

高輝度軟X線によるNd-Fe-B永久磁石の粒界磁性解明

SPring-8

保井晃, 中村哲也, 小谷佳範, 宝野和博*, 広沢哲*

高輝度光科学研究センター (JASRI)/SPring-8, *物質・材料研究機構 (NIMS)

研究の背景

課題は、希少元素(Dy)を用いない高保磁力Nd-Fe-B磁石の創製

元素戦略プロジェクトの方針

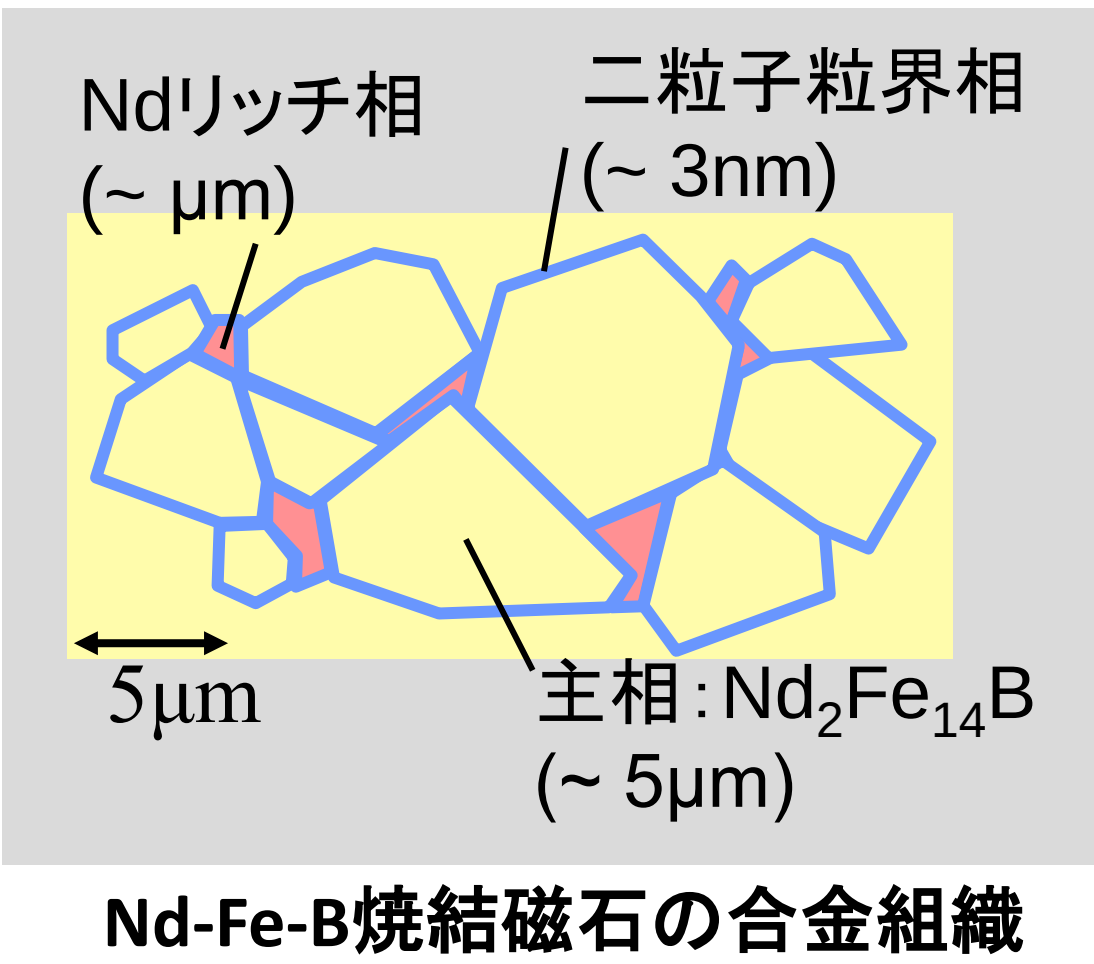
磁石組織制御により高保磁力化を目指す
そのためには、二粒子粒界相の磁性を明らかにすることが重要である

放射光による二粒子粒界相の解析・評価

二粒子粒界相は、逆磁区の伝搬を抑制するピンングサイトとして、非磁性体や常磁性体であることが保磁力向上に効果的である。しかし、現状の焼結磁石では強磁性である可能性が指摘されている。本研究では表面敏感な軟X線MCD実験により、破断面に露出した粒界相の磁性を選択的に解析する。

