

X線磁気円偏光発光を利用した 方向性電磁鋼板の磁区観察

量子科学技術研究開発機構 (QST)

放射光科学研究センター

稲見俊哉

共同研究者

量子科学技術研究開発機構

菅原 健人

JFEテクノリサーチ

中田 崇寛

阪口 友唯

高橋 真

Outline

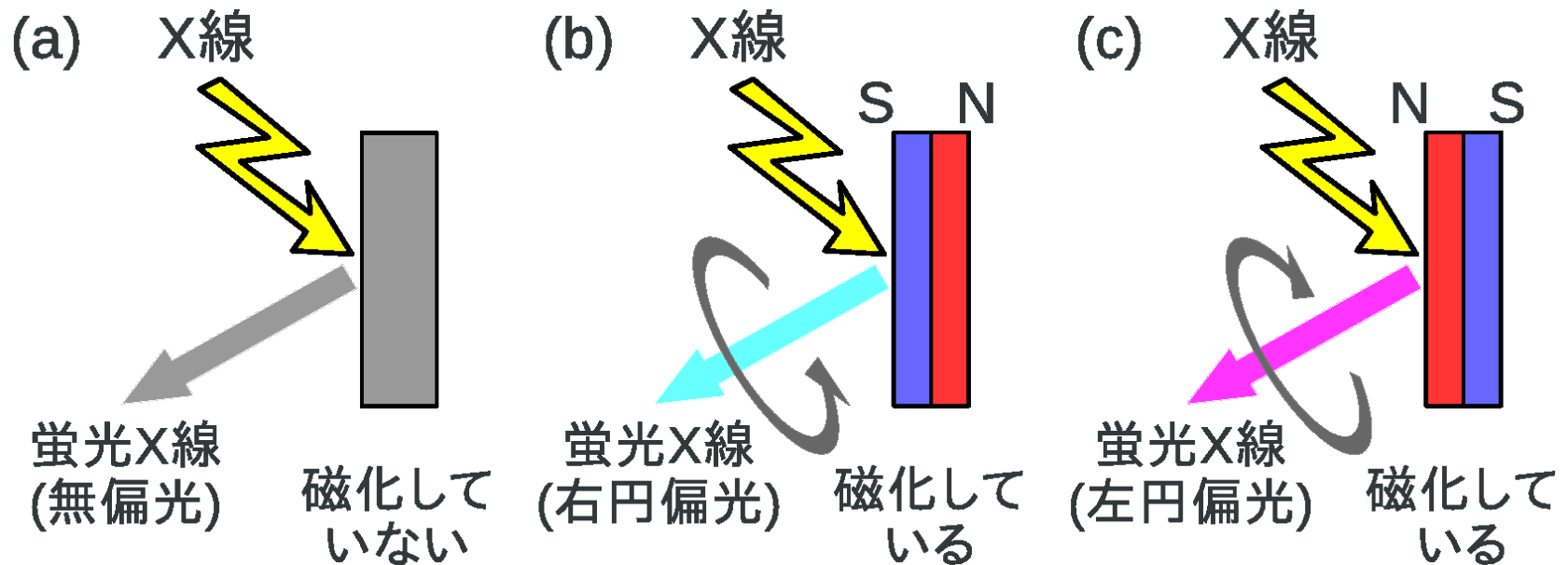
- 原理：X線磁気円偏光発光(XMCPE)とは
- 装置：XMCPE磁気顕微鏡
- 研究例：方向性電磁鋼板の埋もれた磁区の観察
- 開発：磁区の深さ分解測定
- まとめ

原理：X線磁気円偏光 発光(XMCPE)とは

X線磁気円偏光発光(XMCPE)

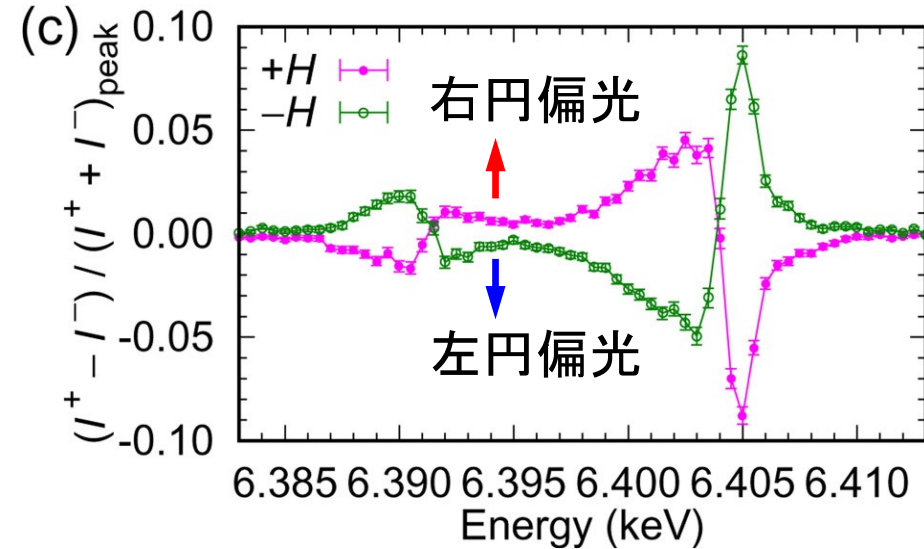
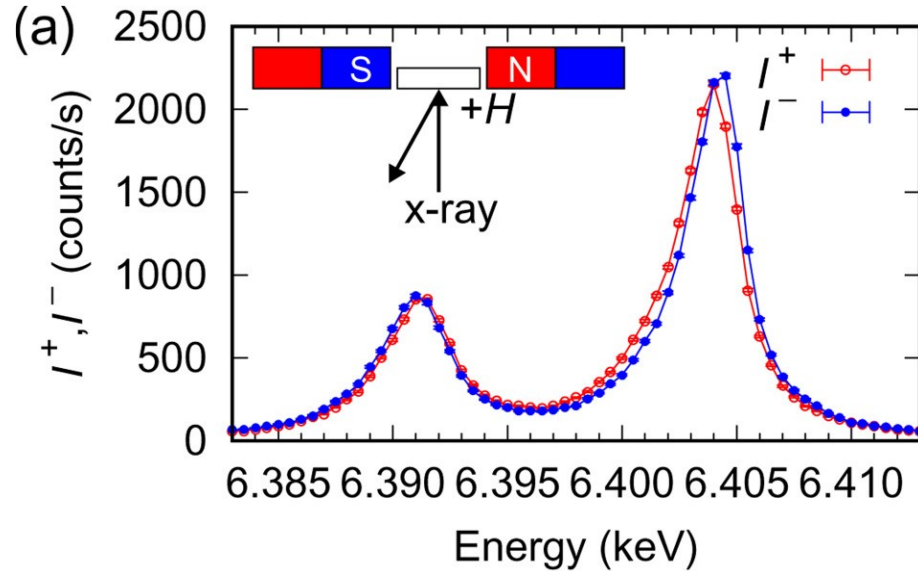
X線領域の新しい磁気光学効果

T. Inami, Phys. Rev. Lett. **119**, 137203 (2017).



硬X線領域で、3d遷移金属元素に高い感度(~25%)
⇒ バルク敏感な磁気顕微鏡

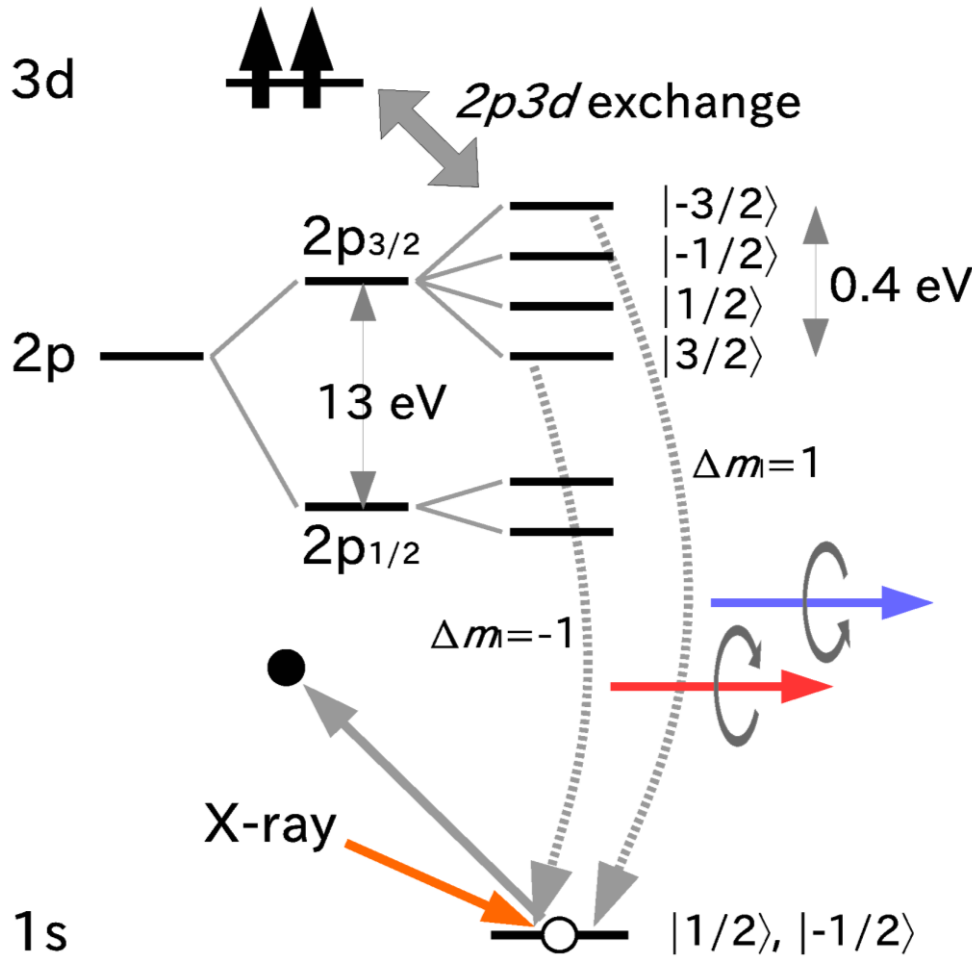
Fe $K\alpha_{1,2}$ スペクトル



K. Sugawara *et al.*, J. Appl. Phys. **130** 113901 (2021).

- (a) 鉄 $K\alpha_{1,2}$ 発光スペクトル I^+ と I^- 、それぞれ右円偏光、左円偏光射影成分。 $I^+ = I_0(1+P_C)/2$ 、 $I^- = I_0(1-P_C)/2$ 、 $I_0 = I^+ + I^-$ 、 P_C : 円偏光度。試料は鉄単結晶。磁化は磁石で飽和させている。
- (b) I^+ と I^- の差をピーク強度で規格化したもの。大まかな円偏光度に対応。磁場を反転すると円偏光度の符号も反転。

Qualitative interpretation



1. An incident x-ray photon creates a 1s core hole.
2. A fluorescence x-ray is emitted when a 2p electron occupies the 1s core hole.
3. The final $2p^5$ state splits into a $2p_{3/2}$ quartet and a $2p_{1/2}$ doublet because of large spin-orbit coupling.
4. The $2p3d$ exchange interaction further splits these multiplets when a magnetic moment exists in the 3d orbital, producing spin polarization.
5. Because of the large spin-orbit coupling, the spin polarization results in the orbital polarization, which is the origin of circularly polarized x-rays.

