

Sm₂Co₁₇系磁石の局所ヒステリシス特性測定による減磁機構解析 Demagnetization Mechanism Analysis by Local Hysteresis Characterization Measurement of Sm₂Co₁₇ Magnetic Materials

藤原 照彦^a, 町田 浩明^a, 小谷 佳範^b, 中村 哲也^b
Teruhiko Fujiwara^a, Hiroaki Machida^a, Yoshinori Kotani^b, Tetsuya Nakamura^b

^a株式会社トーキン, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aToken corporation, ^bJASRI

Sm₂Co₁₇系磁石の減磁機構を解明するために、XMCD(X-ray magnetic circular dichroism)による磁区観察を、測定磁場を変えながら実施し、得られた吸収係数の値により組織の局所的なMHループを求めた。Sm₂Co₁₇系磁石の組織は大別すると主相である結晶粒と結晶粒間に介在する粒界相、及びSm₂O₃の3相に分類されるが、得られた結果より、結晶粒と粒界相の磁化はほぼ同様の値を示すのに対し、保磁力については結晶粒と粒界相で大きく異なり、結晶粒に対し粒界相は非常に小さい値を示す事が分かった。

キーワード： Sm₂Co₁₇系磁石、XMCD、局所ヒステリシス特性

背景と研究目的：

Sm₂Co₁₇系磁石はネオジウム磁石よりも磁力が小さく価格も高いため、特殊用途向けと考えられており、ネオジウム磁石が実用化された後は、企業はもちろんのこと各研究機関においても、研究開発はほぼストップしていた[1]。ところがここ数年来、耐熱性及び耐放射線特性がネオジウム磁石よりも格段に優れている事、それに加えてディスプロシウム資源リスク回避の点からも、再び注目を集めているように思われる[2]。ところで高速回転が要求されるモータは、磁石自体に生ずる渦電流のため磁石が発熱する。そのため、そのような用途のモータにはSm₂Co₁₇系磁石の使用が検討されているが[3]、一般的にはモータ用としてのサマリウムコバルト磁石の認知度は低い。それは従来の28~30 MGOeでは高耐熱グレードのネオジウム磁石と比較し、150°Cを超えるような温度条件であってもサマリウムコバルト磁石の特性が上回るまでには至っていないためだと思われる。しかしそのような過酷な環境下でもモータの小型化のニーズは高いと思われ、耐熱用途でネオジウム磁石の特性を上回るサマリウムコバルト磁石が望まれていると思われる。

特性改善を図るため当社では合金組成と熱処理条件を見直し、従来材料(LM-30SH材)では最大エネルギー積(BH)maxが28~30 MGOe程度で有ったものを32~34 MGOe(LM-34SH材)まで、10%以上の特性向上を達成した。しかし、残留磁束密度Brから見積もられる理論値36 MGOeと比較するとそのポテンシャルを充分活用しているとは言えず、まだまだ改善の余地があるものと思われる。この理論値との差異の原因は、主として減磁曲線の角形性が悪いためであるが、より微視的な視点では、合金組織の一部に磁氣的に弱い部分が存在し、低磁場から逆磁区が発生することに対応する。そこで、今回は合金組織の様々な箇所局所ヒステリシス特性を解析することにより、バルクの減磁曲線の角形性に及ぼす局所ヒステリシス特性の影響を解析した。

実験：

試料は、当社開発材の「LM34SH」材であり、その磁気特性は(BH)maxが約32 MGOeであった。実験方法は、先ずブロック形状の試料を装置内で容易に破断するために、事前に1×1×5 mm³のロッド状(長手方向が磁化容易軸)に加工し、BL25SUに備わる試料準備チャンバーにて破断を行なった後、試料を大気に曝すことなく、測定チャンバーに搬送し、多軸スキャナユニットにセットした。軟X線吸収測定は、全電子収量(TEY)法で行い、2台のアンジュレータギャップの開閉により、順次円偏光を切り替えて吸収測定を行うことで、左、右円偏光に対する吸収量マッピングを行い、それらの差分像としてXMCDによる磁区像を得た。観察視野は、元素濃度分布に相当する情報として視野範囲(□60 μm)に対するSm, Coの各吸収強度マッピングを、5視野程