本解析評価の目的

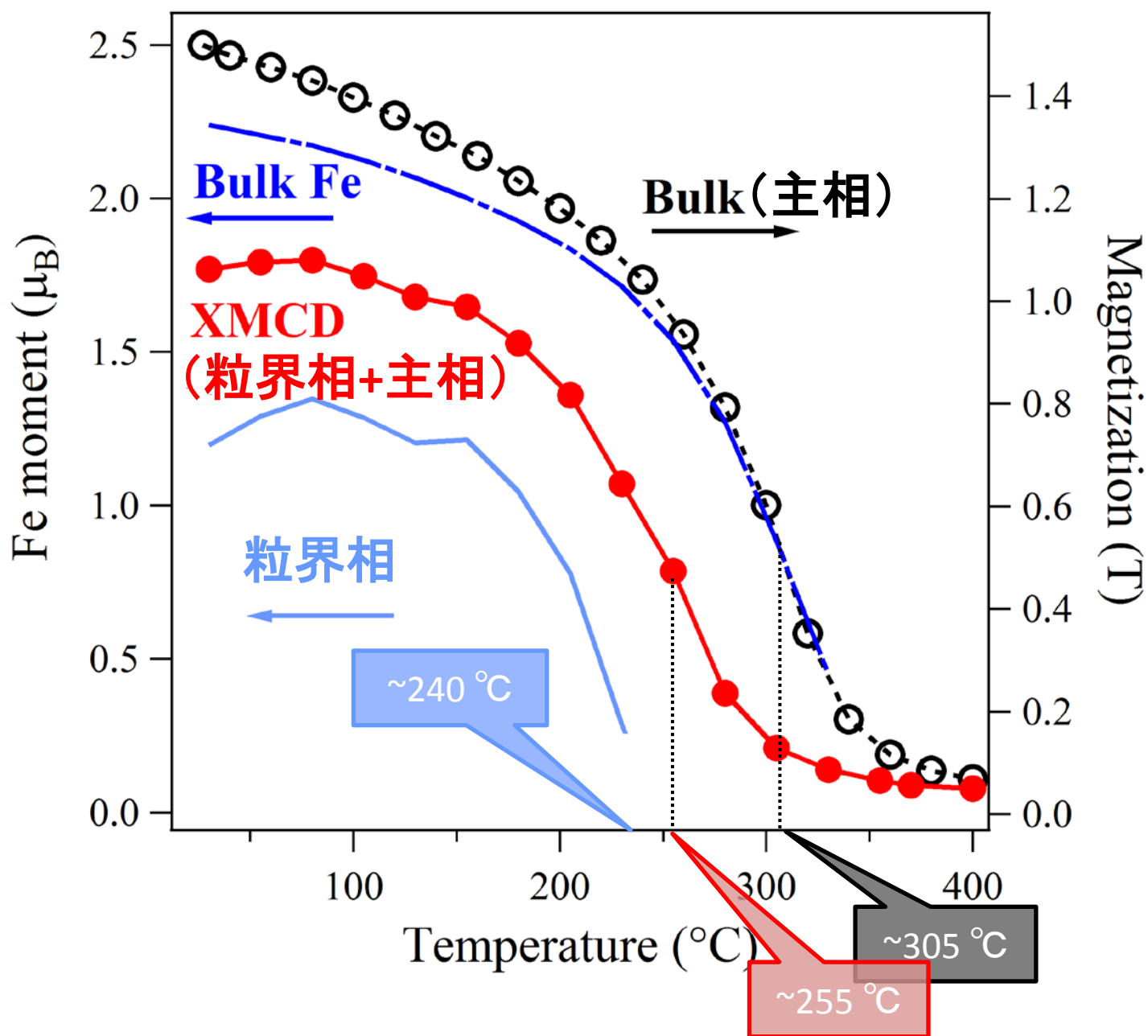
ハイブリッド自動車用途で重要な高温(~200℃)における粒界相の磁気特性を解析し、高温下でも高保磁力を得ることが可能な粒界相の設計指針を得ることを目的とする



