

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 6 月 14 日現在

機関番号：17104

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21K04197

研究課題名（和文）ハイダイナミックレンジ合成技術を用いた磁石材料の広視野磁気イメージング装置の開発

研究課題名（英文）Development of a wide-field magnetic domain imaging system for permanent magnets using high dynamic range synthesis technology

研究代表者

竹澤 昌晃（Takezawa, Masaaki）

九州工業大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：20312671

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、広視野での磁区観察における「白飛び」や「黒つぶれ」を抑えるため、複数カメラの同期撮影とHDR画像処理を用いた磁気イメージング装置を開発した。この装置により、広い視野での磁区観察と減磁過程の解析を行い、結晶組織との関連を明らかにし、高耐熱磁石の設計指針を導出することを目指した。装置はKerr効果顕微鏡にダブルポートを組み込み、露光時間の異なる磁区像を動画として取得する。実験条件を最適化し、Nd-Fe-B系焼結磁石の初磁化過程における鮮明な磁区動画を得ることに成功した。さらに、熱減磁過程の磁区構造変化を観察し、統計解析を行い、磁区構造と結晶組織の関連を調べる基盤を築いた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、広視野での磁区観察における「白飛び」や「黒つぶれ」を抑えるため、複数カメラの同期撮影とHDR画像処理を用いた磁気イメージング装置を開発した。この装置により、広い視野での磁区観察が可能となり、結晶組織との関連を明らかにすることで、高耐熱磁石の設計指針を導出するという学術的意義がある。さらに、減磁過程における磁区構造変化の詳細な観察と解析が可能となり、これにより新しい磁石材料の性能向上に貢献する社会的意義も持っている。この技術は産業界での応用も期待され、磁気材料の開発において重要な役割を果たすと考えられる。

研究成果の概要（英文）：A magnetic imaging system using synchronous shooting of multiple cameras and HDR image processing was developed to suppress 'white-out' and 'black-out' in magnetic domain observation in a wide field of view. Using this equipment, magnetic domain observation in a wide field of view and analysis of the demagnetisation process were carried out, with the aim of clarifying the relationship with the crystal structure and deriving design guidelines for high heat-resistant magnets. The equipment incorporates a double-port Kerr effect microscope and acquires magnetic domain images with different exposure times as moving images. The experimental conditions were optimized and clear magnetic domain movies of Nd-Fe-B sintered magnets during the initial magnetization process were successfully obtained. Furthermore, the magnetic domain structure changes during the thermal demagnetization process were observed and statistically analyzed.

研究分野：磁気工学

キーワード：ハイダイナミックレンジ合成 磁気イメージング 磁気Kerr効果 永久磁石 磁区構造

1. 研究開始当初の背景

Nd-Fe-B 系焼結磁石は、ネオジウム、鉄、ホウ素を主成分とする希土類磁石の 1 つである⁽¹⁾。高い磁石特性を持っている反面、温度特性が低く、温度上昇に伴い結晶磁気異方性や磁化、保磁力が低下し、磁気特性が劣化してしまう。それゆえに耐熱性、つまり保磁力の向上が求められており⁽²⁾⁻⁽⁶⁾、保磁力発現の原理を磁区構造の面から明らかにすることが有用である⁽⁷⁾⁻⁽¹²⁾。すなわち、磁性体の磁気構造を何らかの方法で可視化する磁区観察を行う必要がある。

我々は、磁気光学効果のひとつである磁気 **Kerr** 効果を利用した顕微鏡を用いて **Nd-Fe-B** 系焼結磁石の磁区観察を行ってきた⁽⁹⁾⁻⁽¹⁰⁾。**Kerr** 効果を用いた磁区観察は磁性材料の性能向上に有用であるが、**Nd-Fe-B** 系焼結磁石の場合には結晶粒の明るさにより白飛びや黒つぶれが起こりダイナミックレンジの高い観察手法が求められていた⁽⁹⁾。

