

内外 BM 技術動向

副会長兼技術委員 大森賢次
(住友金属鉱山(株))

2007年11月5日から9日まで米国 Florida で Magnetism and Magnetic Materials が開催された。JAP vol.103 (2008) に掲載された Proceedings を参考にしてポンド磁性材料に関わる講演をピックアップして以下にまとめた。

硬磁性材料

北京工業大の Yue らは熱間加工法で $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ / α -Fe の等方性または異方性バルク磁石を試作した。等方性磁石の場合、 α -Fe 量の増大に伴い磁化は増大したが、保磁力は減少した。異方性磁石の場合、磁化は 2vol% の α -Fe で最大を示したが、保磁力は単調に減少した。また、2vol% までは c 軸の強い配向が見られたが、2vol% 以上では等軸晶となった。

北京 CISRI の Li らは Ti 置換の $\text{Pr}_2(\text{Fe}, \text{Co})_{14}(\text{C}, \text{B})$ 型ナノ磁石を検討した。Pr 量を増大させると H_c は増大し B_r は緩やかに減少した。また、熱処理時に 2:17 の準安定相の生成や α -(Fe, Co) の結晶成長を押さえることが出来る。 $\text{Pr}_{10.5}\text{Fe}_{69.5}\text{Ti}_2\text{Co}_{10}\text{B}_4\text{C}_4$ のリボンで $H_c=10.2\text{kOe}$, $B_r=9.6\text{kG}$, $(\text{BH})_{\text{max}}=17.4\text{MGoe}$ を得た。

瀋陽 CAS の Zhao らはメカニカルアロイング法を用いて Pr-Co-B-C 粉末を作製した。低温スピ再配列温度が C 置換量に依存しないという異常が見られた。Pr³⁺ の不安定さが影響しているためと判断した。最大保磁力は $\text{Pr}_{16}\text{Co}_{76}\text{B}_6\text{C}_2$ 合金で 21.9kOe であった。

台湾中正大の Chang らは $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{75.5-x}\text{M}_x\text{B}_{15}$ 組成の棒状試料 ($0.7\text{mm } \phi$) を急冷法で作製した。x=0 の場合、 $H_c=1.0\text{kOe}$ と小さい値であったが、M を Ti として x=3 とすると、 $H_c=10.3\text{kOe}$ 、M を Nb として x=4 とすると、 $H_c=14.6\text{kOe}$ の高い値が得られた。軟磁性相の生成が押さえられ、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相中に $\text{Nd}_2\text{Fe}_{23}\text{B}_3$ および不明な相がある。コア付近の粒径は 50 - 120nm であった。

北京大の Han らはストリップキャストとメカニカルアロイングの方法を用いて $\text{Nd}(\text{Fe}, \text{Mo})_{12}\text{N}_x$ / α -Fe を試作した。冷却速度が速いほど磁気特性は高くなった。従来の溶解鑄造で作製したものに比べ、1:12 の相が多く、Fe リッチ相が少なくかつ均一であった。 $H_c=8.372\text{kOe}$ となった。

北京工業大の Yue らは SPS 法で NdFeB 磁石を試作した。従来の焼結法で作られたものに比べて酸化されにくい。その理由は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の結晶粒の微細化と粒界層の Nd リッチ相が僅かで大部分が三重点に集められているためとしている。

Florida 大の Wang らは NdFeB 粉末を Wax で固めてシリコン基板中に埋め込み $500 \times 500 \times 320 \mu\text{m}^3$ のマイクロ磁石を試作した。 $H_c=737\text{kA/m}$ で $(\text{BH})_{\text{max}}=16.6\text{kJ/m}^3$ であった。

長崎大の中野らは Fe-Pt の交換スプリング薄膜磁石 ($1.7\text{-}7 \mu\text{m}$) をスパッタ法で試作した。 B_r はほぼ 0.9T で等方性の理論値に比べて高い値となった。 $H_c=490\text{kA/m}$, $(\text{BH})_{\text{max}}=118\text{kJ/m}^3$ となった。リコイルも大きく交換結合力が働いている。

