SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. P108

電子線マイクロアナライザ

粒界拡散法によるネオジム焼結磁石の分析

■はじめに

ネオジム磁石は、最強の磁性特性を有する希土類磁石で、1982年に発明され、携帯電話のスピーカーやノートパソコンのハードディスクドライブだけでなく、ハイブリッド自動車や電気自動車、冷蔵庫やエアコンなど白物家電の電化製品のモーターに幅広く利用されています。近年、ネオジム磁石は、省エネルギー化を目的とした電子機器の小型・軽量化の要求に伴い、急速に発展し需要が増大して、医療用MRIなどへも応用されています。そのため、ネオジム磁石の耐熱化、高保磁力化など高度な技術が求められ、研究開発が進んでいます。
今回、電子線マイクロアナライザEPMA™（EPMA-8050G）を使用して、粒界拡散ネオジム焼結磁石の分析例を紹介します。

S. Yoshimi, Tongxin Zhao

■ネオジム焼結磁石の分析

ネオジム焼結磁石の主な構成元素は、ネオジム（Nd），鉄（Fe），ホウ素（B）で、代表的な組成は$Nd_{15}Fe_{77}B_8$です。$Nd_2Fe_{14}B$（強磁性相）の主相は、$Nd_{1.1}Fe_4B_4$相（非磁性相）のB-rich相とNdに富んだNd-rich相（非磁性相）で取り囲まれています。Nd-rich相は、主相結晶粒界に薄く存在する相と、主相結晶粒界三重点に存在する酸化物相（大気中で酸化）があります。ネオジム焼結磁石では、耐熱性を高めるため、$Nd_2Fe_{14}B$主相のNdの一部をジスプロシウム（Dy），テルビウム（Tb）など重希土類元素で置換することにより、保磁力を向上させています。DyよりもTbの方が、200℃程度の高温環境における保磁力を向上する効果が大きいのですが、地殻存在度がやや高く安価なDyが主に利用されています。ネオジム焼結磁石は、10wt%弱のTb, Dyなど重希土類元素を添加することで、主相粒界近傍における結晶磁気異方性を向上させ、保磁力を向上させていますが、焼結温度が約1100℃と高いため、重希土類元素が主相内部に拡散して、残留磁気が低下する問題があります。また、Tb, Dyは中国南部のイオン吸着型鉱床にのみ偏在して産出されるため、存在量が少なく、安定供給に問題があります。そのため、Tb, Dyの使用量を削減しながら高保磁を実現するための研究が盛んとなっています。

図1は、Tb含有ネオジム焼結磁石のマッピング分析結果で、主相粒界にTbが分布していることが分かり、保磁力向上の促進に寄与するCo, Cu, GaがNd-rich相近傍に分布していることが分かります。

