

## ネオジム磁石薄膜の軟 X 線磁気円二色性 Soft X-ray Magnetic Circular Dichroism of Nd-Fe-B Magnet Films

今田 真<sup>a</sup>, 伊佐治 辰昭<sup>a</sup>, 寺嶋 健成<sup>a</sup>, 矢野 正雄<sup>b</sup>, 加田 大昌<sup>a</sup>, 藤田 茜<sup>a</sup>,  
顧 淳<sup>a</sup>, 江藤 大樹<sup>a</sup>, 石川 寛将<sup>a</sup>, 渡部 英治<sup>a</sup>, 中村 哲也<sup>c</sup>, 木下 豊彦<sup>c</sup>  
Shin Imada<sup>a</sup>, Tatsuaki Isaji<sup>a</sup>, Kensei Terashima<sup>a</sup>, Masao Yano<sup>b</sup>, Hiromasa Kada<sup>a</sup>, Akane Fujita<sup>a</sup>,  
Atsushi Ko<sup>a</sup>, Hiroki Eto<sup>a</sup>, Hiromasa Ishikawa<sup>a</sup>, Eiji Watanabe<sup>a</sup>, Tetsuya Nakamura<sup>c</sup>, Toyohiko Kinoshita<sup>c</sup>

<sup>a</sup>立命館大理工, <sup>b</sup>トヨタ自動車, <sup>c</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup> Ritsumeikan Univ., <sup>b</sup>TOYOTA, <sup>c</sup> JASRI/SPring-8

ネオジム磁石の永久磁石としての高い性能をもたらしている微視的なメカニズムを明らかにするためには、電子状態の詳細な解明が有効であると考えられる。本研究では、NdFeB 薄膜およびそれに粒界相モデル膜をつけたものについて、Nd 3d および Fe 2p 内殻光吸収の磁気円二色性(XMCD)を測定することで、粒界相による保磁力増大機構を解明することを目指した。顕著な XMCD スペクトルを観測することができ、粒界相モデル膜による変化もとらえることができた。

**キーワード：** 軟 X 線磁気円二色性(XMCD)、ネオジム磁石、保磁力

### 背景と研究目的：

本研究では、ネオジム磁石における耐熱性能(つまり高温で十分な保磁力を持つこと)の発現機構に対するディスプロシウム添加の役割の解明に、電子状態の実験的解明を通して本質的な貢献をすることを目指す。本研究グループでは、本研究によって、高性能永久磁石の脱レア・アース化および低コスト化開発のための指導原理を確立することを目指す。

そのために、結晶磁気異方性や磁氣的結合を支配すると考えられる電子状態を、磁性を主に担う Fe 3d 電子と Nd 4f 電子を中心に明らかにするために研究を行ってきた。なかでも本研究課題では、Fe 2p および Nd 3d 内殻磁気円二色性(XMCD)を用いて、元素選択的に磁気状態を解明することを目指した。なかでも、ネオジム磁石中で保磁力を支配すると考えられる主相と粒界相の界面に着目し、それを模した多層膜について研究を行った。

### 実験：

実験は軟 X 線固体分光ビームライン BL25SU の磁気円二色性測定ステーションで行った。試料は超高真空中で金属 MBE(分子ビームエピタキシー)法で作製して酸化防止膜を施した上で、窒素雰囲気下で輸送したものを用い、測定は室温および昇温状態で行った。光吸収測定は電子収量法を用いて行い、磁場印加方向は NdFeB 薄膜面に垂直な c 軸方向、円偏光入射方向は磁場に対して 10°とした。

測定試料は、ネオジム磁石の主相と粒界相の界面付近を模して、NdFeB 膜上に粒界相モデル組織を蒸着した試料と、対照試料として NdFeB 膜、粒界相モデル物質膜とした。試料には、あらかじめ超伝導磁石を用いて 5 T の磁場を膜面に垂直な向き、つまり Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B の c 軸方向にかけて残留磁化させた。

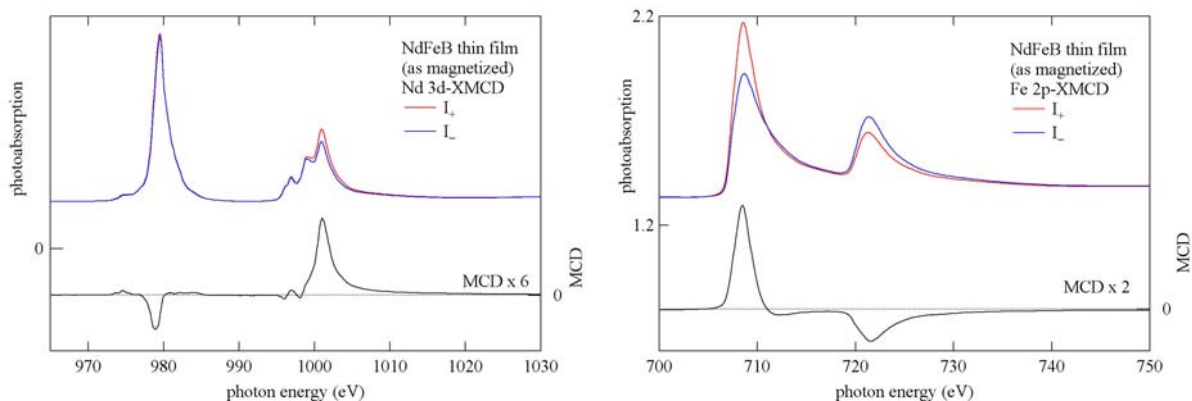


図1. 残留磁化された NdFeB 薄膜の Nd 3d(左)および Fe 2p(右) 吸収端における磁気円二色性(XMCD)スペクトル。測定はゼロ磁場下で行った。

