

X線磁気円偏光発光顕微鏡を用いた方向性電磁鋼板の transverse 磁区の観察

稲見俊哉、菅原健人、中田崇寛*、阪口友唯*、高橋真*
 量研放射光、*JFE テクノリサーチ)

Observation of transverse domains in grain-oriented electrical steel by means of
 X-ray magnetic circularly polarized emission microscopy

T. Inami, K. Sugawara, T. Nakada*, Y. Sakaguchi*, and S. Takahashi*
 (QST, *JFE-TEC)

1 はじめに

方向性電磁鋼板は変圧器の鉄心に用いられる軟磁性材料で、エネルギー損失(鉄損)と磁歪の改善が産業上の重要課題である。厚さ 300 μm 程度の鋼板で、圧延と再結晶化処理により、圧延方向が [001] 軸、表面が (110) 面という、非常に方向のそろった単結晶粒から構成される。また、この異方的な結晶構造を反映し、[001] 軸に平行に交互に磁化したストライプ状の磁区が、基本となる磁区構造である。

一方、実際の方向性電磁鋼板では、[001] 軸は表面と完全に平行ではなく、数度の傾きを持っている。この角度を β 角といい、有限の β 角では、表面磁荷による静磁エネルギーを低減するため、Fig. 1 に示すような、補助磁区と呼ばれる特徴的な構造が現れる。補助磁区は表面の lancet 磁区とこれをつなぐ内部の transverse 磁区から形成され、特に transverse 磁区は [100] または [010] 方向に磁化していると考えられており、方向性電磁鋼板の磁歪の原因となっている。

しかしながら、この transverse 磁区は、磁性体内部に存在する埋もれた磁区であり、表面の磁区を観察する磁気光学 Kerr 効果顕微鏡等では直接観測することはできない。最近、我々は、物質透過能の高い硬 X 線領域で 3d 遷移金属元素の磁性に感度の高い磁気光学効果、X 線磁気円偏光発光 (XMCPE) を利用した磁気顕微鏡の開発を行った^{1,2)}。今回、この顕微鏡を用い、方向性電磁鋼板の磁区像を取得し、transverse 磁区の観察に成功したので報告する³⁾。

2 結果および考察

実験は大型放射光施設 SPring-8 の量研専用ビームライン BL11XU で実施した。入射 X 線のエネルギーを 26 keV とし、単色化した放射光 X 線を屈折レンズで 10 μm 角に集光し、試料(市販の方向性電磁鋼板)に照射した。試料から放出される特性 X 線 ($\text{FeK}\alpha$ 線)は、ミラーで受光、平行化し、下流の円偏光解析器で円偏光度を評価した。得られた円偏光度から発光領域の磁化を見積もり、さらに試料を走査し、2次元の磁区像を取得した。

今回の実験の特徴としては、出射 X 線方向に着目して測定したことがあげられる。XMCPE では出射 X 線方向に射影した磁化を検出する。そこで、試料表面と入射 X 線、および試料表面と出射 X 線のなす角を入射角 θ_{in} および出射角 θ_{ex} と定義し、 $(\theta_{in}, \theta_{ex}) = (90^\circ, 70^\circ)$ 、 $(70^\circ, 90^\circ)$ 、 $(50^\circ, 110^\circ)$ の 3 つの条件で、lancet 磁区の根本近傍を測定した。 θ_{ex} を 90° 近傍にすることにより、試料表面に垂直な磁化成分を持つ transverse 磁区に対する感度を高めることが目的である。特に、 $\theta_{ex} = 90^\circ$ では、ストライプ状の磁区や lancet 磁区とのコントラストを大きくとれるため、transverse 磁区を強調した磁区像を得ることが出来た。

講演では、得られた 2次元磁区像を示すとともに、今回観測できた transverse 磁区の特徴について述べる。また、簡単な磁区モデルを計算で得られた装置分解能で畳み込んだ結果と比較し、補助磁区についてある程度定量的な議論を行う予定である。