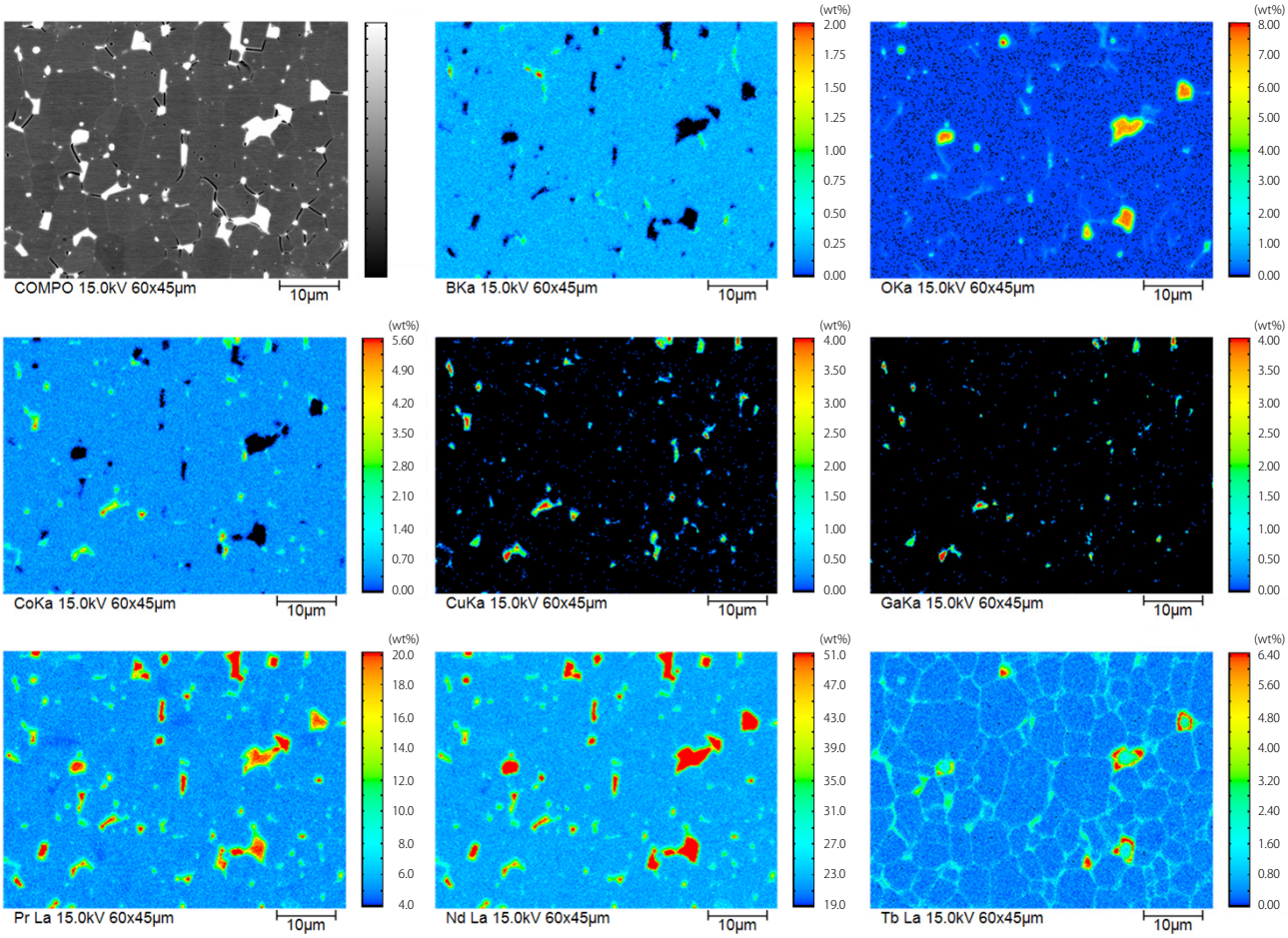

図１　ネオジム焼結磁石のマッピング分析

■ネオジム焼結磁石の粒界拡散処理

焼結磁石の生成には、２合金法と粒界拡散法があり、粒界拡散法は、焼結後の磁石表面にTb, Dyをスパッタ法で被覆し熱処理する方法と、Tb, Dyなど重希土類元素の化合物を塗布し、焼結温度よりも低い温度で熱処理する方法などがあります。

TbやDyのフッ化物または酸化物を塗布する粒界拡散法では、熱処理時にNd-rich相が溶解し、一部が焼結磁石表面に拡散してきて、NdとTb/Dyが置換することで、Tb/Dyが磁石内に取り込まれていきます。 $Nd_2Fe_{14}B$主相粒界近傍にTb/Dyの薄く均一で連続的な濃化層を生成することで、残留磁化の低下を抑えて保磁力を向上させることができます。

図2は、Tbを添加・処理したネオジム磁石の表面から中心まで分析した結果で、Tbが磁石表面から約150μmの領域まで主相粒界を通して拡散していることが分かります。マッピング分析結果のCOMPO像上への線分析表示（各元素共に8wt%幅）では、TbとNd, Prが置換し、中心領域方向に僅かにTb濃度が減少していることが分かります。

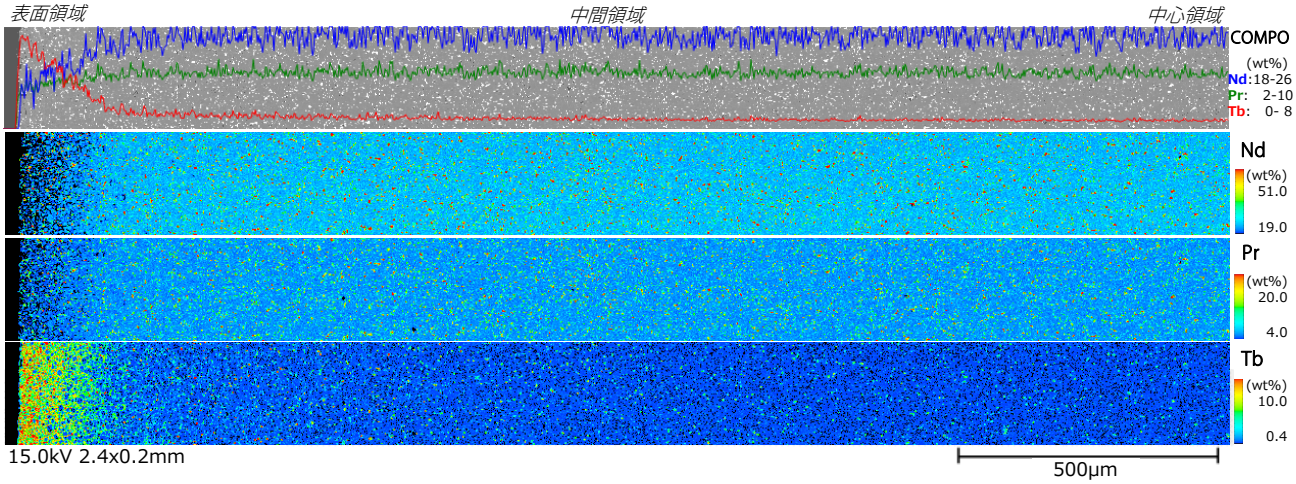

図2　Tb粒界拡散ネオジム磁石の広域マッピング分析

■ネオジム焼結磁石の微細構造

焼結後は、Nd-rich相（非磁性相）が$Nd_2Fe_{14}B$（強磁性相）の主相を覆う構造になり、主相の粒界近傍で逆磁区が発生し易いため、粒界に拡散させたTbにより高温時での逆磁区の発生を抑えることで、耐熱化が図られています。

