

Dy を含有する Nd-Fe-B 系焼結磁石の表面磁区構造観察 Observation of Magnetic Domains on Surface of Dy-contained Nd-Fe-B Sintered Magnet

高田幸生^a, 福本恵紀^a, 野崎 洋^a, 真鍋 明^b, 小森 聡^c, 井戸田修一^c, 中津嘉隆^c, 美馬一真^d,
宮田祐太^d, 山口良輔^d, 今田 真^d, 菅 滋正^d
Yukio Takada^a, Keiki Fukumoto^a, Hiroshi Nozaki^a, Akira Manabe^b, Satoshi Komori^c, Shuichi Itoda^c,
Yoshitaka Nakatsu^c, Kazuma Mima^d, Yuta Miyata^d, Ryosuke Yamaguchi^d, Shin Imada^d, Shigemasa Suga^c

^a株式会社豊田中央研究所, ^bトヨタ自動車株式会社, ^c大阪大学, ^d立命館大学
^aToyota Central R&D Lab., ^bToyota Motor Corp., ^cOsaka Univ., ^dRitsumeikan Univ.

Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力機構解明を目的とし、放射光軟 X 線を用いた XMCD-PEEM 測定により焼結磁石の残留磁化状態での磁区観察を行っている。Dy を含有しない磁石では、焼結組織に関係なく結晶粒サイズ(5 – 10 μm)よりも大きな逆磁区が発生する。これに対して高保磁力を有する Dy 含有磁石では、サブミクロンサイズの逆磁区が Nd-rich 粒界三重点近傍で発生することが判った。

キーワード： 磁気円二色性、Nd-Fe-B 焼結磁石、表面磁区構造

背景と研究目的：

ハイブリッド車(HV)などに用いられるモータには Nd-Fe-B 系焼結磁石が使用されている。しかし、Nd-Fe-B 系焼結磁石においては理論値の 20%程度の保磁力しか実現できておらず、高保磁力を発現するためには希少元素である Dy の添加が不可欠になっている。しかし、Dy の資源枯渇と供給不安の点から、Dy 使用量を低減した高保磁力磁石の開発が急がれている。

Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力向上を図るためには、保磁力低下の原因を調べるのが重要となる。そこで、着磁後の残留磁化状態にある Nd-Fe-B 系磁石の磁区構造観察から逆磁区が発生点やその挙動が外部磁場や温度上昇によってどのように変化するかを観察すると同時に、逆磁区と組織状態、および、逆磁区と元素分布との相関を検討する必要がある。そこで、軟 X 線を用いた X 線磁気円二色性と光電子顕微鏡を組み合わせた手法(XMCD-PEEM)により、残留磁化状態の Nd-Fe-B 磁石表面の解析を行っている。

我々は、2008 年 A 期に採択された課題(課題番号：2008A1838)において、Dy が含まれていない磁石表面の逆磁区が数ミクロンの幅を持ち、粒子をまたがって存在することを観察した。本課題では、Dy の有無による逆磁区発生状態や伝播の挙動の違いを検討するため、Dy を含む Nd-Fe-B 焼結磁石の磁区構造観察を行った。

実験：

測定に用いた Nd-Fe-B 系焼結磁石は市販のものであり、Dy を約 5 wt.%含んでいる。この磁石を 10 T のパルス磁場により $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶の磁化容易軸に平行に着磁させた。着磁させた磁石の残留磁化は約 13.1 kG であった。XMCD-PEEM 法での磁区構造観察には磁石からの漏れ磁場を低減させる必要があり、軟磁性ヨークに組み付けて磁気閉回路を構成し、漏洩磁場を 6G 程度に抑制した(特願 2008-327002)。

XMCD-PEEM 測定は BL17SU に設置されている光電子顕微鏡を用いて行った。 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶の c 軸・着磁方向と平行に X 線を入射させ、残留磁化状態での磁区構造および含有元素の分布を観察した。測定は室温で行った。

結果および考察：

図1に、2008年A期に採択された課題で得られたDyを含まないNd-Fe-B焼結磁石表面の室温での磁区像を示す。着磁方向は紙面右方向である。図1(a)中の灰色の領域(※)は磁化を持たない領域であり、粒界・三重点に対応している。また黒い領域(☆)は磁化が反転した領域で、逆磁区と考えられる。Dyを含まない場合、逆磁区は数ミクロンの幅を持って複数の粒子を貫いていることが明瞭に観測された。

