

## 中性子小角散乱による Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界構造の解析

Analysis of Interface Structure in Nd-Fe-B Sintered Magnets by Small-Angle Neutron Scattering

加藤 宏朗<sup>1)</sup>, 秋屋 貴博<sup>2)</sup>, 武田 全康<sup>3)</sup>, 鈴木 淳市<sup>3)</sup>, 山口 大輔<sup>3)</sup>, 小泉 智<sup>3)</sup>

Hiroaki KATO, Takahiro AKIYA, Masayasu TAKEDA, Junichi SUZUKI, Daisuke YAMAGUCHI, Satoshi KOIZUMI

<sup>1)</sup> 東北大学／山形大学 <sup>2)</sup>東北大学 <sup>3)</sup>原子力機構

Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力と粒界構造の相関を明らかにするために, SANS-J, および PNO を用いて中性子小角散乱実験を行った。Al および Cu の微量添加によって保磁力が増大した試料においては、4~8 nm 程度の薄さの膜が Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 主相表面を囲んでいることが示唆された。

キーワード : Nd-Fe-B 焼結磁石, 粒界構造, 保磁力

### 1. 目的

最強の永久磁石である Nd-Fe-B 焼結磁石は多彩な分野で使用されているが、特に最近注目されているハイブリッドカー(HEV)の動力モーター等の高温環境用途においては、その保磁力増強のためにレアメタルである Dy の大量添加が必要になる。ところが Dy は希土類鉱石中の含有量が少なく、原産地が中国にほぼ限定されているため、HEV 用途への大量供給を行うと、近い将来に Dy の市場価格が高騰し、HEV の大量供給が困難になる恐れがある。我々は最近、強磁場を用いたプロセスによって Dy 添加量を低減した試料においても大きな保磁力が得られることを示した[1-3]。従って、この保磁力が上昇した試料の粒界構造を解析することで、保磁力発現のメカニズムに関する情報が得られ、上記の分野等への応用がより加速されると期待される。そこで本研究では Nd-Fe-B 焼結磁石について、中性子小角散乱実験を行ない、その主相と粒界相の平均構造を解析する。これによって、Nd-Fe-B 焼結磁石における長年の課題である保磁力の発現機構を解明し、レアメタルである Dy 添加量を大幅に低減した高性能 Nd-Fe-B 焼結磁石の実現への指針を得ることを目的とする。

### 2. 方法

試料は  $15 \times 18 \times 1.5 \text{ mm}^3$  の Nd-Fe-B 系焼結磁石で、Al および Cu をそれぞれ 0.13 wt% 添加したものと、無添加ものの 2 種類を用いた。熱処理温度は 500°C と 550°C の 2 種類とし、熱処理時に印加した磁場は 140 kOe とした。さらに、冷却を磁場中で行った FC 試料、ゼロ磁場中で冷却した ZFC 試料、および一切磁場を用いなかつた参照試料をそれぞれの熱処理温度で作製した。また、比較のために熱処理を一切行っていない試料も用意した。実験装置は、中性子波長  $\lambda = 6.5 \text{ \AA}$  の SANS-J と、 $\lambda = 2.0 \text{ \AA}$  の PNO を用いた。試料は着磁状態で行い、着磁された磁化ベクトルが鉛直方向になるようにホルダーにセットした。

### 3. 研究成果

SANS-J の 2 次元検出器によるデータから、全ての試料において鉛直方向と水平方向に伸びた菱形の散乱パターンが得られることがわかった。これは、焼結体を形成する各主相粒の形状が *c* 軸方向に平行な辺を持つ直方体であることを示唆している。また、Al, Cu を添加した試料では  $Q = 0.03 \text{ \AA}^{-1}$  付近で散乱曲線に比較的明瞭なショルダーが現れた。一方 Al, Cu を添加していない試料ではこのような異常は観測されなかった。この結果は、数  $\mu\text{m}$  の Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 主相表面をおよそ 4~6 nm の薄皮が覆った場合を仮定した単純な球殻モデルを用いた計算結果で再現できることがわかった。すなわち、Al, Cu の添加で粒界の微細構造が変化したことを示唆している。

### 4. 結論・考察

Nd-Fe-B 系焼結磁石の粒界構造を調べるために、中性子小角散乱実験を行った。その結果、主相 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B の形状は *c* 軸方向に平行な辺を持つ直方体に近いこと、Al, Cu を添加することで主相の表面を薄い膜が覆うような微細構造ができるを見出した。特に後者の情報は Nd-Fe-B 焼結磁石の保磁力を向上させるための指針として、非常に重要な結果であると考えている。今後高分解能 TEM 等の実空間での解析結果と合わせて考察する予定である。

5. 引用(参照)文献等

- [1] H. Kato, M. Sagawa, K. Koyama and T. Miyazaki, "Coercivity enhancements by high-magnetic-field annealing in sintered Nd-Fe-B magnets", Applied Physics Letters, 84, 4230-4232, (2004).
- [2] T. Akiya, H. Kato, M. Sagawa, K. Koyama, T. Miyazaki, "High-Magnetic-Field Annealing and Coercivity in Sintered Nd-Dy-Fe-B Type Magnets", Journal of the Magnetics Society of Japan, 30, 447-454, (2006).
- [3] H. Kato, T. Akiya, M. Sagawa, K. Koyama, T. Miyazaki, "Effect of high magnetic field on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, in press.