

平成29年電気学会
マグネティックス研究会
(長崎) 2017.8.7

KRI

「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

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
最近ではDy拡散、Tb拡散あるいは表面加工劣化。

拡散磁石； データベースが少なく
モータ設計がしづらい

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

依頼増大



- * 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 ; 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
- * ハルバッハ高勾配磁選機的设计と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
- * 磁気冷凍用ハルバッハ磁気回路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ツハ磁気回路作製

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

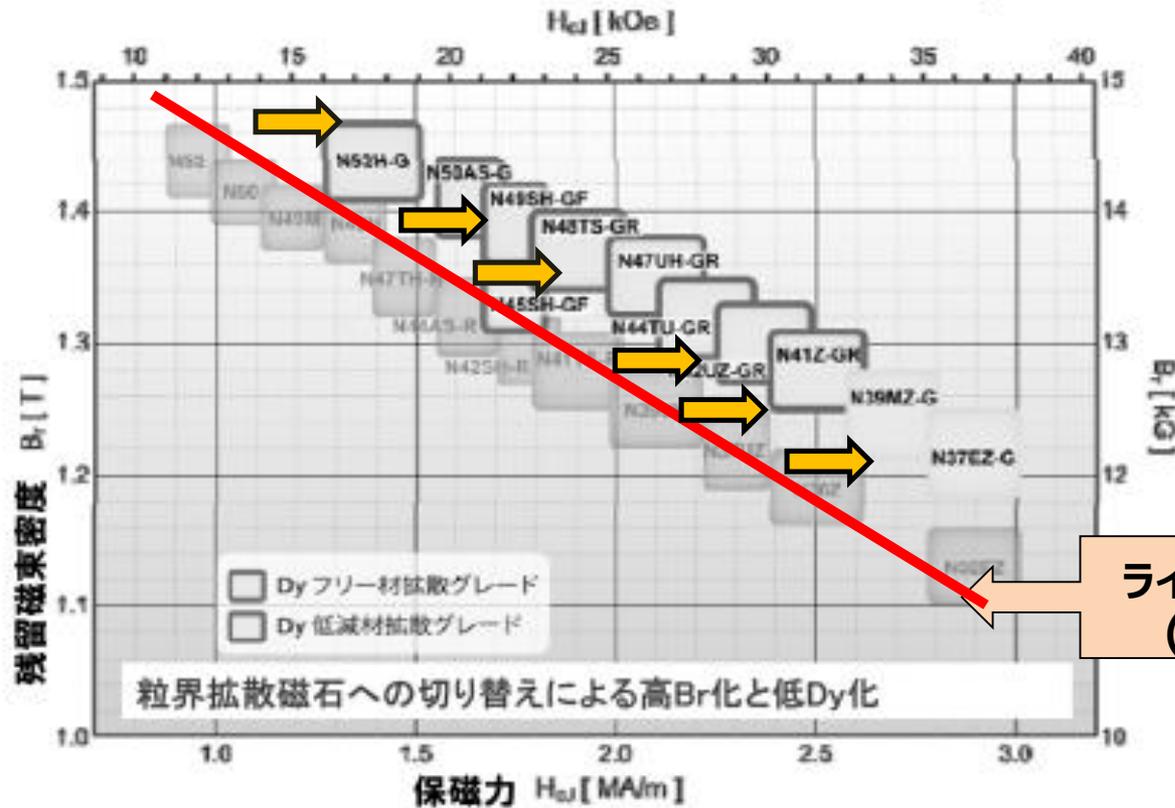
磁石微細分析

- * 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

「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



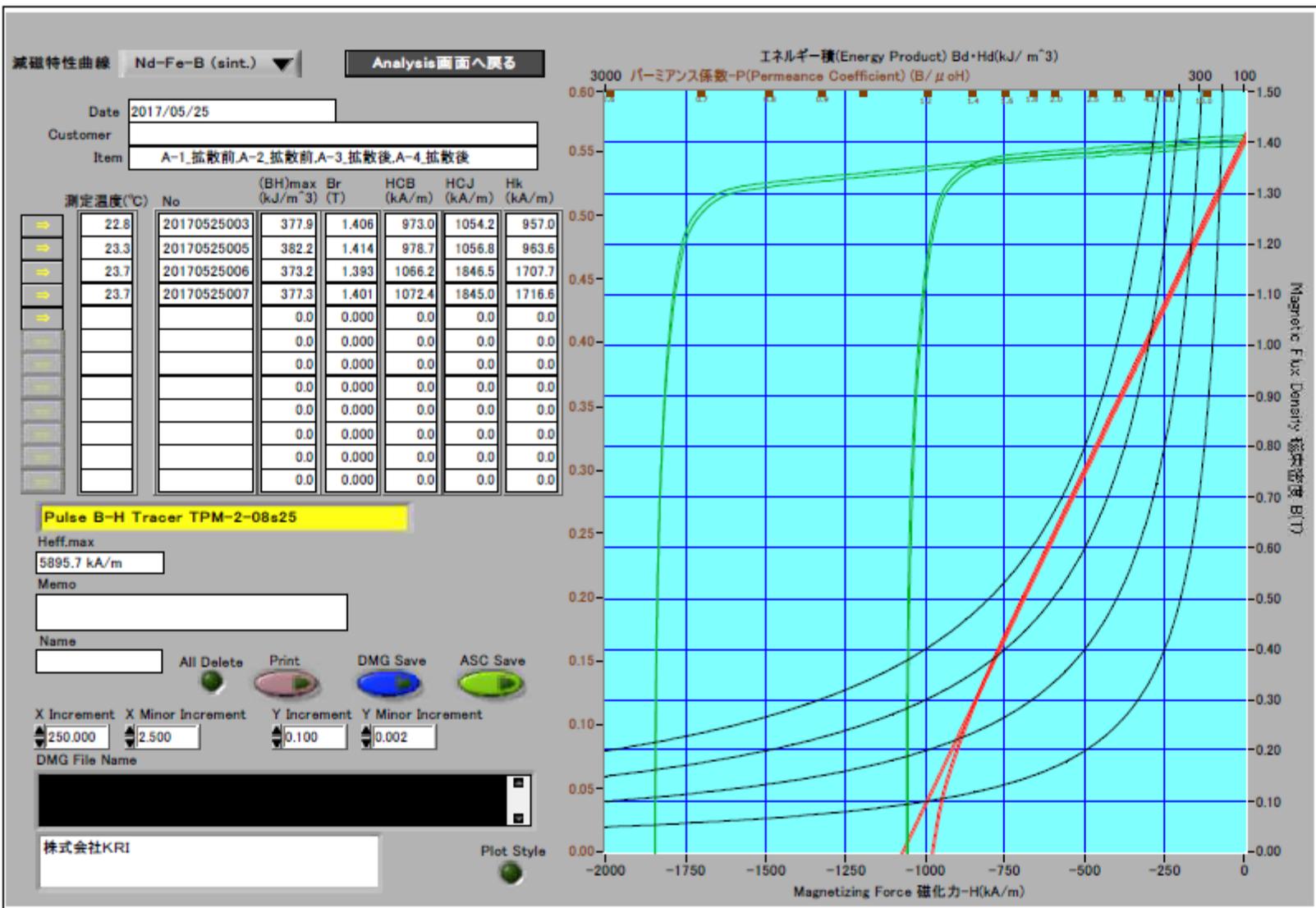
Copyright © 2015 Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. All Rights Reserved.

