

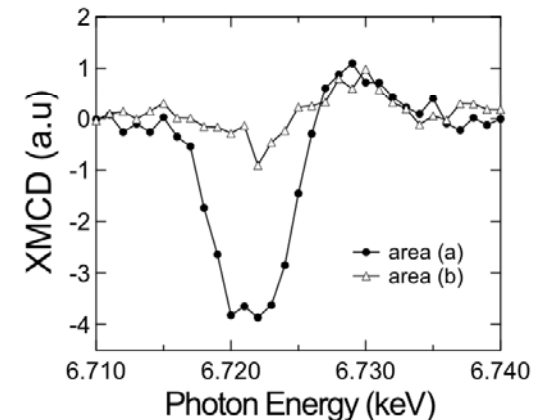
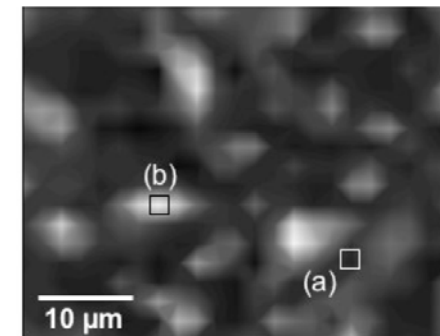
# XMCD によるネオジム磁石の磁気評価

日立・基礎研 上田 和浩

kazuhiro.ueda.ha@hitachi.com

高い保磁力と経済性を有するネオジム焼結磁石は、エレクトロニクス、情報通信、医療、工作機械、産業用・自動車用モーター等広範な分野で利用されている。環境問題への関心が高まる中、ハイブリット電気自動車、産業分野での省エネ、発電効率の向上等で、更なる高性能永久磁石開発への期待が高まっている。また、SPring-8の高輝度放射光とX線磁気円二色性(XMCD)を利用した元素別の磁性計測技術の開発が進められている。そこでBL16XUIに設置された、ダイヤモンド位相子を利用したXMCD計測システムと微小ビーム形成装置を利用し、ネオジム磁石中のNdの濃度分布と磁化状態を計測した。

その結果を図で示す。上図は、Nd-L $\alpha$  蛍光 X 線の強度分布像である。Nd 蛍光強度の小さい、Nd 濃度の低い領域(a)では、Nd-L $_2$  XMCD 強度が大きく[下図(a)], ネオジム元素が磁性を持っていることから、Nd $_2$ Fe $_{14}$ B 結晶であることが分かった。また、Nd 濃度の高い領域(b)は、Nd-L $_2$  XMCD 強度が小さく[下図(b)], 常磁性的であることから、Nd 析出物と考えられる。以上のように、マイクロ円偏光ビームを利用することで、ネオジム磁石中のネオジムの濃度と磁化に相関があることが分かった。



# XMCDによるネオジム磁石の磁気評価

日立・基礎研 上田 和浩  
米山 明男  
南部 英  
鈴木 啓幸  
小室 又洋

e-mail:kazuhiro.ueda.ha@hitachi.com

# 背景

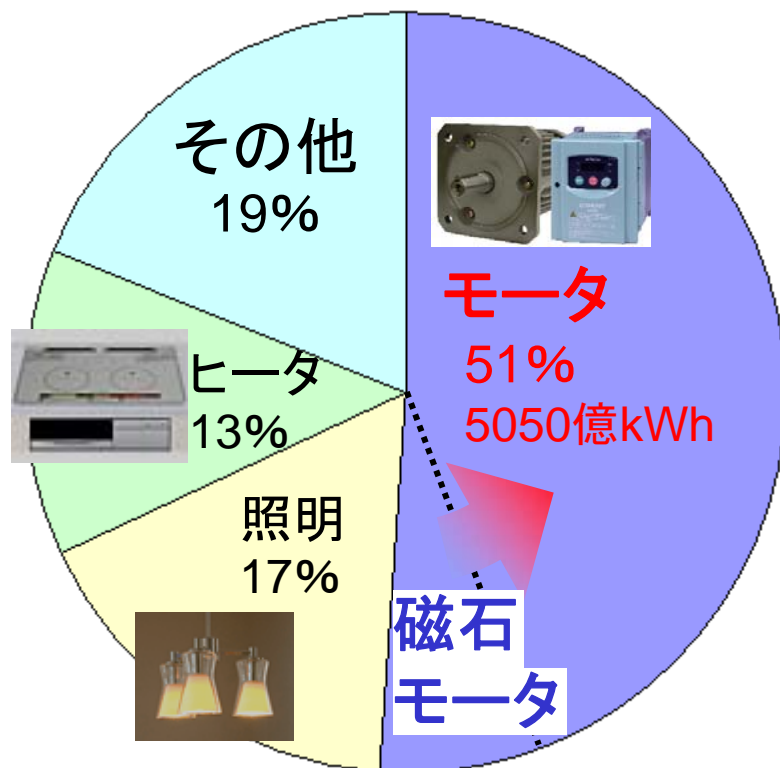


図1 国内電力消費量比率(03年度)

