

「最新Tb拡散磁石の磁気特性評価と
市販Nd磁石のMFM磁区観察」

(株) K R I 山本日登志、松本信子

京都 琵琶湖疏水
夷川水力発電所

KRI フェロ&ピコシステム研究部 磁石関連受託業務御紹介

- ・ 受託業務開始 ; 2011.1 ~ 2017.6
- ・ 受託累計客先 ; 180社以上

- * Nd磁石の常温、高温測定 ; パルスBH、直流BH、VSM、困難軸測定、着磁特性 (微粒子型)
- * フェライト磁石 ; 同上及び低温磁気特性評価、HA評価
- * ボンド磁石、エラストマー新磁石 ; パルスまたはVSM常温、高温特性
- * Nd、SmCo磁石角度依存性による配向度向上と評価、磁化過程評価
- * 可変磁束モータ特性 ; Nd新磁石、SmCoリコイル常温及び高温特性
- * SQUID測定 ; 超常磁性体、磁気浮上用パイログラファイト材料物性測定

磁石評価 (1)

- * Nd磁石 ; 電気抵抗、渦電流評価、結晶粒径測定、EBSD, Niメッキ不良調査、
- * SmCo磁石 ; 溶体化TbCu7相急冷処理異常品不良調査
- * 軟質材料測定 ; IEC標準直流、交流測定、珪素鋼板、PB,PC,圧粉鉄心 etc
- * 軟質モータ評価 ; モータヨーク形状による鉄損、透磁率測定

磁石評価 (2)

- * アクチュエータ磁気回路のFEM磁場解析
- * スピーカ磁気回路のFEM磁場解析と低温減磁評価
- * ハルバツハ高勾配磁選機の設計とFEM磁場解析
- * 磁場成型金型の粉末充填有無によるFEM磁場解析
- * 磁気冷凍用ハルバツハ磁気回路FEM磁場解析

FEM解析



磁石関連受託業務の一例 (2)

- * TiN処理Nd標準磁石と測定データのご提供； 磁石メーカー、測定メーカー含む累計約10社、約30試料、国内磁石標準測定方法として浸透？

IEC標準化

- * 大型EV, HV用、FA用ロータ解体、使用磁石分析
- * HV用ロータの熱脱磁測定、大型ロータ表面磁場分布

ロータ評価

- * 傾斜ギャップ磁気回路作製
- * 磁性流体駆動用ハルバッハ磁気回路作製

磁気回路作製提供

- * エラストマー新磁石開発 (同志社大、名古屋工大共同研究、特許出願3件)

エラストマー
新磁石

- * 磁石内部磁場測定と熱減磁評価 (静岡理工科大共同研究)
- * 磁石MFM分析

磁石微細分析

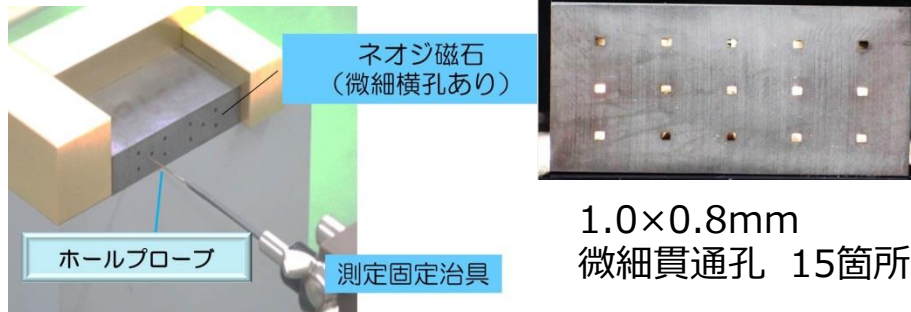
- * 軟質ワイヤー材 (10-100 μ) 磁化特性VSM測定
- * 外国紙幣の微小磁場分布検出
- * **ムール貝の稚貝の磁場死滅効果検証** ←
- * 磁場活性化汚泥処理の検討
- * ハイパーサーミアの特性評価

その他依頼



微細加工、観察からみえてくる新展開

①微小穴加工、ホールプローブによる内部磁場測定

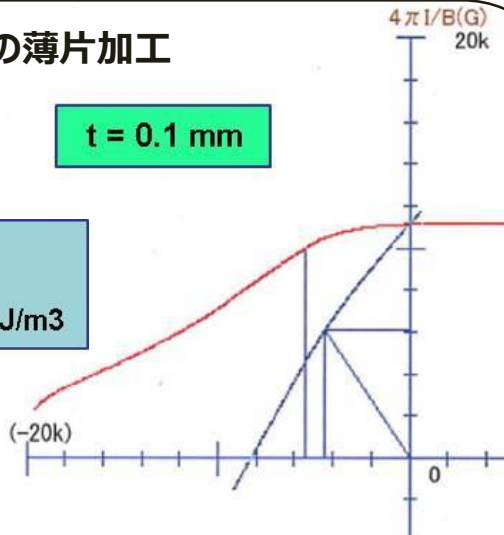


平成29年電気学会全国大会(富山) 2017.3 静岡理科大学共同研究
PMモータ用ネオジウム磁石の3次元熱減磁検討; 磁石内部磁場測定(1)

②焼結磁石の薄片加工

$t = 0.1 \text{ mm}$

$B_r = 1.11 \text{ T}$
 $H_{cb} = 657 \text{ kA/m}$
 $(BH)_{\text{max}} = 213 \text{ kJ/m}^3$



100 μ m×2×2mm MEMS微小磁石

③1.3mm角の拡散磁石の評価

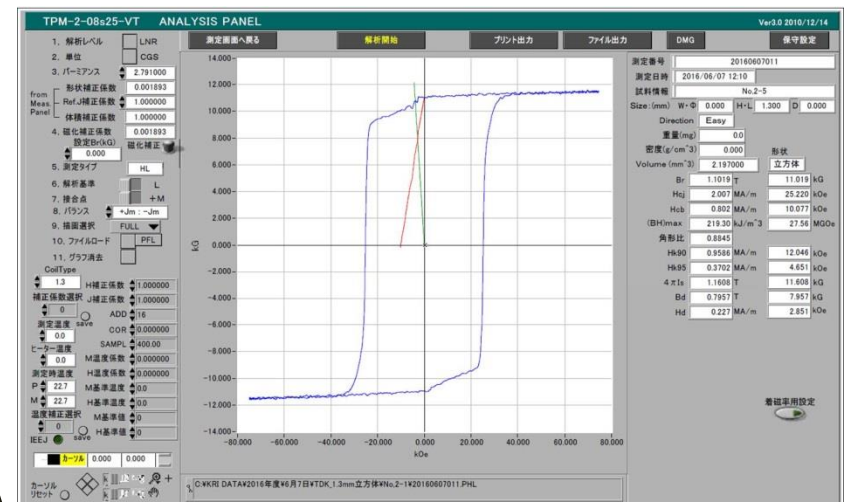
1. 加工方法の検討

- 1) 加工条件検討; 低加工歪
- 2) 位置決め治具作製採用

2. 1.3mm加工磁石現物のTb,Dy分析及び加工位置の確認検証

3. 磁気特性評価方法の検討

- 1) 全数寸法測定の実施と
1.3mm標準値へのBr補正
- 2) 測定位置決め治具の改善



1.3mm角Nd焼結測定例, H_{max}=8T

モータ磁場解析シミュレーション値と実測値に なぜ差異が出るのか？

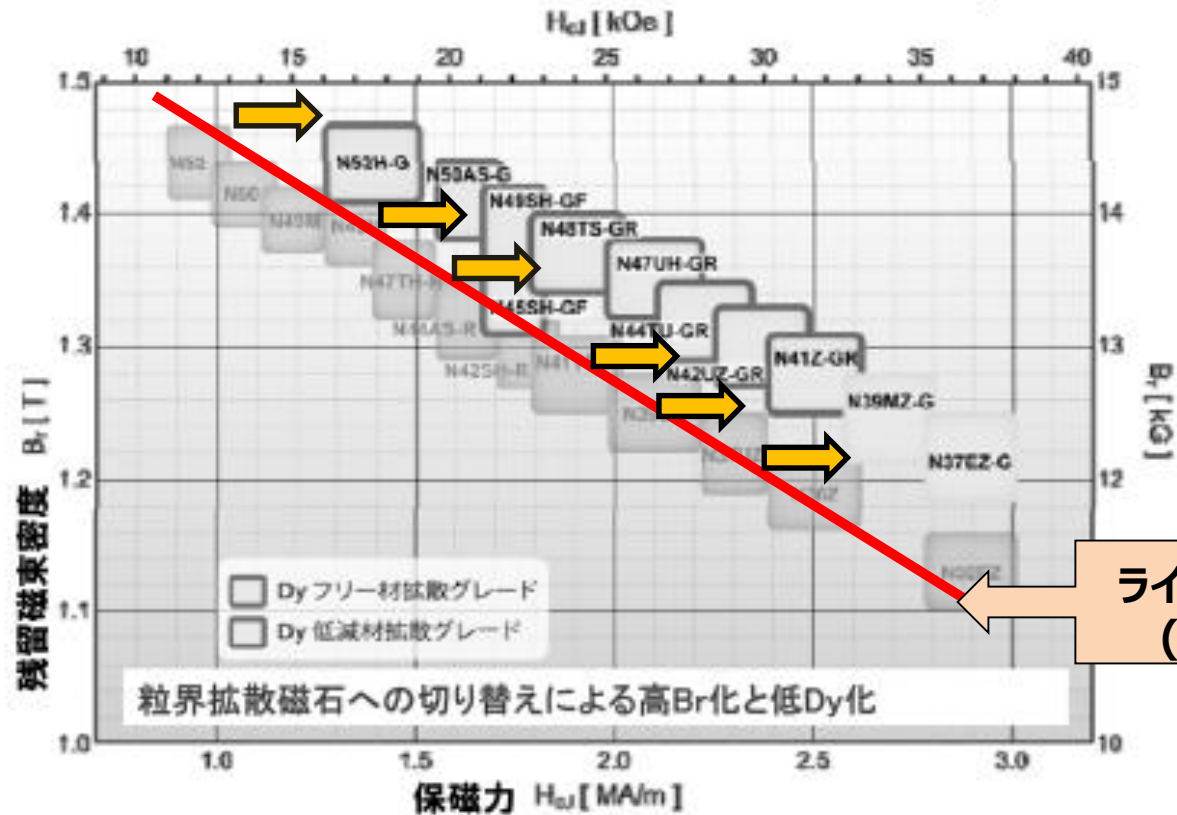
磁石に関する5つの前提（誤解？）

従来モータ設計では理想的磁石、理想的な条件が
前提となるシミュレーションソフトが使われてきた。

- 前提① 現物の磁石特性はカタログ値と同じ
- 前提② 磁石特性は均一
磁気特性、温度特性、着磁特性、機械特性、電気抵抗、耐食性
- 前提③ 量産バラツキは無
- 前提④ 磁石材料の測定方法、評価方法は確立している
- 前提⑤ 磁石表面と内部は同一磁気特性である
最近はDy拡散、Tb拡散あるいは表面加工劣化。

