

## 技術委員会より

## 内外 BM 技術動向

日本ボンド磁性材料協会 大森 賢次  
専務理事

2009年5月4日から8日までカリフォルニア州サクラメントで Intermag 2009 が開催された。IEEE Trans on Magn. Oct 2009 に論文が掲載されたので、ボンド磁性材料に関わる内容を中心にピックアップして紹介する。

## 硬磁性材料

Hanyang 大 (韓国) の Moon らは、Ba フェライトの保磁力増大を目的にして、Fe を Al 置換した場合の効果について調べた。燃焼合成法でナノ粉を試作した。750 ~ 950°C という比較的低温で 40-60 nm の大きさの前駆体粉末が得られた。Al を増加させるとマグネトプランバイト構造になるまで、保磁力は増大し、BaFe<sub>10</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>19</sub> で 75590e が得られた。850°C で試作した結果、保磁力が 72240e、飽和磁化が 37.77emu/g の粉末が得られた。

Delaware 大の Gabay らは、PrCo<sub>5</sub> 粉末を焼結する際 0.5 at.% の In を添加すると、低融点相が形成され、焼結温度を 1100°C から 950 ないし 975°C に低減できることが分かった。その結果、保磁力は 6.7 から 9.1 kOe に増加し、残留磁化も 9 から 10.7 kG に増大し、(BH)<sub>max</sub> は 23.9 MGOe となった。一方、前駆体ナノ結晶を熱間変形させた結果、In が含まれた粒界相によって、望ましい [001] 容易軸ではなく、[100] 方向に一軸配向することが分かった。

Delaware 大の Akdogan らは、粉碎粉の凝集を防止するためオレイン酸を界面活性剤とし、ヘプタンを溶媒とした高エネルギーボールミル法で PrCo<sub>5</sub> のナノ粒子を試作した。12 時間の粉碎後、粒子径は 8-10 nm で保磁力は 6.8 kOe となった。

清華大の Zhang らは、FePt ナノ粒子で見られる双晶と異方性磁界分布の関係を統計的手法で解析

した。その結果、一軸異方性は有するものの単結晶に比べて大きく減少することを見出した。

Sao Paulo の Nucl&Energy 研究所の Perigo らは、RE-FeB 焼結磁石の室温以上 (293-423 K) での磁気特性の安定性を、角形性を観察する方法で調査した。T<sub>c</sub> が約 585 K 以上の NdFeB では殆ど変化が見られなかった。一方、PrFeCoBCuNb では T<sub>c</sub> > 593 K であっても 298 から 373 K に温度を高めると角形性は減少した。磁石の微細構造の問題である。

釜慶大の Kwon らは、急冷法で試作した Nd-poor でかつ Cu を添加した Nd<sub>x</sub>Fe<sub>91.5-x</sub>Cu<sub>2</sub>Ga<sub>0.5</sub>B<sub>6</sub> をダイアップセットして結晶配向を観察した。x = 9, 10.5 では殆ど変化は見られなかったが、x = 12 では明らかな配向が見られるようになり、加工温度の上昇に伴い配向は高まった。Nd-rich の場合には応力誘因による結晶成長が配向の原理であるのに対して、Nd-poor の場合は、Cu 添加でダイアップセット時の c 面のスリップが進んだためである。

九工大の竹澤らは、NdFeB 焼結磁石の表面下の磁化が及ぼす表面磁区への影響を、Kerr 効果を用いた顕微鏡で調査した。c-軸と表面の角度を 30 度以上にした場合は、表面での反磁界が大きくなるためメイズパターンとなった。一方、10 度とした場合には残留磁化は印加磁界とともに増大するが、表面下の磁区が間接的に観察されることが分かった。

## 軟磁性材料

Sydney 工大の Youguang らは、皿洗い機用ポンプに使われている誘導機を、179 MPa の圧力で成形のみ (機械加工なし) で作製した低密度

SMC(soft Magnetic Composite) コア ( $5.8 \text{ g/cm}^3$ ) を用いた Claw-pole PM モータで置き換える試みを行った。普通は単純な形状の SMC を用いて加工して使われているが、加工時の劣化が大きな問題である。出力を同じにした場合には、体積が大きくなりインダクタンスが高くなるので高定格のインバータが必要となる。

