

Nd-Fe-B 異方性ボンド磁石の開発

Development of Nd-Fe-B Anisotropic Bonded Magnets

向井俊夫*⁽¹⁾ 坂本広明*⁽¹⁾ 稲熊 徹*⁽²⁾ 奥村直樹*⁽³⁾
 Toshio MUKAI Hiroaki SAKAMOTO Toru INAGUMA Naoki OKUMURA

抄 録

超急冷 Nd-Fe-B 粉末を異方性化する方法としてパック圧延法を提案し、工業化可能規模で高特性の異方性粉末を得るのに成功した。又、得られた粉末を磁場中で成形する技術を確認した。使用形態として最も多いラジアル異方性のリング磁石で $(BH)_{max} = 16 \text{MGOe}$ の特性を得、モータ実装評価で既存磁石に対する優位性を立証した。

Abstract

Developing a packed rolling method for making the rapidly quenched Nd-Fe-B powder anisotropic, success has been achieved in producing an anisotropic powder with excellent properties on a commercial basis and a technique for molding the powder thus obtained in a magnetic field has been established. Applying this powder to radially-oriented ring magnets which are now in extensive use, $(BH)_{max} = 16 \text{MGOe}$ was obtained. The advantage of these magnets over the conventional magnets has been proved through on-circuit test in motors.

1. 緒 言

希土類磁石は、1983年の Nd-Fe-B 系磁石の発明、その実用化により急速にその市場を伸ばしてきた。これは、エレクトロニクス産業の急成長時代にタイムリーに開発がなされたためである。1991年実績で、Sm-Co 磁石を含めた焼結磁石の生産額は522億円、ボンド磁石のそれが90億円である¹⁾。最近の傾向として、全希土類磁石に占めるボンド磁石の比率が伸びている。これは、超急冷 Nd-Fe-B 粉末の樹脂ボンド磁石(等方性)が小型モータを中心に数多く使用されるようになったからである。図1に主な希土類磁石の形状と用途を示す。ボンド磁石は樹脂分だけ磁気特性が下がるが、薄肉、小物の部品を作るのに向いている。特に、磁石の半径方向に異方性を持つ薄肉の磁石は、焼結法では製造困難とされている。

ボンド磁石は磁石粉末を樹脂バインダーで成形したものである。現在使用されている Nd-Fe-B 系ボンド磁石は、超急冷法で作製した粉末をそのまま樹脂と混合し、プレス成形することによって作成されている。そのために、磁気的には等方で、特性の指標である最大エネルギー積 $(BH)_{max}$ は 8~10MGOe である。

近年の電子機器の小型化ニーズにより、より高特性のボンド磁石が要求されている。これを実現するには、使用する Nd-Fe-B 粉末を異方性化し、磁場中で方向を揃えてプレス成形すればよい。粉末の異方性化は、過去にホットプレス・据え込み加工法^{2,3)}により試みら

れたが、生産性の点で解決すべき問題が多いと思われる。著者らは、より経済的に異方性粉末を得る手段としてパック圧延法を提案した⁴⁾。当初問題であった異方性粉末の熱安定性についても、Cu 添加により解決した。又、得られた磁石粉末の磁場配向性⁵⁾、成形ボンド磁石の特徴⁶⁾についても研究を行ってきている。

本稿は、著者らが行ってきた異方性粉末の開発から成形までの一連の研究結果を紹介すると共に、特定の小型モータで開発磁石の実装評価を行った結果を示す。

	焼結磁石	ボンド磁石
代表的な製品と用途	$(BH)_{max} : 25 \sim 45 \text{MGOe}$ VCM 用 	$(BH)_{max} : 4 \sim 15 \text{MGOe}$ ステッピングモータ用
	産業モータ用 	小型スピンドルモータ用
	AV 機器モータ用 	