図2(a)に、本課題で用いたDyを含むNd-Fe-B磁石表面の室温での磁区像を示す。図1と図2(a)を比較すると、Dyを含むNd-Fe-B磁石表面の逆磁区のサイズはDyを含まない場合とは違い非常に小さく、粒子を貫くほどには成長していない。これはDyが含まれることで主相もしくは粒界近傍の磁気異方性が増加し、着磁後に自発的に発生した逆磁区が粒内に伝播するのを妨げていることに起因していると考えられる。図2(a)と同視野のNdの元素分布を図2(b)に示す。白い領域はNdが多い領域、黒い領域は少ない領域であることを示す。図2(a)と(b)を比較すると、逆磁区が一般的に非磁性と言われていたNdリッチな三重点近傍で発生していることが判った。

今後、これらの逆磁区が加熱もしくは磁場印加によってどのように伝播するかを調査し、逆磁区伝播を抑制するのに効果的な粒界構造を考察する。

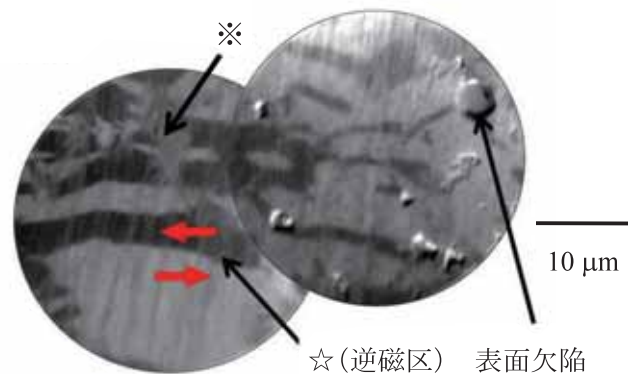


図1. Dyを含まないNd-Fe-B磁石表面の磁区構造(2008A期)

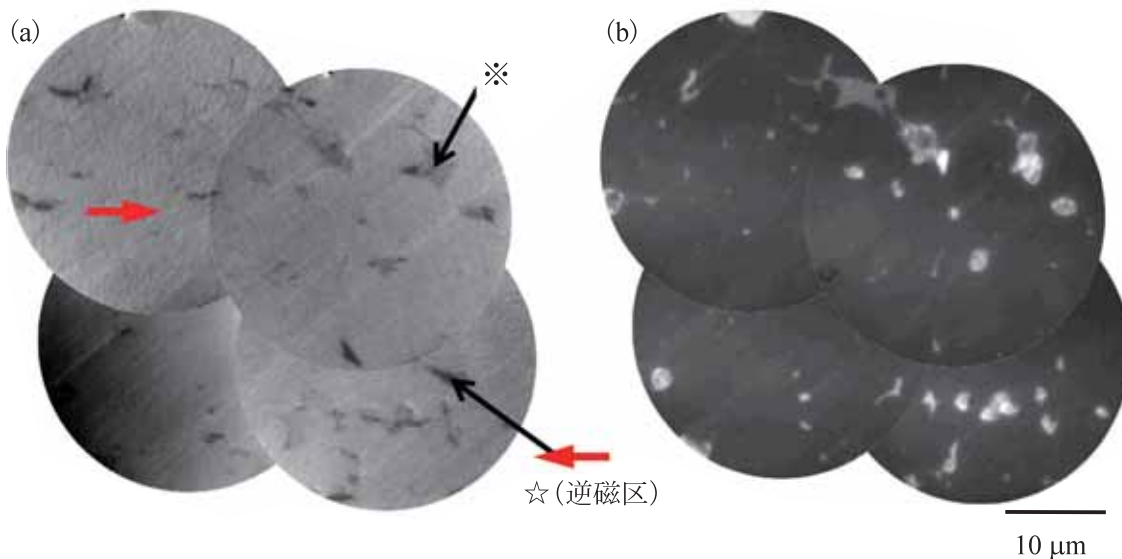


図2. Dyを含むNd-Fe-B磁石表面の(a)磁区像、(b)磁区像と同視野のNd元素分布