16

拡散磁石は H_{cJ} が約0.4-0.6 MA/m高い

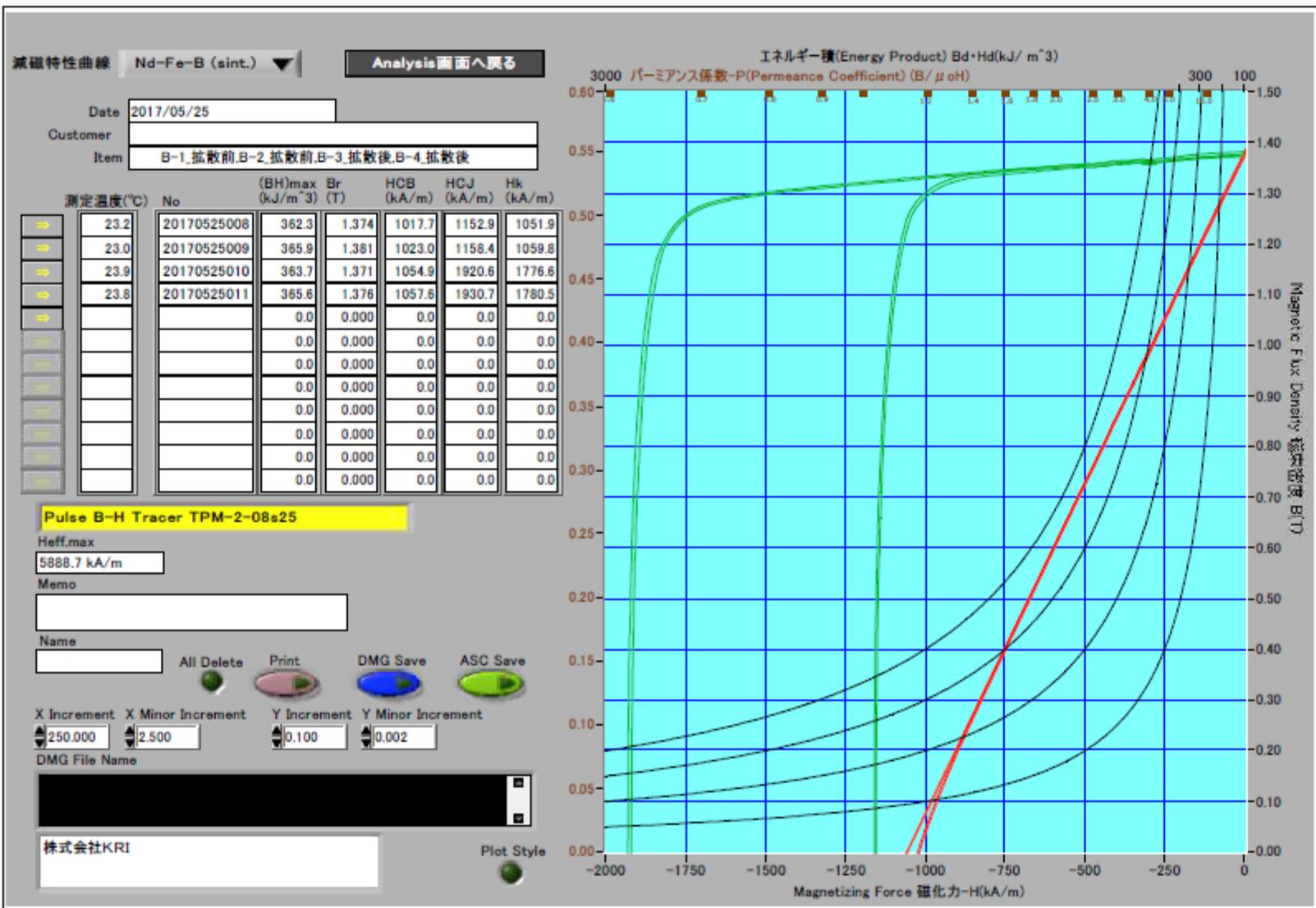
7. 測定結果 室温(23°C)測定結果

A-1~A-4 減磁曲線 拡散前後



7. 測定結果 室温(23°C)測定結果

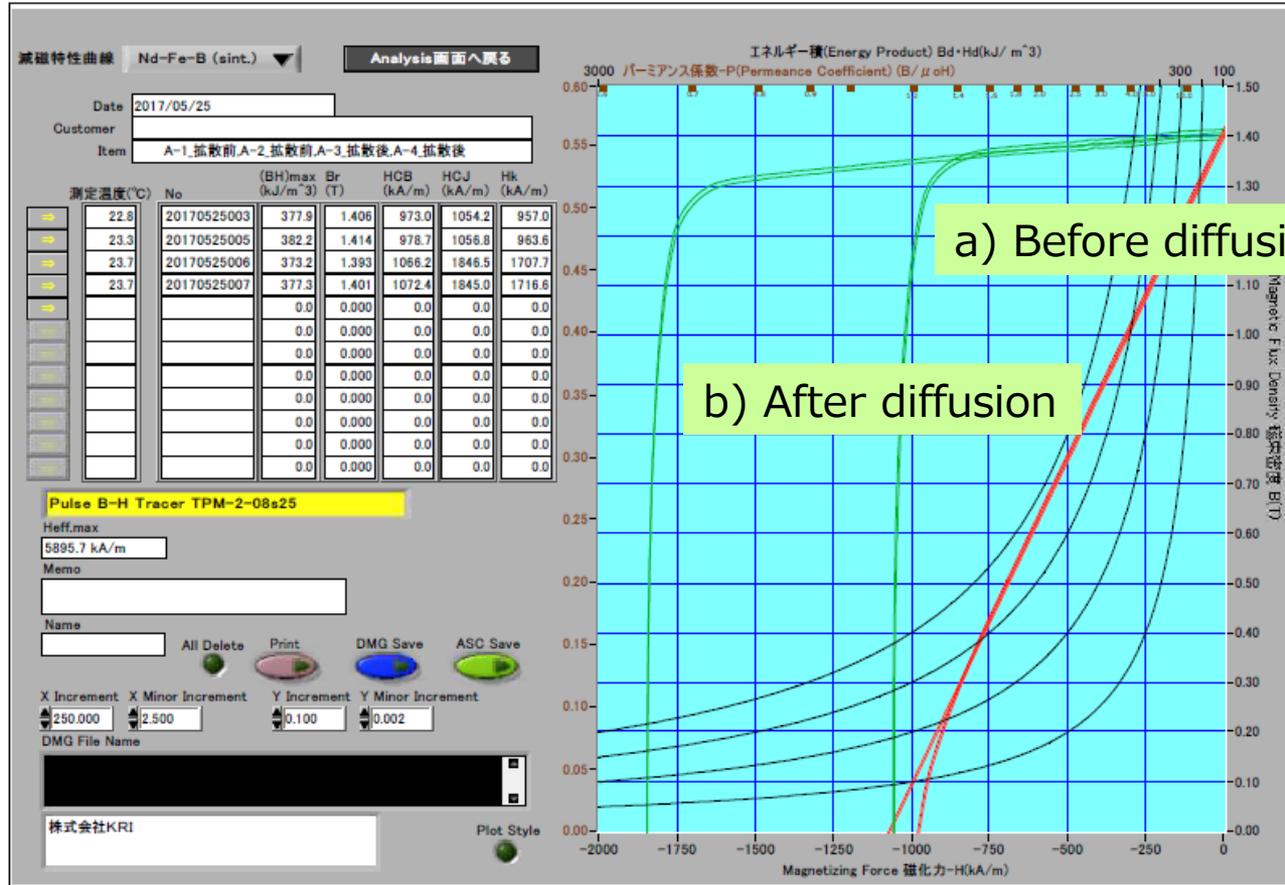
B-1~B-4_減磁曲線



粒界拡散磁石の磁気特性

T b 拡散磁石の一例

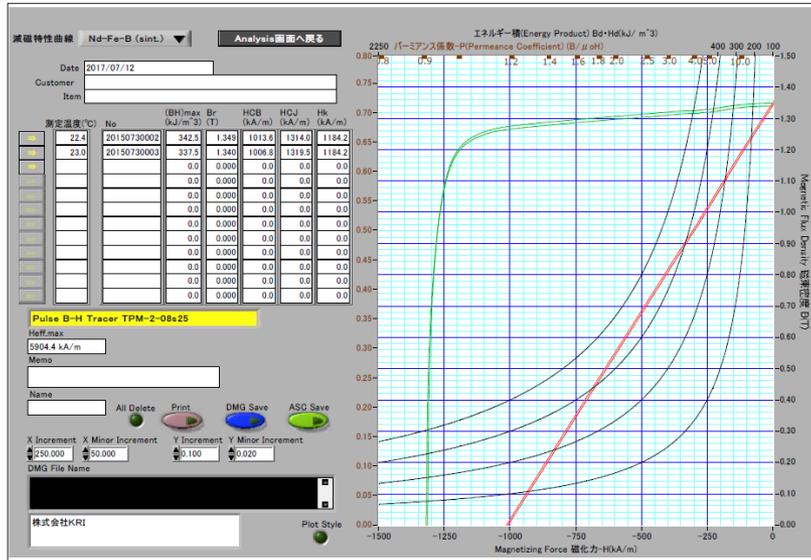
a) 拡散前 (n=2) b) 拡散後 (n=2)



約0.8MA/m (10 kOe) の大幅なHcJ上昇

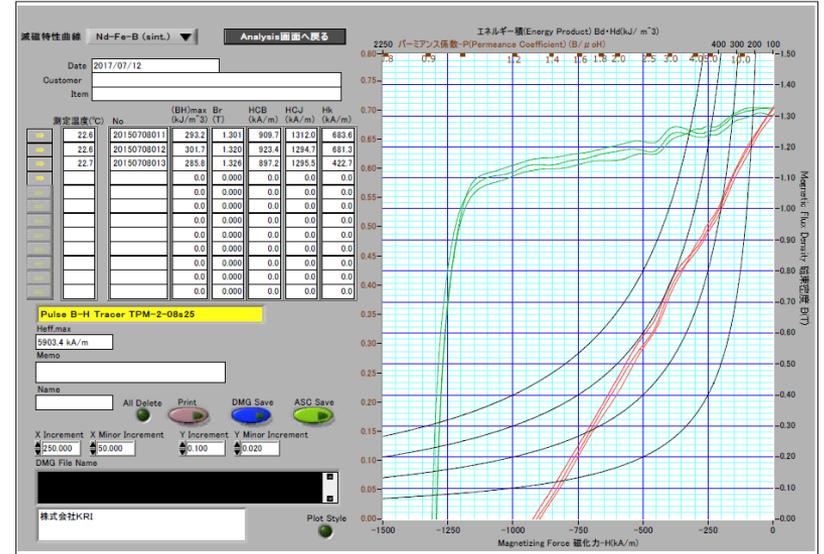
	拡散前	=>	拡散後
Br	1.414T(14.14kG) => 1.393T(13.93kG)		
HcJ	1.057MA/m(13.280kOe) => 1.847MA/m(23.204kOe)		

