

# 強磁性体の磁区観察教材の開発

(理科教育講座・物理学教室) 中本 剛

(松山市役所) 大西 由理佳

## Development of a teaching material for observation of magnetic domains in ferromagnetic materials

Go NAKAMOTO and Yurika ONISHI

(平成 28 年 7 月 28 日受理)

抄録：A teaching material for observation of magnetic domains in ferromagnetic materials has been developed in this study. The Bitter method is selected to observe magnetic domains of polycrystalline iron. In order to remove any stress on surface of iron, an electro-chemical etching method was used to polish iron plates using chromium free electro-chemical etching fluid. We have succeeded in clear observation of magnetic domain structure in ferromagnetic materials.

キーワード：強磁性体 (Ferromagnetic materials), 磁区 (Magnetic domain), 教材 (Teaching material)

### 1. はじめに

磁性とは、物質に磁場を印加したとき、その物質が磁場に対してどのような応答を示すかを研究する物性物理学の中の一分野である。このような観点から物質を分類したとき、その物質を磁性体と呼ぶ。磁性体の最も身近で有名なものは、鉄に代表される永久磁石に強く引き付けられる強磁性体と呼ばれる物質である。永久磁石やそれに引き付けられる強磁性体に関連した磁気現象は多くの人にとって身近な物理現象の一つとして認知されている。まず、小学校の第3学年の「磁石の性質」において、物質には、磁石に引き付けられる物と引き付けられない物があることを学習する[1]。その後、小学校第5学年では、コイルを流れる電流が鉄心を磁化すること、また、それを用いた電磁石の性質を学習する[2]。さらに、

中学校第2学年では、電流が磁場を作ること、磁場中で電流が力を受けること、磁場の時間的変化が電気を発生させる電磁誘導を学習する[3]。また、最近の高等学校の教科書の多くは、磁性体の分類や本稿で取り上げた磁区構造についても記述されている[4, 5]。このように、磁気に関わる物理現象は、小学校以来多く取り上げられて身近に思われているが、実はその本質を理解するためには多くの物理学の知識を必要とする。

次のような磁性現象に関する素朴な3つの質問に答えられるだろうか？

1. 磁石に引き付けられる物質と引き付けられない物質は何が異なるのか？
2. 強磁性体は磁石に引き付けられるが、強磁性体同士が引き付けあったり反発しあったりしないのは何故か？

3. 何故物質は磁場に対して応答するのか？そもそも磁性の起源は何か？

恐らく、現職の学校教員、また、理工系の専門学部を卒業した者でもこれらの質問に回答できる者は多くはないと考えられる。それは、磁性現象は量子効果がマクロに発現したものであり、その本質を理解するためには、量子力学を始めとする多くの物理学的な知識を必要とするからである。

本研究では、磁性体の中でも最も身近であり、工業的にも重要な強磁性体である鉄を取り上げ、強磁性の大きな特徴のひとつである磁区構造を観察するための教材開発を行ったので、その内容について報告する。

## 2. 強磁性体とは？

強磁性体とは前述したように、永久磁石に強く引き付けられる鉄に代表される物質のことである。現象論的には、図1に示すように、永久磁石などで強磁性体に磁場を印加すると、印加した磁場と同じ方向に強く磁化される。このような磁化された状態の強磁性体を棒磁石に例えて考えると、磁場印加に用いた永久磁石のN極側にS極が反対側にN極が現れた磁石と等価であることが分かる。したがって、強磁性体は磁場印加によって磁化されて磁石となり永久磁石に引き付けられることになる。

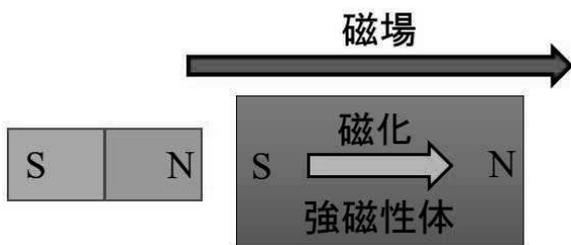


図1 強磁性体の磁化現象

### 2-1 強磁性の起源

では、磁場印加によって生じる磁化の起源は何であろうか？中学校第2学年で学習するように、我々は、電流（電荷の流れ）が磁場を作ることを知っている。固体金属である鉄は、鉄原子がアボガドロ数程度集まってできている。また、物質の物理的・化学的性質を示す最小単位は原子である。実は、原子内の電荷の流れが磁性の起源である。それでは、原子における電荷の流れ（電流）とは何だろうか？原子は、その中心に正の電荷を持つ原