磁石モータは効率+静音性が高い

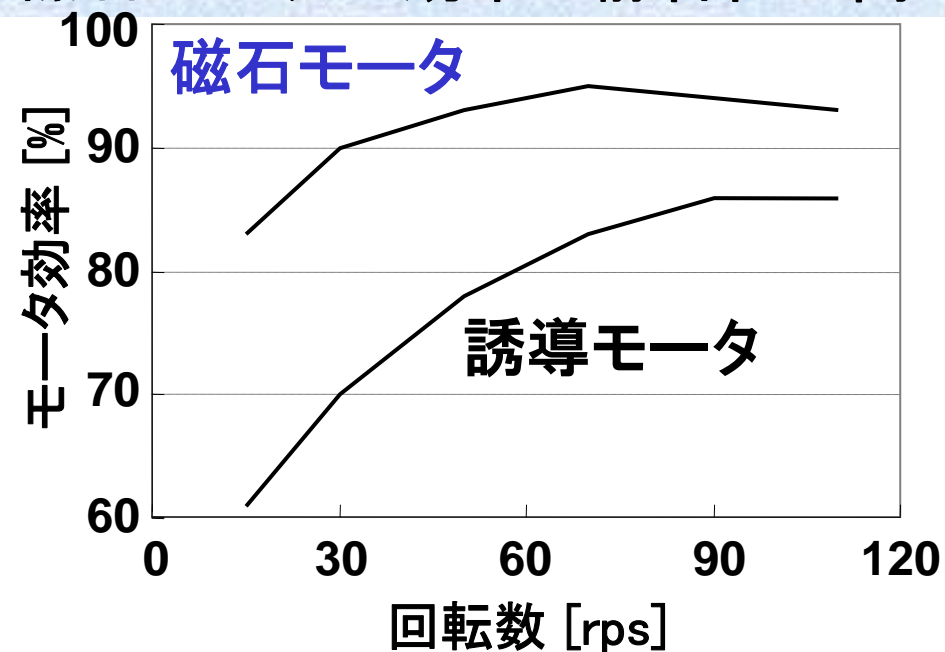


図2 モータの効率

- ・ モータは、国内総電力の半分を消費
- ・ モータ性能の向上=消費電力削減、CO<sub>2</sub>排出量低減

# Nd-Fe-B磁石の利用分野

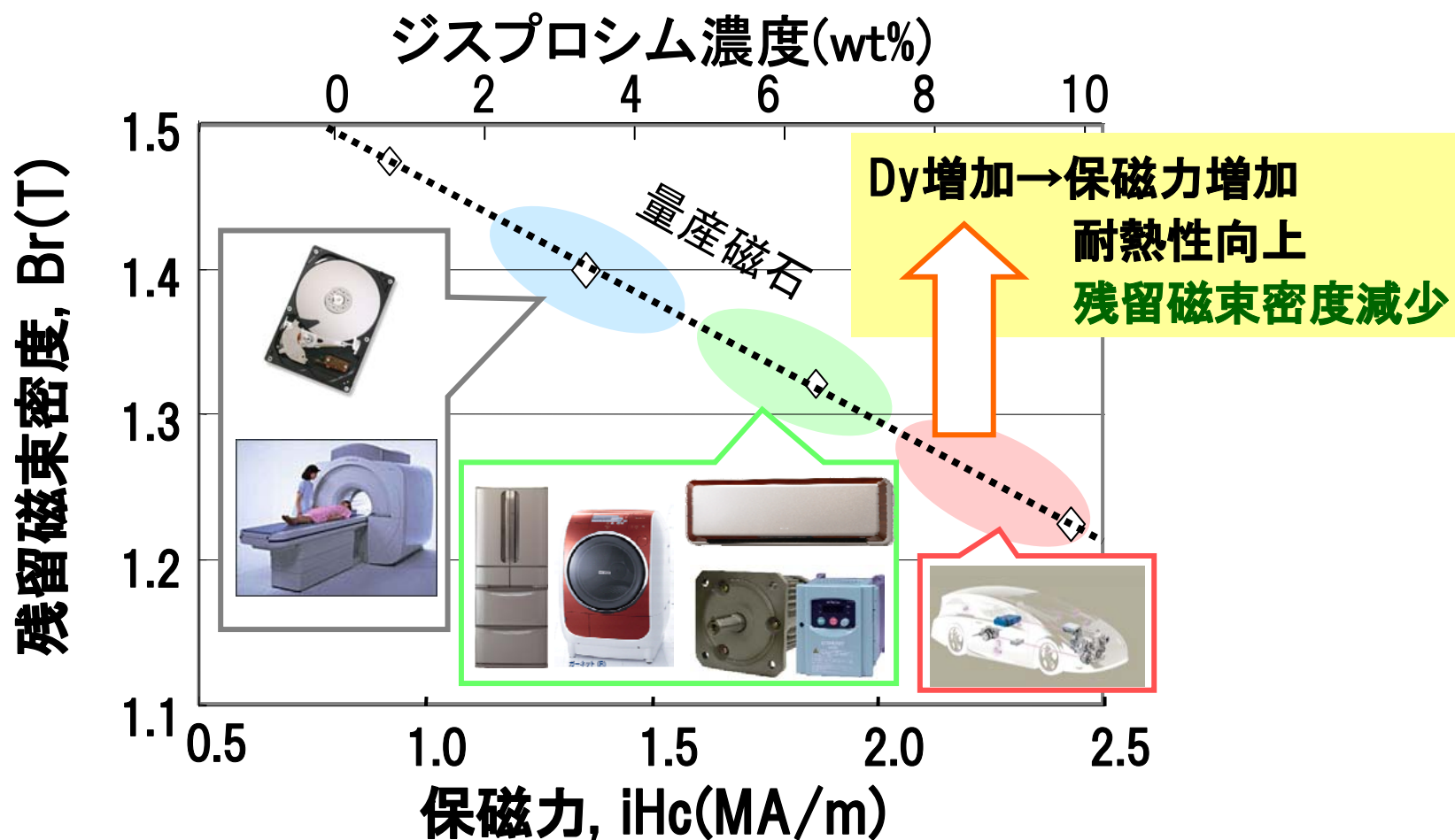


図3 ネオジム磁石の残留磁束密度と保磁力

# 永久磁石材料の開発

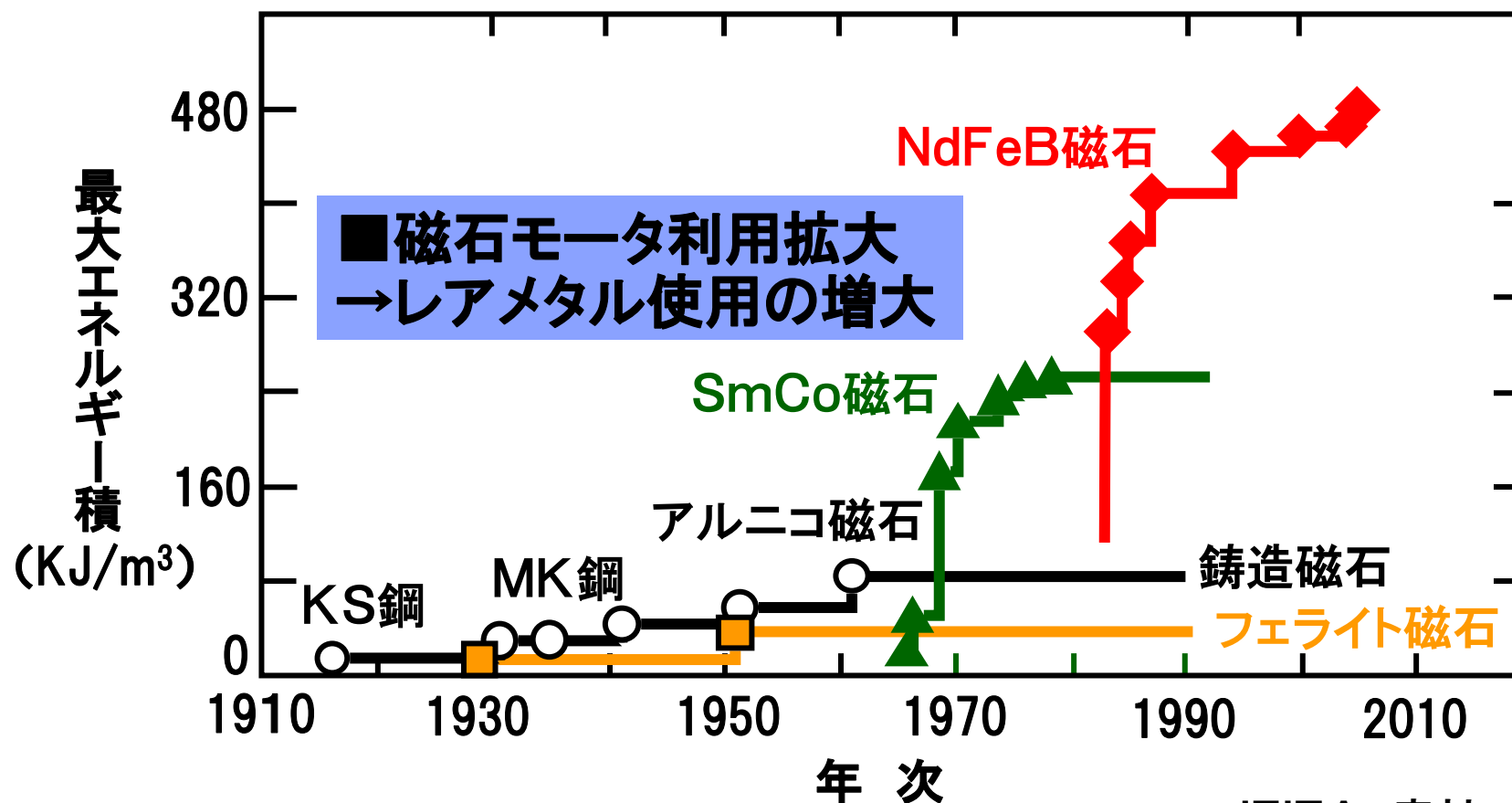


図4 永久磁石材料の変遷

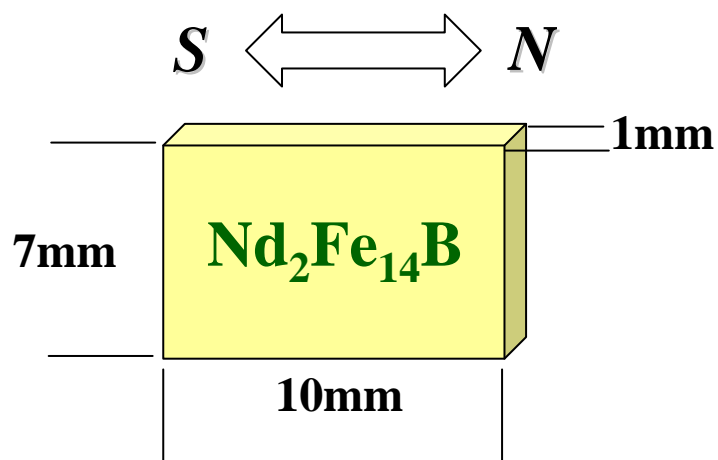
JEITA 素材／電子材料  
Topics 第39回より

