



Title	磁気kerr効果による磁区観察と残留応力解析への応用
Author(s)	中江, 仁; Nakae, Hitoshi; 石田, 巖 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 52, 151-166
Issue Date	1969-03-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40926
Type	departmental bulletin paper
File Information	52_151-166.pdf



磁気 Kerr 効果による磁区観察と 残留応力解析への応用

中 江 仁*

石 田 巖*

野 田 寿 一**

古野間 邦 彦***

(昭和43年11月22日受理)

An Observation of Magnetic Domains by the Kerr Effect and its Application to the Analysis of Residual Stress

Hitoshi NAKAE

Iwao ISHIDA

Juichi NODA

Kunihiko KONOMA

(Received November 22, 1968)

Abstract

The observation of magnetic domains by the magneto-optic Kerr effect was carried out on single crystals of 3% Si-Fe alloy.

In the magnetization process, a small number of both edge-shaped 90° -domains on (100), and spike-shaped 180° -domains on (110) crystals remained unchanged by considerably high magnetic fields. The formation of these domains might be affected by the discontinuity of grain boundary migration during growth.

Several forms of domain configurations were observed after mechanical working, presumably resulting from its residual stress. Under certain assumptions, the residual stress was estimated by the change of domain pattern with the applied magnetic field.

1. はじめに

強磁性体の磁区を観察する方法¹⁾として、コロイド法^{2,3)}、透過電子顕微鏡による方法⁴⁾お

* 精密工学科 物理工学講座

** 日本電信電話公社電気通信研究所

*** ミノルタカメラ株式会社

よび Hall 効果を利用する方法⁹⁾などのほかに、物質の光学的性質が磁場あるいは磁化の影響を受けて変化する現象、すなわち磁気光学効果を利用する方法がある。これに属するものには、Faraday 効果^{6),7),9)}および磁気 Kerr 効果^{9),10)}があり、それらは磁化により偏光面が回転することを利用するものである。

磁気 Kerr 効果による磁区観察法は、他の方法に較べて、いくつかの長所をもっている。それを従来、最も一般的に行なわれているコロイド法と比較すると次の様になる。即ち、磁気 Kerr 効果は、i) 磁区の動的観察が可能で、特に早い磁化現象を追求することができる。ii) 磁化方向の決定が容易である。iii) 磁区観察を同じ試料で繰返し行なうことができる。iv) 極低温から高温までの広い温度領域での磁区観察が可能である、という特長をもっている。これらは、主として磁気コロイドのようなものを使用しないことによる利点である。一方、i) ある aperture をもった反射条件で行なうため、像がひずみ、焦点が合うのはその一部に限られる。ii) Kerr 効果自体は極めて微弱な現象で、即ち反射光の偏光面の回転は小さく、それによって得られる磁区間のコントラストは小さい。iii) 高倍率になると光の分散が大きくなり、コントラストが減少する¹¹⁾。iv) 偏光子により、多くの光量を失なう、などの欠点もある。これらは主として光学系によるものである。

最近、磁気 Kerr 効果による磁区観察が容易に行なえるようになったのは、ZnS を蒸着するなど、薄膜技術の進歩により ii) の問題が改善されたためであり¹⁰⁾、またキセノンランプ、さらにレーザー光などの光源が得られるようになったことによるところも大きい。

この実験では、珪素鋼板の単結晶の磁化による磁区変化を観察し、次に内部応力と磁区変化に注目し、機械的に加工されたものの磁区観察から残留応力の分布とその応力値を求めた。

2. 実験装置

磁区観察のため我々が試作した装置は Fig. 1 並びに Photo. 1 に示すようなもので、観察と写真撮影が行なえるようになっている。光学系の構成は極く一般的なもので、その各部につ

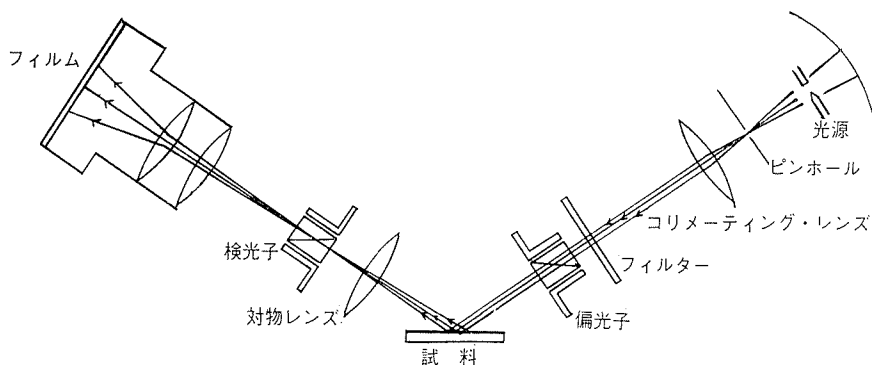


Fig. 1 Kerr 効果による磁区観察装置

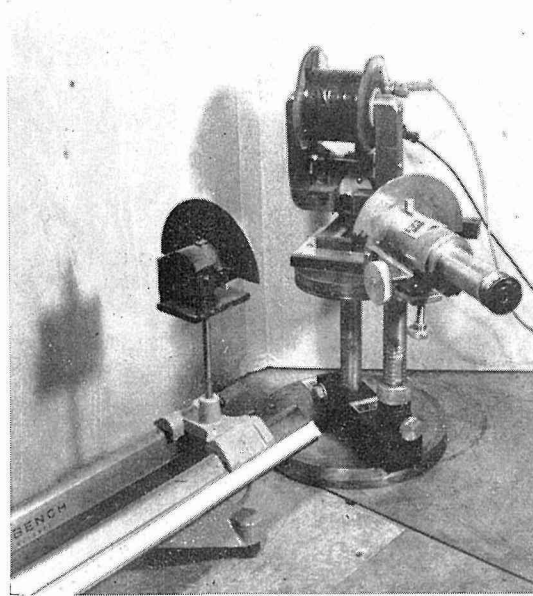


Photo. 1 磁気 Kerr 効果による磁区観察に用いられた装置

いて簡単に説明する。

装置は入射面が水平で、試料は上下、水平移動および回転ができ、入射角も約 20° から 90° まで変えられる。また、電磁石により磁場中で観察ができるようになっている。

光源はキセノンランプを用い、入射系は集光レンズ、コリメーターレンズ、偏光子を組合せ、受光系は対物レンズ、検光子および接眼レンズを組合せている。対物レンズは5倍、接眼レンズは10倍を、偏光子および検光子はグラントムソンプリズムを用いた。