Nd-Fe-B焼結磁石の合金組織

本研究で明らかになった粒界磁性

高輝度軟X線MCDを用いて粒界相の磁気特性を選択的に評価することに成功した



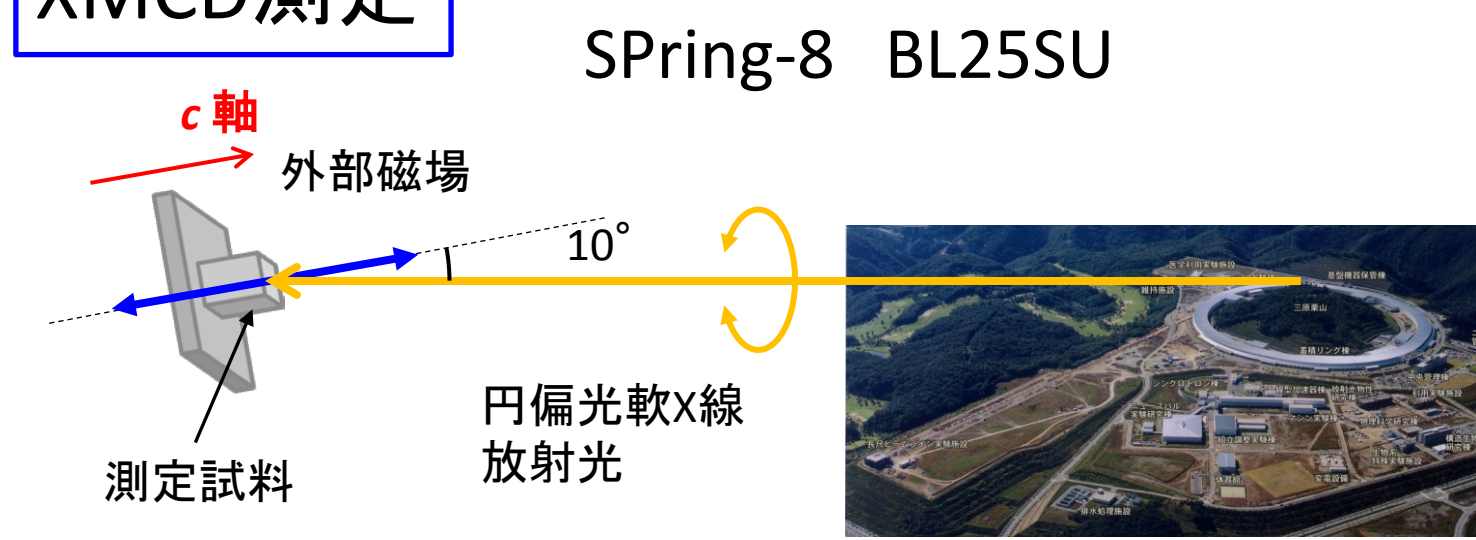
粒界相の主要磁気特性

- 粒界相は強磁性 (結果①)
- 粒界相のTc* < 主相のTc* (結果②)
- 主相に比べ粒界相のNd磁化が減少(結果③)

粒界相のTcを磁石の応用上重要な200℃以下とすれば、
高温磁気特性に優れた磁石が得られると期待される

本研究で用いた放射光解析技術

XMCD測定



測定条件

- 全電子収量法
- 外部磁場: B=-1.9 T~+1.9 T
- 真空中: 1.0×10⁻⁷ Pa (30℃) ~5.0×10⁻⁶ Pa (400℃)