台湾中正大の Chang らは液体急冷法で $(\text{Sm}_{1-x}\text{Pr}_x)\text{Co}_{7-y}\text{Hf}_y\text{C}_z$ を試作した。Pr 量の増大に伴い磁化は増大し保磁力は減少した。 $(\text{Sm}_{0.8}\text{Pr}_{0.2})\text{Co}_{6.9}\text{Hf}_{0.1}$ で $B_r=6.5\text{kG}$, $H_c=6.1\text{kOe}$, $(\text{BH})_{\text{max}}=7.2\text{MGoe}$ 、 $(\text{Sm}_{0.8}\text{Pr}_{0.2})\text{Co}_{6.9}\text{Hf}_{0.1}\text{C}_{0.12}$ で fcc-Co の析出が見られ $B_r=7.1\text{kG}$, $H_c=8.5\text{kOe}$, $(\text{BH})_{\text{max}}=11.2\text{MGoe}$ となった。

上海大の Xu らは液体急冷法を用いて $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{79-x}\text{Co}_5\text{Nb}_x\text{B}_{6.5}$ リボンを作製した。x を 0 または 2 とした場合、 H_c は 445 と 663kA/m 、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ は 104 と 120kJ/m^3 と、それぞれ増大した。Nb が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の組成で $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の間に見られることを 3DAP で明らかにした。

千葉工大の齊藤は液体急冷法で $\text{Sm}_5(\text{Fe}, \text{Co})_{17}$ 合金を試作した。Co 量の増大に伴いキュリー温度は上昇した。熱処理後の $\text{Sm}_5\text{Fe}_{17}$ 薄帯の保磁力は

36.8kOe と大きな値を示したが、Fe を Co で置換すると Sm(Fe,Co)₃ 相が生成して低下した。

Electron Energy Corp. の **Marinescu** らは Sm₂Co₁₇ 磁石粉存在下で、FeCl₂ を NaBH₄ で還元して微粒子を生成して SmCo/nano-Fe で異方性磁石を試作した。3.5% の Fe を時間調整で析出させて磁気特性を調べた結果、 $4\pi M_{18kOe}=11.3$, $4\pi M_r=11kG$, $H_c>20kOe$ となった。

東北大の **Kaushik** らは FePtB ナノコンポジット薄膜磁石を試作した。軟磁性相と硬磁性相間に完全な交換結合力が働き、 $H_c=604kA/m$, $(BH)_{max}=95.6kJ/m^3$ が得られた。

瀋陽CASの **Lv** らは remilling 法を用いて R₁₆Fe_{76-x}Co_xC₈ を試作した。Co 量が増えると R₂(Fe,Co)₁₇C₈ 相と R(Fe,Co)₇ 相が現れた。Dy₁₆Fe₅₁Co₂₅C₈ 組成で $H_c=48.5kOe$ となった。

Delaware 大の **Gabay** らはホットプレス法で Sm₂Fe₁₇N_x/Fe-Co 磁石を試作した。(Fe_{0.65}Co_{0.35})N₁₁ 粉末を Sm₂Fe₁₇ 粉末と一緒に混合した後、ホットプレスして、密度が 7.6g/cm³ の Sm₂Fe₁₇N_x/Fe_{0.65}Co_{0.35} 磁石を得た。ホットプレス中に Fe-Co-N 粉の窒素が遊離して Sm₂Fe₁₇ を窒化したためである。磁気特性の報告はない。

北京工業大の **Zhang** らは SmCo_{7-x}Hf_x 焼結磁石の構造と磁気特性を調べた。x を 0, 0.1, 0.2 と変化させた場合、Hf は 1a サイトを占有し異方性磁界を高め、保磁力は x=0 から 0.2 になるに伴い 8.9kOe から 20.8kOe まで増大した。一方、温度を 300 から 773K に変化させると保磁力は 20.8kOe から直線的に 4kOe まで減少した。