2. 研究の目的

本研究の目的は、ハイブリッド・電気自動車用駆動モータ用の「高耐熱磁石を希少資源(レアメタル)フリーで実現」することを最終目標として、磁石材料の高温下での減磁機構を解明するために「ハイダイナミックレンジ(**High Dynamic Range: HDR**)合成技術を用いて広い観察視野で磁区像が得られる磁気イメージング装置を構築」することである。

磁石材料のミクロな磁気情報である「磁区」の観察は、磁性材料の性能向上に有用であるが、永久磁石材料では広い視野で観察した場合に「明るい結晶粒の白飛び」や「暗い結晶粒の黒つぶれ」が起こり、得られる磁区コントラストに対してダイナミックレンジの高い観察手法が求められていた。このために、本研究では「複数カメラを用いた同期撮影と **HDR** 合成画像処理を組み合わせ合わせた磁区観察システムの開発によって、数ミリ寸法の広い観察視野全体で優れた磁区コントラスト取得の実現」を目指した。

3. 研究の方法

本研究では、磁石試料を広い視野で磁区観察する際に課題となる「明るい結晶粒の白飛び」や「暗い結晶粒の黒つぶれ」を抑制するために、「複数カメラによる同期撮影と **HDR** 画像処理による広視野で優れた磁区コントラストの得られる磁気イメージング装置の開発」を行った。この装置を用いて広い観察視野で磁石材料の磁区観察を行い、「その減磁過程と、他の観察手法で得た結晶組織等の関連を明らかにすることで、高耐熱磁石の設計指針(結晶組織・組成等)を導出する」ことを研究目的として、以下の課題に取り組んだ。

(1) 複数カメラの同期撮影と **HDR** 画像処理による磁区観察システムの開発

HDR 処理に必要な「明るさ(露光時間)の異なる複数の磁区像を動画として得る」ために、図 1 に示すような、得られる磁区像を複数に分岐するダブルポートを組み込んだ **Kerr** 効果顕微鏡による磁気イメージング装置を開発した。バルク磁石材料の減磁過程における磁区構造変化を「数 mm の広い視野」で観察するための、最適な実験条件(露光時間の組み合わせや磁界を変化させる速度)を導出した。

(2) 永久磁石の広視野磁区観察と減磁機構の解析

構築した観察システムを用いて、様々な条件で作成したバルク磁石材料の減磁過程における磁区構造変化を、広い視野の全結晶粒に対して鮮明に観察した。このとき、個々の結晶粒におけるミクロな磁区構造変化を解析するだけでなく、試料全体でどの部分が何%減磁したか等の統計情報についても解析を行った。

(3) 電子顕微鏡による磁石試料の結晶組織の観察と減磁機構との比較

磁石試料の高温での特性劣化のメカニズムを解明するためには、ミクロ・マクロ解析した減磁機構について、結晶組織との相関関係を明らかにする必要がある。このため、電子顕微鏡を用いた **EPMA** 組織分析、**EBSF** 方位分析によって、磁区観察に用いた磁石試料の「微細結晶組織、方位集積度」を調べ、その微細結晶組織・結晶方位と、開発した磁気イメージング装置で観察した減磁機構との相関関係を調べる必要がある。しかし、磁区観察用に樹脂埋め・研磨された試料はそのままでは電子顕微鏡で観察できず、観察プロセ

