

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 YAMAGUCHI, Satoshi KOIZUMI

¹⁾ 東北大学 / ²⁾ 山形大学 ³⁾ 東北大学 ³⁾ 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。その結果、Al および Cu を微量添加した試料では、粒界において 4~8 nm 程度の厚さをもつ Cu リッチなシェルが Nd₂Fe₁₄B 主相を囲む構造をとって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

Nd-Fe-B 焼結磁石は現在多彩な分野で応用されているが、中でも環境に優しい電気自動車の駆動モーター用磁石としての需要が急加速している。しかしその環境温度が 200°C 程度まで上昇するため、磁石に不可逆的な減磁が起こることが問題となっている。現状では Dy 等の置換元素を用いることで保磁力を増大させ、その問題を回避しているが、Dy がレアメタルであることや、磁化を減少させるといった弊害があるため、Dy-free で高保磁力を得る方法が切望されている。この Nd-Fe-B 焼結磁石の主相 Nd₂Fe₁₄B 粒子間には Nd を含む粒界相が存在することが知られているが、その保磁力はこの微細構造と強い相関があると考えられている。そこで本研究では、強磁場中熱処理によって Nd-Fe-B 系焼結磁石の粒界構造の制御を試みている。これまでに強磁場中熱処理を行うことによって、最大 37% の保磁力上昇が起こること、また Nd-Cu や Al-Cu といった低融点相が粒界に存在するときに磁場効果が強く誘起されることを報告 [1] してきた。このような磁場中熱処理による保磁力上昇の機構を、中性子小角散乱実験による構造解析手法を用いて明らかにするのが本研究の目的である。

2. 方法

試料は 15×18×1.5 mm³ 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、無添加のもの 2 種類を用いた。熱処理温度は 500°C および 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。また比較の為に熱処理を一切行っていない試料、およびゼロ磁場中で熱処理を行った試料をそれぞれ参照試料として用意した。実験装置は、入射中性子波長 $\lambda=6.5 \text{ \AA}$ の SANS-J と、 $\lambda=2.0 \text{ \AA}$ の PNO を用いた。試料は 100 kOe の外部磁場で着磁し、磁区・磁壁を消去した状態にした。

3. 研究成果

PNO を用いて極小角散乱実験を行い、主相の平均粒径の評価を試みた。その結果、散乱曲線には散乱ベクトル Q の方向に依存した違いは見られず、主相の形状はランダム、またはほぼ球形であることがわかった。また熱処理前後でも散乱曲線はほぼ一致したことから、主相粒径の変化は起こっていないことがわかった。一方 SANS-J では、 Q が磁化容易軸に対して垂直および平行なときに散乱強度が高くなる異方的な 2 次元パターンを得た。また Al-Cu 無添加の試料では理論的な Q^{-4} の曲線が得られたのに対し、Al-Cu 添加試料では $Q=0.3 \text{ nm}^{-1}$ で理論曲線からの乖離が観測された。このデータをコア・シェルモデルを用いて解析したところ、主相表面に厚み約 4~8 nm 程度の Cu リッチシェルが形成されていることが示唆された。

4. 結果・考察

Al, Cu 添加試料で示唆された Cu リッチシェルの存在は、DSC および 3 次元アトムプローブ法による実験結果とも整合している。これらの結果から、熱処理温度において、粒界には Cu リッチ液相が存在しており、そのような環境において強磁場を印加することで、Nd リッチ固相が配向すること、それによって、主相と Nd リッチ固相の格子整合性が向上し、表面異方性劣化を抑制することが保磁力向上に繋がってくると思われる。今後、より定量的な解析を可能にする実験を行うとともに、Nd-rich 相が実際に配向しているか否かを明らかにできる実験を計画している。

5. 引用 (参照) 文献等

[1] H. Kato, T. Akiya, M. Sagawa, K. Koyama, T. Miyazaki, J. Magn. Mater. 310, 2596-2598 (2007).