図1 希土類磁石の棲み分け

*⁽¹⁾ 技術開発本部 先端技術研究所 機能材料応用研究部 主任研究員 工博

*⁽³⁾ 技術開発本部 先端技術研究所 機能材料応用研究部 部長 工博

*⁽²⁾ 技術開発本部 先端技術研究所 機能材料応用研究部 研究員

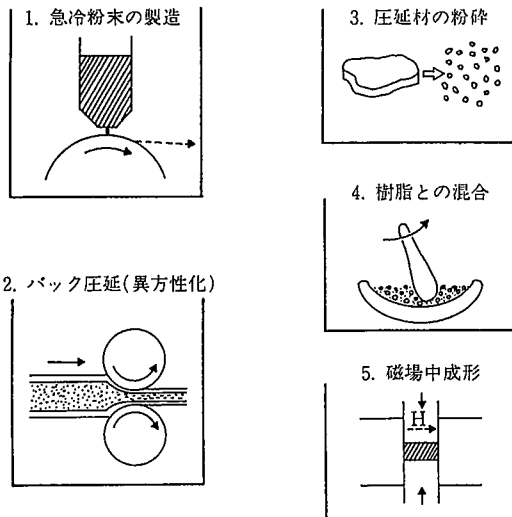


図2 Nd-Fe-B異方性ボンド磁石の製造プロセス

2. 製造プロセス

粉末製造から成形まで、著者らが検討した異方性ボンド磁石の製造プロセスを図2に示す。超急冷によってフレーク状のNd-Fe-B薄帯を作成した。この薄帯を鉄製容器に真空パックする。薄帯の充填密度はプレス操作により $5\text{g}/\text{cm}^3$ 程度にあげることができる。真空パックしたものを 700°C で圧延する。これがパック圧延であるが、バッチ当たり 50kg (実機規模)の処理技術を確立している。

得られた圧延材は薄帯がバルク化しており、再度粉碎する必要がある。この粉碎に際しては、後述する様に磁場配向性の良い粉末が得られるように粉碎法を選択した。次に、粉末と樹脂(熱硬化性)とを混合し、コンパウンドを作製する。樹脂の添加量は $2\sim 4\text{ wt}\%$ である。金型へ入れたコンパウンドに磁場を印加し、磁石粉末の個々の粒子の磁化容易軸方向を磁場方向に揃え、プレス成形する。プレス圧は $4\sim 8\text{ tf}/\text{cm}^2$ である。成形体に $100\sim 120^\circ\text{C}$ で硬化処理をしてボンド磁石は出来上がりである。成形ボンド磁石の密度は $5.8\sim 6.2\text{g}/\text{cm}^3$ (合金の真密度の約 80%)である。ボンド磁石はネットシェイプ成形され、後加工は必要としない。

以下、パック圧延と磁場中成形について開発内容につき詳細に述べる。

3. パック圧延異方性化

(1) 異方性化過程

超急冷法によって作製したNd-Fe-B薄帯は、 $50\sim 100\text{nm}$ の微細な $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_7$ 化合物の無配向結晶粒からなる。原子百分率で $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{90}\text{B}_6$ 近傍(Ndリッチ)の組成では、超急冷薄帯の粉末は 700°C でのホットプレスにより短時間で固化可能であり、更にその温度で塑性変形を加えることにより結晶配向が可能であることが知られている²⁾。 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_7$ 化合物は、c軸方向に磁化容易軸を持つ正方晶化合物であるが、塑性変形によって個々の結晶粒のc軸の方向が圧縮応力方向に揃う現象が起こる。この現象が圧延過程で起こるならば、c軸が圧延圧下方向に配向したNd-Fe-B圧延板が得られるはずである。

写真1に示すように、パック圧延によって超急冷薄帯は固化し、塑性変形を受けて厚さが薄くなっている。著者らは、圧延率として薄帯の厚さ減少率を実測し、それに対する密度及び配向度の変化を