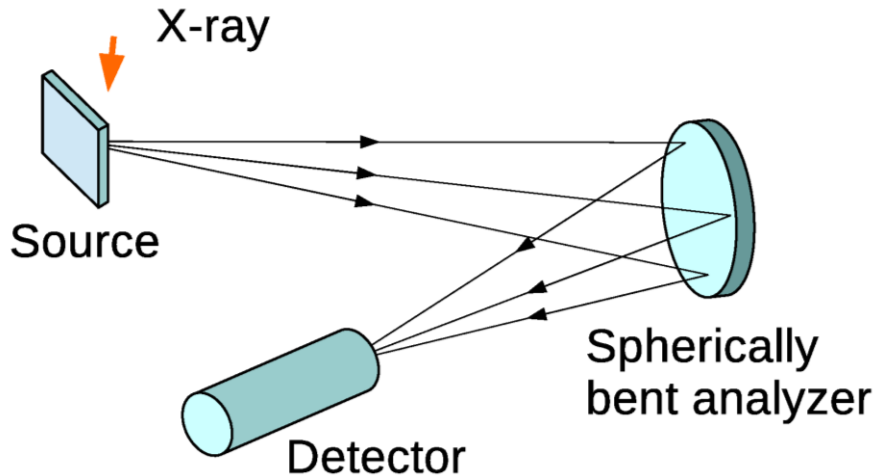
装置：XMCPE磁気顕微鏡

非弾性X線散乱分光器

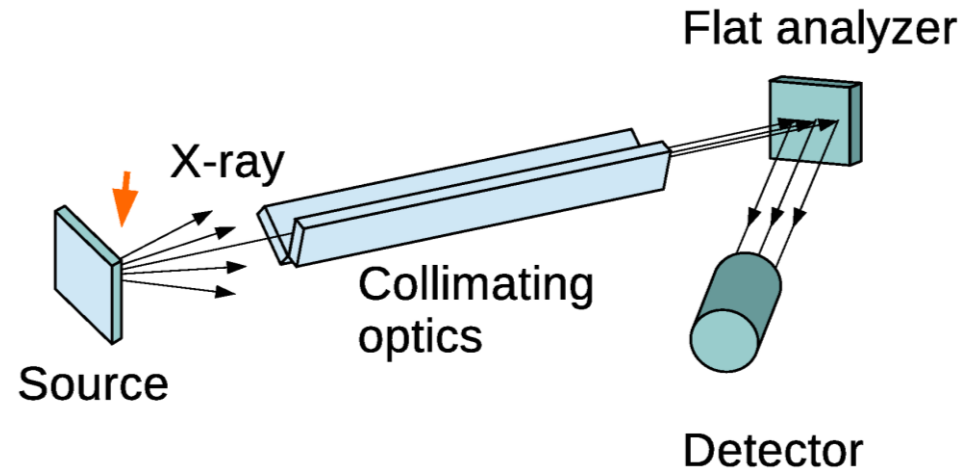
波長分散でない非弾性X線散乱分光器

(1) 球面湾曲結晶 + 背面反射

(2) 平行化光学系 + 平板結晶



大立体角

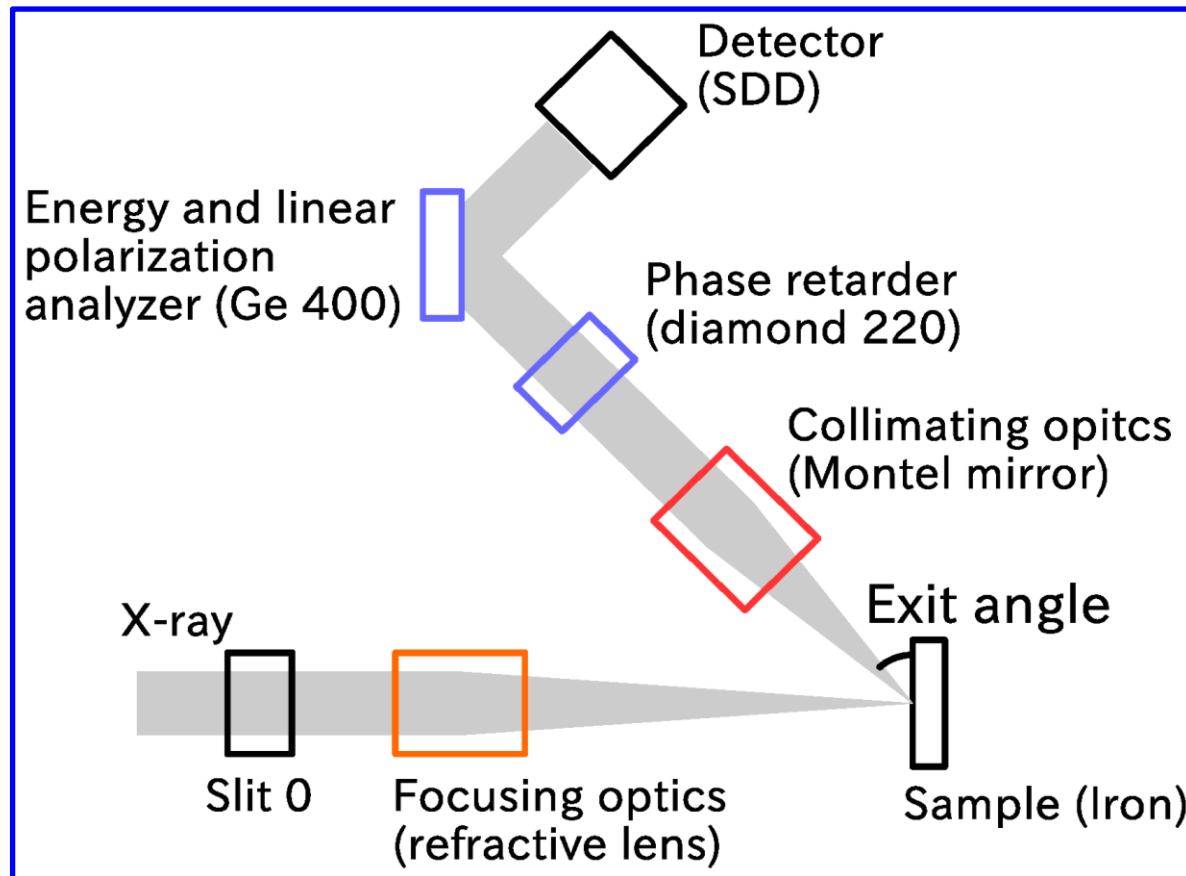


高分解能化、偏光解析

放射光XMCPE磁気顕微鏡

SPring-8 量研専用ビームラインBL11XU

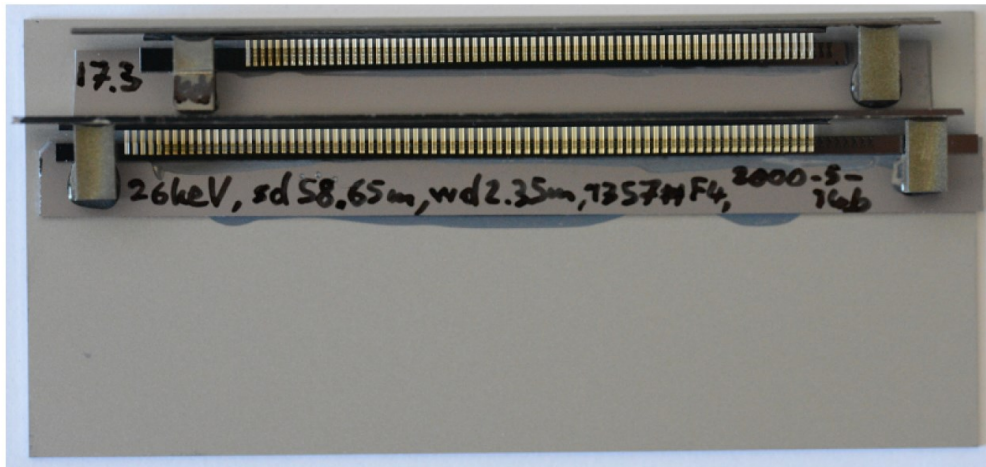
1. 集光光学系 [空間分解能] (屈折レンズ, 10 μm)
2. 平行化光学系 [高効率] (Montelミラー, 21 mrad \times 21 mrad)
3. 円偏光アナライザー (移相子 + 直線偏光アナライザー)



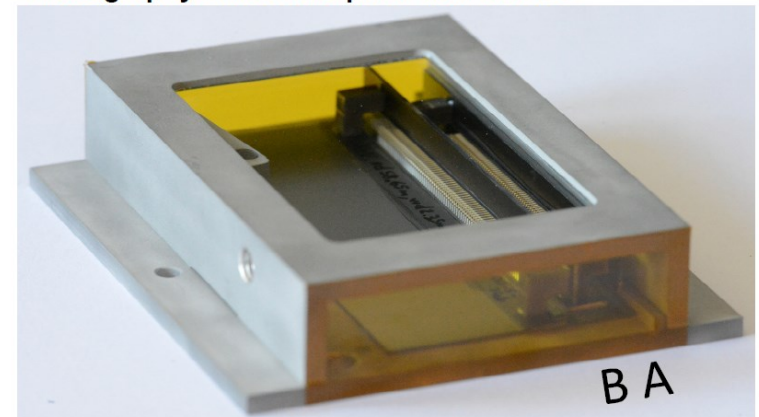
K. Sugawara *et al.*,
J. Appl. Phys. **130**,
113901 (2021).