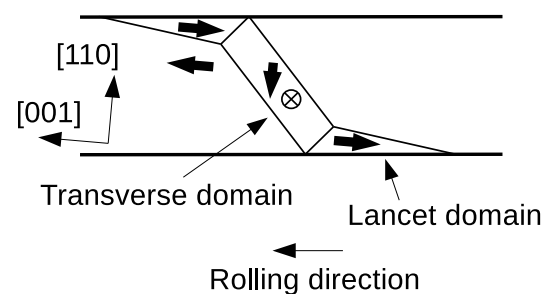


Fig. 1 Side view of a supplementary domain. The basic slab domain and the lancet domains are magnetized along the [001] direction, whereas the transverse domain is magnetized along the $[\bar{1}00]$ direction.

References

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

光周波数コムのフェムト秒レーザーパルスを用いた Kerr 効果顕微鏡

目黒 栄, 齊藤 伸
(ネオアーク株式会社, 東北大)

Kerr Effect Microscope using Femtosecond Laser Pulses of Optical Frequency Comb

Sakae Meguro, Shin Saito
(NEOARK Corp., Tohoku University)

はじめに

レーザー光は直進性に優れ出力が大きいという特長を有するが、観察用光源に用いた場合、光学素子端面の反射光による干渉縞や散乱光の干渉によるスペックルノイズが発生して観察像の偏光情報を乱すという問題があった。これらはコヒーレンシーの問題であり、レーザー光が空間・時間的に重なり合うことにより生じる。我々は Kerr 効果顕微鏡の光源にフェムト秒レーザーである光周波数コムを用いることで光の重なりを時間的に回避し干渉縞やスペックルノイズを低減した磁区像の取得に成功したので報告する。

原理

Fig. 1 に一般的なイメージセンサーの構造を示す。イメージセンサーには撮像素子を保護するための窓ガラスが取り付けられており、入射した光 (①) は窓ガラスのセンサー側の面で反射され (②)、さらに入射側の面で再び反射されて (③)、撮像素子に入射する。窓ガラスの両面はほぼ平行なことから入射光①と窓ガラスの反射光③が干渉することにより干渉縞が生じる。ここで窓ガラスの厚みを 1 mm、屈折率を 1.5 とすると反射光③は入射光①に対して 10 psec.遅れてセンサーに入射することになる。Fig. 2 は干渉縞低減の原理を説明したタイミングチャートである。(a) のように連続発振レーザー (CW) では入射光①と反射光③が常に重なり合うため干渉が生ずる。一方、パルス幅が前述の遅延時間 10 psec.より短い 0.1 psec. = 100 fsec. の光源を用いれば時間的な重なりを無くすることができるためコヒーレント光源であっても干渉縞は生じないことになる。

実験結果

Fig. 3 に YIG 単結晶の極 Kerr 効果による磁区像を示す。(a) は波長 1550 nm の分布帰還型半導体レーザーを CW 駆動した場合の観察像である。磁区像に横方向の干渉縞が重畳していることがわかる。また、視野外の周辺部に散乱光によるスペックルノイズが多数生じている。(b) は波長 1550 nm の光周波数コムを用いた場合の磁区像である。干渉縞の重畳は見られず、スペックルノイズも低減されていることがわかる。

今後の展望

光周波数コムを用いればコヒーレント光源であっても空間・時間的な光の重なりを抑制でき、干渉縞やスペックルノイズを低減した磁区像を取得できることを示した。本手法では、外部からの電気信号に同期させてフェムト秒レーザーを発振させられるため、光源側でのストロボ法が適用できる。今後 GHz~THz 動作素子のストロボ磁区観察を行なう予定である。また、波長変換による 775 nm, 517 nm 光による磁区観察も計画している。

参考文献

- 1) 齊藤 伸, 目黒 栄 他, 第 30 回日本応用磁気学会学術講演会概要集, 11pB-1 (2006).