磁気 Kerr 効果には Fig. 2 に示したように入射面、試料面および試料の磁化方向によっ

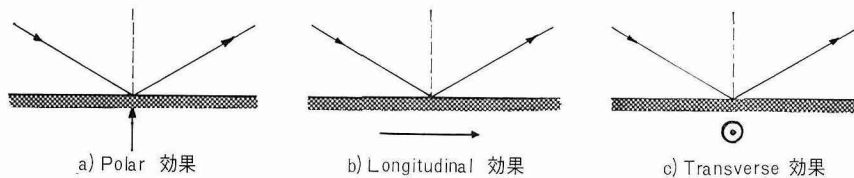


Fig. 2 磁気 Kerr 効果における、磁化方向、試料面及び入射面の配置

て、次の三種がある。即ち、i) Polar 効果 (磁化方向が試料面に垂直) ii) Longitudinal 効果 (磁化方向が試料面と入射面に平行) iii) Transverse 効果 (磁化方向が試料面に平行で、入射面には垂直) である。これらいずれかの関係にあると、試料面で反射した偏光は各磁区の磁化の向きに応じて偏光面に回転を生じるので、それは適当にセットされた検光子により光量の差として観察することができる¹¹⁾。

この実験に用いたのは Longitudinal 効果であるが、その場合偏光面の回転角は、入射角

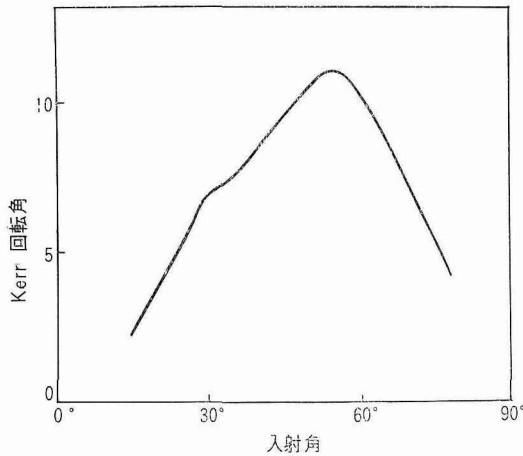
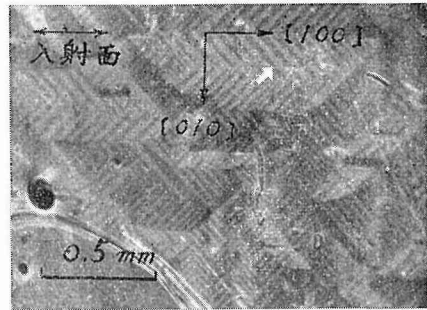


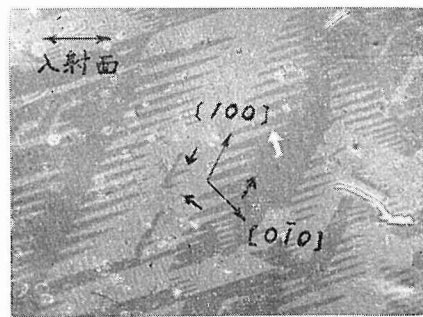
Fig. 3 入射角と Kerr 回転角との関係。60°附近に最大の偏光面の回転が生じる。(Treves による, 1960)

θ により Fig. 3 に示したように変化¹²⁾し、約 60° 近くで最大の偏光面の回転、即ち最大のコントラストが得られるが、像のひずみを考慮して、ここでは入射角 30° で実験を行なった。

Longitudinal 効果によれば、試料面法線を軸として、試料を回転することによって直接磁化方向を決定することができる。Photo. 2 に磁化方向と入射面の関係によるコントラストの変化を示す



(1)



(2)

Photo. 2 試料の回転とコントラストの変化による磁化方向の決定

3. 実験方法

用いた試料は、3%Si-Fe 板の歪一焼鈍法により得られた (110) および (100) 面方位の単結晶で、厚さ 0.35 mm、直径 15 mm の円板である。これを鏡面仕上げした後、1100°C 6~10 時間の真空焼鈍により残留応力を除いた。つぎに、Kerr 効果のための反射防止膜として ZnS を蒸着したが、機械的加工はその前あるいは後に行なった。磁場の強さは試料の磁化と標準のリング試料の磁化曲線との対応関係から決定した。