度で実施し、決定した。磁区の磁場依存性観察については、試料をスキャナユニットごと磁場発生位置に搬送し、磁場下で XMCD マッピングを行なった。さらに、磁場を段階的に変化させながら、各磁場条件下で XMCD による磁区像を取得した。

結果および考察：

予備試験により、逆磁区が粒界相を起点として発生するのが分かっていたため、粒界相を含む視野で観察を行なった。再現性も考慮し視野を変えて 2 回測定を行なったが、視野を変えてもほぼ同様の結果が得られる事が確認された。Sm₂Co₁₇ 系磁石の組織は大別すると主相である結晶粒と結晶粒間に介在する粒界相、及び Sm₂O₃ の 3 相である。図 1 に焼結体の破断面の SEM 像を示す。赤枠で示されている範囲はこの実験で XMCD 観察した領域を示している。矢印 1 で示されているのが粒界相である。矢印 2 で示されているのが Sm₂O₃ である。

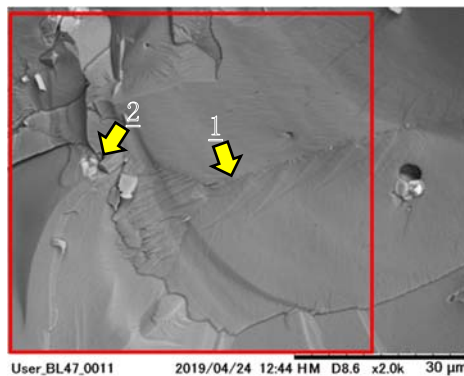


図 1. LM-34SH 材破断面の SEM 像

次にこの観察範囲で消磁状態からフル着磁に必要な 4 T を印加後、段階的に印加磁場を下げても印加磁場を零にした時までの XMCD 観察結果を図 2-1～2-4 に示す。また、図 2-5～図 2-8 は最初の磁化方向と 180°逆向きに磁場を印加した際の XMCD 観察結果を示しており、図 2-5 は-1.0 T、図 2-6 は-1.5 T、図 2-7 は-1.7 T、図 2-8 は-2.5 T の逆磁界印加時の観察結果である。

