

# 光電子顕微鏡を用いた鉄隕石のナノ磁性解析

小嗣真人 財高輝度光科学研究センター 〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1  
三俣千春 東北大学工学研究科 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-05

**要旨** 我々は鉄隕石の磁気特性と金属組織を調査するために、物質科学に立脚した物性の解析を行った。光電子顕微鏡 (PEEM) を用いて磁区構造を測定したところ、 $\alpha$  相と  $\gamma$  相の界面境界において互いに正対する磁区構造が発見された。これは人工の FeNi では期待されないユニークな磁区構造であった。マイクロマグネティックスシミュレーションで検証を行った結果、界面に偏析した  $L1_0$  型 FeNi 規則合金 (テトラターナイト) に起因することが結論づけられた。

## 1. はじめに

地球に降り注がれる鉄隕石 (隕鉄) の大半は、火星と木星の間に位置する小惑星帯から飛来したものと考えられている。鉄隕石と人類の関わり合いの歴史は古く、メソポタミア文明やエジプト文明の遺跡の中から鉄隕石を加工した装飾具・道具・武器が発見されている。これは紀元前 5000 年から紀元前 3000 年頃のもので、当時は現在のような製鉄技術も無かった為、貴重品であったことは想像に難くない。このような事情から、鉄隕石は人類が初めて手にした鉄と言われている。

鉄隕石は Fe と Ni を主成分とし、ウィドマンステッテン構造と呼ばれる特徴的な微細金属組織を示す (Fig. 1a, b, c)<sup>1-9)</sup>。その一方で、鉄隕石は地球上の FeNi とは大きく異なる磁気ヒステリシスや磁気異方性を示すことも知られている<sup>7-10)</sup>。鉄隕石はこれまで初期太陽系の知見を与える情報源として、地球惑星科学の分野で取り扱われてきており、材料科学の立場から磁性に着目した研究は未だ為されていない。そこで本稿では、鉄隕石を磁性材料の一種と位置付けて、その磁気特性の起源を金属組織と関連付けながら議論した研究例について紹介したい<sup>11)</sup>。鉄隕石の微細構造の解析において、放射光を用いた光電子顕微鏡 (PEEM) がはじめて適用された。

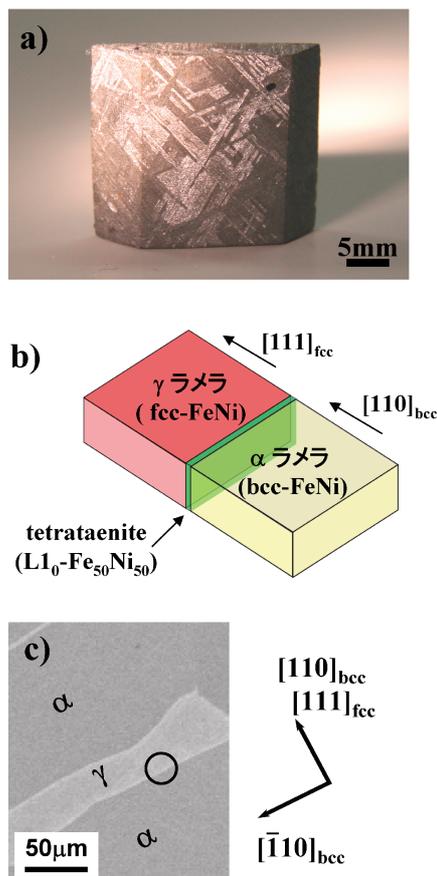
## 2. 鉄隕石の材料特性

鉄隕石は微惑星内核を構成する FeNi が起源とされており<sup>2-4)</sup>、断熱されているため極めて緩やかな徐冷をされる。相図によると FeNi は 1185 K 以下で  $\alpha$  相 (bcc-FeNi, 鉱物名: カマサイト) と  $\gamma$  相 (fcc-FeNi, 鉱物名: テーナイト) に分離しており、広い範囲に亘る偏析が生じた結果、 $\alpha$  相と  $\gamma$  相が明確に分離され、ウィドマンステッテン構造が形成されたと言われている (Fig. 1a)<sup>1-3)</sup>。従って、ウィ

ドマンステッテン構造は  $\alpha$  相と  $\gamma$  相の FeNi 合金の層状結晶 (ラメラ) で構成される多結晶体として表現される<sup>6)</sup>。Ni の偏析は金属の拡散係数と熱平衡状態によって決定づけられることから、鉄隕石の冷却速度は 100 万年に 1°C (合計で約 46 億年) と見積もられている。ウィドマンステッテン構造は加熱によって破壊される不可逆な構造であり、人工的に作製するのは困難な天然の金属組織である。なお、金属組織としては次の特徴を示すことが知られている。

ウィドマンステッテン構造中の  $\alpha$  ラメラと  $\gamma$  ラメラは  $\{110\}_\alpha // \{111\}_\gamma$  となる方位に配向し、面内方向に関しては Nishiyama-Wassermann (NW) オリエンテーションと呼ばれる  $\langle 110 \rangle_\alpha // \langle 112 \rangle_\gamma$  が Kurdjumov-Sachs (KS) オリエンテーションである  $\langle 111 \rangle_\alpha // \langle 110 \rangle_\gamma$  の二通りの界面構造をとることが報告されている<sup>6)</sup>。 $\alpha$  相ラメラでは bcc-FeNi 合金を形成し、組成は均一である。一方、 $\gamma$  相ラメラでは fcc-FeNi 合金を形成し、界面に近接するに従って Ni の濃度が上昇する。界面の近傍ではインバー、テトラターナイト、パーマロイ、Ni といった多様な FeNi 合金相が積層した構造をとる<sup>12-15)</sup>。したがって、界面近傍の構造は様々な FeNi 相で構成された磁性多層膜の一種として標準化する事ができる (Fig. 1b)。そこで、我々は鉄隕石の磁気特性をウィドマンステッテン構造と関連づけて議論することを試みた。