集光光学系

- 樹脂製屈折レンズ
- 10 μm 集光
- 17 keV用と26 keV用
- 焦点距離 2 m
- KIT

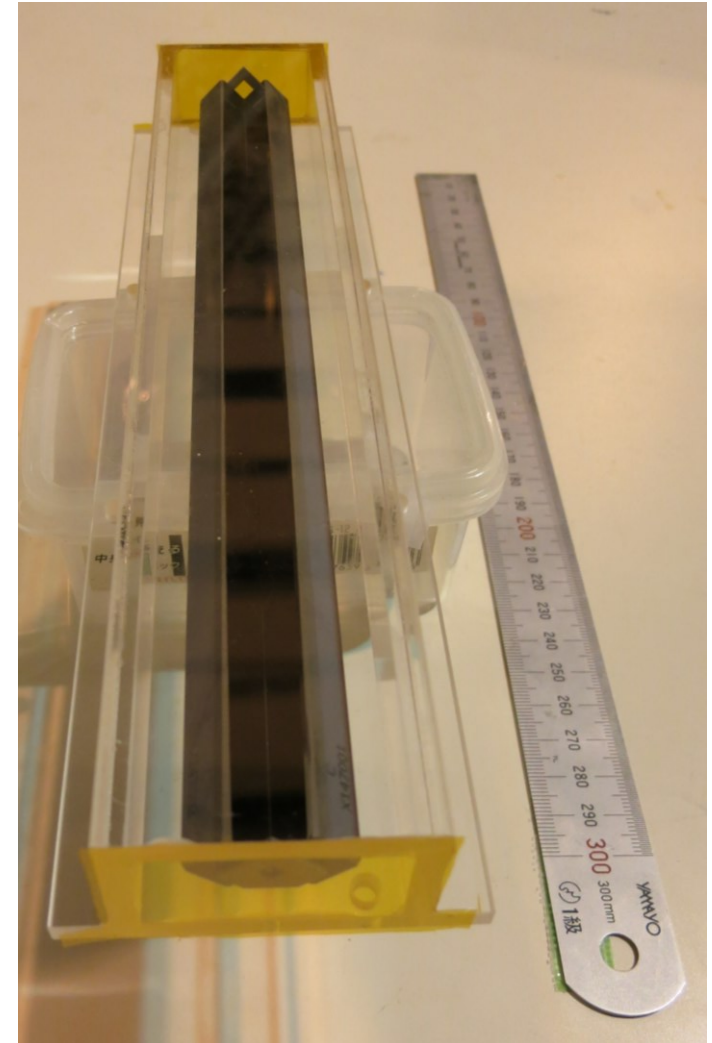
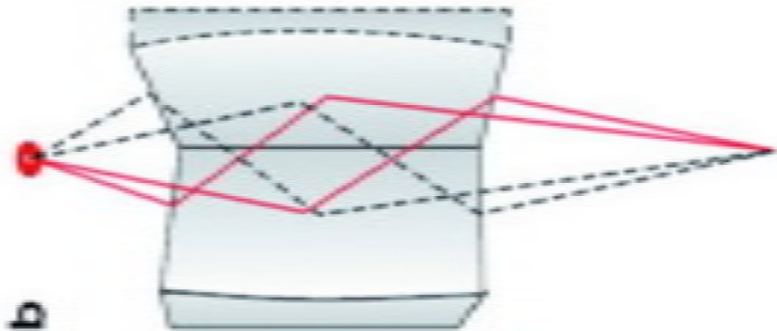


Photography of the lens plate with names:



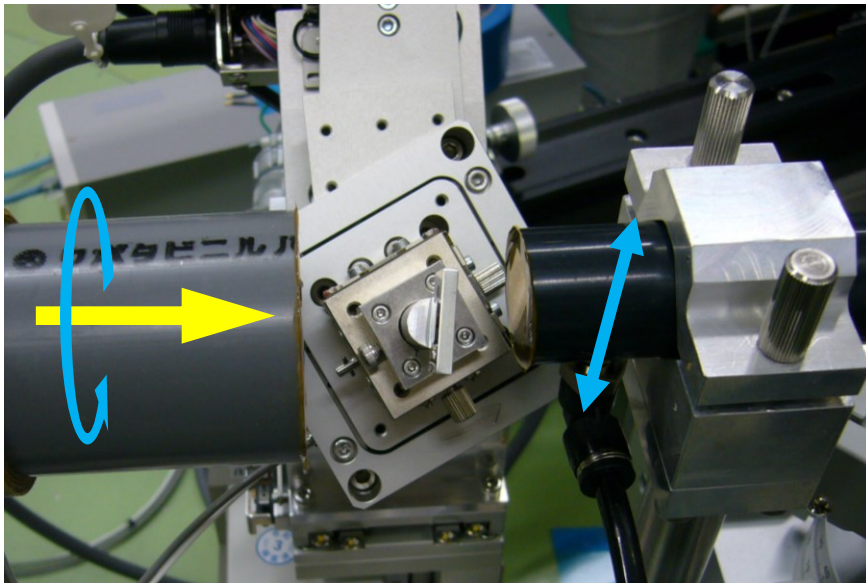
平行化光学系

- Montelミラー
- 放物面ミラー2枚を直交配置
- Laterally graded Ni/C 多層膜
- 長さ 250 mm, FL 200 mm
- 立体角 $21 \text{ mrad} \times 21 \text{ mrad}$
- $10 \mu\text{m}$ 発光点からの発散光を
発散角 $100 \mu\text{rad}$ の平行光に
- 6.4 keV用 (Fe $K\alpha$)
- JTEC & INCOATEC

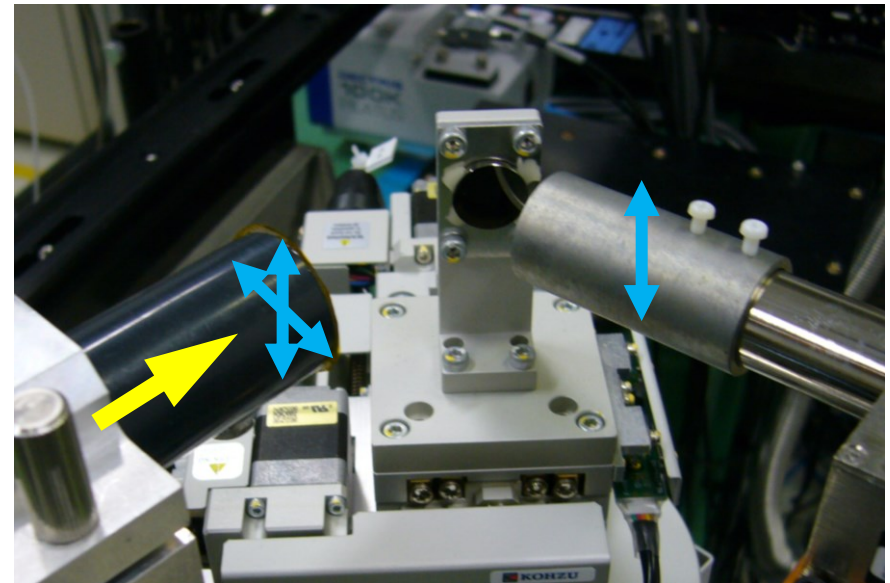


円偏光アナライザー

- 移相子 + 直線偏光アナライザー
- 移相子 diamond (220) or (111) 円偏光 \leftrightarrow 直線偏光
- 直線偏光アナライザー Ge(400) 直線偏光度の評価