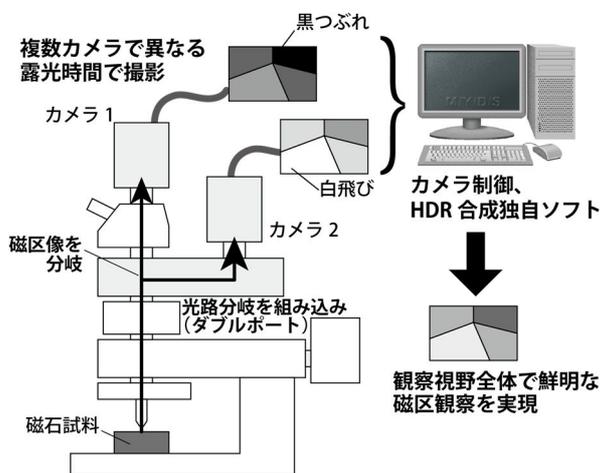


図 1. HDR 画像処理による磁区観察システム

すの改善が必要である。そこで、研磨用の治具や工程の見直しを行い、電子顕微鏡観察を想定した状態で **Nd-Fe-B** 系焼結磁石の熱・圧縮応力下での磁区観察を行うための実験工程を検討した。

4. 研究成果

(1) 複数カメラの同期撮影と HDR 画像処理による磁区観察システムの開発

Nd-Fe-B 系焼結磁石について視野全体で明瞭な磁区コントラストを得るために、露光時間（明るさ）の異なる 6 種類の磁区画像を撮影し、そのうち 2 枚の画像を用いて HDR 合成画像処理を行った。露光時間は **10 ms, 15 ms, 25 ms, 40 ms, 50 ms** および **80 ms** とした。HDR 合成画像処理によって磁区コントラストが見えにくくなった露光時間の組み合わせの画像を図 2 に示す。それぞれ、露光時間が (a) **10 ms** と **15 ms**、(b) **25 ms** と **40 ms**、(c) **50 ms** と **80 ms** の組み合わせである。

図 2(a) に示す露光時間 **10 ms** と **15 ms** の磁区画像に HDR 合成画像処理を施した場合は、全体的にノイズが見られるとともに暗くコントラストがぼやけて見える。これは 2 枚の画像がともに露光時間の短い、暗い画像であったためであると考えられる。図 2(b) の露光時間 **25 ms** と **40 ms** の組み合わせの場合は、赤枠内において画像が暗く若干黒つぶれしている。図 2(a) の画像ほどではないが、2 枚の画像がともに露光時間が短いために暗い粒内で黒つぶれが発生していると考えられる。図 2(c) に示す露光時間 **50 ms** と **80 ms** の場合は、赤枠内において、画像が明るく白飛びしている。これは 2 枚の画像がともに露光時間の長い、明るい画像であったためであると考えられる。

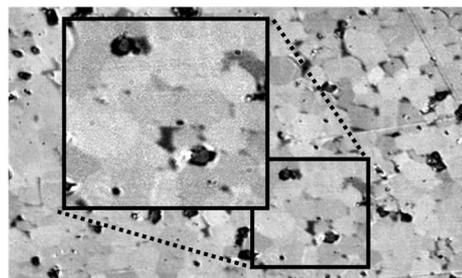
一方、**10 ms** と **50 ms**、**25 ms** と **80 ms** の露光時間の組み合わせで HDR 合成画像処理を行った磁区画像では、観察視野全体で多磁区構造を有する磁区コントラストが見えやすいことが分かった。図 3 は **10 ms** と **50 ms** の露光時間の組み合わせで HDR 合成画像処理を施した磁区画像であり、視野全体で鮮明な磁区情報を得られていることが分かった。

さらに 2 台のカメラを TTL 信号入力でトリガ制御して同期撮影を行った磁区画像に HDR 合成画像処理を施した。この磁気イメージング装置では、ハーフミラーにより光路を 2 台のカメラへと分岐するため、前節で検討した最適な露光時間の組み合わせである **25 ms** と **80 ms** の約 2 倍である、露光時間 **50 ms** と **120 ms** の 2 枚の画像を撮影して、HDR 合成画像処理を行った。図 4(a) は磁界を印加していない（消磁状態）状態の磁区画像であり、図 5(b) は **1.5 kOe** の磁界を印加した状態の磁区画像である。両者を比較すると、青枠で囲んだ部分で暗いコントラスト（下方向の磁区）が増加していることが分かる。

