

小角散乱およびスペckルで明らかにする NdFeB 系永久磁石の構造と磁性の相関

Correlation between structure and magnetic properties in NdFeB-based permanent magnets revealed by small angle x-ray scattering and speckle experiments

小野寛太^a, 小谷佳範^a, 谷内敏之^b, 久保田正人^a, 福本恵紀^c, 宮本典孝^d, 真鍋明^d,

Kanta Ono^a, Yoshinori Kotani^a, Toshiyuki Taniuchi^b, Masato Kubota^a, Keiki Fukumoto^c, Noritaka Miyamoto^d, Akira Manabe^d

^a高エネルギー加速器研究機構, ^b東大物性研, ^c豊田中央研究所, ^dトヨタ自動車
^aKEK, ^bISSP, ^cTOYOTA CENTRAL R&D LABS., ^dTOYOTA Motor Co.

NdFeB 系永久磁石は、電気自動車やハイブリッド自動車のモータを構成する重要な材料であり、高温環境下で高保磁力を有する永久磁石の開発が進められている。

本実験では、小角散乱およびスペckルを用いて NdFeB 系永久磁石の構造と磁性の相関を解明することを目的として実験を行った。

Recently, there have been strong interests in the coercivity mechanism of Nd-Fe-B magnets due to the increasing demand for highly coercive Dy-free Nd-Fe-B magnets for automotive applications. Motors used in hybrid vehicles (HV) and electric vehicles (EV) are usually operating under the temperature of Nd-Fe-B magnets at about 200C. In order to investigate the coercivity mechanism, we have performed small angle x-ray scattering and speckle experiments.

キーワード：永久磁石、NdFeB、XMCD

背景と研究目的： 電気自動車、ハイブリッド自動車など環境低負荷型の乗り物の需要の増大に伴い、駆動用の大型モータに用いられる永久磁石（ハード磁性材料）の研究開発が急ピッチで進められている。なかでも NdFeB 系永久磁石は、最も有望なハード磁性材料である。しかしながら、電気自動車やハイブリッド自動車に用いるモータでは動作環境が 200℃以上と高温になるため、高温環境下でも用いることが出来るハード磁性材料の開発が必須である。

このような状況のもと高温で高保磁力を維持する NdFeB 系永久磁石の開発が進められているが、高保磁力を実現するためには希少金属（レアメタル）である Dy や Tb を大量に使用する必要がある。これらの希少金属は産出が極めて限定されており、世界的な需要の高まりと将来的な供給を考えると、希少金属の使用量がなるべく少なく高保磁力を持った NdFeB 系永久磁石の開発が必要不可欠である。

これまでに行われてきた研究により、NdFeB 系永久磁石の保磁力とその組織の微細構造との間に相関があることが知られている。

特に、NdFeB 系永久磁石は焼結体であるため、結晶粒界に存在する Nd リッチな粒界相が保磁力に関係があると考えられている。しかしながら、保磁力と粒界構造に関する系統的な研究はなされていないのが現状である。

NdFeB 系永久磁石試料の組織の微細構造、粒界構造、磁気的な相関を研究するにあたって、放射光 X 線を用いた小角散乱実験、スペckル実験は極めて強力なツールである。そこで本研究では、円偏光 X 線を用いた小角散乱実験とコヒーレント X 線によるスペckル実験により、保磁力と粒界構造との関係を明らかにすることを目的としている。このため、同一組成で保磁力の異なる NdFeB 系永久磁石について、小角散乱実験により平均的な組織微細構造を、スペckル実験により微細磁気構造を明らかにし、保磁力との相関を明らかにすることを目的として実験を行う。

本研究により NdFeB 系永久磁石の保磁力とその組織の微細構造との間の相関が解明されれば、高温動作高保持力のハード磁性材料の開発にあたって重要な指針を与えることになり、今後の産業界に与えるインパクトは大きい。また、将来的には希少金属の代替、炭

素負荷の少ない社会の実現など社会的にも重要な研究であると考えている。

実験および結果： 実験はBL39XUで行った。小角散乱、スペックル実験に先立ち、バルク磁石および薄膜化した磁石のX線磁気円二色性測定を行った。バルク磁石のXMCD測定はフォトダイオード検出器を用いた蛍光法で行った。

XMCD測定の結果、Fe, Nd, Dy についてそれぞれの明瞭なXMCDを観測することが出来た。図1にDyを含有する磁石における Nd および Dy の L3吸収端でのX線吸収スペクトルおよびXMCD スペクトルを示す。

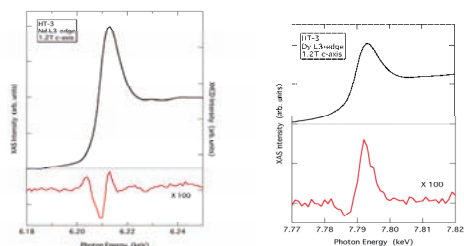


Fig. 1 XAS and XMCD spectra of Nd and Dy at L3-edge.

図のスペクトルから明瞭に分かるように、Nd, Dy の XMCD が逆の符号に出ていることから Fe-Dy は反強磁性的結合していることが分かった。つぎに Dy 組成の異なる磁石において、Dy の電子状態および化学状態について調べた。図2はDy 組成の異なる2種類の磁石のDyのXMCDスペクトルである。両者のX線吸収スペクトルおよびXMCDスペクトルに変化がないことから、Dy の電子状態および化学状態はDy 組成によらないことが分かった。

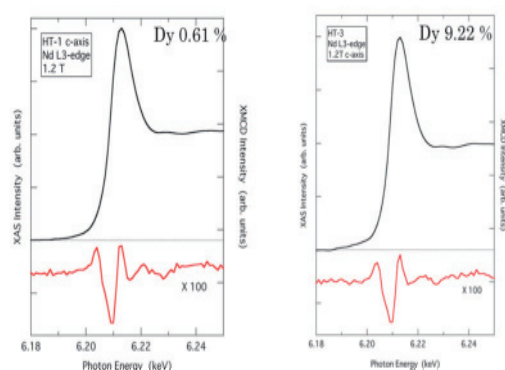


Fig. 2. Dy L3-edge XAS and XMCD spectra of NdFeB magnet with different Dy composition.

一方の薄膜磁石では、バルク磁石を研磨し薄片化することにより 30ミクロンの厚さの薄膜を作製した。薄膜のXMCD測定は透過法で行った。薄膜においても明瞭なXMCDを観測することが出来た。さらに、薄膜試料を用いて小角散乱の予備実験を行ったが、十分な散乱は得られなかった。この原因として、薄膜の膜厚が厚すぎたことが考えられる。

今後の課題： 今回は小角散乱およびスペックル実験で結果を出すことは出来なかったが、予備実験を行うことにより今後の実験に関する重要な知見を得ることが出来た。

今後はX線顕微鏡による実空間での磁気的相関の観察および、偏極中性子散乱を用いた磁気相関の測定を行い、NdFeB 磁石における保磁力発現メカニズムを解明したいと考えている。