

Pink beam の利用による X 線磁気円偏光発光顕微鏡の革新的高速化 Feasibility Study for Fast Measurement of Magnetic Fluorescence Microscopy Using Pink Beam at BL36XU

稲見 俊哉^a, 菅原 健人^a, 中田 崇寛^b, 阪口 友唯^b, 高橋 真^b
Toshiya Inami^a, Kento Sugawara^a, Takahiro Nakada^b, Yui Sakaguchi^b, Shin Takahashi^b

^a(国)量子科学技術研究開発機構, ^bJFE テクノリサーチ(株)
^aQST, ^bJFE Techno-Research Corporation

電磁鋼板など、薄膜でない、バルク磁性体の磁気特性を理解するうえで、表面だけでなく、磁性体内部の磁区を観測できる手法の開発は欠かせない。我々は、最近、X 線磁気円偏光発光という新しい原理を用いたバルク敏感な磁気顕微鏡の開発を進めており、本研究課題では、この手法の問題点の一つである測定的高速化について焦点を絞り、BL36XU での pink beam の利用により、その解決を目指した。

キーワード： 電磁鋼板、方向性電磁鋼板、X線磁気円偏光発光、磁区

背景と研究目的：

【研究の背景】 電磁鋼板や永久磁石に代表されるバルク磁性材料においては、その性能は飽和磁化やヒステリシス曲線といったバルクとしての磁気特性で評価される一方で、その特性を理解するうえでは、微視的な磁区構造とその外場に対する応答の観察が欠かせない。しかしながら、近年広く用いられている磁区観察手法である磁気光学カー効果顕微鏡や軟 X 線磁気円二色性顕微鏡は、主に表面の磁区構造を観察するものであり、磁性体内部の磁区構造を観察することはできない。一方、最近進展の著しい中性子干渉計では磁性体内部の磁壁を可視化することができるものの、実用的な空間分解能は 100 μm 程度に留まっている。つまり、10 μm を切る空間分解能で、ある程度磁性体内部の磁区観察ができる手法が求められている。この問題に対し我々は、2017 年に硬 X 線領域で 3d 遷移金属元素に対して大きな反転比を示す X 線領域の新しい磁気光学効果「X 線磁気円偏光発光」を発見した。この効果を用いたバルク敏感な磁気顕微鏡を開発することと、この顕微鏡を用いて磁性材料開発へ貢献することが一連の研究課題の大目的である。

【本研究課題の目的】 X 線磁気円偏光発光(XMCPE)は、試料に X 線(や電子線など)を照射した際に、磁化した試料から発せられる特性 X 線が円偏光を含むという現象で、この円偏光度を測定することにより、発光領域の磁化の値が得られる。鉄 $K\alpha$ 線での反転比は 25%に達し、硬 X 線領域で 3d 遷移金属元素の磁性に感度が高い、という特長を持つ [1]。励起源である入射 X 線のエネルギーには依らないので、30 keV 程度の X 線を入射すれば、例えば鉄試料であれば、20~30 μm 深さの測定が可能である。2018 年度より BL11XU で XMCPE 磁気顕微鏡の開発を進め、2020 年度前半には、水平空間分解能は 10 μm 、深さ方向には積分して観測する走査型磁気顕微鏡として整備することができた [2]。次の段階として、(1)特に方向性電磁鋼板を対象に磁気物性に関わる測定に取り組むとともに、(2)これらの物性測定に求められる顕微鏡の高度化を並行して進めていく、という方針である。

さて、方向性電磁鋼板はトランスのコアとして用いられる機能性軟磁性材料であり、鉄損および磁歪の低減が産業上の重要課題である。0.3 mm 程度の鉄の薄板で、磁化は圧延方向に平行となっており、磁化に平行なおおよそ数百 μm 幅のストライプ状の磁区を形成している。電磁鋼板の磁気特性を調べていくうえで、まず興味を持たれる測定は、磁区の磁場発展の観察である。本申請課題では、レーザー加工により歪を導入した磁区細分化材を対象とする。磁場を印加し、飽和磁化からの磁化反転過程を観察し、加工歪領域における反転磁区の発生の様子等から、磁区細分化機構を考察する。