希土類元素設計指針として、元素選択磁気測定を活用

# 測定試料

## ➤ 試料構成

- $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 焼結：残留磁化  $\sim 1.37$  T



## ➤ 減磁条件

VSM(Vibrating Sample Magnetometer) 装置

- 残留磁化：  $\sim 1.0$  T
- 残留磁化：  $\sim 0.025$  T

# ビームラインと実験装置

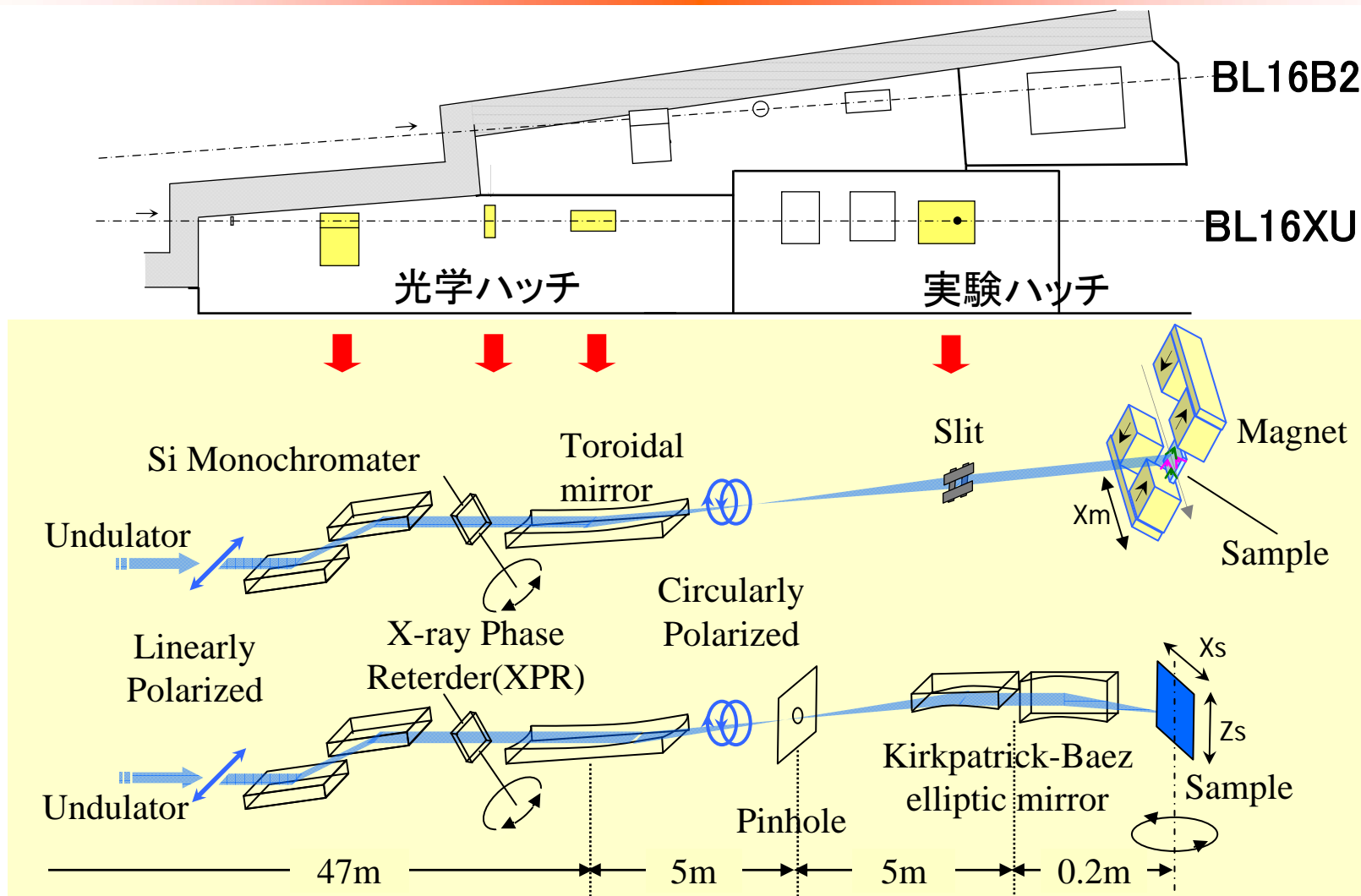
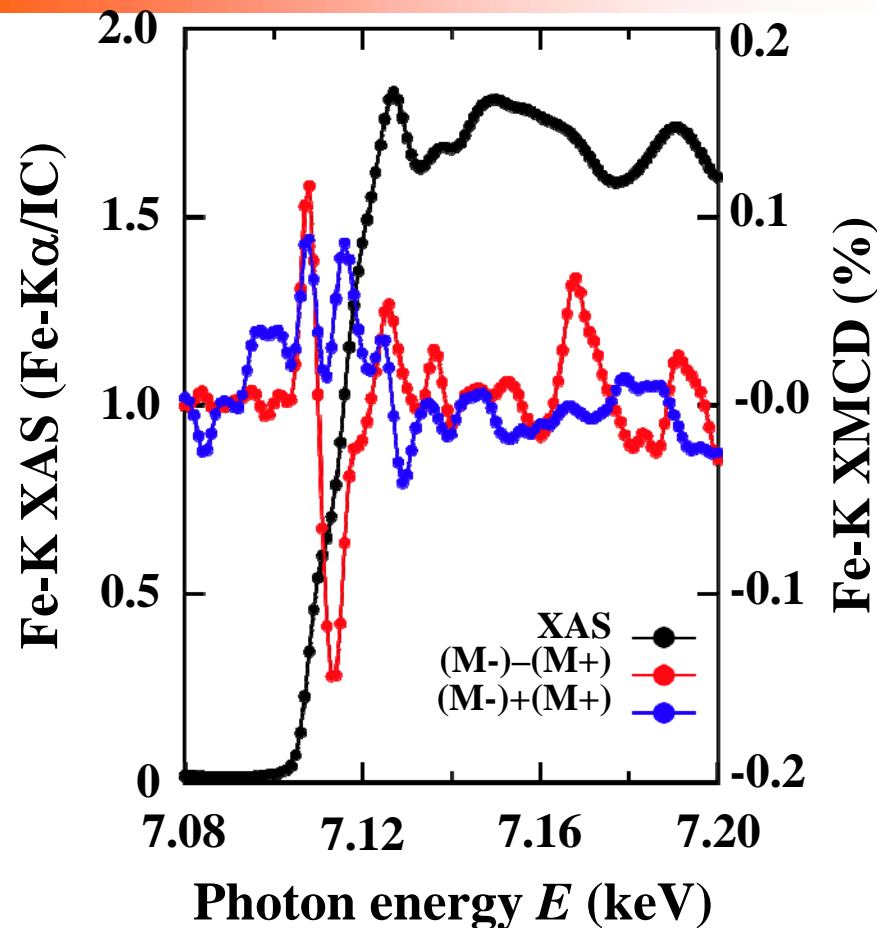
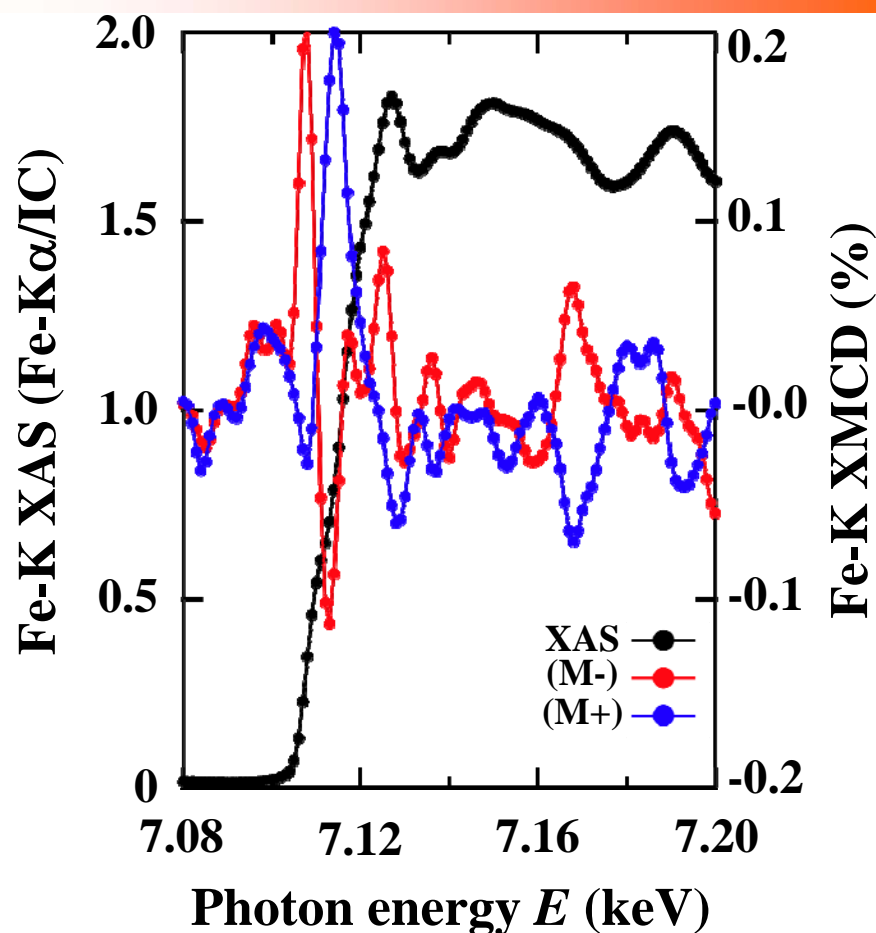