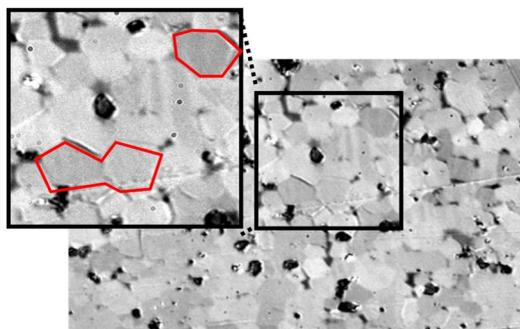
このことから、観察視野全体から鮮明な磁区画像を動画として得ることができ、従来よりも増減磁過程の磁区像の解析・比較を行うことを可能とできることが明らかとなった。

(2) 永久磁石の広視野磁区観察と減磁機構の解析

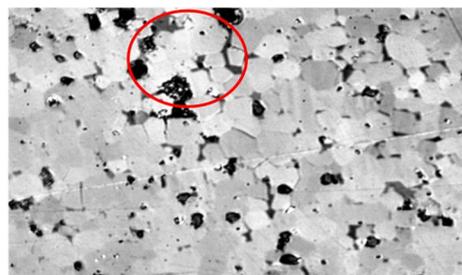
残留磁束密度 **1.4 T**、保磁力 **1550 kA/m** の **Nd-Fe-B** 系焼結磁石の磁区構造を着時前後で観察した後に **70** で加熱して磁区観察した。



(a) exposure time: 10 ms and 15 ms



(b) exposure time: 25 ms and 40 ms



(c) exposure time: 50 ms and 80 ms

図 2. 異なる露光時間で HDR 画像処理した磁区写真

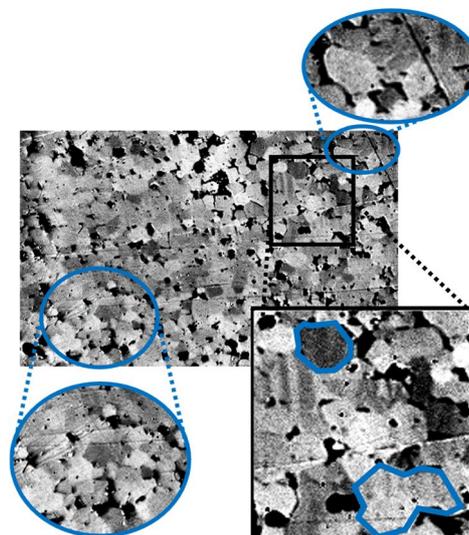
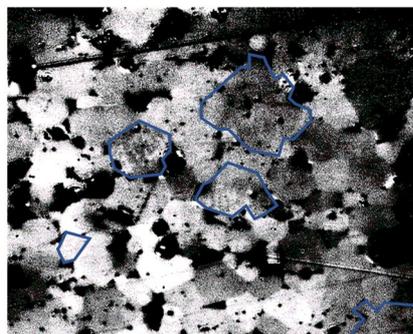