4. 実験結果および考察

以上のようにして、珪素鋼板単結晶の磁区模様の磁場による変化、および磁区模様が機械的加工によってどのように変るかについて調べたが、その結果を次にのべる。

4-1. 磁場変化による磁区模様の変化

Photo. 3, 4, 及び 5 は、珪素鋼板単結晶の (100) 及び (110) 面上で観察された磁区模様の変化の代表的なものを示したものである。

Photo. 3 は、試料面が結晶学的な (100) 面からわずかに傾いているときにみられる特徴的な

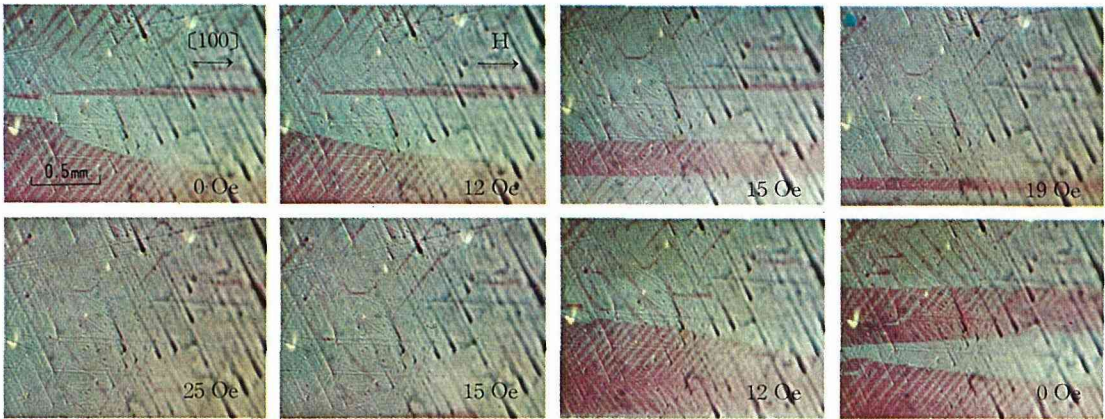


Photo. 3 磁場による (100) 面の磁区変化

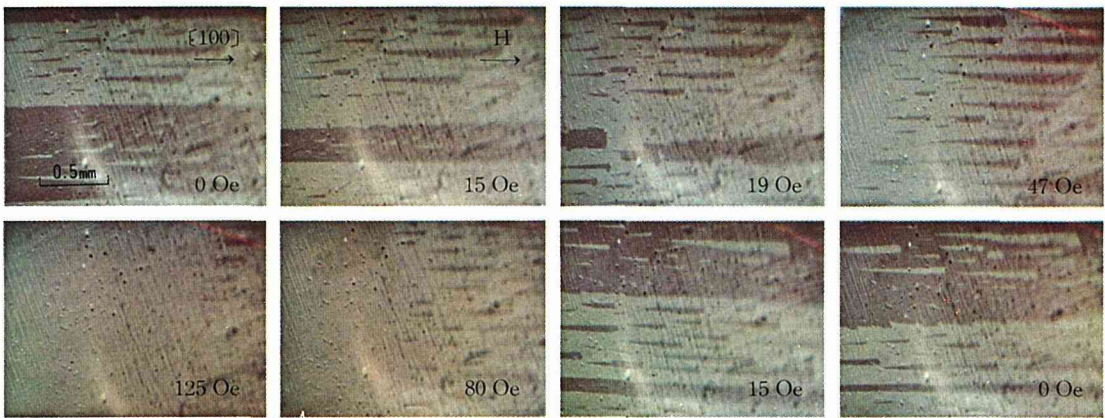


Photo. 4 磁場による (110) 面の磁区変化

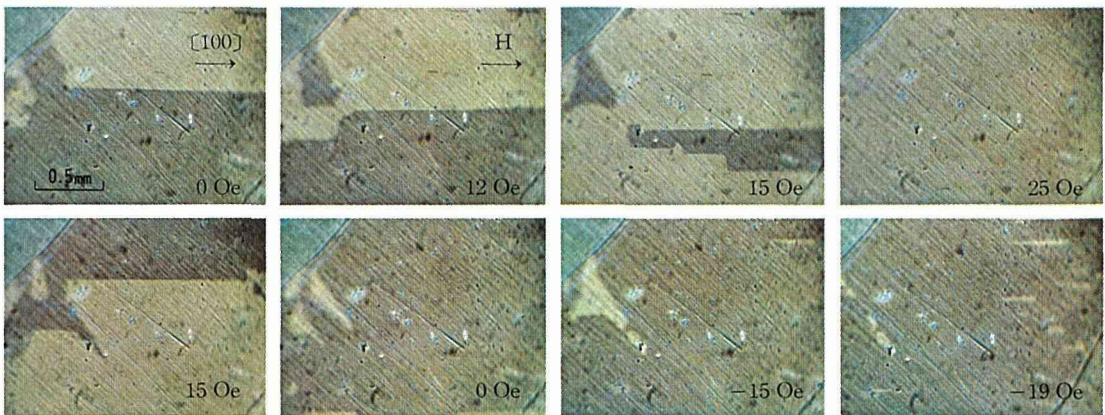


Photo. 5 磁場による (110) 面の磁区変化

tree pattern³⁾で、それは写真で左右に反平行に磁化した180°磁区及び面内でそれに垂直に磁化した刃物状の90°磁区から成っている。この場合、試料は180°磁区のコントラストを最大にするように置かれており、90°磁区はその中間の明るさとなっている。磁場を増加するにしたがって、180°磁区の一方向の面積が増加し全面を被うようになる様子がよく分る。一方、磁場の変化に伴う90°磁区の変化は少なく、ほとんど飽和に達したと思われる磁場でもなお残存しているのがみられる。次に磁場を減少すると、180°磁区は大略先と逆の過程をたどり消磁状態に近づく。このとき90°磁区が現われるのは、はじめに認められたと同じ位置であって上述の点も考え合わせると、表面の漏洩磁束による静磁エネルギーを低下させるために形成されると考えられる90°磁区は、この他の要因、たとえば偏析或は不純物介在物の影響を強く受けていることを示しているように思われる。

次に、(110)面の磁区模様の変化をPhoto. 4に示すが、ここでは先に(100)面に観察されたと同じような左右に磁化した180°磁区の他に、それらの内部で反平行に磁化した小さなスパイク状の180°磁区がみられる。

帯状の大きな180°磁区の磁場による変化の様子は、(100)面の場合と同じようである。一方スパイク状の磁区は飽和磁化に近い状態でもわずかに残存しており、磁場を減少すると、これらの磁区のうち最後まで残っていたものが増大し、大きな180°磁区に変わる。

これらの特徴的なスパイク状磁区は、試料面が(110)からずれているとき観察されるものであった。その側面の磁壁は180°磁壁に近いものと思われるが、しかし底辺の部分では互いに反平行な磁化ベクトルが磁壁に垂直に向い合っていることになり、そこには非常に大きな静磁エネルギーが生じることになる。従って、磁区がこのような形状をとるためには、試料内部に閉磁区をつくるような磁区構造をとっているものと思われる。

試料面が(100)面に近い場合に、表面の漏洩磁束による静磁エネルギーは、その表面に90°磁区をつくることによって低下するのに対し、(110)面の場合には、試料内部に閉磁区が形成されることによると考えられる。それは、この閉磁区がその磁化方向を表面と45°をなす方向に選ばなければならないというところに原因があるように思われる。また、スパイク状磁区の底辺が直線的に配列しているのは、そのような閉磁区が試料の内部で規則正しく配置していることを示唆しているようである。これは、たとえば、結晶成長の際に粒界が中間的に安定な状態でその位置に停まり、その痕跡を残したことに原因すると考えることができよう。

スパイク状磁区が、高い磁場においてもなお残存していたことはすでに述べたが、これより、スパイク状磁区に対し静磁エネルギーから与えられる条件のほかには不純物の偏析、介在物の存在あるいは内部応力の偏在というような内部的な欠陥の存在が重要な役割を果しているものと思われる。

Photo. 5は(110)に極めて近い試料面の磁区模様を示したもので、スパイク状磁区は数少なく、磁場を増加するとこれらは完全に消失してしまう。磁場の減少に伴って、磁化の逆向き

の磁区が増大し消磁状態に近づく。このあと磁場0を経て更に逆向きの磁場を与えていくと、均一なコントラストを示していた磁区の中にスパイク状磁区が現われ、それが増大することによって逆向きの磁化が進む。

4-2. 磁区観察による残留応力

機械的に加工された材料の残留応力は、表面除去法³⁾、X線回析法⁴⁾、および電子線回析法¹⁵⁾等により測定されているが、近角ら¹⁶⁾は磁気コロイド法により、珪素鋼の(100)単結晶に

