

報告：「寺子屋 BM 塾」 2019 年後期講座

理事 兼 寺子屋 BM 塾塾長
元・日立金属(株)
徳永 雅亮

第 26 期 BM 初心者講座

2019 年度後期の BM 塾では、①「希土類ボンド磁石の基礎」、②「着磁・脱磁及びその評価法の基礎」及び③「磁気測定技術の基礎」の 3 テーマを取り上げた。

第 1 講

2019 年 9 月 13 日 (金)

@東陽テクニカ・TI センター

講義：各論講義「希土類ボンド磁石の基礎」



講師：大森 賢次 (BM 協会専務理事)

概要：1) 希土類ボンド磁石開発の歴史、
2) 各種材料の特徴について。

受講生総数：34 名

記事：ボンド磁石は各種磁石粉をバインダーで固化成形して得られる複合磁石である。ボンド磁石の密度はバインダーで希釈されるため低下し、磁気特性は焼結磁石よりも低い。

一方で、各種成形技術の特長によって形状自由度が大きく、ニアネットシェーブで寸法精度の高い製品が作製できる。バインダーとの複合化によって靱性が高く、割れ欠けの生じにくい磁石が得られる。シャフト等との一体化成形も可能で、芯ブレの少ない製品が得られる。このような特徴により、ボンド磁石は電子機器用の小型モータに

多用されてきた歴史がある。

永久磁石一般に成立するが、磁粉を構成する化合物や合金の物性値と材料特性値は異なる。ボンド磁石化に必要な粉末化による磁気特性の変化及びその粉末を磁石形状に成形するためのプロセス時の変化があるからである。

現状の希土類ボンド磁石の磁粉は $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 及び $(\text{Sm}, \text{Zr})(\text{Fe}, \text{Co})_{10}\text{N}_{1.5}$ である。 SmCo_5 はほぼ $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ に駆逐されている。希土類ボンド磁石開発の歴史は SmCo_5 からスタートしたが、最も基本的な技術は酸化を防止、長期信頼性を確保する磁粉の表面処理にあった。材料的には超急冷 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の出現が市場に大きいインパクトを与えた。戦略物質である Co フリーで、等方性ではあるが、Remanence Enhancement によって比較的高い残留磁束密度が得られる。

等方性超急冷 Nd-Fe-B 系ボンド磁石の応用は PC のスピンドルモータが最も有名であるが、現在では自動車や家電への応用が増加している。自動車では EPS、家電では 10krpm 以上の回転数が必要な掃除機への応用がある。

HDDR 法による異方性 NdFeB 粉は水素と NdFeB 合金の反応を利用して作製される。前工程である HD は Hydrogenation (水素化)、Decomposition/Disintegration (分解/不均化) を表し、水素と NdFeB 合金が反応し、 NdH_2 、 $\alpha\text{-Fe}$ 、 Fe_2B が生成する。後工程である DR は Desorption (脱水素)、Recombination (再結合) で、不均化生成物を脱水素することにより、方位の揃ったサブミクロン結晶の集合体得られる。粒界には数 nm 厚さの Nd リッチ相が存在し、厚みの分布がある。再結合による再結晶時の配向のメカニズムは微細組織観察から $\alpha\text{-Fe}$ と NdH_2 の方位における相関関係が議論され、両相による方位メモリー説が優勢である。

Sm メタルの製造にはミッシュメタル還元が用いられるために、高コスト化が問題になる。解決策として、 Sm_2O_3 と Co 及び Fe 粉末を原料として Ca を還元剤とした還元拡散法が用いられる。本手法は SmCo_5 や $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉製造に適用されている。

$\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉は $3\ \mu\text{m}$ 程度まで粉砕して保磁力を発現させるために、比表面積が大きく、酸化対策が重要になる。5nm 程度のリン酸系の表面コートが施され、射出成形磁石で 80°C 、 $90\%\text{RH} \times 1000\text{h}$ での不可逆減磁率は 6% 程度に改善できる。一方の高性能化は未窒化相の低減と粉砕粉の歪の低減によって 1.44T の Br を達成し、 $347\text{kJ}/\text{m}^3$ の $(\text{BH})_{\text{max}}$ を有する