子核と、その周りを回る負の電荷を持つ電子から構成されている。電子は原子核の周りを回る軌道運動だけではなく、自転運動に相当するスピンもしている。図2に示すように、これが原子内における電荷の流れ（電流）に相当し、これら電子の2つの運動によって原子は磁気を生じている。この電子の軌道運動とスピンから生じる原子が持つ磁石を分子磁石と呼ぶ。分子磁石をベクトル的に足し合わせたものがマクロに現れる磁化である。この分子磁石の大きさと配列によって磁性体の分類が決まる。

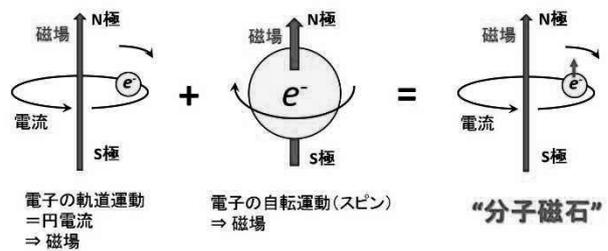


図2 電子の軌道運動とスピンによる分子磁石の起源

強磁性体では、図3に示すように、この分子磁石の大きさが大きく、かつ交換相互作用と呼ばれる量子力学的な相互作用によって分子磁石が互いに平行に配列した状態にある。

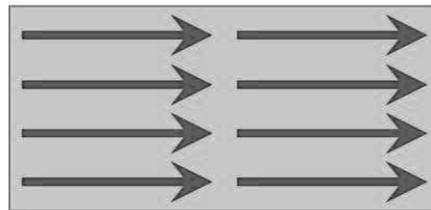


図3 交換相互作用により整列した強磁性体内の分子磁石

### 2-2 強磁性体における磁区構造と磁化過程

もし強磁性体が図3に示すような分子磁石の配列を持っているならば、それは、強磁性体が永久磁石と等価な状態にあることを意味する。つまり、強磁性体である鉄同士が引き付けあったり、斥けあったりすることになる。しかし、実際の強磁性体ではこのようなことは起こらない。それは、零磁場下で図3のように磁極が強磁性体の表面に現れた状態は、静磁エネルギーが高い不安定な状態だからである。実際の強磁性体は、この静磁エネルギーを下げるために、一例として図4に示すような状態をとる。それぞれの中では交換相互作用により分子磁

石が平行に整列した磁区と呼ばれる4つの領域に別れ、強磁性体内部で磁力線を閉じることによって表面に磁極を出さないようにして静磁エネルギーを下げている。この磁区を隔てている壁を磁壁と呼ぶ。

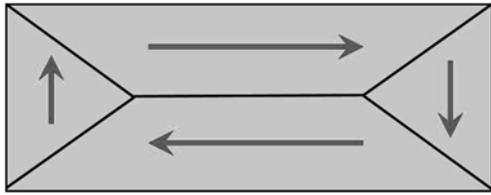


図4 強磁性体の磁区構造

図4中央の上下の磁区で分子磁石が $180^\circ$ 反転している磁壁を $180^\circ$ 磁壁という。磁壁中では、交換相互作用エネルギーをなるべく損しないように、分子磁石は100原子層程度を掛け徐々に回転していく。磁区構造には様々なものがあるが、静磁エネルギーや交換相互作用エネルギーなどの磁気的エネルギーが最小となるような状態が実現している。このように、強磁性体は零磁場の下では磁区構造をとることによってエネルギーの低い安定な状態を保っている。

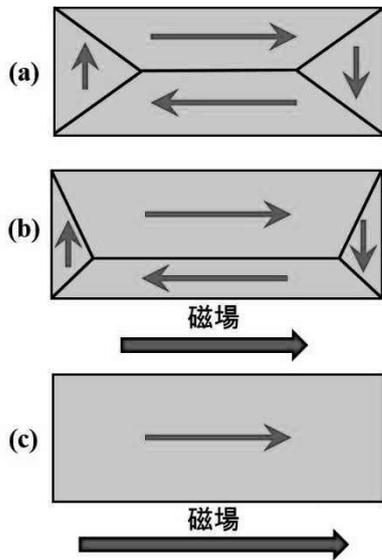


図5 強磁性体の磁化過程

次に強磁性体に磁場を印加したときの磁化の変化を図5に示す。零磁場では磁区構造をとり、磁極を表面に出さない安定な状態にある(a)。磁場を印加し、その大きさを大きくしていくと、磁場に平行な向きに揃った分子磁石からなる磁区の体積が増大していき(b)、最終的には(c)に示すような全ての分子磁石が磁場方向に揃った