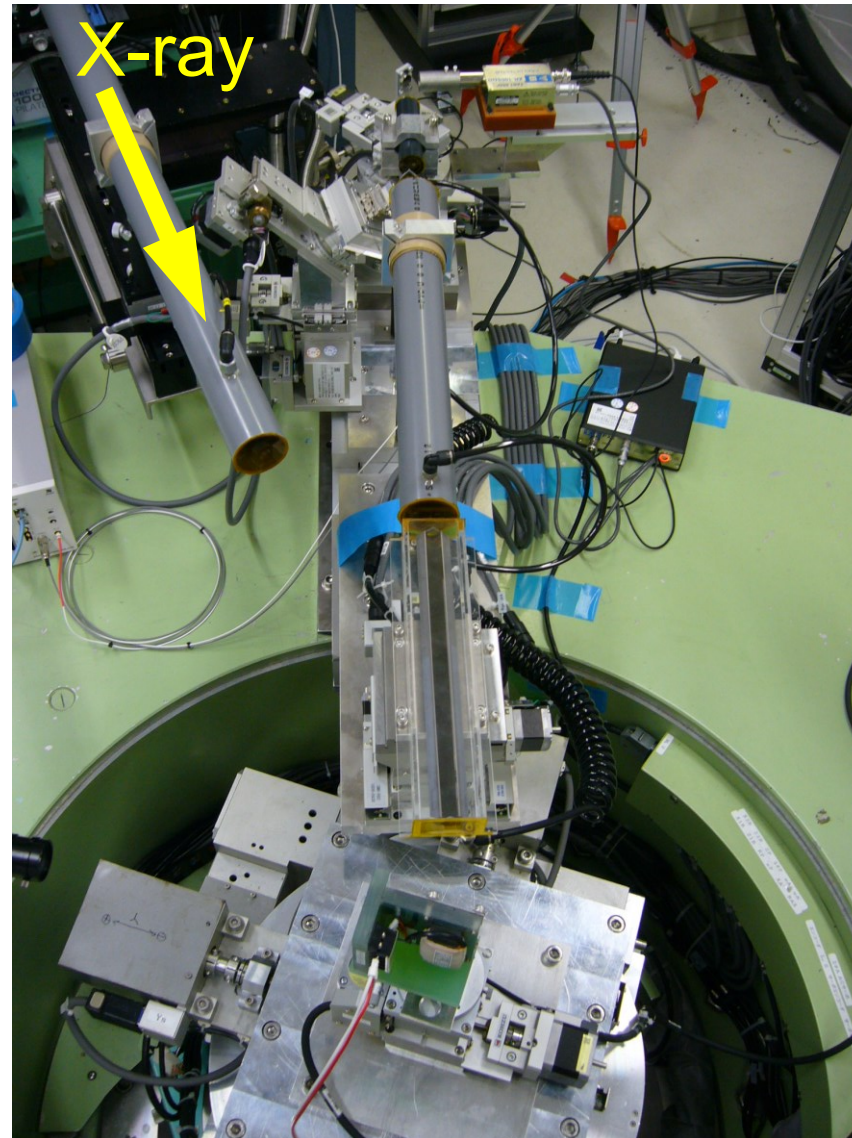


移相子



直線偏光アナライザー

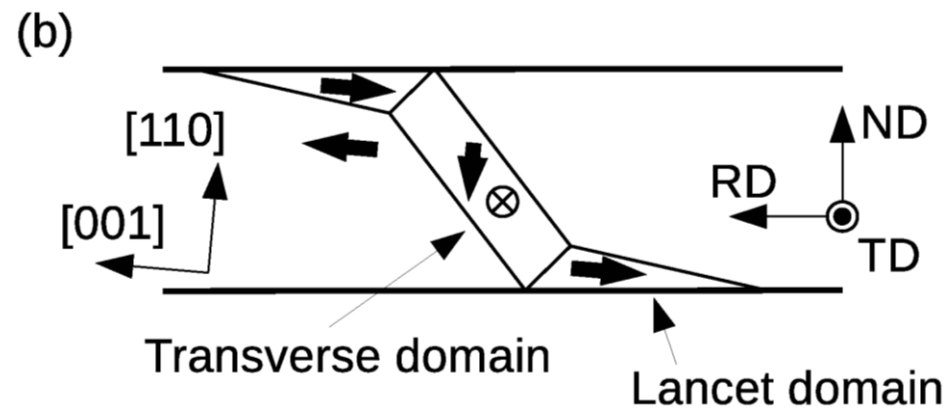
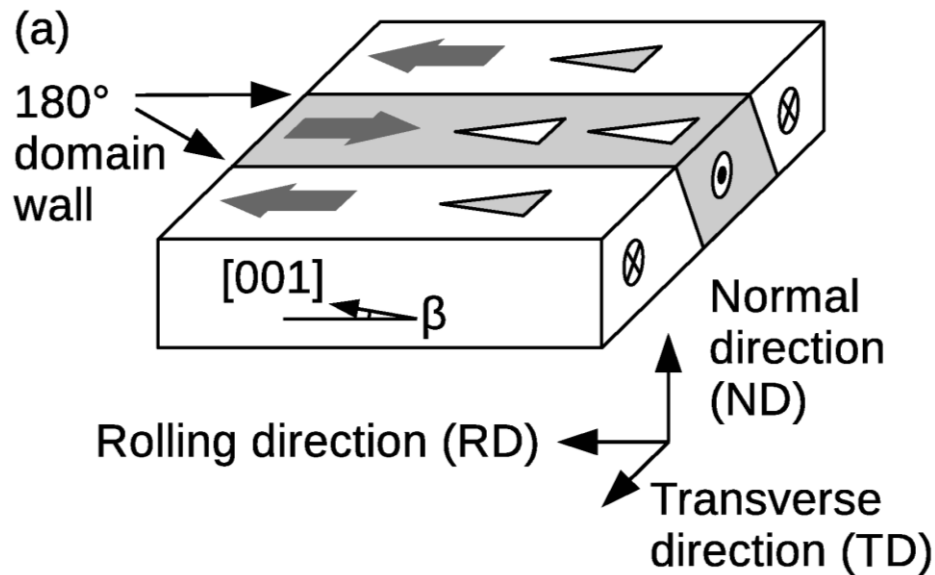
磁気顕微鏡受光部



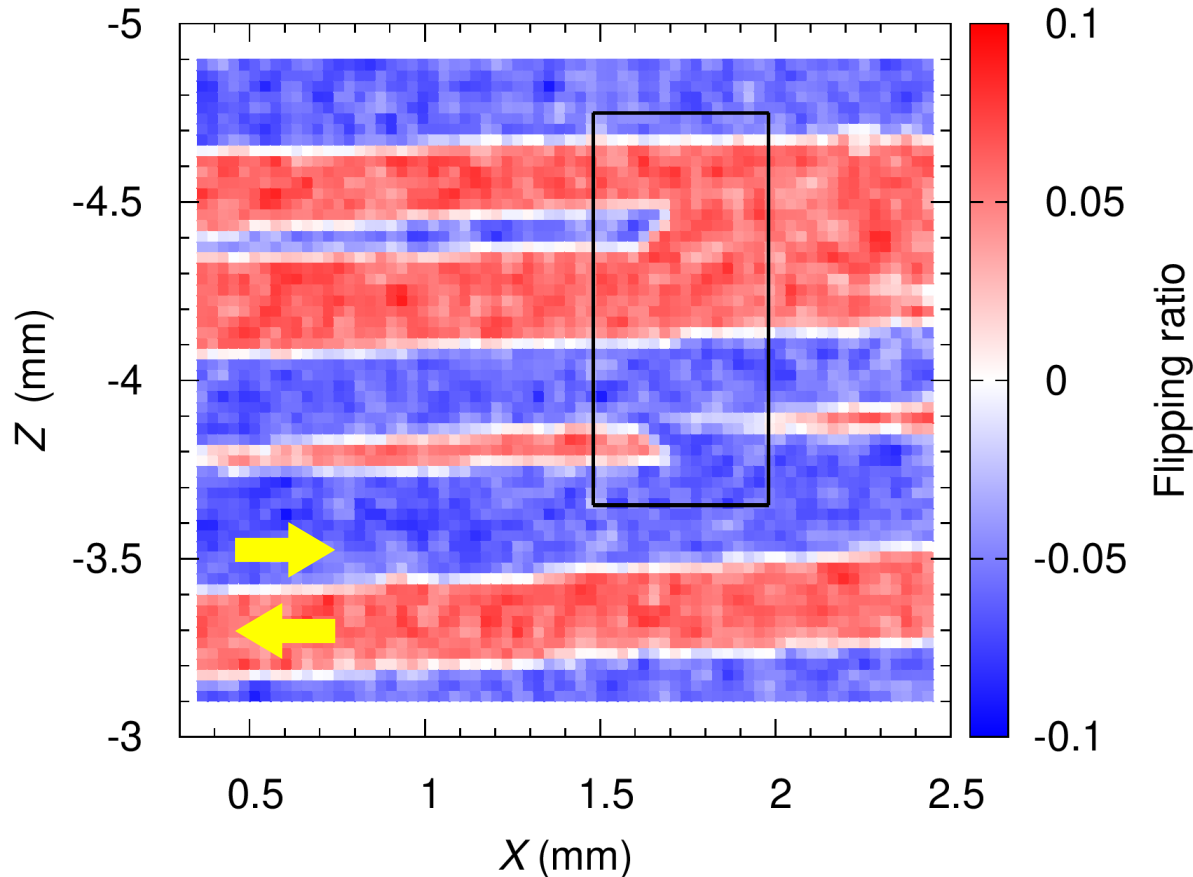
研究例：方向性電磁鋼板 の埋もれた磁区の観察

方向性電磁鋼板

- 変圧器の鉄心等に用いられる軟磁性材料、鉄損と磁歪の低減が課題
- 厚さ0.3 mm程度の珪素鋼の薄板
- 圧延方向と α 鉄の[001]軸がほぼ平行な、方位がよくそろった多結晶体
- 磁化は[001]軸に平行で、磁化に沿った数百 μ m幅のストライプ状の磁区を形成
- 表面磁荷を緩和するために補助磁区が生成され、表面にくさび型のlancet磁区
- lancet磁区はtransverse磁区を介して、つながっていると考えられている
- transverse磁区は磁歪の主因
- 埋もれた磁区のため、これまで直接観測されたことはない



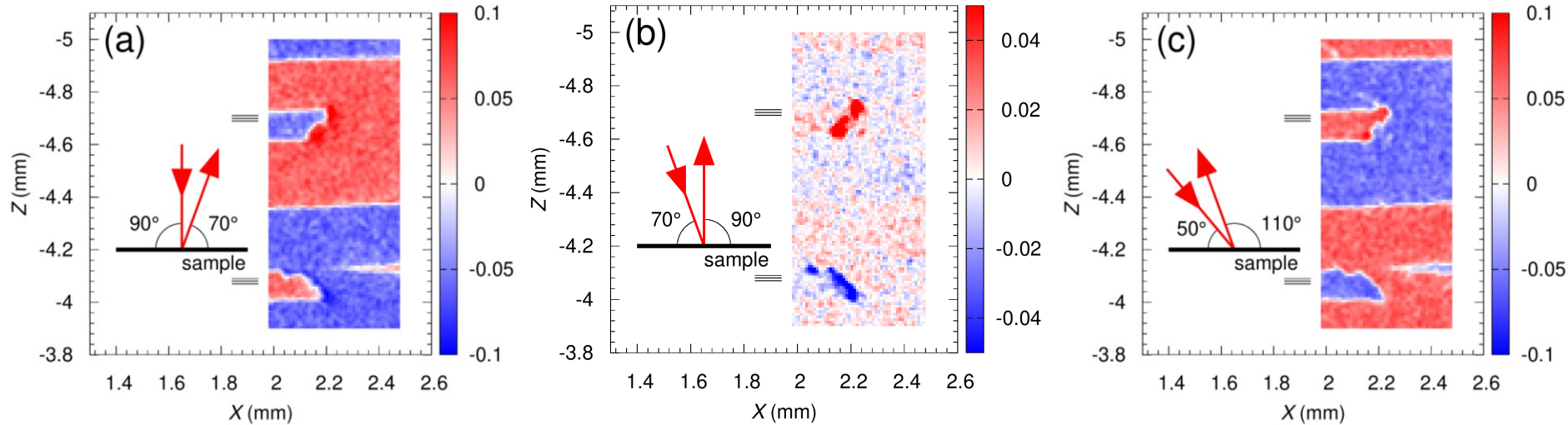
測定した磁区像(全体)



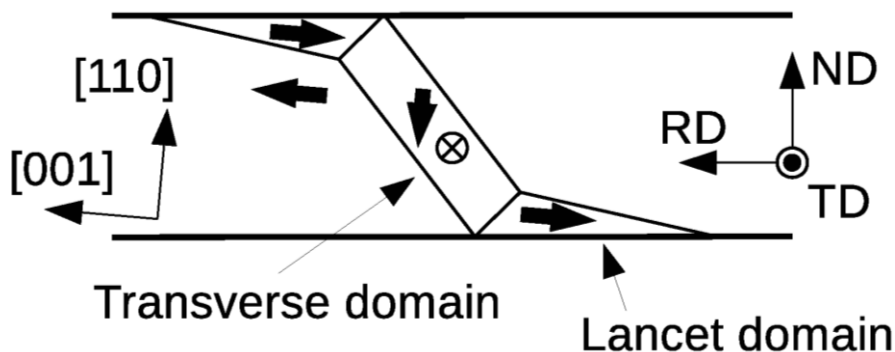
T. Inami *et al.*,
IEEE Trans. Mag.
59, 6000406 (2023).