本研究では上記の FeNi 相の中で、特にテトラターナイトに着目し議論を行った<sup>16-18)</sup>。テトラターナイトは鉄隕石中で発見された特殊な FeNi 合金であり、c 軸に沿って Fe 層と Ni 層が単原子層毎に交互に規則的に積層された、いわゆる  $L1_0$  型の超構造として記述される。特に、通常の不規則相 FeNi と比較して 2 桁以上高い磁気異方性 ( $K_1 = 3.2 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ ) を示すことが大きな特徴である。Fe, Ni, および通常の FeNi 合金の磁気異方性は、それぞれ  $4.8 \times 10^4 \text{ J/m}^3$  (Fe),  $-6 \times 10^3 \text{ J/m}^3$  (Ni),  $5 \times 10^2 \text{ J/m}^3$  (イ



**Fig. 1** a) Microstructure in Widmanstätten structure of iron meteorite. b) Schematic view of boundary region, in which tetraenaite phase segregates between  $\alpha$ -FeNi and  $\gamma$ -FeNi phases. c) Scanning electron microscopy image of Widmanstätten structure.

ンバー),  $-2.5 \times 10^3 \text{ J/m}^3$  (パーマロイ, 規則相) である<sup>12-15</sup>). また, テトラテナイト薄片の保磁力を SQUID により見積もったところ  $1 \times 10^5 \text{ A/m}$  程度の値が得られている。これは通常の不規則相 FeNi と比較して 4 桁以上高い値に相当する。Fe, Ni および, 通常の FeNi 合金の保磁力は数十 A/m 程度あるいはそれ以下であり, したがって FeNi 相は通常軟磁性体に分類される。それに対してテトラテナイトは硬磁性体として特徴付けられる。なお, テトラテナイトは中性子照射によって作製できることが Néel によって報告されており<sup>16</sup>), また最近では分子線エピタキシーを用いた単原子層毎交互積層による試料作製も展開されている<sup>17</sup>)。なおテトラテナイトは金属学的には  $\gamma'$  相あるいは  $L1_0$  型 FeNi と表現されるが, 現時点では物性の殆どが明らかになっていない事から, 本稿では鉱物名であるテトラテナイト表記を用いる。

### 3. 実験

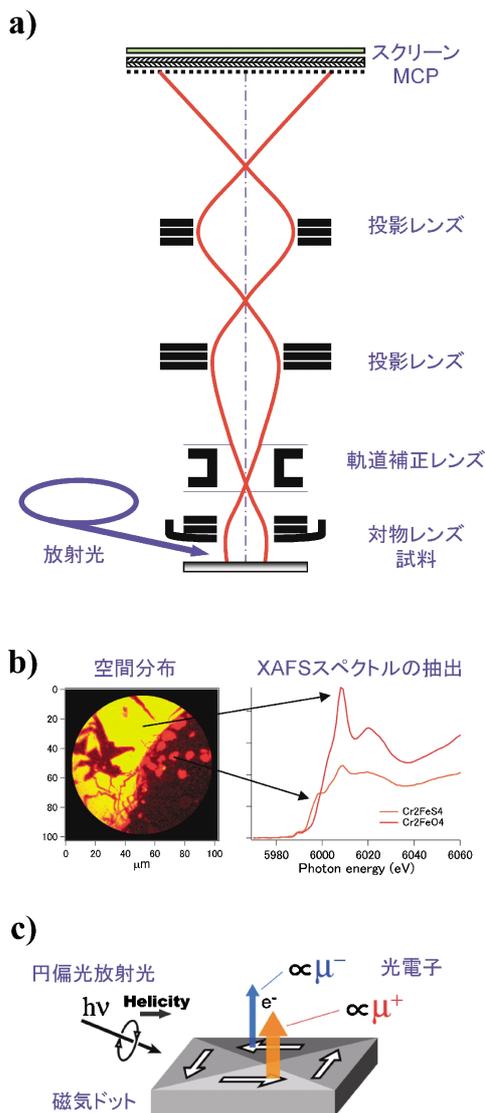
#### (1) 光電子顕微鏡

鉄隕石の金属組織と磁区構造を調査するために, 我々は光電子顕微鏡 (PEEM) を活用した<sup>19-31</sup>)。PEEM は光電効果により放出される光電子の空間分布を約 1 万倍に拡大し, 数十 nm の空間分解能で直接観察できる電子顕微鏡の一種である。そして, 放射光と PEEM との組み合わせは, 実像観察のみならず, 結晶構造や磁区構造に関する知見を同時に得る事ができるため, ナノサイエンスから産業利用にわたって, 近年様々な分野での研究が活発に展開されている。試料に励起光が入射されると, 光電効果により真空中に光電子が放出される。放出された光電子は, 20 kV 程度に加圧された引き出し電極によって一旦加速され, 後段の投影レンズによって位置情報を拡大された後, 最終的にスクリーンに投影される (Fig. 2a)。励起光に放射光を用いる際, スクリーン強度は光電子収量に相当するため, いわゆる X 線吸収量と比例関係を持つ。X 線のエネルギーをスキャンしながら連続的に画像測定を行う事で X-ray absorption fine structure (XAFS) 解析を測定画像のピクセル毎に行う事が出来るため, 化学状態を含めた元素分布や磁区構造の解析が可能である<sup>32</sup>)。