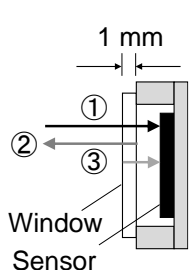


Fig. 1 Structure of image sensor.

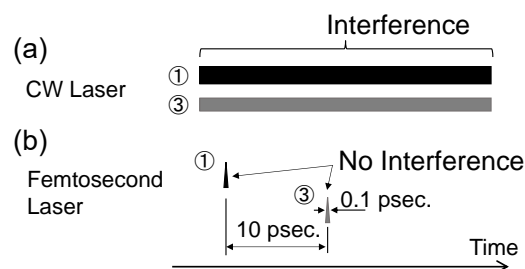


Fig. 2 Timing chart of light incident on sensor with (a) CW Laser, (b) Femtosecond Laser.

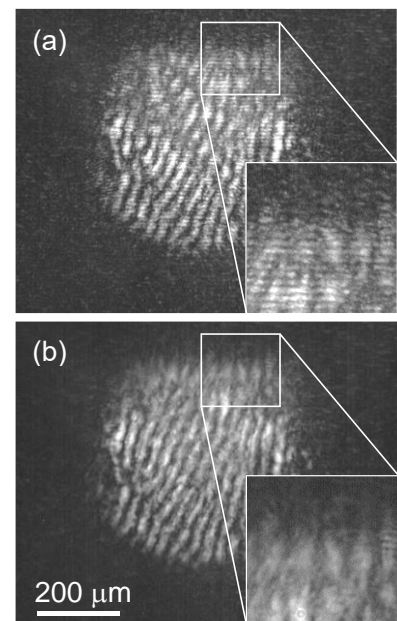


Fig. 3 Magnetic domain image of YIG single crystal with (a) DFB laser, (b) optical comb.

磁気光学イメージングプレートを用いた 絶縁被覆された方向性電磁鋼板の磁区観察

坂口穂貴、目黒 栄*、齊藤 準**、石橋隆幸
(長岡技科大、*ネオアーク株式会社、**秋田大)

Magnetic domain observation of grain-oriented electrical steel with insulation coating
using magneto-optical imaging plate

H. Sakaguchi, S. Meguro, H. Saito, T. Ishibashi
(Nagaoka Univ. of Tech., *Neoark Corp., **Akita Univ.)

1. はじめに

主に変圧器などの静止機器に使用される方向性電磁鋼板は、腐食防止や渦電流低減のため表面に絶縁被膜を形成している。この被膜は鋼板への応力付与による磁区構造の制御も行っており鉄損特性の改善に寄与している。しかし、一般に用いられている Kerr 効果顕微鏡では、絶縁被膜の除去や表面研磨が必要であり、これら処理の影響で本来の磁気特性とは異なることが懸念されている。一方、磁気光学イメージングプレート(MOIP)を用いた MO イメージング¹⁾では、絶縁被膜がある状態や無研磨の状態でも磁区観察が可能である。さらに、我々が開発した漏洩磁場の 3次元分布計測技術も利用可能である²⁾。今回は、表面未処理の電磁鋼板について、絶縁被膜の上から磁区観察を行った結果について報告する。

2. 実験方法

Fig. 1 に実験に用いた光学系を示す。光源に赤色 LED を用い、MOIP に直線偏光を入射した。MOIP はガラス基板上に有機金属分解法により Bi 置換磁性ガーネット薄膜を作製し、さらに反射膜を形成したものをを用いた。測定対象には、絶縁被膜に覆われた表面未処理の厚み 0.23 mm の方向性電磁鋼板 (JFE Steel Corp., 23JGH095) を用い、MOIP と密着させて固定した。2 倍の対物レンズ (Mitutoyo, M Plan Apo 2 \times) を用い、シングルショットで定量測定が可能な偏光カメラ (Baumer, VCXU-50MP) で撮影した。試料の面内方向に磁場を印加し、露光時間 10 ms、積算回数 500 回で撮影した。得られた偏光方位角の画像は、消磁状態で撮影した画像と差分を取得した。