図 3. 露光時間 **10 ms** と **50 ms** の磁区像で HDR 画像処理した磁区写真

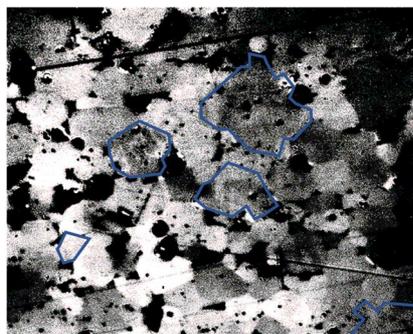
さらにその後、室温まで温度を下げて磁区構造を観察することで、**138 mm × 87 mm**を**1**視野として**5**視野で加熱前後の磁区構造の変化を調べた。磁石中央付近のある視野(視野**B**)について、着磁後の磁石を加熱したときに磁区構造の変化を観察できた箇所を**4**パターンで色分けした図**5**に示した。各パターンは、単磁区 単磁区(磁化反転)(橙)、単磁区 多磁区(赤)、多磁区 単磁区(青)、多磁区 多磁区(緑)である。各視野の磁化反転箇所数と全体に対する面積割合は、それぞれ視野**A**で**2**箇所(**8.8%**)、視野**B**で**27**箇所(**10.5%**)、視野**C**で**31**箇所(**10.9%**)、視野**D**で**28**箇所(**9.5%**)、視野**E**で**23**箇所(**7.3%**)であり、**1**視野当たりの平均は**27.4**箇所(**9.4%**)であった。また、着磁前に多磁区構造を持っていた結晶粒において、着磁によって着時方向の磁区が成長し、加熱により減磁方向の磁区領域が成長した後は、室温戻しでは磁区は変化しないという磁区構造変化が最も多く、**12**結晶粒のうち**7**結晶粒で観察できた。

(3) 電子顕微鏡による磁石試料の結晶組織の観察と減磁機構との比較

磁区観察後の電子顕微鏡の使用を想定して、樹脂埋めなしで研磨できる治具を作製し、**Nd-Fe-B**系焼結磁石を研磨して磁区観察した。観察した**10**視野全てで、多磁区構造を有する結晶粒を**2**個以上観察することができた。結果として、本研究で新たに作製した研磨用治具で研磨した磁石試料を磁区観察可能であることを明らかにできた。今後、減磁箇所の結晶組織を電子顕微鏡などで観察し、磁石の磁区構造変化と結晶組織の相関について調べることで磁石の減磁メカニズムを解明することが期待される。