放射光のエネルギーを吸収端近傍で走査することにより X-ray absorption near-edge structure (XANES) を画素毎に取得できる (Fig. 2b)。この際, 電子は原子内の高いエネルギーの束縛状態, あるいはイオン化準位直上の準連続状態に遷移する。どちらの状態も原子配置やポテンシャルの変化に敏感なため, 吸収元素の電子状態やその近傍の局所構造を反映したスペクトルを得る事ができる。また, 励起光に円偏光放射光を用いた実験では, 偏光 (光スピン) に応じて X 線吸収強度に差異が生じる。例えば, 励起光の光スピンの磁気モーメントと平行の配置で X 線の吸収量が增大した場合, 磁気モーメントと反平行の配置では吸収量が減少する。このような光磁気効果は磁気円二色性 (MCD) と呼ばれ, これを利用することで元素選択的な磁区構造解析 (XMCD-PEEM) を行なうことができる (Fig. 2c)<sup>19-26</sup>)。

#### (2) 試料作製

本研究で用いる試料として, 我々はギベオン鉄隕石 (ナミビア共和国ギベオン地方にて, 1836年 J. E. Alexander によって採取される。) を選択した<sup>3</sup>)。ギベオン鉄隕石は明瞭なウィドマンステッテン構造を示す最も代表的な鉄隕石の一つである。 $\alpha$  ラメラの (001)<sub>bcc</sub> 面が観測面となるようダイヤモンドカッターを用いて  $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$  に切り出した。粒径  $6 \mu\text{m}$  のダイヤモンドスラリーで表面研磨した後, 粒径  $1 \mu\text{m}$  でバフ研磨して鏡面に仕上げた。Fig. 1c はウィドマンステッテン構造の SEM 像であり, 本稿では  $\alpha/\gamma$  界面近傍 (円の領域) に着目して PEEM 観測を行っ



**Fig. 2** a) Schematic view of photoelectron emission microscopy: Spatial distribution of photoelectron is projected onto the screen with the resolution of several tens nanometers. b) X-ray absorption spectra are obtained for each pixel on the observed image with sweeping photon energy. c) Magnetic domain structure is obtained by switching the helicity of circularly polarized light.

た。なお原子間力顕微鏡 (AFM) によって見積もられた表面粗さは7.37 nm であり、研磨傷による磁区構造の乱れは無視できる程小さい。また、PEEM 観測は研磨傷の少ない領域で行なわれた。試料の磁気状態は地上に飛来して以来、地磁気や人為的な磁場など様々な磁場によりすでに磁化されていると考えられるので<sup>2,3)</sup>。それらの残留磁化をキャンセルするため、875.6 kA/m から 0 まで減衰する交流磁場を試料面内方向 (Fig. 3a, c の縦方向に相当する) に印加した後、試料面垂直方向にも印加して消磁を行なった。

我々は ELMITEC 社製 PEEM SPECTOR を SPring-8 の2つのビームライン BL39XU<sup>32-35)</sup> と BL25SU<sup>36,37)</sup> に接

続して画像測定を行った。硬 X 線ビームラインである BL39XU において局所 XAFS 測定を行い、軟 X 線ビームラインである BL25SU において MCD-PEEM 測定を行なった。PEEM SPECTOR の到達分解能は35 nm であり、視野径50  $\mu\text{m}$  における1ピクセルは100 nm に相当する。XAFS 測定における画像一枚あたり露光時間は約10秒とし、Fe の K 吸収端である6.90から7.80 keV の領域で合計421枚の画像を取得した。また Ni の K 吸収端においても同様に、8.12から9.02 keV の領域で連続的に画像測定を行なった。組成比の規格化は Ni と Fe の K 吸収端の立ち上がりの高さから定性値を算出し、電子線プローブマイクロアナライザ (EPMA) を用いて検量し、定量値に校正した。MCD-PEEM による磁区構造測定は Fe の  $L_3$  吸収端 (708.4 eV) を用いて行なわれた。キッカーマグネットを用いた1 Hz の高速偏光スイッチングモードを活用し、一枚当たり20分の露光時間で明瞭な磁区像を得る事ができた<sup>37)</sup>。