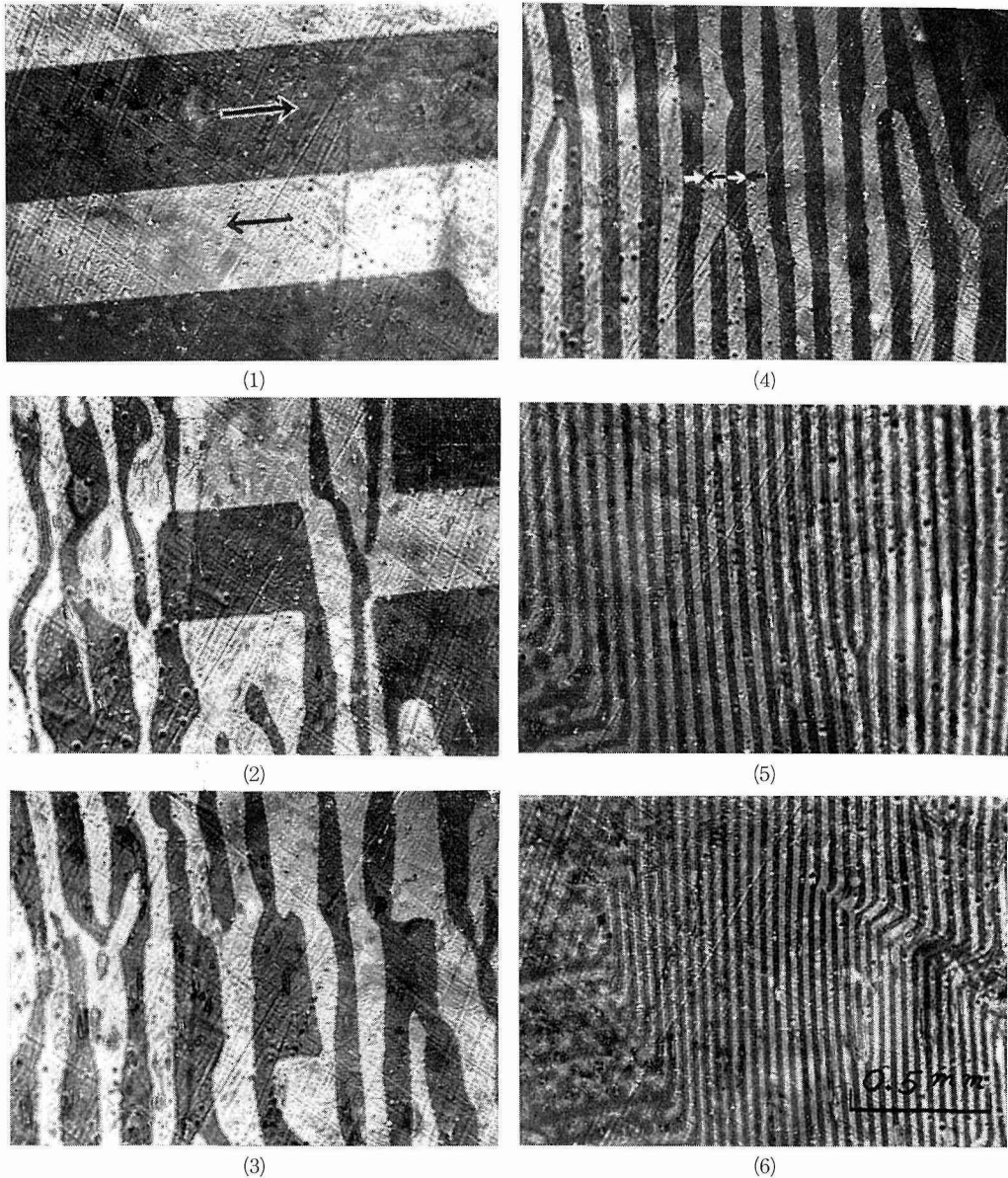


Photo. 6 曲げによる圧縮側の磁区模様の変化，磁区は上下に長い磁区に分裂し，曲げの増加に伴いそれらの幅は減少していく

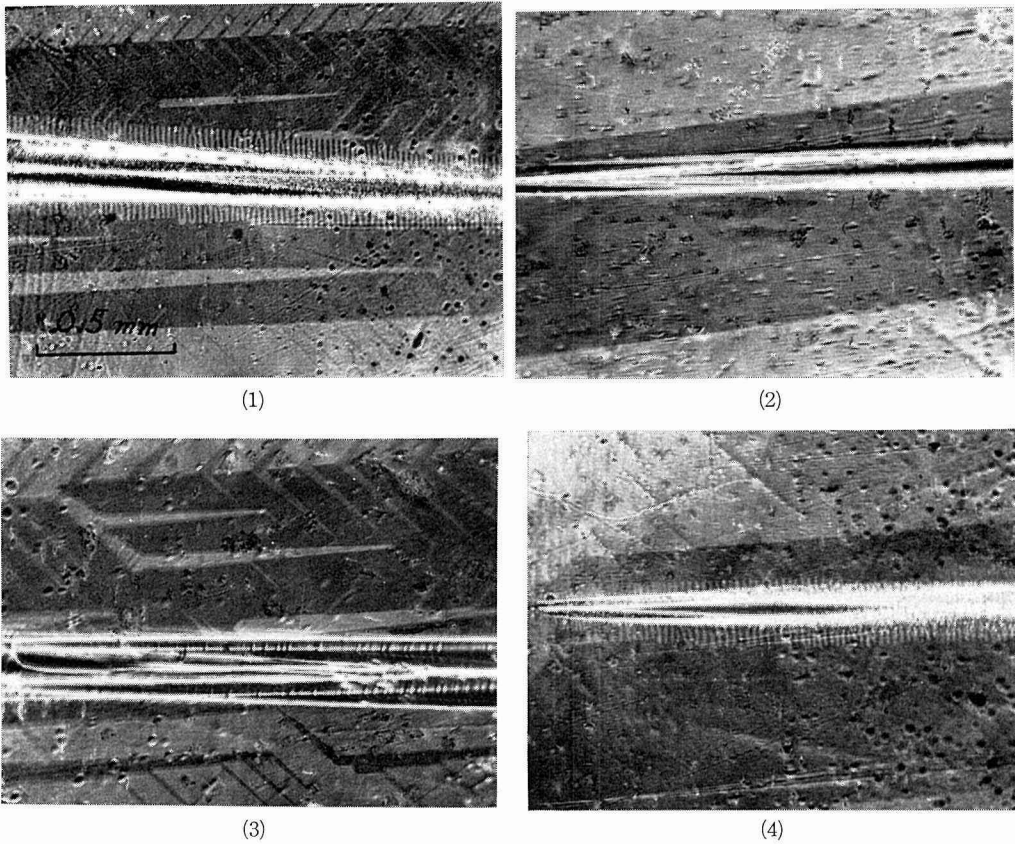


Photo. 7 引掻キズを入れた状態 (1), (2) 及び焼鈍 ($1,100^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ hr}$) 状態のキズ周辺の磁区模様 (3), (4)