こういった測定を有効に実施する上では、磁場の値を細かく振った多数の 2 次元磁区マップの

測定が必要である。一方、XMCPEは発光分光であり、制限された立体角で集めた特性X線を、さらに分光して観測するため、強度が弱い。現状、1点の測定に8秒程度必要で、1枚の2次元磁区マップの測定には10時間程度費やしており、とても多点測定は叶わない。そこで、BL36XUのpink beamを利用し、測定強度を10倍にし、測定の高速化を図るのが本申請課題の目的である。現在、BL11XUでは、10の12乗弱の入射強度で測定しており、BL36XUでは $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ に切り出したとして、10の13乗強の入射強度が期待できる。on the fly型の測定を組み合わせると、1枚の2次元磁区マップを1時間弱で測定できるようになれば、ユーザーにとって利用しやすい、有用な測定手法に発展させることが出来る。

実験：

実験はBL36XUで実施した。まず、図1を用い、磁気顕微鏡の概要を説明する。大きく3つの構成要素に分けることができ、それぞれ、(i)集光光学系、(ii)平行化光学系、(iii)円偏光解析装置、となる。集光光学系は、今回はビームラインの4枚の全反射ミラーを用い、スリットで約 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ に切り出す。水平空間分解能はここで得られる。平行化光学系は試料からの発散光を大きな立体角で集め、平行光(発散角約 $120\mu\text{rad}$)に変換し、後ろの円偏光分析器に供給する素子で、Montel型の多層膜ミラーを用いる。円偏光分析器は、ダイヤモンド移相子とGe(400)直線偏光分析器兼エネルギー分析器からなり、ここで得られた円偏光度から発光領域の磁化を求め、試料を走査することにより、磁化の2次元マップを得る。検出器はSDDを用いる。

今回の実験では、入射エネルギーは26keV。単色化しないpink beamを用い、高調波はプリズムで分離した。また、ワイヤスキャンで評価した入射ビームサイズは、 $12\mu\text{m}(\text{H}) \times 15\mu\text{m}(\text{V})$ であった。出射角は 69° 。また、Montelミラー後の角度発散の実測値は $145\mu\text{rad}$ であった。移相子は $500\mu\text{m}$ 厚のダイヤモンド単結晶で、111反射近傍で用いた。今回、試料中の磁性元素は鉄であるので、特性X線としては鉄 $K\alpha_1$ 線を測定する。

試料はレーザー加工による磁区細分化処理を施した方向性電磁鋼板を用いた。磁場を印加するため、電磁石を試料背面に用意し、ヨークを介して試料に磁場を印加した。印加電流4Aで一度飽和させ、磁場を減少させ、反対方向に磁場を印加し、磁化反転過程を観察した。測定磁場は、 -25A/m 、 -75A/m 、 -100A/m 、 -150A/m 、 -400A/m の5点。測定時間は一点当たり約3.6秒、一枚の磁区像は、 $0.5\text{mm} \times 1.0\text{mm}$ または $0.65\text{mm} \times 1.0\text{mm}$ の領域を $10\mu\text{m}$ ステップで測定した。一例として、 -75A/m で測定した磁区像を図2に示す。