粒界拡散磁石の磁気特性

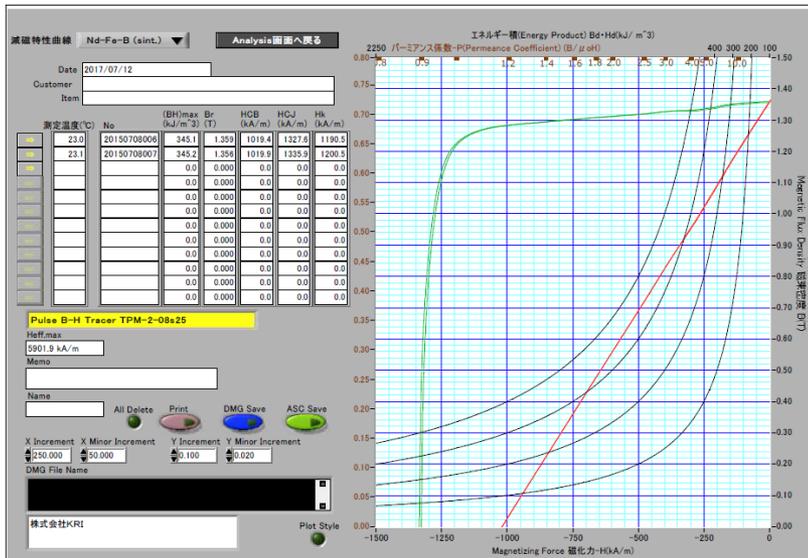


7mm立方体

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



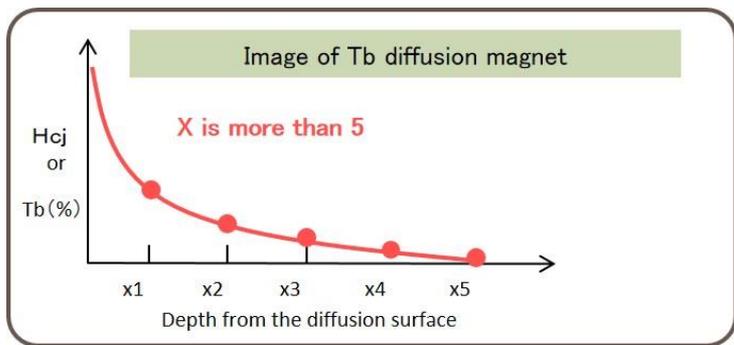
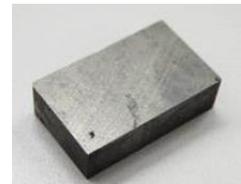
1.3mm立方体



5mm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- 2015.6実績)
 課題 ; 角形性Hk評価

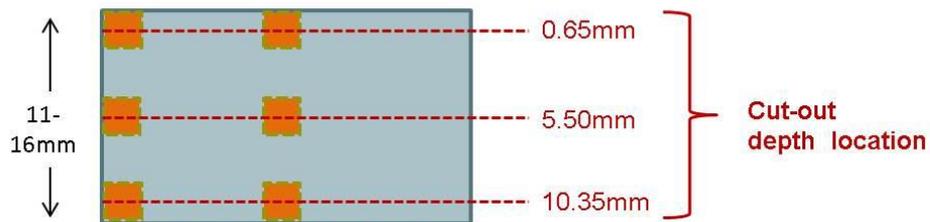
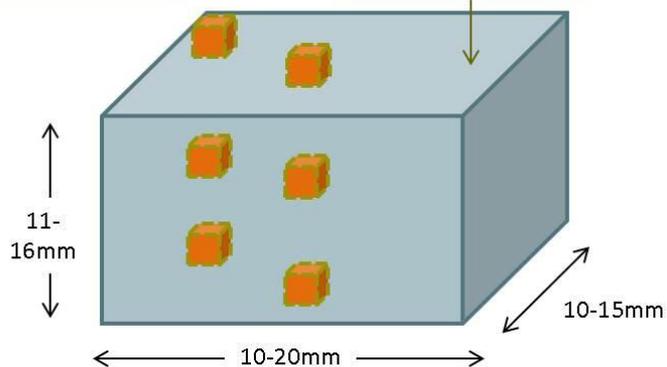
拡散磁石の試験片サンプリング法



<Three depth sampling>

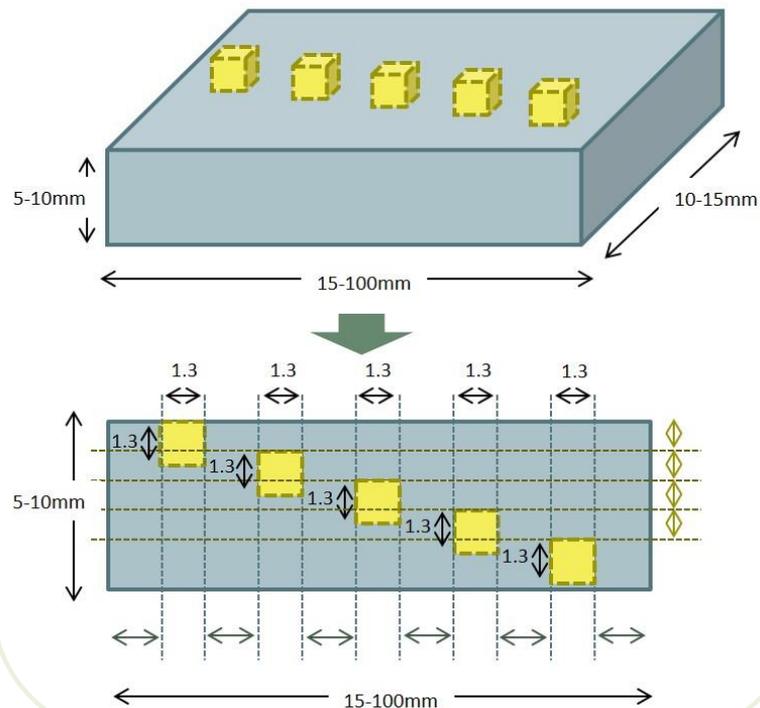
Cross section

Diffusion surface

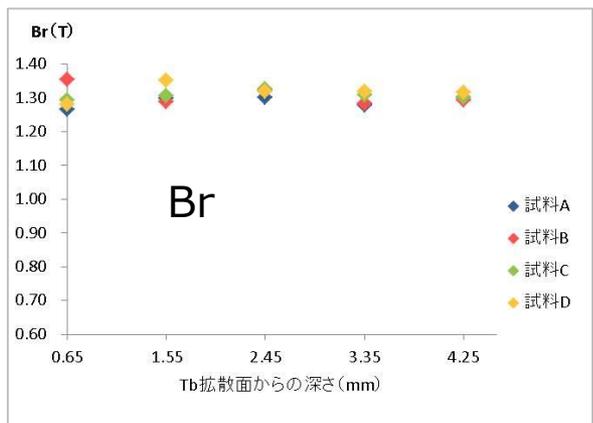


<Five depth sampling>

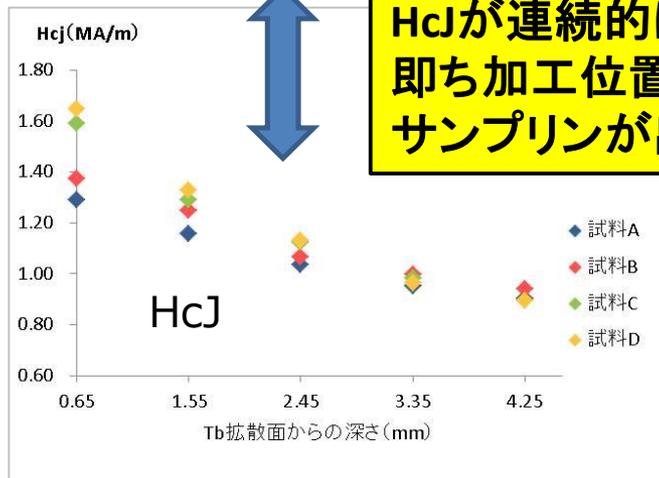
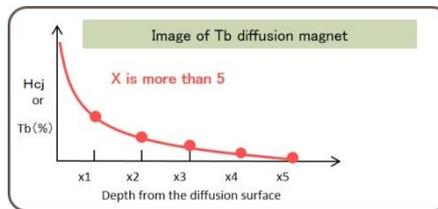
Cross section (c-axis)