ひっかきキズを入れ、その附近の磁区および磁区境界を観察し、残留応力を求めている。

著者らは珪素鋼の(100)単結晶の磁区観察から残留応力を求めるに当って、次の二、三の予備実験を行った。

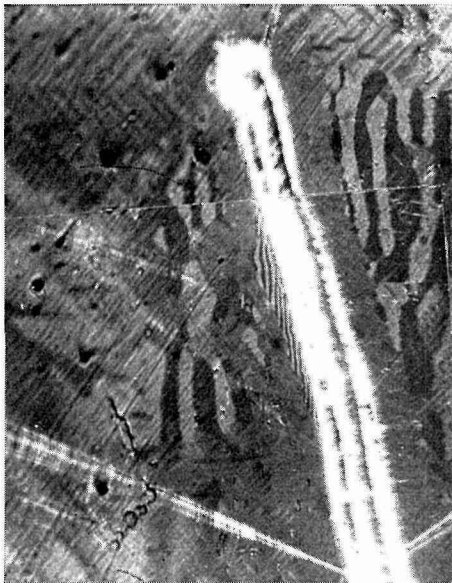
Photo. 6 は試料を曲げた場合の圧縮側における磁区変化と磁化方向を示したものであるが、応力の増加とともに、始め横方向に長く、幅の広がった磁区が分裂し、縦方向に長くなり、その幅は次第に減少している。これらの磁区模様は、後にのべるひっかきキズ附近に生じた磁区模様に対応するものと思われる。

また、Photo. 7は、試料にひっかきキズを入れた場合の磁区とそれを $1,100^{\circ}\text{C}$ 10時間真空焼鈍した後の磁区をそれぞれ示したものである。キズ附近に生じた細かな磁区は焼鈍により消滅している。これはキズを入れたとき、その附近に観察された磁区変化は、ひっかきの残留応力によるもので、その形状の変化によるものではないことを示している。

つぎに、機械的加工による残留応力を調べるために、ケガキ針およびダイヤモンド円錐によるひっかきキズ、およびビッカース硬度計の圧痕周辺の磁区を観察した。

4-2-1. ケガキ針によるひっかけ

Photo. 8はケガキ針で、キズの幅 $110\ \mu$ (キズの両側の盛り上りを含めて $150\ \mu$) 程度にひっかいた場合で、このキズ近くでは(100)面に特有な tree pattern はみられなくなり、新たな磁区が生じている。これらの磁区を二つの領域に大別して考えるのが適当と思われ、これをAおよびBとする。A領域はキズ周辺 $75\ \mu$ 以内で、磁区幅が平均 $8\ \mu$ 、B領域はA領域の外側で $500\ \mu$ から $800\ \mu$ 程度で、磁区の幅は平均 $53\ \mu$ である。これらの磁区の磁化方向は磁壁にはほぼ垂直で、隣り合う磁区では互いに反平行である。このような場合 Fig. 4に示すような



(1) キズを入れた状態



(2) 消磁状態

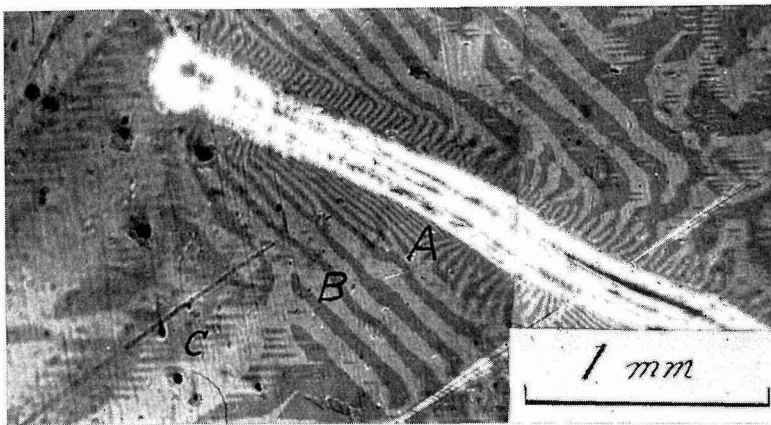
(3) 試料面法線まわりに 45° 回転したもの

Photo. 8 針で引掻キズを入れたときの磁区模様



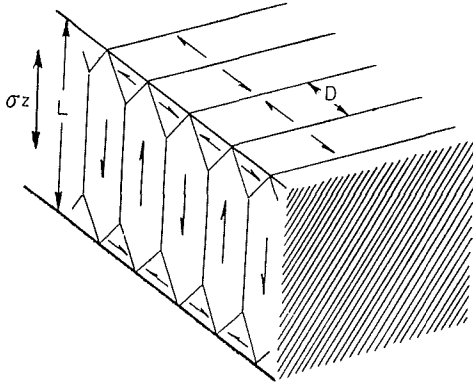


Fig. 4 応力場における磁区構造

環流磁区を形成し、それは試料面に垂直な張力 σ_z が作用する結果であると考えられている。近角⁽¹⁾によれば、磁区の幅 D はその磁気弾性エネルギー $(\lambda/c)\lambda_{100}\sigma_z D$ と磁壁エネルギー $\sigma_w \cdot L/D$ の和を極小にするという条件から決まり、次の式で与えられるとした。

$$D = (\frac{2}{3}\sigma_w \cdot L / 3\lambda_{100}\sigma_z)^{1/2} \tag{1}$$

ここで、 λ_{100} は [100] 方向の磁歪定数、 σ_w は単位面積あたりの磁壁エネルギー、 σ_z はこの領域の試料面に垂直な方向の平均張力、また L はこの領域で試料面に垂直な方向に磁化した磁区の長さである (以後、この領域は表面と同様の領域にわたっていると仮定し、 L の値として表面におけるその幅をとる)。これらの値として、3%Si-Fe の、 $\sigma_w \sim 1.4 \text{ erg/cm}^2$ および $\lambda_{100} \sim 25 \times 10^{-6}$ をもちいると、A 領域では垂直方向の磁区の長さを $L \sim 75 \mu$ と仮定すると、 $D \sim 8 \mu$ より、 $\sigma_z \sim 17 \text{ kg/mm}^2$ を得る。B 領域では L として、試料厚さ 350μ をとれば $D \sim 53 \mu$ より、 $\sigma_z \sim 1.5 \text{ kg/mm}^2$ を得る。

Photo. 9 に、 $\langle 110 \rangle$ 方向の磁場を与えた場合の磁区変化を示す。それによると、磁場の増加とともに磁区模様は、B 領域の外側から A 領域へと、残留応力の影響のない領域のそれと同様の変化を示すようになる。これは板面に平行に磁化すると、残留応力 σ_z による磁気弾性エネルギーが増加するため、それに相当する外部磁界エネルギーが必要となり、 σ_z の大きいところほど磁化が遅れるものと解釈される。