「拡散磁石」 第2世代Nd磁石の時代に突入へ

粒界拡散磁石のラインアップ

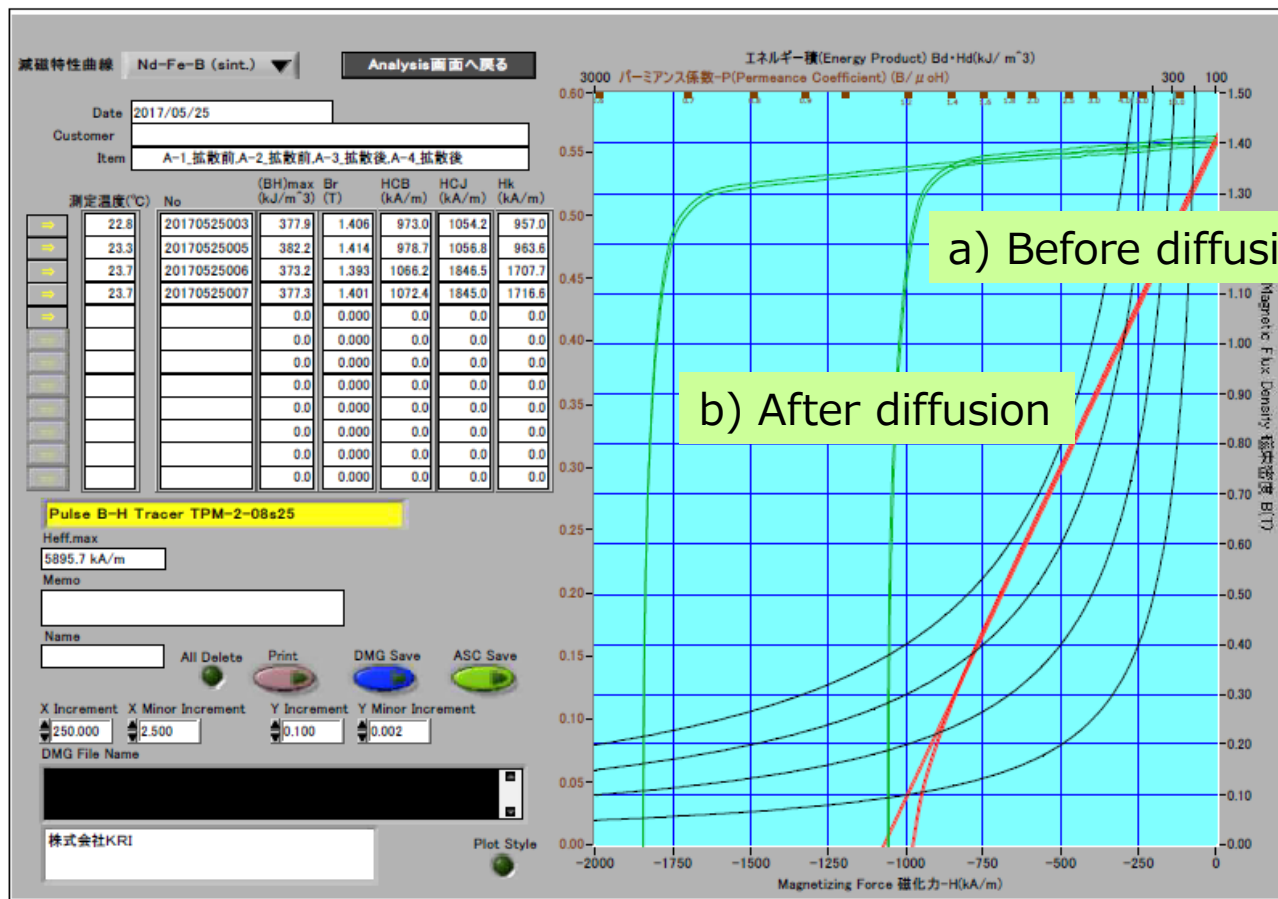


ラインA : 外国製Nd
(High Grade)

粒界拡散磁石の磁気特性

T b 拡散磁石の一例

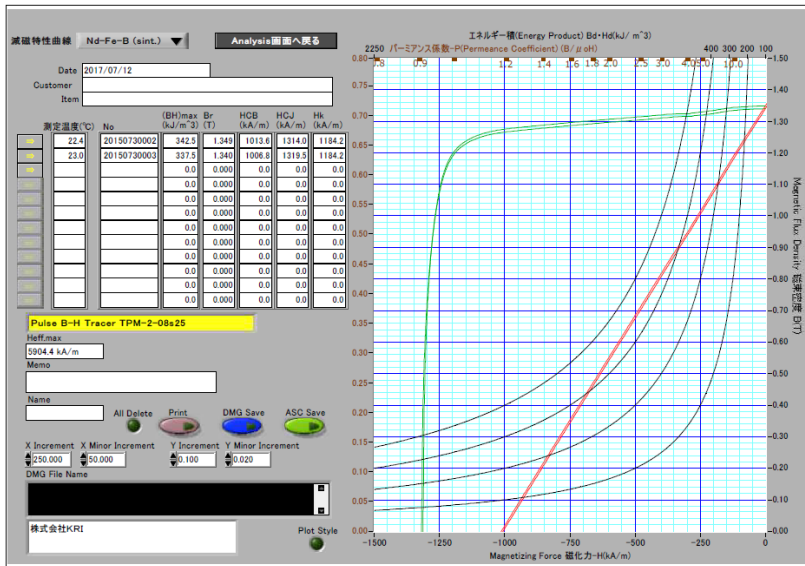
a) 拡散前 (n=2) b) 拡散後 (n=2)



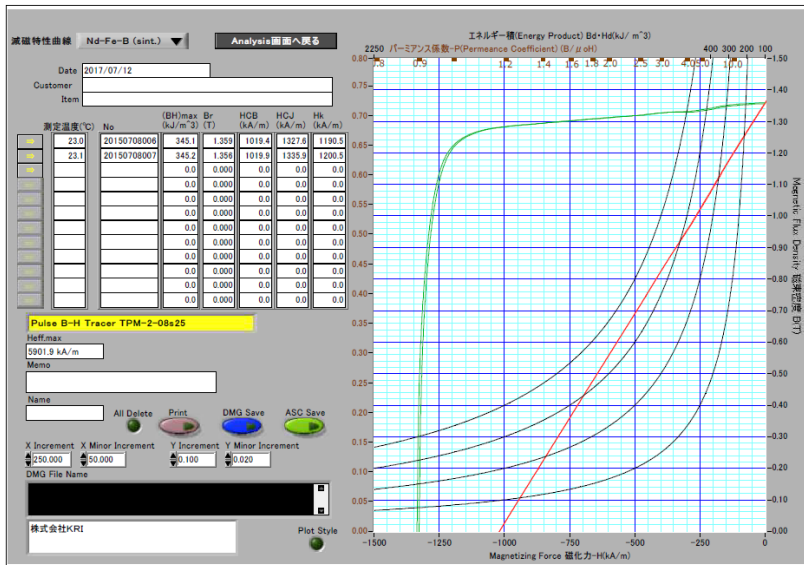
約800kA/m (10 kOe) の大幅なHcJ上昇

	拡散前	=>	拡散後
Br	1.4137T(14.137kG) => 1.3931T(13.931kG)		
HcJ	1.057MA/m(13.280kOe) => 1.847MA/m(23.204kOe)		

粒界拡散磁石の磁気特性

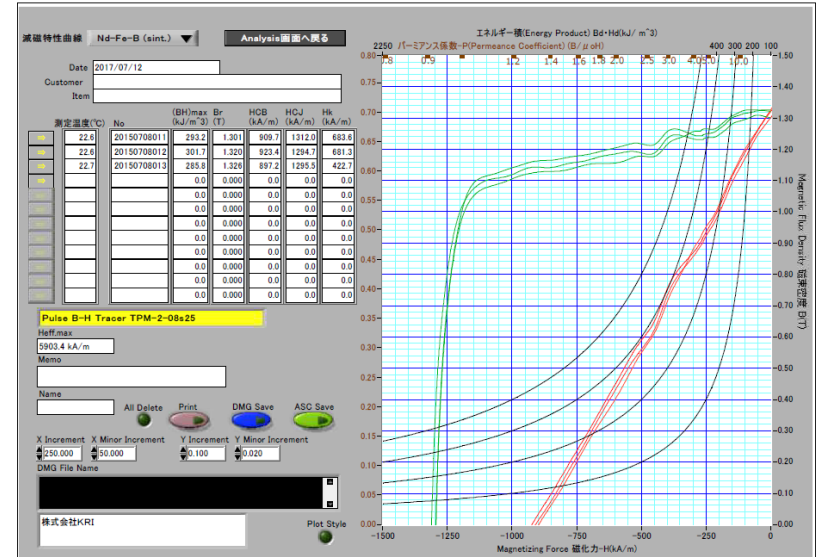


7mm立方体



5mm立方体

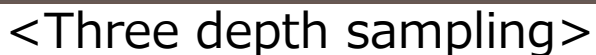
拡散磁石試験片寸法予備検討
試料 ; 7mm, 5mm, 1.3mm
着磁 ; 8 Tesla



