

# NdFeBの表面磁気構造評価

利用者 平野辰巳<sup>1</sup>、広沢哲<sup>2</sup>、深川智機<sup>2</sup>

所属 <sup>1</sup>日立製作所、<sup>2</sup>日立金属

## 1. 緒言

ハイブリッド自動車の駆動および発電の基幹要素である磁石式回転機として、Nd-Fe-B系永久磁石は今後、大量の需要が予測されている。Nd-Fe-B系永久磁石は、使用環境温度(160~200℃)で必要な高保磁力を維持できるよう、多量の重希土類元素(Tb,Dy)を添加して主相化合物(Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B)の結晶磁気異方性を増強している。希土元素であるこれら重希土類元素の使用量を低減する技術が必要となっているが、保磁力の発現メカニズムが充分解明されていない現状にある。このため、保磁力の決定要因である逆磁区の核発生磁界を支配すると考えられる主相表面欠陥層における結晶磁気異方性の表面深さ構造の解析が重要となる。

偏極中性子反射率法は、磁性多層膜などにおける磁性膜の磁化量、界面磁化の深さ分布やラフネス、磁化方向の分散などの界面磁気構造を非破壊で評価する有力な手法である[1]。日本原子力研究開発機構の原子炉：JRR-3の冷中性子ビームポート(C2-2)に、中性子反射率計：SUIRENが新たに設置された[2]。更に、本装置に中性子スピンを制御する偏極光学系を新たに組み込むことにより、偏極中性子反射率の実験が可能となった。本実験は、偏極中性子反射率の磁性材料への初めての適用でもあり、本報告では、NdFeB磁性材料を例にして、偏極中性子による反射率測定の可能性を検討した。

## 2. 実験方法

図1に、偏極中性子反射率モードにおけるSUIREN実験配置を示す。実験装置は、分光器、中性子スピンの偏極ミラー、中性子スピンの方向をそろえる外部磁場電磁石、中性子スピンを反転させるスピフリッパ、1.2Tまでの外部磁場電磁石を備えた試料回転台( )、試料で反射した中性子のスピン方向を解析するアナライザーミラー、中性子検出器からなる。試料下流側の外部磁場電磁石、アナライザーミラー、検出器は同一駆動台上に設置してあり、試料による中性子の反射角度(2θ)の走査が可能である。JRR-3からの非偏極・冷中性子の中性子は、Pyrolytic Graphite(002)により波長：3.93 Åに分光され、偏極ミラーにより中性子スピンは一方方向(アップ：+)に偏極される。外部電磁石により中性子スピン方向を揃えた後、スピフリッパの動作により、スピン反転(ダウン：-)した中性子を試料に照射することもできる。試料で反射した中性子は、下流側のスピフリッパ、アナライザーミラーにより、そのスピン方向(アップ：+ / ダウン：-)を特定しての検出が可能である。

中性子は、散乱ベクトルに垂直な試料面内磁化： $M$ と相互作用する。更に、中性子スピン： $S$ に平行な成分である $M_{||}$ との相互作用では、中性子スピンは非反転である。一方、 $S$ に垂直な成分である $M$ との作用では、中性子スピンは反転する。本装置では、4つの反射率： $R_{++}$ 、 $R_{+-}$ 、 $R_{-+}$ 、 $R_{--}$ の測定が可能である。ここで、 $R_{+-}$ は、試料に入射する中性子スピン(アップ：+)が試料での反射によりスピン反転(ダウン：-)した中性子反射率を表す。 $R_{++}$ と $R_{--}$ は $S$ と $M_{||}$ が平行及び反平行配置となるため、その反射率プロファイルは異なる。一方、 $R_{+-}$ と $R_{-+}$ は $S$ と $M$ が同等配置となるため、その反射率原理的に一致する。これらの反射率から、 $M$ の方向まで含めた深さ分布の解析が可能となる。

## 3. 実験結果

試料は、鏡面研磨したNdFeB焼結体で、そのサイズは15mm(磁化容易軸方向)×30mmである。磁化容易軸方向に、1.1Tの外部磁場を負荷した後、試料を回転させて磁化容易軸の垂直方向に1Tの外部磁場を負荷した4つの反射率を測定した。スピン非反転の反射率測定は各4時間、スピン反転反射率測定は各10時間程度である。偏極光学系の性能評価として、試料が無い状態での各偏極状態の中性子強度から、偏極ミラーの偏極率：0.986(アナライザーミラーも同値と仮定)、上流側スピフリッパの反転効率：0.993、下流側スピフリッパの反転効率：0.994が得られた。これらの偏極率、反転効率を補正した各反射率を図2に示す。また、X線反射率の測定結果も併せて示す。反射率が急激に減少する角度(θ)は中性子とX線と異なる。これは、屈折率の差異によるものである。 $R_{++}$ と $R_{--}$ の差異から、 $M_{||}$ の評価が可能である。また、 $R_{+-}$ と $R_{-+}$ は、ほぼ一致しており妥当な結果である。更にスピン非反転および反転した反射率は同等レベルにある。これは、容易軸方向の磁化成分( $R_{+-}$ 、 $R_{-+}$ )と外部磁場により表面側で回転した磁化成分( $R_{++}$ 、 $R_{--}$ )の測定ができていることを示している。

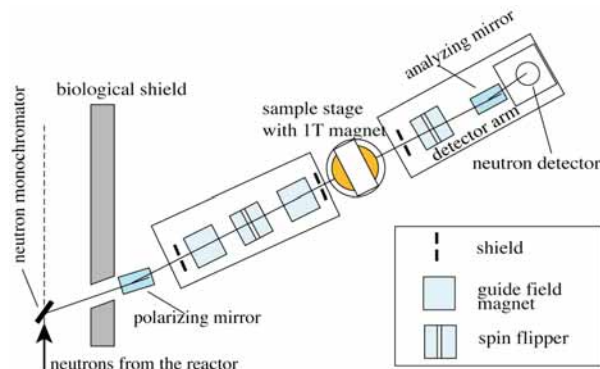


図1 偏極中性子反射率モードにおけるSUIREN実験配置

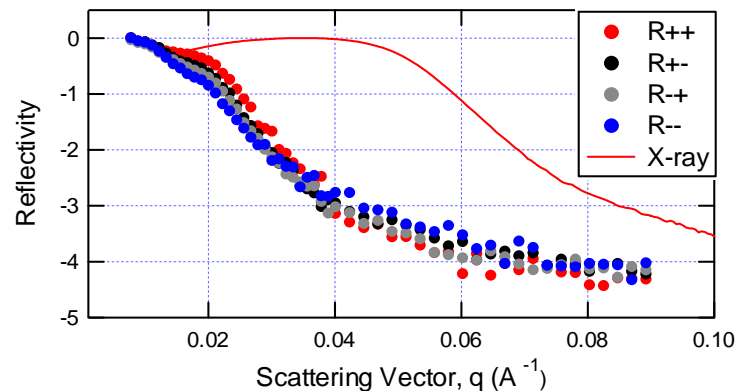


図2 鏡面研磨したNdFeB焼結体の偏極中性子反射率およびX線反射率の測定結果

## 参考文献

[1] G. P. Felcher et al., Rev. Sci. Instrum. **58**, 609-619 (1986).  
 [2] D. Yamazaki et al., JAEA-Technology 2007-030, 1-21 (2007).