図5 実験配置

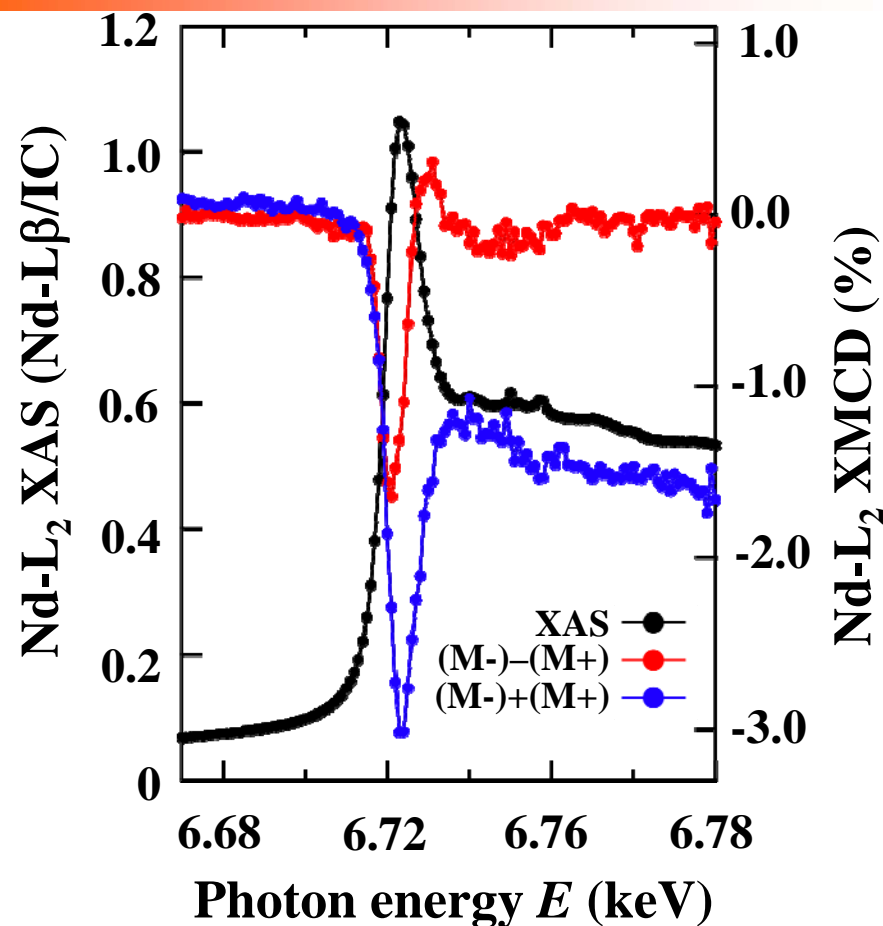
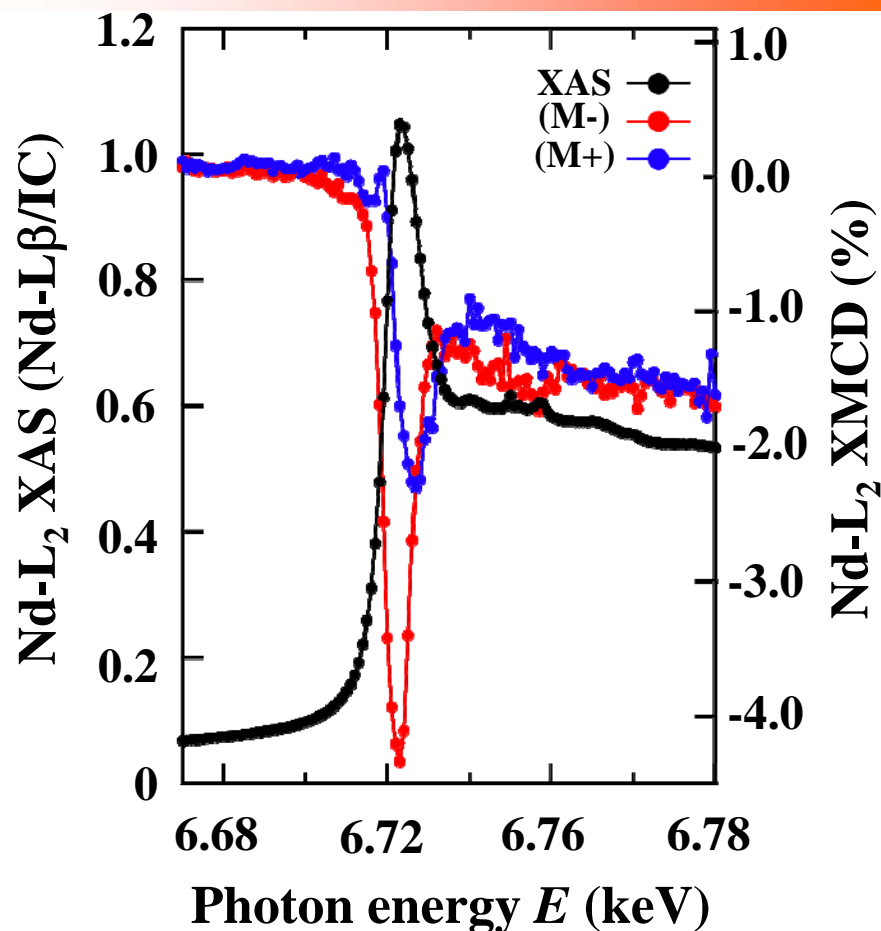
# 鉄のFe-K吸収端 XMCD



XMCDの信号量が少ないため、ICの電流値を $I_0$ としても、バックグラウンドに構造がみられる。7.18keV付近では、MCD信号は磁化の方向に合わせて、プラス、マイナスに変化する。

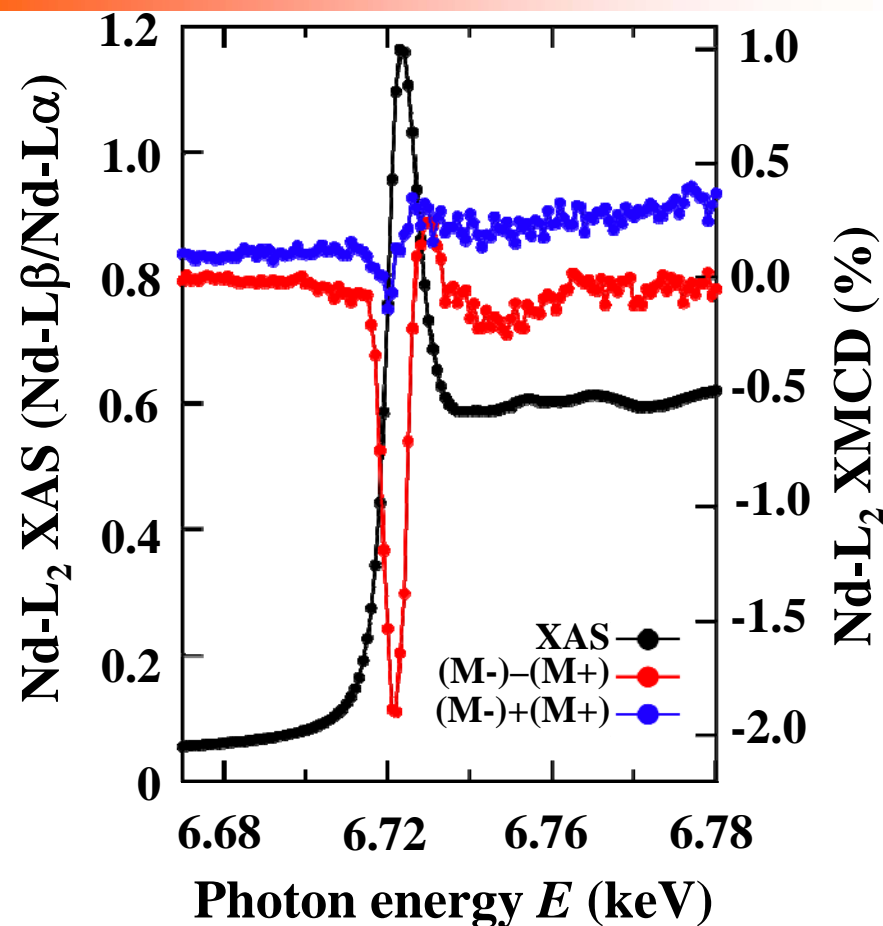
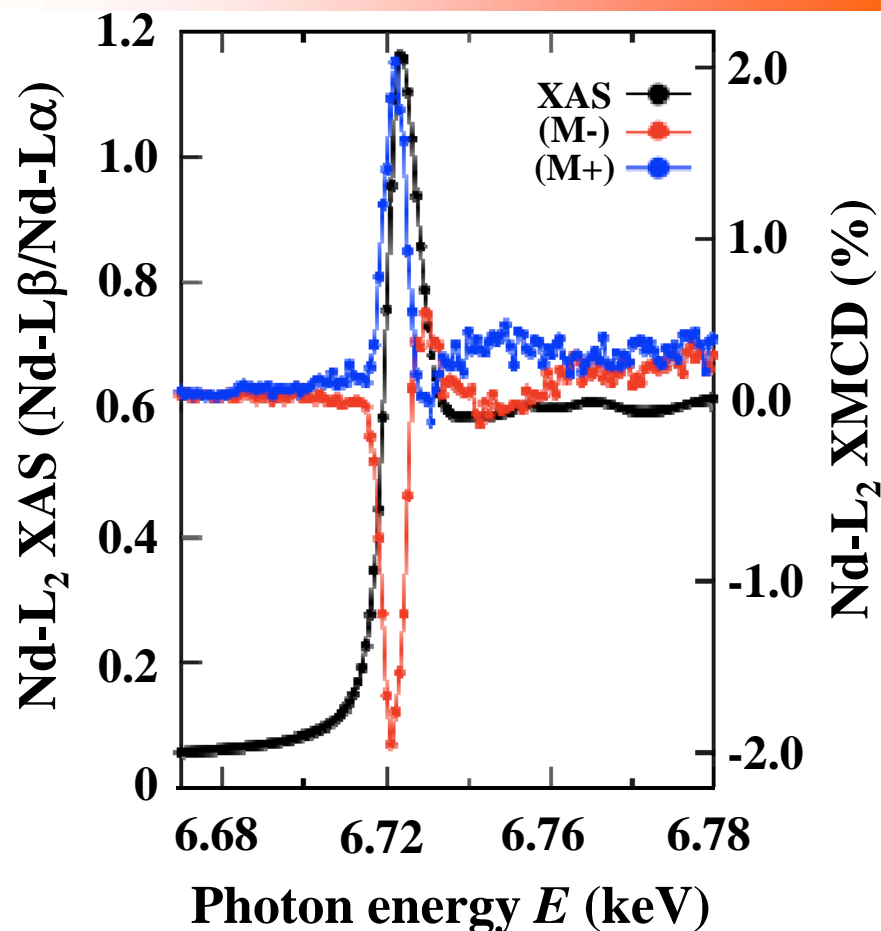


# Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B磁石のNd-L<sub>2</sub>XMCD



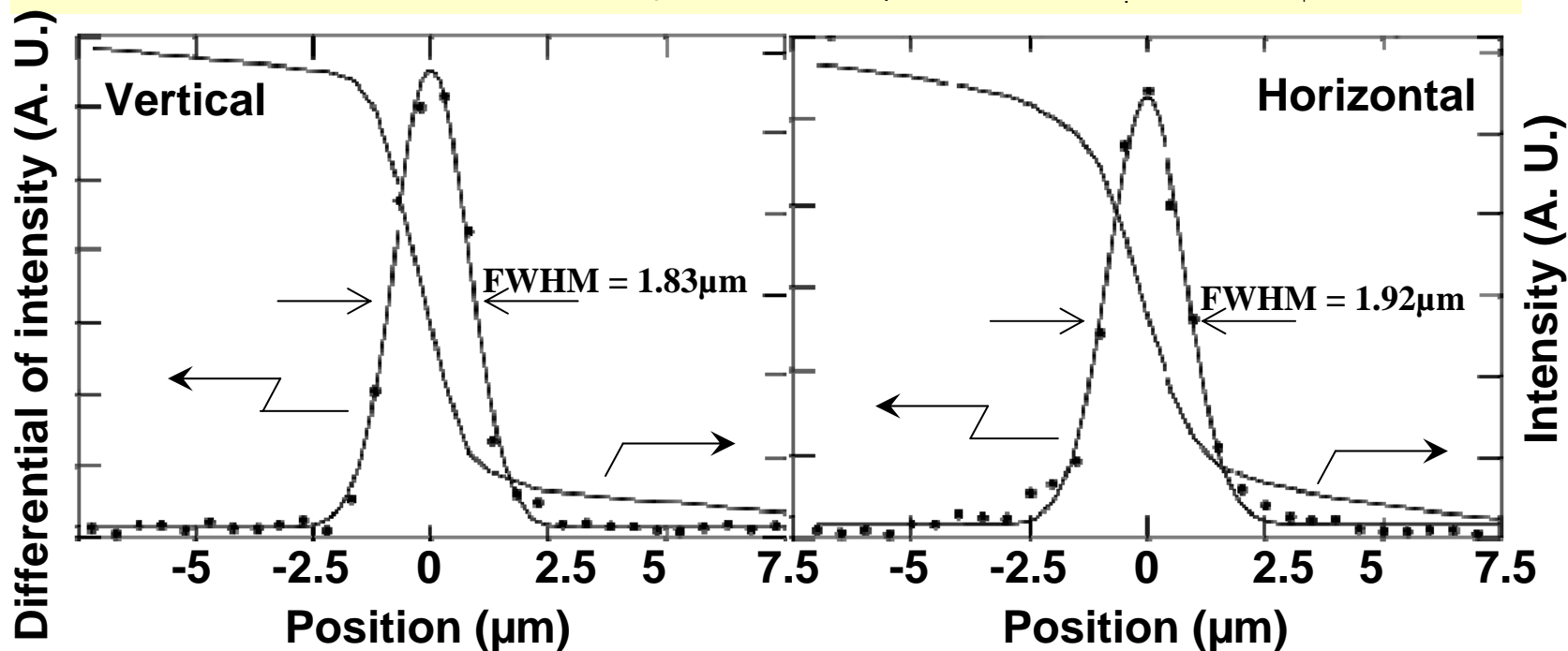
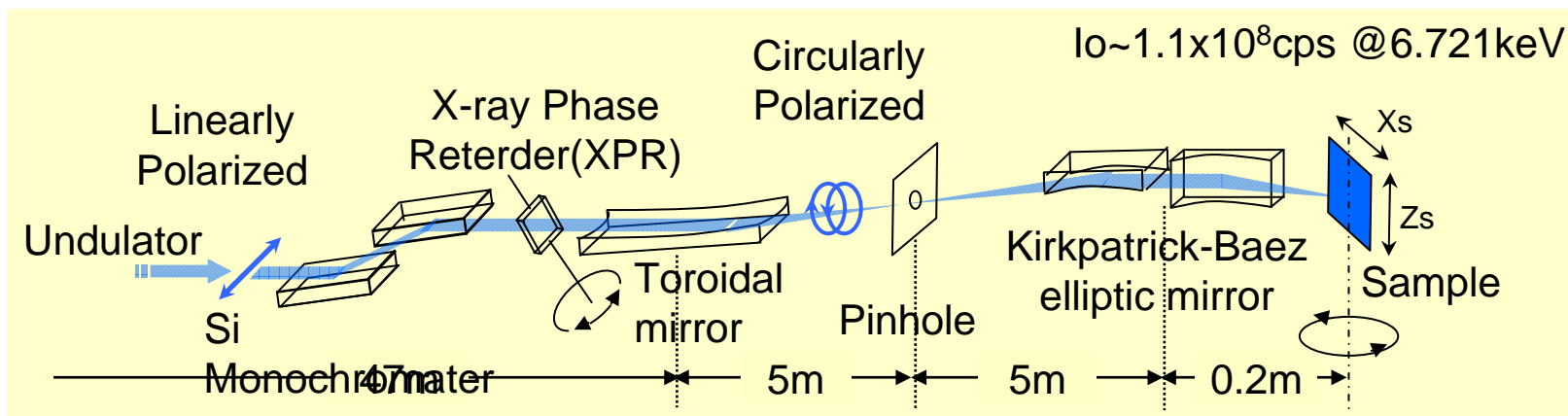
ICの電流値を $I_0$ とすると、入射X線の侵入深さ変化の影響と考えられるバックグラウンドの影響で、(M-), (M+)とも信号はマイナスになる

# Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B磁石のNd-L<sub>2</sub>XMCD

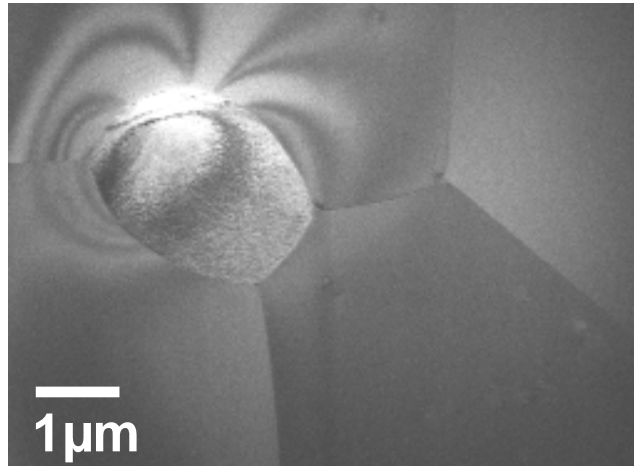


Nd-L<sub>α</sub>をI<sub>0</sub>とすることで、バックグラウンドは平坦になり、MCD信号は磁化の方向に合わせて、プラス、マイナスに変化する