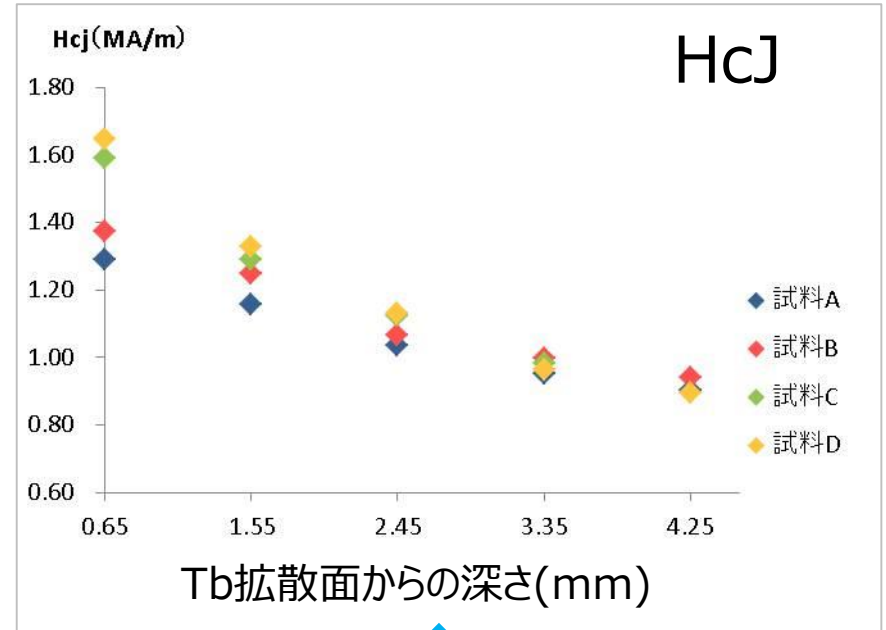
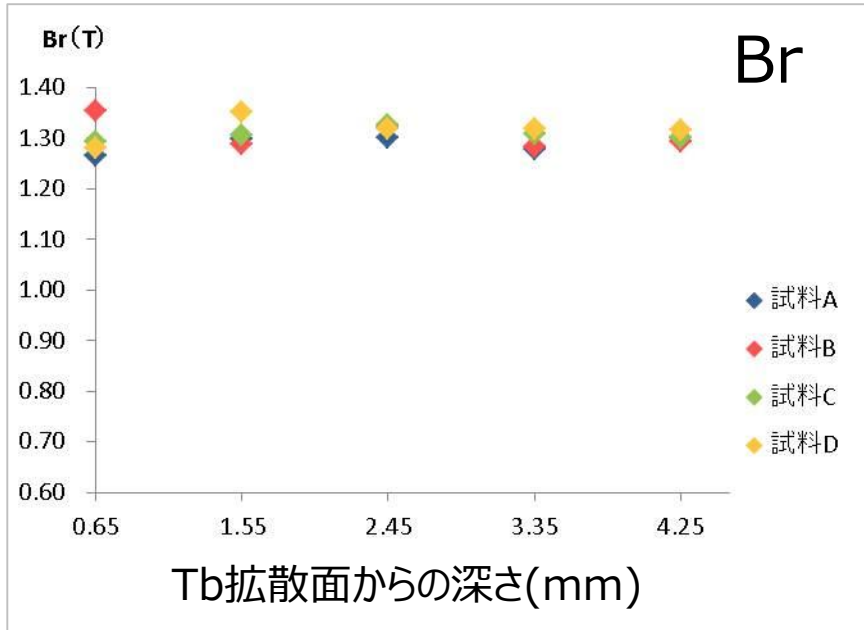
1.3mm立方体

1.3mm拡散磁石測定評価実績；
約120個以上データ蓄積！
(2015.4- 2017.6実績)

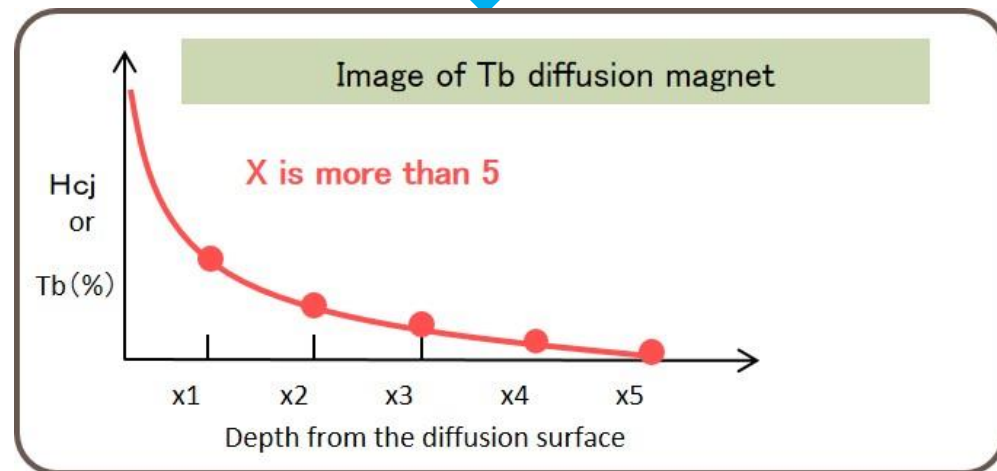
課題； 角形性Hk評価



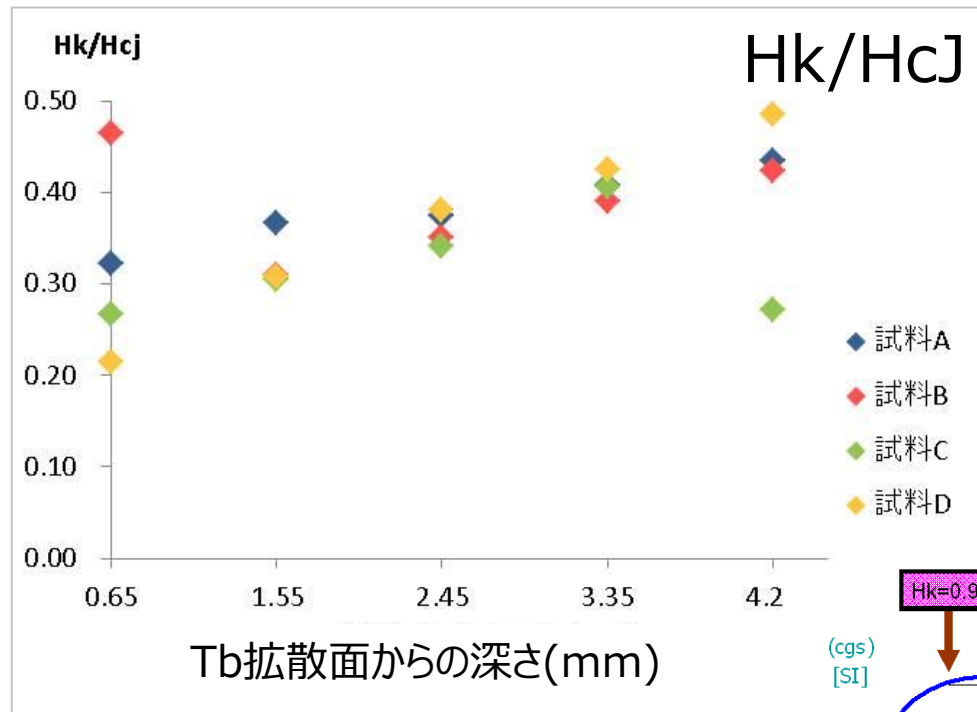
Tb拡散磁石のFive depth法測定結果例



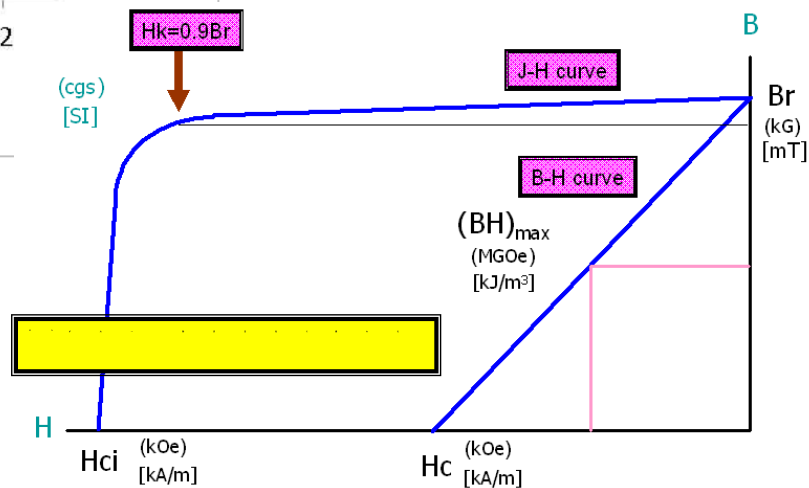
Five depth 法でTb拡散磁石の
深さ方向磁気特性評価が出来る方法を
確立する事が出来た。
モータ、自動車ユーザ向けデータベース
として提供出来るものと考えている



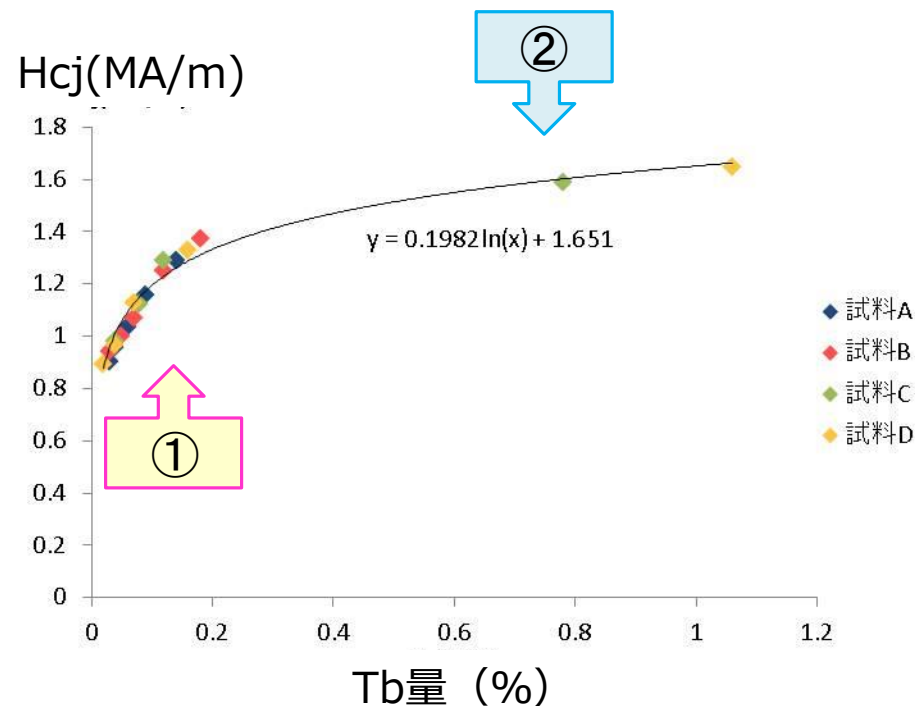
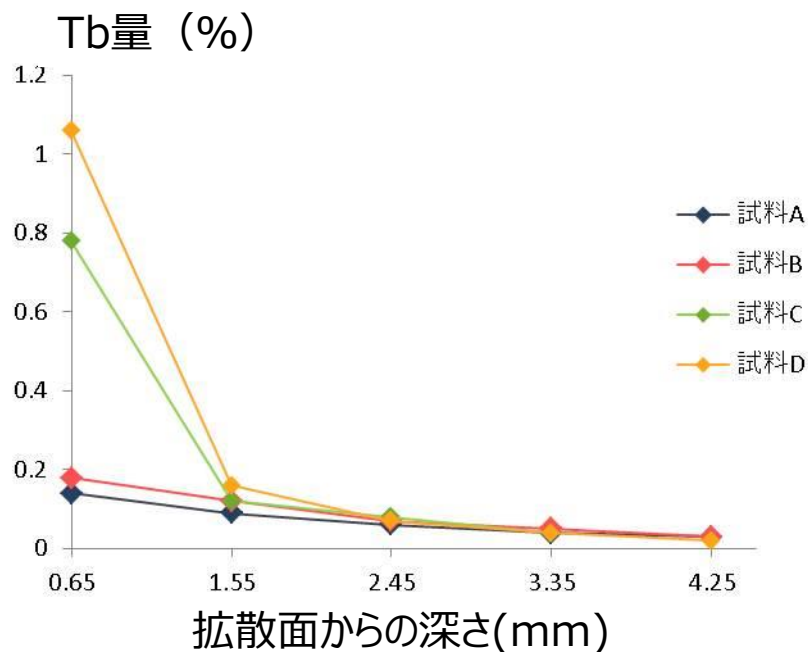
Tb拡散磁石のFive depth法測定結果例