## 4. 結果と議論

### (1) 組成マッピング

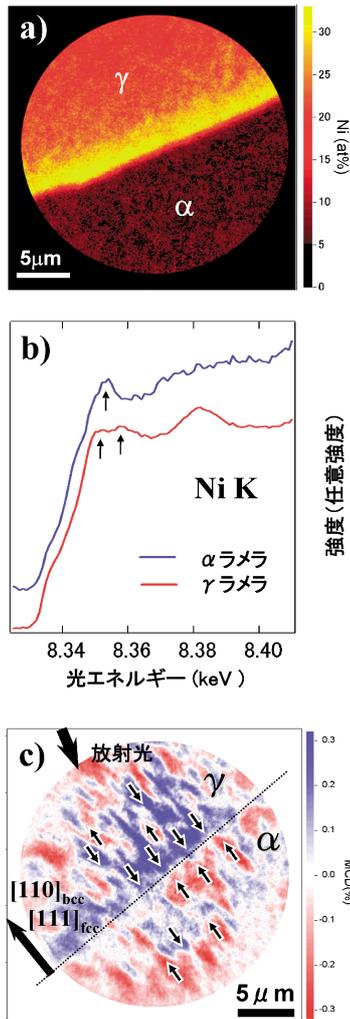
PEEM により得られた Ni の空間分布を Fig. 3a に示す。明るい領域ほど Ni が高濃度であることを示す。S/N を向上させるため露光時間10秒の測定画像を30枚積算している。 $\alpha$  ラメラ中の Ni 組成は均一 (Ni = 6.6 at%) であった。また、細い  $\gamma$  ラメラ中では約28 at% を示した。その一方で太い  $\gamma$  ラメラにおいて Ni 組成比は連続的に分布しており、界面に近づくに従って濃度が急激に上昇する振る舞いが確認された。これはウィドマンステッテン構造の典型的な特徴に一致しており、界面近傍で高濃度の Ni が偏析していることが示唆される。

### (2) XAFS による構造解析

局所結晶構造を議論するため、Ni K 吸収端における代表的な XANES 測定結果を Fig. 3b に示す。図中の各 XANES スペクトルは  $\gamma$  ラメラと  $\alpha$  ラメラの積分強度を入射光のエネルギーに対してプロットしたものの代表例である。矢印に示されるとおり、Ni K 吸収端のピーク構造は  $\alpha$  ラメラにおいては一本に対して、 $\gamma$  ラメラでは二本であることが確認できる。様々な組成の FeNi 合金に対する XANES 測定において、同様の一本から二本へのピーク分離が Ni 25 at% - Fe を境界として確認されており、これは bcc から fcc への構造相転移によるものである事が報告されている<sup>38)</sup>。従って、 $\alpha$  ラメラでは bcc 構造、 $\gamma$  ラメラでは fcc 構造を取ることが示唆される。この振る舞いは Fe の K 吸収端においても同様に確認された。

### (3) MCD-PEEM による磁区構造解析

次に、MCD-PEEM を用いて同じ領域の磁区構造観察を行った (Fig. 3c)。光の入射方向は、矢印に示されるとおり、界面に対して直交する配置に設定した。これは



**Fig. 3** a) Ni distribution in boundary region between  $\alpha$  and  $\gamma$  lamella observed by PEEM. Ni composition rapidly increases towards the interface. b) XANES spectra observed for  $\alpha$  and  $\gamma$  lamella. The spectral change from a single to a double peak on the crest is ascribed to the structural alternation from bcc to fcc structure. c) Magnetic domain structure for same region in (b) observed by MCD-PEEM. Head-on magnetic domains identified over interface. On both sides of the interface, the magnetizations align opposite to each other.

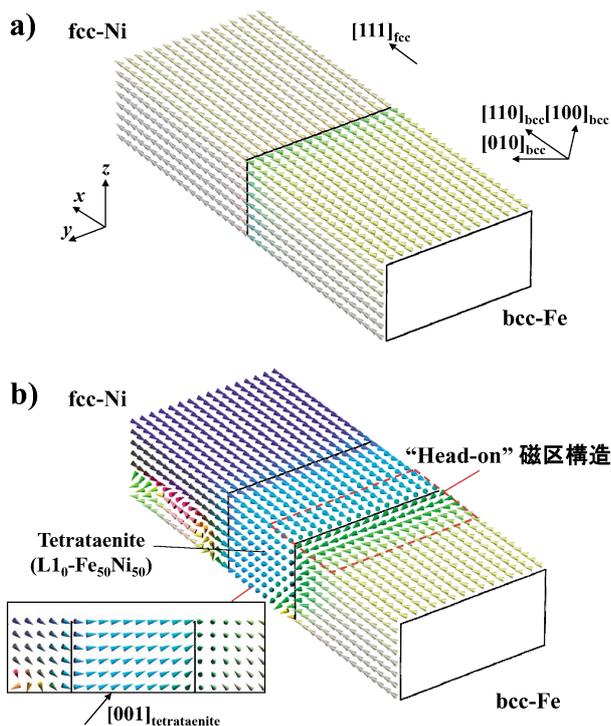
$[110]_{\text{bcc}}$  方向に相当する。なお、赤から青にかけてのカラースケールは MCD 強度を示す。 $\alpha/\gamma$  界面近傍に着目すると、幅約  $2\ \mu\text{m}$ 、長さ約  $4\ \mu\text{m}$  の細長い微細な磁区構造が確認できる。**Fig. 3c** の矢印で示されるとおり、磁化方向は界面を挟んで  $[110]_{\text{bcc}}$  方向に平行、あるいは反平行な向きを持つ。つまり界面に対して直交し、互いに反対方向の磁化をもつ“head-on”構造となることが確認できる。この磁区構造は反磁場による静磁エネルギーの損失が大きく、通常では期待できない磁区構造である。なお、この磁区構造は界面近傍のいたる所において観測される。通常の  $180^\circ$  磁壁では、静磁エネルギーの損失を抑えるために磁化は界面に対して平行に向く<sup>39)</sup>。また、多結晶 FeNi の粒界近傍においては磁化は互いに同じ方向を向く<sup>40,41)</sup>。ほぼ