3. 結果と考察

印加磁場 299 Oe で撮影した方向性電磁鋼板の MO 像を Fig. 2 に示す。絶縁被膜に覆われた試料でも幅 0.2 mm 程度のストライプ磁区が明瞭に観察され、磁場の減少に伴う磁区の移動や細分化も確認できた。これらのコントラストは、各磁区の磁化が試料表面に対して傾いていることで生じる漏洩磁場の影響だと考えられる。このように、Kerr 効果顕微鏡では不可能な絶縁被膜に覆われた試料の磁区観察が MO イメージングでは可能である。

参考文献

- 1) T. Ishibashi, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 44, 108-116 (2020).
- 2) H. Sakaguchi, *J. Magn. Soc. Jpn.*, 46, 2, 2203R002 (2022).

謝辞 本研究の一部は、JSPS 二国間交流事業 (JPJSBP 120208805)、名古屋大学未来材料・システム研究所共同研究の支援を受けて実施された。

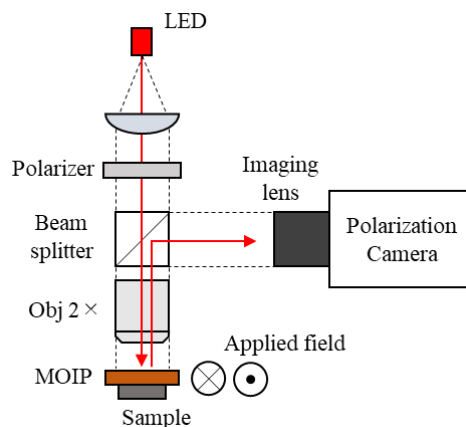


Fig. 1 Optical setup for MO imaging using MOIP.

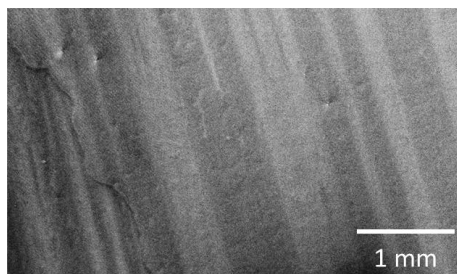


Fig. 2 MO image of a grain-oriented electrical steel with an insulation coating.

DPC-STEM 法による磁壁幅の直接計測

村上善樹¹、関岳人^{1,2}、木下昭人³、庄司哲也³、幾原雄一^{1,4}、柴田直哉^{1,4}

(¹東京大学大学院工学系研究科総合研究機構, ²JST さきがけ, ³トヨタ自動車東富士研究所先端材料技術部, ⁴ファインセラミックスセンターナノ構造研究所)

Direct measurement of magnetic domain wall width by DPC-STEM

Y. O. Murakami, T. Seki, A. Kinoshita, T. Shoji, Y. Ikuhara, N. Shibata

¹Institute of Engineering Innovation, The University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo, Japan, ²JST presto,

³Advanced Material Engineering Division, Toyota Motor Corporation, Susono, Shizuoka, Japan,

⁴Nanostructures Research Laboratory, Japan Fine Ceramics Center, Atsuta-ku, Nagoya, Japan

はじめに：走査透過型電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)は材料の局所構造・組成分布を高い空間分解能で観察できる手法である。さらに Fig.1 に示す分割型検出器を STEM に導入することにより、試料中の磁場分布を実空間で可視化する微分位相コントラスト(differential phase contrast: DPC) 法[1]を利用することができる。DPC 法と近年開発された無磁場環境原子分解能 STEM[2]を組み合わせることで、原子磁場の直接観察までが可能になった[3]。また、従来 DPC 像には電子回折に起因する電磁場以外のコントラストが重畳する問題があったが、電子線を試料に対してわずかに傾斜させ、さまざまな回折条件の DPC 像を平均化することで精度の高い磁場計測が可能となった[4,5]。さらに DPC 法による磁場観察は、他の STEM 法による構造観察を同時あるいは同一視野で行えるため、磁性材料中の磁気構造と微細組織の相互作用の解明への寄与が期待される。そこで、本研究では DPC-STEM 法による磁気構造観察と、STEM-EELS による組成分布観察を組み合わせ、組成に依存して変化する磁壁幅の直接計測を行った。

