

微細組織制御による高性能磁石材料創成にむけた 高温 X 線回折による粒界構造解析

JASRI/SPring-8¹、ESICMM/NIMS² 辻成希¹、上野若菜¹、岡崎宏之¹、
中村哲也^{1,2}、広沢哲²
ntsuji@spring8.or.jp

元素戦略磁性材料拠点 (ESICMM) は、希少元素を用いずに高性能永久磁石を創成することを目的としている。特に、ハイブリッド自動車のモーターに用いる耐熱性ネオジウム磁石 (高保磁力) と同等以上の性能をもつ磁石を省・脱 Dy で創成する技術の開発が課題である。ネオジウム焼結磁石の保磁力は、磁石の微細組織に依存するため、微細組織制御による保磁力向上が有望である。これまで透過型電子顕微鏡 (TEM) や反射電子 (BSE) 顕微鏡などにより、微細組織を構成する粒界結晶相の種類や分布について解析されており、保磁力と粒界結晶相との関係が明らかになりつつある。しかし、粒界結晶相が製造プロセスのどの段階で変化するかを明らかにするためには、磁石内部に分布する粒界相の変化を加熱条件下で解析する技術が必要とするため、表面を観察する顕微鏡は不向きである。そこで、本研究では、熱処理過程での粒界結晶相の構造と含有量の変化を放射光高温 X 線回折により明らかにすることを目的とした。

実験は 1020°C で焼結後に室温まで冷却した (A) $\text{Nd}_{14.2}\text{Fe}_{79.4}\text{B}_{6.3}\text{Cu}_{0.1}$ (at. %), (B) $\text{Nd}_{14.1}\text{Fe}_{79.8}\text{B}_{6.1}$ (at. %) の二種類の試料を用いて、SPring-8 BL02B2 において行った。磁石試料を、 $0.2 \times 0.2 \times 10$ mm のロッド状に加工し、内径 0.3 mm の石英キャピラリー内に真空封入して用いた。高温 X 線回折実験 (最高温度: 1000°C) は、本プロジェクトで開発したグラフィートヒーターを用いて、デバイ・シェラー法で行った ($E = 25$ keV)。

結果の一例として、室温における回折パターンと Rietveld 解析結果を図 1 に示す。室温では、A, B 両試料において観測された粒界結晶相は、ともに Nd ($P6_3/mmc$), NdO_x ($Fm\bar{3}m$), Nd_2O_3 ($P6_3/mmc$), $\text{Nd}_5\text{Fe}_{18}\text{B}_{18}$ ($Pccn$) であった。また、昇温過程では、 NdO_{2-x} ($Fm\bar{3}m$) の生成と消失、Nd の消失、 Nd_2O_3 の構造相転移が観測されている。A, B 試料における大きな違いは、Nd の消失温度であり、その他は大きな違いがないことを観測している。また、Nd 格子定数の温度依存性には、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の磁歪との関連性が示唆される特徴が表れており、その結果、室温における粒界相 Nd の格子定数は、単体 Nd の格子定数と比較して、c 軸方向に膨張していることが明らかになった。この解析結果を説明するために、我々は Nd の 4f site に酸素が固溶しているモデルを提唱し、ESICMM の電子論グループが第一原理計算による検討を行ったところ、酸素固溶モデルを支持する結果が得られた。

本研究を行うにあたり、日立金属株式会社様より、試料提供を受けました。

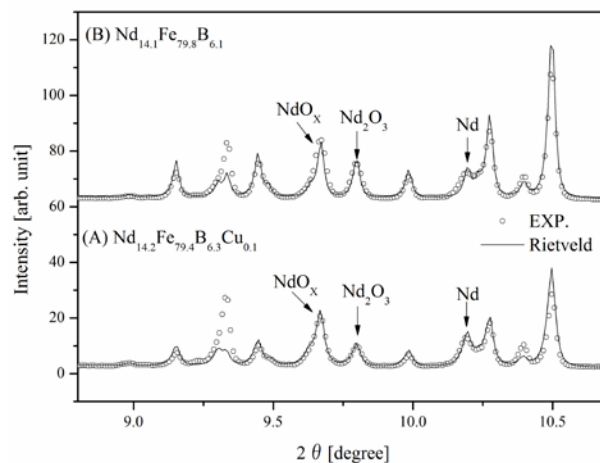


図 1. 室温での回折パターンと Rietveld 解析結果