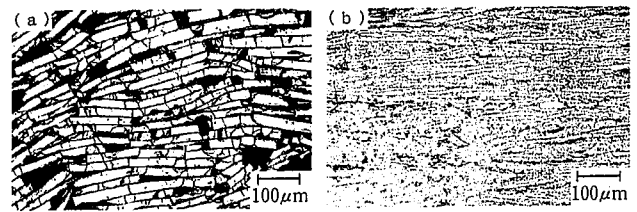
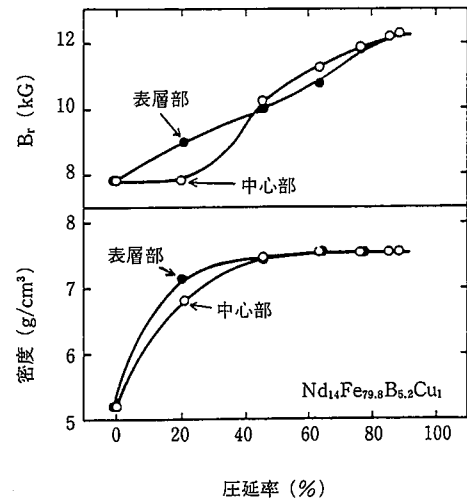


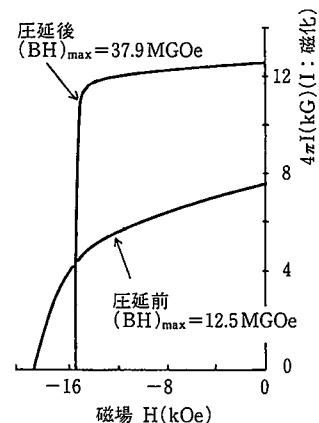
写真1 圧延による超急冷薄帯の高密度化と厚さ減少

図3 パック圧延途中段階の密度と板厚方向の B_r

圧延材の表層部と中心部に分けて詳細に調べた⁷⁾。

図3にその結果の概要を示す。圧延率を高めていくと、まず表層部の粉末の密度が上がり、中心部の密度上昇が遅れるのがわかる。圧延率が 50% を越えると圧延材全体がほぼ合金の真密度に達する。c軸の配向度の圧延率による変化を調べるために圧延材の各部位で残留磁束密度 B_r を測定した。結果は図3に見られるように、密度が先に高くなる表層部において B_r も先に高くなった。 80% 以上圧延することにより、圧延材の部位によらず 12kG 以上の高い B_r (配向度にして 80% 以上)を得ることができた。

図4に圧延前の粉末の特性と 88% 圧延後のそれを示す。 $(BH)_{\text{max}}$ としては圧延前のその約3倍の値(37.9MGOe)が得られた。この値

図4 圧延前と 88% 圧延後の減磁曲線

はホットプレス・ダイアセット法(HD法)により得られる値⁹⁾と同等の値であるが、本パック圧延法の特徴は既存のHD法に比べて大量処理が容易なことである。

(2) 異方性粉末の熱安定性

圧延材はバルク状であるが、割れが入るためにそのままでは磁石としては使えない。従って、再度粉碎し、樹脂で結合してボンド磁石として使うことになる。ここでいう異方性粉末とは結晶配向したバルク圧延材を粉碎したものを指す。

さて、異方性粉末は開発当初から熱安定性が問題になっていた。磁石は温度を上げて又下げる操作を行うと一般には元の強さには戻らない。これを不可逆減磁というが、Nd-Fe-B異方性粉末の場合これが大きい。その原因としては、塑性変形による異方性化過程で結晶粒が粗大化するためと考えられている。著者らは、この問題を解決するためにNd-Fe-B系への添加元素を検討し、Cuが有効であることを見いだした。

不可逆減磁率は保磁力が高いほど小さい。Cu添加によって圧延材の保磁力が向上する。図5に圧延後の保磁力(H_c)と、その熱処理による変化を示す。特徴的なことは、Cu無添加材では熱処理温度が上がるにつれて保磁力が単調に下がるのに対し、Cu添加材では500~700°Cで保磁力が上がることである。著者らは、示差熱分析法による解析から、CuNdとNdの低融点二元共晶が粒界に形成していて、これが500°Cで溶けることによる粒界の平滑化が保磁力上昇の原因と考えている⁴⁾。