実験方法：Nd-Fe-B 系異方性磁石に La を浸透させ主相結晶粒内に Nd の濃度勾配を施した La 置換型試料と、La 浸透のない従来型試料に対し、それぞれ収束イオンビーム(FIB)装置を用いて TEM 試料を作製した。La 置換型試料では、DPC 観察と EELS 観察により同一結晶粒内の Nd-rich 領域と Nd-poor 領域をまたぐ 1 本の磁壁を特定し、それぞれの領域で高倍率の DPC 像を取得した。従来型試料で観察された磁壁に対しても同様に高倍率 DPC 像を取得した。

実験結果：Fig.2 に La 置換のない従来型試料で取得した磁壁の高倍率 DPC 像を示す。Nd の濃度の異なる計 3 つの領域で同様の像を取得し、それぞれ磁壁に沿った平均化により得たプロファイルに対して磁壁の解析解 $y = \tanh(x/d)$ でフィッティングを行った。回折コントラストの影響やフィッティング領域の影響も考慮し誤差を算出した。計測された磁壁幅 $w = \pi d$ と、連続体モデル $d = \sqrt{A/K}$ で交換定数が一定と仮定して算出した結晶磁気異方性の相対値を Table.1 に示す。磁壁幅が Nd の濃度変化に応じて有意に変化することが明らかとなり、組成変化に伴う磁気異方性の局所変化を捉えることに成功した。詳細は講演にて述べる。

参考文献：1) N. Shibata *et al.*, Acc. Chem. Res., (2017).

2) N. Shibata *et al.*, Nat. Commun. (2019)

3) Y. Kohno *et al.*, Nature, (2022).

4) Y. O. Murakami *et al.*, Microscopy, (2020)

5) S. Toyama *et al.*, Ultramicroscopy, (2022)

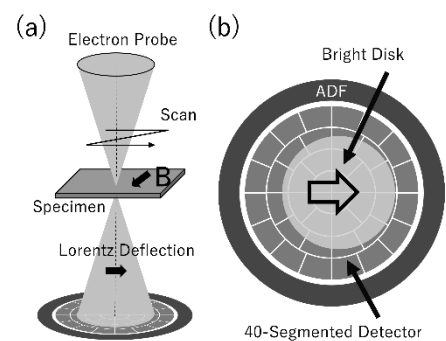


Fig. 1 (a) DPC STEM の概略図。 (b) 40 分割の分割型検出器と ADF 検出器の概略図。中心の白いディスクは透過電子ディスクを表す。

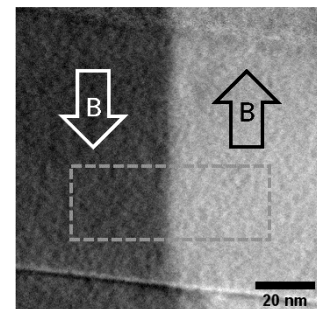


Fig. 2 磁壁計測のため取得した高倍率 DPC 像。矢印は磁場の方向を、点線枠はフィッティングに用いた ROI の一例を示す。

Table 1. 磁壁幅計測値と算出された結晶磁気異方性

試料		磁壁幅 計測値(nm)	結晶磁気異 方性相対値
従来型試料		8.01 ± 0.6	1
La 置換 試料	Nd-rich 領域	10.3 ± 0.7	0.62
	Nd-poor 領域	11.1 ± 0.6	0.54

疎サンプリング像復元を応用した スピン SEM による高速磁区イメージング

今井悠太¹、孝橋照生¹、小林光俊¹、藪修平²、片根純一²
(¹株式会社日立製作所、²株式会社日立ハイテク)

