

放射光高温 *in-situ* X線回折による

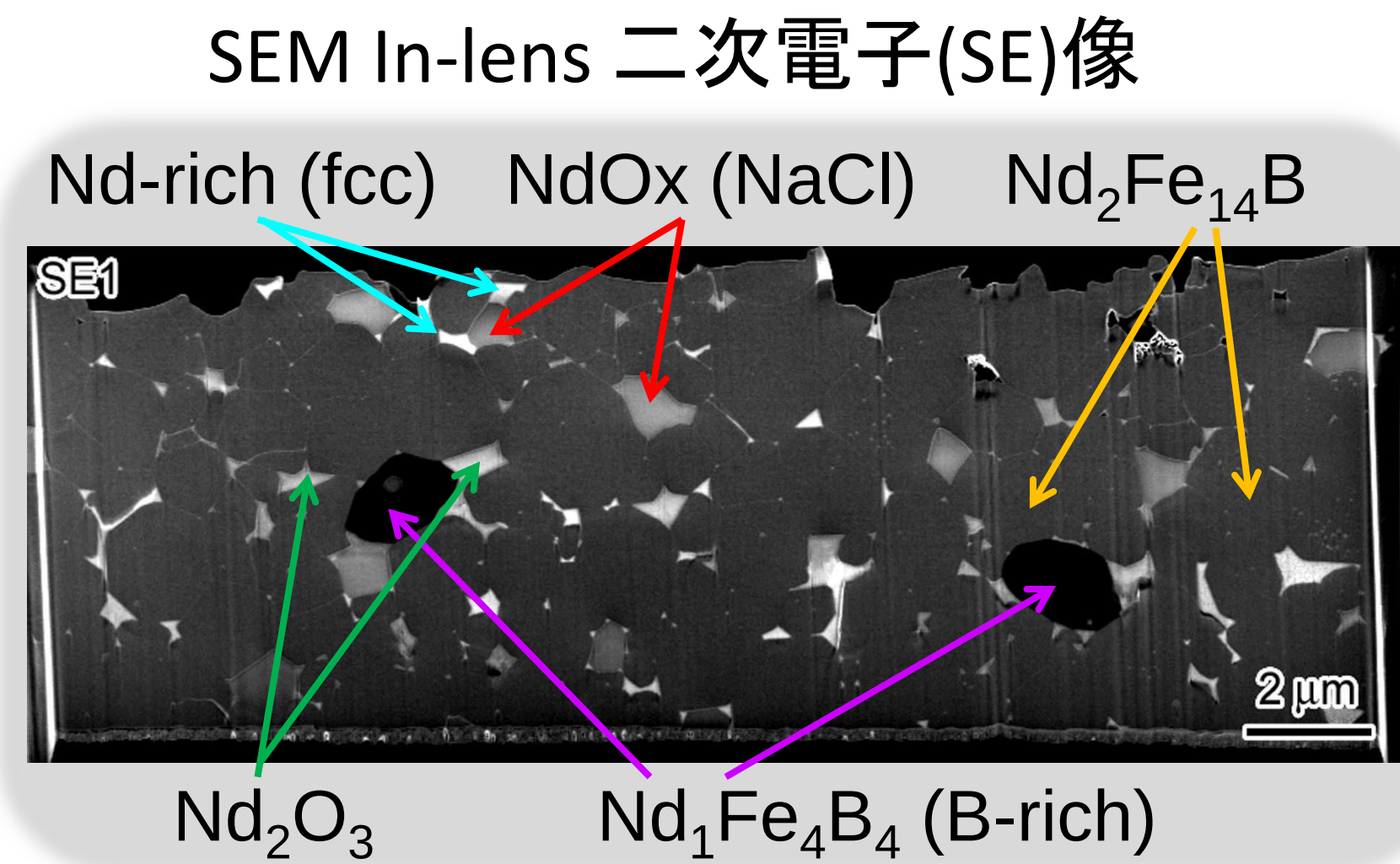
Nd-Fe-B焼結磁石における副相物質の含有量の変化

上野若菜, 辻成希, 中村哲也, 金廷恩, 藤原明比古 (JASRI/SPring-8)