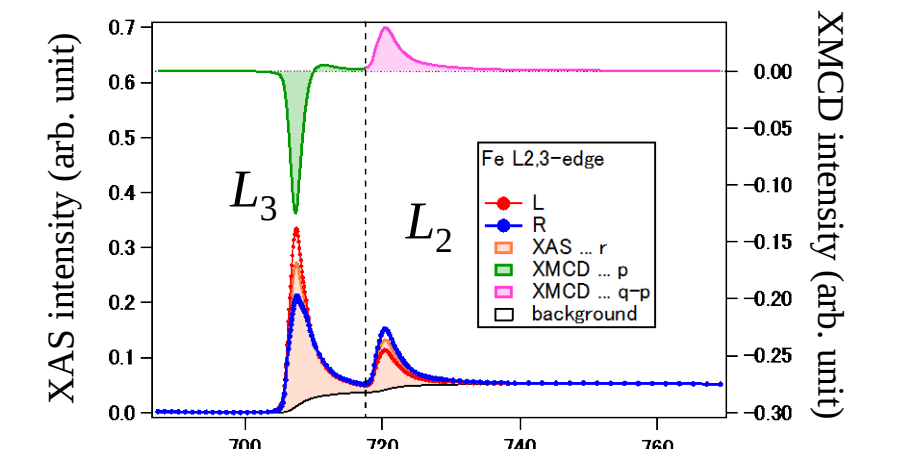
測定試料

Cu 0.1mass%添加 最適化熱処理済
超高真空中(1.0×10⁻⁷ Pa)で破断→表面は粒界相

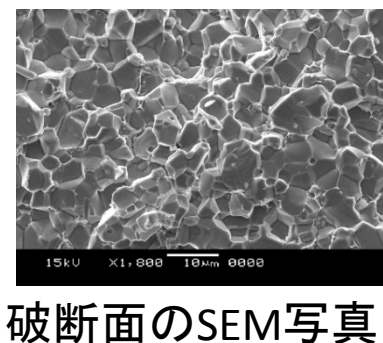
XMCD解析方法

Fe L_{2,3} ... 磁気光学総和則

B. T. Thole *et al.*, PRL 68, 1943 (1992)
P. Carra *et al.*, PRL 70, 694 (1993)



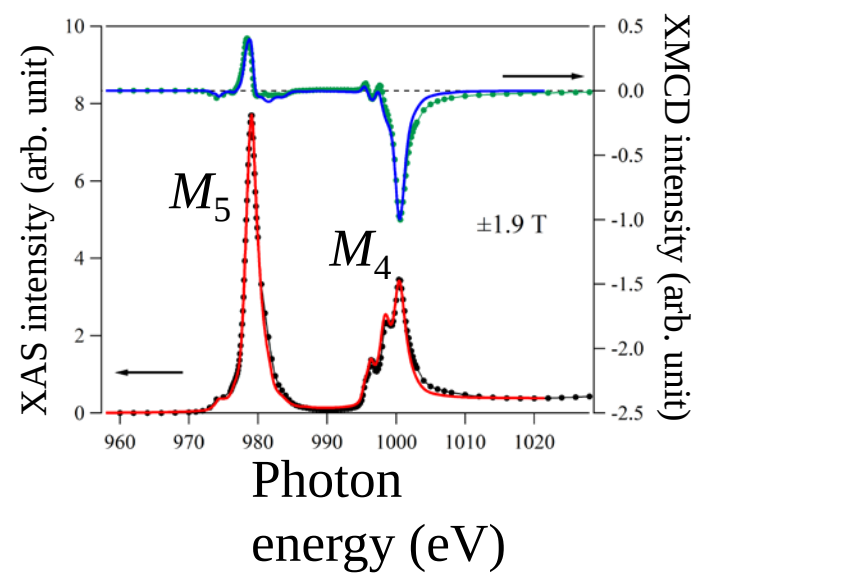
$$m_{orb} = -\frac{4q}{3r}(10 - n_{3d})$$
$$m_{spin} = -\frac{6p-4q}{r}(10 - n_{3d})$$



破断面のSEM写真

Nd M_{4,5} ... クラスタ計算解析

XTLS version 8.5
A. Tanaka and T. Jo, JPSJ 63, 2788 (1994)



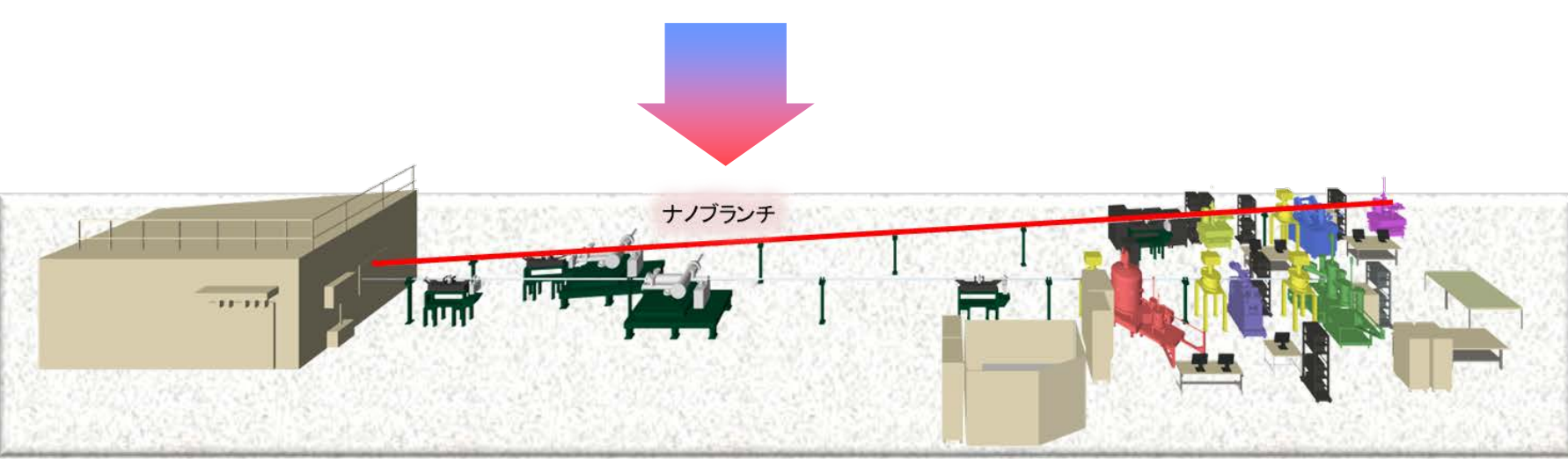
Nd³⁺イオン
+4f-4f, 3d-4f クーロン多重項
+4f, 3d スピン軌道相互作用

B. T. Thole *et al.*, PRB 32, 5107 (1985)

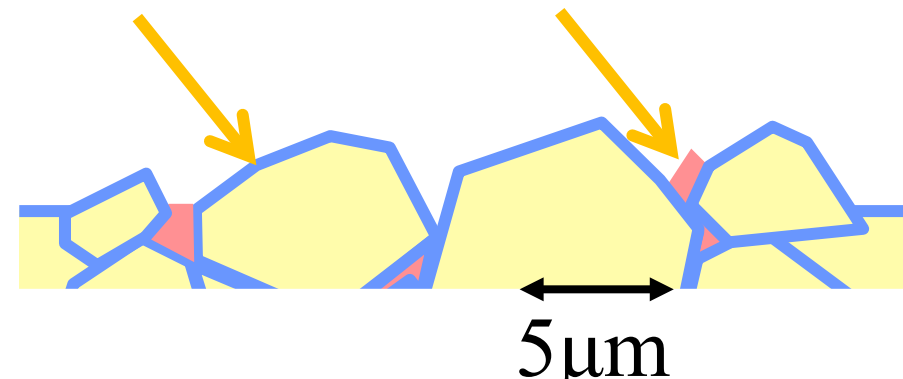
+外部磁場 1.9T
+結晶場 A₂⁰<r²>+分子場 H_{mol}
(XMCDの強度でフィット)

