

講演の
ポイント

- ネオジム磁石の破断面における磁区観察により保磁力機構を解明
- 磁気トモグラフィー法の開発で磁石内部の三次元磁区を可視化
- 高温in-situ X線回折による熱処理中の磁石相図の決定

高性能永久磁石の放射光解析

中村 哲也 Tetsuya Nakamura

東北大学国際放射光イノベーション・スマート研究センター
高輝度光科学研究センター 研究プロジェクト推進室



高性能永久磁石における希少元素問題に対して「放射光がどのように貢献できるか」という問いへの挑戦は、Nd-Fe-B焼結磁石の軟X線磁気円二色性(MCD)測定に関する磁石メーカーとの共同研究として2010年に始まった。

当初得られたFe、Nd、Oの各吸収端での軟X線MCDから、Feの磁気モーメント値がNd₂Fe₁₄Bの文献値よりも有意に小さいことが判明した。原因が試料の破断面に露出した粒界相にあるらしいことは焼結体試料に関する過去の測定経験から想像がついたが、共同研究者から「粒界相の磁性が直接的に決定できれば磁石の保磁力向上に役立つ」と助言いただき、粒界相の磁性評価を軟X線MCD測定で取り組むべきテーマとした。一方、Nd-Fe-B焼結磁石が数μm以下の微細な組織構造を有するため、当時の軟X線ビーム径(約φ0.3mm)では粒界破断面だけでな

くNd₂Fe₁₄B粒内破断面や粒界三重点などを含む平均情報しか得られないこと、および、印加磁場(最大1.9 T)が磁石試料の飽和には不十分であったことが計測技術の課題として露呈した。そこで、2012年度より元素戦略プロジェクト<研究拠点形成型>に参画する機会を得て、軟X線ナノビームによる強

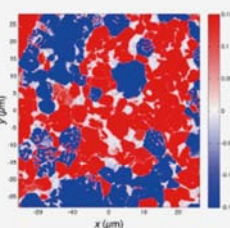
磁場下MCD測定の技術開発を開始した。

軟X線ナノビームにより結晶粒(粒径0.2~5 μm)を選択して局所磁気特性を評価するためには、単に軟X線ビームを集光するだけでなく、ビームライン光学系と実験装置の高い安定性を確保することが不可欠である。そのた

磁区観察技術を開発

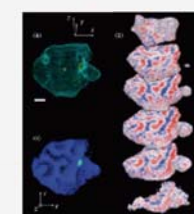
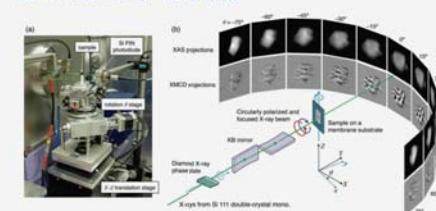


破断面にも適用可能な軟X線MCD
磁区観察技術をSPring-8で開発



磁気特性が劣化した研磨面を観察する従来法では見えなかった磁石内部の磁化反転過程を推定することに成功 [1]。

磁気トモグラフィー法を開発



SPRING-8 のBL39XUにおいて磁気トモグラフィー法を開発。Nd-Fe-B磁石粒子内部の磁区を3次元的可視化に成功 [2]

図1 (左上) SPring-8のBL25SUに設置した開発した走査型軟X線MCD顕微鏡装置の外観、(左下)同装置を用いて取得したNd-Fe-B焼結磁石試料の破断面の磁区像、(右上) BL39XUに設置した磁気トモグラフィー測定セットアップの様子、および、実験配置の概略図、(右下)磁気トモグラフィー実験結果の例。

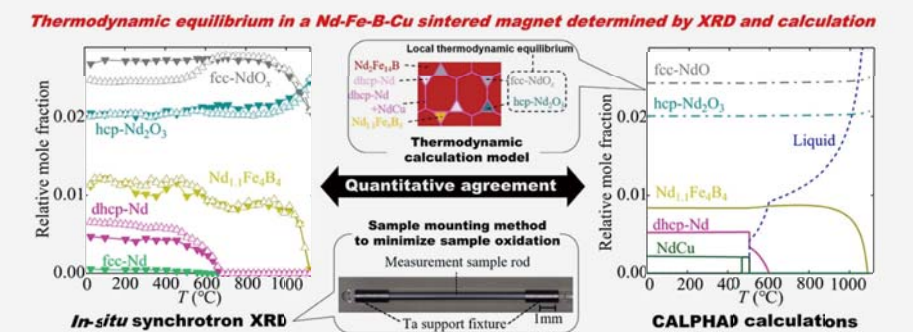
め、SPring-8施設側(理研、JASRI)の支援を得て、2014年にBL25SUの全面的なアップグレードを実施した。これと並行して、走査型軟X線MCD顕微鏡の開発を進め、アップグレードしたBL25SUに設置した。軟X線顕微鏡としては、STXM (Scanning transmission X-ray microscope; 走査透過型X線顕微鏡)がよく知られている。しかしSTXMで観察可能な試料は、軟X線を透過することのできる厚さ100nm程度以下の薄片試料に限られる。また、数テスラの強磁場下での測定が行える装置は海外を含めて皆無であった。そこで、本装置では従来のSTXMとは設計コンセプトを変え、永久磁石の破断面に対する強磁場(最大8 T)での測定技術を実現した。

図1(左)に走査型軟X線顕微鏡装置の概観、および、Nd-Fe-B焼結磁石の破断面における磁区像の例を示す。磁区像の磁場依存性から磁石粒子ごとの磁化過程を得ることに成功し、特定の粒子とその隣接粒子の磁気特性の相関から保磁力機構を考察すること

が可能となった[1]。また、図1(右)に示したように、透過能に優れた硬X線領域において、X線CT (Computed Tomography) にXMCDを組み合わせた磁気CT技術をNd-Fe-B焼結磁石から採りだした微小粒子試料に適用した。その結果、磁石粒子内部の磁区を三次元的に可視化することに成功した[2]。今後は、二次元、三次元の磁化反転挙動像にデータ科学の手法を適用し、保磁力発現機構の理解を深化する研究に発展させる。

上記に加えて、産業界における磁石製造プロセス改良への貢献を目的として、焼結磁石熱処理中の

相変化を高温in-situ X線回折(XRD)によって明らかにする研究に取り組んだ。XRD用の高温炉や、高温下での意図しない試料の酸化・変質を防ぐための技術開発により、Nd-Fe-B焼結磁石試料について1100℃までのX線回折プロフィールを取得した。図2に示すように、リートベルト解析による信頼性の高い相図を得るとともに、局所平衡の概念を導入することにより、磁石構成相の体積分率の変化の熱力学計算による定量的な説明に成功した。[3]。今後は、DX測定や自動解析に対応し、産業界の解析ニーズに応える技術の高度化を進めていく。



高温 in-situ X線回折実験により、磁石製造プロセスにおける熱処理中の相変化を直接的に把握することが可能になった。最近、試料を石英キャピラリーに非接触で保持する手法を開発し、高温での試料劣化を大幅に抑制し、高信頼の相図が得られるように改良された。また、熱力学計算に局所平衡を採り入れ、実験で得た相変化温度を定量的に説明することに成功した[3]

連名者・連携機関

鈴木基寛・関西学院大学、小谷佳範・高輝度光科学研究センター、小林慎太郎・高輝度光科学研究センター

参考文献

- [1] D. Billington et al., Phys. Rev. Mater. 2, 104413 (2018).
- [2] M. Suzuki et al., Synchrotron Radiation News 33, 4 (2020).
- [3] S. Kobayashi et al., J. Alloys Compd. 892 162188 (2021).