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

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

加藤　宏朗 [1)]，秋屋　貴博 [2)]，武田　全康 [3)]，鈴木　淳市 [3)]，山口　大輔 [3)]，小泉　智 [3)]

Hiroaki KATO, Takahiro AKIYA, Masayasu TAKEDA, Jun-ichi SUZUKI, Daisuke YAMAGUCIHI, Satoshi KOIZUMI

[1)] 東北大学／山形大学　[2)] 東北大学　[3)] 原子力機構

Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力と微細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．その結果，$q > 0.2$ nm^{-1} の領域における散乱強度と，保磁力の大きさの間に正の相関関係があることが初めて明らかとなった．

キーワード：Nd-Fe-B 焼結磁石，粒界構造，保磁力

１．目的

Nd-Fe-B 系焼結磁石は，電気自動車などの駆動用大型モータのための最も有望なハード磁性材料であるが，電気自動車で用いるモータでは動作環境が 200°C 以上になるため，保磁力の温度変化を考慮すると室温で 30 kOe もの高保磁力を持つ Nd-Fe-B 系磁石が必要とされる．その高保磁力を達成するために，工業的には Dy や Tb などのレアメタルを大量添加しているが，供給不安の問題が深刻化している．そのため，レアメタル使用量をなるべく減らした状態で，高保磁力を有する Nd-Fe-B 系磁石の作製プロセスの開発が急務である．

Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力は，その微細構造に強く支配されていることが研究者の一致する見解である．特に，焼結体内部の主相間に存在する Nd-rich 粒界相の構造が保磁力と相関があると考えられている．一般に，500 ～ 600°C 程度の低温熱処理プロセスにより保磁力が上昇することが知られている，このプロセスによって粒界の構造が変化するとされているが，保磁力と粒界構造に関する系統的な研究はなされていない．そこで，今回は同一組成で保磁力の異なる Nd-Fe-B 系焼結磁石試料を複数個用意し，平均的な微細構造と保磁力の関係についての情報を得ることを目的として，SANS-J および PNO を用いて中性子小角散乱実験を行った．

２．方法

試料は幅 15 mm×18 mm, 厚み 1.5 mm の Nd-Fe-B 系焼結磁石で，組成は Dy-free の一般的な商用磁石と同等のものである．ただし，天然 B は中性子を強く吸収するため，99%^{11}B を濃縮したものを用いた．熱処理を 475 ～ 550°C の温度範囲で行った結果，これらの試料の保磁力は 13.6 ～ 15.4 kOe の範囲で分散した．また，比較のために熱処理を行っていない試料 (保磁力 12.4 kOe) も用いた. 実験装置は, 中性子波長 λ = 6.5Å の SANS-J と, λ = 2.0Å の PNO を用いた. 磁区や磁壁からの散乱を極力減らすため, 試料は 100 kOe で着磁した状態で測定した.

３．研究成果

PNO での実験では，磁化容易軸に対して垂直方向と平行方向で異なる散乱パターンが観測された．主相粒子が球であると仮定して解析を行った結果，そのギニエ半径 [1, 2] の平均値は，1.7 ～ 1.9 μm であった．ただし散乱パターンが異方的であるため，次のステップとして異方的な散乱体モデルを仮定した解析を行う必要がある．一方，SANS-J の q 領域では，磁化容易軸方向に対して平行および垂直方向で散乱強度が強く，その中間方向では弱いような２次元パターンを得た．その起源については主相の磁気散乱や粒界形状を反映した核散乱，および主相と粒界相界面の微細構造等が考えられる．更に，$q > 0.2$ nm^{-1} の領域において，散乱曲線を Porod 則 [3] $I(q) = I(0)q^{-m}$ で解析した結果，m 値はほぼ 4 であったことから，主相界面はほぼ平滑であると推測される．一方，保磁力値と $I(0)$ 値の間には正の相関があることがわかった．この結果は，主相を取り囲む Nd-rich 粒界相のような数十 nm 程度の散乱体の数が増加したことを示している可能性があるが，現在詳細な解析を実行中である，

４．結果・考察

Nd-Fe-B 系焼結磁石の中性子小角散乱実験から，保磁力と散乱強度の間に相関があることを初めて見出した．現在，散乱体の３次元モデルを構築し，より具体的な解析を行っている．

５．引用（参照）文献等

[1] A. Guinier and G. Fournet, "Small-angle Scattering of X-rays", New York, Wiely (1955).

[2] L.A. Feigin and D.I. Svergun, "Structure analysis by small-angle X-ray and neutron scattering", New York, Plenum Press (1987).

[3] 松岡秀樹，日本結晶学会誌，**41** (1999)