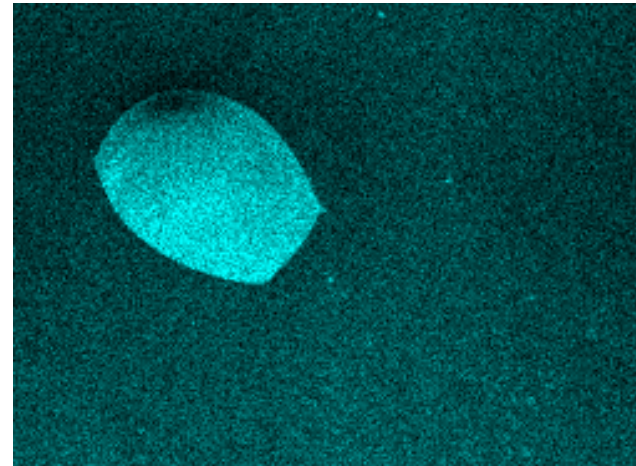
# マイクロ磁気イメージング装置



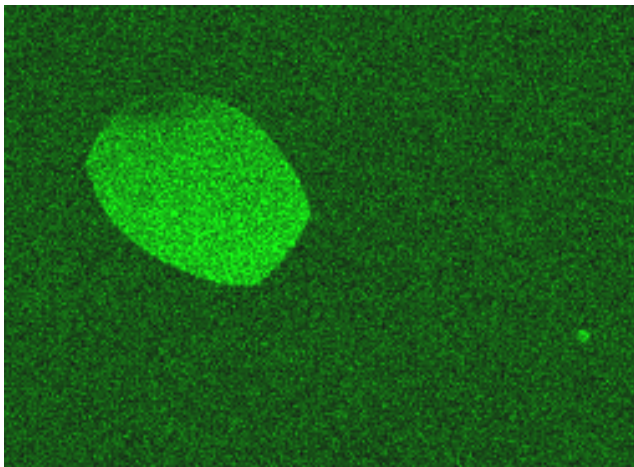
# Nd-Fe-B磁石中の析出物



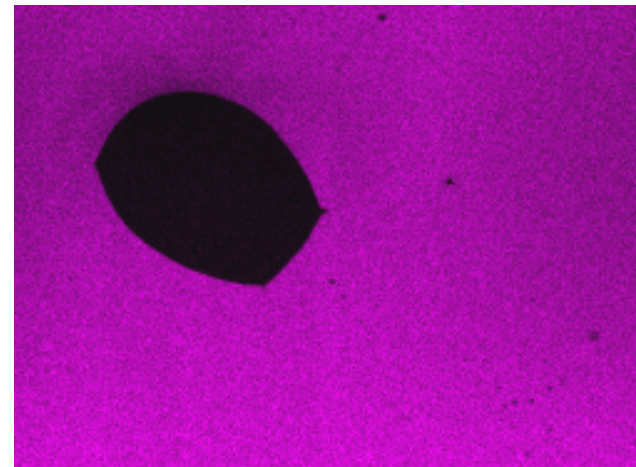
(a) BF-STEM



(b) Nd-L $\alpha$

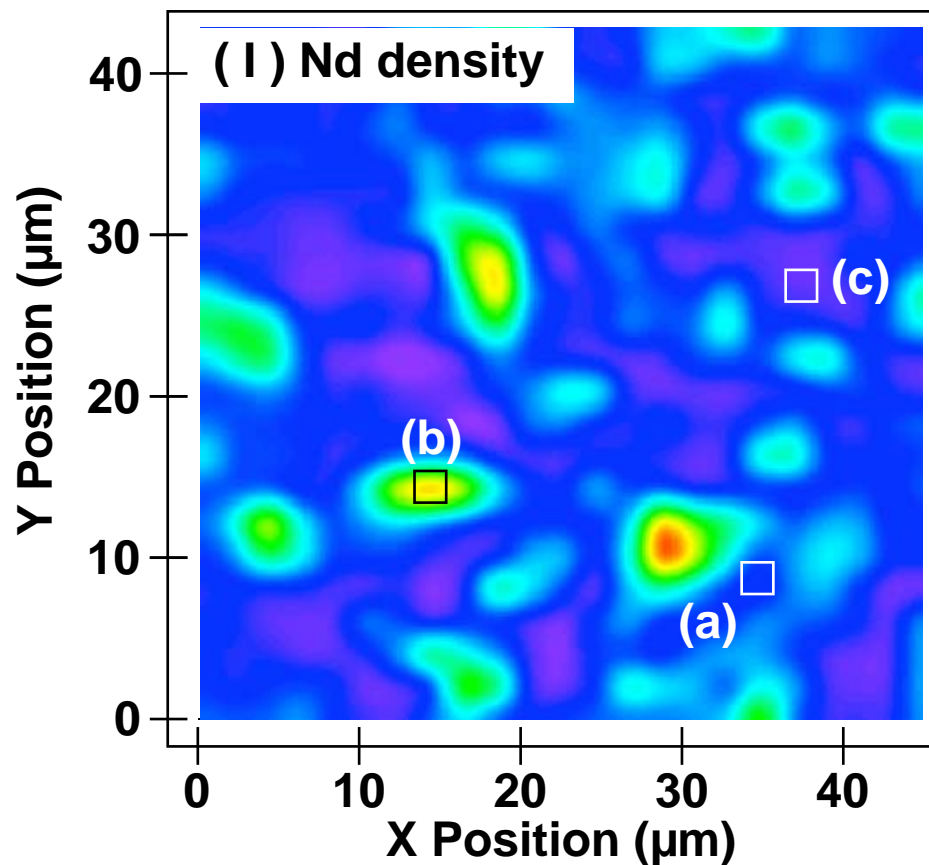


(c) O-K $\alpha$



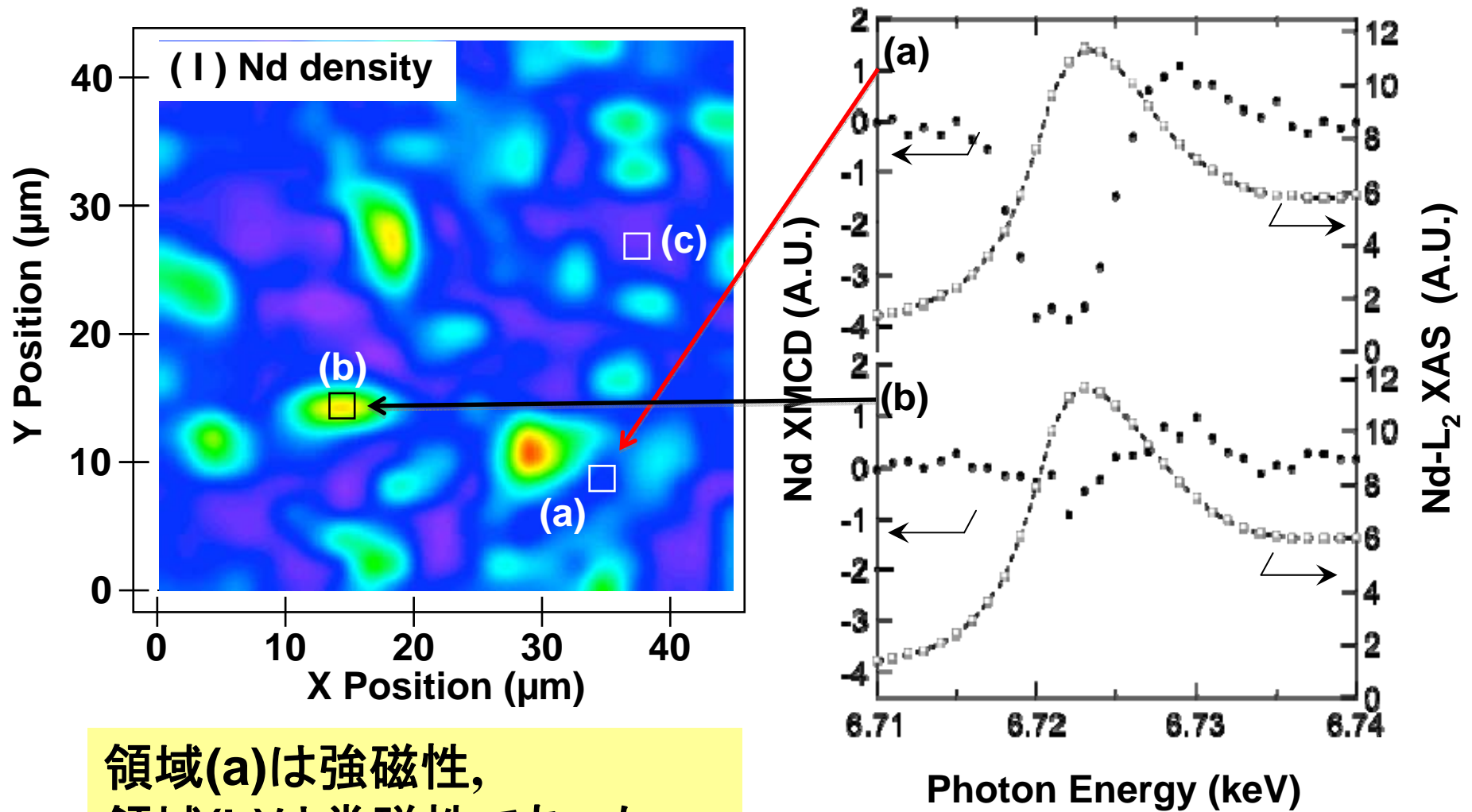
(d) Fe-K $\alpha$

# Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>BのNd-La $\alpha$ 蛍光強度分布 Page 12