磁石粉末が開発されている。

微粉砕を必要としない還元拡散法による磁石粉末も使用されている。 Sm^{3+} 、 Fe^{2+} を含む硫酸溶液を OH^- を用いて共沈させ、Sm 及び Fe の水酸化物を作製する。水酸化物を 1300K で焼成することによって、 Sm_2O_3 と Fe_2O_3 から成る混合酸化物が得られる。本混合酸化物を水素還元すると、概略 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粒子の表面に微細な Sm_2O_3 が付着した形態が得られる。 Sm_2O_3 を Ca 還元し、Sm を Fe 粒子に拡散させると、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ と CaO の混合物が得られる。本混合物を窒化後、水洗し、Ca を $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の形で除去する。得られた $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉は分布のシャープな $3\ \mu\text{m}$ 程度の粒径を示し、保磁力発現のための微粉砕は不要である。形状は球形で、射出成形の際に高い流動性を示す。Ti 添加によって磁粉粒径を $2.16\ \mu\text{m}$ まで低減し、 $1\text{MA}/\text{m}$ 近傍までの保磁力が達成されている。

超急冷を用いた等方性の TbCu₇ 型の磁粉も実用化されている。Sm-Zr-Fe-Co-N 合金系で、超急冷し、熱処理の後、窒化する。(BH)_{max} は $213\text{kJ}/\text{m}^3$ に達し、等方性磁石としては最も高い磁気特性を示す。

希土類ボンド磁石の作製には射出成形、圧縮成形、押出成形及びカレンダー成形が用いることが可能である。バインダーの種類と共に成形法が選択されるが、磁粉の微細組織によって等方性と異方性に分類される。

Magnequench が製造する MQ パウダーには多種多様なグレードが存在する。高 Br 材である MQP-16-7、ガスアトマイゼーションによる球形磁粉である MQP-S-11-9、異方性磁粉である MQA シリーズ、省 Nd で Ce 置換材である MQP-8-5、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}/\alpha\text{-Fe}$ ナノコンポジットである MQP-16-7 等である。これらグレードは組成や製造法が異なり、応用分野によって使い分けられる。ダイド電子は MQ パウダーによる広範な等方性ボンド磁石を製造している。

愛知製鋼は HDDR 法による Nd-Fe-B 系異方性圧縮成形及び射出成形ボンド磁石を製造している。住友金属鉱山と日亜化学は異なる手法で $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉を生産するとともに、異方性ボンド磁石を製造している。析出硬化型である $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ は焼結磁石と同時にボンド磁石磁粉としても用いられる。磁粉は三徳、ボンド磁石はナパック等が製造している。

ボンド磁石を応用する場合、着磁によって磁束を得る必要がある。着磁性は等方性、異方性を含めた材質毎の対応が必要で、一般に不飽和着磁状態では経時変化が大きくなる。ミネ

ベアでは Nd-Fe-B 系ボンド磁石を用いたステッパモータ用リング磁石を Tc 以上で着磁し、急冷する UHM プロセスを用いている。

本講義では多種の希土類金属間化合物がその特徴を生かせる応用分野で使用されていることが理解できた。焼結磁石では Nd-Fe-B 系が圧倒的シェアを誇っているが、ボンド磁石では多様な材質が活発な競争を繰り広げている。

第 2 講

2019 年 10 月 18 日 (金)

@東陽テクニカ・TI センター

講義：各論講義「着磁・脱磁及びその評価法の基礎」



講師：堀 充孝 (BM 協会技術委員長 日本電磁測器(株)取締役)

概要：1) 着磁・脱磁の方法について
2) 着磁後の評価について動画も利用して分かり易く解説する。

受講者数：35 名

記事：日本電磁測器では非破壊検査の一種である磁気探傷法の設備も扱っている。高度の信頼性を必要とする航空機の足回り用鋼材の検査に用いられている。蛍光塗料をコートした磁粉を鋼材に塗布し、磁場を印加し、亀裂等に入り込んだ磁粉をブラックライト照射で観察することによって、探傷する。

着磁技術は磁石材料、磁石形状、磁石の配向方向、磁石の製法等によって変化する。最近では、高エネルギー積及び高保磁力を有する希土類磁石への着磁、小径、小型モータ用高性能磁石への着磁及びコギングトルク低減可能な着磁波形制御等への高度な要求が増加している。着磁では磁石の有する機能を最大限発揮できるフル着磁が要求される。フル着磁に必要な磁界強度は磁石材質毎に異なり、一般的には

