

高性能ネオジム磁石に添加したレアアース金属原子の可視化に成功

概要

九州大学大学院総合理工学研究院の板倉賢准教授らは、世界最高レベルの磁気特性を有するネオジム磁石^{注1)}において、保磁力^{注2)}を飛躍的に向上させるジスプロシウム元素の置換サイトを直接可視化することに世界で初めて成功しました。これは九州大学超高压電子顕微鏡室（室長：松村晶教授）に設置されている世界最高感度の元素分析 X 線検出器を装備した原子分解能収差補正走査・透過電子顕微鏡^{注3)} JEM-ARM200F により実現したもので、高価で希少なレアメタル^{注4)}を低減した高性能磁石を開発する上で大変重要な知見です。また、ネオジム磁石のような実用金属材料について元素を識別した原子像の取得は世界初であり、学術的にも工業的にも意義ある成果です。

本研究成果は、平成 25 年 4 月 9 日に、英文科学誌「Japanese Journal of Applied Physics」オンライン版に Rapid Communication として掲載されました。

背景

ネオジム磁石は現在世界最強の永久磁石材料であり、最近では電気自動車や風力発電機の駆動モータ等への需要が急速に伸びています。これらの応用においては使用温度が 200°C 近くにもなりますが、ネオジム磁石は温度が上がると保磁力が急激に低下してしまうので、そのままでは高温での使用に耐えません。そこで、重希土類元素であるジスプロシウム (Dy) やテルビウム (Tb) を多量に添加することで、高温での使用に耐える保磁力を確保しています。しかし、Dy や Tb は高価で希少なレアメタルであり、生産地が中国の一部の地域にほぼ限られるため、その安定供給への強い懸念があります。そのため、できるだけ使用量を低減して保磁力を高める研究が精力的に進められています。このような中で最近、Dy を磁石内部の粒界のごく近傍にだけ選択的に導入し、少量の Dy で高い保磁力を発現できる粒界拡散技術が注目を集めています。更なる高性能化のためには、Dy 原子の拡散位置を原子レベルで特定する必要がありますが、粒界拡散で導入される Dy は微量なので検出が困難でした。

九州大学超高压電子顕微鏡室に装備されている原子分解能収差補正走査・透過電子顕微鏡 (STEM) JEM-ARM200F では、原子コラムを直視した原子分解能像が観察でき、さらに世界最高感度をもった元素分析 X 線検出器の装着により、元素の種類まで識別した原子分解能像が取得できるようになってきています。

内容

今回の研究では、Dy を粒界拡散させて保磁力を高めたネオジム磁石を準備し、集束イオンビーム (FIB) 加工、低速アルゴンイオン研磨、アルゴンプラズマ洗浄などの微細加工技術を駆使して観察用試料を作製しました。このクリーンな極薄試料を用意することで、原子コラムの元素濃度を反映した STEM 原子像の取得に成功しました (図 1 を参照)。また、同一箇所から元素別の元素マッピング原子像を取得することにも成功しました (図 2 を参照)。これより粒界から幅 3 nm (ナノメートル^{注5)}) ほどの部分に Dy を選択的に導入できていることが初めて確かめられました。さらに、Dy は Nd₂Fe₁₄B 結晶中に存在する 2 種類の Nd 原子サイト (4g サイトと 4f サイト) のうち一方の 4g サイトだけを優先的に置換することもわかりました。このように微量添加した原子の振る舞いを優先的な置換サイトまで区別して直接可視化することに初めて成功しました。