Fig. 5 は、これらの領域の磁化曲線を示すが、実線は残留応力のない部分の実際の磁化曲線で、破線は各場所の磁区の観察にもとづいて近似的に現わしたものである。実線とそれぞれの破線に囲まれた面積は外部磁界によるそれぞれのエネルギーの差 ΔE を示すが、これは各場所における σ_z による磁気弾性エネルギーに等しいと考えられるので、

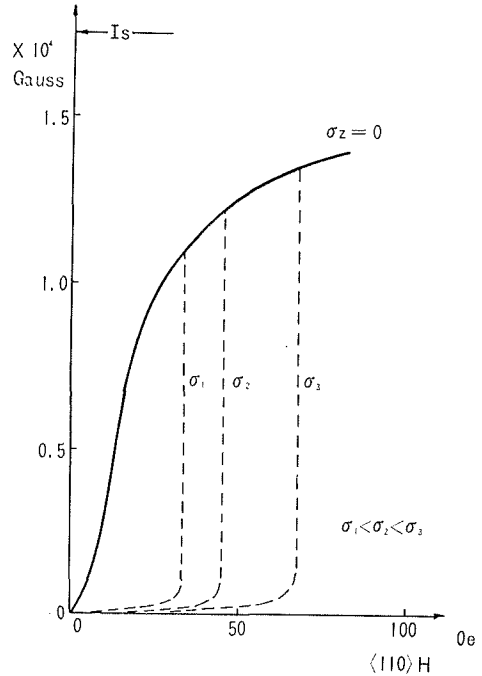


Fig. 5 応力場における磁化曲線の変化

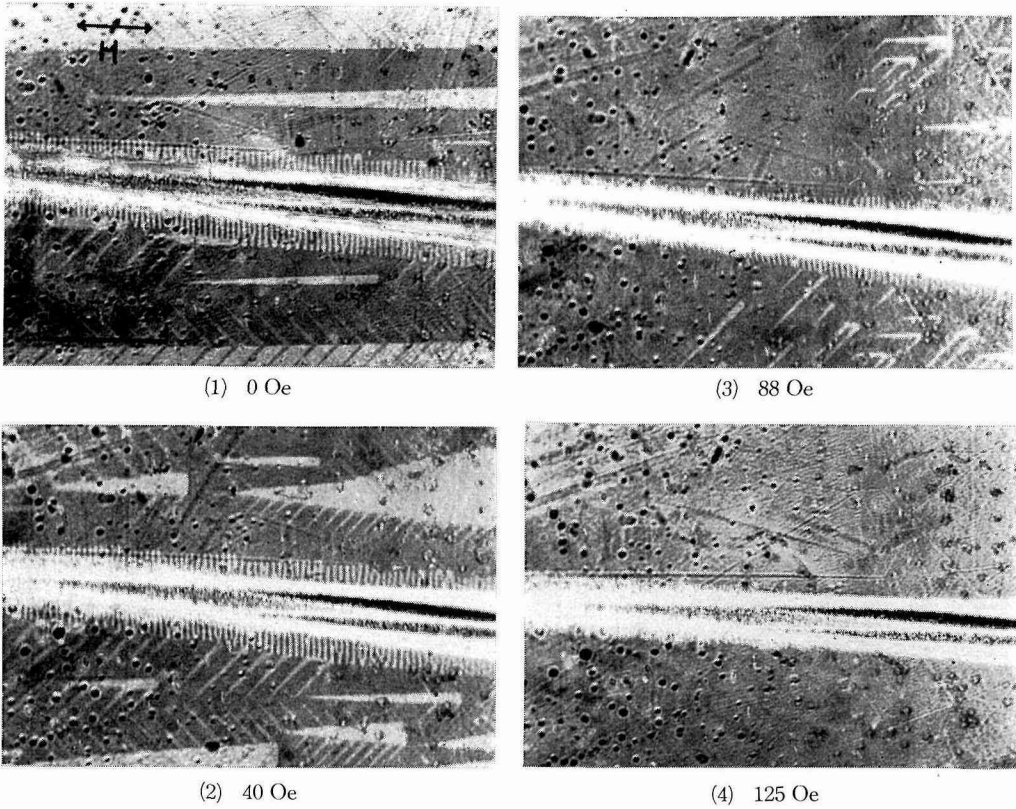


Photo. 10 ダイヤモンド円錐による引掻キズ周辺の磁区とその磁場による変化

ダイヤモンド円錐を取り付け、3.6 m/sec の速度でひっかきキズを入れて観察した。この場合、切屑の発生する場合と発生しない場合では σ_z の値とその分布に著しい差がみられた。

i) ZnS 蒸着後にひっかきを入れた場合、最大キズ幅 130μ 程度までは、切屑は発生せず、このとき現われる磁区は、Photo 10(1) に示したように単純なもので、A 領域に相当する部分のみが観察された。この領域は Fig. 7 に示したように、キズ幅とともに増加するが、キズ幅 90μ 以上ではほぼ一定で、 $60 \sim 68 \mu$