研究目標: 磁石の微細組織制御による高性能磁石創製

目標は、希少元素を使用せず、微細組織を制御することにより高性能磁石を創製することである。本研究では、これまでブラックボックスであったプロセス中の副相変化を可視化する放射光解析技術を利用し、既存磁石の副相解析を次世代高性能永久磁石のマテリアルデザインに活かした上で、その磁石を創製するプロセスの迅速な開発にも貢献していく。

これまで、ネオジム磁石の副相について、透過型電子顕微鏡(TEM)や走差電子顕微鏡(SEM)観察による副相物質の同定と分布の詳細解析が行われており、微細組織が保磁力に与える影響が理解されつつある。一方、このような電子顕微鏡を用いた二次元情報に対し、放射光X線回折による研究では、磁石に含まれる副相の各結晶相の含有量を明らかにする。特に、磁石製造プロセスにおける原料の仕込み組成の他、熱処理時の温度や雰囲気条件を決定する情報として活かすため、高温下の*in-situ* X線回折実験に力を入れている。



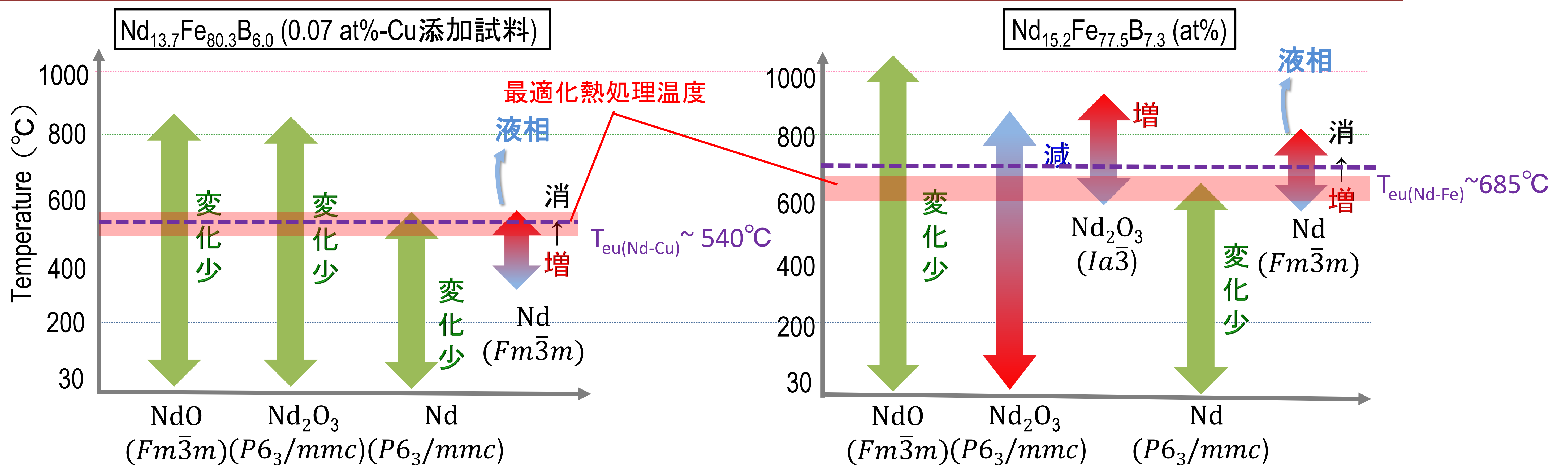
T. Sasaki et al., Ultramicroscopy 132,222 (2013).