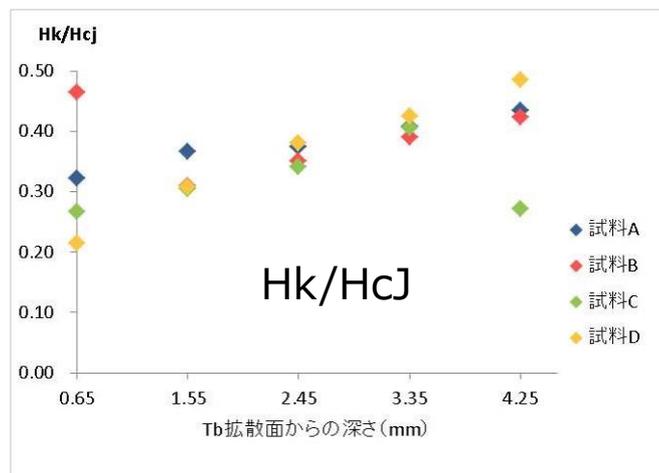
拡散磁石のFive depth法結果例



Tb拡散面からの深さ(mm)



**Hcjが連続的に変化している
即ち加工位置が精度良く
サンプリングが出来ている**



Tb拡散面からの深さ(mm)

<結論>

Five depth 法で拡散磁石の深さ方向磁気特性評価法が確立が出来た。
今後モータ、自動車ユーザ向け磁場解析データベースとして提供出来るものと考えている

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)

市販焼結Nd磁石のMFM観察例

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

試料寸法； 10X10X6mm (pc=1.43)

観察面； c面

倍率； 20 μm 視野、50 μm 視野

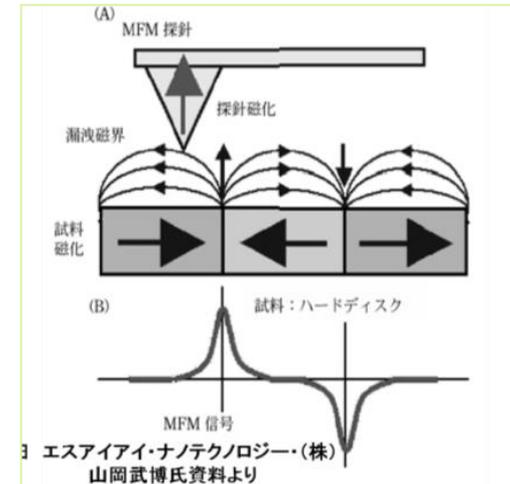
測定手順；

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

観察視野はランダム



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・インストゥルメンツ株式会社

特徴；

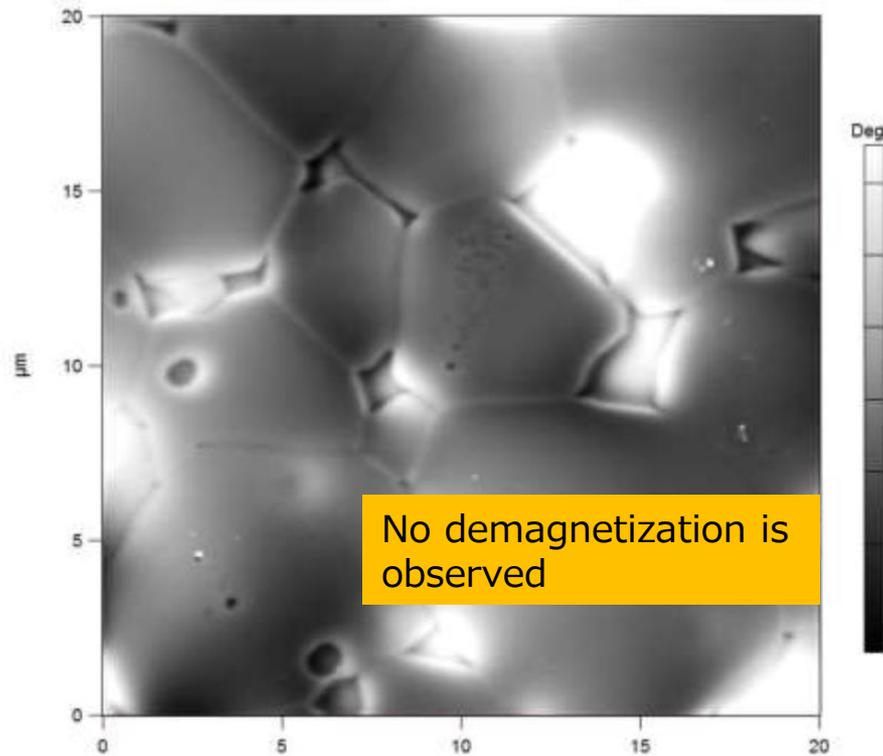
1. 高感度
2. 磁場可変； $H_{\text{max}} = \pm 0.8 \text{ Tesla}$
3. 温度可変； 室温 から 250 °C
4. 雰囲気； 大気中
5. 試料状態に合わせて非常に細かいパラメータ設定が必要



MFM-9 (予稿集a)

TP-B4-18

<MFM像>



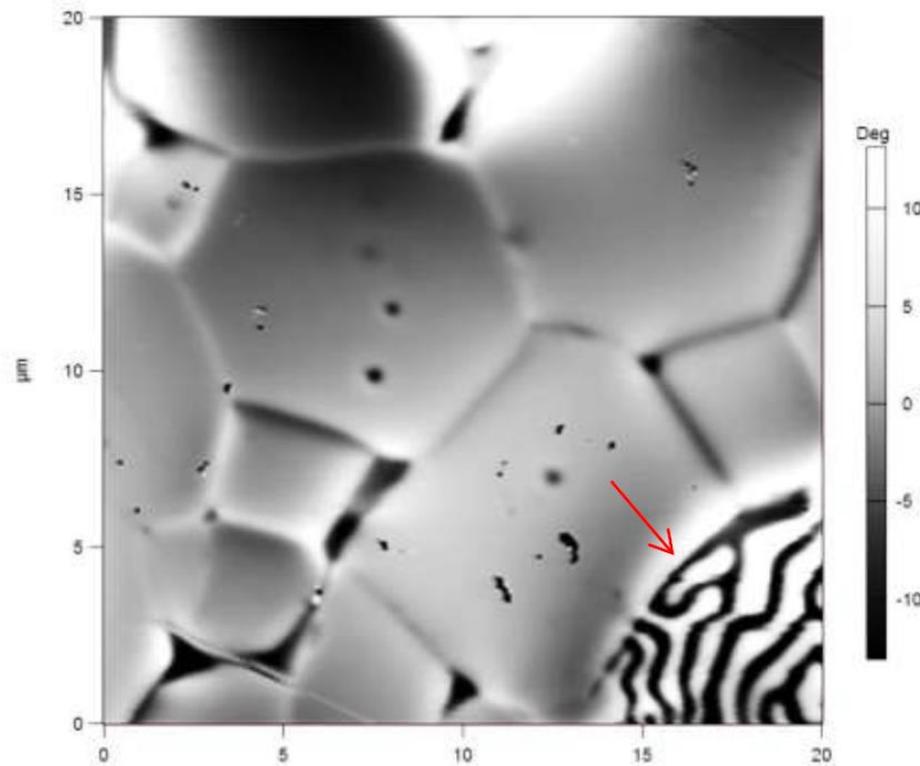
Magnetized at 8T

フル着磁
20 μm □

MFM-8 (予稿集b)

TP-A1-3

<MFM像>



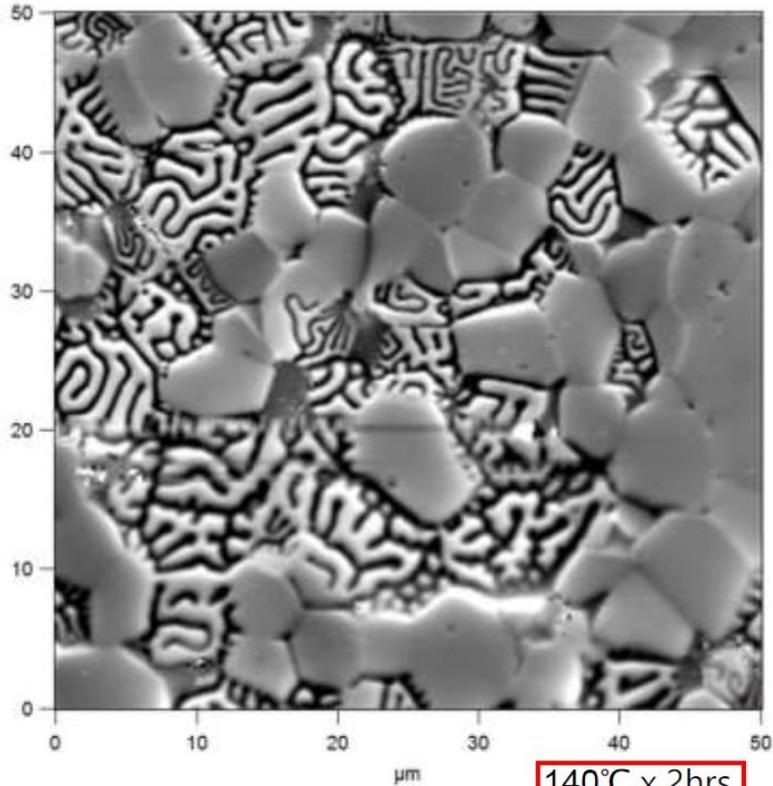
Demagnetized grain
after 8 T magnetized

フル着磁
20 μm □

MFM-7 (予稿集c)