図6に異方性粉末のボンド磁石の不可逆減磁率を示す。保磁力の向上に対応してCu添加材の不可逆減磁率が小さくなっている。又、熱処理による保磁力の増減も不可逆減磁率の大小となって反映されている。Cu添加材では熱処理によって保磁力の制御が可能であり、耐熱温度として120~160°Cを確保することができる。この耐熱温度であれば、一般OA、FA用モータに適用可能である。

写真2に圧延材の微細組織を透過電子顕微鏡で観察した結果を示す。微細なNd₂Fe₁₄B₁結晶粒は圧延によって扁平になっている。その大きさはCu添加材において格段に小さく、結晶粒の最大長の平均で0.13μmである。この結晶粒の微細化が保磁力の向上並びに保磁力

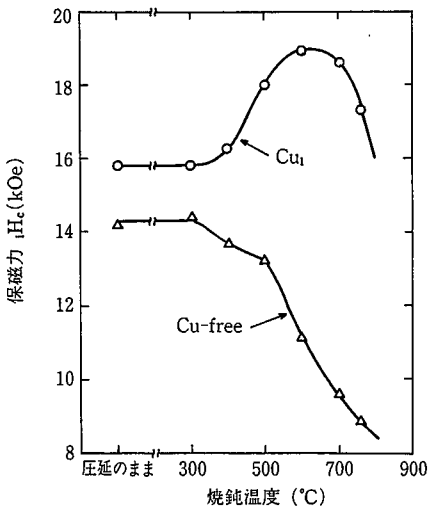


図5 圧延材の保磁力の焼鈍による変化
Cu-free : Nd₁₄Fe₈₀B₆
Cu₁ : Nd₁₄Fe_{79.8}B_{5.2}Cu₁

の温度係数の減少(すなわち不可逆減磁率の低下)に大きく寄与していると思われる。ここで、保磁力の温度係数は、1 at% Cu添加材で-0.48%/°C、Cu無添加材で-0.60%/°Cである。

4. 磁場中成形

異方性粉末は樹脂と混合し、磁場中でプレス成形する。図7に示すように、磁場中成形様式には磁場方向(H)とプレス方向(P)が直角である横磁場成形、磁場方向とプレス方向が平行である縦磁場成形、及び磁場印加方向がプレス方向に対して直角に放射状に広がるラジアル磁場成形

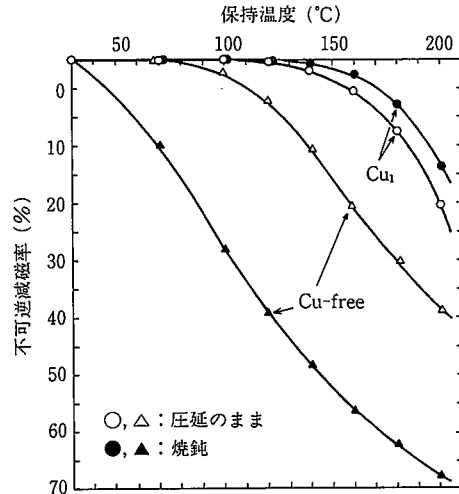


図6 不可逆減磁率の温度変化(パーミアンス係数:2)

