

研究代表者	齊藤 準 (秋田大学 大学院理工学研究科 数理・電気電子情報学専攻 教授)
研究開発担当者	河上 肇 (秋田大学 大学院理工学研究科 数理・電気電子情報学専攻 教授) 吉村 哲 (秋田大学 大学院理工学研究科 附属革新材料研究センター 准教授)
課題名	磁石破断面の3次元磁場イメージングが可能な高分解能・交番磁気力顕微鏡の開発による保磁力機構の解明
研究概要	研究代表者が開発した高分解能・交番磁気力顕微鏡技術を基盤に、直流磁場により磁化状態を連続的に変化させた破断面などのさまざまな表面状態の磁石に交流磁場を印加することで、印加磁場に対して可逆的および不可逆的に変化する磁化から発生する磁場を試料表面からの距離を連続的に変化させて3次元イメージングする技術を新たに確立し、磁性結晶粒の表面から内部に渡る断面方向の磁気情報を解析することで保磁力機構の解明に取り組む。

研究目標・成果

交番磁気力顕微鏡を基盤とした永久磁石の磁区観察・解析法の開発

磁気力顕微鏡は磁性探針を用いて観察試料から発生する磁場を検出する非接触原子間力顕微鏡の一形態であり、磁場は遠距離力であることから計測信号には磁性結晶粒の表面から内部に渡る断面方向の磁気情報が含まれる特徴がある。研究代表者がこれまでに独自開発した交番磁気力顕微鏡は、磁気力顕微鏡分野で困難であった試料表面近傍での磁場検出を、探針試料間の交番磁気力の利用により可能にすることで空間分解能を飛躍的に向上させたものであり、大気中においても10nm以下の高い空間分解能を簡便に得ることができる。本課題では、次世代永久磁石開発に求められる磁区観察・解析のニーズを背景として、永久磁石観察用に開発した高磁化・超常磁性探針（磁化が強磁場で飽和せず、磁化値が磁場に比例して磁場方向に発生。残留磁化ゼロ・ヒステリシスなし）を用いることで、永久磁石開発に資する新たな磁気イメージング技術を開発した。

結晶粒径 10 μ mまでの磁石の破断面の磁区観察法の開発

磁石の磁区構造の観察には観察面として平滑面がほとんどの磁区観察法で必須となるが、通常の機械研磨等により作製した平滑面では、保磁力が磁石内部と比較して低下することが多くの磁石材料で報告されていることから、粒界破断面等での磁区観察が求められている。本項目では交番磁気力顕微鏡に超常磁性探針を用いた場合に磁場検出方向が変化することなく固定化できる特長を利用し、表面凹凸が10 μ m程度までの粒界破断面の磁区観察を可動距離の大きな顕微鏡スキャナを用いて実現した。図1に結晶粒径が10 μ m弱の異方性NdFeB焼結磁石の破断面における交番磁気力顕微鏡像(30 μ m角)を示す。図(b)の磁気力顕微鏡像では観察されていない磁区構造が、交番磁気力顕微鏡を用いることにより、図(c),(d)に示すように磁場の極性（磁場の向上向き/ 下向き）を含めて明瞭に観察されていることがわかる。本手法は表面凹凸が大きな粒界破断面等での磁区観察に有用となる。

(Y. Cao et al., J. Appl.Phys.,123, 224503 (2018))

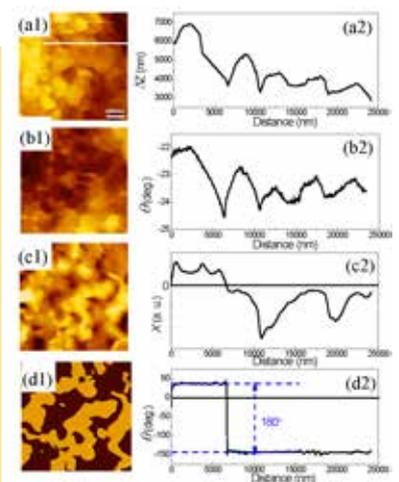


図1 表面形状像(a)、磁気力顕微鏡像(b)、交番磁気力顕微鏡像 [(磁場像(c)、磁場極性像(磁場の向上向き/下向き) (d))]

交流磁場印加時の可逆/不可逆磁化の同時観察法の開発

磁石の減磁過程の解析は保磁力機構を考える上で重要である。磁石の減磁過程は磁場の増加により磁化が不可逆的に反転する不可逆磁化過程と、磁化が磁場に追従して可逆的に変化する可逆磁化過程からなる。本項目では、交番磁気力顕微鏡の直流磁場/交流磁場の同時検出機能を利用して、磁石の局所的な交流磁場応答性の違いを可視化できる可逆/不可逆磁化の同時観察法を開発した。図2に異方性NdFeB焼結磁石の破断面において、交流磁場の強度を変化させて観察した直流磁場像および交流磁場

