

高保磁力を有する微細粒ネオジウム磁石材料の軟 X 線 MCD 顕微鏡による 磁区観察

Magnetic Domain Analysis of High-Coercivity Nd-Fe-B Permanent Magnet with Fine Magnetic Grains using a Soft X-ray MCD Microscopy Technique

宇根 康裕^a, 久保 博一^a, 入山 恭彦^a, 佐川 真人^a, 豊木 研太郎^b, 岡崎 宏之^b, David Billington^b,
小谷 佳範^b, 中村 哲也^b

Yasuhiro Une^a, Hirokazu Kubo^a, Takahiko Iriyama^a, Masato Sagawa^a, Kentaro Toyoki^b, Hiroyuki Okazaki^b,
David Billington^b, Yoshinori Kotani^b, Tetsuya Nakamura^b

^a大同特殊鋼(株), ^b(公財)高輝度光科学研究センター

^aDaido Steel Co. Ltd., ^bJASRI

ネオジウム焼結磁石では、主相結晶粒の微細化によって保磁力が向上する。しかし、HDDR 法とヘリウムジェットミル粉砕を用いて作製した原料粉末を用いて作製された HDDR 粉焼結磁石は、結晶粒径から期待される保磁力は発現されなかった。そこで、量産磁石と磁区構造の違いがあるかを明らかにするために、軟 X 線 MCD 顕微鏡観察実験を行った。量産磁石と HDDR 粉焼結磁石それぞれの初磁化過程での磁区構造の違いが明らかとなった。

キーワード： ネオジウム磁石、Nd-Fe-B、軟 X 線 MCD 顕微鏡、磁区観察、保磁力

背景と研究目的：

Nd-Fe-B 磁石は、風力発電やハイブリッド自動車・電気自動車の駆動用モータへ適用されて、需要が増加している。モータの小型化・効率向上のためには、さらなる高性能化が要求される。現行では使用環境の耐熱性を満たすため、Nd や Pr の一部が希少な Dy や Tb の重希土類に置換されているが、重希土類置換によって、耐熱性(保磁力)は向上する一方で、磁化が低下する。そこで、希少な重希土類添加なしで、高磁化のまま保磁力を向上させる検討が進められている。

Nd-Fe-B 焼結磁石では、主相結晶粒の微細化によって保磁力が向上する[1]。結晶粒径の微細化では、商用で量産している粉末粒径 3 μm から 1 μm まで微細化することで結晶粒が微細化される。1 μm 粉焼結磁石より更なる結晶粒微細化を目指すため、HDDR 法(ネオジウム磁石の水素化分解・再結合反応を用いた結晶粒微細化処理)によって原料結晶粒を微細化して、それをヘリウムジェットミル粉砕してサブミクロンサイズの原料粉末を得る工程が開発された[2]。

この原料粉末を用いて作製された HDDR 粉焼結磁石は、0.8 μm 以下まで微細化されたが、結晶粒径から期待される保磁力は発現されなかった。そこで本課題では、3 μm 粉焼結磁石、HDDR 粉焼結磁石の 2 種類の磁石で、どのような磁区構造の違いがあるかを明らかにして、保磁力の相関解明にむけた手掛かりを得るために、軟 X 線 MCD 顕微鏡観察実験を行い、磁区構造を比較することを目的とした。