今後の展開

現在、破断面内の平均情報しか得られていない
(ビームサイズ: 約φ0.2mm)



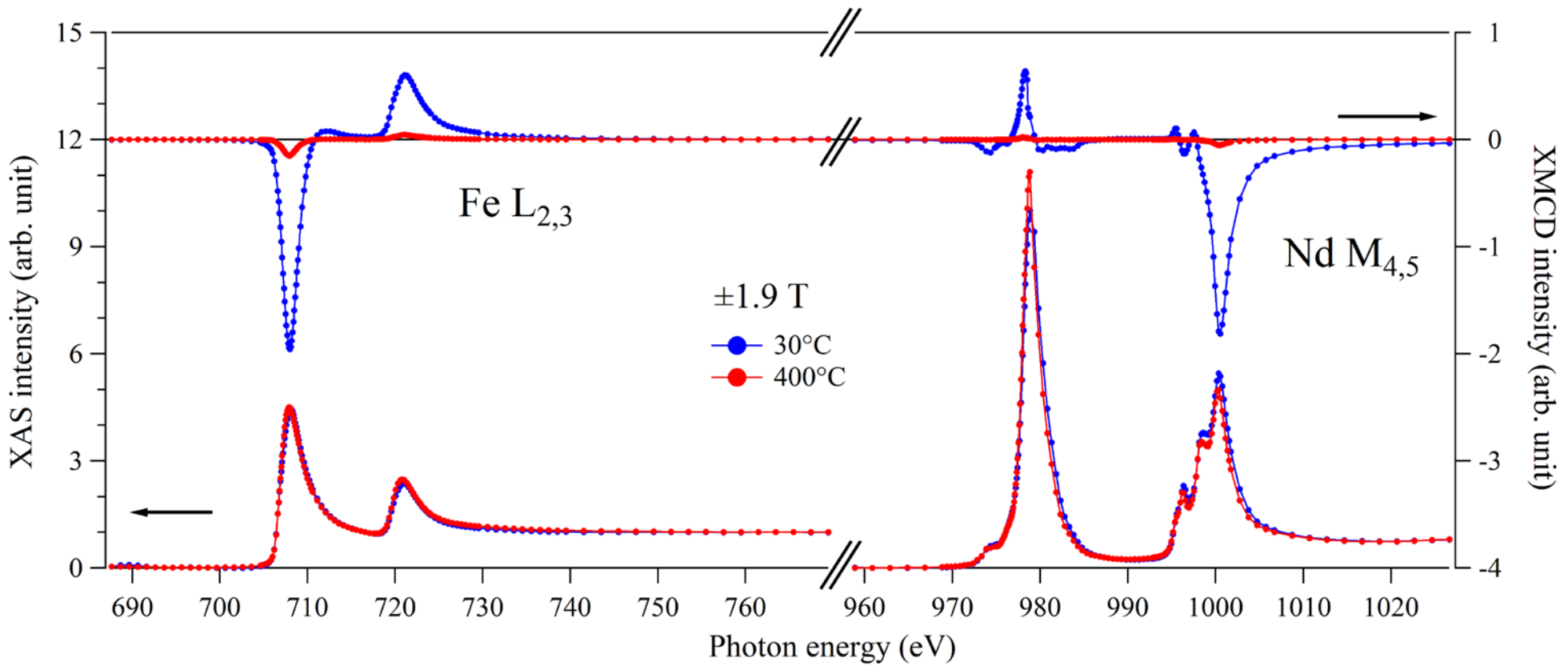
φ100nmの高輝度軟X線ナノビームにより
組織別磁気解析が可能になる