理想的な Fe/Ni 界面として、Ni(111)上にエピタキシャル成長させた Fe 薄膜においては、Fe の磁化は Ni に対して、平行か直交な配向となり、界面では一般的な  $180^\circ$  磁区あるいは  $90^\circ$  磁区が形成される。ここで  $90^\circ$  磁区の発生は結晶磁気異方性による磁化容易方向の違いが主な原因である<sup>42-45)</sup>。従って **Fig. 3c**) でみられる head-on 構造の原因は界面ミスマッチや格子緩和によるものとは考えにくい。一方、PEEM は表面敏感な観測手法であるため、表面粗さに関する検討も行った。AFM で見積もられた表面粗さは  $7.37\ \text{nm}$  であり、最も凹凸の大きい研磨傷においては深さ  $10\ \text{nm}$ 、幅  $100\ \text{nm}$  であった。後述に示すような数値計算において、このようなラフネスの効果を考慮に入れて計算を行ったが、head-on 磁区を再現するには至らなかった。加えて、様々な方向についての表面の傷は今回の縞状磁区や head-on 磁区のような、決まった方位に配置された磁区の原因になることは考えにくく、表面粗さの効果は無視できる程小さいと考えられる。従って、今回観測された縞状磁区と head-on 磁区構造は通常の FeNi に見られる磁区構造とは全く異なる振る舞いであり、鉄隕石特有のユニークな磁区構造であると結論づけられる。

#### (4) マイクロマグネティクスシミュレーションによる磁区構造の検証

観測された磁区構造を理解するため、我々はマイクロマグネティクスシミュレーションによる検討を行なった。理論計算はランダウ・リフシッツ・ギルバート (LLG) 方程式を解き、全エネルギーが最小になる磁区構造を導出した。テトラターナイトの有無に関連する磁区構造を予測するため、単純な Fe/Ni 界面 (**Fig. 4a**)、と Fe/テトラターナイト/Ni (**Fig. 4b**) の二種類のモデルについて行った<sup>46,47)</sup>。計算は様々なテトラターナイト膜厚  $1.4\ \mu\text{m}$ 、 $1.2\ \mu\text{m}$ 、 $1.0\ \mu\text{m}$ 、 $0.8\ \mu\text{m}$ 、 $0.6\ \mu\text{m}$ 、 $0.4\ \mu\text{m}$ 、 $0.2\ \mu\text{m}$  について実施され、また NW と KS 配置の両者について行なわれた。ここでは厚さ  $1\ \mu\text{m}$  のテトラターナイトの NW 配置における計算結果を代表例として用いて議論を進める。

**Fig. 4a** に示されるように、単純な Fe/Ni 界面においては、磁区構造は単純な形状となり、head-on 構造は形成されない。Fe や Ni の殆どの領域で、磁化はバルクの容易磁化軸である  $\langle 100 \rangle_{\text{bcc}}$  あるいは  $\langle 111 \rangle_{\text{fcc}}$  を向いており、界面に接近するに従って徐々に傾き、界面で通常の  $90^\circ$  磁区を形成する。その一方で、Fe/テトラターナイト/Ni においては磁区は大きく変化し、明確に head-on ドメインの形成が確認できる (**Fig. 4b**)。磁区構造はそもそも全エネルギーが最小になるように形成される。テトラターナイトの結晶磁気異方性は周囲の Fe および Ni と比較して飛躍的に高く、テトラターナイトの磁化の向きを回転させるには高いエネルギーを必要とする。したがって、テトラターナイトの露出した表面近傍では z 方向に働く磁極が生じ、静磁エネルギーが増加する。一方、軟磁性体である Fe および Ni の結晶磁気異方性は小さいので、界面近傍ではテトラター



**Fig. 4** Resulting magnetic domain structure by micromagnetics simulation. (a) Magnetization map in simple Fe/Ni interface. (b) Magnetization map in the boundary region between Fe, tetrataenite and Ni in meteoritic FeNi alloy. The tetrataenite thin film located at the boundary, and realizes the head-on magnetic domains. In calculation,  $1.6 \times 6.4 \times 1.6 \text{ mm}^3$  with 100 nm grid is adopted for simulating boundary region. Magnetic moment is referred to 2.2 and 0.6 mB/atom for Fe and Ni, respectively, and 1.33 mB/atom. Exchange stiffness is adopted as  $1.3 \times 10^{-11} \text{ J/m}$ ,  $1.0 \times 10^{-11} \text{ J/m}$ , and  $0.8 \times 10^{-11} \text{ J/m}$  for Fe, tetrataenite and Ni respectively. Magnetic anisotropy energy is assumed to be  $4.8 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ ,  $3.2 \times 10^4 \text{ J/m}^3$  and  $-6 \times 10^3 \text{ J/m}^3$ , respectively. Calculation runs from random magnetization to a cooled equilibrium state under zero magnetic field.