単一の磁区構造となる。この状態を磁気飽和という。図1に示した磁化状態は、この磁気飽和の状態に相当する。

### 3. 磁区観察法

磁区の観察法には、ビッター法、偏光光学顕微鏡を用いファラデー効果や磁気カー効果を利用した磁気-光学的方法、ローレンツ効果を利用したローレンツ電子顕微鏡法、X線トポグラフィ法など様々な方法が存在する。これら観察装置の殆どは、非常に高価であり、学校現場では管理が難しい。そこで、本研究では、その原理が直感的に分かりやすく教材化に最も適していると考えられるビッター法を採用し、強磁性体の磁区観察教材を開発することにした。

#### 3-1 ビッター法による磁区観察方法

ビッター法とは、粒径20nm程度の磁性微粒子コロイドを強磁性体試料の表面に滴下したとき、試料表面の漏洩磁場の存在する場所に磁性微粒子が磁力によって集まる現象を利用して磁区を観察する方法である[6]。磁性微粒子コロイドを強磁性体表面に滴下した後、カバーガラスを載せて表面を光学顕微鏡で観察すると、磁区内の磁化方向を反映する磁性微粒子が描く模様を観察でき、磁化方向および磁区構造を知ることができる。例えば、図6に示すように、試料表面に磁化の垂直方向に傷が存在する場合、磁場が漏洩し傷の両端に磁極が現れる。その結果、磁性微粒子はこの磁極に引き付けられ傷の方向(磁化と垂直な方向)に黒い線を描く。

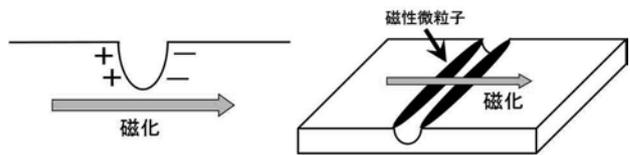


図6 ビッター法による磁区観察の原理

本研究では、磁性微粒子コロイドとして、理科教材として市販されている入手容易なナリカ製P70-3830磁性流体を使用した。また、磁区観察を容易にするためには、単結晶試料や結晶粒サイズの大きな強磁性体が望ましいが、教材化を考慮して入手が容易で安価な $12 \times 50 \times 0.5$ mmの電極用多結晶鉄板を成形して用いた。

ビッター法で磁区観察を行うためには、試料表面を平滑にし、かつ歪を取り除くことが必須となる。試料に歪が残存する場合、磁化の方向は歪の影響を受けて変化するため、本質的な磁化方向や磁区構造の観察が困難となる。一般的によく行われるダイヤモンドスラリーやアルミナ微粒子などの研磨剤を用いた機械研磨では、試料表面は平滑かつ鏡面になるものの歪を除去することはできない。歪を除去するための研磨方法として電解研磨が用いられる。電解研磨とは、図7に示すように、電解液を電解槽に入れ、試料を陽極、銅板を陰極として通電することにより、試料表面を化学的に研磨する方法である。図7右のように試料表面に青色で示した凹凸が存在する場合、陰極からの距離が近い凸の部分は電気抵抗が小さいために電流がより流れ優先的に研磨が進むので試料表面を歪を残すことなく平滑にすることができる[6]。

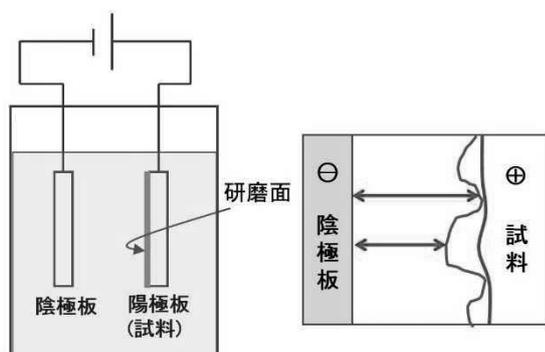


図7 電解研磨の概要とその原理

#### 4 試料研磨法の検討

ビッター法による磁区観察用試料を作製するために、まず機械研磨により観察面を平滑にした後、試料表面の歪を取り除くために電解研磨を行った。

##### 4-1 機械研磨

機械研磨の手順を以下に示す。まず、#1000、#1500、#2000のエミリー紙を用いて順に研磨した後、さらに粒径  $5\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \mu\text{m}$ 、 $0.05\ \mu\text{m}$  のアルミナ研磨剤により鏡面に仕上げた。5-1で機械研磨のみを行った試料の磁区観察結果を示すが、機械的研磨のみでは歪を除去することができず、歪が残存する場合に現れる迷路図形が観察された。