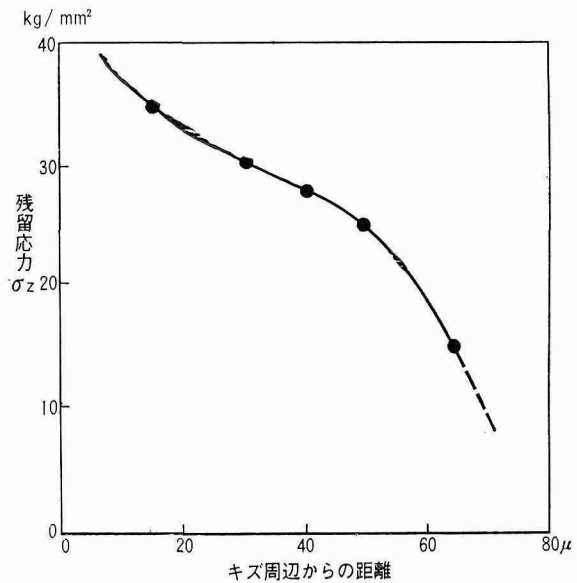


Fig. 8 ダイヤモンド円錐による引掻キズ附近の残留応力 σ_z の分布

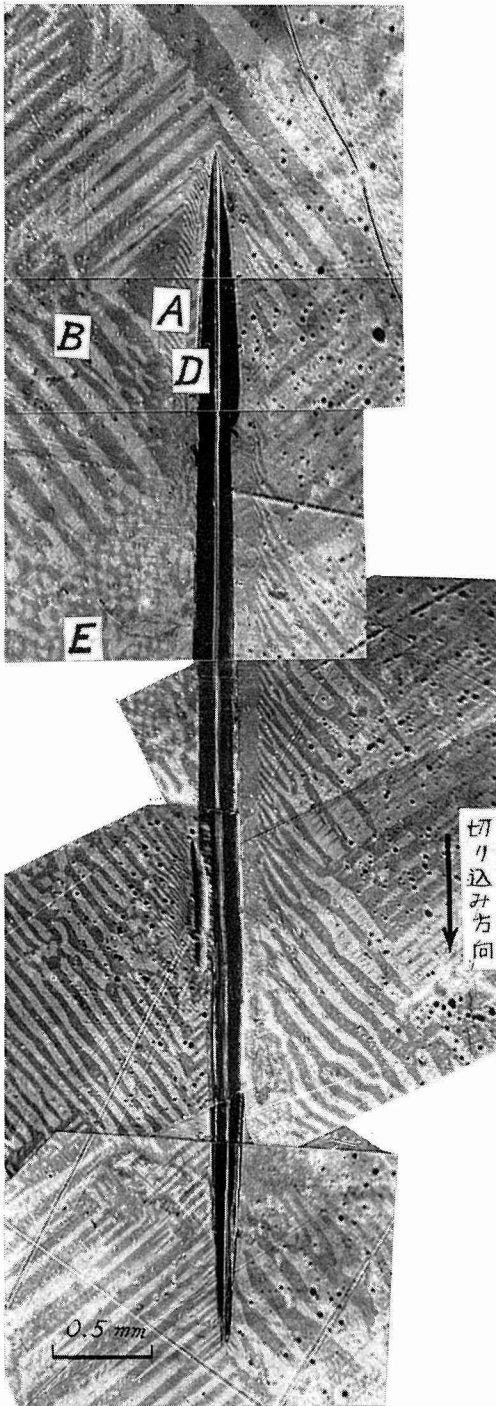


Photo. 11 切屑の発生した場合のキズ周辺の磁区模様

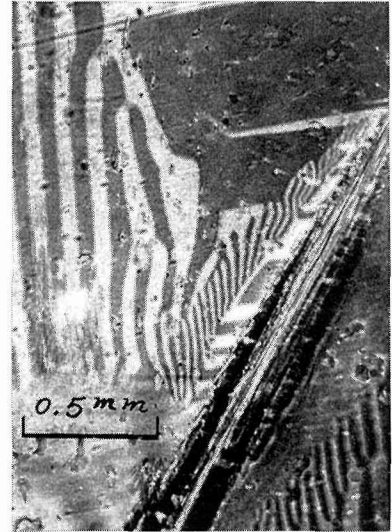


Photo. 12 切屑を生じた場合のキズ周辺の磁区模様

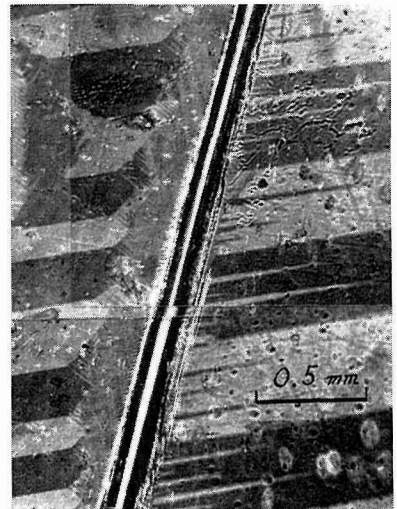


Photo. 13 切屑を生じた場合のキズ周辺の磁区模様、右側に D 領域のみがみられる

であった。キズの幅が 90μ 以上では、 $D=8\mu$ 、 $L=68\mu$ として、 $\sigma_z \approx 15\text{ kg/mm}^2$ を得る。

つぎに、 $[100]$ 方向に磁化した場合の磁区変化を Photo. 10 に示す。残留応力によって生じた磁区は 50 Oe まで変化しないが、それ以上の磁場で、キズから遠い部分から次第に減少し始め、 125 Oe で消滅している。先の場合と同様に、磁化曲線から σ_z の分布を求めると Fig. 8 に示したようになる。

ii) ひっかきキズを入れてから ZnS を蒸着した場合、キズ幅が狭いところでは、i) と同様であるが、キズ幅が 100μ 程度となると、切屑が発生しはじめる。その磁区は Photo. 11 にみられる複雑なものから、Photo. 12 および Photo. 13 のような単純なものまで種々に変化した。この場合、先にのべた A、B 領域に相当するものの他に、Photo. 11 の中で D および E で示したような領域が観察された。特に D 領域は切屑が発生する場合に常に観察されたもので、キズ周辺約 70μ 程度の領域で、磁区幅は 20μ から 200μ であった。D 領域の磁区構造は 180° 磁壁からなり、 σ_z の存在しない領域にみられるものと同様であるが、これは残留応力が試料板面に平行な張力であるためと思われる。Photo. 13 ではキズの右側に D 領域がみられるが、A および B 領域に相当するものはみられない。

Photo. 14 には磁場によるこれらの領域の磁区変化を示したが、D 領域では 22 Oe で飽和に達し、その残留応力 σ_z を求めると Fig. 9 のような分布となる。それは切屑の発生しない場