Application of compressed sensing to high-throughput magnetic domain imaging by spin-SEM
Yuta Imai¹, Teruo Kohashi¹, Mitsutoshi Kobayashi¹, Shuhei Yabu² and Junichi Katane²
(¹ Hitachi, Ltd. R&D group, ² Hitachi High-Tech Corporation)

背景と目的

スピン偏極走査電子顕微鏡 (スピン SEM) は、走査電子顕微鏡を用いて強磁性体試料表面をプローブ電子線で走査し2次電子のスピン偏極度をマッピングすることで、磁区像を得ることのできる装置である[1,2]。我々はスピン SEM の課題である像 S/N の向上および撮像スループットの改善を目的に、疎サンプリング撮像と圧縮センシングの概念を応用した画像復元技術の適用を試みた。

実験方法

Motto 検出器を備えたスピン SEM において、観察領域の限られた画素のみにプローブ電子線が照射されるようにスキャンを設定して像取得を行い、疎サンプリング像を得た。得られた疎サンプリング像に対して、畳み込みニューラルネットワークを用いた深層学習ベースのアルゴリズムを用いて画像復元を行った。

結果

Fig.1 に鉄単結晶(001)面のスピン SEM による磁区像観察に本手法を適用した結果を示す。(a)および(d)は通常撮像の X 方向、Y 方向の磁区像であり、鉄単結晶の磁気異方性に準じたコントラストが現れていることが分かる。(b)および(e)は試料の同じ領域で、観察領域全体の 1/10 の画素のみに電子線照射取得した疎サンプリング像であり、通常撮像の 1/10 の撮像時間で取得したものである。これらの疎サンプリング像(b,e)を基に計算機処理した復元像を(c)および(f)にそれぞれ示す。結果として、復元像(c,f)においても通常撮像画像(a,d)にみられるような磁区コントラストが良く再現されていることが確認できる。また、通常撮像画像(a,d)から導出した磁化方向のベクトルマップを(g)に、疎サンプリング復元像(c,f)から導出したベクトルマップを(h)に示す。復元像から導出したベクトルマップ(h)においても、通常撮像(g)と比較し、同様の領域、角度が推定できていることが確認できた。また、復元像からの導出結果はノイズ低減され同一磁区での磁化ベクトルの揺らぎが小さい画像が得られている。

このように本手法を用いることで、通常撮像の 1/10 の撮像時間で、試料の磁化方向判別に十分な像が得られることが分かった。本手法は材料内の磁化の大きさ、判別にも適用可能なことが示唆される。

参考文献

- 1) Koike et al., Jpn. J. Appl. Phys. 23. 3., L187-188. (1984).
- 2) Koike et al., Microscopy 62. 1., 177-191. (2013).

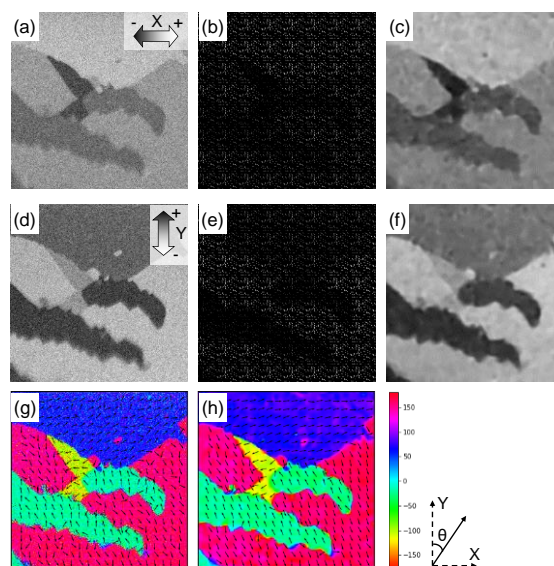


Fig 1. Reconstruction of magnetic domain image with 10% available pixels of Fe single crystal by spin-SEM: (a, d) original image of X- and Y-direction; (b,e) 2D sparse image (10% sampling); (c,f) reconstructed image from (b) and (e); (g,h) vector map from the original and reconstructed images.