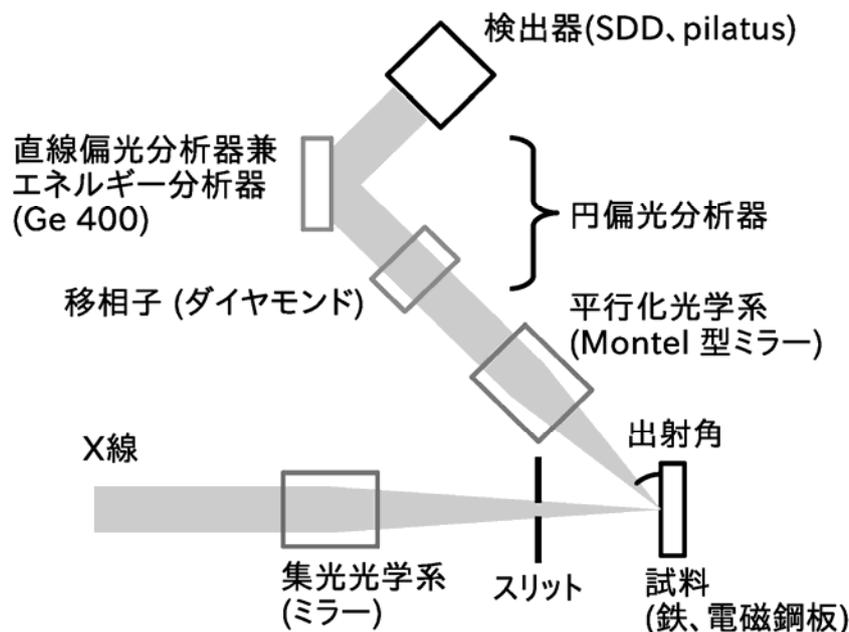


図 1: XMCPE 磁気顕微鏡の構成図

結果および考察：

今回、約 $10\ \mu\text{m}$ 角に切り出した強度は、実験当初で BL11XU の約 3 倍と見積もられた。しかし、ビームラインの全反射ミラー等が安定せず、再調整を繰り返した結果、強度が戻らず、磁区測定中は、3 割増し程度で測定を実施することとなり、測定の高速度化は達成できなかった。結局、約 1.5 日間の磁区測定で 5 枚の磁区像を取得するという結果であった。それでも、*on the fly* 測定のテストが実施できたこと、磁化反転過程のデータの蓄積を進められたことなど、収穫もあった。

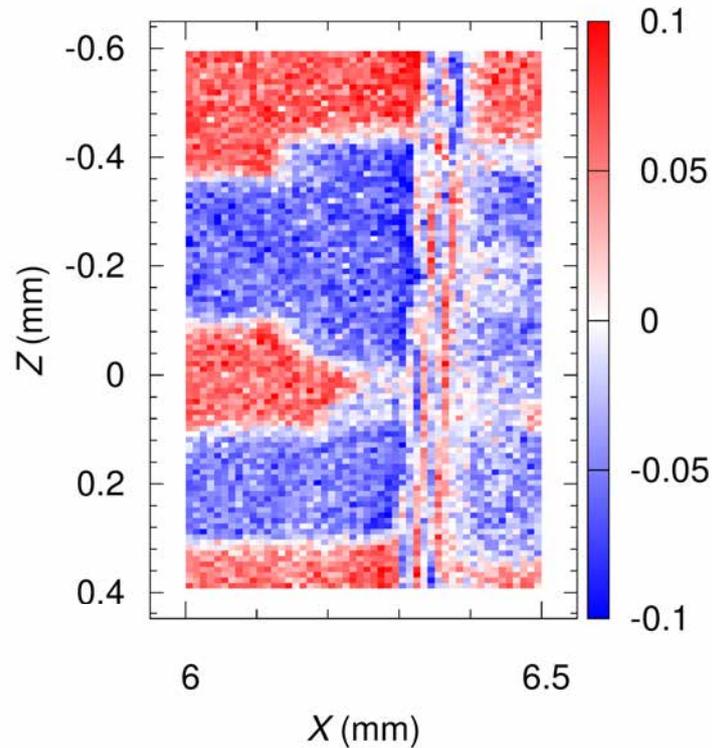


図 2: 測定した磁区像。磁場 $-75\ \text{A/m}$ 。カラースケールは反転比を表し、出射方向に射影した磁化に対応する。概ね、赤が面内右向きの磁区、青が面内左向きの磁区に対応する。乱れている縦線がレーザー照射領域。

今後の課題：

ビームラインの集光光学系の整備を進めれば、目的である測定の高速度化は達成できると考えている。

参考文献：

- [1] T. Inami, *Phys. Rev. Lett.* **119**, 137203 (2017).
- [2] K. Sugawara *et al.*, *J. Appl. Phys.* **130**, 113901 (2021).