<MFM像>

TP-A1-6

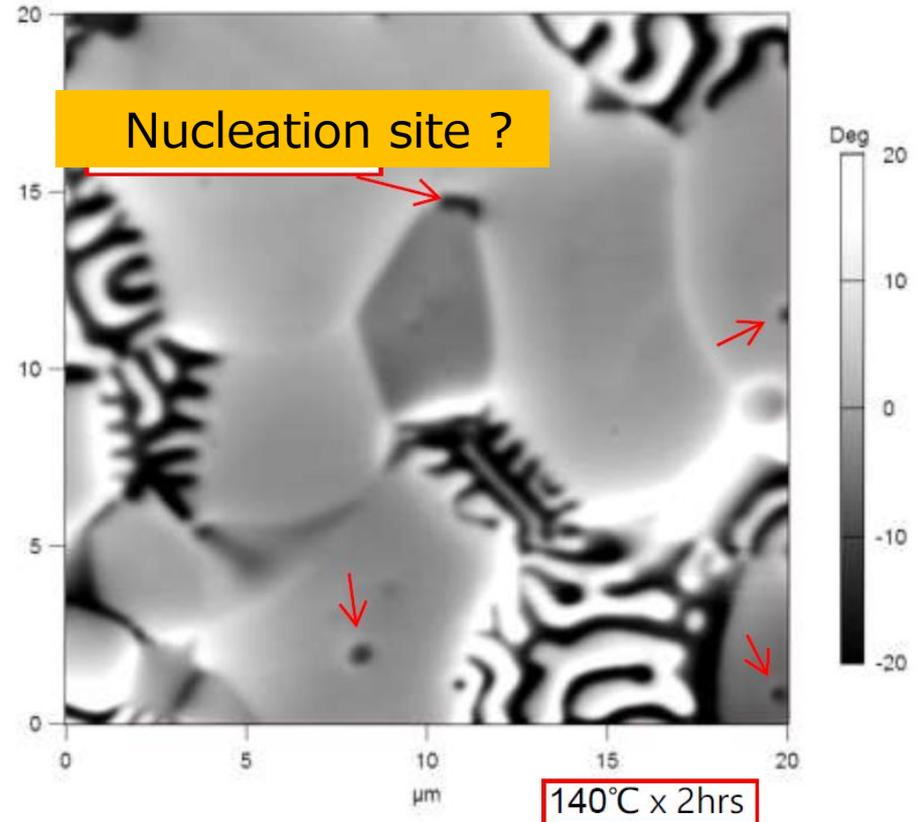


140°C熱脱磁
50μm□

MFM-6 (予稿集d)

<MFM像>

TP-B4-25

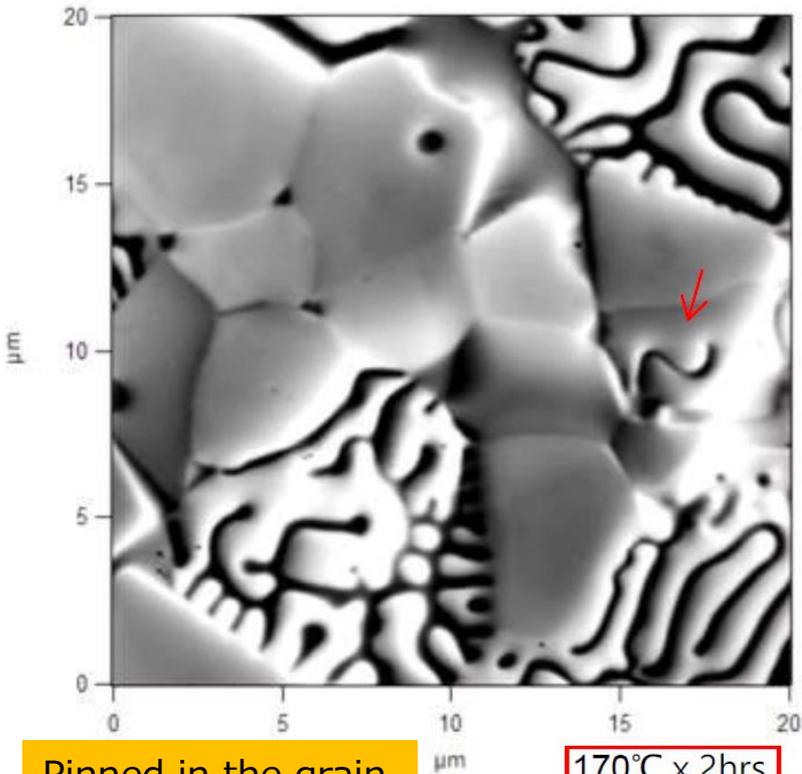


140°C熱脱磁
20μm□

MFM-1 (予稿集e)

TP-B4-29

<MFM像>



Pinned in the grain
(red arrow)

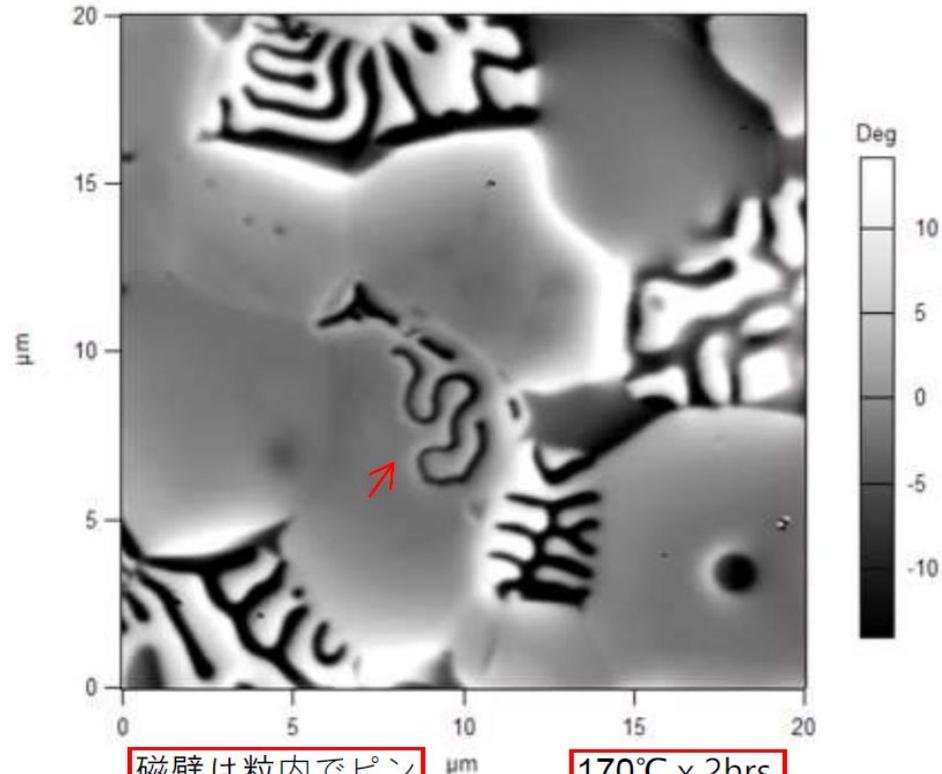
170°C x 2hrs

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

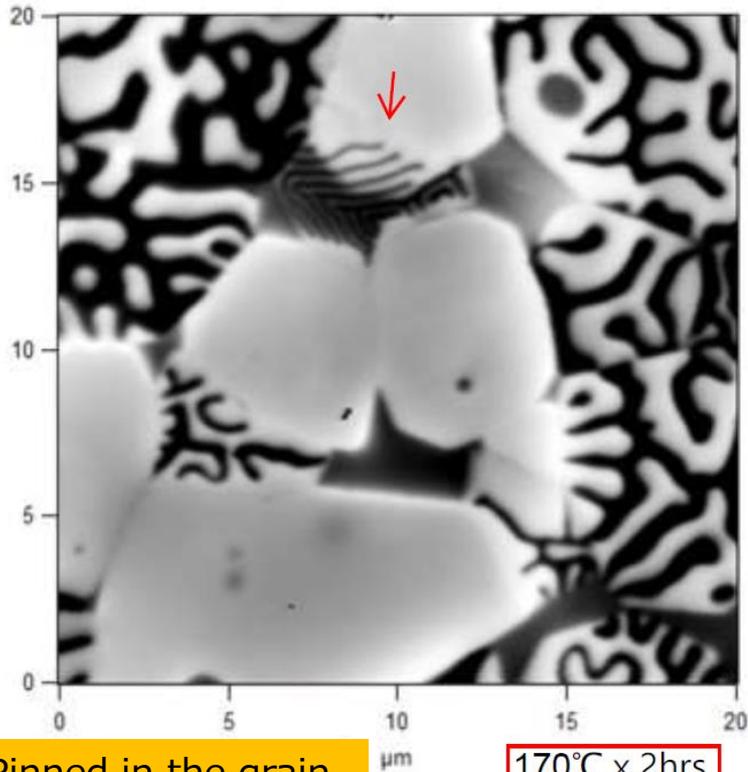
Pinned in the grain
(red arrow)

