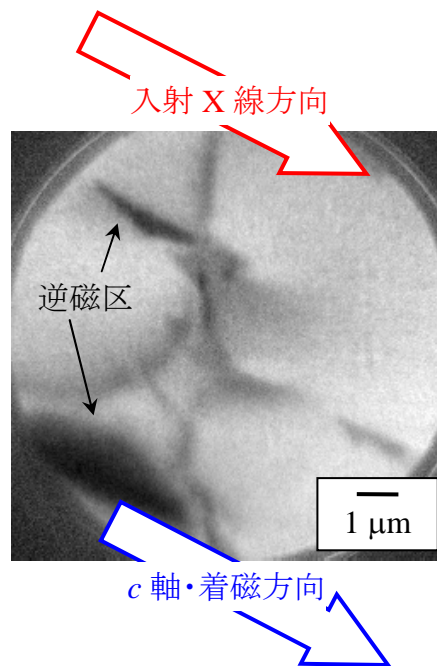


図 3. 高倍率で観察した着磁状態の Nd-Fe-B 焼結磁石の Fe の磁区像

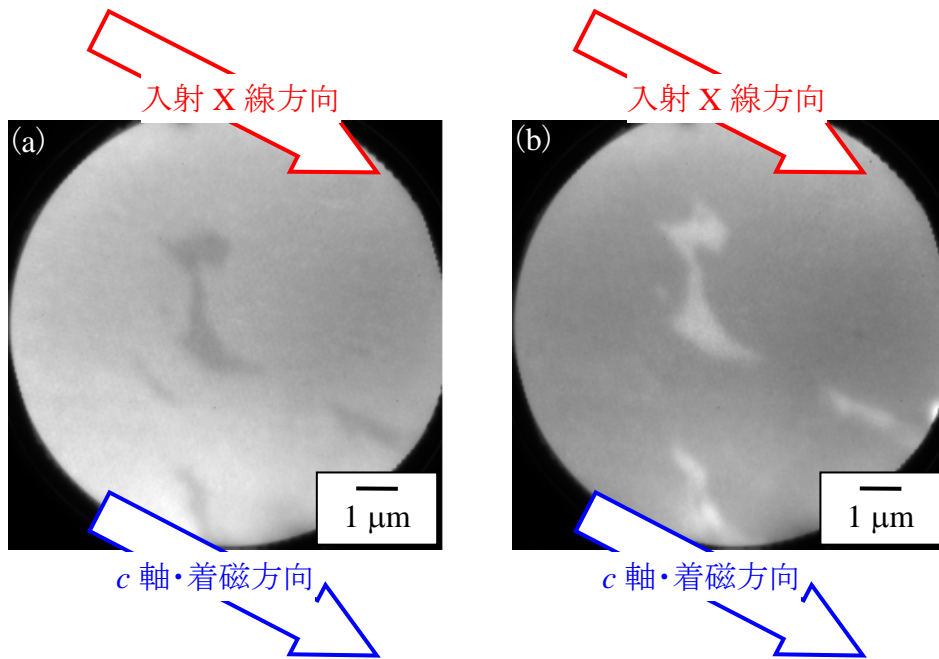


図 4. 図 3 と同視野での(a) Fe, (b) Nd の元素分布像