Delaware 大の **Sultana** らは液体急冷法で試作した Sm-(Co,Fe,Mn)-C 磁石の磁気特性を調べた。最大の保磁力は Sm₁₂(Co_{0.75}Fe_{0.185}Mn_{0.065})_{86.5}C_{1.5} で 11.7kOe、最大の磁化は Sm₁₂(Co_{0.75}Fe_{0.25})_{83.5}C_{4.5} で 102emu/g となった。Sm₁₃(Co_{0.75}Fe_{0.25})_{82.5}C_{4.5} で $(BH)_{max}=14.7MGoe$, $H_c=5.6kOe$ を得た。C 量の増大に伴い結晶粒径が 20nm 以下になった。また、Mn 添加は異方性エネルギー増大に寄与することが分かった。

MQ Tech. Center の **Chen** らは液体急冷法で作製した Nd₃Fe_{27.5}Ti_{1.5} を窒化して $B_r=718mT$, $H_c=111kA/m$, $(BH)_{max}=23kJ/m^3$ を得た。

旭化成の **今岡** らは Sm₂Fe₁₇N₃ 粉末の表面をフェライト (マグネタイトとマグヘマイトの中間品) でコートし、100MPa で成形し、かつ衝撃圧縮で 92-94vol% の密度に成形した。保磁力と角形性はそれぞれ 2%、1.4% 低下したが電気抵抗はコート

なしに比べて 10 倍の 4000 μΩ cm となった。

台湾中正大の **Chang** らは液体急冷法で作製した FePt/Fe-B 型の磁気特性を調べた。[(Fe_{0.7}Co_{0.3})_{0.725}Pt_{0.275}]₈₅B₁₅ 薄帯で $H_c=5.4kOe$, $(BH)_{max}=15.7MGoe$ となった。

UES Inc の **Huang** らは液体急冷法で作製した Sm-Co 系のナノコンポジット磁石を温間塑性加工することで $M_r(hard)/M_r(easy) \sim 0.4$, $H_c \sim 9kOe$, $(BH)_{max}=13.2MGoe$ を得た。Zr と Nb を添加することで保磁力が高まり、Cu を添加することで角形性とエネルギー積が改善できた。

日立製作所の小室 らは HDDR-NdFeB 粉末の表面をフッ化希土類で覆って、構造と磁気特性を調べた。NdF_x をコートした NdFeB 粉末を 400°C 以下で熱処理した場合、コート材は六方晶の NdF₃ だが、400°C 以上で熱処理すると立方晶の NdF₂ になった。コート粉の保磁力は 15kOe から 14kOe に低下したが、LaF_x, TbF_x, DyF_x コート粉では、保磁力はそれぞれ 16.8, 16.6, 16.4kOe となり希土類元素拡散の効果が見られた。

軟磁性材料

秋田県立大の **Bitoh** らは B₂O₃ 溶融フラックスを用いて [(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{0.75}B_{0.20}Si_{0.05}]₉₆Nb₄ バルク金属ガラスの磁気特性を改善した。非金属の含有を排除できたためとしている。

KIST の **Yoon** らは FeSiBNbCu ナノ結晶粉末をトロイダル状に成形し、表面に Cu 酸化物層を形成して 10MHz 以上で優れた高周波磁気特性を有するコアを作製した。

Carnegie Mellon 大の **Jianguo** らは厚さ 0.001" の Fe₅₆Co₂₄Nb₄B₁₃Si₂Cu₁ ナノコンポジット薄帯で 4.25" OD, 1.38" ID, 1.10" H のトロイダルコアを試作し、2T の磁界下で熱処理することで 1.2T の磁界まで透磁率 1400 なる結果を得た。25kW の dc-dc コンバータ用 25 μH のコアが得られた。

Carnegie Mellon 大の **Jianguo** らは液体急冷法で B フリーの (FeCu)₈₀Zr_xSi_{20-x} ナノ結晶薄帯を試作した。100kHz の周波数、1kG の磁束密度で 19W/kg 以下の鉄損となった。

台湾大同大の **Yao** らは Ni₇₂Cr₁₆Fe₈ で塑性変形により引き起こされた微細組織および磁気特性について報告した。飽和磁化やキュリー温度は歪が増すと減少した。