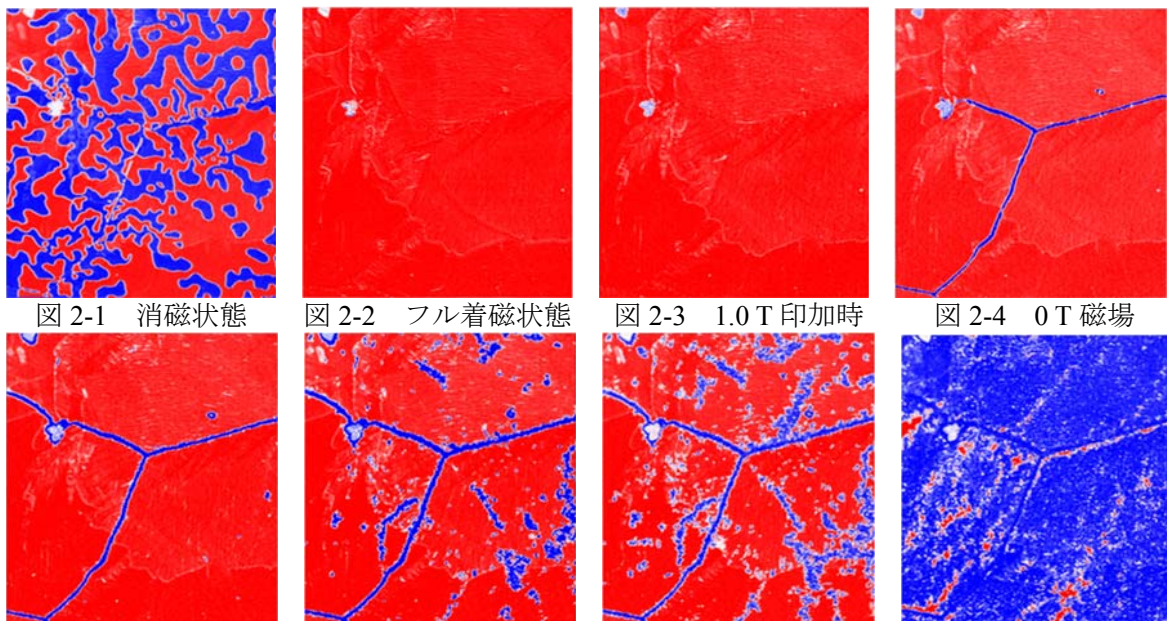


図 2-1 消磁状態 図 2-2 フル着磁状態 図 2-3 1.0 T 印加時 図 2-4 0 T 磁場
図 2-5 -1.0 T 印加時 図 2-6 -1.5 T 印加時 図 2-7 -1.7 T 印加時 図 2-8 -2.5 T 印加時

図 2. XMCD 観察結果

この結果より、図 2-5 に示された-1.0 T 印加時までは粒界に沿って磁区の反転が観察されるが、粒内については Sm₂O₃ と思われる部分以外には逆磁区は見られない。それが図 2-6 の-1.5 T に磁

界強度が上がると粒内にも逆磁区が発生していることが分かる。図 2-7 に示された磁界強度が-1.7 T になると逆磁区の面積が徐々に拡大され、図 2-8 の-2.5 T では更に逆磁区の面積が拡大しほぼ磁化反転しているが、一部初めの磁化方向を保持している領域も有している。なお、ここでは示されていないが-3.0 T を超えるとほぼ磁化反転が完了されたことを確認している。従って、-1.0 T までは巨視的な磁化の低下は無く-1.5 T を超えると徐々に磁化が低下し、-2.5 T でほぼ磁化が零になることが予想されるが、これは同試料を BH トレーサーで測定した減磁曲線の挙動と一致している。

次にこれらの磁区観察で得られた吸収係数を用いて局所的なヒステリシス曲線を解析した結果を図 3 に示す。

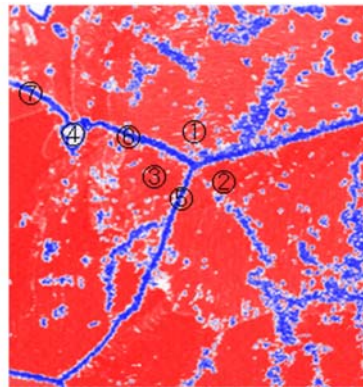


図 3. -1.7 T 印加時の XMCD 像 : ①~⑦M-H ヒステリシス特性解析位置

図 3 は逆磁界-1.7 T 印加時の XMCD 像であり図 2-7 と同一の図であるが、M-H ヒステリシス特性の採取位置を①~⑦で示している。①~③は異なる結晶粒であり、④は Sm_2O_3 であり、⑤~⑦は粒界相である。それぞれの M-H ループを図 4-①~⑦に示す。