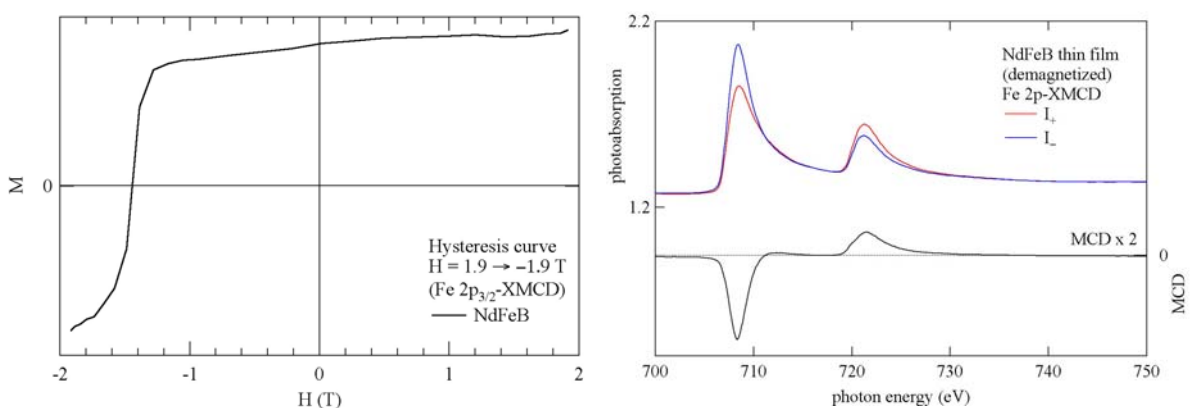


図2. NdFeB 薄膜のヒステリシスカーブ(左)と逆磁場印加後の Fe 2p-XMCD スペクトル(右)。ヒステリシス測定は、残留磁化方向の磁場(1.9 T)から出発して、磁場を減少させたのち逆磁場方向の磁場を -1.9 T まで増大させて行った。XMCD スペクトル(右)は、その後磁場をゼロに戻して偏光反転法によって測定した。

### 結果および考察：

NdFeB 膜について、残留磁化状態で、磁場をかけずに光源の円偏光を反転することで測定した内殻磁気円二色性(XMCD)の結果を図1に示す。左図は Nd 3d XMCD を、右図は Fe 2p XMCD を示す。 $I_+$  ( $I_-$ )は磁化方向と円偏光のスピンの向きがほぼ平行(逆向き)の時のスペクトルで、磁気円二色性(MCD)は  $I_+ - I_-$  と定義する。Nd 3d XMCD は約 20 eV のスピン軌道分裂で分かれた2つのピークについて低エネルギーピークで概ね負、高エネルギーピークで概ね正であるのに対して、Fe 2p XMCD は逆の傾向が見られる。これは、Fe 3d 電子と Nd 4f 電子のスピンの向きが逆向きであることを示す。なお、Nd 4f 軌道の磁気モーメントはスピンと軌道角運動量が逆向きの寄与をし、後者の寄与がより大きいから、Nd と Fe の磁気モーメントは同じ向きである。

次に NdFeB 薄膜について、残留磁化方向と同じ向きに 1.9 T の磁場をかけ、磁場を逆向きの -1.9 T まで変化させながら、Fe 2p XMCD の強度を測定した磁気ヒステリシス曲線の結果を図2の左図に示す。ここでは、各磁場について Fe  $2p_{3/2}$  吸収端前および吸収ピークにおける左右円偏光の吸収強度を測定して Fe 磁気モーメントに比例する Fe 2p XMCD 強度を求めた。この後、ゼロ磁場に戻して測定した Fe 2p XMCD スペクトルが図2の右図である。左図より、保磁力は約 1.4 T であり、-1.9 T では逆向きにほぼ飽和していることがわかる。右図は図1の右図と比較すると Fe 2p-XMCD の符号が反転している。

同様の測定を NdFeB 上に粒界相モデル膜を蒸着した試料および粒界相モデル膜単独の試料についても行った。また、昇温して測定し、保磁力の温度依存性の知見を得ることを目指した。現在測定結果を解析中である。

**今後の検討：**

今後さらに詳細な試料依存性や、直線可変偏光を用いた内殻光吸収分光を行って電子状態の異方性の情報を得ることなどを通して、電子状態をより詳細に解明することで、永久磁石性能の発現機構を明らかにする必要がある。