日立金属の **太田** らは Fe_{84-x}Cu_xSi₂B₁₄ および Fe_{82-x}Cu_xSi₄B₁₄ の軟磁気特性におよぼす Cu 添加効果について報告した。x=1.35 で B_s が増加し H_c が減少

した。Bs<1.8T, Hc<7A/m となった。

UES Inc の Zafer らは 0.5μm もの大きなロータを作製するための試験を行った。ガスアトマイズで作製した FeCoNbV 合金粉末をボールミルした後、675 から 850°C の範囲で 193MPa の圧力下で 6 時間 HIP をかけ、その後 730°C で熱処理して急冷した結果、機械強度 870MPa、保磁力 6.4Oe、最大透磁率 1100 となった。

Romania NIRDTP の Lupu らはガラスコートした Fe₈₇Au_{0.5}Cu_{1.5}B₁₁ 極細線の研究をした。磁化がゼロ付近で平坦な領域を持つ 2 段の履歴曲線が見られた。理由は結晶と非晶質間の静磁氣的結合によるものである。α-(Fe,Co) ナノ結晶間の距離が交換結合力が働く距離より短いため単相のような振る舞いをすると考えられている。

NRL の Daniil らは液体急冷法で作製した (Co_{0.95}Fe_{0.05})₈₈Zr_{7-x}M_xB₄Cu₁ 軟磁性ナノ結晶の構造と磁気特性を調べた。550°C までの熱処理では微細な bcc-(Fe,Co), fcc-(Co,Fe) が現れるが、750°C での熱処理では大きな fcc-(Co,Fe) と Co-M 相が現れる。Nb または Ta で x=3.5 とした場合、550°C 以下の熱処理で保磁力は 0.15 から 0.46Oe、磁化は 128 から 133emu/g となった。400°C まで保磁力はほぼ一定であり、磁束は 20% 減少したが、Finemet に比べて優れた結果となった。

Northeastern 大の Ashish らは液体急冷法で作製した Ni₁₁Co₁₁Fe₆₆Zr₇B₄Cu 粉末をボールミルした後、

スクリーン印刷でプレーナ型インダクタを作製した。(4πMs~13kG、ΔH~100Oe、Hc<0.5Oe)

Carnegie Mellon 大の Ohodnicki らは液体急冷法で作製した Co に富むナノコンポジット合金の磁界中熱処理の効果について調査した。(Co_{0.85}Fe_{0.15})_{83.6}Ni_{4.4}Zr₇B₄Cu₁ では Hk~35-40Oe, Ku~1700-2000J/m³, Hc~0.5-1.5Oe@3kHz となった。(Co_{0.85}Fe_{0.15})_{79.4}Nb_{2.6}Si₉B₉ では Hk~28-45Oe, Ku~800-1800J/m³, Hc~0.5-1Oe@3kHz であり同等の結果となった。

Carnegie Mellon 大の Ohodnicki らは液体急冷法を用いて薄帯を作製した後、熱処理して fcc, hcp, 非晶質を含む Co₈₉Zr₇B₄ ナノコンポジット材とした。この薄帯に 2T の磁界を印加して熱処理したところ、異方性磁界 Hk ~ 12-15Oe、磁気異方性 Ku ~ 550-680J/m³ となった。

韓国清州大の Pyungwoo らは Fe-6.5%Si 合金コア材の磁気特性に及ぼす熱処理効果について調査した。履歴損は渦電流損に比べて 2-3 倍ある。微細構造の制御が電気抵抗率に比べて重要であると考え 1000°C 以上の温度で粉末を熱処理した結果、全鉄損の低減に効果が見られた。

UMR-CNRS の Beji らはポリオール法で作製した Ni_{1-x}Zn_xFe₂O₄ ナノ結晶を、スプレー法で 250°C に加熱したガラス基板に堆積させて薄膜とした。室温では超常磁性を示し、低温になるとフェリ磁性となった。Zn 量の増大に伴い磁化は増大するが、保磁力が減少し、超常磁性を示す温度も低下した。

以上