ナイト近傍で増加した静磁エネルギーを打ち消し、かつ交換エネルギーの増加がなるべく少なくなる磁化分布となる。表面磁極による静磁エネルギーを小さくするためには、何処かに逆極性の磁極が生じる必要があるが、Ni側の磁化が反転したほうがFe側の磁化が反転するよりも交換エネルギーの増加が小さいため、**Fig. 4b)**の挿入図のような構造となる。以上はz方向の磁極に関する議論であるが、x方向についても同様に考えると磁化の大きさがテトラターナイト>Niであるから、界面では磁化のx成分が不連続となり磁極が生じる。この磁極の影響をキャンセルするためには反対の極性をもつ磁極が生じる必要があり、テトラターナイトとFeの界面に逆極性の磁極を生じさせる磁化分を形成する。この分布はhead-onの原因となるが、交換エネルギーを比較すると、 $180^\circ$ 磁壁でもhead-onでも同じ大きさになるので、静磁エネルギーを低下させる

ためにはhead-onが好ましい。以上の理由により、head-onおよびstripe磁区構造が系のエネルギーを最小にする磁区構造として導出される。なお、この磁区構造はいずれのテトラターナイト膜厚においても共通して再現され、NWとKS配置の両方で確認されている。

概念的には、磁気異方性が大きなテトラターナイトは永久磁石として振舞うため、系は永久磁石に軟磁性材料の磁路が接合された磁気回路であり、単純には永久磁石のまわりに磁束が還流する構造を取って静磁エネルギーを減少させると考えられる。一方、本研究の試料のように、界面においても交換結合が顕著である単結晶の積層では、磁束と磁化の方向が異なった分布を示すことで静磁エネルギーと交換エネルギーを同時に減少させるため、積層界面では複雑な磁区構造が形成されたのではないかと考えられる。試料表面に磁極が生じるような磁気回路において、磁束の還流構造とhead-on磁区構造は静磁エネルギーを減少させる目的として矛盾しない分布であることから、head-on磁区構造がテトラターナイトの析出によって形成されたと考えられることは無理のない帰結であろう。

以上の理由から、PEEMで観測された界面近傍の磁区は鉄隕石に特有な磁区構造であり、界面に偏析したテトラターナイトの高い磁気異方性に起因して形成された磁区であると結論づけることができる。ウィドマンステッテン構造において、テトラターナイト相は $\alpha/\gamma$ 界面の至る所に偏析しており、 $\alpha$ と $\gamma$ 相は決まった配向性で配置されていることから、テトラターナイトの磁気特性は鉄隕石の磁気異方性において重要な役割を果たしていることが示唆される。

## 5. 今後の展望

最後に、テトラターナイト相を新しい磁気メモリとして活用する試みを紹介したい。先述のとおり、テトラターナイトは通常の不規則相FeNiに比べ、高い結晶磁気異方性と保磁力を示す。これは外部磁場に対して強固であることを示しており、メモリとしての機能性が高いことを意味する。通常このような強磁性体はCoPtやFePtなどが代表例として挙げられるが、希少金属を使用しているため、資源枯渇の観点では問題がある。一方、テトラターナイトの構成元素であるFeとNiは安価で資源が潤沢であることから、環境に優しい磁性材料として注目が集まりつつある。天然の磁性材料を応用に利用するため、現在、分子線エピタキシー(MBE)を用いてFeとNiを単原子層毎に交互蒸着させ、テトラターナイトを人工的に創製することが行なわれている<sup>17)</sup>。テトラターナイト(L1<sub>0</sub>型FeNi)の磁化容易軸であるc軸を膜面垂直に配向させれば、垂直磁化膜となることが期待され、磁気記録媒体や磁気メモリ、スピントロニクスにおける高効率スピン源としての可能性があり、今後の応用研究への期待が持たれる。

