

内外 BM 技術動向

専務理事 大森賢次

2011年4月25日~29日まで台湾で2011 InterMagが開催された。論文の一部が選ばれて2011 IEEE Trans. on Mag vol.47 2011

に掲載された。会議での磁石に関する講演件数は大変多かったようであるが、掲載されている論文がなぜか少ないのが気になる。掲載されている論文を参考にボンド磁性材料に関係していると思われる内容を中心に紹介する。

硬磁性材料

九工大の竹澤らは、100℃まで温度を上げて焼結NdFeB磁石の磁区観察ができるカー効果の顕微鏡を作った。電磁石で

14 kOeまで磁界印加可能であり、温度も320℃まで加熱可能である。5 nmのTa被膜を付けることで酸化を防止した。加熱しながら粒界を超えて核生成および磁化反転が起こることを観察した。昇温時に起こる保磁力の減少は異方性エネルギーの減少と粒界での磁壁ピニング不足に起因する。

Korea大(Korea)のParkらは、 Dy_2O_3 と DyF_3 粉を塗布した焼結磁石の磁気特性と微細組織を調べた。 Dy_2O_3 の場合はDyが粒界付近に分布していた。一方、 DyF_3 の場合と塗布なしの場合は、Dyは主相内に均

一に分布していた。Dy₂O₃ と DyF₃ の保磁力と残留磁化はそれぞれ 33.2 kOe と 11.64 kG および 34.5 kOe と 11.21 kG であった。DyF₃ の場合に保磁力が大きく残留磁化が小さい理由は、DyF₃ の Dy の結合エネルギーが小さく、拡散のための化学ポテンシャルが高いため主相に Dy が均一に分布したためである。

国立中正大(台湾)の Wang らは、銅製の金型に射出鑄造することで棒状および板状のナノ結晶 NdFeB 磁石を試作した。体積と表面積比 (S/V) および印加磁界の効果を Nd₉₅Fe_{7.5}Ti_{2.5}Zr_{0.5}Cr₁B_{14.5}C_{0.5} 合金で調査した。大きな S/V 値を有する合金は、高い保磁力およびエネルギー積を有することが分かった。保磁力は残留磁化に比べて冷却速度に敏感である。板状の場合は磁界を印加して作製した場合、板面に垂直に c 軸を有する (00L) 配向が見られた。また、磁界を印加することは結晶粒の微細化にも有効であった。

NIMTE(China)の Guo らは、ストリップキャスト法で NdFeB 磁石を試作した。固化過程での温度勾配が結晶サイズおよび配向を決定づける。結晶粒の成長は固化過程での熱の流れに平行に進む。板の平均固化速度は 10³ °C /s 以上であり、α-Fe の生成を減じる効果がある。RE の濃度は自由面に比べてロール面で明らかに少なくなっている。不均一相では減磁曲線の角形性および保磁力の温度特性が劣る。最終製品に及ぼす固化時の温度勾配の影響および磁気特性、熱安定性を組織的に調べた。

CAS(China)の Liu らは、焼結 NdFeB 磁石の微細組織および熱安定性に及ぼす熱処理の影響を調べた。500°C から 770°C まで温度を変化させて熱処理した結果、保磁力は最初増大し、最大値を示したのち減少した。一方、その温度係数は 680°C までは変化がなかったが、680°C 以上で急激に増大した。620°C で 2 時間熱処理した結果、保磁力は 30.55 kOe、温度係数は -0.4079 % /°C (20°C - 200°C) となった。

東北大の松浦らは、異なる保磁力を有する Nd₂Fe₁₄B/Nd(-O) の境界面にある Nd(-O) 相の存在比量を調べた。境界面の結晶構造や形状を透過電子顕微鏡で調べた。350°C で熱処理した薄膜では約 20% 保磁力が低下したが、hcp Nd₂O₃ 相が Nd₂Fe₁₄B 相の c-面、その他が表面に主に存在していた。一方、650°C で熱処理した薄膜では、準安定相である c-Nd₂O₃ や非晶質相が主に存在

していた。その際、保磁力は最初の薄膜と同等の保磁力に復帰した。準安定相が多いと c-面の Nd₂Fe₁₄B 相で高い傾向を示した。

東北学院大の鈴木らは、粒界相の制御は Nd-Fe-B 磁石の保磁力機構を理解する上で重要である。Cu の影響を調べるために Nd-Fe-B 相と Nd-Cu 相を交互に堆積させた。堆積時の基板温度 T_s とその後の熱処理温度 T_a を調べた。T_s を高めると磁化曲線の角形が改善された。初磁化曲線がかなり変化した。28.7kOe の高い保磁力が [Nd-Fe-B(6 nm)/Nd-Cu(0.25 nm)]₂ 薄膜を 300°C で堆積させ、550°C で熱処理した結果得られた。29.2kOe という最高値は堆積温度を 500°C まで上げ、550°C で熱処理した結果得られた。Cu が粒界に拡散した結果と推測できる。その結果、磁壁が粒界でピンングされたと考えられる。初磁化曲線が急激に立ち上がる状態から緩やかな立ち上がりになったことがその理由である。