##### 4-2 電解研磨

次に、試料の歪を取り除くために電解研磨を行った。一般的には、鉄系材料の電解研磨の電解液としては、リン酸と無水クロム酸を重量比9:1で混合したものが工業的に用いられている。しかし、この電解液は、強酸であることとクロムが含まれていることから、安全性とその廃液処理を考慮すると教材として学校現場で使用することは難しい。そこで本研究では、近年、環境負荷の小さい鉄系材料の電解研磨液として出口、河西、三木らによって開発されたクロムフリー電解液[7]を参考にして電解液を作製した。エチレングリコール 1000 mL、水 1000 mL、塩化ナトリウム 200 g、クエン酸 132 g の割合で調整したエチレングリコール-塩化ナトリウム水溶液にクエン酸を添加したものを電解液として用いて電解研磨を行った。

本研究で使用した電解研磨装置を図8に示す。電解槽としてパイレックス製の100 mLビーカーを用いた。その中に試料である陽極の鉄板と陰極の銅板とを鉛直方向に立てて互いに対向させて配置した。これらの電極板はワニ口クリップ付きの導線により直流電源に接続し、実験用スタンドにて支持した。直流電源には、ナリカ製PSW-005を用いた。



図8 電解研磨装置

研磨電圧と研磨時間を変化させ、最適な電解研磨条件を調べた。電解研磨中は電解液の攪拌は行わず、一定の電源電圧を研磨終了までの一定時間印加して電解研磨を

行った。

まず、研磨時間を 10 分、極板間距離を 10 mm にして最適研磨電圧を調べた。研磨電圧が 3、5、7、10 V のときの鉄板の研磨状態を図 9 に示す。研磨電圧が 3 V の場合、試料表面は研磨が不十分で粗い凹凸が観測された。また、表面が一様に研磨されていないことも判る。一方、研磨電圧が 7 と 10 V のときは、3 V の場合ほどではないが表面が粗く、また、研磨が必要以上に進み、試料の厚みが半分以下になっていた。5 V のときは、表面の研磨状態に不均一さはあるものの最も鏡面に近かったことから、最適研磨電圧は 5 V と判断した。