実験：

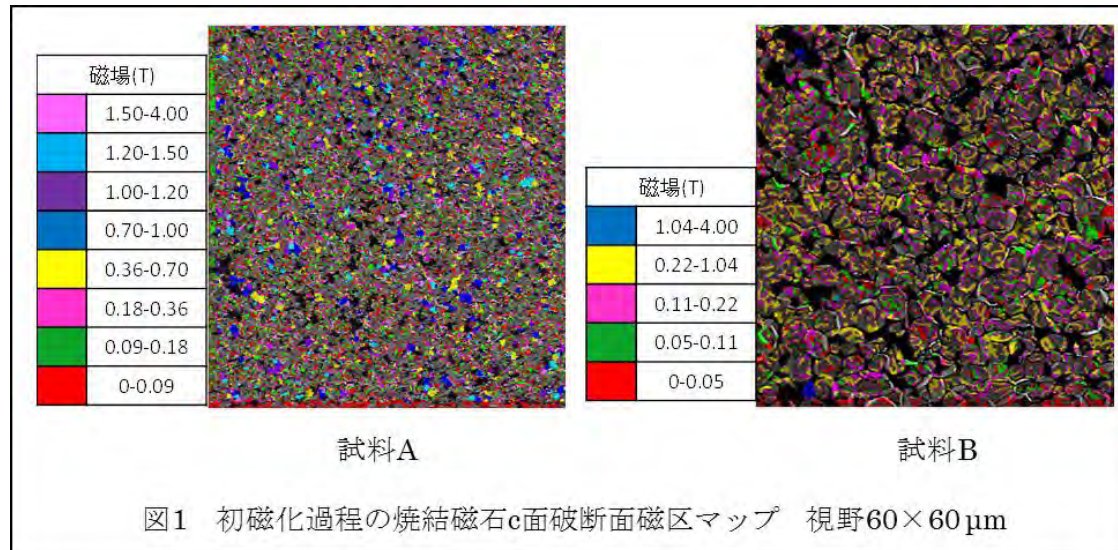
軟 X 線 MCD 顕微鏡観察は BL25SU にて行った。集光 X 線ビーム径は約 100 nm ϕ とした。磁区観察の際の入射 X 線エネルギーは、Fe L_3 吸収端とした。X 線吸収強度の検出には全電子収量法を用いた。

HDDR 法とヘリウムジェットミルで作製した平均結晶粒径が 0.8 μm の焼結磁石試料(試料 A)と、比較試料としてアルゴンガスジェットミル粉砕によって作製した平均結晶粒径が 3.7 μm の焼結磁石試料(試料 B)を用いた。

軟 X 線 MCD 顕微鏡用試料は、1 mm \times 1 mm \times 4 mm の角柱で、長辺方向が磁化容易軸になるように加工した。角柱試料を真空チャンバー中で破断し、そのまま観察チャンバーへ搬送することにより、破断面表面の酸化を極力抑制した。破断した c 面表面の磁区を熱消磁状態から磁場を上げて 4 T までそれぞれ磁区観察した。得られた磁区マップを合成した。

結果および考察：

図1に試料Aと試料Bの初磁化過程のc面破断面磁区マップを示す。各磁場間で磁化された範囲ごとに色分けして表示している。熱消磁状態では全ての塗られている磁区が印加する磁場の向きと逆向きに磁化している状態である。



試料Bではほとんどの結晶粒内に磁壁が存在し、多磁区構造をとっていることがわかる。また、1.04 Tの磁場で98%以上の面積が磁化している。一部磁壁の入っていない青色の未着磁粒子が存在し、1.04 Tから4.00 Tまでの間で磁化することがわかる。青色粒子は、他の結晶粒と比較して微細であることがわかる。

一方、試料Aについては、熱消磁状態から0.70 Tまでの磁場印加において、結晶粒内に入った磁壁移動による磁化過程をとっており、0.70 Tから4.00 Tまでは結晶粒内にもともと磁壁のない粒子が各磁場で一気に磁化している。試料Bと比較して試料Aでは、1.20 Tと高い磁場においても未着磁領域が多く存在しており、着磁が困難であることがわかる。これらの磁区構造観察結果は、磁気特性測定における初磁化曲線とよく対応している。

これらの結果より、結晶粒径微細化の初磁化過程の高磁場で単磁区の未着磁結晶粒の組織形態が明らかとなった。現在、得られたデータを数値解析するため画像解析中である。今後は、さらに磁場と着磁する結晶粒の大きさの関係の解析等を進めていく。

参考文献：

- [1] M. Sagawa: Proc. of 21st Int. Workshop on Rare-Earth Permanent Magnet and their Applications. (Bled, 2010), pp. 183 - 186.
- [2] M. Nakamura *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **103**, 022404 (2013).

謝辞：

本課題で使用した焼結磁石は、インターメタリックス株式会社から提供された。