Nd-La強度分布に濃淡が見られた。  
Nd析出物の分布を示していると考えられる

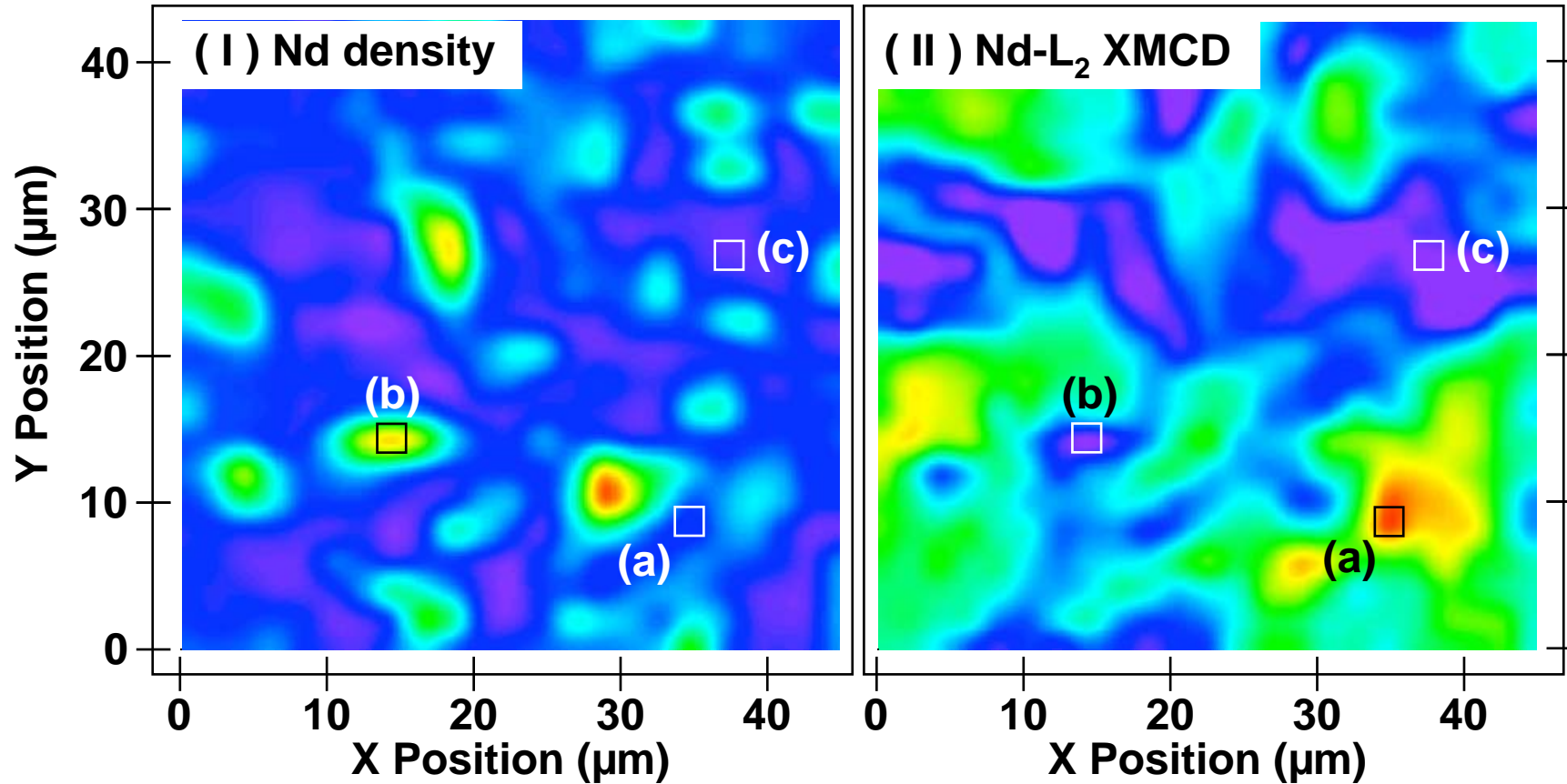
# Nd濃度とNd-L<sub>2</sub> XMCD強度



領域(a)は強磁性，  
領域(b)は常磁性であった。

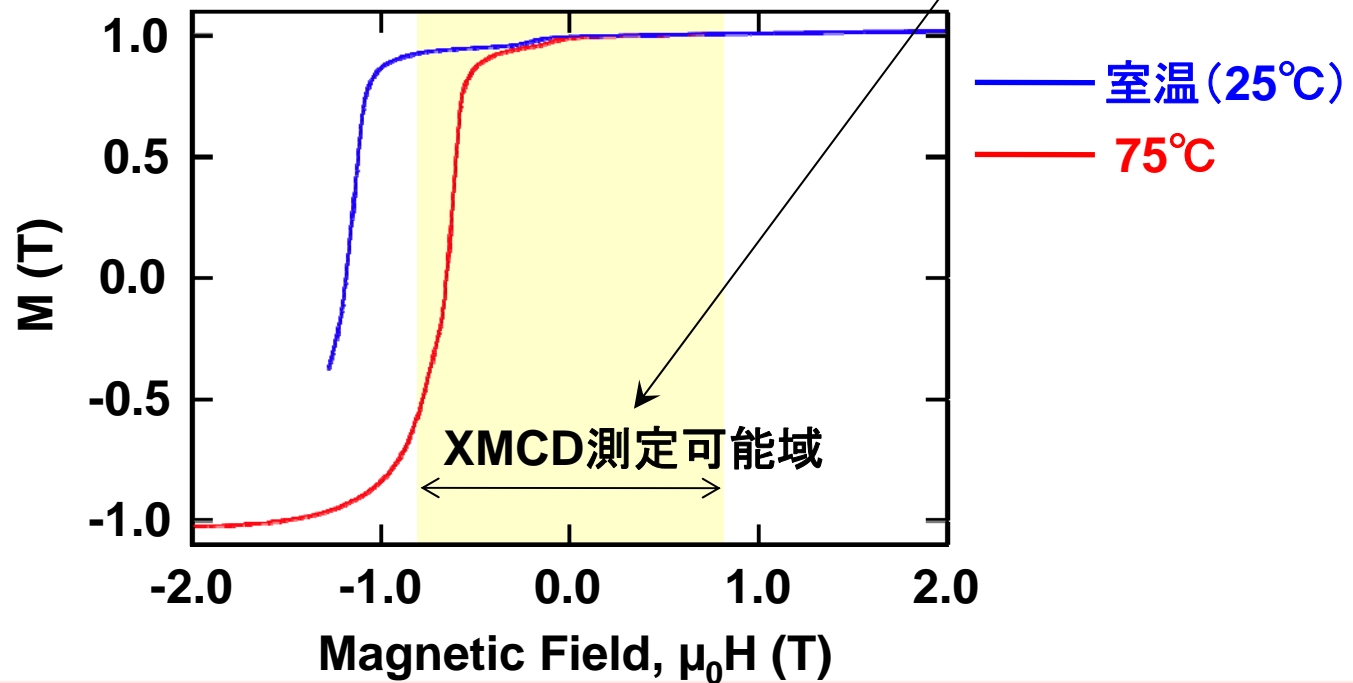
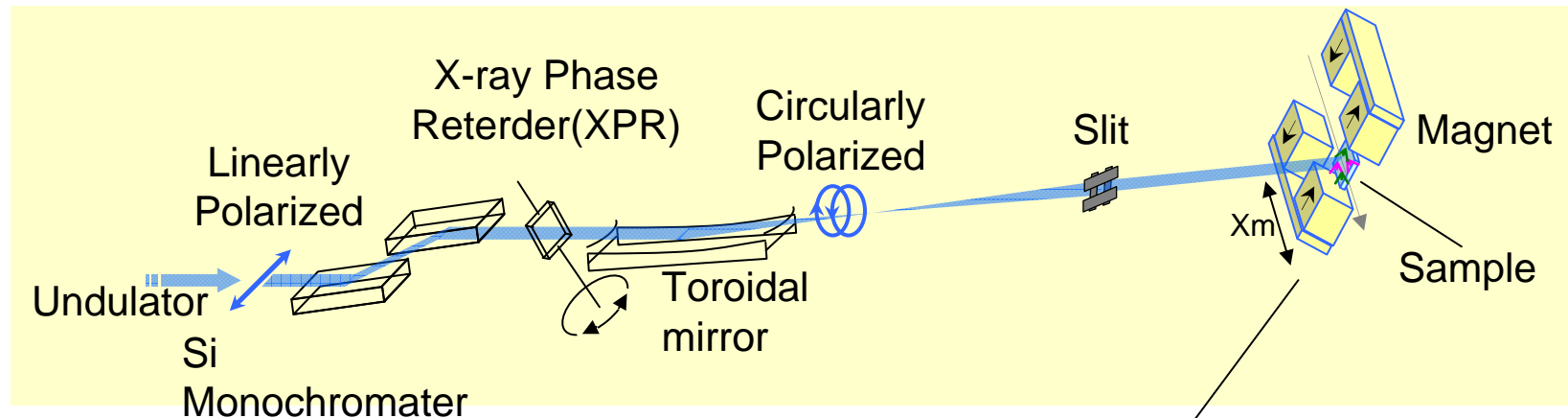