170°C熱脱磁
20μm□

MFM-2 (予稿集g)

TP-B4-30

<MFM像>



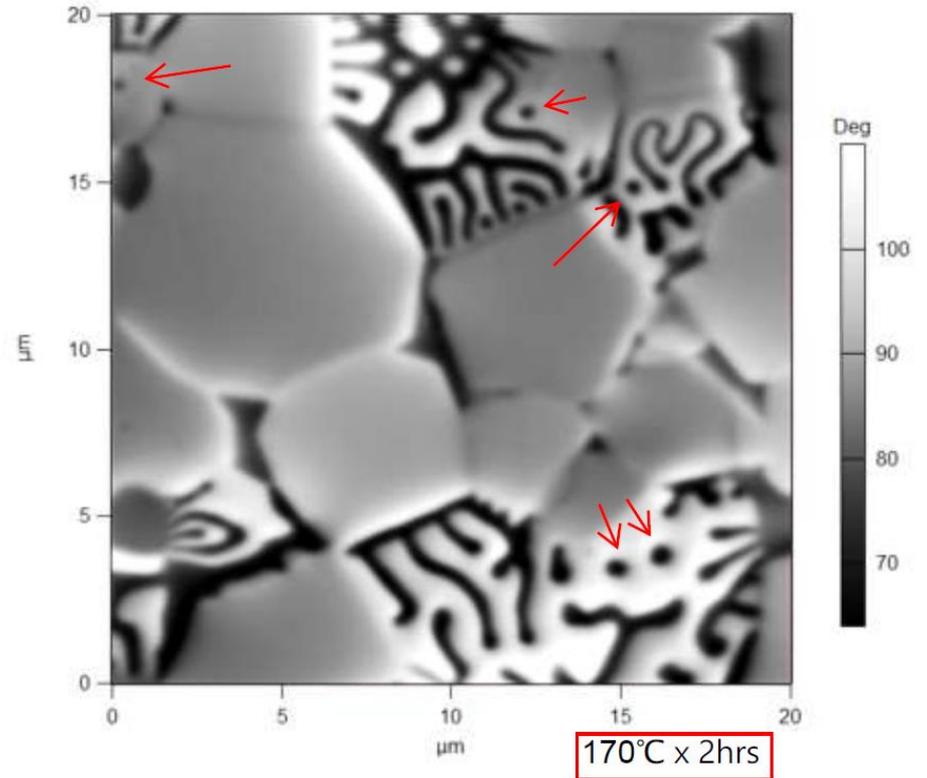
Pinned in the grain
(red arrow)

170°C熱脱磁
20μm□

MFM-5 (予稿集i)

TP-A1-9

<MFM像>



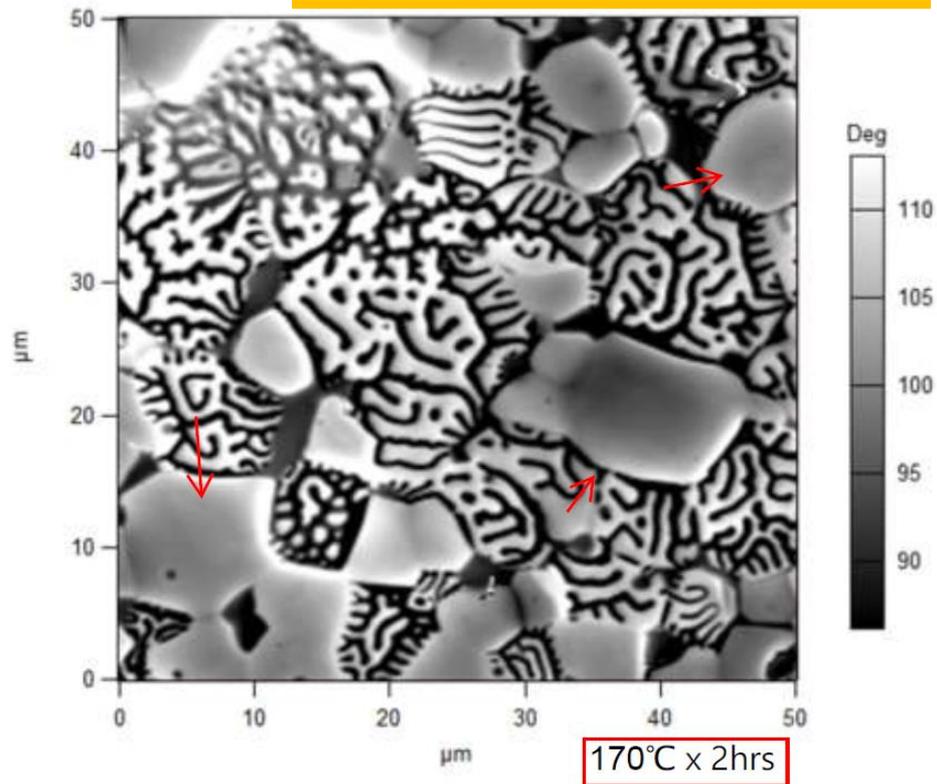
170°C熱脱磁
20μm□

MFM-5 (予稿集h)