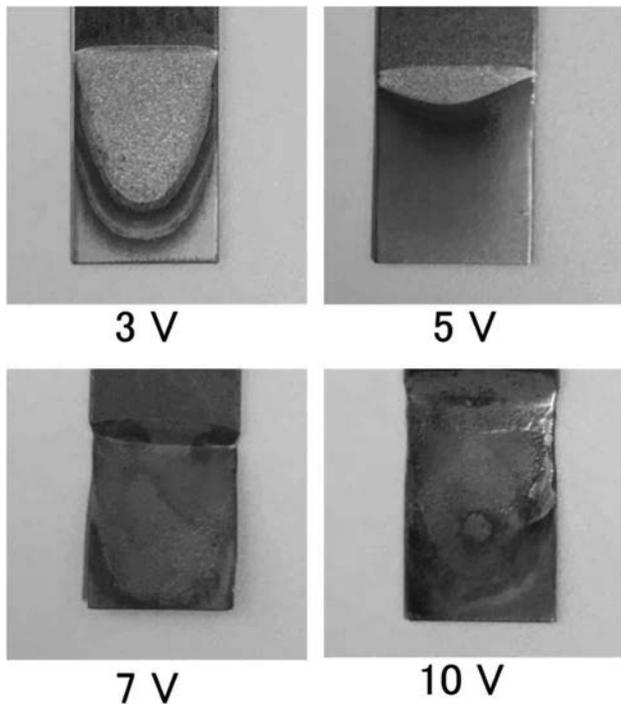


図 9 研磨時間 10 分、極板間距離 10 cm で研磨電圧を変化させた場合の多結晶鉄板の表面研磨状態

次に極板間距離を 10 mm、研磨電圧を 5 V として、研磨時間の検討を行った。図 10 に研磨時間を 10 分から 40 分まで 10 分ずつ変化させたときの鉄板の研磨状態を示す。研磨時間の増加とともに表面が鏡面に近づいていくことが判る。ただし、研磨時間が長くなると試料の研磨が激しく進み、40 分以上研磨すると試料が完全に溶解する場合もあった。研磨電圧 5 V で 40 分間電解研磨を行った試料の偏光光学顕微鏡写真を図 11 に示す。結晶粒が明瞭に観測されており、試料として用いた鉄が大きさ数 10  $\mu\text{m}$  程度の結晶粒からなる多結晶体であることも判っ

た。この顕微鏡観察の結果から、今回の実験条件下においては、研磨電圧 5 V、研磨時間 40 分を磁区観察のための最適電解研磨条件と判断した。

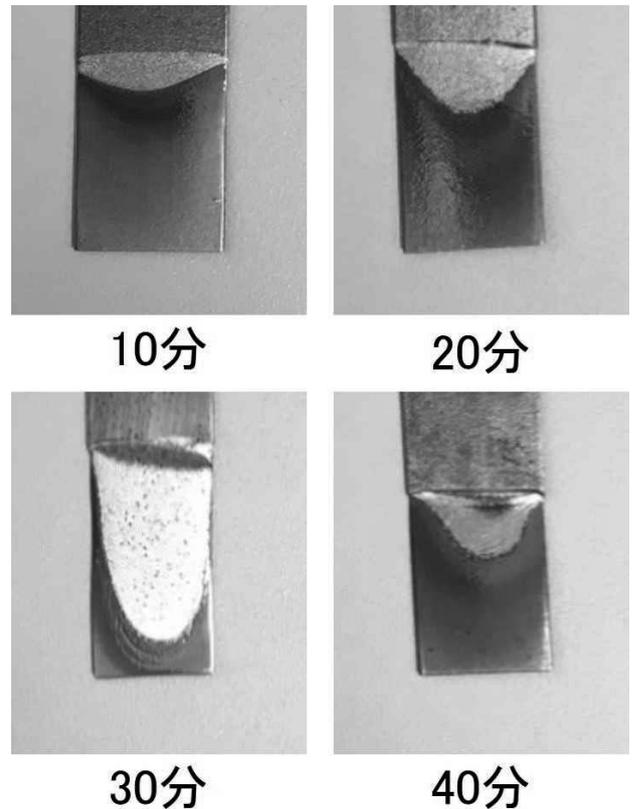


図 10 極板間距離 10 cm、研磨電圧 5 V で研磨時間を变化させた場合の多結晶鉄板の表面研磨状態

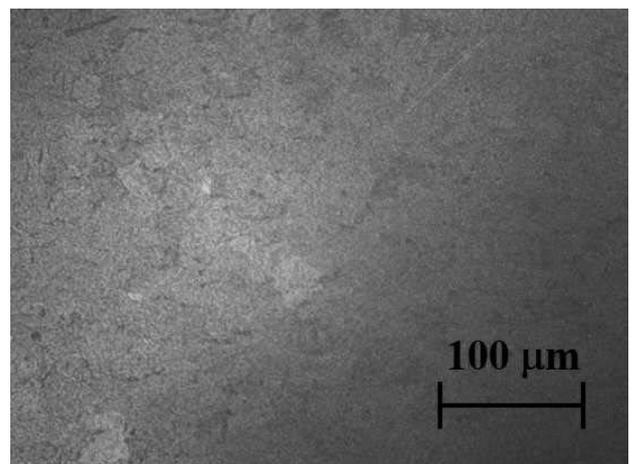


図 11 極板間距離 10 cm、研磨電圧 5 V、研磨時間 40 分で電解研磨を行った多結晶鉄板の表面の偏光光学顕微鏡写真

しかしながら、電解研磨における改善点も挙げられる。そのひとつは表面の研磨状態が一様ではないことで

ある。図9と10の写真に見られるように、電解液表面直下の試料面には粗い“舌”のような形状の領域が存在する。また、この領域は、同一条件下で電解研磨をおこなっても、その面積が異なり再現性が低かった。これは、研磨中に陰極の銅板から生じる気泡により極板間に電解液の対流が誘起され研磨ムラができるためと考えられる。これを改善するためには、試料である陽極を下にして、2つの電極を電解液液面に平行に対向させ、試料表面上における対流を防ぐなどの対策が有効であると考えられる。

