軟X線MCD顕微分光による熱間加工磁石の磁化過程評価

竹内誠¹,蓬田貴裕¹,菊池伸明¹,岡本聡^{1,2},北上修¹,

豊木研太郎 2.3,*,小林慎太郎 2.3,小谷佳範 3,中村哲也 2.3,服部篤 4,日置敬子 5

(¹ 東北大, ²ESICMM, NIMS, ³JASRI, ⁴(株)ダイドー電子, ⁵大同特殊鋼(株)), ^{*}(現)大阪大

Magnetization reversal process of hot-deformed Nd-Fe-B magnets

using soft X-ray magnetic circular dichroism microscopy

M. Takeuchi¹, T. Yomogita¹, N. Kikuchi¹, S. Okamoto^{1,2}, O. Kitakami¹,

K. Toyoki^{2,3*}, S. Kobayashi^{2,3}, Y. Kotani³, T. Nakamura^{2,3}, A. Hattori⁴, and K. Hioki⁵

(¹Tohoku University, ²ESICMM, NIMS, ³JASRI, ⁴Daido Electronics Co., Ltd., ⁵Daido Steel Co., Ltd.),

*Present : Osaka University

<u>はじめに</u> 熱間加工 Nd-Fe-B 磁石(HD 磁石)は高い *c*-軸配向性,微細な結晶粒(~300 nm)を有しており,粒 界での磁壁ピニングが保磁力機構の主要因であることが分かっている [1,2].本磁石の磁化過程を評価するた めには Kerr 顕微鏡では空間分解能が十分でなく,磁気力顕微鏡では探針磁気モーメントの反転や磁場中測定 が難しいなどの問題がある.また表面研磨によるダメージの影響も無視できない.一方,SPring-8 BL25SUで 開発された軟 X 線磁気円二色性(XMCD)顕微分光装置では,超真空雰囲気中での試料破断によるダメージ フリー表面での観察が可能であり,また空間分解能は 90 nm と HD 磁石の粒径より十分に小さく,かつ超電 導磁石で磁場中測定が可能である[3].したがって,HD 磁石の各粒界でのピニング磁場のマッピング評価や, その解析による粒界での交換結合評価が可能となることが期待できる.本研究では,磁気特性の異なる HD 磁石に対して XMCD イメージングによる磁化過程評価を行った結果を報告する.

<u>実験方法</u> 残留磁化 1.3 T,保磁力 2.0 T を示す HD 磁石は 0.5×0.5×5 mm³に加工したピラー形状(長軸 // *c*-軸)とし,超高真空雰囲気で約半分の長さに破断した試料を磁場範囲 3T~-3T で XMCD イメージング測定を 行った. XMCD イメージング測定後に Ta 10 nm をコートし, FE-SEM による表面構造観察を行い,XMCD 像と重ね合わせることにより,粒界位置の同定ならびピニング磁場分布の評価を行った.

実験結果 Fig. 1 に示す HD 磁石の残留初磁化曲線から, 0~1.0 T および 1.5~2.0 T の範囲で磁化率が高くなっており, 2 段階の磁化過程をとっていることが分かる. 一般的には 1 段階目が熱消磁状態での多磁区粒子, 2 段階目が粒界での磁壁ピンニングによるものと考えられる. Fig. 2 および Fig. 3 は XMCD 像と粒界トレースを重ねたものであり,それぞれ熱消磁状態ならびに 1.5 T 印加の結果である. 粒径は平均で 260 nm 程度あり,消磁状態の磁区幅は平均で 0.7 µm 程度であった. 磁区幅方向に 2~3 個の粒子が含まれており,熱消磁状態での多磁区粒子は当初の予想ほど多くはないように見える. 2 段階目の磁化過程に相当する 1.5 T では, 多くの磁壁が粒界でピンニングしている様子が確認できるが,一部,粒内で存在している磁壁も確認できる.





Fig. 2 XMCD image of thermally demagnetized state of the HD magnet.



Fig. 3 XMCD image of the HD magnet after applying a magnetic field of 1.5 T.

curve of the HD magnet.

<u>謝辞</u> 文科省「物質・デバイス領域研究アライアンス」及び元素戦略磁性材料研究拠点の支援の下で行われた. 参考文献

J. Liu *et al.* Acta Mater., **82**, 336 (2014).
Okamoto *et al.* J. Appl. Phys. **118**, 223903 (2015).
Y. Kotani *et al.*, J. Synchrotron Radiat. **25**, 1444 (2018).