TP-B4-27

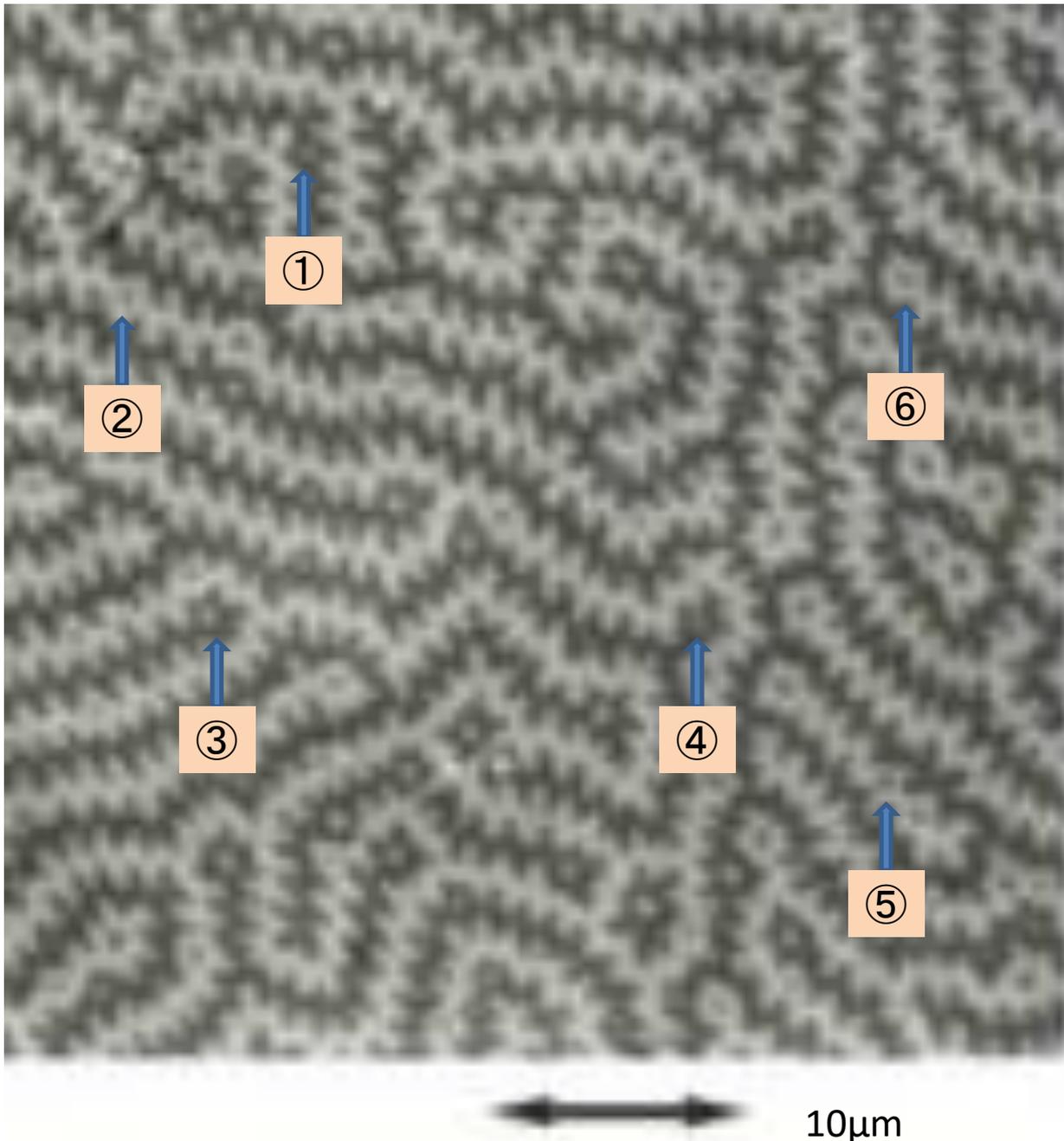
<MFM像>

Large grains still magnetized



170°C熱脱磁
50μm□

Nd₂Fe₁₄B単結晶

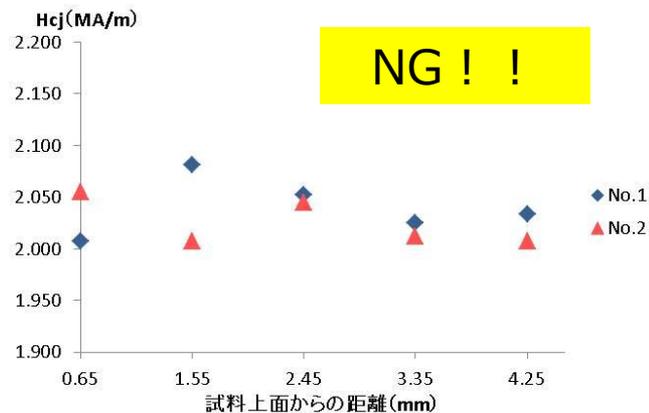


バブル径	
①	0.68μm
②	0.56 μm
③	0.67 μm
④	0.51 μm
⑤	0.43 μm
⑥	0.54 μm

10μm

1.3mm角拡散微小磁石の評価方法の種々検討

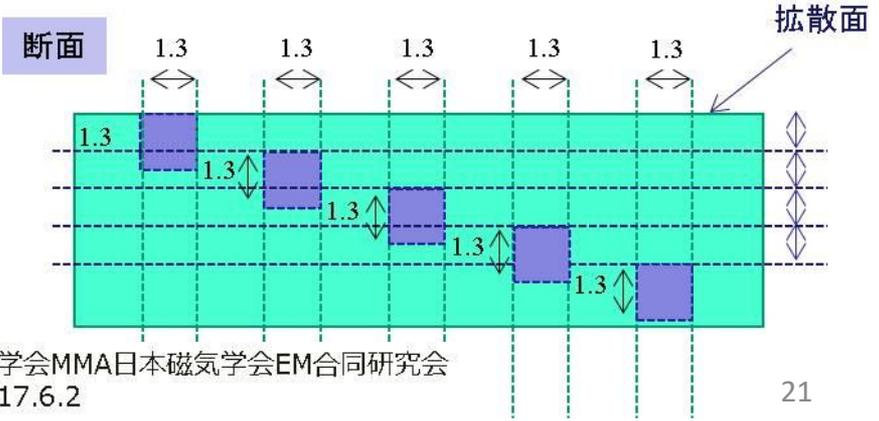
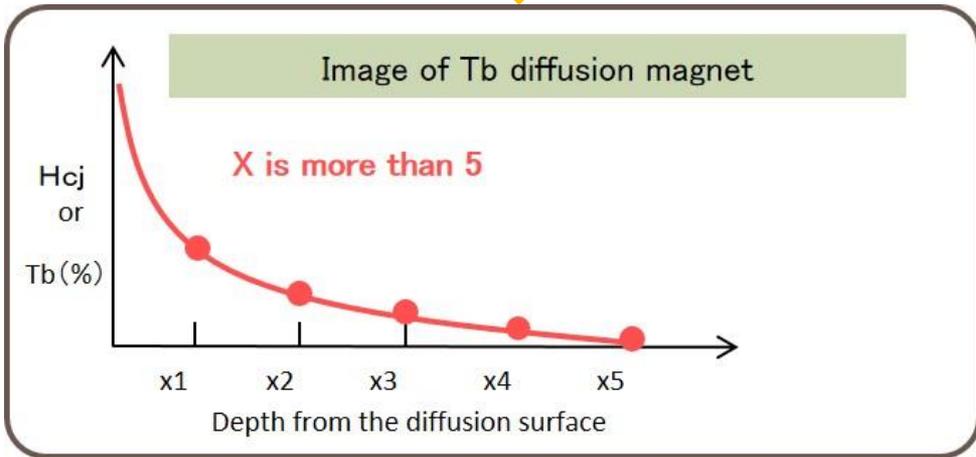
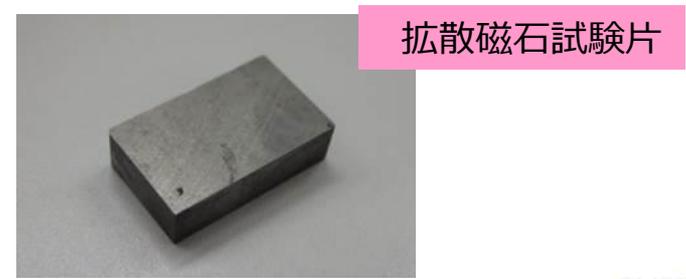
加工方法検討



加工予備検討当時
 拡散磁石にもかかわらず、
 妥当な“拡散曲線”が得られず
NG!!



“カスケード法”によるTP作成検討



拡散曲線のイメージ図

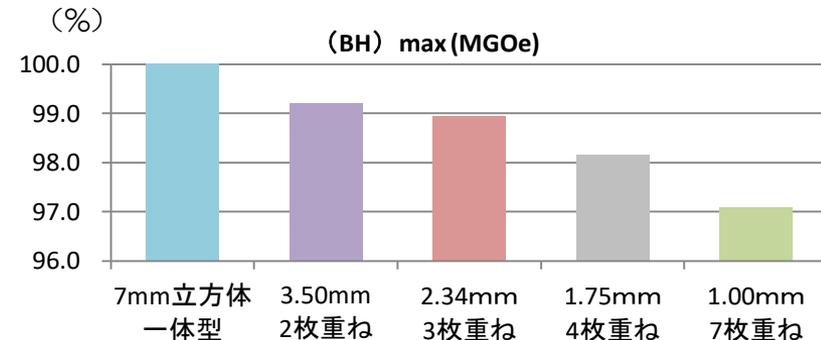
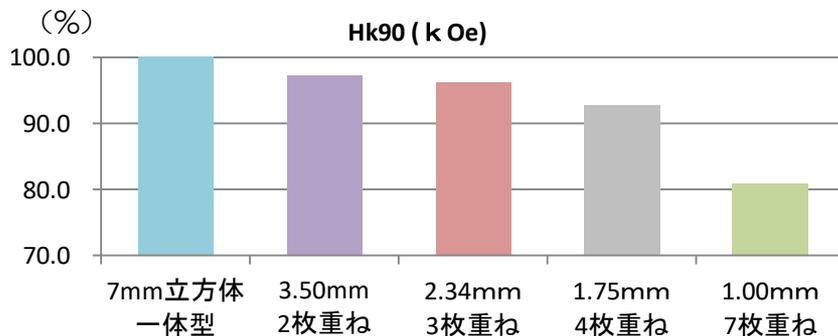
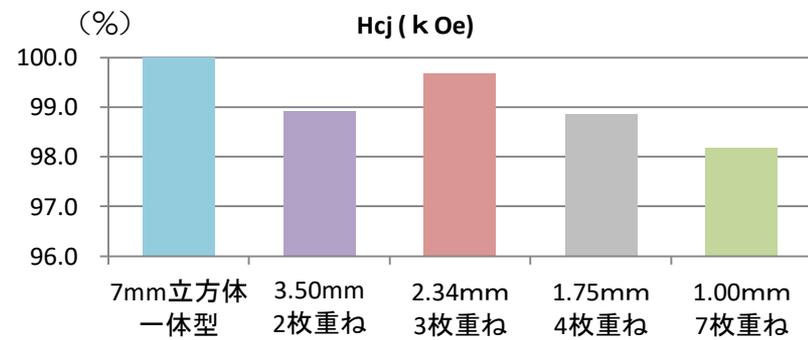
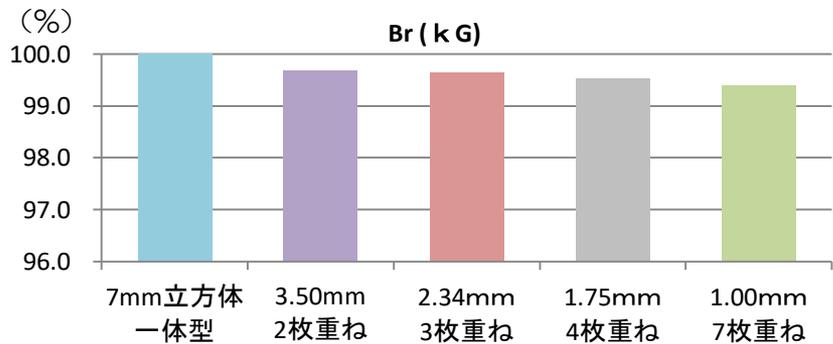
12. 参考