## 5 磁区観察

前章で述べた電解研磨により作製した試料について磁区観察を行った。観察には反射型の偏光光学顕微鏡

(MEIJI TECHNO CO., LTD, MT8100)を用いた。まず、試料に付着した電解液を完全に除去するためにアセトンを用いて超音波洗浄を行った。洗浄後、試料をスライドガラス上に置き、観察面に磁性微粒子コロイドを滴下した後、その上からカバーガラスで覆って磁区観察を行った。

### 5-1 機械研磨試料に対する磁区観察

機械研磨のみを行った試料の磁区観察結果を図12に示す。黒色の磁性微粒子が迷路状の複雑な模様を描いているのが判る。これは、迷路図形と呼ばれ、試料表面に歪が存在する場合に現れる模様である[6]。

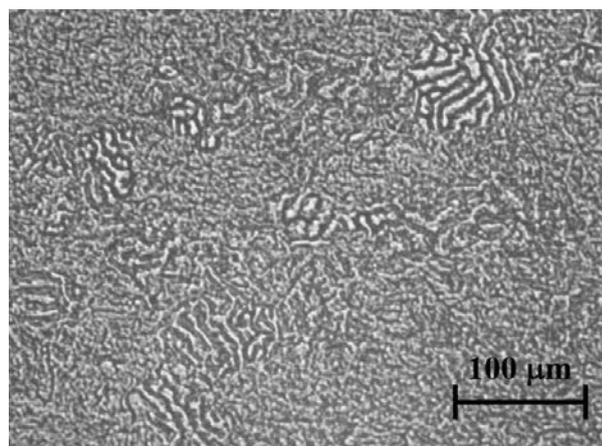


図12 機械研磨のみ行った多結晶鉄試料で観察された迷路図形

強磁性体が磁化すると、それに伴って結晶は膨張あるいは

収縮をする。これを磁歪という。逆に、結晶に歪が存在すると磁化の方向は歪の影響を受けて変化する。このような迷路図形は、試料表面に残存する歪に依存する磁化方向を反映して現れるため、本質的な鉄の磁化方向や磁区構造を反映していない。

### 5-2 電解研磨試料に対する磁区観察

図13に電解研磨試料の磁区観察結果を示す。鱗のように見える模様は、そのひとつひとつが図11で観察された多結晶鉄の結晶粒である。観察に用いた鉄板が数10 μm程度の結晶粒からなる多結晶であることが判る。図11と異なるのは、結晶粒内部に磁性微粒子が描く縞状の模様が存在することである。

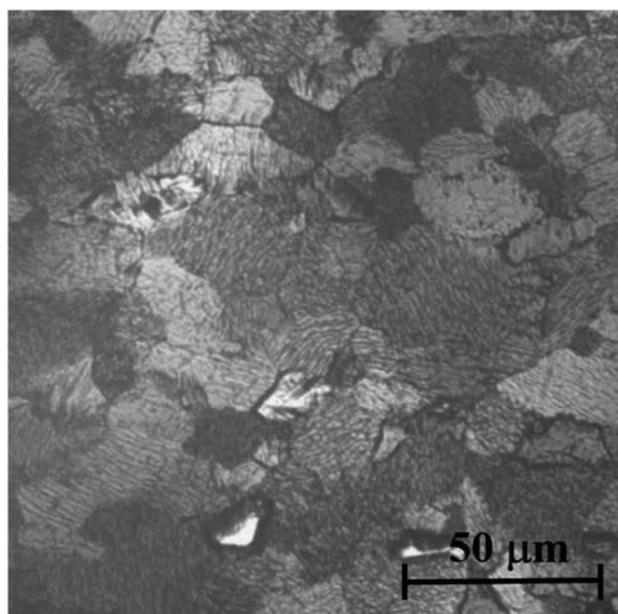


図13 電解研磨を行った多結晶鉄試料の磁区観察結果

図13における一つの結晶粒近傍を拡大したのが図14である。結晶粒内に観測される縞状模様の方向は一つだけではなく、結晶粒内に少なくとも2つ以上の異なる方向を持つことが判る。前述したように、これら磁性微粒子が描く線に対して直交する方向に磁化が向いていると仮定すると、矢印で示した方向に磁化が配向していると結論される。また、磁化の向きが異なる領域を直線で区切った。これが磁壁に相当する境界である。したがって、図14で着目した結晶粒内部には2つの異なる磁化方向を持つ磁区構造が存在すると結論される。以上のように、鉄多結晶において磁区構造を明瞭に観測することができた。