東南大の Sun らは、2層の磁石を用いた2重機械ポートの風力発電機を検討し、無秩序な低い風力で一定の同期速度が得られる構造を見出した。

東南大の Huang らは、SMC を用いた高速回転モータの熱解析を行った。高速回転ではコアロスが主要な熱源になる。

エプソンアトミックスの大塚らは、 $\text{Fe}_{81}(\text{Si}_{0.3}\text{B}_{0.7})_{17}\text{C}_2$  非晶質粉末コアをガラスバインダーで固め、粉末サイズと磁気特性の関係を調べた。既開発品の  $(\text{Fe}_{0.97}\text{Cr}_{0.03})_{76}(\text{Si}_{0.5}\text{B}_{0.5})_{22}\text{C}_2$  に比べて  $20 \text{ kA/m}$  での磁束密度は 29% 高く、コアロスは粒径が小さくなるに伴い減少し、 $45 \mu\text{m}$  以下で  $D_{50}$  が  $22 \mu\text{m}$  の粒子で  $100 \text{ kHz}$ ,  $0.1 \text{ T}$  での鉄損は  $520 \text{ kW/m}^3$  となった。これは既開発品の低磁束密度での値と同程度である。また、DC バイアス下での  $10 \text{ kHz}$  での透磁率も 10% 高い値となりほぼ全ての DC バイアスレンジで優れた結果が得られた。

東北大の島田らは、サブミクロンサイズのアモルファス粉 ( $90.5\text{Fe}8.0\text{B}1.3\text{P}0.2\text{Pt}$ ) を溶液法で作製した。作製したままの状態、高い磁化を有し、水アトマイズ法で作製したかなり大きなアモルファス粉と同等の軟磁性特性を示した。Pt イオンが軟磁気特性を保持したまま粒子径を制御するのに効果的である。軟磁気特性は熱処理を行うと少し劣化した。  $0.3 \mu\text{m}$  サイズの粒子であれば  $100 \text{ MHz}$  で渦電流損は発生しないと考えられるが、 $100 \text{ MHz}$  から  $10 \text{ GHz}$  ではスピン共鳴のため初透磁率で示される損失が見られるが、薄膜や低磁化のフェライトのみが使われてきた高周波で使える高磁化材料として期待出来る。

東北大の牧野らは、液体急冷法で作った  $\text{Fe}_{83.3-84.3}\text{Si}_{4}\text{B}_{8}\text{P}_{3-4}\text{Cu}_{0.7}$  は P や Cu の添加により  $3 \text{ nm}$  程

度の  $\alpha$ -Fe を多く含む異種のアモルファス構造を有する。このアモルファスを結晶化させると  $20 \text{ nm}$  より小さな  $\alpha$ -Fe からなる単一なナノ結晶が得られる。この材料の飽和磁束密度は  $1.88\text{-}1.94 \text{ T}$  であり、商用珪素鋼と同程度である。この材料は  $7\text{-}10 \text{ A/m}$  という低保磁力、 $1 \text{ kHz}$  での実効透磁率が  $16,000\text{-}25,000$  と高透磁率を示す。これは、均一なナノ結晶と  $2\text{-}3 \times 10^6$  という小さな磁歪のためである。 $1.7 \text{ T}$  以上で珪素鋼に比べて半分以下の小さな鉄損を示す。

電子科大の Jia らは、EMI 低減に使われる  $0.4\text{PZT}+0.6\text{NiCuZn}$ -フェライト複合材の改良を目的として  $\text{Co}_2\text{O}_3$  を添加した。高温焼成ではイオン原子価バランスのために  $\text{Co}^{2+}$  イオンが出現し、B サイトでの秩序化が進み、局所的に異方性が誘導されることが分かった。その結果初透磁率の低下と Q 値の増大が生じる。一方、酸素欠損を増加させ、誘電率と  $\tan \delta$  も改善することが分かった。

電子科大の Ying らは、EMI 防止を目的に  $\text{NiCuZn}$  フェライトと  $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  の複合体を固体反応で作製した。 $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$  を 1 から  $30 \text{ wt}\%$  まで変化させた結果、複合体の  $\epsilon'$  は  $100 \text{ Hz}$  で  $35$  から  $12,000$  と増大し、 $\mu'$  は  $100 \text{ kHz}$  で  $1,800$  から  $27$  に減少した。 $40 \text{ Hz}$  から  $30 \text{ MHz}$  の範囲で優れた磁気および誘電特性を有する電磁フィルタとして使えることが期待できる。

東北大の白方らは、 $\text{Zn}_5\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{20}$  の微細薄片をポリマーに分散した低損失複合磁性体を高周波デバイス向けに開発した。 $1 \text{ GHz}$  での値は、 $\mu' = 2.4$ ,  $\mu'' = 0.09$ ,  $\tan \delta = 0.04$  となった。小さなヘリカルアンテナで確認された。