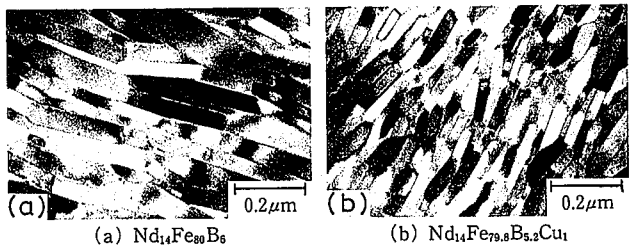


写真2 圧延材の微細組織

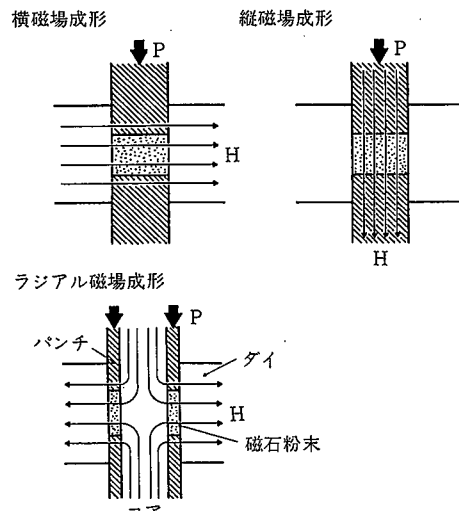


図7 磁場中成形の3様式

アル磁場成形がある。磁石部品の形状と要求特性に応じて磁場成形方式を変える必要がある。小型モータ用途に最もニーズの高い磁石は、リング状もしくは円筒状で、半径方向に粉末を配向させた磁石(いわゆるラジアル異方性ボンド磁石)である。以下、本開発粉末の磁場中成形で得た新しい知見を紹介する。

(1) 粉末粒子の形状の影響

粉末に磁場を印加すると、個々の磁石粒子は磁場の力で回転し、そのc軸方向を磁場方向に向けるように配列する。磁場中成形ではその状態でプレスし、粉末の密度を高めるが、高密度化の過程でその粒子の配向度がいくぶん壊される。その程度は粉末粒子の形状によって大きく異なる。

写真3は、二通りの粉碎方法で作製した粉末(粒径<297 μ m)について横磁場成形でボンド磁石を作製し、その断面を観察した結果である。エッチングによって現出される薄帯界面(粒子中のすじ模様)の方向から個々の粉末粒子のc軸の方向を知ることができる。写真下には、その方向を矢印で示したが、粉末Bに比較して粉末Aの矢印の方向の方がよく一方向に揃っているのがわかる。配向度の指標である残留磁束密度にして、粉末Aのボンド磁石の方がBのそれよりも9%高いことがわかっている。ここで、粉末Aは衝撃力を利用する粉砕機により粉砕したもので、粉末Bは剪断力を利用する粉砕機で粉砕したものである。粉末Bのほうが扁平な形状の粒子が多いのが特徴である。ラジアル磁場成形の磁場方向とプレス方向の関係は横磁場成形と同じであることから、粉末Aを今後の成形実験に用いることにした。