# Nd濃度とNd-L<sub>2</sub> XMCD強度分布 Page 14



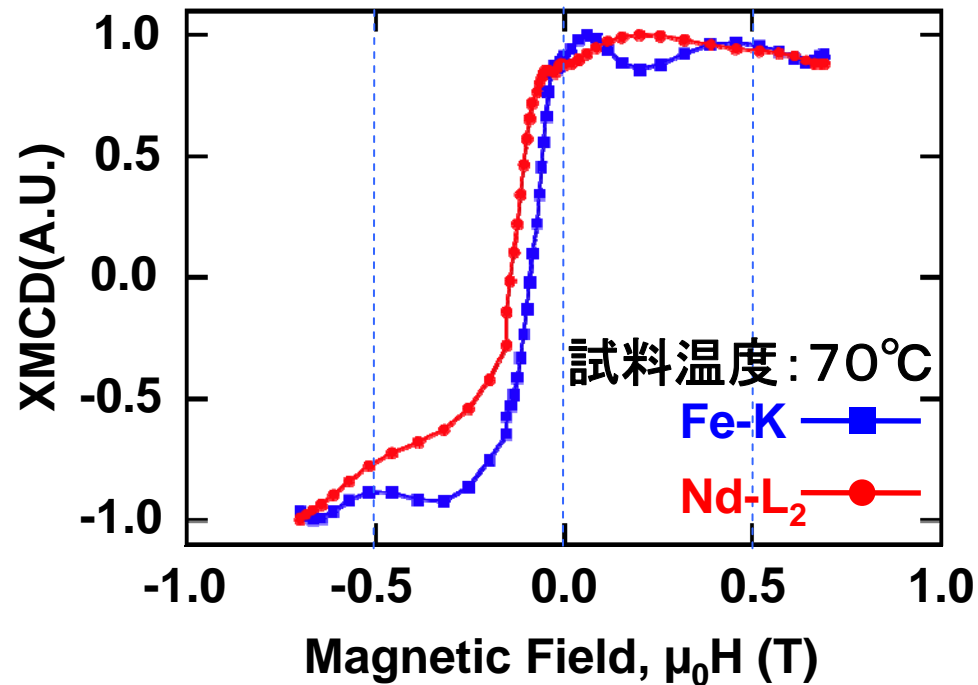
Nd濃度とNd原子の磁化の相関が可視化できた。  
領域(C)のNdの磁化はX軸と直交していたと考えられる。

# Nd-Fe-B磁石のヒステリシス





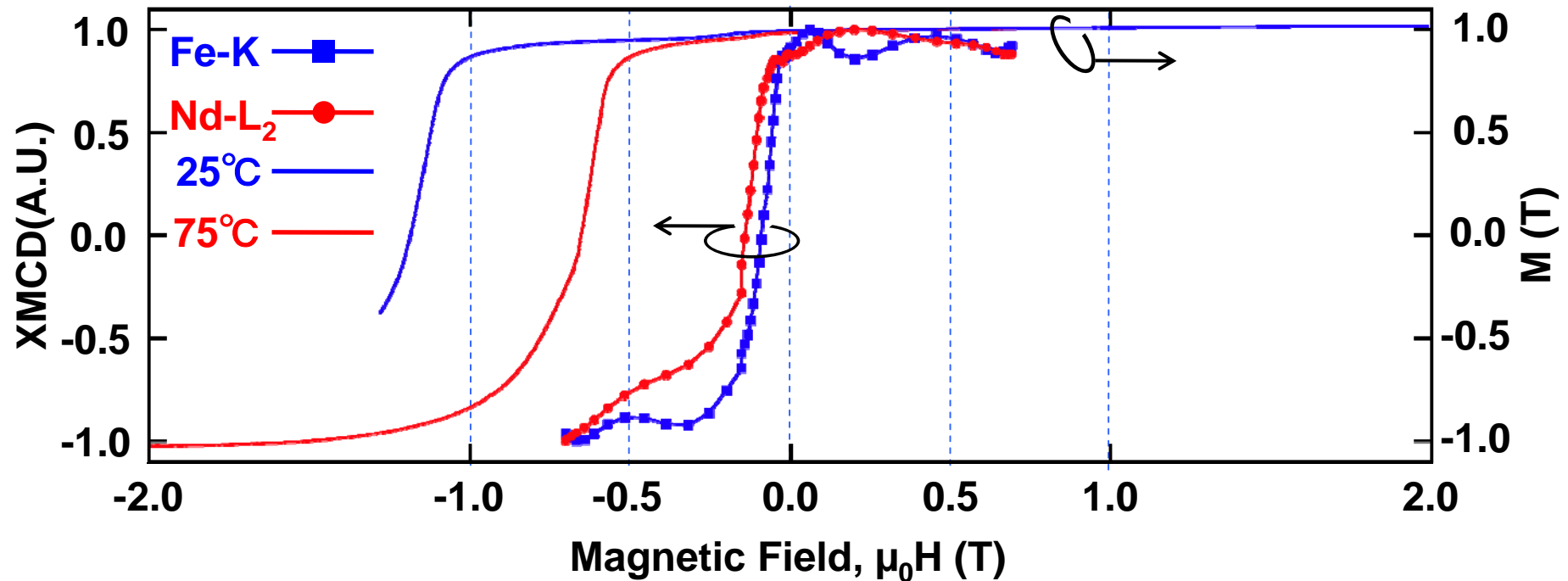
# 元素別減磁曲線



➤ Nd-L<sub>2</sub>吸収端, Fe-K吸収端, それぞれのXMCD強度から, Nd-Fe-B磁石の元素別減磁曲線が測定できた。

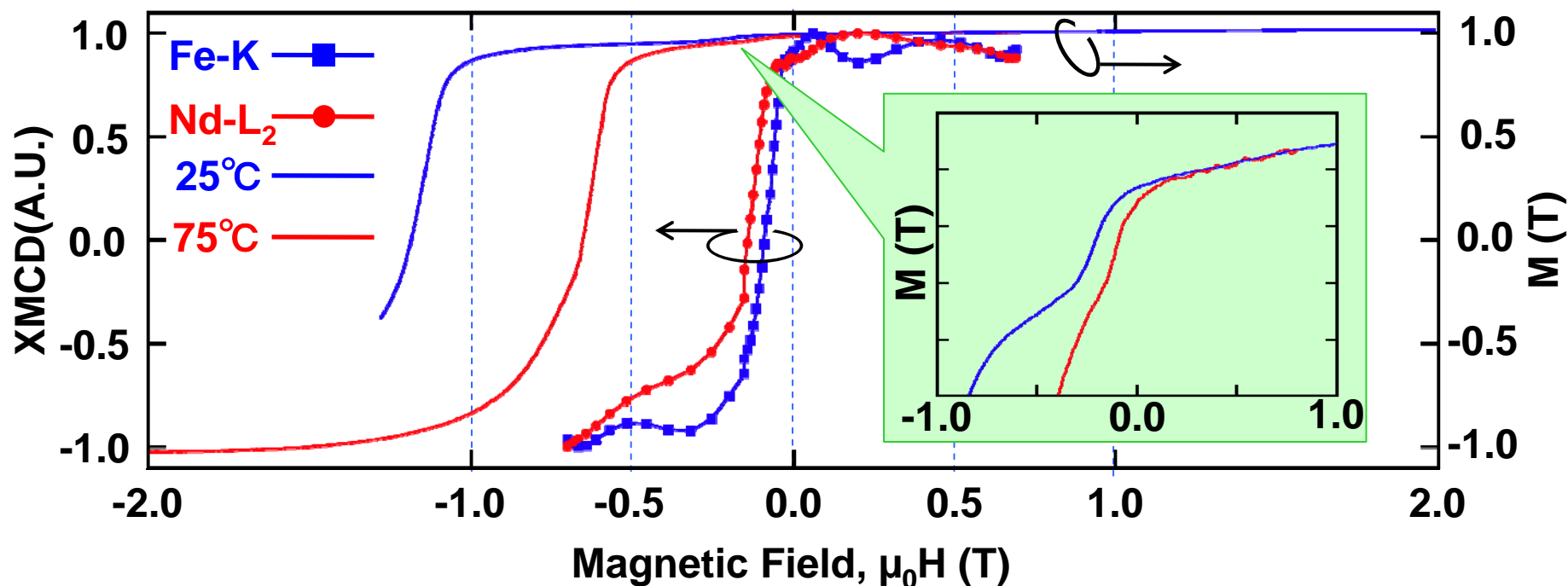
➤ NdとFeで減磁曲線に違いが見られた。これは, FeとNdで異なる試料を測定したためである。試料毎の差異を計測できることも分かった。

# 元素別減磁曲線とヒステリシス



➤ XMCDを測定した試料温度は70°Cであるが、減磁曲線は75°Cで測定したVSMの減磁曲線より小さな外部磁場で回転した。

# 元素別減磁曲線とヒステリシス



- XMCDを測定した試料温度は70°Cであるが、減磁曲線は75°Cで測定したVSMの減磁曲線より小さな外部磁場で回転した。
- 磁石表面の保磁力の小さい領域がXMCDで計測されている。
- 焼結磁石の場合、X線の侵入深さ数 $\mu\text{m}$ では、表面の影響が大きく計測され、バルク磁石の情報を得れない。

# Summary

- 焼結ネオジム磁石を円偏光X線による蛍光XMCD測定により、以下のことが分かった。
  - Nd-L2端のマイクロビームマッピングにより,
    - 1) Nd濃度の高い領域は常磁性であること
    - 2) Nd濃度の低い領域は強磁性であること
  - 元素別磁気ヒステリシス測定により,
    - 1) Nd, Feの元素別減磁曲線が測定できること
    - 2) 蛍光XMCDは、表面から深さ数 $\mu$ m領域の磁気情報が測定できること
- 表面に露出している結晶粒は、表面の影響を大きく受けるため、バルク磁石として振る舞わないことがわかった