今回観測した電磁鋼板 (JIS:30P105, 絶縁被膜付) の磁区像。
30 μm ステップ。ストライプ状の主磁区とlancet磁区が観測される。
入射エネルギー 17.3 keV。入射角 90° 、出射角 60° 。

測定した磁区像(詳細)

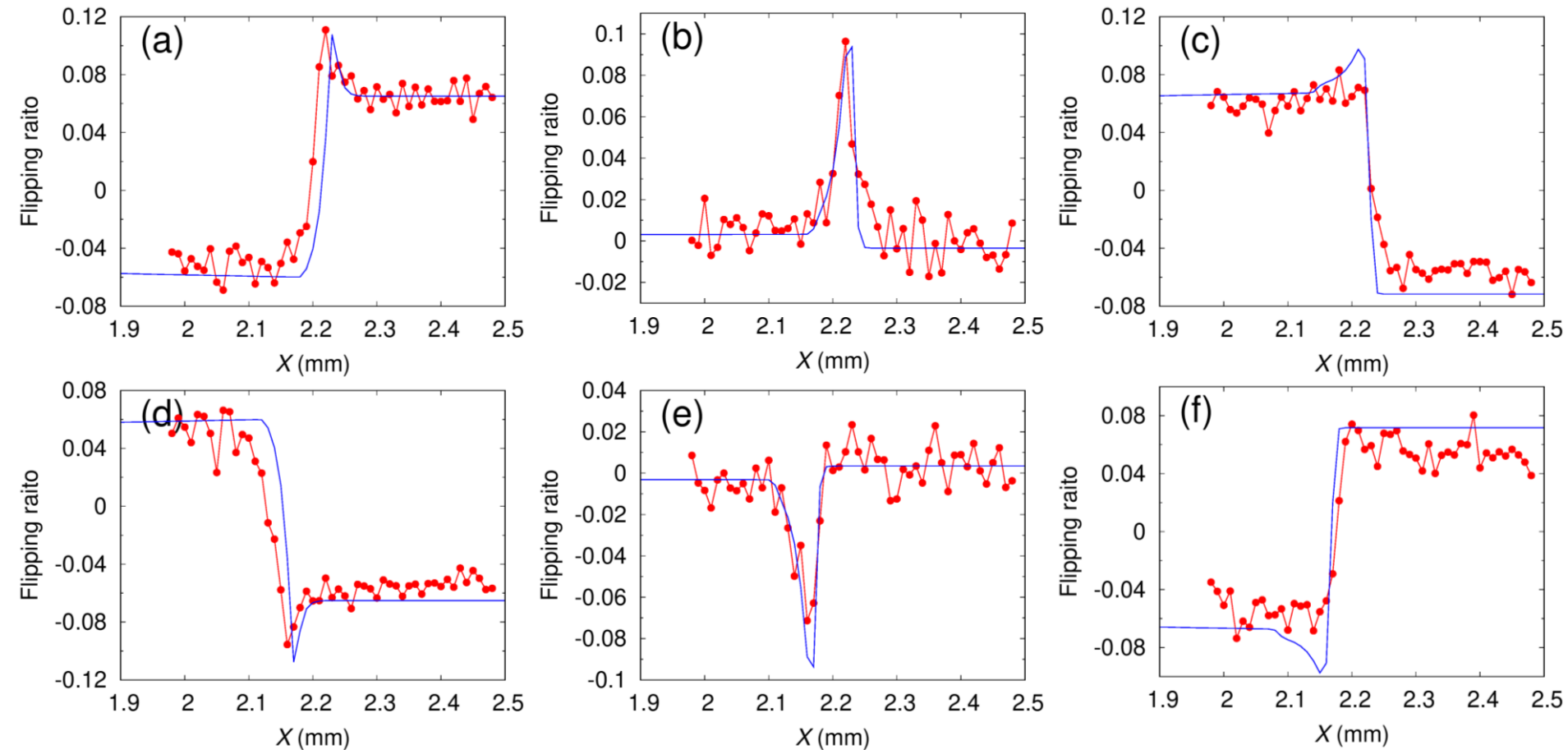


lancet磁区の根本近傍の詳細図。出射角を 70° 、 90° 、 110° と変えて測定。10 μm ステップ。入射エネルギー 26 keV。transverse磁区を強調して観測。分裂するなど構造がある。



T. Inami *et al.*,
IEEE Trans. Mag.
59, 6000406 (2023).

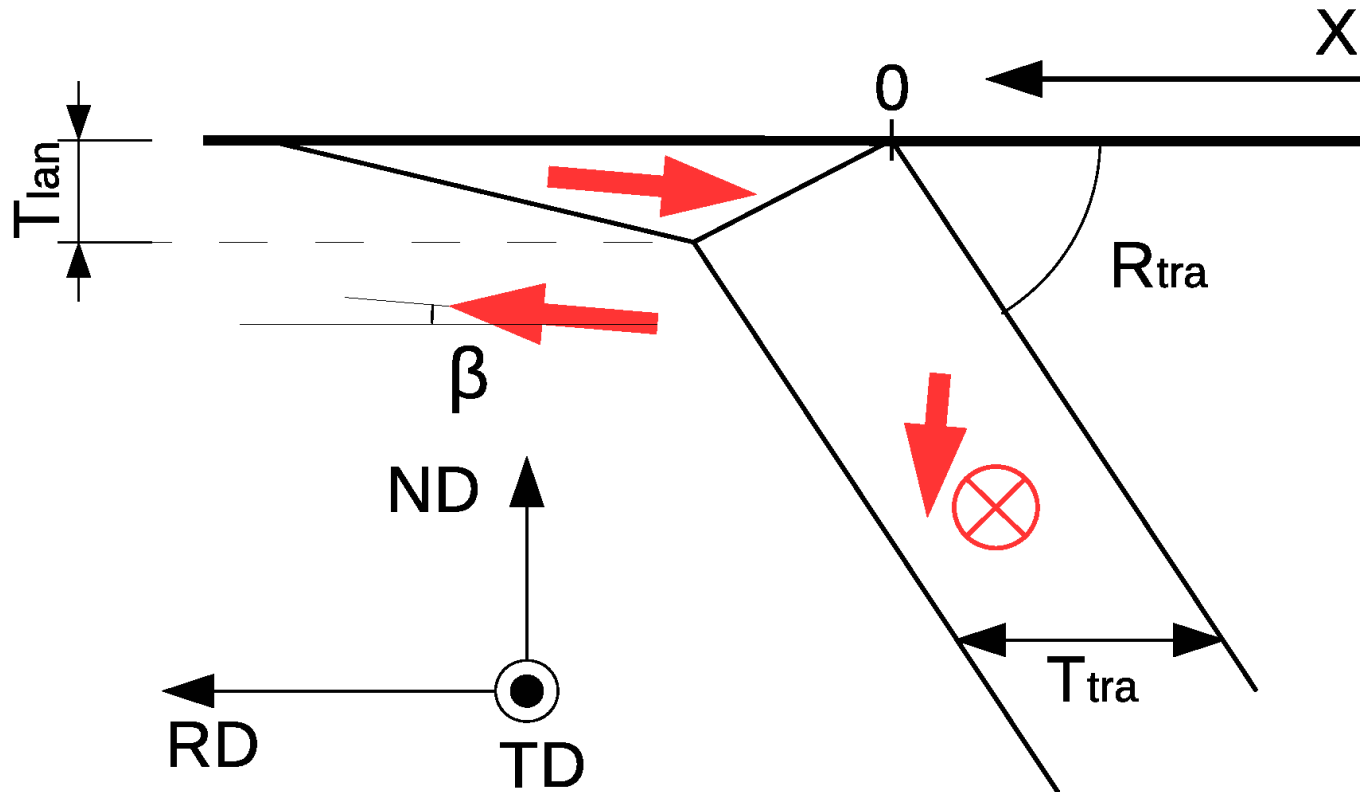
シミュレーション結果



磁区モデルをray trace で求めた装置分解能で畳み込んだ結果。左、中、右列は、出射角70度、90度、110度に対応。上下行は、 $Z = -4.71, -4.70, -4.69$ と $Z = -4.09, -4.08, -4.07$ に対応。

T. Inami *et al.*,
 IEEE Trans. Mag.
59, 6000406 (2023).

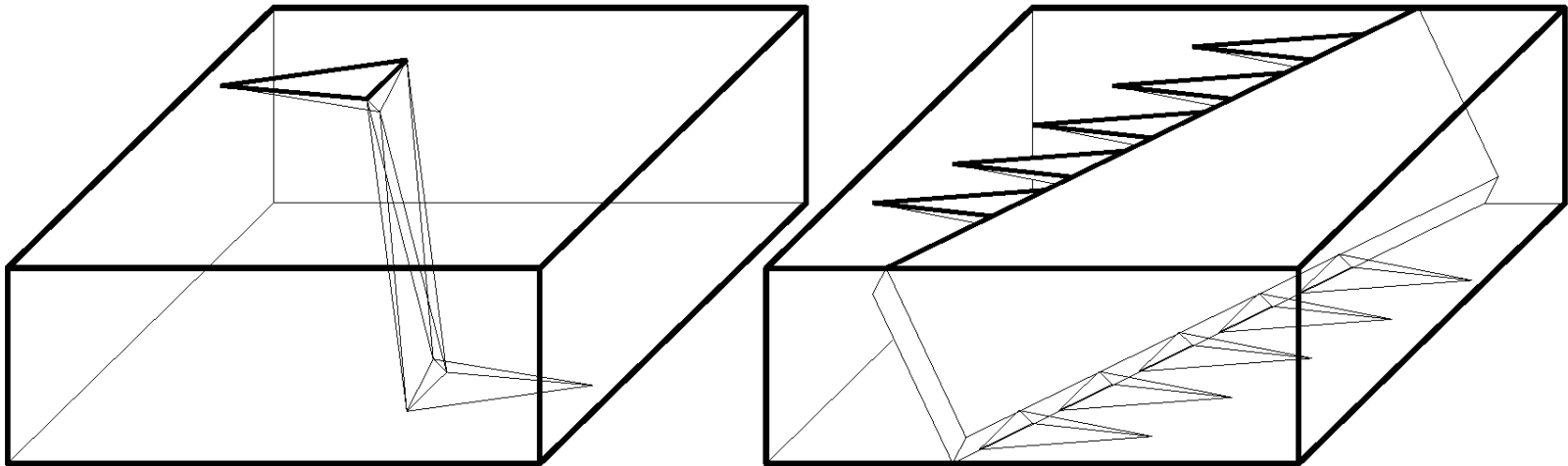
用いた磁区モデル



- $R_{tra} = 60^\circ$ 、 $\beta = 1^\circ$ で固定。
- $T_{tra} = 70 \mu\text{m}$ 、 $T_{lan} = 43 \mu\text{m}$ で良い一致。