磁石デザイン、試作

放射光X線回折による副相定量分析

プロセスを検討

次世代磁石の創製

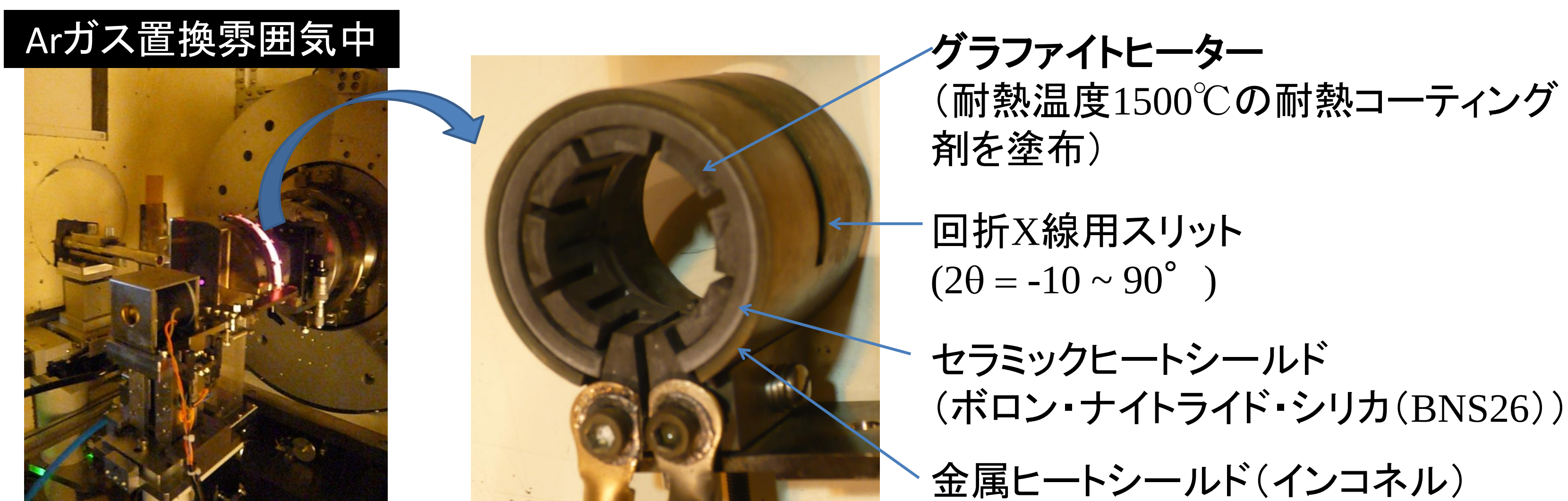
成果: 昇温プロセスにおける副相物質の結晶相変化を*in-situ*で可視化に成功

焼結後の最適化熱処理により、二粒子粒界相の厚さが増して保磁力が増大することが知られている。これまで二粒子粒界相の成長は、Nd-Cu、および、Nd-Fe系合金状態図に基づく考察により、粒界三重点において共晶温度付近で液相化したNd合金が、二粒子粒界に供給される描像で説明されてきた。しかし、これまでNdの液相化を裏付ける実験的な証拠は示されていない。本研究で初めてNd($P6_3/mmc$)からNd($Fm\bar{3}m$)への相変化や液相化などが実験的に可視化された。

