

中性子小角散乱による Nd-Fe-B 熱間加工磁石の磁化反転過程の観察

上野哲朗^{1,2}, 斉藤耕太郎², 矢野正雄³, 原田雅史⁴, 庄司哲也³, 佐久間紀次³, 真鍋明³, 加藤晃³, Uwe Keiderling⁵, 小野寛太²
 (1) 物材機構, (2) 高エネ研, (3) トヨタ自動車, (4) 豊田中研, (5) HZB)

Observation of magnetization reversal process in Nd-Fe-B hot-deformed magnets by small-angle neutron scattering

T. Ueno^{1,2}, K. Saito², M. Yano³, M. Harada⁴, T. Shoji³, N. Sakuma³, A. Manabe³, A. Kato³, U. Keiderling⁵, K. Ono²

(¹NIMS, ²KEK, ³Toyota Motor Co., ⁴Toyota Central R&D Labs., ⁵HZB)

1. はじめに

高保磁力の磁石材料の開発はハイブリッド自動車・電気自動車のモーター用材料として望まれている。Kronmüller のモデルでは保磁力は $H_c = \alpha H_a - N_{\text{eff}} M_s$ として記述される。保磁力 H_c は異方性磁界 H_a 、飽和磁化 M_s 、微細構造によるパラメータ α 、及び有効反磁場係数 N_{eff} により決まる。Nd₂Fe₁₄B は高い異方性磁界と飽和磁化を示すため、Nd₂Fe₁₄B 系磁石は広く用いられているが、高温での保磁力低下が問題となる。そこで一部の Nd を Dy で置換して保磁力を増大させている。しかしながら重希土類である Dy は資源的な偏在性による供給不安のリスクがあるため、Dy 使用量の削減や Dy フリー磁石材料の開発が急務となっている。Nd₂Fe₁₄B 主相粒のサイズを小さくすることで Dy 置換なしで保磁力が増大することが知られている。Nd-Fe-B 熱間加工磁石は直径数 100 nm 程度の Nd₂Fe₁₄B 主相粒で構成されており、主相粒間に Nd-Cu や Pr-Cu の共晶合金を浸透することで保磁力が増大する。本研究では保磁力の微視的機構を明らかにするため、Nd-Fe-B 熱間加工磁石の磁化反転過程での中性子小角散乱 (SANS) 実験を行った。SANS は中性子の磁気散乱能と高い透過能力を利用してバルク磁石材料の結晶粒サイズ、粒界、磁区構造などの平均内部情報を得ることができる実験手法である。

2. 実験方法

試料には Pr-Cu 浸透量の異なる Nd-Fe-B 熱間加工磁石 (保磁力はそれぞれ浸透なし: 1.46 T、4% 浸透: 2.07 T、20% 浸透: 2.64 T) を用いた。SANS 実験はドイツ HZB の研究用原子炉 BER-II の小角散乱ビームライン V4 で行った。試料の平均的な c 軸方向に平行に外部磁場を印加し、SANS 強度の磁場依存性を調べた。

3. 結果および考察

Fig. 1(a) に磁場垂直方向の SANS 積分強度の磁場依存性を示す。磁場垂直方向の磁気散乱強度は磁場方向に平行な磁壁からの散乱を観測している。それぞれの磁場での積分強度を +5 T での積分強度で規格化しているため、磁気散乱強度の相対的な大きさを示している。積分強度は粒径 ($d = 160\text{--}300$ nm) に対応する q 範囲と粒径以下のサイズに対応する q 範囲でとった。浸透なし試料、Pr-Cu 浸透試料いずれも +5 T から磁場を弱めるとともに強度が増大し、保磁力において極大となる。その後逆磁場の増大と共に強度が減少する。これは保磁力近傍の狭い磁場領域で逆磁区が一気に生成していることを示唆する。さらに Pr-Cu 浸透量と共にピーク強度自体と、粒径以下 d /粒径相当 d ピーク強度比が減少する。これは浸透なし試料では粒内に磁壁が入った多磁区の割合が多いのに対して、Pr-Cu を浸透することで単磁区の割合が増加することを示唆する。Fig. 1(b) に保磁力での相対磁気散乱強度の d 依存性の Pr-Cu 浸透量による変化を示す。ピーク位置がそれぞれ浸透なし: $d \sim 100$ nm、Pr-Cu 4%: $d \sim 200$ nm、Pr-Cu 20%: $d \sim 400$ nm であり、Pr-Cu 浸透量と共に高 d 側にシフトする。このピーク位置は平均的な磁壁間の距離に対応すると考えられるため、Pr-Cu 浸透量と共に磁壁間距離が増加していることを意味する。以上のように Pr-Cu 浸透によって単磁区率及び平均磁壁間距離が増加することがわかった。

謝辞

本研究は文部科学省の委託事業である元素戦略磁性材料研究拠点の支援を受けて実施された。試料作成は高効率モーター用磁性材料技術研究組合の支援のもと行った。SANS 実験は HZB で実施された (課題番号 MAT-04-2110)。

References

- 1) T. Ueno *et al.*: *IEEE Trans. Magn.*, **50**, 2103104 (2014).

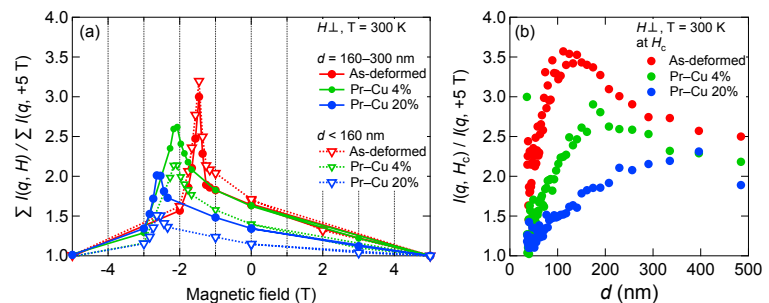


Fig. 1 Pr-Cu infiltration dependence of (a) integrated SANS intensities along the magnetic-field perpendicular direction¹⁾ and (b) SANS intensity at the coercive force normalized by the SANS intensity at +5 T for Nd-Fe-B hot-deformed magnets.