

希土類磁石の保磁力発現機構解明に関連する強磁場中測定 High magnetic field measurements for analysis of coercivity mechanism in rare earth permanent magnets

静岡理工科大・理工¹ 小林久理眞
山形大・工² 加藤宏朗、
東北大・金研³ 小山佳一
K. Kobayashi¹, H. Katoh², K. Koyama³

¹ Department of Materials and Life Science, Shizuoka Institute of Science and Technology

² Faculty of Engineering, Yamagata University

³ Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

Sm-Co 系、Sm-Fe-N 系、Nd-Fe-B 系などの希土類磁石材料物質群の特徴は、その磁化を担う遷移金属元素と、磁気異方性を担う希土類元素の組み合わせで、有用な特性が発現していることである。しかし、現在注目のハイブリッドカー (HEV) の用途では、500K 近い高温のエンジンルーム内で磁石が使用されるため、室温では 3T 近い大きな保磁力を有する磁石である必要がある。そこで、Dy 金属などの添加を行い、それが希少金属であるために、資源供給問題となっている。

本研究では、そのような問題の解決策の1方向と目されている、焼結体磁石の結晶粒子径の微細化と、その保磁力の相関を、強磁場中の磁化測定により行おうとしている。とくに、添加金属を用いずに粒子径を制御して、さらに最終アニール温度を調整した試料間では、保磁力が 8kOe 程度から 17kOe 程度まで大幅に変化することが明らかにされている[1]。

通常の磁石の保磁力理論では、保磁力は結晶磁気異方性とほぼ比例して変動し、調製工程の細部は上述のような大きな変動はもたらさないはずである。そこで、まずは結晶磁気異方性が、現実には大きく保磁力が変動した試料群で、どの程度変化しているかを確認しようと検討を進めている。

2. 実験と解析の結果

2-1. 試料

本年度研究した試料群は、すべて Dy 金属フリーの Nd-Fe-B 系焼結磁石である。焼結体であるので、基本的に多結晶体であるが、結晶粒子群のc軸は焼結体としては非常に良好な配向状態にある。c軸の平均傾斜角は数° 以内と見積もられ、困難磁化方向のヒステリシス曲線はほとんど膨らみを持たない。

組成的には原料起源の 0.1-0.3wt.%程度の Al 及び Cu 金属を含有するが、それ以外はほとんど Nd₂Fe₁₄B 構造から算出される組成である。11 種類の試料の平均粒子径と保磁力を表1にまとめた[2]。試料群を A、B、C 群に分けた理由は、A 群は市販磁石 ((旧) NEOMAX-50 規格)、B 群は出発粉粒径を 3 μm 以下に調製して、焼結温度条件で平均粒子径を制御した試料群、C 群は出発粉粒径をさらに 1.6 μm 以下に調製して、焼結温度をさらに下げて、最終焼結体粒子径を制御した。また、

500 (C)あるいは 800 (C)という数値は、最終アニール温度を℃で表示したもので、表示のない試料群はすべて約 773K で最終アニールした試料である。

表1 試料群の平均粒子径と保磁力

Sample Name	d(average:μm)	Coercivity(T)
A1(500C)	5.6	1.20
A2(800C)	5.0	0.80
B1(2u)	3.8(3.1)	1.62
B2(3u)	5.4(5.1)	1.35
B3(4u)	9.0(8.4)	1.11
C1(N2u)	1.9(L)	1.00(500), 1.40(800)
C2(N2u)	1.9(H)	1.15(500), 1.40(800)
C3(N3u)	2.9	1.50(500), 1.34(800)

これらの試料群の保磁力で、とくに注目すべきところは、C1とC2試料で 1073K 最終アニールの方が保磁力が大きくなっている点である。通常の Nd-Fe-B 系焼結磁石の常識では、保磁力が最大となる最終アニール温度は 773K 付近であるので、これらは例外的である。

本研究で強磁場下の測定には時間を要するため、標準的市販磁石である A1 試料の磁化過程を測定して、標準データとし、ついで、これまでにない微細粒子径を有する C 試料群の4試料の磁気異方性を、困難軸方向で 10T 付近まで磁化測定し、Sucksmith-Thompson の方法で解析することにした。

2-2. 測定結果

図1は、A1 試料を熱消磁状態から、本グループが行っているステップ法で測定した結果である[2]。残留磁化の値が、印加磁場が 17kOe を超える付近から急に上昇して、30kOe=3T でほぼ飽和状態に達することが理解できる。この知見は、すでによく知られている。また、10T まで印加後でも、残留磁化付近で磁化が小さく 5emu/g 程度低下するのも確認できる。これもよく知られる現象である。

ただし、残留磁化が約 70emu/g を超えて、飽和磁化の 1/2 以上になってくると、磁化曲線の傾きが明らかに小さくなる。しかし、ほぼ同様の傾きのまま飽和状態まで継続的に磁化されていくようである。この点は、現在検討中であるが、興味深い現象である。

