

強磁場を用いた希土類永久磁石材料の磁気異方性と保磁力の研究

Research of anisotropy and coercivity in permanent magnets using high magnetic field

静岡理工科大・理工
東北大・金研

小林久理眞
小山佳一

K. Kobayashi¹ and K. Koyama²
¹ Shizuoka Institute of Science and Technology
² Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

永久磁石の保磁力は、実用特性の3大要素の一つであり、重要な物性である。特に近年は、環境問題に関連してハイブリッドカー、電気自動車用のモータ部品として Nd-Fe-B 系焼結磁石が用いられ、その 600K 近い高温での保磁力が問題となっている。本申請の研究では、同磁石の保磁力に関連して、微細結晶粒子径を有する試料(Dy 無添加)の磁気異方性の測定と、Ga 金属添加(Dy も含有)の有無による保磁力の増加を確認する実験を行ったので報告する。

2. 実験

2-1. 試料

本年度の強磁場中測定では、第1に平均粒子径を 1.9 μm に調製した Nd-Fe-B 系焼結磁石で、最終アニール温度を 773K とした試料の磁気異方性定数を測定した。同試料は、昨年度同様の実験を行った Dy フリーの Nd-Fe-B 系焼結磁石中の C2b と表示した試料につき、最終アニール温度のみ変化させて調製したものである。昨年度の C3a 及び C3b 試料は平均粒子径が 2.9 μm 程度で、それらでは磁気異方性はアニール温度に依らずほぼ同様の値 ($K_1=3.93$ (a) 及び 3.75 (b) MJ/m^3 、 $K_2=1.42$ (a) 及び 1.26 (b) MJ/m^3) であった。より小さな平均粒子径の試料についての結果を確認する必要がある。

第2は、Ga 金属添加効果の確認であるが、これは A 社の作成した2種類の同社標準組成(Dy 約3%添加で、焼結後アニールなしに冷却した試料(No.1)、773K 付近で最終アニールを1時間行った試料(No.2,5)さらに、Ga 金属を原料に添加し、同様に調製し、最終アニールを 773K 付近で行った試料(No.8,11))の保磁力を強磁場中で測定した。なお、Ga 金属添加量の詳細と、標準組成の詳細は本報告書では省略させていただく。

2-2. C2a 試料の磁気異方性定数測定、解析結果

図1及び2には C2a 試料につき、磁化容易軸方向への磁化曲線と、磁化困難軸方向への磁化曲線をそれぞれ示す。なお、同試料は測定結果の磁化曲線からも理解できるように良好な配向試料である。

この試料のアニールを 1073K 付近で行った C2b 試料(保磁力 1.40T)については昨年度測定及び解析から $K_1=3.65\text{MJ}/\text{m}^3$ 、 $K_2=1.48\text{MJ}/\text{m}^3$ であることが確認されていた。本 C2a 試料(保磁力 1.15T)は、組成と焼結条件が全く同じであるが、Sucksmith-Thompson の方法で求

めた磁気異方性定数は $K_1=2.59\text{MJ}/\text{m}^3$ 、 $K_2=1.69\text{MJ}/\text{m}^3$ であった。S-T の方法の適用限界を考慮しても、 K_1 因子は 70%程度に低下している。本 C2a 試料では、保磁力が 80%程度に C2b 試料よりも低下したことが、この磁気異方性の低下と関連していることも考えられる。ただし、昨年度の測定で C3a 及び C3b 試料で約 10%の保磁力低下が約 5%の磁気異方性定数の低下で起こったことと比較して、もう少し考察、検討する必要を感じる。

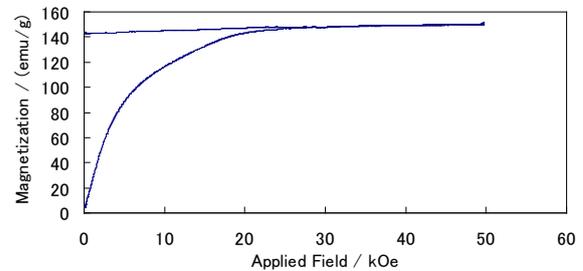


図1 C2b 試料の磁化容易軸方向の磁化曲線

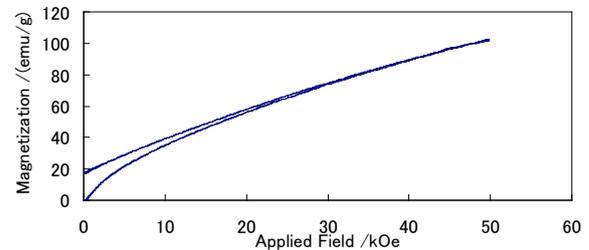


図2 C2b 試料の磁化困難軸方向の磁化曲線

2-3. Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力に及ぼす Ga 金属添加効果

表1に示したのは、本年度強磁場を用いて測定した Ga 金属添加効果確認用試料群の保磁力である。図中で、Plane1 及び 2 と表示したのは A 社社内規格で、グレードの異なる標準組成である。保磁力に関する限り、同一条件(500°C)で最終アニールを行えば、ほぼ同様である。また、最終アニールにより約 2 kOe 保磁力が向上していることが確認できる。

それらの標準組成に Ga 金属を所定量添加して、同様の処理で調製した試料が No.8 及び 11 であるが、それらは、標準組成のみの試料に対し、約 1 kOe さらに保磁力が向上している。ただし、温度上昇に対する磁化変化量などは、さらに影響を受けると思われるが、その点を含めて、現在、本研究室で検討中