一方で課題は； H_k 評価



Tb拡散磁石のTb分析と考察



1.3mm試験片のTb分析値(wt%)

Tb分析値HcJの関係

① 拡散内部では、Tb量は少ないためHcJとTb量は比例

② 拡散表層部では、Tb量は過剰なため、Tb量の増加に対しHcJの上昇は緩やか（飽和？）

市販Nd磁石の磁区観察

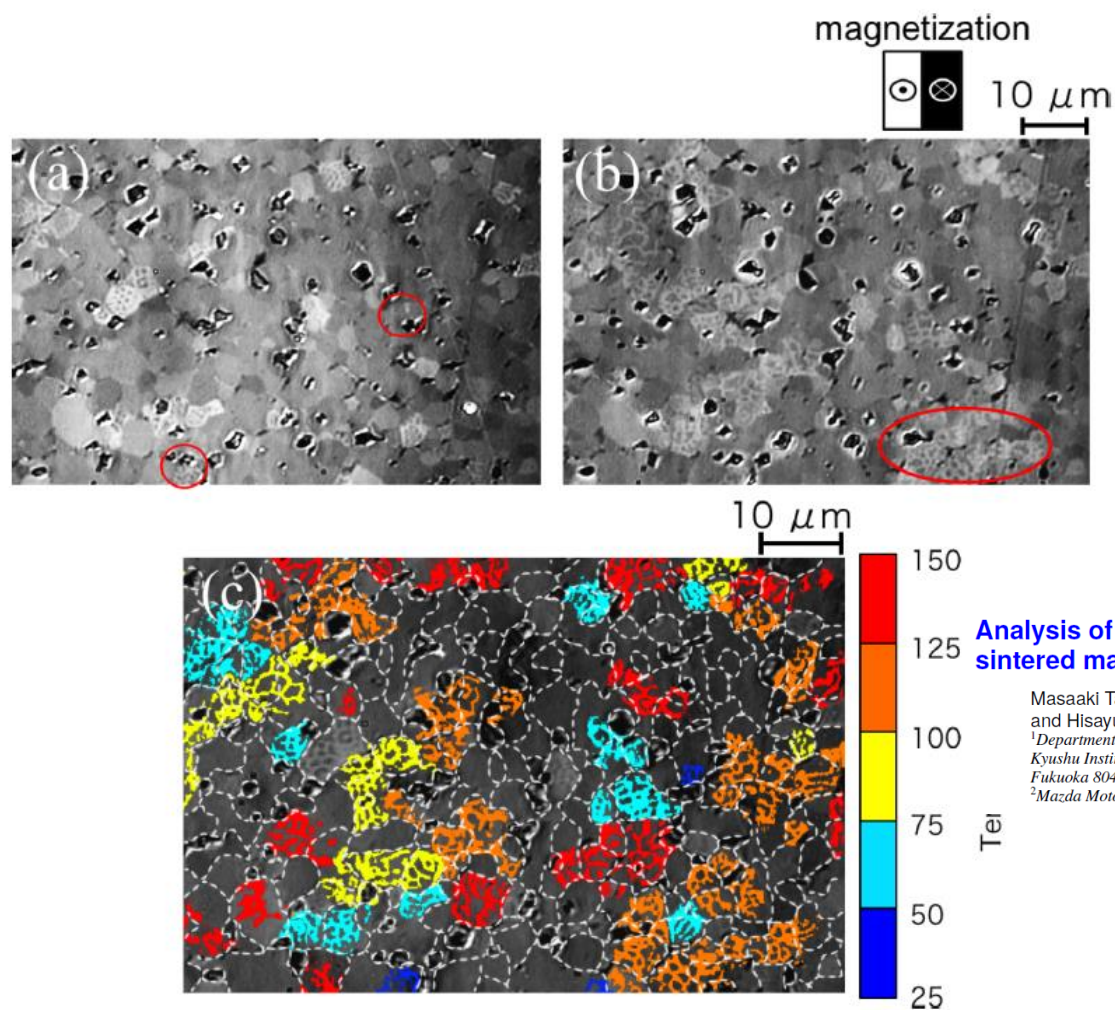


$\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ 磁石 消磁状態 (c 面)

イントロ； Nd磁石磁区観察論文紹介例 （九工大竹澤）

056021-4 Takezawa *et al.*

AIP Advances 6, 056021 (2016)



AIP ADVANCES 6, 056021 (2016)

Analysis of thermal demagnetization behavior of Nd-Fe-B sintered magnets using magnetic domain observation

Masaaki Takezawa,^{1,a} Soichiro Ikeda,¹ Yuji Morimoto,¹
and Hisayuki Kabashima²

¹Department of Applied Science for Integrated System Engineering, Faculty of Engineering,
Kyushu Institute of Technology, 1-1 Sensui-cho, Tobata-ku, Kitakyushu,
Fukuoka 804-8550, Japan

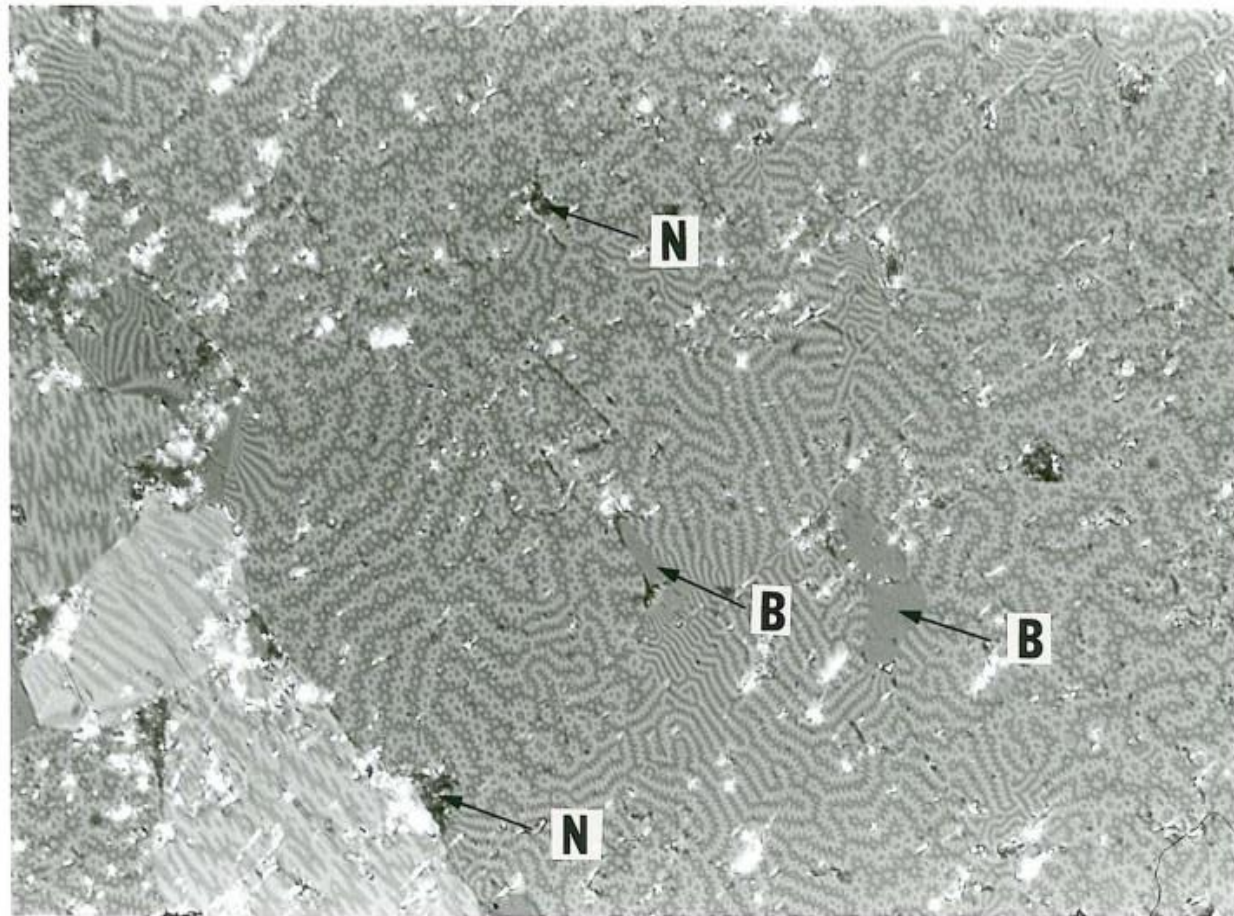
²Mazda Motor Corporation, 3-1, Shinchi, Fuchu-cho, Aki-gun Hiroshima 730-8670, Japan

FIG. 3. Domain images of the Nd-Fe-B sintered magnet with a coercivity of $\mu_0 H_c = 1.69$ T at (a) 55 °C and (b) 120 °C, and (c) processed images indicating the magnetization-reversal area at each temperature.