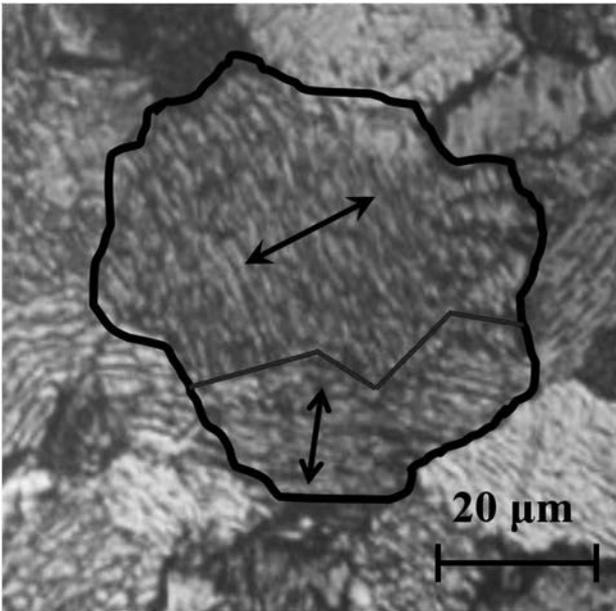


図 14 多結晶鉄における結晶粒内部の磁区構造

## 6 まとめと今後の展望

本研究では、鉄に代表される強磁性体が有する特徴的な磁区構造を観察するための教材の開発を行った。磁区観察法として、直感的に分かりやすく教材化に最も適していると考えられるビッター法を用いた。試料には、安価で入手が容易な多結晶鉄板を使用し、磁性微粒子コロイドも教材として販売されている入手容易な物を用いた。ビッター法における磁区観察では、観察試料表面を平滑にし、かつ歪を除去する必要がある。このために電解研磨法が用いられるが、これに一般的に用いられている電解液はクロムを含む強酸であり学校では取り扱いおよび廃液処理が困難である。本研究では、近年開発された環境負荷が小さく比較的安全に取り扱うことができるクロムフリーの電解液を参考にし、学校現場で容易に使用することができる実験機材を使って電解研磨の最適条件を決定した。その結果、多結晶鉄の磁区構造の観測に成功した。

今後の課題として以下のことが挙げられる。

一つ目は、電解研磨における再現性の向上である。本研究で行った電極配置では、研磨中に電解液の対流の影響を強く受けるため、同一研磨条件でも試料表面の研磨状態に違いが現れることが判った。対流の影響を受けにくい電極配置などの検討を行い、安定してより短時間で十分な研磨が行えるような工夫が必要である。

二つ目は、磁化過程に伴う磁区構造変化の観察である。本研究では零磁場下において磁区観察を行った。2-2で述べたように、磁場を印加すると、磁場方向の磁区体積が増大し、やがて磁場方向に磁化が全て揃った磁気飽和の状態に達する。このような強磁性体の磁化過程とそれに伴う磁区構造の観察を行うために、観察面に対して平行に磁場を印加し、さらにその磁場強度の可変機構を設けたい。

以上のような改良を加えることで、児童・生徒に対して身近だと感じている磁性現象により興味を抱かせることができる教材に高めていきたい。

## 参考文献

- [1] 文部科学省, 小学校学習指導要領解説 理科編, 2008, pp.29-30.
- [2] 文部科学省, 小学校学習指導要領解説 理科編, 2008, pp.42-44.
- [3] 文部科学省, 中学校学習指導要領解説 理科編, 2008, pp.33-38.
- [4] 文部科学省, 高等学校学習指導要領解説 理科編 理数編, 2008, p.44.
- [5] 高木堅志郎他, 物理, 2012, 株式会社新興出版社啓林館, pp. 289-290. など.
- [6] 近角聰信, 1984, 強磁性体の物理(下) - 磁気特性と応用 -, 裳華房, pp. 148-156.
- [7] 出口貴之, 河西敏雄, 三木虎連, 2013, ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発 - 電極移動によるステンレス鋼板の電解研磨 -, 埼玉県産業技術総合センター研究報告第 11 巻.