

## 永久磁石材料の微視的評価に向けた強磁性無同調 NMR システムの開発

高尾健太, 和氣剛, 田畑吉計, 中村裕之

(京都大学)

Development of a Tuneless NMR System for Microscopic Evaluation of Permanent Magnetic Materials

K. Takao, T. Waki, Y. Tabata, and H. Nakamura

(Kyoto Univ.)

## 1 はじめに

永久磁石は自動車や電化製品のモーターをはじめとするさまざまな用途に用いられている。近年これらの製品の小型化、高出力化に伴う永久磁石の高性能化に対する社会的要求が高まってきている。永久磁石の高性能化には磁石母材の磁性を原子レベルで評価し、磁気異方性の起源などを微視的に解明する必要がある。磁石材料開発で用いられる微視的磁性評価法では高い分解能やサイト選択性を有しつつ測定の特権家以外でも容易にアクセスできることが重要である。強磁性体 NMR は各磁性サイトの内部磁場の大きさを周波数に変換して測定する手法で、各磁性サイトからの寄与を分離した高分解能なスペクトルを観測できるという点で大変優れている。一方、強磁性体では内部磁場の大きさが広く分布しているため、NMR スペクトルが数 10–数 100 MHz に亘るほど幅広く存在する。NMR は共鳴実験であるため、各測定周波数で共振回路の同調を取る必要があり、強磁性体 NMR は測定が煩雑になる。また、強磁性体 NMR では各磁性サイトで共鳴条件が異なり、周波数以外に核スピンを励起するために必要な電力依存性も調べる必要があるため、測定時間は膨大になる。以上の理由から強磁性体 NMR は現状では汎用的な分析手法として利用されていない。しかし、これらの困難を克服できれば磁石材料開発における有用な分析手法となり得、そのためには測定をいかに簡略化できるかが鍵となる。

強磁性体 NMR 測定を簡略化する方法として、回路全体の無同調化<sup>1)</sup>があげられる。無同調回路導入により、回路の同調を取る時間と手間が不要になる。その一方、回路の Q 値が低下し信号感度が著しく悪化するので、磁性材料の主要元素であり、信号が弱い Fe 核 ( $^{57}\text{Fe}$ :  $\gamma/2\pi = 1.376 \text{ MHz/T}$ ,  $N_A = 2.14\%$ ) の測定手法として適応可能とは考えられてこなかった。この問題は積算手法を従来の周波数を固定して多数回繰り返す方法から脱却し、1 測定ごとに十分離れた周波数へジャンプしていく周波数スイープの積算手法を導入することにより解決できる。周波数スイープの積算では励起した核スピンの熱平衡状態に戻るまでの緩和時間を無視できるように、測定速度が極めて高速になり、積算回数を十分に増やすことができる。そのため、同調 NMR よりも高速かつ高感度になり、それに伴い、励起電力依存性も含めて測定することができる。本研究では永久磁石材料の微視的磁性評価のために、周波数スイープの積算手法を利用した無同調 NMR システムを開発し、その有用性を評価した。

## 2 実験方法

本研究では市販の汎用 NMR スペクトロメーター (Thamway PROT II 2101) に無同調型プローブヘッドおよびパルスチューブ冷凍機 (住友重機械工業) を組み合わせた測定システムを構築した。同調を取らないため機械的な可動部分を省略でき、測定は全自動で行える。測定システム評価のために、永久磁石材料 M 型フェライト  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  を標準試料として、 $^{57}\text{Fe}$ -NMR スペクトルの周波数-励起電力依存性を測定した。

## 3 結果および考察

Figure 1 は  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  の  $^{57}\text{Fe}$ -NMR 周波数-励起電力 2 次元スペクトルである。従来の同調回路による NMR と同様に M 型フェライトの 5 つの Fe サイト由来の信号が観測され、低周波側から 2b, 12k, 4f<sub>1</sub>, 2a, 4f<sub>2</sub> と帰属される。一方、最適な励起電力がサイト依存するという新たな知見を得ることができた。これは、各 Fe サイトにおいて局所的な磁気異方性が異なるということを反映していると考えられる。従来、M 型フェライトの磁気異方性の起源は古典的な双極子磁場によるものと考えられてきたが、個別のサイトの単イオン異方性の重要性を想起させる結果である。このように、新たな測定法によりこれまでになかった知見を得ることができるようになり、無同調 NMR は磁性材料の磁気異方性の微視的な評価法としての新たな可能性を切り開くものと期待される。

## Reference

- 1) P. Panissod et al., Appl. Magn. Reson. **19** (2000) 447.

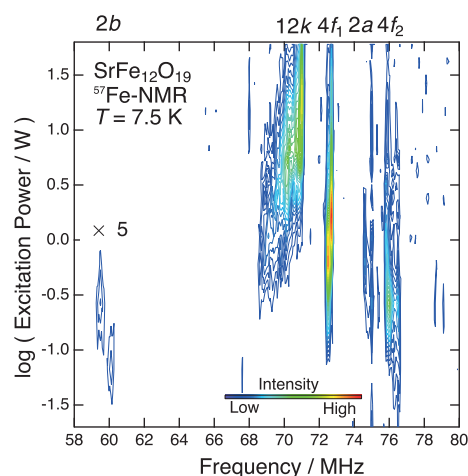


Fig. 1  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  の  $^{57}\text{Fe}$ -NMR スペクトルの周波数、励起電力依存性