熱処理中の副相変化を観察するための技術開発

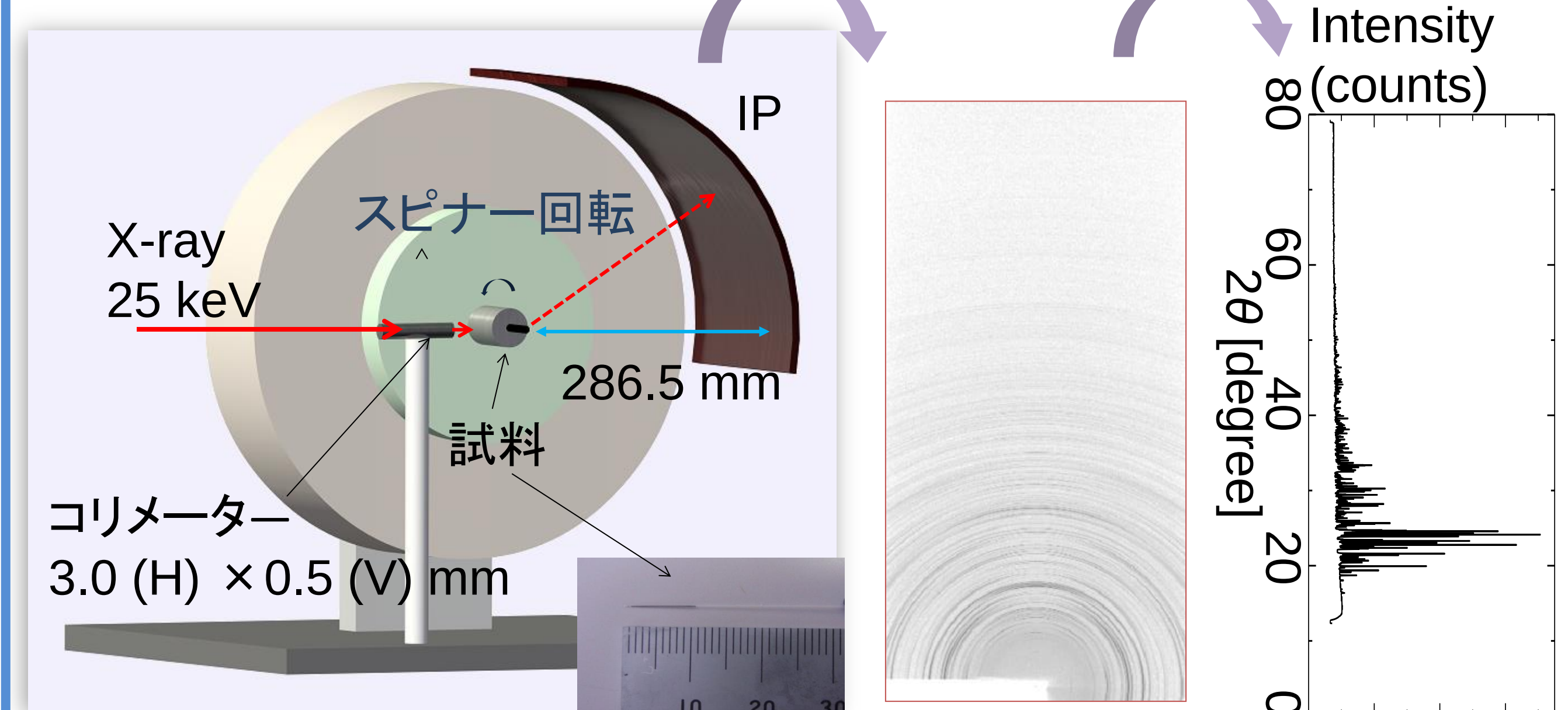
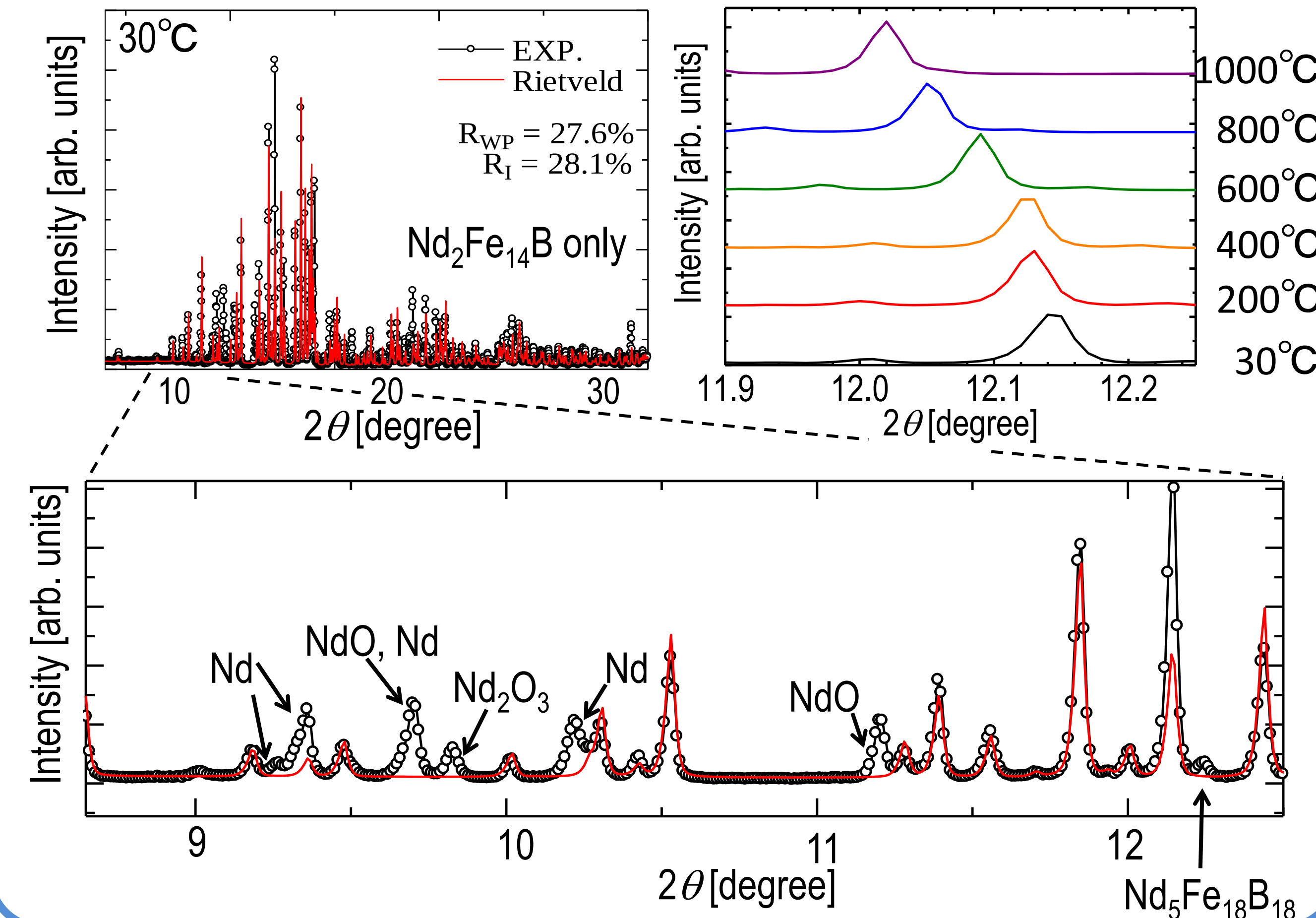
高温*in-situ*X線回折用ヒーターユニットの開発

- 入射及び回折X線を妨げずに非接触で1200°Cを達成。
- コンパクトで熱容量が小さいため、高速で昇温降温が可能。



実験の詳細 SPring-8 BL02B2

デバイセラー光学系 デバイ・シェラーリング 一次元化

Rietveld解析 (Nd_{15.2}Fe_{77.5}B_{7.3} (at%)) 105 (Nd₂Fe₁₄B) の温度依存性

今後の研究計画

今回: 既存磁石の把握(結晶相の定量評価)

- ◆ 結晶相+アモルファス相の定量評価
- ◆ 昇温プロセス中の副相の体積分率評価
- ◆ 開発中の磁石の解析
 - 熱間加工異方性磁石
 - Dy粒界拡散磁石
 - ナノコンポジット磁石

謝辞: 本研究は文部省科学省元素戦略(拠点形成型)プロジェクト「元素戦略磁性材料研究拠点」(Element Strategy Initiative Center for Magnetic Materials; ESICMM)の一部として実施されました。測定試料は日立金属(株)様から提供いただきました。また、NIMSの広沢哲先生、宝野和博先生からは貴重なご助言をいただきました。