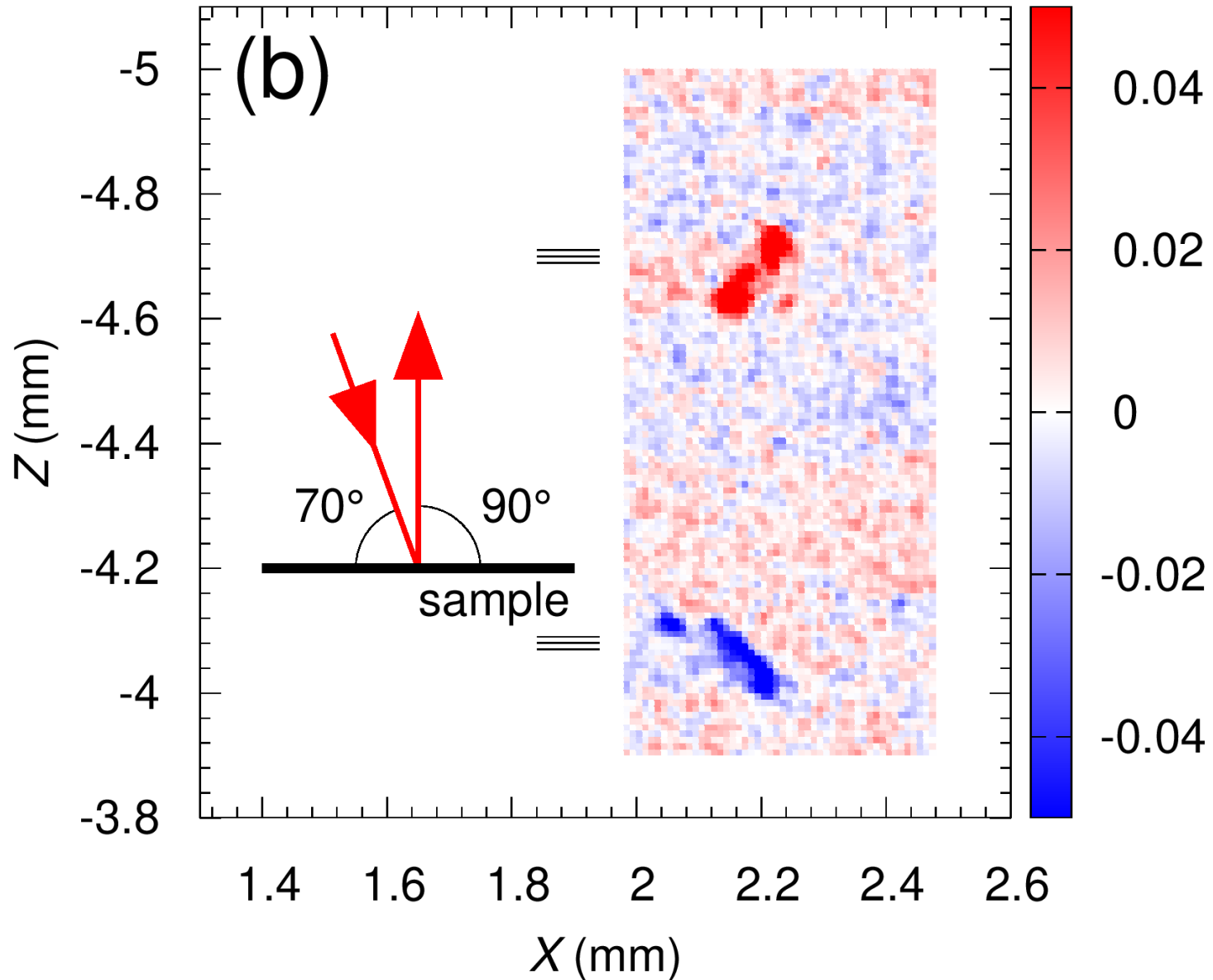
T. Inami *et al.*,
 IEEE Trans. Mag.
59, 6000406 (2023).

補助磁区の透視図



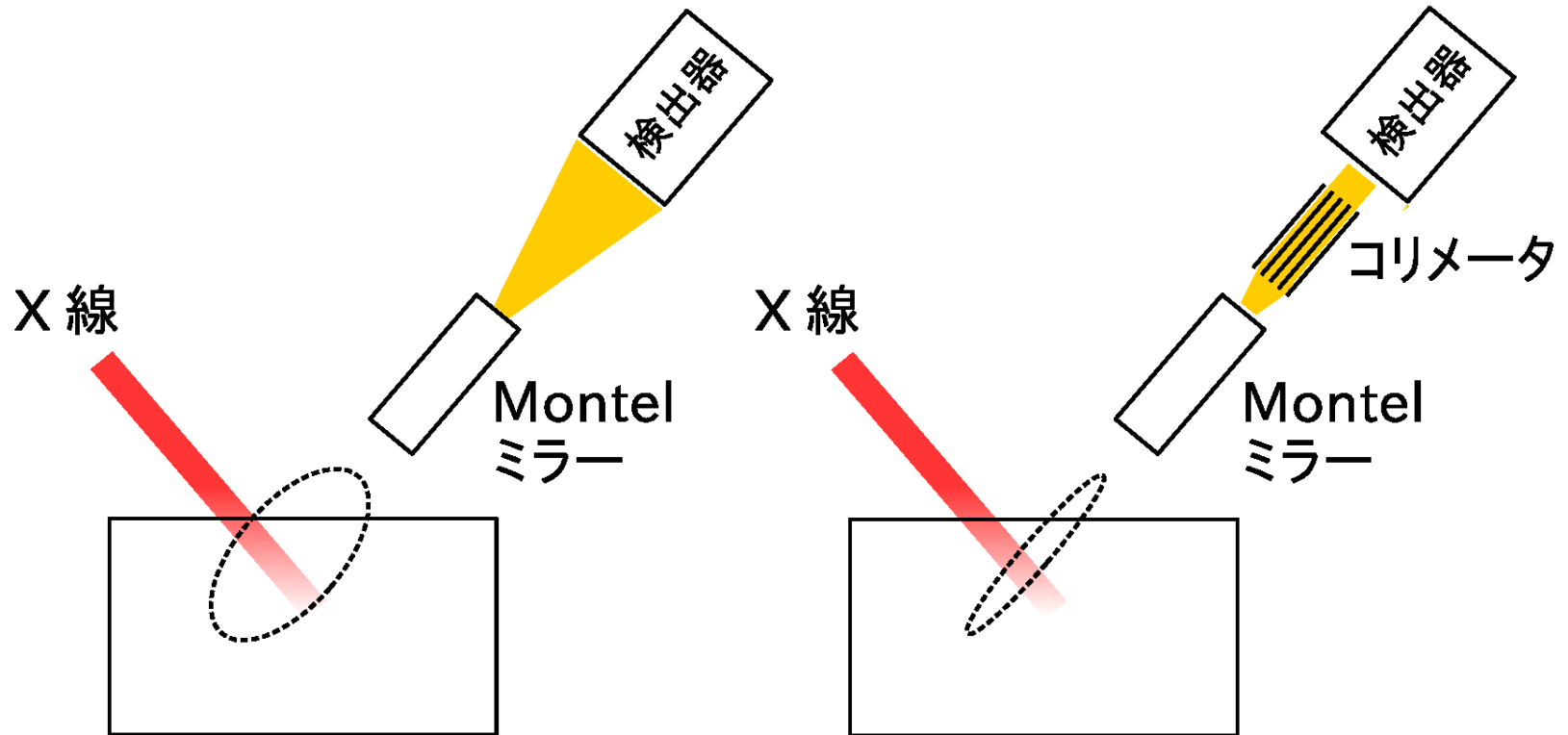
当たり前だが、これまでは、lancet磁区を一本のtransverse磁区がつなぐようなモデルや、補助磁区の密度が高い場合は、transverse磁区がつながって板状になるような単純なモデルが提案されていた。

拡大図



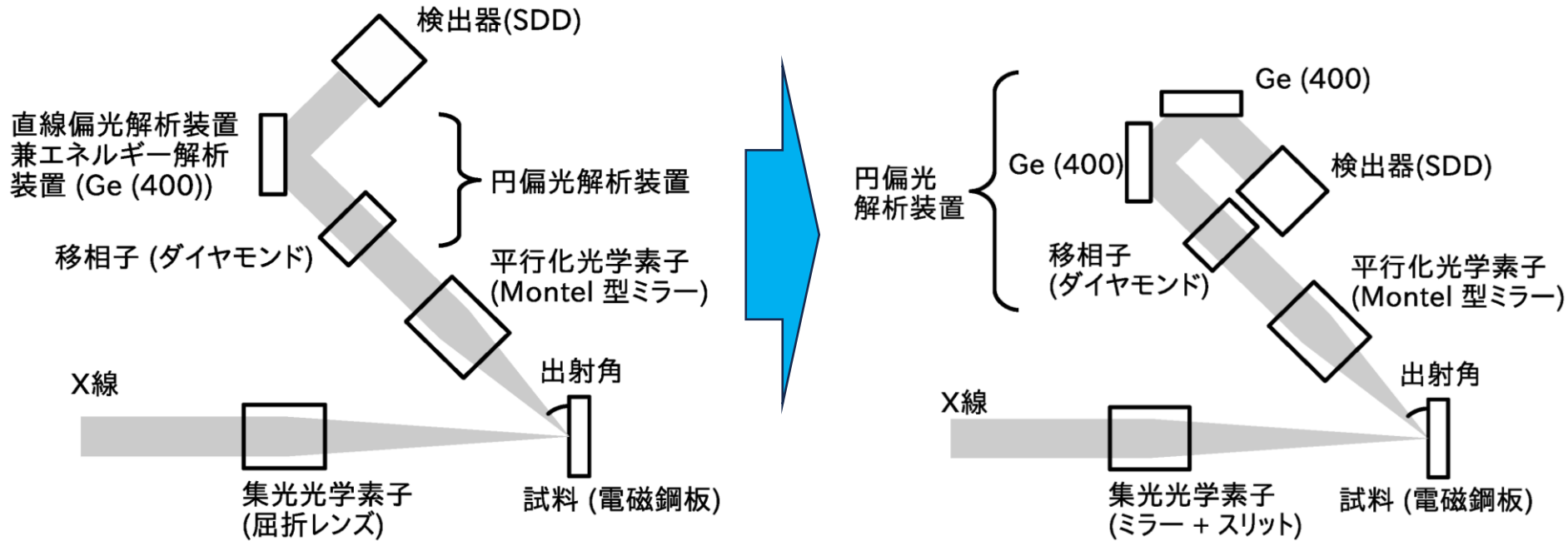
開発：磁区の深さ分解測定

深さ分解測定(原理)