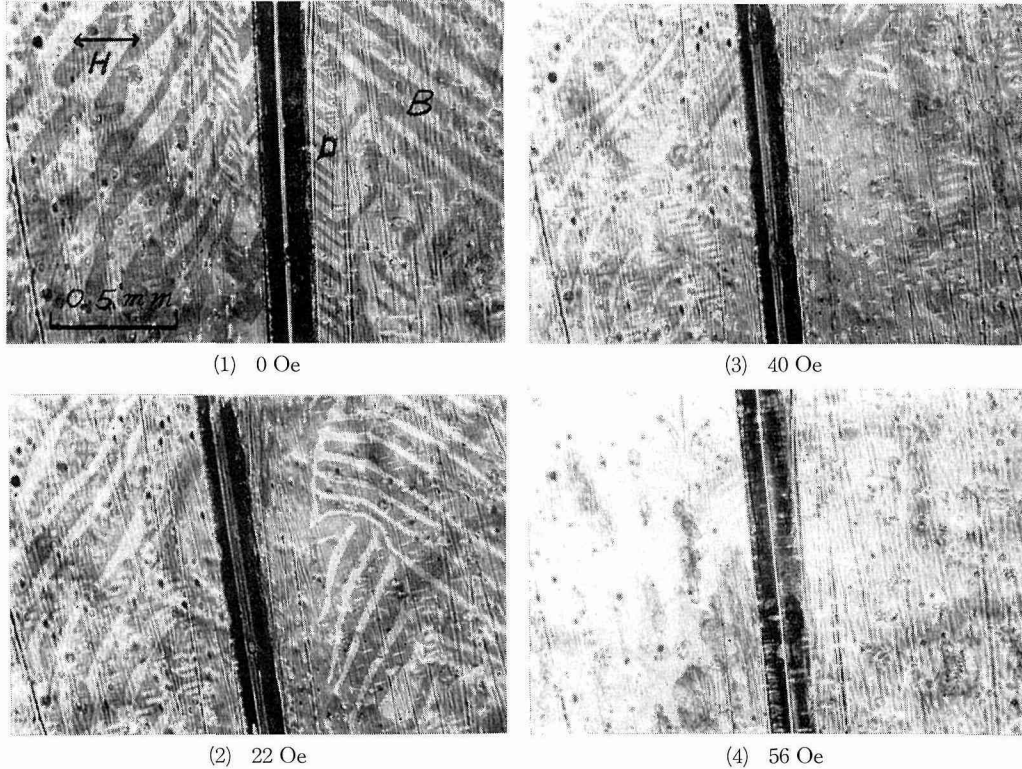


Photo. 14 切屑を生じた場合の引掻キズ周辺の磁区模様の磁場による変化

合より小さい値となっているが、キズの影響をしている領域は広がっている。

4-2-3. その他の方法による加工

i) Photo. 15 はビッカース硬度計により 56μ の圧痕をつけた場合の磁区変化を示すが、圧痕のまわりに B 領域に相当するような変化が認められた。この領域は圧痕から 150μ の範囲までで、その磁区幅は約 75μ であった。ここで $D \sim 75\mu$, $L \sim 150\mu$ とすると、 $\sigma_z \sim 0.4 \text{ kg/mm}^2$ となる。

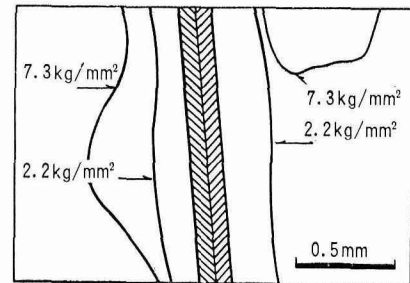
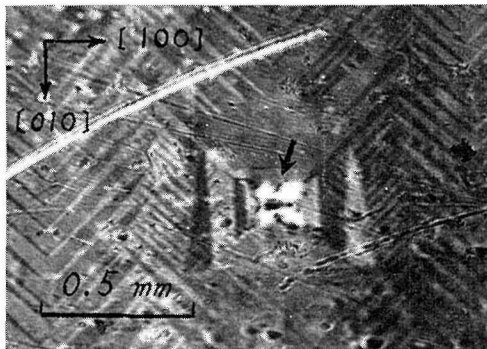
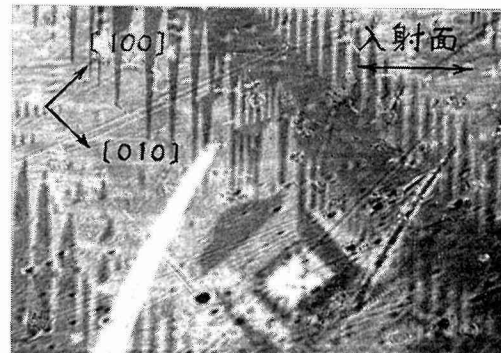


Fig. 9 切屑が発生した場合の残留応力 σ_z の分布



(1)



(2)

Photo. 15 ビッカース硬度計の圧痕周辺の磁区模様

5. 結 論

磁気 Kerr 効果による磁区観察方法と他の観察方法について比較検討し、それによって 3 % Si-Fe 単結晶の磁区とその磁場による変化を観察し、考察した。さらに、機械的加工を施した場合の磁区観察から残留応力をもとめた。その結果、

(1) 磁化過程の磁区を観察した結果、 180° 磁壁に対してつくられる 90° 閉磁区が飽和に近い磁場中でも消失しないことが明らかとなった。これは閉磁区が単に静磁エネルギーを最小にするという条件のみでなく、何らかの内部的欠陥を伴ったところに現われることが推論された。

(2) 種々の機械的加工により生ずる磁区を観察した結果、ひっかきキズの場合、その残留応力値によって磁区模様はつぎのような領域に分れていた。残留応力 σ_z が、i) 約 10 kg/mm^2 (A 領域) ii) 約 1 kg/mm^2 (B 領域) iii) σ_z は零であるが、板面に平行な張力が働いている (D 領域) および iv) 複雑な磁区 (E 領域) である。この場合切屑が発生する場合と発生しない場合では残留応力とその分布に大きな差が認められた。また、ビッカース硬度計の圧痕による残留応力は比較的小さく、ii) に相当する磁区が観察された。

このようにして磁区解析から容易に残留応力が求められるのは単純な磁区構造をもつ(100)面方位の結晶に限られ、また、それから得られる応力も板面に垂直な成分だけであるという制限がある。しかし、複雑な手順を要することなく、かなりの高倍率で広い範囲の残留応力とその分布を知ることができることは、機械的加工による残留応力の研究に有効な手段であるように思われる。

6. お わ り に

本実験を行うにあたって種々の便宜を図って下さった、武笠幸一氏、五十嵐悟氏、内容を検討して下さい下さった勇田敏夫氏、岡田亜紀良氏、田頭孝介氏および大学院生の諸氏に感謝します。

参 考 文 献

- 1) Carey: Magnetic domains and techniques for their observation, Academic press, New York. (1966),
- 2) F. Bitter: Phys. Rev., 41 (1932), 507.
- 3) H. J. Williams, R. M. Bozorth, W. Shookley: Phys. Rev., 75 (1949), 155.
- 4) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, M. J. Whelan: Electron microscopy of thin crystals, Butterworths. London, (1965).
- 5) J. Kačzer: Czech. J. Phys., 6 (1956), 173.
- 6) C. A. Fowler, E. M. Fryer: Phys. Rev., 104 (1956), 552.
- 7) J. F. Dillow: J. Appl. Phys., 29 (1958), 1286.
- 8) A. L. Howler: J. Appl. Phys., 32 (1961), 1234.
- 9) J. Kerr: Phil. Mag., 3 (1877), 321.
- 10) J. Kranz, W. Drechsel: Z. f. Physik., 150 (1958), 632.
- 11) D. Treves: J. Appl. Phys., 32 (1961), 358.
- 12) D. Treves: unpublished data, (1960).
- 13) H. R. Lenter: Proc. SESA., 10 (1953), 23.
- 14) L. V. Colwell: Trans. ASME., 77 (1955), 1099.
- 15) 大久保準三・小川四郎: 日本金属学会誌, 5 (1941), 143.
- 16) S. Chikazumi, K. Suzuki: J. Phys. Soc. Japan, 10 (1955), 523.