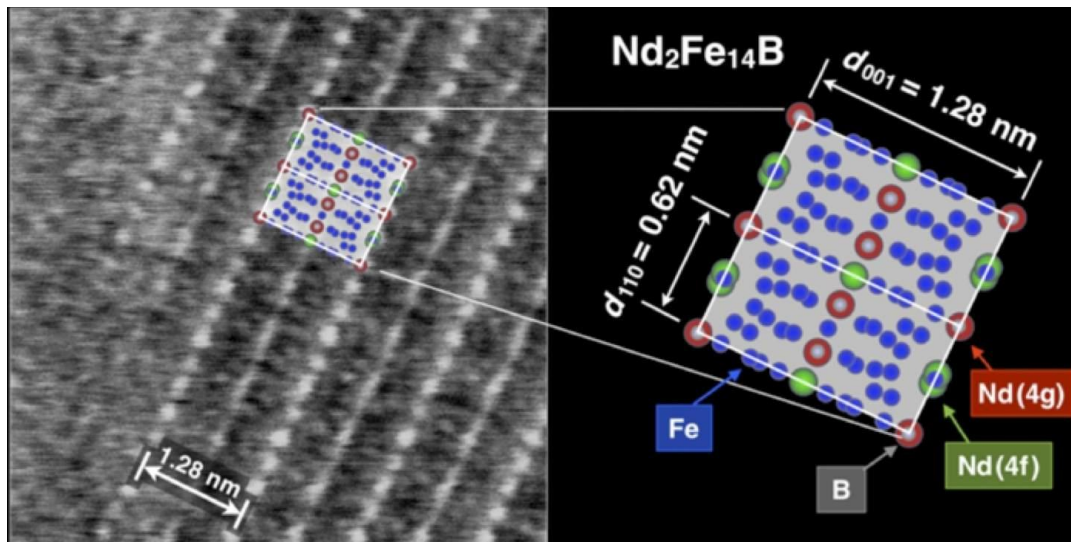


図1：ネオジウム磁石の粒界近傍の微細構造を原子分解能で撮影したSTEM原子像とNd₂Fe₁₄B結晶の構造モデル図。明るいドットがネオジウム(Nd)原子位置に対応しており、さらに2種類のNd原子サイト(モデル図中の赤4gと緑4f)が区別できている。