終わりに本研究を実施するにあたって、ご指導やご助言をくださった、高輝度光科学研究センターの脇田高德研究員、鈴木基寛主幹研究員、河村直己副主幹研究員、渡辺義夫副部門長、広島大学の圓山裕教授、石松直樹助教、生天目博文教授、谷口雅樹教授、東京大学の谷内敏之さん、尾嶋正治教授、高エネルギー加速器研究機構の小野寛太准教授各氏に厚く感謝申し上げます。実験はSPRING-8 利用研究課題2004B0738-NXa-np とSPRING-8 重点ナノテクノロジー支援課題2004A0371-NSc-np-Na によって行われた。国立極地研究所の船木貴准教授には鉄隕石の研究を始めるにあたって有意義な議論をさせて頂きました。SEM 及びEPMA 測定は広島大学自然科学研究支援開発センター(N-BARD)の柴田恭宏氏にご協力いただきました。米アリゾナ州立大学のE. Bauer 氏のアドバイスは本研究を始めるに当たって心強い励ましとなりました。そして、磁区形成に関する議論や、人工創成されたテトラターナイトに関して、東北大学金属材料研究所の高梨弘毅教授よりご指導・ご助言をいただきました。この場を借りて厚く御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) F. Heide and F. Wlotzka: *Meteorites: Messengers from space*, Springer (1995).
- 2) 国立極地研究所編: 南極の科学6 南極隕石 古今書院(1987).
- 3) *Handbook of Iron Meteorites*, V. F. Buckwald, Univ of California (1975).
- 4) C.-Y. Yang, D. B. Williams and J. I. Goldstein: *Geochim. Cosmochim. Acta* 61, 2943 (1997).
- 5) J. L. Kirschvink, A. T. Maine and V. Hojatollah: *Science* 275, 1629 (1997).
- 6) H. J. Bunge, W. Weiss, H. Klein, L. Wcislak, U. Garbe and R. Schneider: *J. Appl. Cryst.* 36, 137 (2003).
- 7) T. Nagata and M. Funaki: *Mem. Natl. Inst. Polar. Res.* 46, 245 (1987).
- 8) M. Funaki, I. Tunyi, O. Orlicky and V. Porubcan: *Antarctic Meteorite Research* 13, 78 (2000).
- 9) M. Funaki, M. Koshita and H. Nagai: *Antarctic Meteorite Res.* 16, 220 (2003).
- 10) P. Wasilewski: *Phys. Earth Planet. Inter.* 52, 150 (1988).
- 11) M. Kotsugi, C. Mitsumata, H. Maruyama, T. Wakita, T. Taniuchi, K. Ono, M. Suzuki, N. Kawamura, N. Ishimatsu, M. Oshima, Y. Watanabe and M. Taniguchi: *Appl. Phys. Express* 3, 013001 (2010).
- 12) 磁性体ハンドブック, 近角聡信, 太田恵造, 安達健五, 津屋昇, 石川義和編集, (朝倉書店, 1975), pp. 324-327, 360, 364, 782.
- 13) S. Chikazumi: *Physics of Magnetism* (R. E. Krieger, New York, 1964), pp. 145, 260-264, 359-396, 494-497.
- 14) H. P. J. Wijn: "Magnetic Properties of Metals" (Springer-Verlag, Berlin, 1991).
- 15) C. E. Guillaume: *C. R. Acad. Sci. (Paris)* 124, 176 (1897).
- 16) L. Néel, J. Pauleve, R. Pauthernet, J. Langier and D. Dautreppe: *J. Appl. Phys.* 35, 873 (1964).
- 17) T. Shima, M. Okamura, S. Mitani and K. Takanashi: *J. of Magn. Mater.* 310, 2213 (2007).
- 18) M.-Z. Dang and D. G. Rancourt: *Phys. Rev. B* 53, 2291 (1996).
- 19) F. U. Hillebrecht, H. Ohldag, N. B. Weber, C. Bethke, U. Mick, M. Weiss and J. Bhardt: *Phys. Rev. Lett.* 86, 3419 (2001).
- 20) H. Ohldag, T. J. Regan, J. Shöhr, A. Scholl, F. Nolting, J. Lüning, C. Stamm, S. Anders and R. L. White: *Phys. Rev. Lett.* 87, 247201 (2001).
- 21) S.-B. Choe, Y. Acremann, A. Scholl, A. Bauer, A. Doran, J. Stöhr and H. A. Padmore: *Science* 304, 420 (2004).
- 22) W. Kuch, L. I. Chelaru, F. Offi, J. Wang, M. Kotsugi and J. Kirschner: *Phys. Rev. Lett.* 92, 17201 (2004).
- 23) M. Kotsugi, W. Kuch, F. Offi, L. I. Chelaru and J. Kirschner: *Rev. Sci. Instrum.* 74, 2754 (2003).
- 24) F. Nolting, A. Scholl, J. Stöhr, J. W. Seo, J. Forpeyrine, H. Siegwart, J.-P. Locquet, S. Lüning, E. E. Fullerton, M. F. Toney, M. R. Scheinfein and H. A. Padmore: *Nature* 405, 767 (2000).
- 25) T. Taniuchi, M. Oshima, H. Akinaga and K. Ono: *J. Appl. Phys.* 97, 10J904 (2005).
- 26) K. Ono, T. Kinoshita and M. Oshima: *表面科学* 23, 300 (2002).
- 27) M. Kotsugi, T. Wakita, N. Kawamura, T. Taniuchi, K. Ono, M. Suzuki, M. Oshima, N. Ishimatsu, M. Taniguchi and H. Maruyama: *Surf. Sci.* 601, 4764 (2007).
- 28) M. Kotsugi, F. Guo, M. Taniguchi, N. Ishimatsu and H. Maruyama: *Surf. Sci.* 601, 4326 (2007).
- 29) M. Kotsugi, T. Wakita, T. Taniuchi, K. Ono, M. Suzuki, N. Kawamura, M. Takagaki, M. Taniguchi, K. Kobayashi, M. Oshima, N. Ishimatsu and E.-J. Maruyama: *Surf. Sci. Nanotechnol.* 4, 490 (2006).
- 30) W. Kuch, L. I. Chelaru, F. Offi, J. Wang, M. Kotsugi and J. Kirschner: *Nat. Mater.* 5, 128 (2006).
- 31) J. Stöhr, H. A. Padmore, S. Anders, T. Stämmler and M. R. Scheinfein: *Surf. Rev. Lett.* 5, 1297 (1998).
- 32) T. Wakita, T. Taniuchi, K. Ono, M. Suzuki, N. Kawamura, M. Takagaki, H. Miyagawa, F. Guo, T. Nakamura, T. Muro, H. Akinaga, T. Yokoya, M. Oshima and K. Kobayashi: *Jpn. J. Appl. Phys.* 45, 1886 (2006).
- 33) K. Yamauchi, K. Yamamura, H. Mimura, Y. Sano, A. Saito, K. Endo, A. Souvorov, M. Yabashi, K. Tamasaku, T. Ishikawa and Y. Mori: *Jpn. J. Appl. Phys.* 42, 7129 (2003).
- 34) H. Mimura, S. Matsuyama, H. Yumoto, H. Hara, K. Yamamura, Y. Sano, M. Shibahara, K. Endo, Y. Mori, Y. Nishino, K. Tamasaku, M. Yabashi, T. Ishikawa and K. Yamauchi: *Jpn. J. Appl. Phys.* 44, L539 (2005).
- 35) H. Maruyama, M. Suzuki, N. Kawamura, M. Ito, E. Arakawa, J. Kokubun, K. Hirano, K. Horie, S. Uemura, K. Hagiwara, M. Mizumaki, S. Goto, H. Kitamura, K. Namikawa and T. Ishikawa: *J. Synchrotron Rad.* 6, 1133 (1999).
- 36) Y. Saitoh, H. Kimura, Y. Suzuki, T. Nakatani, T. Matsushita, T. Muro, T. Miyahara, F. Fujisawa, K. Soda, S. Ueda, H. Harada, M. Kotsugi, A. Sekiyama and S. Suga: *Rev. Sci. Instrum.* 71, 3254 (2000).
- 37) T. Muro, Y. Saitoh, H. Kimura, T. Matsushita, T. Nakatani, M. Takeuchi, T. Hirono, T. Kudo, T. Nakamura, T. Wakita, K. Kobayashi, T. Hara, K. Shirasawa and H. Kitamura: *AIP Conference Proceedings* 705, 1051 (2004).
- 38) H. Sakurai, F. Itoh, H. Maruyama, A. Koizumi, K. Kobayashi, H. Yamazaki, Y. Tanji and H. Kawata: *J. Phys. Soc. Jpn.* 62, 495 (1993).
- 39) A. Hubert and R. Schafer: "Magnetic domains" (Springer-Verlag Berlin 2000).
- 40) A. Hirohata and H. Miyajima: *J. Appl. Phys.* 81, 5665 (1997).
- 41) L. Wang, Z. Fan and D. E. Laughlin: *Scripta Materialia* 47,

