磁区観察におけるマグネタイト微粒子を 試料表面から除去する簡単な方法

(A Simple Method to Remove Magnetite Fine Particles from Sample Surfaces in Magnetic Domain Observation)

伊藤 幹彦* 桜井 伴明** 後藤 公美**

(Mikihiko Ito, Tomoaki Sakurai and Kimiyoshi Goto)

磁区観察を行うための方法は幾つかあるが、最も歴史の古い Bitter 法⁽¹⁾(粉末図形法)は比較的簡単な方法であるため広く用いられている。この方法は、大きさ数十 nm のマグネタイト (Fe_3O_4) 微粒子を分散させたコロイド溶液を磁性体の表面に滴下させ、磁壁または磁区に吸引されたマグネタイト微粒子の作る模様(Bitter 模様)を、光学顕微鏡により観察する方法である。現在ではコロイド溶液に改良を加え、滴下したコロイド溶液を乾燥し、電子顕微鏡⁽²⁾や走査電子顕微鏡⁽³⁾を用いて $1\mu\text{m}$ 以下の微細な磁区を観察することも可能となっている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。

一方、Bitter 模様の観察を行ったのちに異った磁化状態の磁区を観察する場合、試料表面に吸着されたマグネタイト微粒子を除去する必要がしばしば生ずる。しかしながら、このマグネタイト微粒子を除去するための適当な方法がないのが現状である。一般には、ガーゼまたは脱脂綿により試料表面を軽くなでて微粒子をふき取っているが、マグネタイトのビッカース硬さは $440\sim 1100$ ⁽⁶⁾であり、観察試料の硬さより硬いためかなりの注意を払っても引掻き傷が生じてしまう。この引掻き傷およびこのために誘起されるひずみは、磁区に影響を与えることが多い。また磁気光学的 Kerr 効果による磁区観察をつぎに行う場合には、引掻き傷は偏光を散乱させる。したがって、再び試料表面の最終仕上げを行えばよいわけであるが、最終仕上げはバフ研磨、焼鈍、電解研磨などを含むので、極めて煩雑である。さらにこの場合、着目している試料部分が失われる恐れがある。このような理由により、試料表面を少しもそこなわずにマグネタイト微粒子を除去する方法が望まれるわけである。われわれは最近、電子顕微鏡用の試料作製においてよく知られているブランクレプリカ⁽⁷⁾の方法を適用した所、かなり良い結果が得られたので以下に報告する。

ブランクレプリカは試料表面の汚れを除去するために用いられるもので、ここでは試料表面のマグネタイト微粒子を汚れと見なして、ブランクレプリカの方法を行うのである。まず試料表面のコロイド溶液を乾燥させたのち、スポットで酢酸メチルを滴下する。酢酸メチルが乾燥しないうちに、厚さ 0.03mm 程度のアセチルセルローズ膜(以下 AC 膜と略記、商品名ビオデン)の小片(大きさは試料表面の大きさ程度)でおおう。この時 AC 膜の上から指などにより軽く圧力をかけてもよい。酢酸メチルが完全に乾燥してから、ピンセットにより AC 膜をはく離する。マグネ

タイト微粒子は AC 膜に包まれて固着し、AC 膜と共に試料表面から除去される。もしマグネタイト微粒子がまだ表面に残っている場合は、この操作を繰り返せばよい。この方法は数分で完了し、極めて簡便である。なお、はく離された AC 膜には Bitter 模様がそのまま移されており、変化する磁区の記録として利用できる。