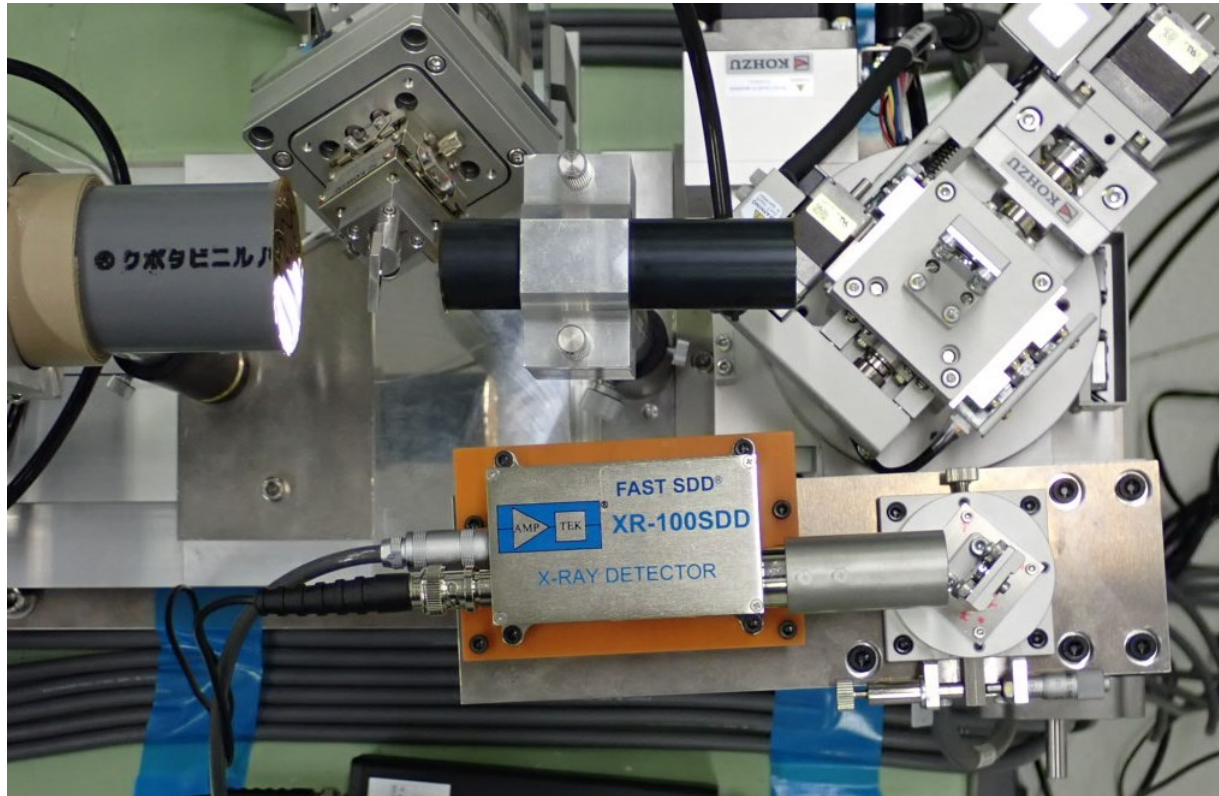
深さ分解測定は共焦点光学系を構築することで実現する。Montelミラーは受光領域が広く、深さ分解ができない。しかし、Montelミラーは、発光点分布を発散角分布に変換する素子なので、発散角を制限することにより、観測する領域を制限できる。

深さ分解測定(装置)



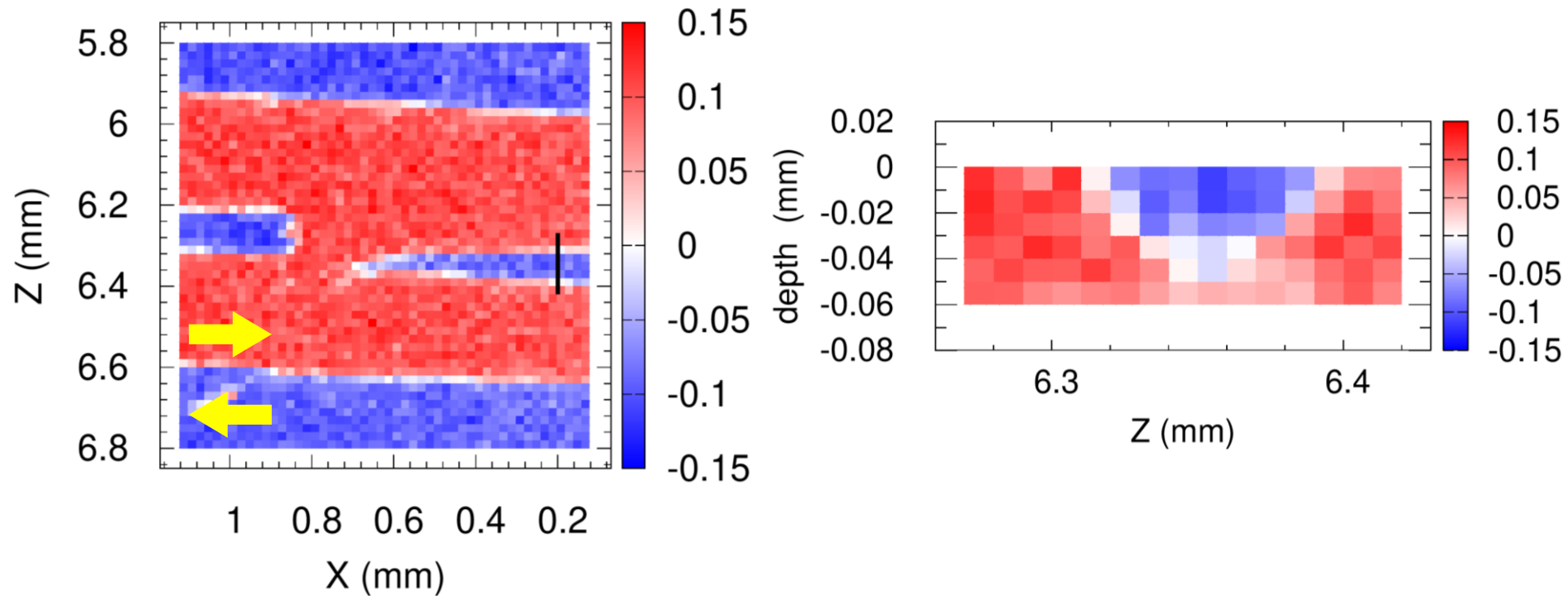
直線偏光アナライザを一結晶から十十配置の二結晶に変更。これにより、角度分解能を向上させ、深さ分解測定を実現。

深さ分解測定(装置)



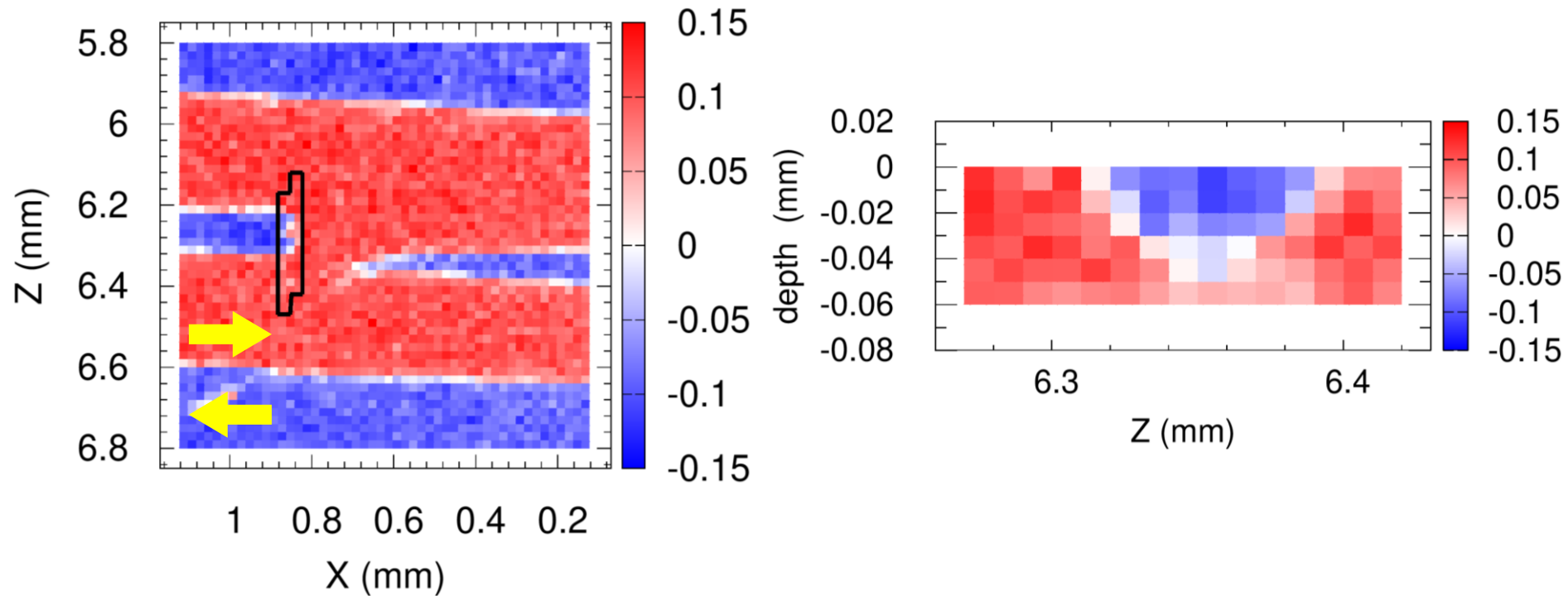
直線偏光アナライザを一結晶から十十配置の二結晶に変更。これにより、角度分解能を向上させ、深さ分解測定を実現。

測定結果(1)



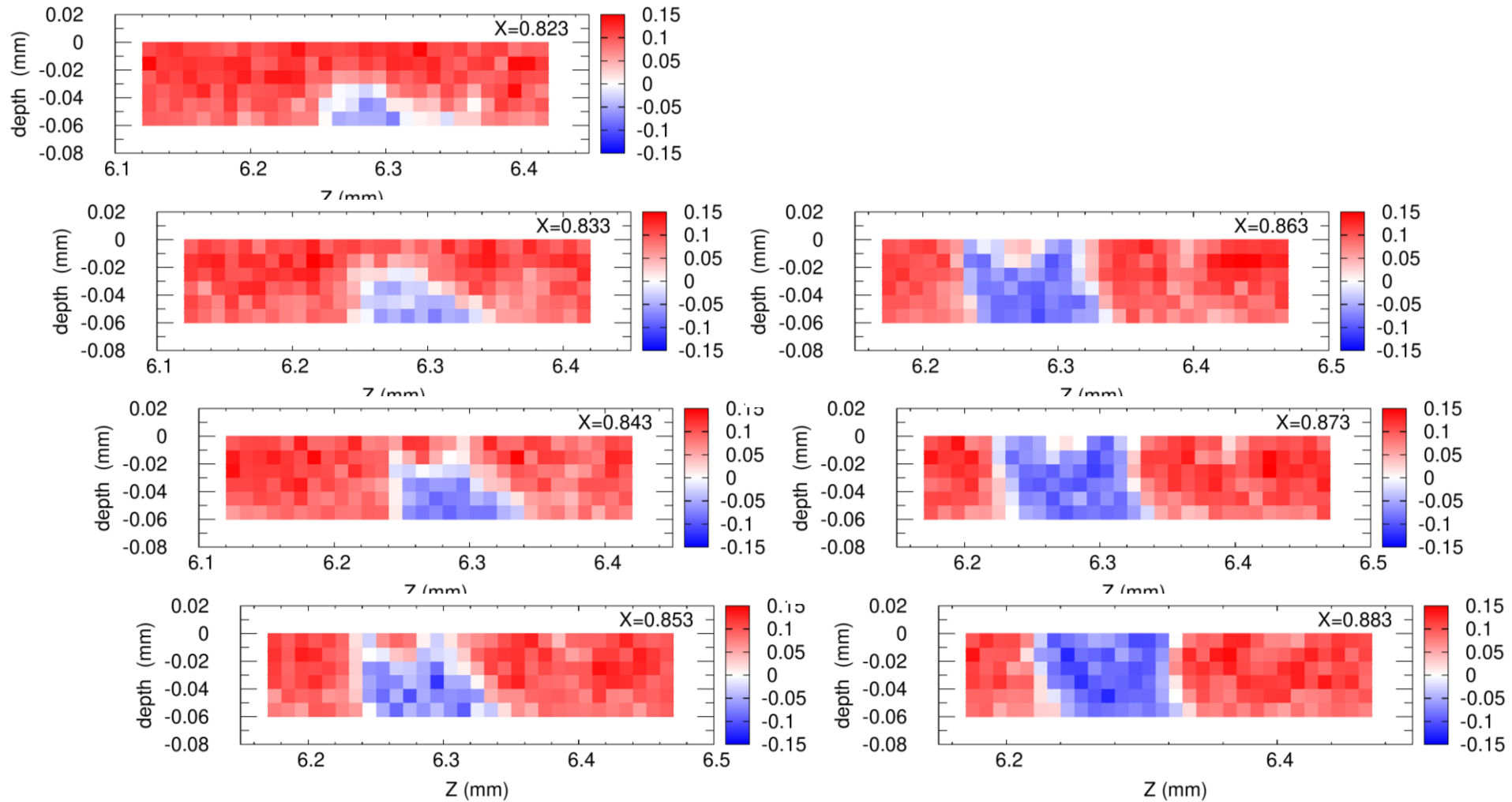
lancet磁区の断面測定。概ね三角形の形が見て取れる。入射エネルギー 26 keV。入射角 30° 、出射角 60° 。(左) $20 \mu\text{m}$ ステップ。(右) $10 \mu\text{m}$ ステップ。