像(30 μ m角)を示す。印加する交流磁場を300 Oeから700 Oeに増加させても、試料からの直流磁場像はほぼ同様であり試料の磁区構造は変化していないが、交流磁場像は交流磁場の増加に伴い変化しており、交流磁場を試料に印加することで局所的に磁化方向が可逆的に変化し試料から交流磁場が発生する場所が現れることがわかる。このことは交流磁場の増加により磁区構造を保ったままで不可逆な磁化反転は発生しないが、磁化方向が磁場により可逆的に変化しやすい場所（磁化率が大きい場所）があることを示している。本手法は磁石の保磁力機構に及ぼす磁氣的不均一性の影響の評価に有用となる。
(Y. Cao et al., Appl. Phys. Lett.,112, 223103 (2018))

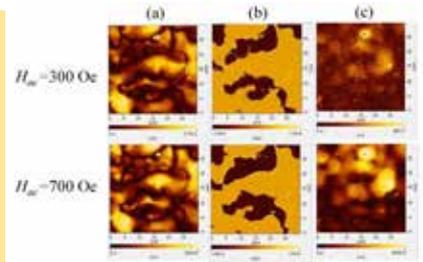


図2 直流磁場像 (a:磁場強度像、b:磁場極性像(磁場が上向き/下向き))、(c) 交流磁場像

3次元磁場計測法の開発及びニューラルネットワークを用いた機械学習による内部磁区構造の推定

磁気力顕微鏡の計測信号に含まれる試料内部からの寄与を分離・解析するために、試料面上での3次元空間で磁石試料の測定点ごとに探針試料間距離を変化させながら交番磁気力顕微鏡像を取得できる3次元磁場計測システムを開発した。取得像に対して研究代表者が以前に明らかにした磁極を発生源とする交番磁気力顕微鏡像の探針伝達関数を利用した探針試料間距離変換を適用し、探針試料間距離の増加により試料内部の磁極からの磁場が減衰し顕微鏡の検出限界以下になることを利用して、異なる探針試料間距離で測定した像の探針試料間距離変換像の差分をとることで、探針試料間距離の増加により失われる内部の磁極情報の可視化に成功した。しかしながら内部磁極分布の深さ推定は単純な内部分布モデルを用いたシミュレーションで可能性を確認したのみであり、観察像での解析には至っていない。

交番磁気力顕微鏡像のデータを用いた内部解析の可能性を探るため、ニューラルネットワークを用いた機械学習による内部磁区構造の推定結果を図3に示す。5 \times 5 \times 5 (125個)の正方メッシュで、10万個のデータセット(磁化方向が上向き/下向きで、半数が上向き)を用意し、その内の80%の8万個の磁化配置と磁場勾配の対応データを用いて機械学習を行い、残り20%の2万個の磁場勾配データから機械学習の結果を用いて磁化配置を推定し、磁場勾配データを計算した磁化配置と比較することで正答率を評価した結果、異方性磁石を仮定し、磁化方向が上向きあるいは下向きである制約条件を課すことで、50%以上の正答率が得られることがわかった。交番磁気力顕微鏡像の推定にはさらに観察する磁石を特徴付ける付加情報を加えた学習が必要となる。

内部磁区構造の推定による保磁力機構の解明は今後の課題である。

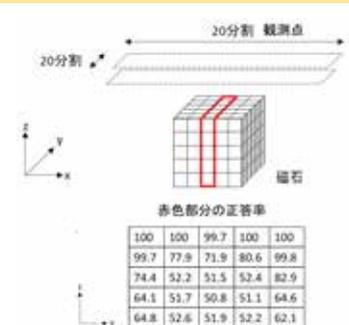


図3 ニューラルネットワークを用いた機械学習による磁石内部の磁区構造の推定結果

想定する分野・用途

- 永久磁石の高分解能・3次元磁場イメージング（観察面の表面凹凸が大きくても磁区観察が可能）
- 永久磁石の磁化過程解析（交流磁場に対する可逆/不可逆磁化の同時観察）

最終目標

- 永久磁石の磁性結晶粒の表面から内部に渡る断面方向の磁気情報の解析
- 磁区観察・解析手法を用いた保磁力機構の解明

産業界への要望

- 永久磁石の磁化状態解析に係わるニーズの教示
- 永久磁石の磁化状態解析に係わる共同研究

お問合せ 秋田市手形学園町 1-1 E-mail : hsaito@gipc.akita-u.ac.jp