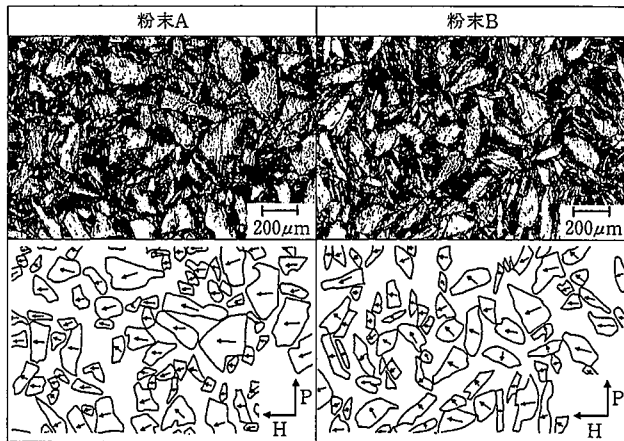


写真3 横磁場成形ボンド磁石の断面組織。個々の粒子中の矢印は磁化容易軸方向を指す。

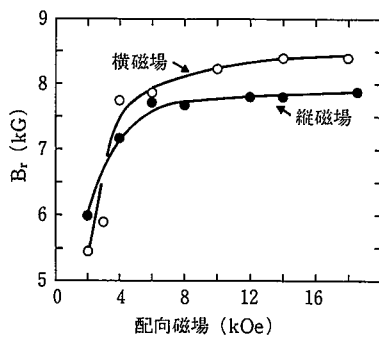


図8 ボンド磁石の B_r の配向磁場依存性

(2) 配向磁場依存性

粉末の磁場配向度は印加磁場の強さによって変わる。図8にボンド磁石の残留磁束密度を印加磁場に対して示す。縦磁場、横磁場双方において2~4 kOe程度の比較的低い磁場でよく配向しているのがわかる。これは、既存の2-17型Sm-Coボンド磁石が磁場配向に強い磁場を必要とするのと対照的である⁹⁾。Nd-Fe-B系の異方性粉末の初磁化の立ち上がり速いのが、比較的低い磁場で配向することの原因である。このことは、次に述べるラジアル磁場成形において有利に働く。

ラジアル磁場は、図7に示したようにコア材の中を通る磁場が反対方向から来る磁場と反発することにより形成される。従って、小径、長尺の磁石を作る場合には強い磁場を得ることができない。磁場強度と金型寸法の間接関係を表すのにラジアルファクター F_r を導入すると便利である⁹⁾。コア径をa、ダイの内径をb、ダイの高さをhとすると

$$F_r = 2bh/a^2$$

で表される。この式は、反発磁場が通るコアの断面積でラジアル磁場が到達するダイの内径の面積を割ったものである。従って、 F_r は磁場の発散度を表したもので、 F_r が1から2に増加することによりラジアル磁場は半減する。

図9に、3種の金型で測定した磁場強度とその磁場のもとで作製したボンド磁石の特性を F_r に対して示す。ボンド磁石の特性 $(BH)_{max}$ は F_r の増加と共に減少するが、 F_r が2以下であれば15MGOe以上の値を得ることができる。図10に、 F_r が1.9の場合のNd-Fe-Bラジアル異方性ボンド磁石の特性を、半径方向、周方向、高さ方向(プレス方向)に測定して示す。半径方向の特性が高く、十分に配向している

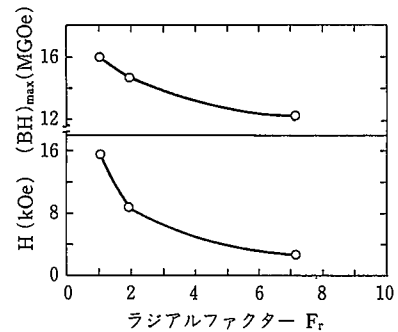


図9 ラジアルファクター F_r と発生磁場(H)及び成形磁石の $(BH)_{max}$ の関係

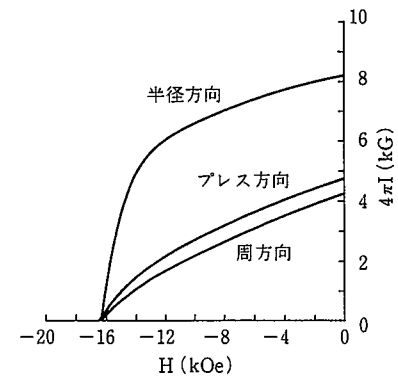


図10 ラジアル配向ボンド磁石($F_r=1.9$)の減磁曲線

のがわかる。

従来の2-17型 Sm-Co ボンド磁石は、小径、長尺の物では磁場配向が十分でなく、高い特性を得ることができない場合があった。Nd-Fe-B系の異方性粉末の適用によりその問題は軽減され、より広い範囲のサイズの磁石で高特性のボンド磁石が提供可能になると思われる。

5. モータ実装評価

コンピュータ周辺機器に用いられるモータに小型・薄型化要求が高まっている。ここでは、3.5インチのフロッピーディスクドライブ(FDD)用のスピンドルモータに本開発のボンド磁石を適用した結果を示す。図11の構造のスピンドルモータ用の磁石(外径36mm×内径32.5mm×高さ3mm)を試作した。評価に際しては、現在使われている等方性 Nd-Fe-B ボンド磁石及び異方性2-17型 Sm-Co ボンド磁石と比較検討した。

