高保磁力を有するサマリウム鉄系希土類磁石の磁気特性評価 Magnetic property measurements of high-coercivity Sm-Fe magnets

千葉工大・工	齋藤哲治、三好博也
東北大・NICHe	秋屋貴博
山形大•理工/東北大•NICHe	加藤宏朗
東北大·金研	高橋弘紀

T. Saito¹, H. Miyoshi¹, T. Akiya², H. Kato^{2,3} and K. Takahashi⁴ ¹ Department of Mechanical Science and Engineering, Chiba Institute of Technology ² New Industry Creation Hatchery Center, Tohoku University ³ Department of Applied Mathematics and Physics, Graduate School of Science and Engineering, Yamagata University

⁴ Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

高性能な Nd-Fe-B 磁石が開発されて以来、ハード磁 性材料の研究は主に Nd-Fe-B 磁石や Sm-Fe-N 磁石 などの希土類磁石を中心に進められており、またこれら の希土類磁石の生産量も年々増加している。これらの 希土類磁石はNd₂Fe₁₄B金属間化合物およびSm₂Fe₁₇N₃ 金属間化合物からなる希土類永久磁石である。最近、 希土類金属(R)と3d遷移金属の新しい金属間化合物と してR₃Fe₂₉型やR₅Fe₁₇型などの金属間化合物が見出さ れ、これらの金属間化合物が新しい希土類永久磁石の 候補として注目されている(1,2)。そこで、希土類金属と遷 移金属の合金として Sm-Fe 合金を選び、急冷凝固法に より作製したSm3Fe29金属間化合物やSm5Fe17金属間化 合物の構造と磁気特性について調べたところ、急冷凝 固法により作製した Sm-Fe アモルファス合金急冷薄帯 に適当な熱処理を施した試料において Sm5Fe17 金属間 化合物が生成し、Nd-Fe-B 磁石や Sm-Fe-N 磁石を超 える非常に高い保磁力を示すことがわかってきた(3-5)。

本研究では、急冷凝固法により作製した Sm-Fe 合金 急冷薄帯に熱処理を施した高保磁力を有する試料の 磁気特性、特に保磁力について調べた。

2. 実験方法

アルゴン雰囲気中高周波溶解法により作製した Sm_{22.5}Fe_{77.5}合金を原料に用いた。得られた合金を底にノ ズルを有する石英管に入れた後アルゴン雰囲気中高周 波溶解を行い溶湯とし、得られた溶湯をノズルから銅 ロール上に噴射することにより急冷凝固した。得られた 急冷薄帯はタンタル箔に包み込んだ後、アルゴン雰囲 気中 773-1173K で1時間熱処理を行った。

得られた試料の結晶構造は X 線回折装置で、試料の 組織は電子顕微鏡(TEM)で、試料の磁気特性は最大 磁界 25kOe の振動試料型磁力計(VSM)で測定した。ま た、高い保磁力を有する試料については、東北大学金 属材料研究所附属強磁場超伝導材料研究センターに おいて最大磁界 100kOe で磁気特性を評価した。

3. 結果および考察

Fig.1 に急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金急冷薄 帯および熱処理を施した試料の X 線回折図を示す。ま た、急冷凝固法で作製したSm-Fe合金急冷薄帯および 急冷凝固法で作製したSm-Fe合金急冷薄帯に773Kで 熱処理を施した試料はアモルファスであるが、873K で 熱処理を施した試料のX線回折図には Sm₅Fe₁₇相と SmFe₃相の小さな回折ピークが見られる。しかし、熱磁 気また、973K および 1073K で熱処理を施した試料のX 線回折図にも Sm₅Fe₁₇相と SmFe₃相の鋭い回折ピーク が見られる。それに対して、1173K で熱処理を施した試 料のX線回折図にはSm₅Fe₁₇相とSmFe₃相の回折ピーク の他に Sm2Fe17相の回折ピークも見られる。急冷凝固法 で作製した Sm-Fe 合金急冷薄帯に熱処理を施した試 料の熱磁気曲線を測定したところ、873K から 1073K で 熱処理を施した試料は Sm5Fe17相と SmFe3相からなるこ とが確認できた。特に、973K で熱処理を施した試料は 主に Sm₅Fe₁₇ 相からなることがわかった。



Fig. 1 X-ray diffraction patterns of (a) Sm-Fe melt-spun ribbon and that annealed at (b) 773 K, (c) 873 K, (d) 973 K, (e) 1073 K, and (f) 1173 K.



Fig. 2 Demagnetization curve of the Sm-Fe melt-spun ribbon annealed at 973 K.The curve was measured using VSM with a maximum applied field of 100 kOe.

急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金急冷薄帯および 熱処理を施した試料の磁気特性を VSM(最大磁界 25kOe)で測定した。急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合 金急冷薄帯はアモルファスでありほとんど保磁力を示さ ないが、急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金急冷薄帯 に 873K から 1073K で熱処理を施した試料は高い保磁 力を示すことがわかった。これは、これらの試料が Sm₅Fe₁₇ 相からなるためであると思われる。しかし、VSM (最大磁界 25kOe)測定で得られたヒステリシス曲線は マイナーループであり、試料の保磁力が 25kOe 以上で あることしかわからなかった。

そこで、急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金急冷薄帯 に 973K で熱処理を施した試料のヒステリシス曲線を最 大磁界 100kOeのVSM(東北大学金属材料研究所附属 強磁場超伝導材料研究センター)で測定した。その結 果を Fig.2 に示す。急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金 急冷薄帯に 973K で熱処理を施した試料は 40kOe とい う非常に大きな保磁力を示すことがわかった。また、得ら れた試料は残留磁化 50emu/gを示すこともわかった。し かし、得られた試料のヒステリシス曲線には kink(肩落 ち)が見られた。これは急冷凝固法で作製した Sm-Fe 合金急冷薄帯に 973K で熱処理を施した試料がハード 磁性相である Sm₅Fe₁₇ 相の他に、保磁力が低い SmFe₃ 相も幾分含むためであると思われる。

現在、急冷凝固条件および熱処理条件等の検討を行い、保磁力が低い SmFe₃相も幾分含まない高特性の Sm-Fe 磁石の開発に取り組んでいる。

4. まとめ

急冷凝固法で作製したアモルファスの Sm-Fe 合金急 冷薄帯に適当な熱処理を施すと Sm₅Fe₁₇ 相が析出して 大きな保磁力を示すことがわかった。Sm-Fe 合金急冷 薄帯に 973K で熱処理を施した試料の保磁力は通常の VSM 測定では求まらなかったが、最大磁界 100kOe の VSM 測定により 40kOe であることがわかった。

5. 謝辞

本研究の一部は文部科学省私立大学戦略的研究基 盤形成支援事業(S1002001)の研究費によって行わ れた。

参考文献

- [1] J. M. Cadogen, H. S. Li, A. Margarian, J. B. Dunlop,
 D. H. Ryan, S. J. Collocott, and R. L. Davis, *J. Appl. Phys.*, **76**,6138 (1994).
- [2] F. J. G. Landgraf, G. S. Schneider, V. Villas-Boas, and F. P. Missell, J. Less-Common Met., 163, 209 (1990).
- [3] T. Saito, J. Alloys Compd., 440, 315-318 (2007).
- [4] T. Saito, J. Appl. Phys., **101**, 09K517 (2007).
- [5] T. Saito and M. Ichiharada, *Scripta Mater.*, **57**, 457 (2007).