測定結果(1)



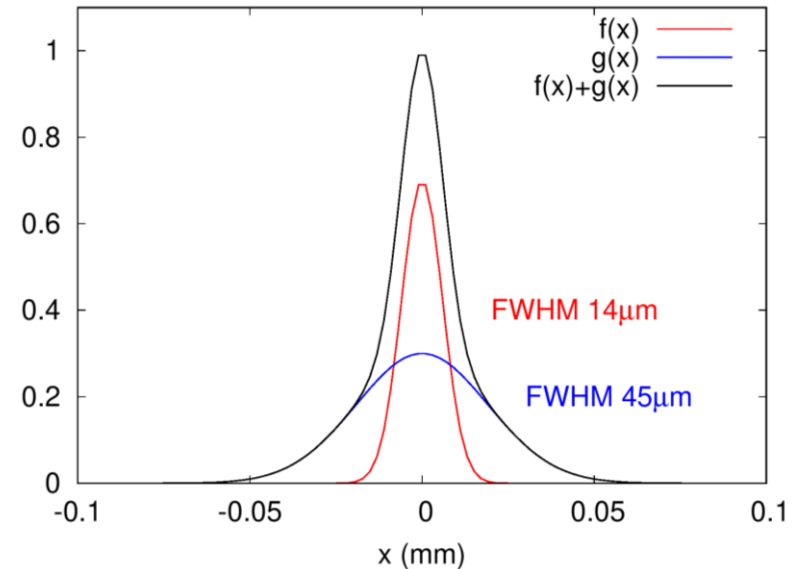
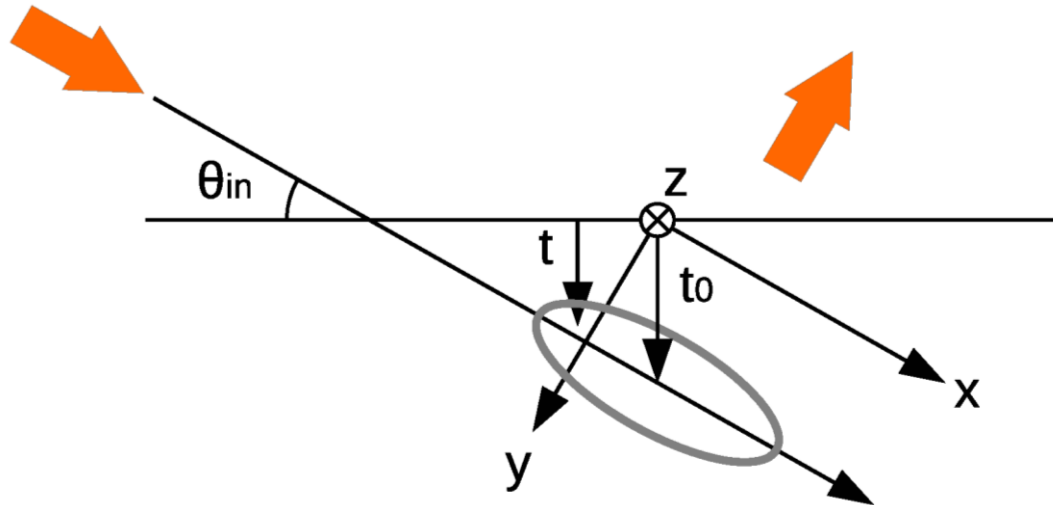
lancet磁区の断面測定。概ね三角形の形が見て取れる。入射エネルギー 26 keV。入射角 30° 、出射角 60° 。(左) $20 \mu\text{m}$ ステップ。(右) $10 \mu\text{m}$ ステップ。

測定結果(2)



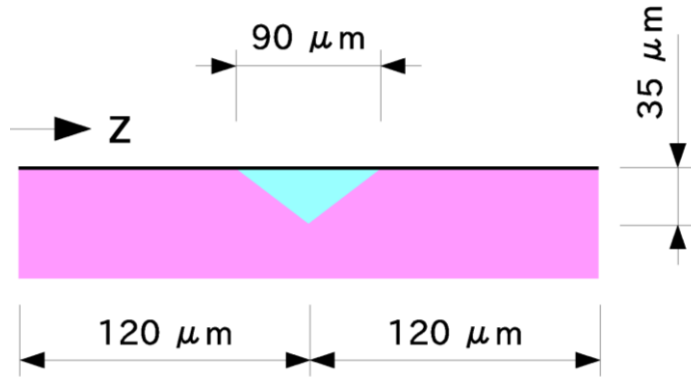
lancet磁区とtransverse磁区の境界付近。

空間分解能

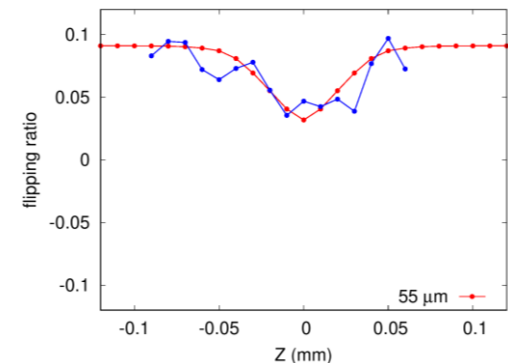
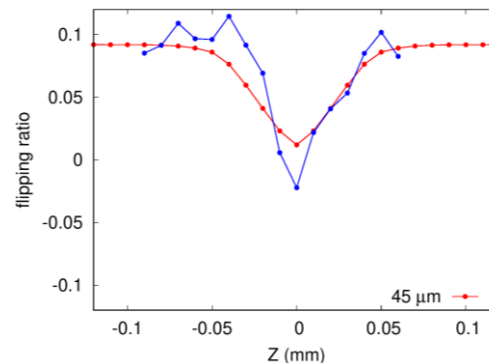
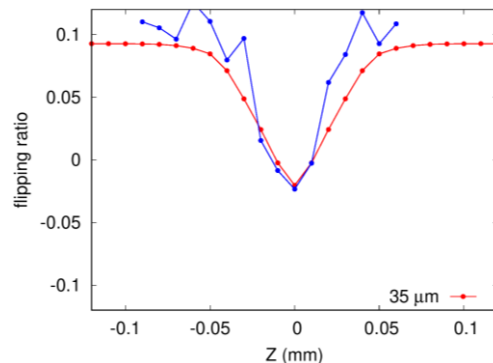
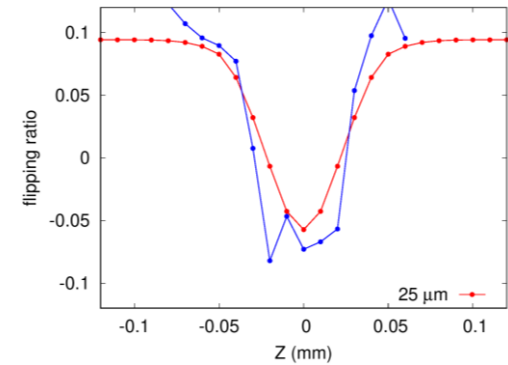
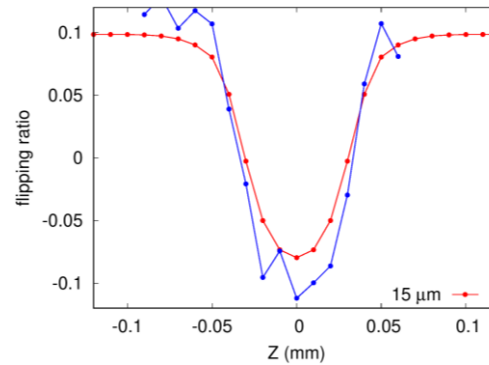
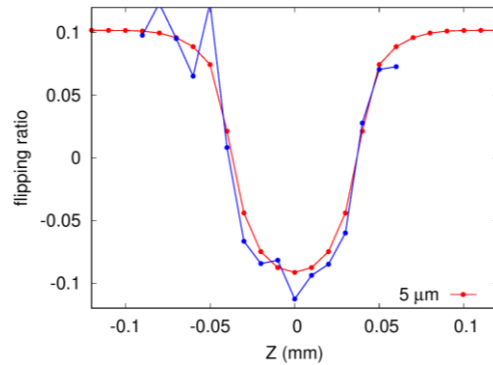


今回、入射光と出射光を直交させており、空間分解能は直交したガウシアンで近似できるようだ。ただし、実験的に評価すると、単一のガウシアンではなく、幅の狭いガウシアンと幅の広いガウシアンの和になっているらしい。この傾向は出射方向から見た場合 (x 方向) が最も顕著。(少し過大評価らしい)

空間分解能



左の磁区モデルを推定した空間分解能で畳み込んだ結果をlancet磁区の測定結果と比べる。あっていない点もあるが、仮定を重ねるので、ここまで。



まとめ

- X線磁気円偏光発光を測定原理とした放射光励起のX線磁気顕微鏡を構築し、方向性電磁鋼板を対象に磁区観察研究を進めている。
- 適用例として、方向性電磁鋼板の埋もれた磁区の観察について示した。
- 深さ分解測定の開発を行い、補助磁区の測定結果を示した。深さは40 μm 程度まで。
- 今後は、三次元磁区可視化、高速化など。

**Thank you for your
attention.**