Nd磁石の重ねあわせ条件によるデータ値の違い

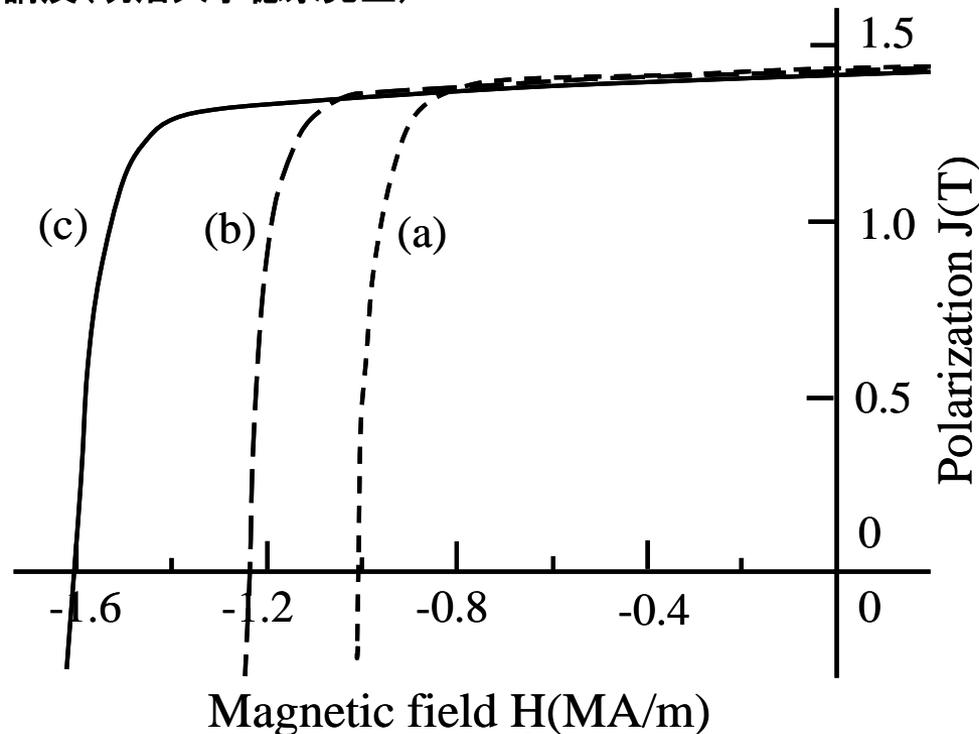
		Br (T)	Hcj (MA/m)	Hcb (MA/m)	(BH) max (kJ/m ³)	Hk90 (MA/m)	Hk95 (MA/m)
No.1	7mm立方体 一体型	12.67	20.72	12.02	37.60	18.32	11.62
No.2		12.66	20.71	12.02	37.60	18.39	11.87
No.3	3.50mm 2枚重ね	12.64	20.52	11.94	37.30	17.84	10.40
No.4		12.61	20.46	11.94	37.30	17.87	11.19
No.5	2.34mm 3枚重ね	12.60	20.60	11.86	37.10	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



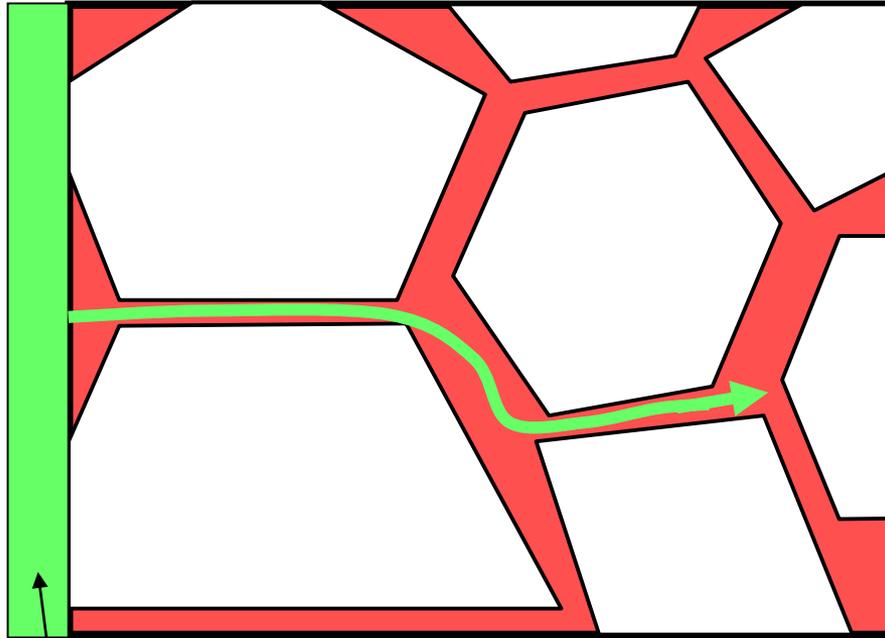
* 2012年KRIワークショップ講演(明治大学徳永先生)



- (a) 拡散処理前のNd-Fe-B
- (b) DyF₃を用いた拡散処理後
- (c) TbF₃を用いた拡散処理後

試料形状: 4x4x2(mm),
拡散処理: 850°Cx7h

粒界拡散



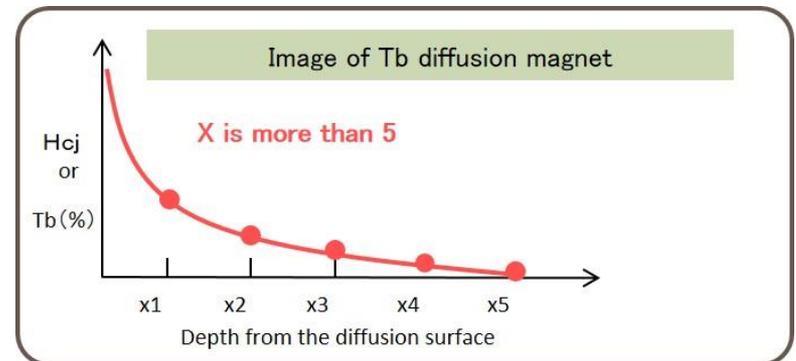
拡散させるDyやTb含有化合物の層

1.メタル:スパッタリング、蒸着

2.フッ化物: DyF_3 , TbF_3

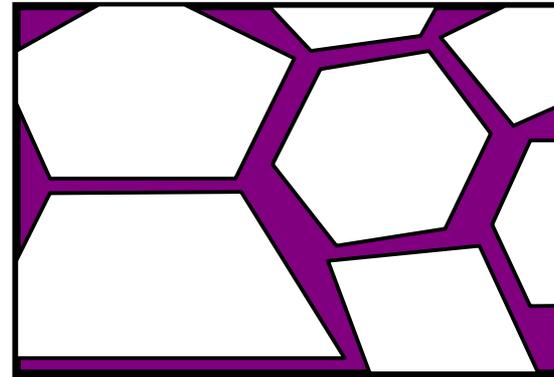
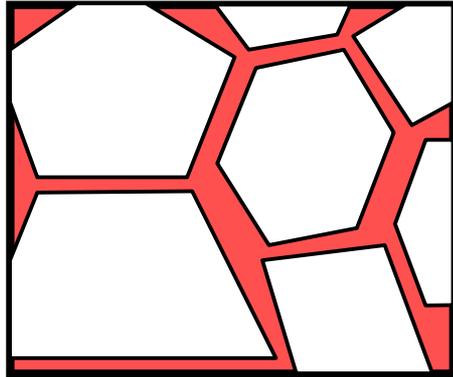
3.酸化物: Dy_2O_3 , Tb_4O_7

逆磁区が発生する
主相表面のみに
Dyを局在化させる



粒界拡散の様子(模式図)

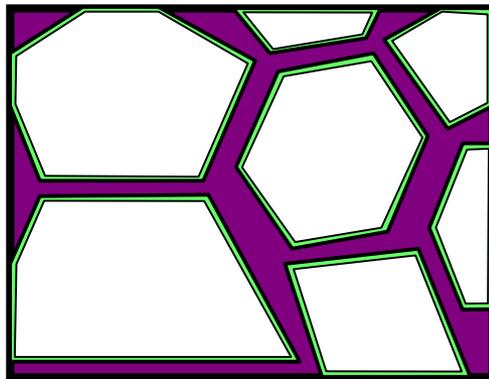
a) 拡散前



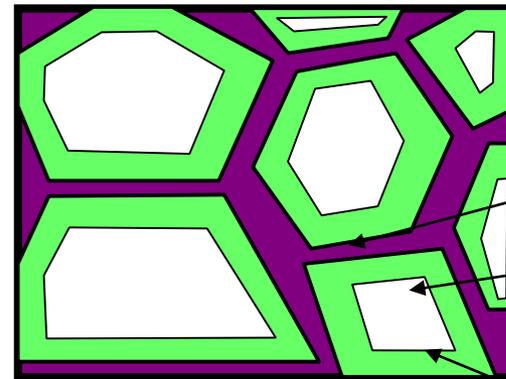
拡散前

(粒界のみに拡散, 現実にはありえない)

b) 拡散後



粒界拡散と粒内拡散の
割合が良好な場合(粒内拡散小)



粒界拡散と粒内拡散の
割合が良くない場合(粒内拡散が大)

主相

主相にDyが
拡散した部分

粒界