パルス着磁が適用される。

パルス着磁器は磁界発生のための着磁ヨーク・コイルと着磁電源から構成され、着磁電源は電荷を蓄積するコンデンサー、充電電流を制御する充電制御回路、サイリスタによる放電回路及び昇圧回路からなる。着磁電圧の制御は± 5 ボルトの高精度制御が可能である。着磁電流の時間変化を決定するのは着磁コイルと着磁器内部のインダクタンスの和 (L)、着磁コイルの抵抗と着磁器内部の電気抵抗の和 (R)、コンデンサーの容量 (C) 及びコンデンサー電圧 (V) で決定される。基本的に臨界減衰を実現できる $R = 2(L/C)^{1/2}$ の関係を用いて選択される。

着磁には前着磁と後着磁があり、前着磁は磁石単体を着磁した後アセンブリーするが、後着磁はロータ等へ磁石をアセンブリー後、ステータ巻線に通電して行う。ステータ巻線への通電でフル着磁ができない場合は着磁器を使用する。一般に後着磁の作業効率が良い。着磁コイルも着磁ヨークも FEM による設計が行われ、同時に連続操業に必要な冷却手法も盛り込まれる。IPM ロータに挿入された Nd-Fe-B 系焼結磁石の着磁ヨークを見てみよう。ヨークは電磁鋼板の積層体、磁極を太くし、磁石着磁面と磁極間を最短に、巻線を極力磁石に近づける等の配慮を行う。巻線は 6 ~ 12 ターン、銅線径 2.4 ~ 3.2mm、コンデンサーの充電電圧 2500 ~ 3500V、コンデンサー容量 2000 ~ 5000 μ F で 10 ~ 12kA の電流を用いる。着磁ヨークは多種多様で、①内周面着磁、②外周面着磁、③スキュー型内周面着磁、④スキュー型外周面着磁、⑤平面多極着磁、⑥複合着磁、⑦マグロール外周面着磁等が用途別に適用される。

IPM モータ用ロータの着磁ヨークの設計では、着磁ヨークの巻線コイル部の形状が重要であることが FEM 解析で明らかになっている。着磁ヨークにどのようなスロット (巻線コイルの入る部分) 形状を設計するかによって、磁界侵入度が変化する。着磁すべきロータ構造と構成部品の磁気特性を正確に取込む。着磁システムでは FEM 解析で用いた条件が現実に行えるよう着磁器が設計される。ロータコアは積層電磁鋼板である。これら着磁システムはロータの着磁ヨークへの挿入、着磁、着磁ヨークからの脱却は自動化されている。

小型モータ用リング磁石の多極着磁に用いるヨーク設計では 1 ターンコイル着磁が行われる。本例ではロータコアに SPCC が用いられている。設計に取込む磁気特性は初磁化曲線、磁化後のリコイル及び HcB 等がある。リコイルはリコイル透磁率を含む数値テーブルを用いる。解析を用

いた設計をベースに実機のモデル着磁器を作製し、実現象を評価する。解析結果とのズレは巻線径等を検討して、着磁器を完成させる。

最近のパルス着磁電源は高効率化されている。充電電圧の低減、コンデンサーの小容量化、パルス電流の短幅化、巻線損失の低減及び耐圧の軽減を技術的に達成している。エコマグではパルス電流幅を 1/9 に低減した例がある。

マグネットローラの着磁は通常一体型着磁ヨークによって 1 出力の電源によって行われる。極によって異なる材質が使用されている場合は各極にそれぞれ着磁電源を接続し電圧調整して、同時着磁を行う。着磁評価はホール素子を用いて、磁束密度の角度依存性を測定する。測定系は PC を用いて自動化されている。

モータ用やエンコーダ用 FG の着磁では極間ピッチが 0.4mm 以下のため、磁石を回転して着磁を行う回転着磁が採用される。通常、着磁ヘッドに着磁電流を正及び負方向に反転して通電する。正方向の着磁の後、1/2 ピッチヘッドを回転して、負方向の着磁を行う。外周 100 極着磁を着磁ヨークの場合と回転着磁の場合を比較すると回転着磁の方が圧倒的に高い精度が得られる。