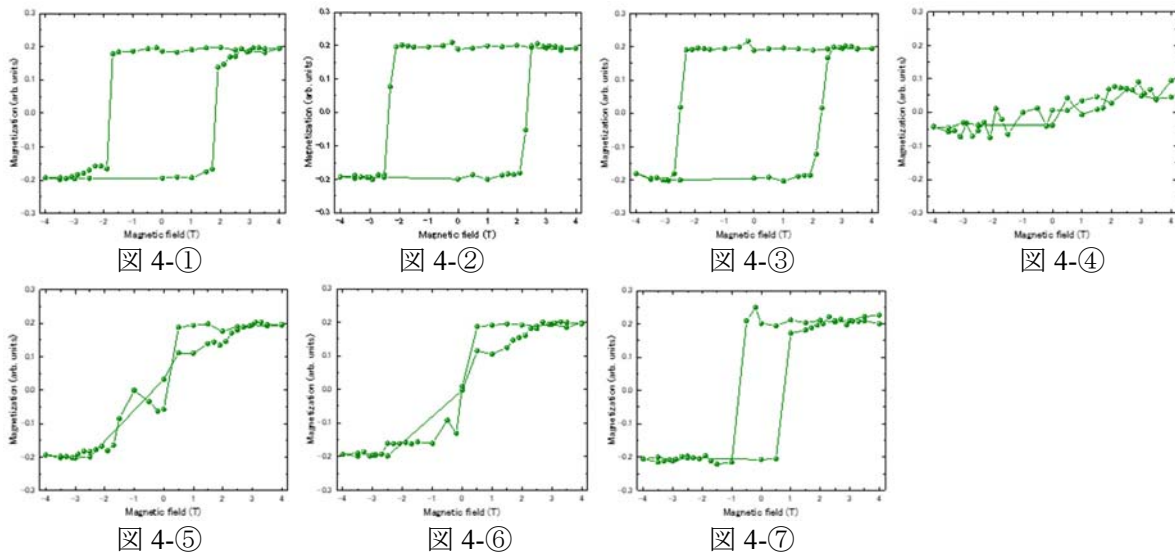


図 4. ①~⑦M-H ヒステリシス特性

図 4-①~③は異なる結晶粒の MH ループであるが、磁化ほぼ 0.2 (arb.units) で一定である。一方、保磁力は 2 T 前後の保磁力を示しているが、①は-1.9 T で減磁するのに対し、②③は-2.3 T で減磁しており①に比べ僅かであるが大きい。これは結晶粒が保磁力分布を有していることを示しており、また磁区構造の変化から推察すると同じ結晶粒でも保磁力分布を有していると思われる。

図 4-④は Sm 酸化物のため磁性は有していないはずであるが、多少の磁化量を示すのは周囲の影響を受けているためだと思われる。

図 4-⑤~⑥は何れも粒界相であり磁化は粒界相と同等の 0.2 (arb.units) を示している。一方、保磁力は⑤と⑥は明確には読み取れないような小さな値を示すのに対し、⑦は-0.5 T と-1.0

T で磁化が+から-へ大きく変化しており、0.7~0.8 T 程度の保磁力を有していることが分かる。従って、粒界相については大きく分けると軟磁性を示す部分と硬磁性を示す部分とに分類され、軟磁性を示す部分は図 2-4 で分かる通り磁界零の状態ですでに逆磁区が発生しているのに対し、硬磁性を示す部分は図 2-5 で分かる通り、-1.0 T の磁場で軟磁性の部分から伝搬する形で磁化反転することが分かった。この事より粒界相を硬磁性化する事が出来れば、弱磁界での逆磁区発生が抑制される事が示唆され、これにより $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 系磁石の角形改善に繋がる事が期待される。

今後の課題：

今回の調査により、粒界相の磁化反転の挙動が明確になった。この知見を活かして $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 系磁石の角形改善に繋げるためには、粒界相の軟磁性部分と硬磁性部分との差異を明らかにする必要があり、今後の更なる解析により実現していきたい。

参考文献：

- [1] K. Ohashi, $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 系磁石の現状と将来展望, 日本金属学会誌 Vol.76 No.1 (2012) 96-106.
- [2] Y. Yamashita, 自動車用エンジンのダウンサイジングに貢献する電動スーパーチャージャの開発, 三菱重工技報 Vol.47 No.4 (2010) 12-17.
- [3] Y. Horiuchi, 280 kJ/m³ 高鉄濃度サマリウムコバルト磁石の開発・実用化, 粉体および粉末冶金 Vol.63 No.13 (2016) 1035-1041.