二粒子粒界相の磁性と磁区形成の相関の解明へ

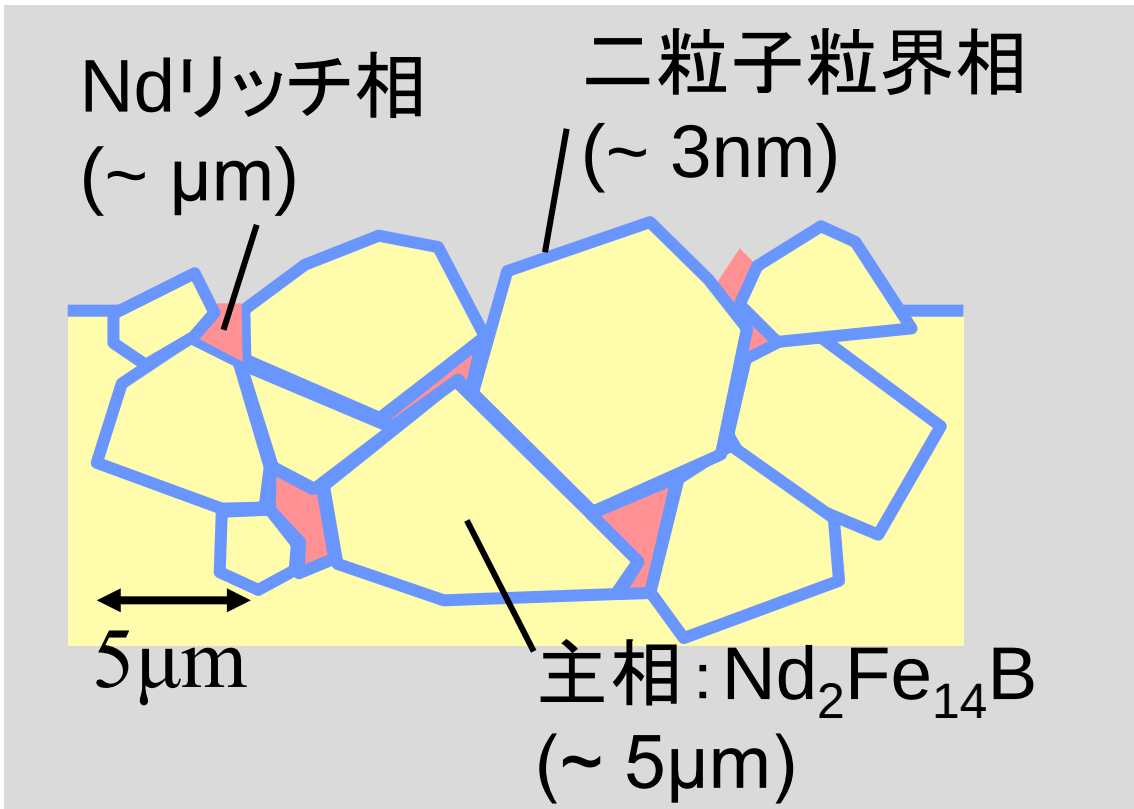
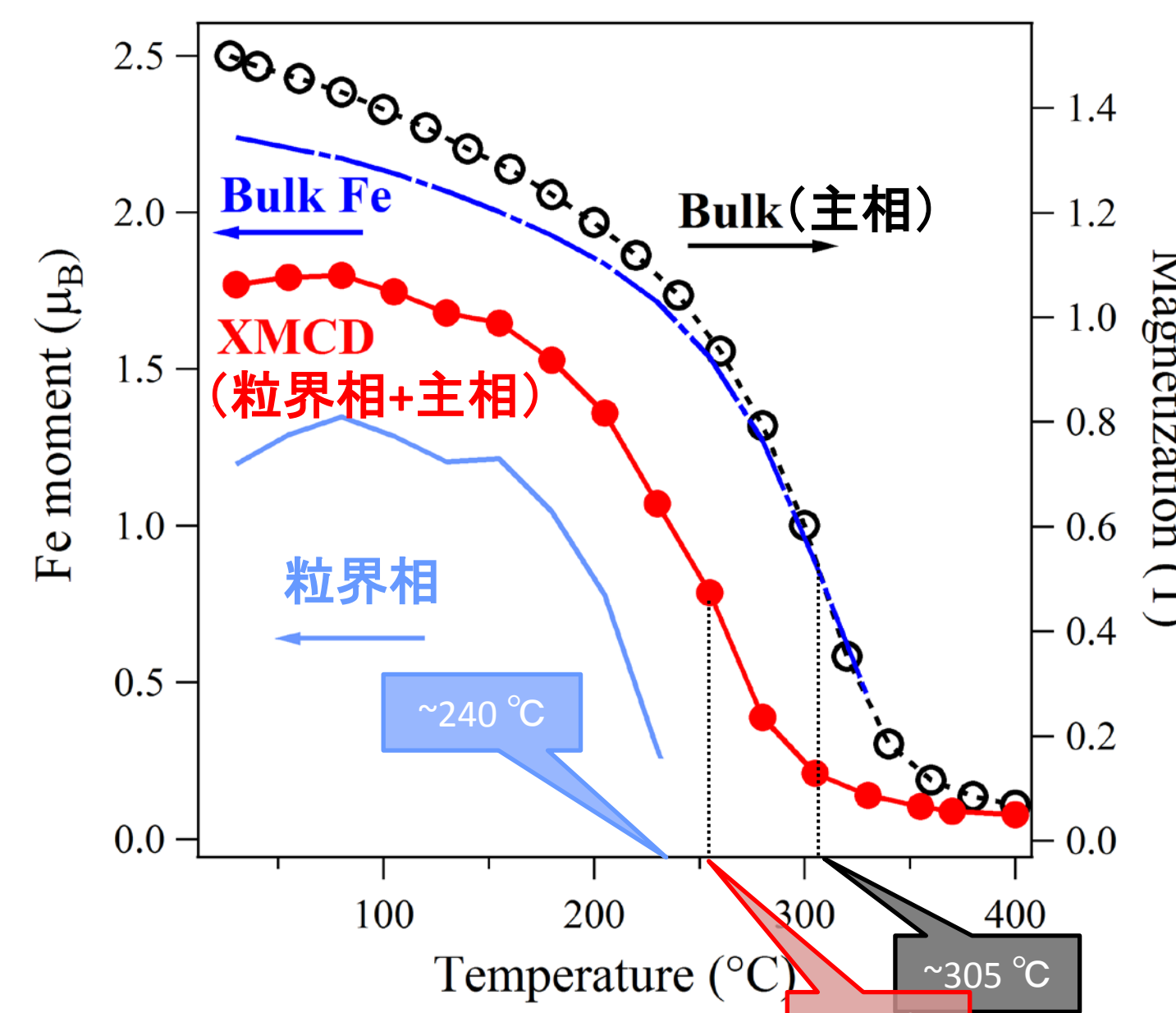
実験結果の詳細