- 781 (2001).
- 42) G. C. Gazzadi, F. Bruno, R. Capelli, L. Pasquali and S. Nannarone: Phys. Rev. B 65, 205417 (2002).
- 43) H. Hoche and H.-J. Elmers: J. of Magn. Magn. Mater. 191, 313 (1999).
- 44) S. D'Addato, L. Pasquali, G. C. Gazzadi, R. Verucchi, R. Capelli and S. Nannarone: Surf. Sci. 454-456, 692 (2000).
- 45) D. Sander, A. Enders, C. Schmidhals, J. Kirschner, H. L. Johnson, C. S. Arnold and D. Venus: J. Appl. Phys. 81, 4702 (1997).
- 46) C. Mitsumata, A. Sakuma, K. Fukamichi, T. Tsunoda and M. Takahashi: J. Phys. Soc. Jpn. 77, 044602 (2008).
- 47) C. Mitsumata and S. Tomita: Appl. Phys. Lett. 91, 223104 (2007).

● 著者紹介 ●



**小嗣真人**

財高輝度光科学研究センター 利用研究  
促進部門 研究員

E-mail: kotsugi@spring8.or.jp

専門：ナノ磁性薄膜，光電子顕微鏡をはじめとする放射光分析科学に従事。現在は隕石の磁性を通じて新しい磁気デバイスへの利用を展開している。

**【略歴】**

2001年大阪大学大学院基礎工学研究科博士課程修了。2001年-2003年マックスプランク微細構造物理研究所博士研究員。2003年-2007年広島大学放射光科学研究センター講師（研究機関研究員）。2007年財団法人高輝度光科学研究センター（SPRING-8/JASRI）研究員，現在に至る。2004年PF研究会「ナノテクノロジーと高分解能電子分光」ベストポスター賞。2010年日本金属学会第60回金属組織写真賞最優秀賞。



**三俣千春**

東北大学大学院工学研究科電子工学専攻  
客員教授

E-mail: mitsumata@solid.apph.tohoku.ac.jp

専門：磁気工学・計算物理

**【略歴】**

1989年東北大学大学院理学研究科物理学専攻修了。2004年東北大学大学院工学研究科材料物性学専攻修了。1989年-2009年日立金属㈱先端エレクトロニクス研究所。2009年-2010年同 生産システム研究所。2010年東北大学大学院工学研究科電子工学専攻，客員教授。現在に至る。

## Magnetic domain observation of iron meteorite using photoelectron emission microscopy (PEEM)

**Masato KOTSUGI**

Japan Synchrotron Radiation Research Center (JASRI/SPRING-8)  
1-1-1, Koto, Sayo, Hyogo, Japan 679-5198

**Chiharu MITSUMATA**

Tohoku University  
6-6-05, Aramaki, Aoba, Sendai, Miyagi, Japan 980-8579

**Abstract** Photoelectron emission microscopy (PEEM) is applied on iron meteorite to understand the magnetic and metallographic properties from viewpoint of materials science for the first time. We find a unique magnetic domain structure, which forms "head-on" coupling over the interface between  $\alpha$  and  $\gamma$  lamellae. Such a magnetic domain structure is unlikely in any synthetic Fe-Ni alloys. Micromagnetics simulation reasonably explains that the formation of magnetic domains structure is induced by the L1<sub>0</sub>-type FeNi (tetraetaenite) phase segregated at the boundary.