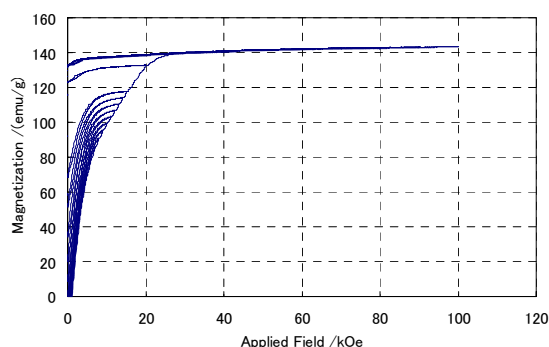
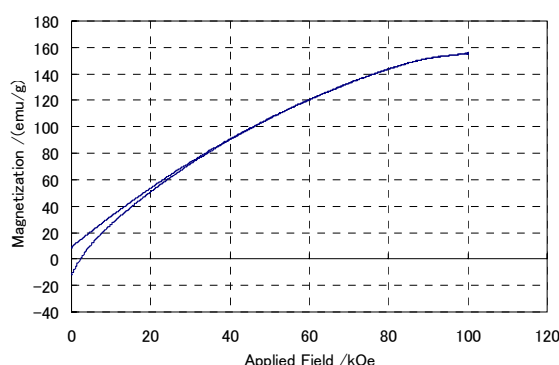


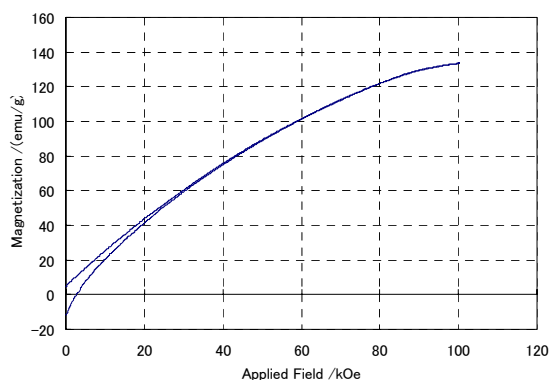
図1 A1 試料(市販標準の(旧)NEOMAX-50 相当試料のステップ法による磁化曲線

この測定は、通常の最大印加磁場約 1.7T の磁力計では測定できない領域のステップ法を行ったという意味で重要である。

次に、試料(サイズ: $\phi 5.6 \times 5.6$ (c軸) mm) の困難軸方向の磁化曲線の測定例を図2にいくつか示す。同図(a)は C3(500)試料、同図(b)は C3(800)試料の場合であるが、10T 印加時の磁化が明らかに異なるのは、装置の磁化感度が不安定のためで、飽和磁化自体は、別途測定すると、2試料ともほぼ 1.41T で、同様であった。



(a)



(b)

図2 C3(500)試料(a)及び C3(800)試料(b)の困難軸方向の磁化曲線

これらのような困難軸方向の磁化曲線の場合、多結晶試料で、多少の結晶粒子の配向乱れも存在するにせよ、安定した磁化曲線を示していると考えている。19年度に測定した4試料では、とくに減磁過程の曲線は同様に安定していた。

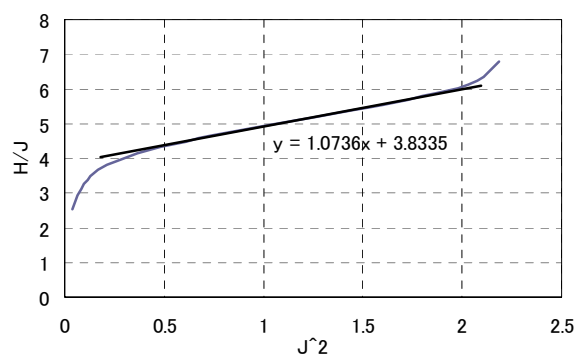


図3 Sucksmith-Thompson の方法による解析例(C3a)

図3には、Sucksmith-Thompson の方法による C3a 試料の解析グラフを示す。他の試料についても同様の解析を行った。同方法では、飽和磁化の数値から、以下の計算式で異方性定数 K_1 が求められる。

$$K_1 = (Y \text{ 切片} / 2) \cdot J_s^2$$

表2には、同様にして実測値から算出した異方性定数 K_1 及び K_2 の数値を示す。

表2 試料の異方性定数(S-T 方法で解析)

試料名	$K_1(\text{MJ/m}^3)$	$K_2(\text{MJ/m}^3)$
C1a	3.446	1.761
C2b	3.646	1.481
C3a	3.927	1.415
C3b	3.751	1.259

これらの試料の保磁力は、C1a 試料の 1.0T から、C3a 試料の 1.5T まで、50%ほど異なるが、通常 $H_c = 2K/J_s$ で表記される保磁力と磁気異方性定数の関係からは、相違は 13%程度に過ぎない。

4. まとめ

これまでに検討した Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石は、保磁力が大きく異なるが、磁気異方性定数はバルク材料としてはほぼ同等である。今後、測定数を増やし、研究方法も改良し、その原因を解明したい。

参考文献

- [1] 小林久理眞、高野隆之、坂元敏志、松下亨、早川一生、「Nd-Fe-B 系焼結磁石の反転核生成と保磁力」、高野隆之、(社)電気学会、マグネティックス研究会資料、MAG-07-15、(2007/3/20) pp.51-58.
- [2] 小林久理眞、松下亨、早川一生、高野隆之、佐川眞人、「Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析」、(社)電気学会、マグネティックス研究会資料、MAG-07-126、(2007/12/6)pp.43-48.