①Fe L_{2,3}およびNd M_{4,5} XAS・XMCDスペクトルの温度依存性



30℃でのFeの磁気モーメント: 1.8μB → 粒界相単独では1.2μB **強磁性**

②Feの磁気モーメントの温度依存性



特徴的な長さ

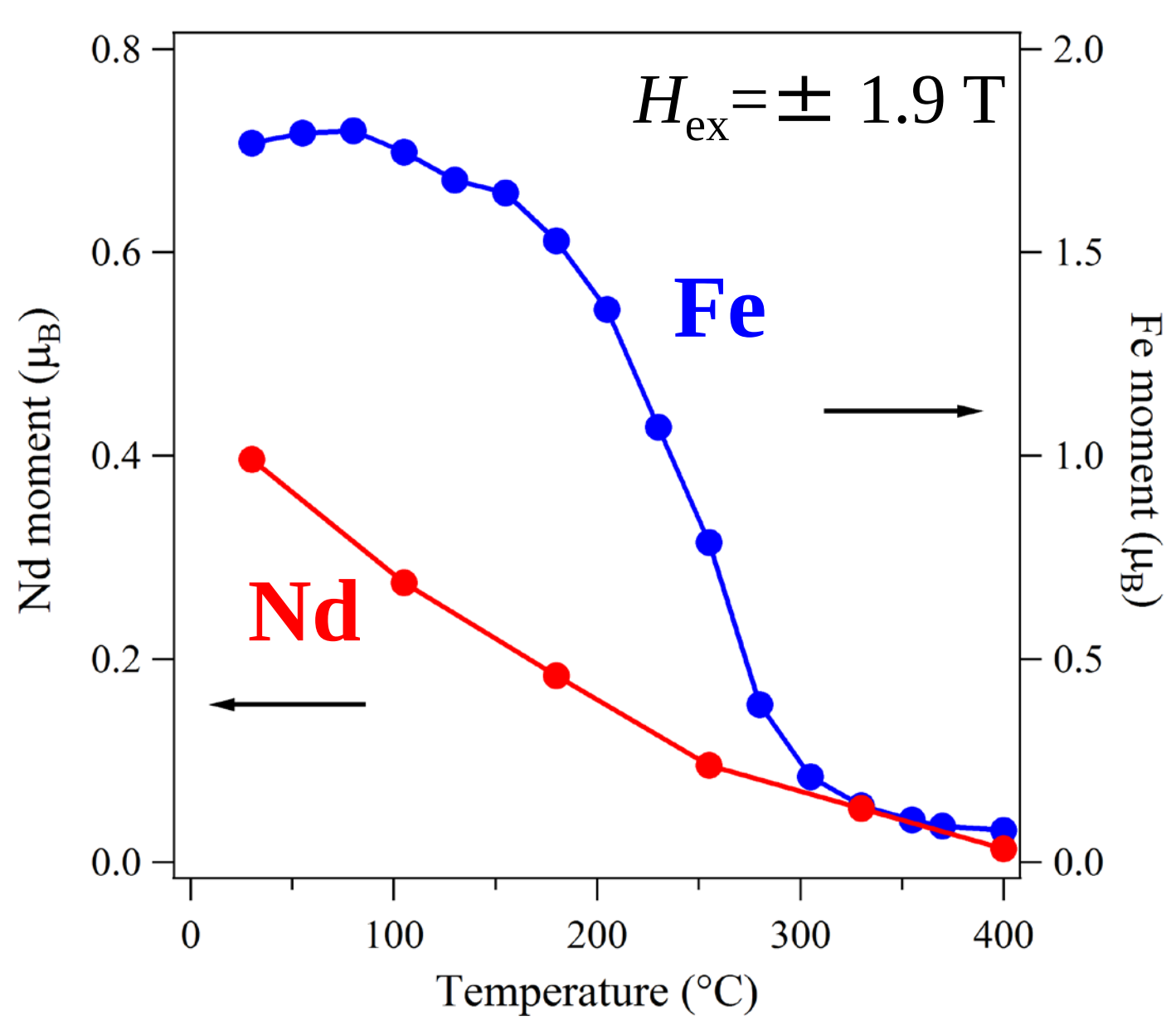
- 軟X線MCDの検出深さ: ~2.5nm
- 破断表面の二粒子粒界相の厚さ: ~1.5nm
- 主相、三重点の大きさ: ~μm