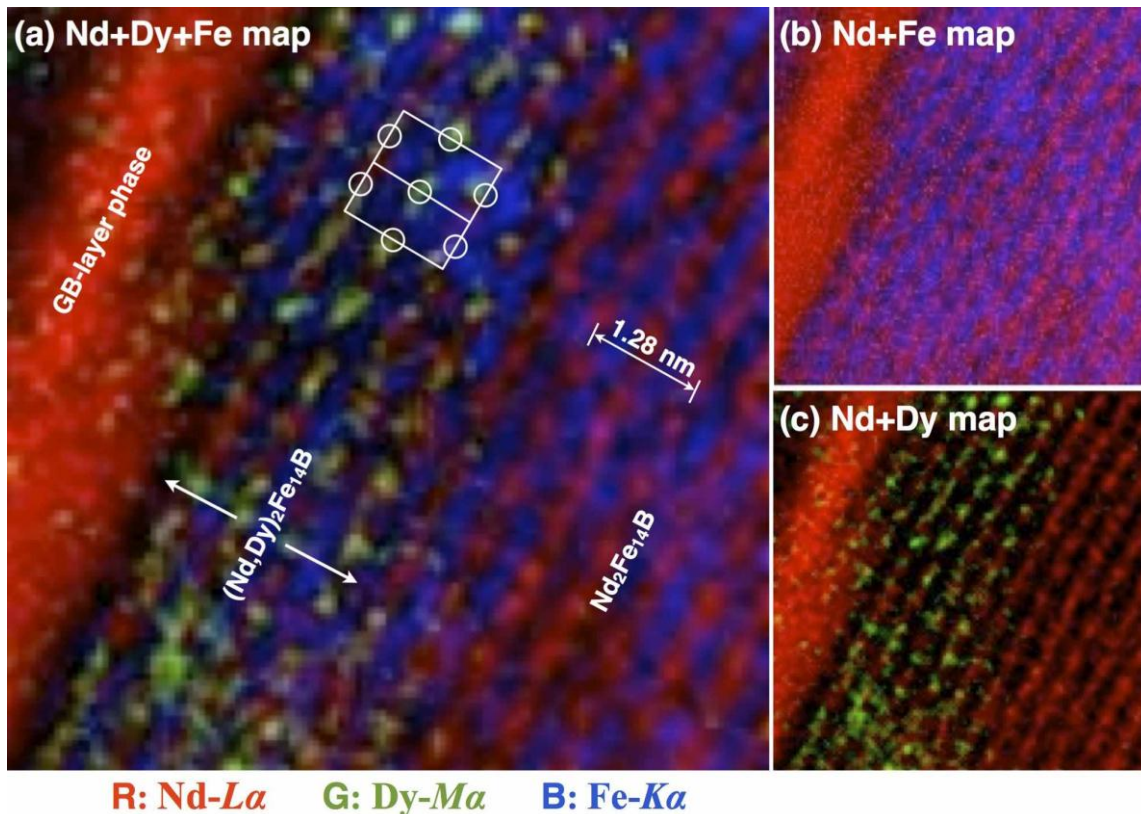


図2：同一箇所から得た原子分解能の元素マッピング像。ネオジウム(Nd)を赤色、ジスプロシウム(Dy)を緑色、鉄(Fe)を青色で示している。緑色のDyは粒界(GB-layer phase)から幅3 nm程の極めて狭い部分にだけ拡散しており、この部分でNd原子の一方の原子サイト(Nd-4fサイト)だけを優先的に占有する傾向が見てとれる。ジスプロシウム元素の置換サイトを直接可視化できたのは世界で初めてである。

■効果

今回の研究により、Dyは粒界から数原子層の局所的なNdサイトを置換するだけでなく、2種類のNdサイト的一方だけを選択的に置換することが見出され、ごく微量のDyで保磁力を効果的に向上で

きていたことがわかりました。この成果は、さらに Dy 拡散量を低減した高保磁力磁石開発にとって重要なばかりでなく、ネオジム磁石の保磁力が発現するメカニズムを解明する上でも重要な知見を与えるものです。また、観察試料作製さえ工夫すれば、実際に実用化されている最先端磁石材料について元素を識別した原子像が取得できることもわかりましたので、今後さまざまな分野で多岐にわたる応用が期待されます。

■今後の展開

まずは他の製造法で作られたネオジム磁石について同様の解析を進め、それらの知見を併せてネオジム磁石の保磁力メカニズムについて新たな知見を得ていく予定です。また、現在よりも装置性能が向上することにより検出効率が向上し、原子サイトの占有率などについて今回よりもさらに精度の高い定量データが取得できるようになります。今後、さまざまな最先端実用材料に本解析法を適用することで、資源を有効利用した高性能材料の開発に有用な知見を得ていけるものと期待しています。

なお、本研究の一部は、文部科学省「ナノテクノロジープラットフォーム」事業の一環として行われたものです。

<用語解説>

注1：ネオジム磁石

ネオジム (Nd)、鉄 (Fe)、ホウ素 (B) を主成分とし、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 化合物相を主体とする永久磁石である。1984年に住友特殊金属（現日立金属）の佐川真人らによって発明された。

注2：保磁力

磁化された磁性体を磁化されていない状態に戻すために必要な外部磁場の強さをいい、この値が大きいほど減磁に強い磁石である。

注3：原子分解能収差補正走査・透過電子顕微鏡

透過型電子顕微鏡の電磁レンズの不完全さ（収差）を補正する機能を有し、位置分解能を原子サイズレベルまで向上させた装置。さらに、走査電子顕微鏡のように電子線を小さく絞って試料上を走査する機能も付加しており、原子サイズ程度の微小な領域の状態分析も可能である。

注4：レアメタル

インジウム、ガリウム、タングステンなどの産出量の少ない希少な金属のこと。

注5：ナノメートル (nm)

10億分の1メートルのこと。すなわち、1メートルの1000分の1である1ミリメートルの、さらに100万分の1の長さ。

【お問い合わせ】

大学院総合理工学研究院 准教授
板倉 賢（いたくら まさる）
電話：092-583-7535
FAX：092-583-7534
Mail：itakura@asem.kyushu-u.ac.jp

超高圧電子顕微鏡室長／大学院工学研究院 教授
松村 晶（まつむら しょう）
電話：092-802-3486
FAX：092-802-3486
Mail：syo@nucl.kyushu-u.ac.jp