信州大の Ghasemi らは、Fe を Mg と Sn で置換した Sr フェライト  $\text{SrFe}_{12-x}\text{Mg}_x/2\text{Sn}_x/2\text{O}_{19}$  を sol-gel 法で試作した。保磁力は、 $x=1$  では  $130 \text{ Oe}$ ,  $x=3$  では  $85 \text{ Oe}$  となった。一方、高磁界下での帯磁率は置換量とともに増大した。異方性磁界は  $x=1$  で  $6.14 \text{ kOe}$ ,  $x=3$  で  $5.5 \text{ kOe}$  となり  $8 \text{ GHz}$  以上でのマイクロ波吸収体として応用できることが分かった。

## 硬磁性材料

Ural 州立大の N.V.Kudrevatykh に紹介されたロシアで開催された X VII -th International Conference on Permanent Magnet のアブストラクトから 2, 3 話題を記録する。

NPP «Neomag» の Vasilenko らは, Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界に Dy を熱処理による拡散でドーピングするため, Dy または Dy<sub>3</sub>Co 合金の圧粉体に 1-7mm 厚さの焼結磁石を埋め込み 600-900°C で 5-20 時間真空中熱処理を行った。Dy と接触しているところでは粒界を通して Dy の拡散が起こり, 保磁力は 4-6 kOe 増大した。Dy<sub>3</sub>Co と接触させた場合は, 粒内および粒界に Dy が観察された。Co も粒内で観察され, Br が減少したことに伴う保磁力の増大が見られた。

The Institute of Metal Physics の Popov らは, Nd-Fe-B 焼結磁石の配向度を高めるため 40 kOe のパルス磁界を印加し, その回数と配向度の関係を調べた。1 回目では Br/Bs は 0.95 となり, 3 回目で 0.97 となったが, それ以上では変化は無かった。7 回印加した結果, Br は 13.4 kG となり, H<sub>CJ</sub> は 10.4 kOe が 4.7 kOe に減少した。

The Institute of Metal Physics の Gorbunov らは, 液体急冷法 (ロール速度 20m/s) で SmFe<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>C<sub>1.25</sub> (2 ≤ x ≤ 5) を試作した。700-850 °C で, 10 分間 Ar 雰囲気熱処理した。x =2 では Sm<sub>2</sub>(Fe,Ga)<sub>17</sub>C と α-Fe となり, x=3 では Sm<sub>2</sub>(Fe,Ga)<sub>17</sub>C も見られたが, 1:11 が多く生成した。ただ, x=5 では 1:11 の割合は 24% に減少した。x=3 で得た液体急冷粉の H<sub>CJ</sub> は 52 kA/m で

あったが, 800°C の熱処理後 386 kA/m となった。1:11 相の結晶磁気異方性が大きいことに起因する。x=4,5 では 1:11 相の減少で H<sub>CJ</sub> は減少した。

SRI PAM USU の Kudrevatykh らは, 希土類ナノ結晶磁石粉末の磁気特性の温度依存性を調査した。ロシアでは MQP に代わる材料として遠心急冷アトマイズ粉である BZMP が商品となっている。北米, 西欧, 日本は対象外である。レマネンスエンハンスメントの温度変化が MQP とともに調べられた。温度上昇に伴い, 単相の (BZMP-2, MQP-B) では減少したが, Fe および Fe<sub>3</sub>B との複合相になっている BZMP-3 では増大した。これは Kneller-Hawing のモデル計算と合う。H<sub>c</sub> の温度依存性は Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 相の異方性磁界の温度依存性と同じように見える。磁化回転をブロックする原理の特色である。

All-Russian Institute of Aviation Materials の Piskorskii らは, Pr(Nd)-Dy-Ce-Fe-Co-B の焼結磁石の熱処理に伴う保磁力の変化を調べた。700°C で熱処理した場合は, 1000°C で行った時に比べて 2-4 分の 1 に急激に減少した。ただ, この値は 1000°C の熱処理で回復した。この現象は, 2-14-1 と粒界相の間で B の拡散が起こるためである。

Bauman Moscow State 工科大の Vintaikin らは, Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B の HDDR を 800-870 °C の等温条件で H<sub>2</sub> ガスを 0-0.1 MPa までゆっくり変化させておこなった。主相が間違いなく出来ていることが XRD で確認できた。また, 圧粉体の XRD によれば, [001] 軸が僅かに分布しているが, Br=0.633 T, H<sub>CJ</sub>=12-14 kOe が得られた。