軟X線MCDでは粒界相+主相の情報を含む

バルクの磁化曲線に比べ、より低温側でFeの磁気モーメントが減少

粒界相のTc* < 主相のTc*

③NdとFeの磁気モーメントの温度依存性の比較



FeとNdでは磁気モーメントの
温度依存性が大きく異なる

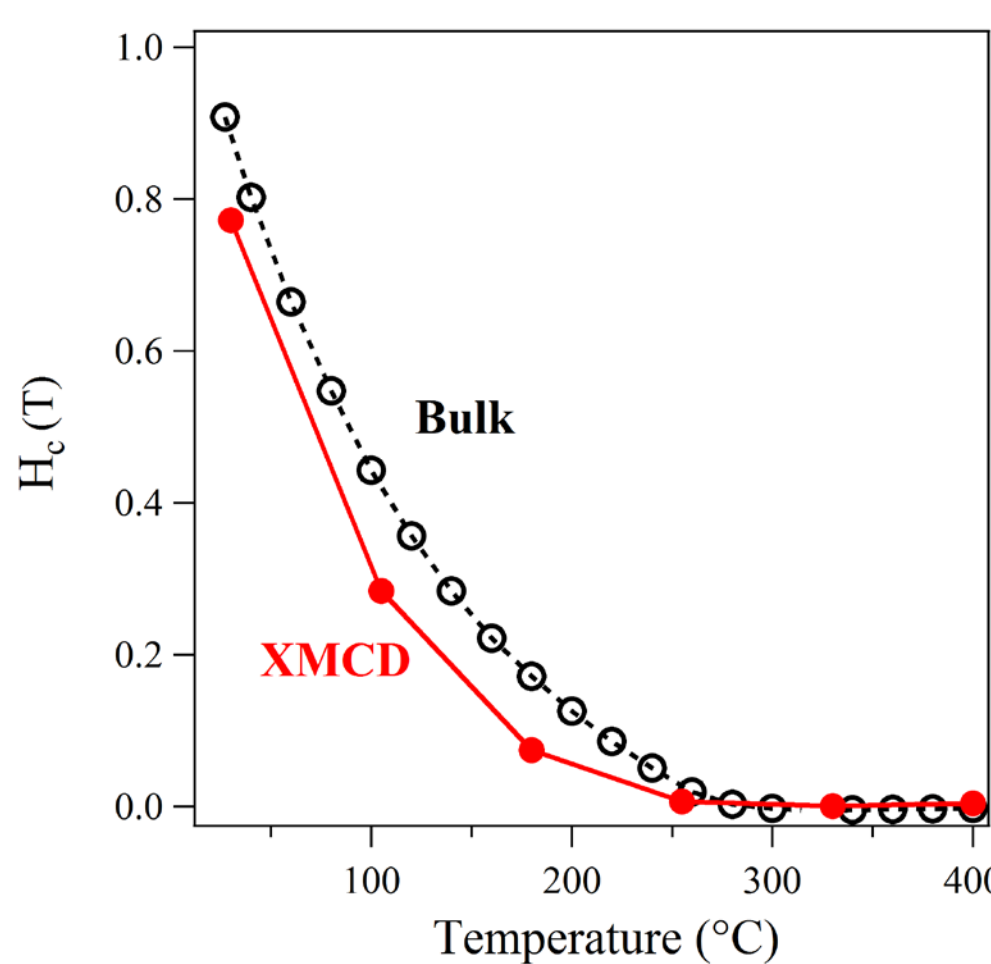
分子場 H_{mol}=78 K @ 30℃

⇔ 単結晶ではH_{mol}=350 K

Yamada *et al.*, PRB 38, 620 (1988)

**FeとNdの間の磁氣的結合は主相に比べ小さい
(約1/5)**

④破断面での保磁力の温度依存性



破断面の保磁力はバルクの保磁力に
比べると小さく、より低温で減少する

**粒界相の下の主相結晶粒の保磁力も
低下している**

謝辞 本研究は文部科学省元素戦略(拠点形成型)プロジェクト「元素戦略磁性材料研究拠点」
(Elements Strategy Initiative Center for Magnetic Materials; ESICMM)の一部として実施されました。
測定試料は日立金属(株)様から提供していただきました。