(a) demagnetization state



(b) applied field of 1.5 kOe

図4. 構築した2カメラ使用HDR撮影システムを用いて露光時間50msと120msの磁区画像でHDR画像処理した磁区写真

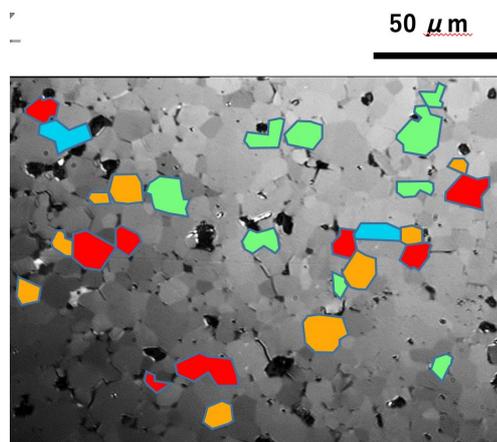


図5. 加熱による磁区変化を観察できた箇所

<引用文献>

- (1) M. Sagawa, S. Fujimura, N. Togawa, H. Yamamoto, and Y. Matsuura: “ New material for permanent magnets on a base of Nd and Fe (invited) ” , *J. Appl. Phys.*, Vol. 55, pp. 2083-2087 (1984)
- (2) J. F. Herbest, R. W. Lee, and F. E. Pinkerton: “ Rare Earth-Iron-Boron Materials: A New Era in Permanent Magnets ” , *Ann. Rev. Mater. Sci.*, Vol. 16, pp. 467-485(1986)
- (3) Jiangnan LI, Hossein Sepehri-Amin, Taisuke Sasaki, Tadakatsu Ohkubo, Kazuhiro Hono: “ Most Frequently Asked Questions about the Coercivity of Nd-Fe-B Permanent Magnets ” , *J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy*, Vol. 69, pp. S38-S51 (2022) (in Japanese)
J. Li, H. Sepehri-Amin・佐々木 泰祐・大久保 忠勝・宝野 和博: 「Nd-Fe-B系永久磁石の保磁力に関するよくある質問」, 粉体および粉末冶金, Vol. 69, pp. S38-S51 (2022)
- (4) S. Hirosawa: “ Current Status of Research and Development toward Permanent Magnets Free from Critical Elements ” , *J. Magn. Soc. Jpn.*, Vol. 39, No. 3, pp. 85-95 (2015)
- (5) S. Sugimoto, M. Nakamura, M. Matsuura, Y. Une, H. Kubo, and M. Sagawa: “ Enhancement of Coercivity of Nd-Fe-B Ultrafine Powders Comparable with Single-Domain Size by the Grain Boundary Diffusion Process ” , *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 51, No. 11, pp. 2101004-1-2101004-4 (2015)
- (6) Y. Une and M. Sagawa: “ Enhancement of Coercivity of Nd-Fe-B Sintered Magnets by Grain Size Reduction ” , *J. Jpn. Inst. Metals*, Vol. 76, No. 1, pp. 12-16 (2012) (in Japanese)
宇根 康裕・佐川 真人: 「結晶粒微細化によるNd-Fe-B焼結磁石の高保磁力化」, 日本金属学会誌, Vol. 76, No. 1, p. 12-16 (2012)
- (7) H. Machida, T. Fujiwara, C. Fujimoto, Y. Kanamori, K. Sakakura, and M. Takezawa: “ Magnetic properties and microstructures of high heat-resistance Sm-Co magnets with high Fe and low Zr content ” , *AIP Adv.*, Vol. 9, No. 12, pp. 125042-1-125042-5 (2019)
- (8) T. Maki, R. Uchikoshi, R. Ishii, M. Natsumeda, T. Nishiuchi, and M. Takezawa: “ Influence of Misorientation Angle Between Adjacent Grains on Magnetization Reversal in Nd-Fe-B-Based Sintered Magnet ” , *J. Magn. Soc. Jpn.*, Vol. 42, No. 2, pp. 24-29 (2018)
- (9) M. Takezawa, Y. Morimoto, J. Ejima, Y. Nakano, and T. Araki: “ Change in Magnetic Domain Structure of Nd-Fe-B Sintered Magnets by Compressive Stress ” , *Electr. Eng. Jpn.*, Vol. 203, No. 1, pp. 9-17 (2018)
- (10) M. Takezawa, S. Ikeda, Y. Morimoto, and H. Kabashima: “Analysis of thermal demagnetization behavior of Nd-Fe-B sintered magnets using magnetic domain observation” , *AIP Adv.*, Vol. 6, No. 5, pp. 056021-1-056021-8 (2016)
- (11) M. Takeuchi et al., “Magnetic Domain Structure Observation for Initial Magnetization and Demagnetization Processes of a Nd-Fe-B Hot-Deformed Magnet Using Soft X-ray Magnetic Circular Dichroism Microscopy,” *J. Jpn. Inst. Metals Mater.*, Vol. 86, No. 1, pp. 1-7 (2022) (in Japanese)
竹内 誠・蓬田 貴裕・菊池 伸明・豊木 研太郎・小林 慎太郎・小谷 佳範・中村 哲也・日置 敬子・岡本 聡: 「軟 X線磁気円二色性顕微分光によるNd-Fe-B熱間加工磁石の初磁化過程および減磁過程における磁区観察」, 日本金属学会誌, Vol. 86, No. 1, pp. 1-7 (2022)
- (12) T. Kohashi, K. Motai, T. Nishiuchi, and S. Hirosawa: “Magnetism in grain-boundary phase of a NdFeB sintered magnet studied by spin-polarized scanning electron microscopy” , *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 104, No. 2, pp. 232408-1-232408-5 (2014)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Takezawa Masaaki, Nagaki Tomoya, Motozuka Satoshi, Sasaki Iwao, Ando Yoshito, Narahara Hiroyuki, Mori Naoki, Shikayama Toru, Mukai Shinichiro, Maeda Shuhei, Sakima Shuhei, Ishii Takaaki	4. 巻 59
2. 論文標題 Magnetic Domain Observation of Milled Nanocrystalline Alloy Powder	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 IEEE Transactions on Magnetics	6. 最初と最後の頁 1~5
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1109/tmag.2023.3283211	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Machida Hiroaki, Fujiwara Teruhiko, Fujimoto Chieko, Kanamori Yu, Inoue Kenji, Takezawa Masaaki	4. 巻 59
2. 論文標題 Effect of Mn Doping on Magnetic Properties, Magnetic Domain Structures, and Microstructures of 2?17 Type Sm?Co Magnets	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 IEEE Transactions on Magnetics	6. 最初と最後の頁 1~4
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1109/tmag.2023.3282679	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Takezawa Masaaki, Harada Yuki, Honkura Yoshinobu, Honkura Shinpei	4. 巻 23
2. 論文標題 Observation of Magnetic Domains in Amorphous Magnetic Wires with a Diameter of 10 μm Used in GSR Sensors	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Sensors	6. 最初と最後の頁 3506 ~ 3506
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/s23073506	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計11件（うち招待講演 1件／うち国際学会 1件）

