

Ca還元拡散法による MnAl 合金粉末の合成

佐藤卓、門田祥悟、入江周一郎
(TDK 株式会社)

Synthesis of MnAl alloy powder by Ca reduction diffusion process

S. Sato, S. Kadota, S. Irie
(TDK Corporation)

はじめに

τ -MnAl は 1958 年代に発見され¹⁾、1980 年代には量産化・商品化に成功している比較的歴史ある磁石材料である。しかしながら、その磁気特性は第一原理計算による理論予測²⁾を下回っており、興味ある研究対象である。加えて、近年の希土類元素の供給不安から希土類を含まない高性能磁石としても注目を集めている。

τ -MnAl の高保磁力化の一つの方策として、粒子の微細化がある。実際、メカニカルアロイング法において作製された微細な MnAl 合金粉末において従来³⁾よりも大きな保磁力 4.8 kOe が報告されている⁴⁾。そこで、我々は MnAl 合金粉末の微細化のための手法として、還元拡散法に注目して研究を行った。本発表では、Ca還元拡散法により合成された MnAl 合金粉末の磁気特性及び微細構造について報告する。

実験方法

Mn と Al の原子比率が $\text{Mn} : \text{Al} = x : 100 - x$ ($x = 50.0, 52.5, 55.0, 57.5$) になるように MnO 原料と Al_2O_3 原料を秤量し、ボールミルにて混合した。混合試料を乾燥させた後に金属 Ca フレークを加え、Ar 雰囲気下の管状炉で $1100^\circ\text{C} \cdot 2\text{h}$ の熱処理を行い、炉内から試料を引き出し Ar ガス急冷処理した。その後、得られた試料の CaO を除去し、再度 Ar 雰囲気下の管状炉にて $400, 500, 600^\circ\text{C} \cdot 0.5\text{h}$ の熱処理をした。得られた試料の相鑑定は XRD を用い、磁気特性は VSM を用いて評価した。

実験結果

Fig. 1 に、 $x = 50.0 - 57.5$ における $1100^\circ\text{C} \cdot 2\text{h}$ 熱処理後の試料における XRD パターンを示す。いずれの試料も、酸化物原料の Ca による還元反応により生成される CaO に加え、MnAl 合金相が生成されていることがわかる。得られた MnAl 合金相としては、急冷処理により高温安定相である ϵ -MnAl 相や τ -MnAl 相が確認される一方で、低温安定相である β -MnAl (Mn_3Al_2) 相や γ_2 -MnAl (Mn_5Al_8) 相も確認された。低温安定相は、 x が小さい場合は γ_2 相が、 x が大きい場合は β 相が生成しやすい傾向にあった。

次に、得られた ϵ 相を τ 相に相転移させるために $x = 55.0$ の試料に $400 - 600^\circ\text{C} \cdot 0.5\text{h}$ の熱処理を行い得られた試料の磁気特性を Fig. 2 に示す。熱処理前の磁気特性は、最大磁化が 16.4 emu/g 、保磁力は 1.38 kOe から、 $400^\circ\text{C} \cdot 0.5\text{h}$ の熱処理により、最大磁化は 28.7 emu/g 、保磁力は 1.22 kOe となり、最大磁化は 75% 程度向上したが、保磁力は減少した。さらに熱処理温度 $500, 600^\circ\text{C}$ では、最大磁化が $23.0, 22.0 \text{ emu/g}$ となり、減少する傾向あった。

参考文献

- 1) H. Kono, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **13**, 1444(1958).
- 2) A. Sakuma, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **63**, 1422(1994).
- 3) T. Ohtani *et al.*, *IEEE Trans Mag.*, **MAG-13**, 1328(1977)
- 4) Q. Zeng, I. Baker and Z. C. Yan, *J. Appl. Phys.*, **99**, 08E902(2006).

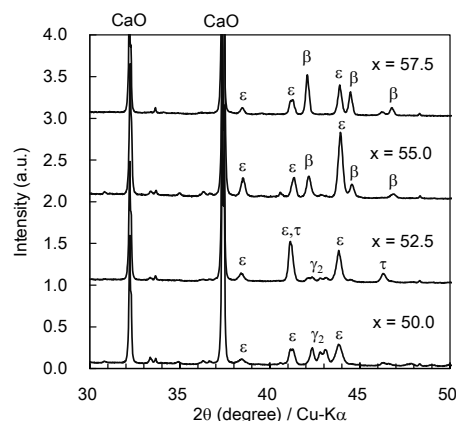


Fig.1 XRD patterns of MnAl powders ($x = 50 - 57.5$)

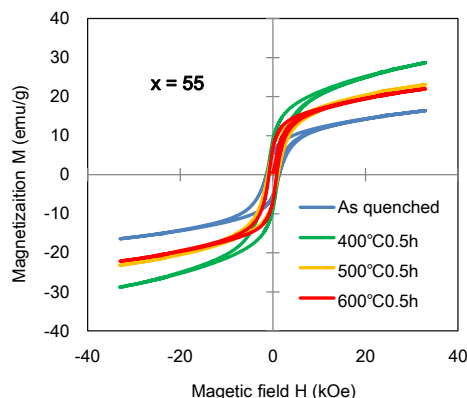


Fig. 2 MH curves of annealed samples ($x = 55$)