NdFeB合金及びNd磁石の磁区構造

Nd₁₅Fe₇₇B₈合金

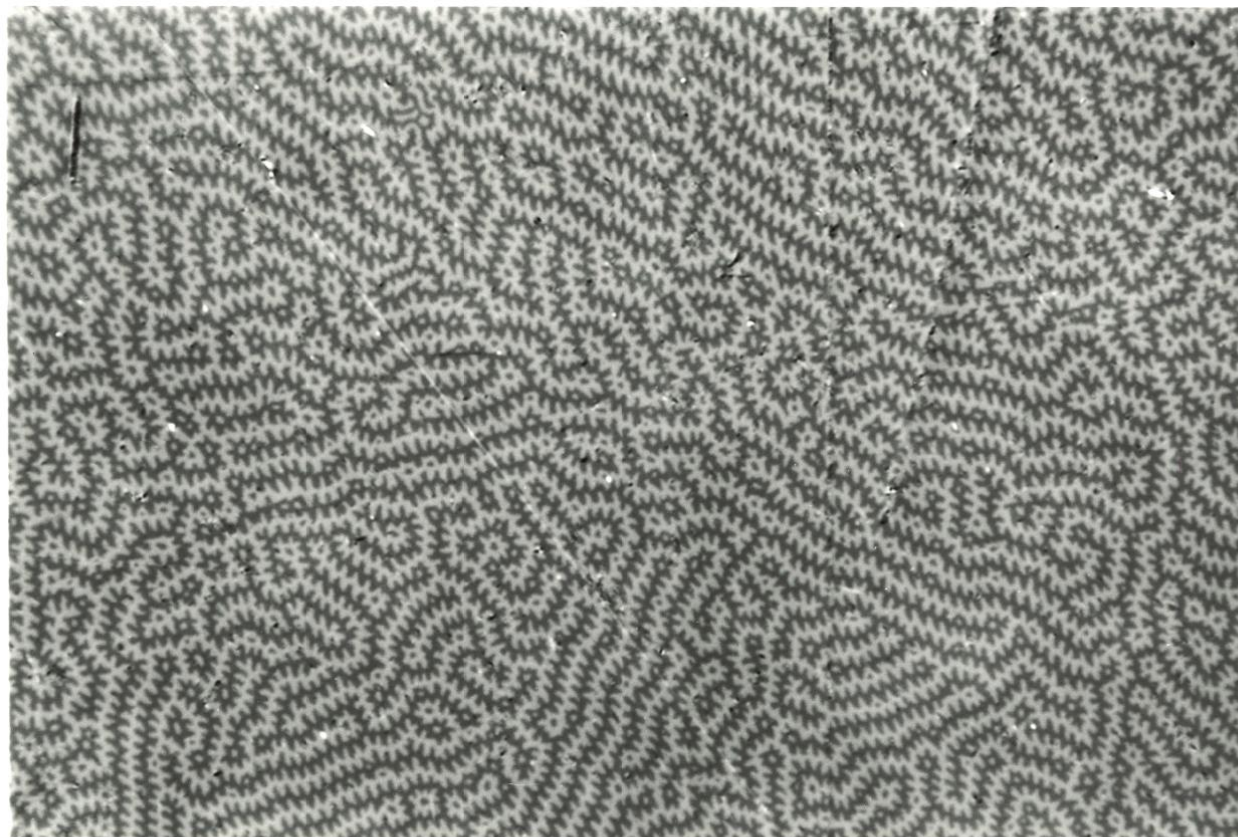
N ; Nd-Rich相、
B ; B-Tich相、
T ; Nd₂Fe₁₄B相



ingot

10⁴ nm

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 単結晶の c 面磁区



Single Crystal ; T = 82 μm

10 μm

試料厚み ; 82 μm

市販焼結Nd磁石のMFM観察例

試料； 市販NF磁石高保磁力材 $H_cJ=1900\text{MA/m}$ (24kOe)

試料寸法； 10 X 10 X 6mm

観察面； c面

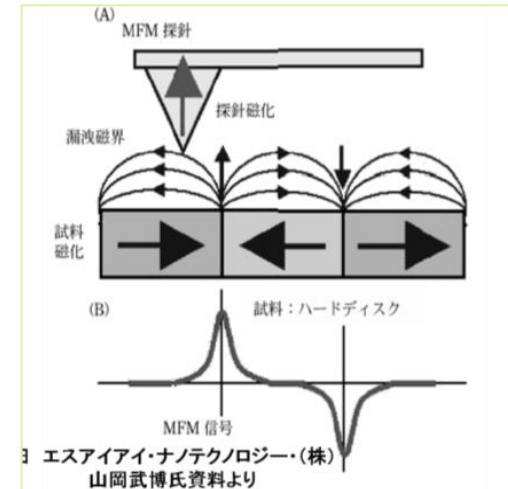
倍率； 20 μm 視野、50 μm 視野

測定手順；

8Teslaフル着磁 → MFM → 熱減磁(140°Cx1hr) → MFM

または 熱減磁 (170°Cx1hr) → MFM

1. フル着磁
2. 140°C熱脱磁後
3. 170°C熱減磁後



1. 測定装置

MFP-3D Infinity 原子間顕微鏡システム

オックスフォード・インストルメンツ株式会社

特徴；

1. 高感度
2. 磁場可変； $H_{\text{max}} = \pm 0.8 \text{ Tesla}$
3. 温度可変； 室温 から 250°C
4. 雰囲気； 大気中
5. 試料状態に合わせて細かいパラメータ設定が必要



AFM (MFM) の世界

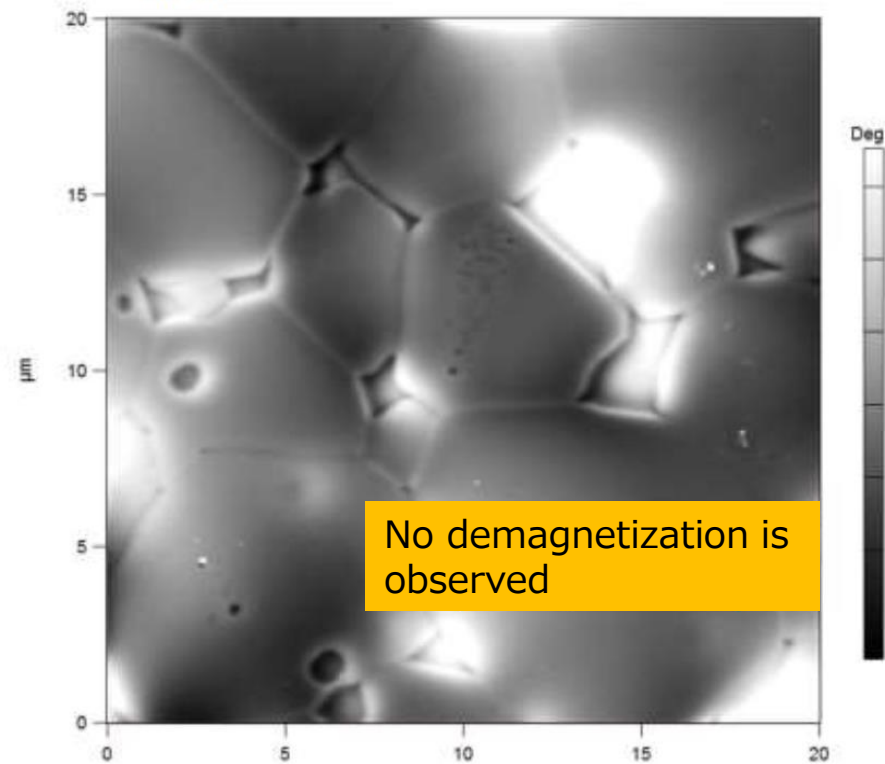
「AFM経験1-2年は初心者マーク、5年でまあまあ、10年で一人前」

* TEMの世界と類似？

MFM-9 (予稿集a)

TP-B4-18

<MFM像>



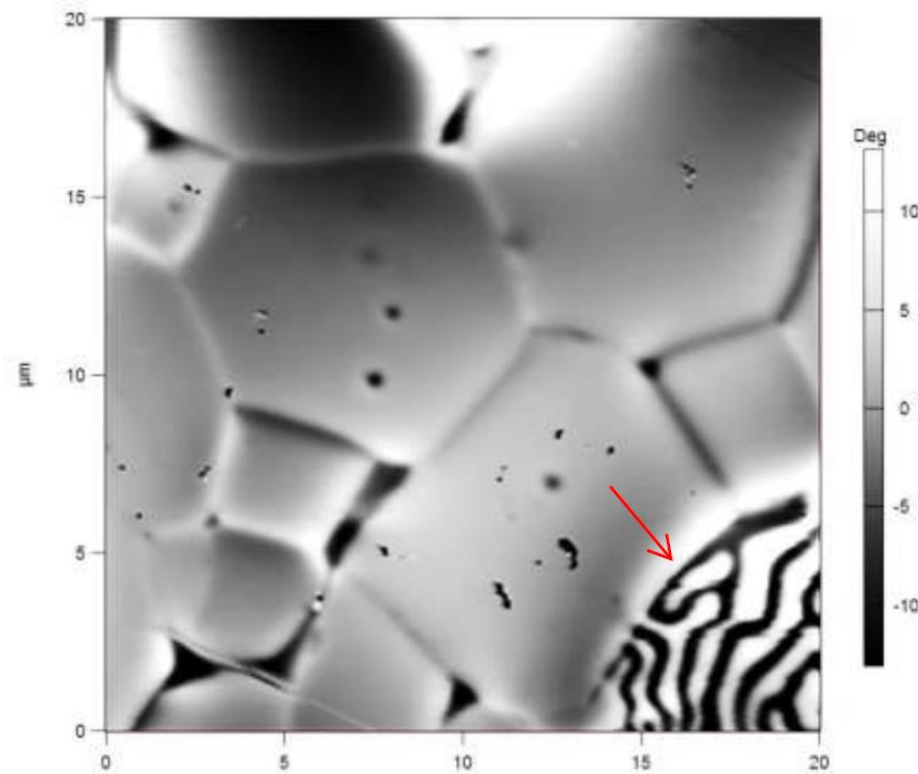
Magnetized at 8T

フル着磁
20μm□

MFM-8 (予稿集b)