着磁評価には磁束密度測定法と磁束量測定法が用いられる。磁束密度測定法ではテスラメータ (ホール素子) を用いて、磁石表面の磁束密度を測定する。磁束量測定法では着磁された磁石をサーチコイルによって引抜き、フラックスメータを用いて磁束量を測定する。磁束密度測定法は X, Y, Z ステージ及び回転ステージが組合され、マグネットアナライザーとしてシステム化されている。測定波形から PC を用いて、ピーク値、ゼロクロス間隔、磁極面積、ピーク間隔などが数値化される。コギングトルク低減のために極異方性及びラジアル異方性リング磁石の着磁波形は厳密に管理される。全磁束量測定法には着磁ヨークにサーチコイルを内蔵したタイプがある。磁石が挿入された IPM ロータを着磁後、引抜く際に全磁束量を測定する。着磁のプロセスと評価プロセスを連続して行うことが可能になっている。

脱磁方法には直流脱磁、交流脱磁、共振電流減衰脱磁及びパルス電流減衰脱磁がある。直流脱磁は着磁方向と逆に磁界を 1 回だけかけて脱磁する方法であるが、逆磁界の大きさを調整しても完全に磁力を取去るのは難しい。

交流脱磁は脱磁コイル又は脱磁ヨークに交流電流を通電し、磁石を移動すると共に磁界を低減して、脱磁する。共振電流減衰脱磁はコンデンサーとコイルの共振回路による共振減衰振動のパルス電流をコイルに流して脱磁する方法である。

パルス電流減衰脱磁はパルス電流の減衰率を制御できる最も優れた脱磁方法である。

本講義では随所に動画を取り入れ、塾生が理解しやすい様配慮を頂いた。着磁、着磁の評価及び脱磁も生産管理のために高度にシステム化されていることも理解できた。

第3講

2019年11月15日(金)

@東陽テクニカ・TIセンター

講義：各論講義「磁気測定技術の基礎」



講師：有泉 豊徳 (BM協会副会長 東英工業(株)取締役)

概要：1) 磁気測定技術を動画を利用して説明する。

受講者数：35名

記事：磁性材料の磁気測定を実行するに当たって多くの測定装置の内どれを選択すべきかは最も基本的な命題である。それには3つの切り口がある。①測定内容(磁化、磁界、磁気異方性)、②測定試料(記録媒体、永久磁石、薄膜)、③測定条件(温度、磁界、試料の大きさ)である。経験を積み採用すべき測定系は簡単に選択できる。例えば、試料の大きさが50 μ mの粉末1つから8mm ϕ のシリンダーまで変化すれば、選択すべき測定系は変化する。保磁力の大きさに測定系を選択すると、保磁力10~20kOeでは電磁石型のVSMが使用できる。保磁力10~24kOeでは自記磁束計が、保磁力10~33kOeではパルス磁化測定装置が使用される。

引抜法による磁束量測定の実用例は多い。ピックアップコイルとフラックスメータ(磁束計)が用いられる。ピックアップコイルは円柱形状試料に対

するクロスフィット型や大型の試料に対するヘルムホルツコイルが用いられる。磁束量の温度変化測定に見られるように測定は自動化されている。磁束量の経時変化の測定にも用いられる。

VSMは磁性材料の物性評価から微小磁石の磁気測定まで幅広い測定が可能である。用いられる磁界発生装置はヘルムホルツコイル、電磁石及び超電導磁石があり、印加磁界範囲は1mOe~100kOeにわたる。10-6emuの高分解能を有し、ドリフトがない。加熱装置を用いることによって磁気特性の温度変化やキュリー点測定が行われる。極異方性リング磁石から微小磁石を切出し、配向部分の磁気特性を測定できる。ボンド磁石用異方性磁粉の磁気測定ではアクリル容器にパラフィンと磁粉を投入し、磁界中加熱によって配向後、磁界の極性を変え、高配向化して、冷却し、パラフィンで磁粉が固定された試料を用いる。

自記磁束計による磁気測定は永久磁石の磁気測定の基本である。IEC 60404-5:2015及びJIS C 2501:2019でその測定法が規格化されており、BMG-2001:2019にも詳しい説明がある。電磁石による磁界印加で飽和着磁が得られない場合は測定前にパルス磁界等を用いて予備着磁を行う。Cioffiタイプの自記磁束計でのB又はJの校正は相互誘導器で行うことが可能で、Niによる校正は不要である。ISO-9000のトレーサビリティ体系も確立されている。自記磁束計に加熱用の補助磁極を設置することによって昇温時の磁気特性も測定できる。JコイルやHセンサーは水冷されている。試料温度と磁極温度の相関が非常に重要で、本相関データは試料に熱電対を埋め込んで採取される。電磁石を用いた測定では鉄心の磁気飽和によるJの異常減衰を考慮しておく必要がある。試料の磁束密度が高いほど、低磁界でJの異常減衰が生じる。保磁力の低いアルニコでは試料と磁極の間に生じる隙間によって得られる磁気特性が大きく変化するため、隙間が生じないように試料及び磁極を研磨等によって調整する。