つぎにこの方法によって得られた結果の例について述べる。まず光学顕微鏡によって Bitter 模様を撮影($\times 100$ の乾燥系対物レンズを使用)したのちに、上記の方法によって AC 膜をはく離させ、そのままの試料表面を再び光学顕微鏡によって撮影した。使用したコロイド溶液は、平均直径 $10\sim 20\text{nm}$ のマグネイト微粒子を石鹼水溶液に懸濁させて作製した。Photo.1(a)は SmCo_5 焼結磁石(日立金属製 Hicorex 23)の平滑な(0001)面の Bitter 模様である。試料表面は、ダイヤモンドペーストを用いたバフ研磨によって仕上げた。迷路状に走る暗黒色の細い筋がマグネタイト微粒子の集積した 180° 磁壁であり、点在する円状などの黒い領域は主に焼結のための空孔である。Photo.1(b)は 1 回の AC 膜はく離後の同じ場所の写真であり、マグネタイト微粒子は完全に除去されている。Photo.1(c)は電解研磨を行った *hcp* Co の表面の Bitter 模様である。重畳したスパイク状磁区が見られ、暗黒色の細い多くの線がマグネタイト微粒子の吸着している 180° 磁壁である。1 回の AC 膜はく離後の同じ場所の状態を Photo.1(d)に示したが、マグネタイト微粒子がわずかに残存しているため、磁壁が薄くえがかれている。われわれの経験によれば、この程度のマグネタイト微粒子は、もう 1 回の AC 膜操作により完全に除去される。

Photo.1(e),(f)には表面が平滑でなく、凹凸を含む面の場合を示した。試料は配向されていない Ba フェライト ($\text{BaO}\cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) 磁石で、観察面は焼結したままの表面である。Photo.1(e)にはその Bitter 模様を示す。(e)におけるすべての結晶粒の表面には、迷路状の模様や平行な模様を含めて種々の Bitter 模様が、良く形成されていることが確認されている。しかし凹凸をなしているため、たとえば写真の左側や右側にある大きな結晶粒などのように、写真にその模様が撮影されていない部分もある。Photo.1(f)は 2 回の AC 膜はく離後の写真であるが、磁壁が完全に消えている。このような凹凸のある場合においても、マグネタイト微粒子は良く除去されていることがわかる。

* 東北大学大学院(Graduate School, Tohoku University, Sendai)

** 東北大学科学計測研究所(Research Institute for Scientific Measurements, Tohoku University, Sendai)

Photo.1 (a) Bitter patterns on a polished(0001)plane of a sintered SmCo_5 permanent magnet. (b) The same surface area as in(a)after one peeling process of acetyl cellulose film was made. (c) Bitter patterns on an electrolytically polished surface, which is near the plane parallel to $[0001]$ direction, of hcp cobalt. (d) The same surface area as in (c) after one peeling process of acetyl cellulose film was made. (e) Bitter patterns on some crystal grains of a sintered Ba ferrite magnet. (f) The same surface area as in (e) after two peeling processes of acetyl cellulose films were made.

以上を要約すると、Bitter 模様を形成するマグネタイト微粒子を除去するために、ブランクレプリカの方法を平滑な面をもつ SmCo_5 、Co および凹凸面をもつ Ba フェライトに試みた結果、極めて有効な方法であることが明らかになった。

SmCo_5 試料を提供された日立金属株式会社 磁性材料研究所 宮崎 健副所長に厚く感謝する。

文 献

- (1) D. J. Craik and R. S. Tebble : *Ferromagnetism and Ferromagnetic Domains*, North-Holland Publishing Co., Amsterdam, (1965), 66.
長島富雄, 榎藤靖夫: 磁気, 実験物理学講座第 17 巻, 近角聡信編集, 共立出版, (1970), 350.
- (2) D. J. Craik and P. M. Griffiths : *Br. J. Appl. Phys.*, **9**(1958), 279.
- (3) K. Goto and T. Sakurai : *Appl. Phys. Lett.*, **30** (1977), 355.
- (4) L. F. Bates and D. J. Craik : *J. Phys. Soc. Jpn.*, **17** Suppl. B-1 (1962), 535.
- (5) 後藤公美, 伊藤幹彦, 桜井伴明: 第 2 回日本応用磁気学会学術講演概要集, (1978・9 月), 194.
- (6) W. Uytenbogaardt and E. A. J. Burke : *Tables for Microscopic Identification of Ore Minerals*, Elsevier Publishing Co., Amsterdam, (1971), 168.
- (7) 電子顕微鏡学会編: 電子顕微鏡の理論と応用 I, 丸善, (1959), 249.

(1979 年 2 月 13 日受理)