バック圧延法で作製した Nd-Fe-B-Cu 系の異方性粉末をラジアル磁場中で成形し、下記の特性の異方性ボンド磁石を得た。

$$\begin{aligned} \text{開発磁石の特性: } B_r &= 8.4 \text{ kG}, H_c = 10.4 \text{ kOe}, \\ (BH)_{\text{max}} &= 15.9 \text{ MGOe} \end{aligned}$$

この磁石のモータ実装評価結果を、既存の磁石と比較して表1に示す。有効磁束で比較すると、開発磁石では Nd-Fe-B 等方性ボンド磁石よりも21%、Sm-Co 異方性ボンド磁石よりも11%高い。これは、同じ出力のモータを作ろうとする場合には、開発磁石を用いると更

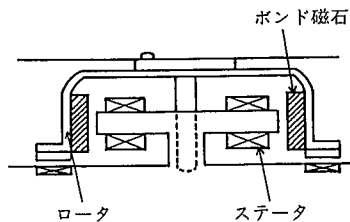


図 11 評価に用いたスピンドルモータ

表 1 FDD 用スピンドルモータでの実装評価結果

使用磁石	有効磁束(Mx) 定格電流(mA)	
Nd-Fe-B 異方性ボンド磁石 (本開発)	689	155
Nd-Fe-B 等方性ボンド磁石	570	171
Sm-Co 異方性ボンド磁石	618	163

に磁石の高さを小さくする(すなわちモータを薄くする)ことができることを意味している。定格電流のみの場合にも本開発磁石では小さくなっており、省電力化に貢献できる。

6. 結 言

Nd-Fe-B 異方性ボンド磁石は、時代のニーズにマッチしているにもかかわらず、未だ実用化されていない。その理由としては、1) 異方性粉末の熱安定性に問題があったこと、2) 低コストの製造方法がなかったこと、更に3) 異方性ボンド磁石の利点が明らかでなかったことが上げられる。本開発においては、1) の熱安定性は Cu 添加により解決し、2) の低コスト化に対してはバック圧延法を提案し、3) に対しては Nd-Fe-B 異方性粉末が低磁場で配向することからラジアル磁場成形に向いていることを示した。最後に、モータ実装評価により、本開発磁石が既存の磁石よりも優れた特性が得られることを示した。

現在、Nd-Fe-B 異方性粉末については、水素を利用したまったく新しい製造方法¹⁰⁾も提案されており、ますます研究が活発になると予想される。Nd-Fe-B 異方性ボンド磁石については、未だコストパフォーマンスが確定しない状態であるので、材料方面からの高性能化、低コスト化と応用面からの用途開発の両面が必要と考える。

7. 謝 辞

モータ実装評価に際して御協力いただいた ㈱三協精機製作所の石川 政幸 氏に感謝の意を表する。

参 照 文 献

- 1) 電子材料工業会資料, 1992
- 2) Lee, R. W. : Appl. Phys. Lett. 46, 790(1985)
- 3) Eshelman, L. J., Young, K. A., Panchanathan, V., Croat, J. J. : J. Appl. Phys. 64, 5293(1988)
- 4) Sakamoto, H., Fujikura, M., Mukai, T. : J. Appl. Phys. 69, 5832(1991)
- 5) Mukai, T., Inaguma, T., Okazaki, Y., Sakamoto, H. : J. Appl. Phys. 70, 6360(1991)
- 6) 稲熊徹, 坂本広明, 向井俊夫: 日本応用磁気学会誌. 16, 139(1992)
- 7) 坂本広明, 向井俊夫: 日本応用磁気学会誌. 16, 147(1992)
- 8) Nozawa, Y., Iwasaki, K., Tanigawa, S., Tokunaga, M., Harada, H. : J. Appl. Phys. 64, 5285(1988)
- 9) 浜野正昭: 日本応用磁気学会第58回研究会資料, 1989, p.67
- 10) Takeshita, T., Nakayama, R. : Proc. of 11th Inter. Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Pittsburgh, 1990, p.49