1. 発表者名 M. Takezawa
2. 発表標題 Magnetic domain structure and magnetic properties of soft magnetic materials
3. 学会等名 第46回 日本磁気学会学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山下 壘, 竹澤 昌晃
2. 発表標題 高ダイナミックレンジイメージ技術を用いたNd-Fe-B系焼結磁石の磁区像コントラストの強調
3. 学会等名 電気学会マグネティックス研究会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 井上 健次, 竹澤 昌晃, 町田 浩明, 藤原 照彦
2. 発表標題 Mn添加したSm 2 Co 17 系磁石の磁区観察
3. 学会等名 電気学会マグネティックス研究会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 竹澤 昌晃
2. 発表標題 磁気Kerr効果顕微鏡を用いたソフト磁性材料の磁区観察技術
3. 学会等名 日本金属学会2022年秋期(第171回)講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山下 壘, 竹澤 昌晃
2. 発表標題 HDR合成技術を用いた磁気Kerr効果による永久磁石の磁区像の強調
3. 学会等名 2022年度 電気・情報関係学会九州支部連合大会,
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田村 紘大, 江口徳彦, 森本祐治, 竹澤昌晃, 松本紀久
2. 発表標題 Nd-Fe-B 系焼結磁石の加熱・加圧の複合効果による磁区構造変化
3. 学会等名 第45回 日本磁気学会学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 井上健次, 竹澤昌晃, 町田浩明, 藤原照彦
2. 発表標題 Nd添加したSm ₂ Co ₁₇ 系磁石の磁区観察
3. 学会等名 電気学会マグネティックス研究会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 竹澤 昌晃
2. 発表標題 Kerr 効果顕微鏡を用いた磁性材料の磁区構造解析
3. 学会等名 第71回応用物理学会春季学術講演会 (招待講演)
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 寺嶋 康樹, 竹澤 昌晃, 森本 祐治, 市江 毅
2. 発表標題 無方向性電磁鋼板の板厚と結晶粒径および結晶方位による鉄損の変化
3. 学会等名 電気学会マグネティックス研究会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 常藤 颯太, 竹澤 昌晃, 本蔵 義信, 本蔵 晋平
2. 発表標題 GSRセンサ用磁性アモルファスワイヤの磁区構造
3. 学会等名 第47回 日本磁気学会学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 M. Takezawa, T. Nagaki, S. Motozuka, I. Sasaki, Y. Ando, H. Narahara, N. Mori, T. Shikayama, S. Mukai, S. Maeda, S. Sakima, and T. Ishii
2. 発表標題 Magnetic Domain Observation of Milled Nanocrystalline Alloy Powder
3. 学会等名 2023 IEEE International Magnetic Conference (国際学会)
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関