

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

利用報告書

報告日 2023年5月29日

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

●利用課題名

ローレンツ TEM を用いた軟磁性ナノ粒子の磁化反転イメージング

●申請者情報

機関名：産業技術総合研究所

部署名：磁性粉末冶金研究センター

代表者：平山悠介 主任研究員

●利用期間

2022年12月13日～2022年12月15日

●利用装置

ホログラフィー電子顕微鏡（300kV）（東北大学）委託分析

●利用分野

ナノテクノロジー・物質・材料

●利用目的

一般的に、軟磁性材料と保磁力の関係は図1に示すように、結晶サイズに大きく依存することが知られている。磁性材料の保磁力は、材料中の結晶粒径のサイズがミリメートルレベルから小さくなるにしたがって大きくなり、100 ナノメートル付近で最大値を示す。一方、それよりも粒径が小さくなると急激に保磁力が小さくなる。

ナノ粉末の場合、最小単位である1粒子の磁化反転を評価することは、軟磁性材料開発にとって欠かせないものであると同時に、物理的にも1つのナノ粒子の磁化反転挙動を動的に捉えることは磁化反転挙動の理解を深めることとなる。

本研究では顕微的手法を用いてナノ粒子の磁化反転挙動を動的に評価することを目的とする。

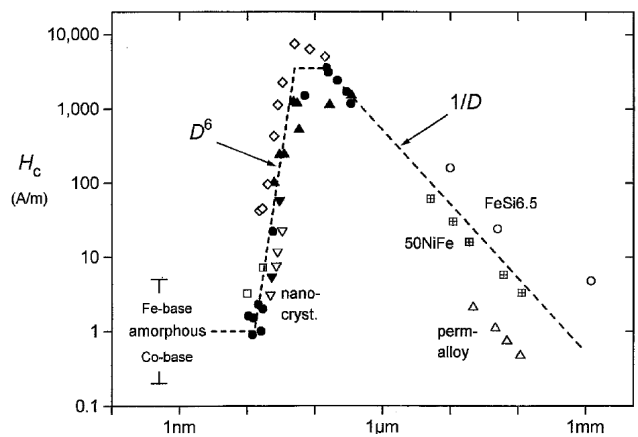


図 保磁力の粒径依存性

Ref. G. HERZER, Handbook of Magnetic Materials 10 (1997) 418

●利用結果

ナノ粒子を伝導性樹脂に包埋し、集束イオンビーム（FIB）で薄片加工し TEM 観察用試料とした。東北大の磁場印可ホルダーによる水平磁場印可環境で、ローレンツ顕微鏡法と電子線ホログラフィーにより磁区構造観察を試みた（磁場印可ホルダーでは像の拡大率が中低倍率に制限される）。

今回の試料は代表的な粒径として、 ~ 30 nm、 $700\text{nm} \sim 1\mu\text{m}$ 、 $6\mu\text{m}$ 、と様々なサイズのナノ粒子が混在しており、FIB 加工の結果、小径の粒子が FIB のマスクの役割をして多数の筋状の加工跡が生じていた。

粒径約 $6\mu\text{m}$ の大きな粒に関しては動的磁場下のローレンツ顕微鏡法で還流磁区の磁壁の運動が観察されたが、粒径 $700\text{nm} \sim 1\mu\text{m}$ の試料においては、ローレンツ顕微鏡法、および電子線ホログラフィーにより、磁区構造らしきコントラストが確認されたものの、FIB の加工跡の厚さムラの影響が大きく、磁区構造の解析が出来なかった。小径の粒子による FIB 加工跡の影響を避けるためには、DEPO 膜直下に観察対象の粒子が存在する必要がある、試料の調整に工夫が必要である。

~ 30 nm の粒子に関しては、中低倍でのローレンツ顕微鏡法や電子線ホログラフィーでは磁区構造解析が難しく、高倍率でのホログラフィー観察が必要で、東北大の磁場印可ホルダーを用いた磁場下での観察は難しいことがわかった。

●成果公開について

本利用報告書を 2025 年 3 月に公開する

- 受付番号 : C22P0026-G
- 受理日 : 2023 年 6 月 1 日
- 受付担当者 : 岸