パルス磁化測定装置はパルス磁界で15Tもの磁界発生が可能で、自記磁束計では測定できない高保磁力磁石の磁気測定が可能になる。問題は渦電流発生による磁化値への影響である。一般的には飽和に近い磁化曲線において磁界増加時と磁界低下時で磁化曲線が開く(同一の磁化を示さない)現象である。この現象はパルス磁界のdH/dtが多きいほど、試料の電気電導度が大きいほど大きく現れる。この現象の補正係数は電気電導度の異なる希土類焼結磁石3材質でも変化する。SmCo₅、Sm₂Co₁₇及び

Nd-Fe-Bにおける補正係数はそれぞれ0.65、0.50及び0.30に設定され、電気伝導度はSmCo₅、Sm₂Co₁₇、Nd-Fe-Bの順で低下する。電気電導度がほぼゼロのM型フェライト磁石ではこの種の補正は必要としない。

反磁界補正も開磁路測定であるVSMと同様パルス磁化測定においても重要である。基本的にはパーミアンスを用いた補正、試料の χ (磁化率)とパーミアンスを用いるChenの方法がある。パルス磁化測定装置にも試料温度可変用アタッチメントが付加できる。J及びHコイルは水冷され、加熱はN₂ガスヒータによる。飽和磁界の決定方法はIEC 60404-5:2015及びJIS C 2501:2019に規定されているが、パルス磁化測定装置を用いると比較的短時間で決定できる。パルス磁化測定装置ではVSMと同様、1mm³(1mmCube)の微小磁石の磁気特性も評価できる。粒界拡散磁石から微小磁石を切出し、磁石の場所による磁気特性の変化をパルス磁化測定装置で評価する例がある。パルス磁化測定装置は高磁界発生が可能のためにSPD(Singular Point Detection)法による異方性磁界(HA)の評価が可能である。磁化を磁場で2回微分を行い、HAを決定する。

試料共振型磁力計はmgオーダーの微小磁石の磁化曲線の測定が可能で高感度磁力計である。試料に弱い交流磁界勾配を印加し、振動させ、その振動を磁気回路中に設置したピックアップコイルに伝達し、発生した誘起電圧をロックインアンプで測定することによって磁化を検出する。

高温超電導磁石をもちいたVSMも開発され、その実用が開始されている。最も大きな特長は高温超電導磁石の磁場掃引速度が電磁石を用いた自記磁束計に匹敵するレベルに達していることである。従来の金属超電導ではクエンチ回避のために磁場掃引速度は小さく制限されている。この特長によって高温超電導コイル励磁型の自記磁束計も開発されている。反磁界補正が必要ではあるが、電磁石励磁の自記磁束計では測定不可能であった30kOe以上の保磁力を有する磁石の磁気測定が可能となっている。

自動磁場掃引を使い、高保磁力磁石のFORCやSORCの測定が可能となった。

本講義では磁粉の磁気特性を評価するためのサンプルプリパレーションの方法や具体的な測定時の測定操作を動画で示して頂き、一般論を越えた勉強ができた。

BM インフォメーション

2. 2020 年前期講座予定

第 27 期 BM 塾では、①「永久磁石の基礎」、
②「永久磁石測定法」及び③「磁気回路設計の基礎」を取り上げる。

第 1 講

2020 年 5 月 29 日 (金)

@ 東陽テクニカ、本社ビル

講義：各論「永久磁石の基礎」

講師：山本 日登志 (ネオジコンサル社長、
KRI(株))

第 2 講

2020 年 6 月 19 日 (金)

@東陽テクニカ、TIセンター

講義：各論「永久磁石の測定方法」

講師：山本 日登志 (ネオジコンサル社長、
KRI(株))

第 3 講

2020 年 7 月 17 日 (金)

@東陽テクニカ、TIセンター

講義：各論「磁性の実用的基礎と磁気デバイス製品の設計への応用」

講師：大久保 安彦 (マグネケミカルテクノ社長)