である。

表 1. 調製条件及び保磁力

	Ga添加	アニーリング条件	Hc[T]
No1	Plain 1	as-sintered	2.19
No2	Plain 1	500°C×1hr	2.39
No5	Plain 2	500°C×1hr	2.37
No8	Ga-added 1	500°C×1hr	2.48
No11	Ga-added 2	500°C×1hr	2.49

減磁挙動を強磁場測定により、本グループ独自の解析法であるステップ法(段階的(通常 1kOe ごと)に最大印加磁場を増加させたマイナーループを取得して磁化及び減磁過程を解析する)で解析した結果を2例示す。

図3は表1中の No.2 の試料について、印加磁場(ヒステリシス曲線の第 2,3 象限内)中の磁化(M)と、その磁場を印加後、のマイナーループによる残留磁化(M_r)測定の実施例を、そのまま生データで示したものである。注意が必要なのは、もし、試料内で運動性を有する磁壁が存在すると、それは磁場中磁化と残留磁化の差($M - M_r$)として観測されることである。

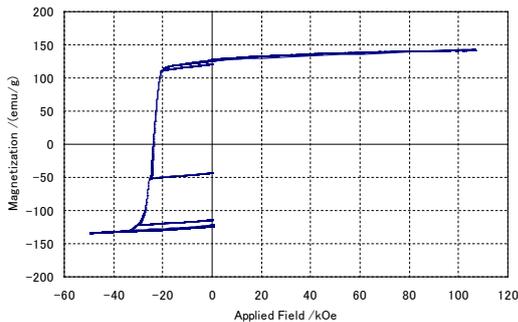


図3 No.2 試料のヒステリシス曲線(11T 印加後)

この磁壁運動による磁化変化(厳密には、極めて小さな磁化回転も含んでいる)を試料No.2 及びNo.8について解析した例を図 4,5 として示す。

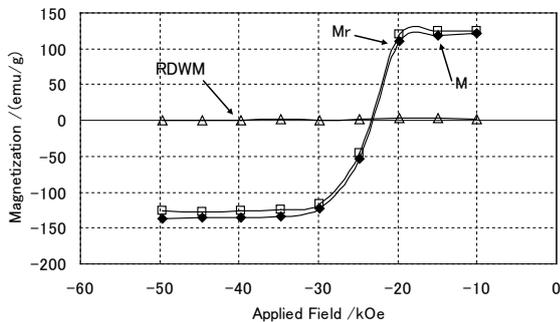


図4 No.2 試料の減磁過程のステップ法解析結果

No.2 試料の場合、保磁力 2.39T であり、磁壁運動による磁化変化(図中 RDWM と表記)は第1象限で確認(その方法は文献参照)した磁壁運動全体の 3.8%に過ぎず、ほとんど磁壁運動が起らないことが確認できる。

同様に No.8 試料についてのステップ法解析結果からも、図 5 に示すように、RDWM が小さいことが見てとれるが、その量は、第1象限の全磁壁運動の約 4.4%で、No.2 試料よりも多少大きい。

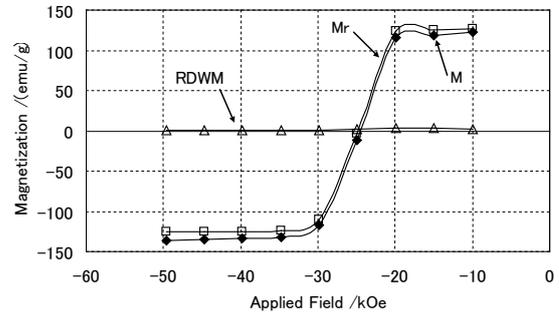


図5 No.8 試料の減磁過程のステップ法解析結果

3. 考察

永久磁石の微量添加物(通常 0.1%程度から数%まで)の保磁力に及ぼす影響を考えると、保磁力決定の第1要因とされる結晶磁気異方性(定数 K_1 及び K_2 に反映される)を、試料全体の平均としては大きく改善しないことが明瞭になった。つまり、昨年度と本(20 年)年度で測定した C3a,b 試料、C2a,b 試料ともに、保磁力の変化は、磁気異方性定数値の大きさと同じ変化傾向を示すが、比例定数は小さい(線形関係を仮定)。粒界等への偏析も考えられるが、さらに検討が必要である。

一方、Ga 添加金属の効果は、現在問題の 20kOe 以上の高保磁力磁石でも、明らかで有用である。ただし、研究は現段階では始まったところであり、詳細の理解には今後の検討が必要である。

4. まとめ

強磁場(11T 級)の測定により、微細結晶粒子径を有する焼結磁石の磁気異方性定数を、S-T 法の限界はあるが、決定できた。また、Ga 添加効果を 25kOe 近い大きな保磁力の試料につき、ステップ法を用いて実測、解析できた。したがって、測定は極めて有用であったが、成果をまとめるためには、マシタイムをもう少し使って、まとめたデータ取得が必要である。

参考文献

- [1] K. Kobayashi, Y. Ochiai, K. Hayakawa, and M. Sagawa, "Relation between domain wall motion and coercivity in Nd-Fe-B sintered magnets prepared in various conditions", IOP Conf. Series: Material Science and Engineering, vol. 1 (2009) No.012035 (8 pages).
- [2] K. Kobayashi, S. Sakamoto, T. Matsushita, K. Hayakawa, M. Sagawa, "Magnetic reversal in groups of crystal grains in sintered Nd-Fe-B magnets", Proc. of 20th International Workshop on REPM, Crete (2008) pp.138-143.
- [3] 松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川真人、「磁区構造観察による Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析(2)」、マグネティックス研究会(社)電気学会) MAG-08-151 (2008/12) pp.39-42.