TP-A1-3

<MFM像>



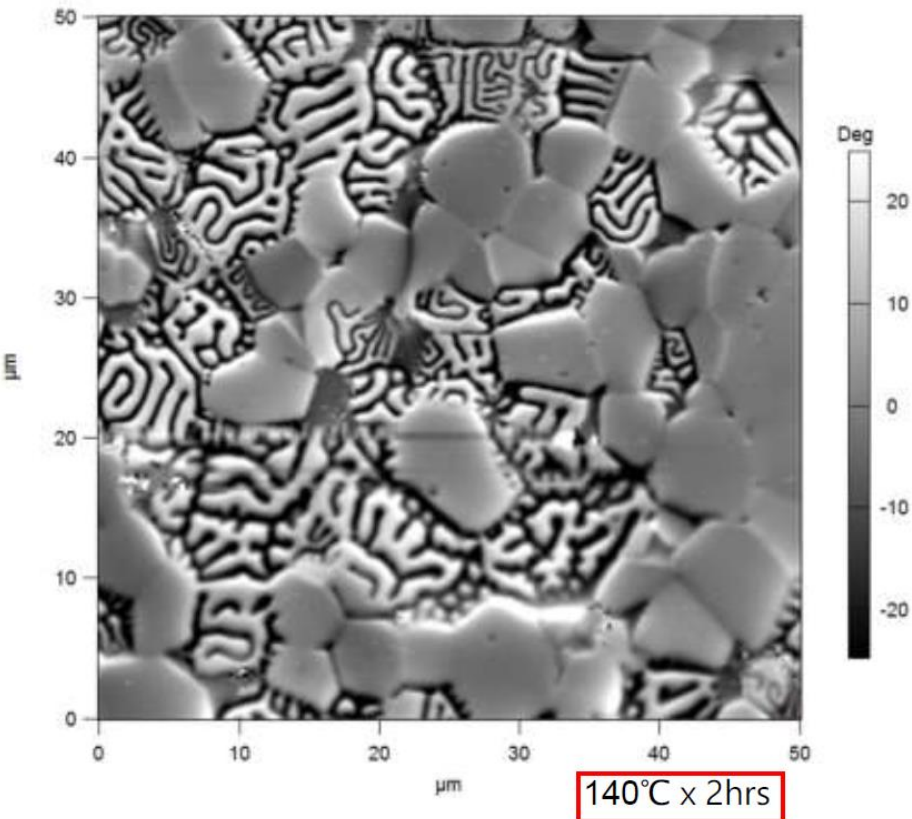
Demagnetized grain
after 8 T magnetized

フル着磁
20μm□

MFM-7 (予稿集c)

<MFM像>

TP-A1-6

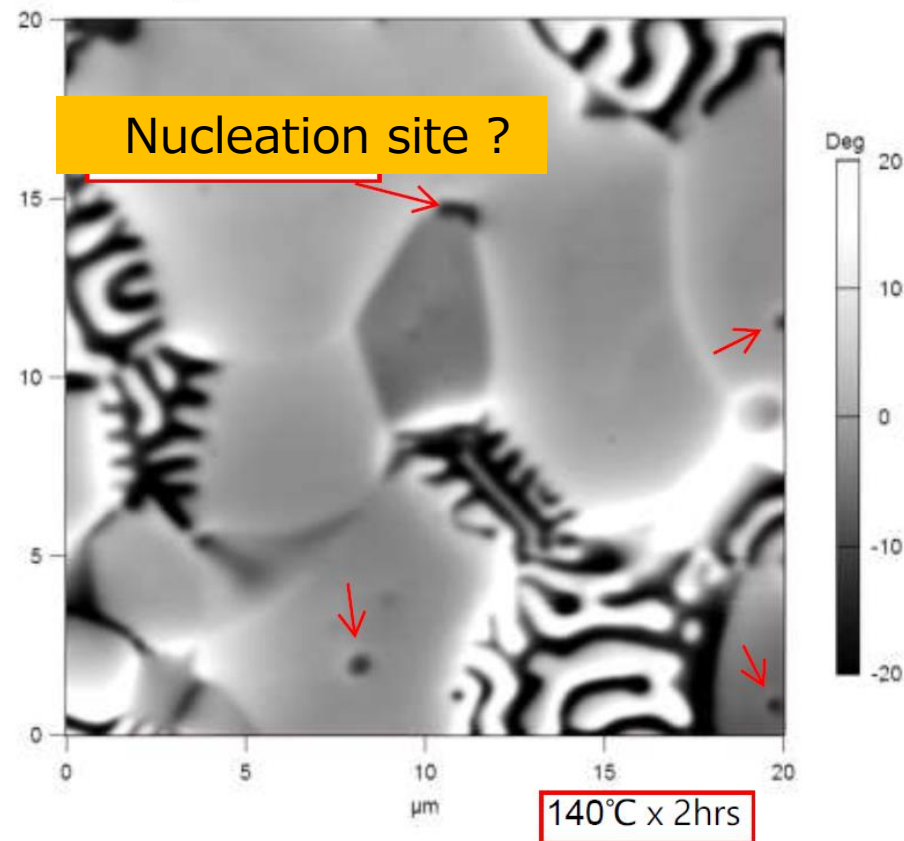


140°C熱脱磁
50μm□

MFM-6 (予稿集d)

<MFM像>

TP-B4-25

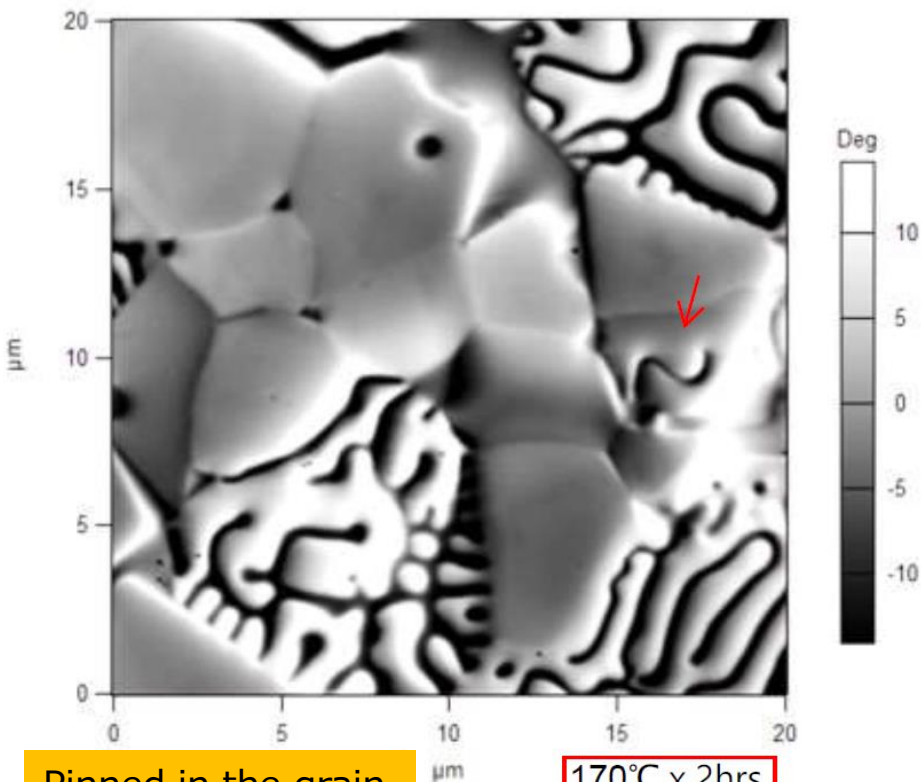


140°C熱脱磁
20μm□

MFM-1 (予稿集e)

TP-B4-29

<MFM像>



Pinned in the grain
(red arrow)

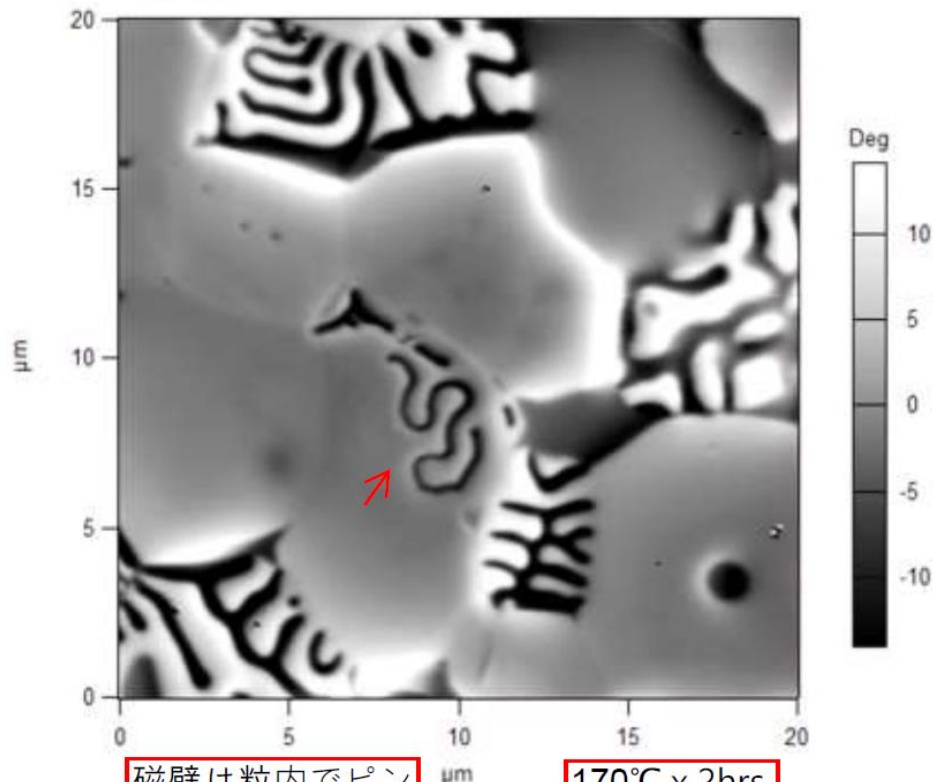
170°C x 2hrs

170°C熱脱磁
20μm□

MFM-3 (予稿集f)