高エネルギー加速器研究機構の小野らは、走査型透過 X 線顕微鏡を用いて熱消磁した焼結 (Nd, Dy)-Fe-B 磁石の元素選択磁区観察を行った。30nm の解像度で化学的および磁気的なコントラスト像が得られた。200-300nm 幅のメイズまたはストライプ状の磁区が観測できた。多磁区は殆どがそれぞれの粒内で完結していた。ストライプ状の磁区は試料に垂直から外れた (001) 軸の粒に起因する。化学的または磁気的な比較によれば、粒界の三重点にある Nd リッチ相では磁区は見られなかった。Nd₂Fe₁₄B 相と Nd リッチ相の界面は化学的に急激な変化があることが分かった。同じような磁区構造が Dy のありなしで観測できた。

軟磁性材料

東北大学の島田らは、サブミクロンサイズの非晶質 Fe-P-B 粒子を水溶液中での化学的沈殿で生成した。球状であり、良好な軟磁気特性と高い飽和磁化を有している。磁界を印加しながら沈殿させた場合、チェーン状になった。大きな形状比により反磁界が大きく減少したため高い透磁率が期待できる。外部磁界でチェーンを揃えて一軸異方性とし、透磁率の周波数分散、高等磁率の温度変化などを調べた。異なる大きさの粒子の透磁率の比較を行った。他の軟磁性材料に比べて、優れた高透磁率は数 GH z まで低損失を示した。真空中 150°C で熱処

理した結果、透磁率は改善した。チェーン状粒子はインダクタやノイズ吸収体のような高周波応用に高いポテンシャルを有する。

韓国原子力研究所 (Korea) の Park らは、水アトマイズ法で球状の Fe-Si-B-P-Cu 合金粉を作製した。粒子の平均粒径は 2.0, 3.0, 5.0, 8.5 μm であった。723K で熱処理して結晶化した結果、Fe_{83.3}Si₄B₈P₄Cu_{0.7} と Fe_{84.8}Si₂B₁₀P₂Cu_{1.2} のナノ結晶粉の B_s はそれぞれ 1.72 と 1.76 T になった。圧粉体のコアロスは急冷時の非晶質状態に依存する。平均粒径 3.0 μm の Fe_{83.3}Si₄B₈P₄Cu_{0.7} ナノ結晶では B_m=50 mT, f=300 kHz で 1461 kW/m³ のコアロスを示した。

NEC トーキンの千葉らは、Fe_{84.8}(Si, B, P)₁₄Cu_{1.2} 合金を単ロール法で作製した。Si=0-2 at% と P=2-8 at% で保磁力は 7-20A/m と低い値を示した。また、P=0-4 at% で B_s は 1.8T 以上を示した。689K で熱処理した Fe_{84.8}Si₁B₁₀P₃Cu_{1.2} ナノ結晶では B_s が 1.82 T、H_c が 7.2 A/m という優れた特性が得られた。50 Hz での鉄損は B_m が 1.7 T 以上で方向性及び無方向性電磁鋼板に比べて極めて小さな値を示した。5-20 nm 直径の均一な α-Fe で構成されている。産業材料として磁気特性的にも経済的にも優れていることが分かった。

NEC トーキンの浦田らは、Fe_{84-x}Si₄B_{12-y}P_yCu_x (x = 0-0.9, y = 0-4) 軟磁性材料の結晶化過程および磁気特性に及ぼす Cu と P の影響を調べた。見かけの活性化エネルギーも計算した。結果は、Cu および P は最初の結晶化反応を助け、Fe₈₄Si₄B₁₂ の結晶化反応を効果的に抑制することが分かった。Cu 添加量が 0-0.9 % では Cu の増大に伴い飽和磁束密度が増大し、保磁力が減少した。Cu と P の同時添加は高飽和磁束密度と低保磁力を得るために良い組み合わせである。

CAS(China) の Kong らは、物理化学的適合性を評価するため急冷薄帯を絶縁油中で等温加熱して持続可能性を証明するため評価した。鉱油および植物油に Fe 基のアモルファス薄帯を 110°C と 140°C で 580 時間浸した。実験後に油の化学分析をした結果、アモルファスの構成材である Fe, Si, B は検出されなかった。磁気特性の安定性は鉄損の測定で証明された。また、エージング後も XRD でアモルファスであることが明らかになった。加速エージング試験で良好な安定性が示された。