Tb粒界改質したネオジム磁石の表面領域（図3(a)）, 中間領域（図3(b)）, 中心領域（図3(c)）を拡大したマッピング分析の$Nd_2Fe_{14}B$主相の結晶粒は多辺形で、結晶粒径は5μm程度です。中心領域よりも表面領域は、粒界でのTb濃度が主相内の濃度より高く、中間及び中心などの内部領域では、Tbが主相粒界近傍に偏在し、薄く均一で連続的なTb濃化層を形成しています。

このように微細構造の変化を調べることで、耐熱化や高保磁力化の特性を評価することができます。

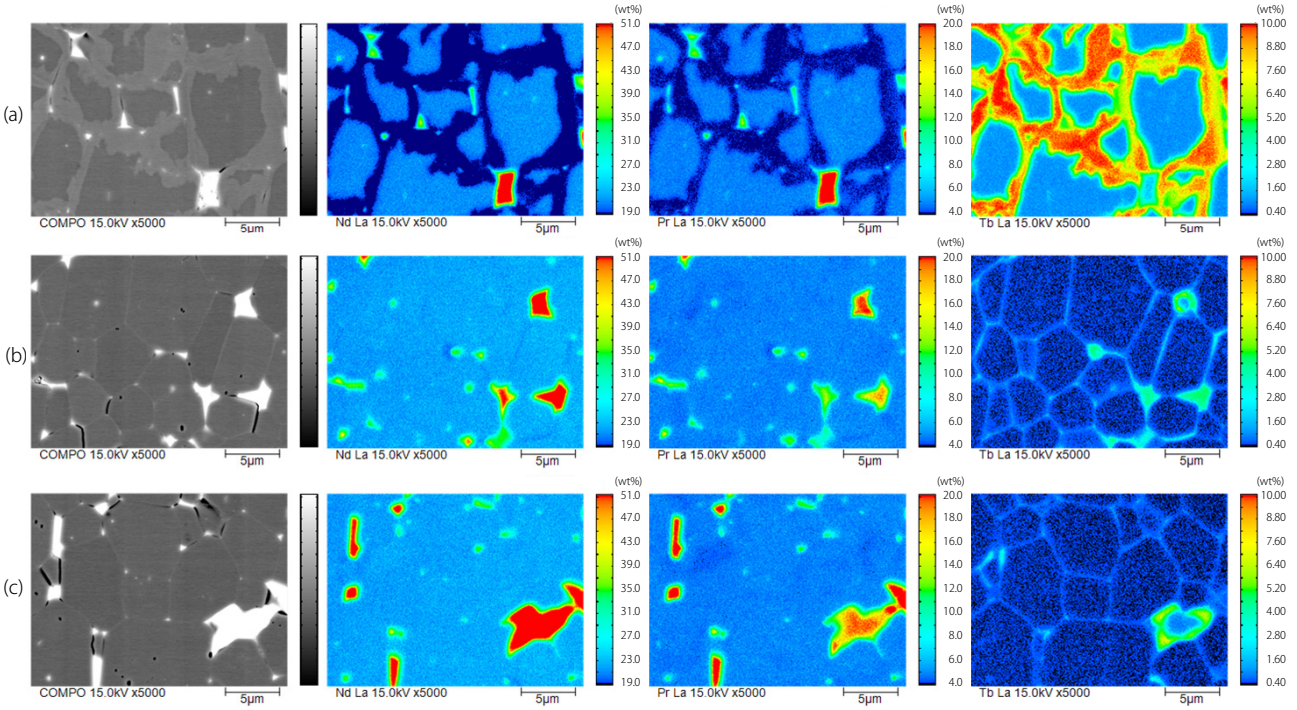

図3 Tb粒界拡散ネオジム磁石の(a)表面領域, (b)中間領域, (c)中心領域の拡大マッピング分析

<参考文献>　まてりあ　第50巻　第9号　2011

EPMAは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター
島津コールセンター　0120-131691
(075) 813-1691

初版発行：2020 年 1 月

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
https://solutions.shimadzu.co.jp/
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

EPMA-8050G
電子線マイクロアナライザ(Electron Probe Microanalyzer)

関連分野

電気・電子

工業材料・マテリアル

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