TP-B4-28

<MFM像>



磁壁は粒内でピン
止め可能？

170°C x 2hrs

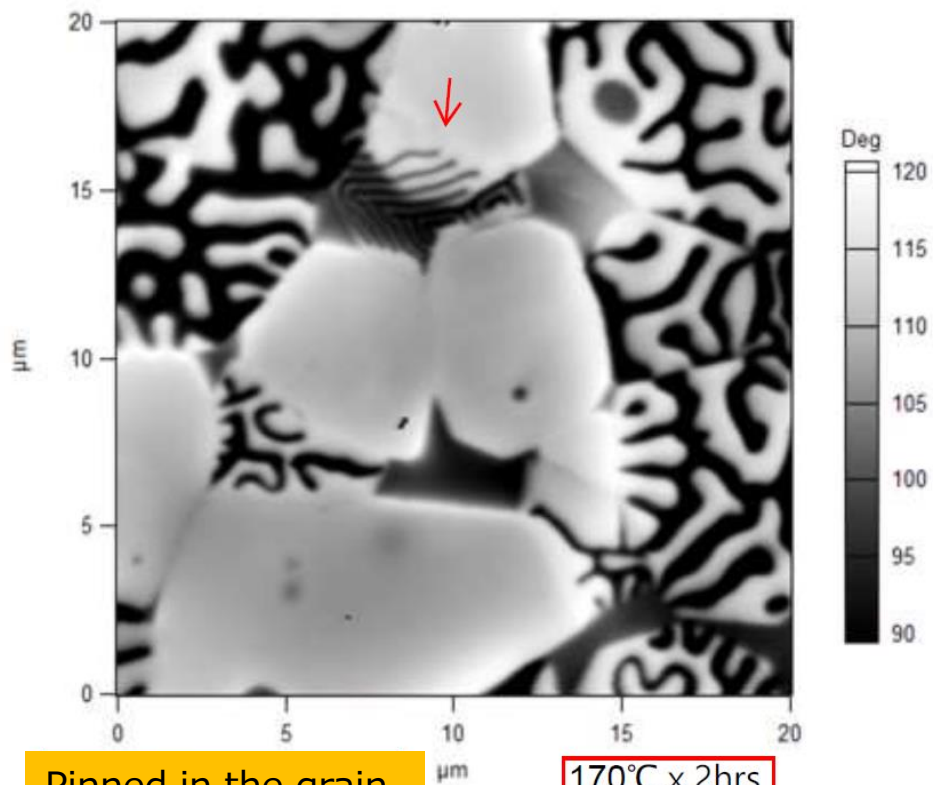
Pinned in the grain
(red arrow)

170°C熱脱磁
20μm□

MFM-2 (予稿集g)

TP-B4-30

<MFM像>



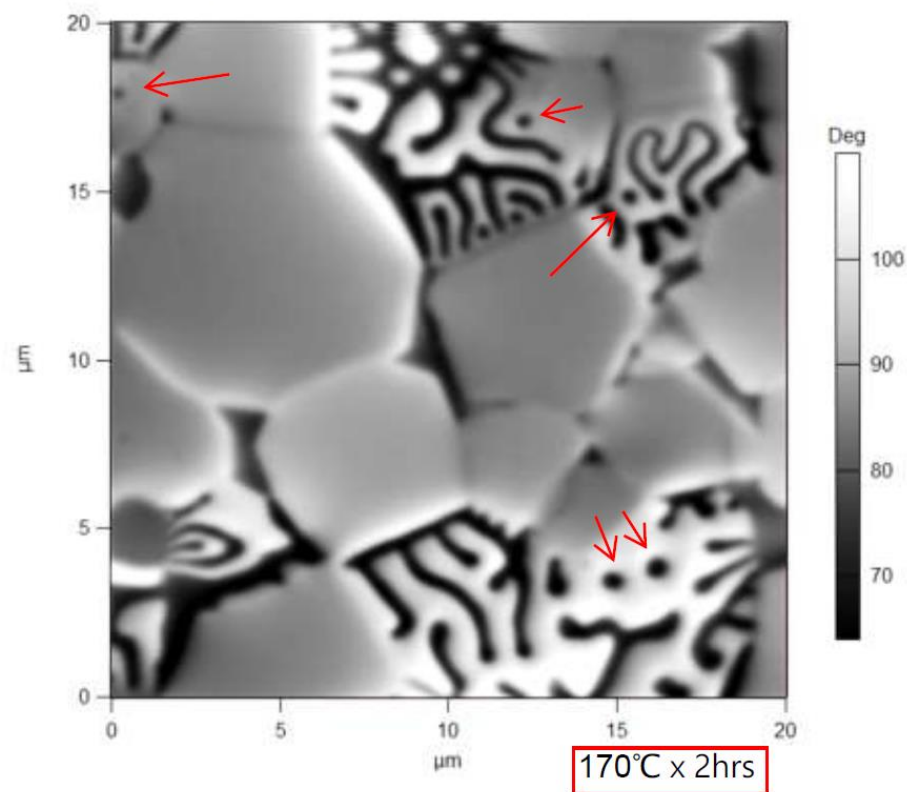
Pinned in the grain
(red arrow)

170°C熱脱磁
20μm□

MFM-5 (予稿集i)

TP-A1-9

<MFM像>



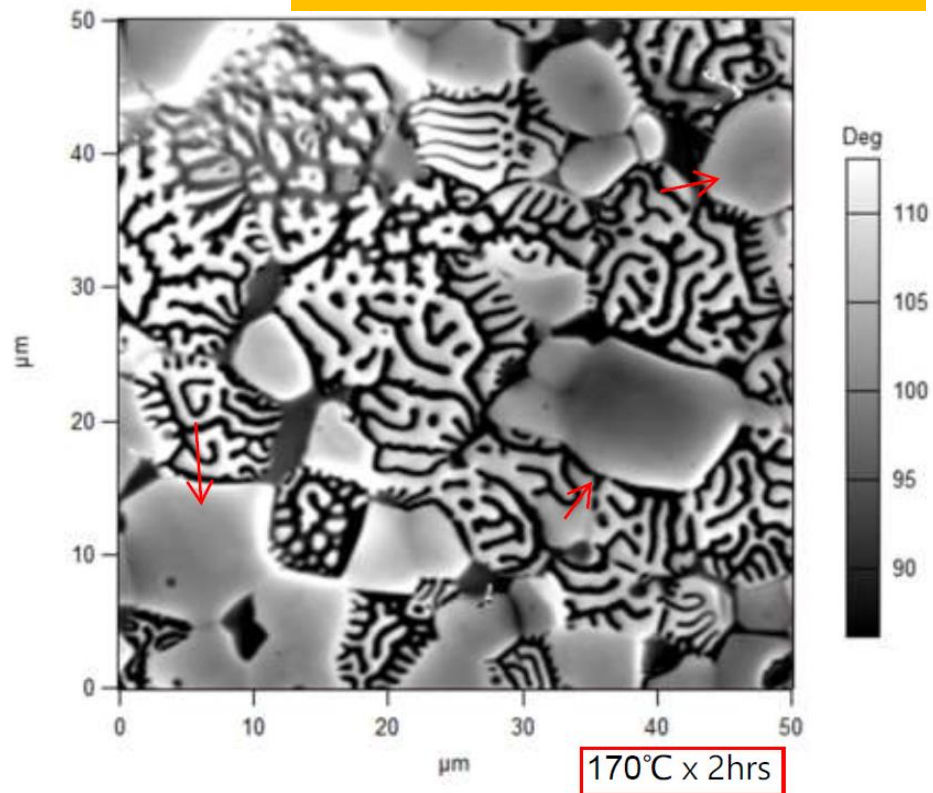
170°C熱脱磁
20μm□

MFM-5 (予稿集h)

TP-B4-27

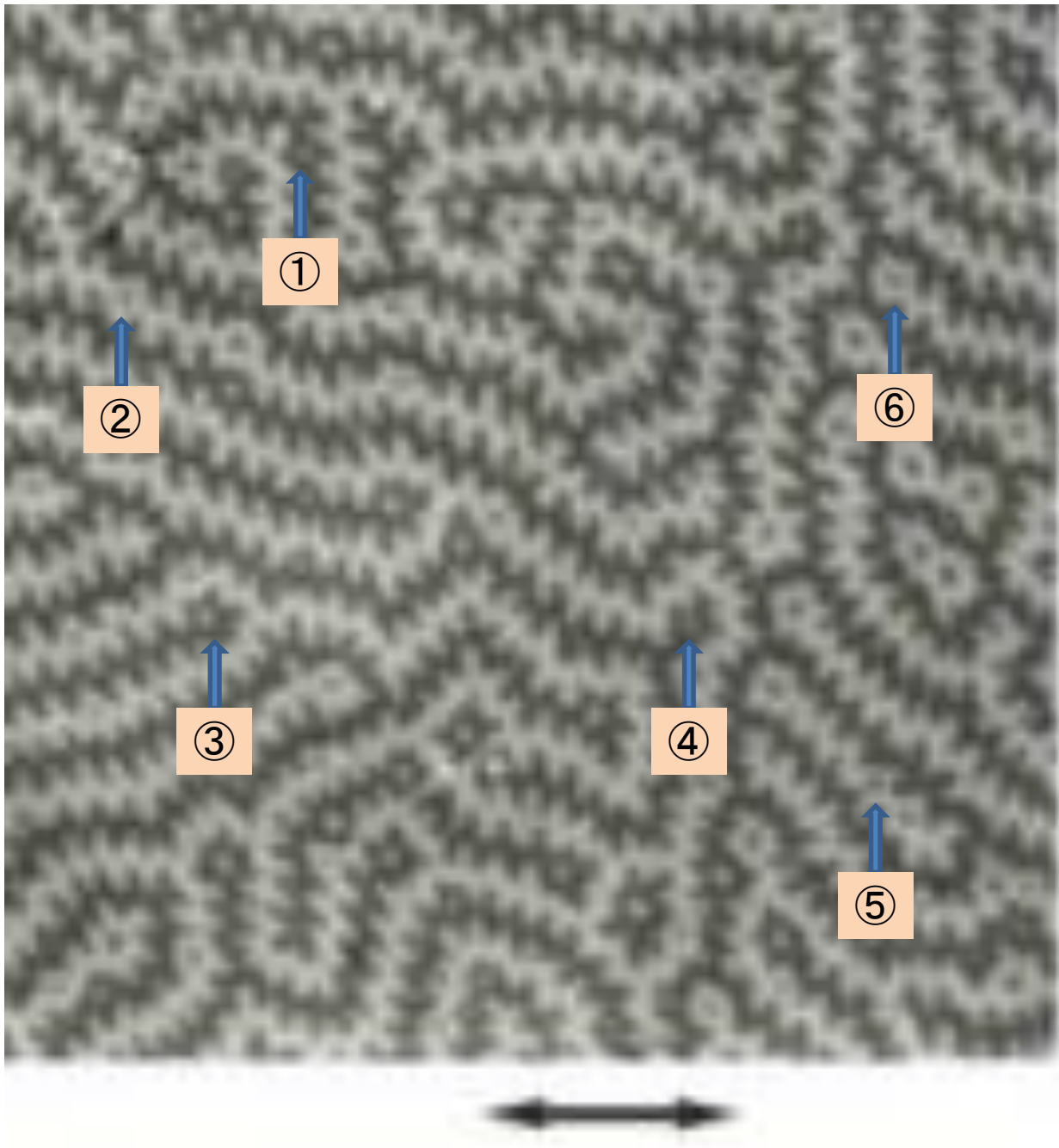
<MFM像>

Large grains still magnetized



170°C熱脱磁
50 μm □

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 単結晶



バブル径

- ① 0.68 μm
- ② 0.56 μm
- ③ 0.67 μm
- ④ 0.51 μm
- ⑤ 0.43 μm
- ⑥ 0.54 μm

MFM観察結果まとめ

- 1) フル着磁後でも減磁している結晶粒が見られる
- 2) ニュークリエーションサイト(nucleation site)と思われる反転磁区が観察された
- 3) 結晶粒内でピン止めされている磁区が観察された
- 4) 減磁にくい粗大粒が見られた
- 5) バブル磁区と思われる斑点状の磁区が見られた。
- 6) バブル磁区サイズはNd₂Fe₁₄B単結晶薄板で見られたバブル磁区サイズと概ね一致した

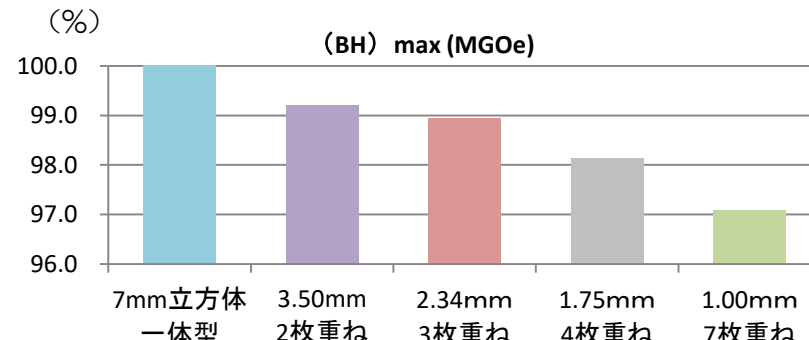
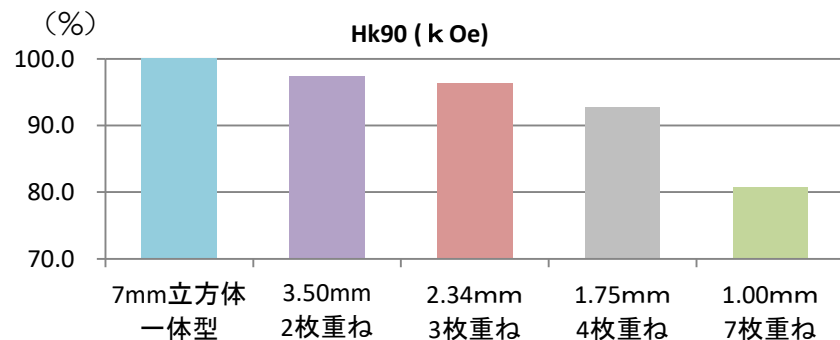
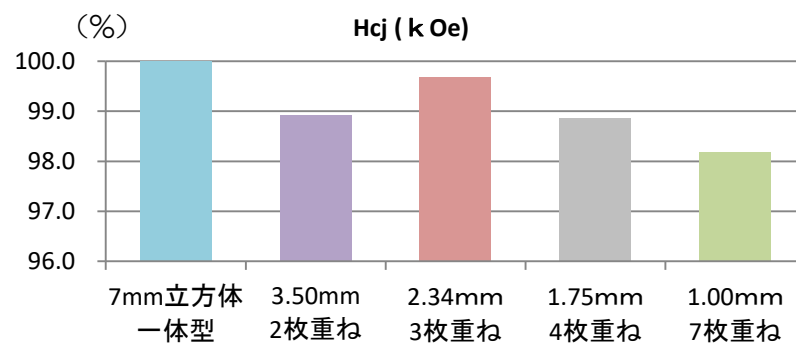
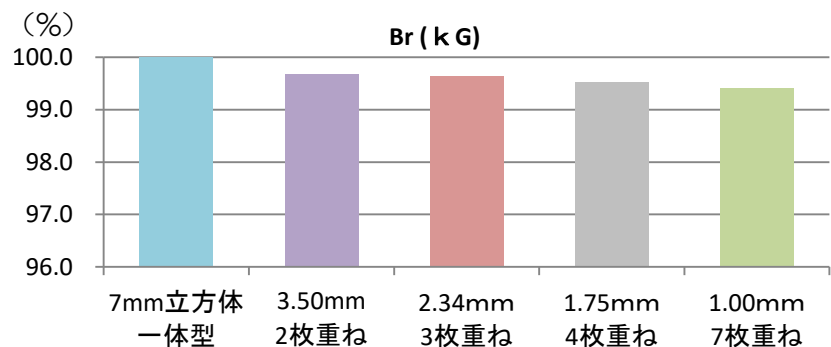
12. 参考

Nd磁石の重ねあわせ条件によるデータ値の違い 20150601KRI

		Br (T)	Hcj (MA/m)	Hcb (MA/m)	(BH) max (kJ/m3)	Hk90 (MA/m)	Hk95 (MA/m)
No.1	7mm立方体 一体型	12.67	20.72	12.02	37.60	18.32	11.62
No.2		12.66	20.71	12.02	37.60	18.39	11.87
No.3	3.50mm 2枚重ね	12.64	20.52	11.94	37.30	17.84	10.40
No.4		12.61	20.46	11.94	37.30	17.87	11.19
No.5	2.34mm 3枚重ね	12.60	20.60	11.86	37.10	17.64	9.74
No.6		12.64	20.70	11.90	37.30	17.68	9.91
No.7	1.75mm 4枚重ね	12.59	20.48	11.81	36.90	17.20	9.36
No.8		12.62	20.48	11.79	36.90	16.83	8.59
No.9	1.00mm 7枚重ね	12.59	20.34	11.63	36.50	14.83	7.47

7mm立方体一体型の値を100%とした時の割合(%)

	Br	Hcj	Hcb	(BH) max	Hk90	Hk95
7mm立方体 一体型	100	100	100	100	100	100
3.50mm 2枚重ね	99.68	98.91	99.33	99.2	97.28	91.91
2.34mm 3枚重ね	99.64	99.69	98.84	98.94	96.21	83.65
1.75mm 4枚重ね	99.53	98.87	98.17	98.14	92.7	76.42
1.00mm 7枚重ね	99.41	98.19	96.76	97.07	80.8	63.6
最大-最少 の差 (%)	0.59	1.81	3.24	2.93	19.20	36.40



12. 参考

KRI

パルス励磁式磁気特性測定装置 日常管理トレーサビリティ



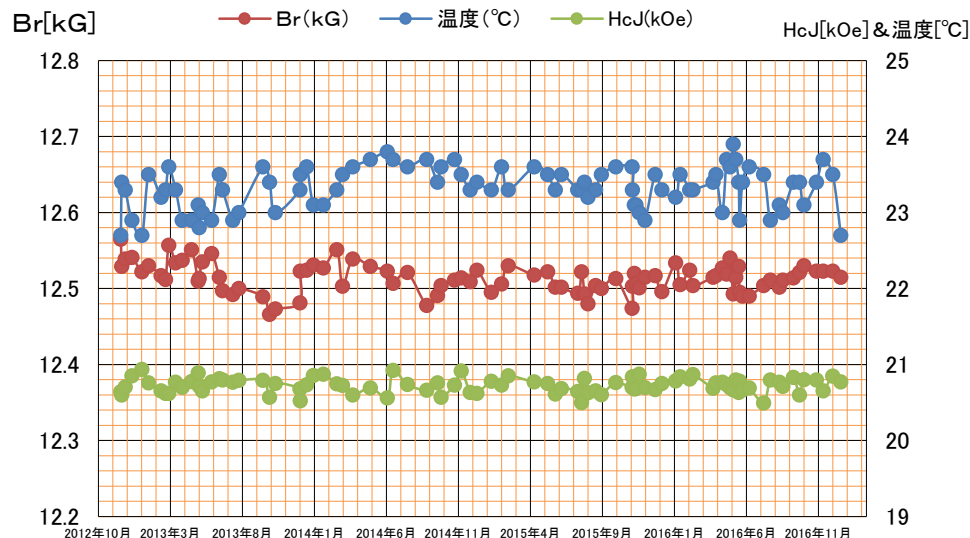
装置名：TPM-2-08s 25VT-C
(東英工業株式会社製)



TiNコーティング
標準焼結Nd磁石
(7×7×7mm)

	温度 (°C)	Br (kG)	Hcj (kOe)
n	90	90	90
平均値 (X)	23.3	23.3	12.5
最大	23.9	23.9	12.6
最少	22.6	22.6	12.5
R	1,300	1.3	0.1
R/X(%)	5.6	0.8	2.1

STD7-3 Br・Hcj 値の推移



2017/01/31現在

	温度 (°C)	Br (kG)	Hcj(kOe)
2012年12月4日	22.7	12.565	20.641
2013年2月26日	23.2	12.517	20.652
2013年4月11日	22.9	12.537	20.7
2013年6月11日	22.9	12.546	20.77
2013年8月7日	23.0	12.500	20.793
2013年10月22日	23.0	12.473	20.750
2013年12月13日	23.5	12.523	20.523
2014年2月27日	23.3	12.551	20.748
2014年4月1日	23.6	12.539	20.597
2014年6月12日	23.8	12.523	20.563
2014年9月2日	23.7	12.478	20.664
2014年11月13日	23.5	12.514	20.913
2015年1月15日	23.3	12.495	20.78
2015年4月14日	23.6	12.518	20.77
2015年6月10日	23.5	12.502	20.684
2015年8月4日	23.2	12.480	20.630
2015年10月1日	23.6	12.513	20.762
2015年12月1日	22.9	12.515	20.697
2016年1月5日	23.3	12.496	20.752
2016年2月3日	23.2	12.534	20.784
2016年3月3日	23.3	12.524	20.810
2016年4月21日	23.4	12.515	20.689
2016年5月10日	23.0	12.527	20.767
2016年5月26日	23.6	12.540	20.696
2016年6月2日	23.9	12.493	20.668
2016年7月5日	23.6	12.490	20.692
2016年8月4日	23.5	12.504	20.492
2016年9月6日	23.1	12.502	20.768
2016年10月5日	23.4	12.514	20.829
2016年11月22日	23.4	12.523	20.796
2016年12月6日	23.7	12.523	20.655
2017年1月12日	22.7	12.515	20.770



フェロ&ピコシステム研究部

 お問い合わせ

お問い合わせボタンをクリックすると、問い合わせ入力ページが開きます。
お気軽にお問い合わせください。