

Nd-Fe-B 永久磁石における粒界相物性の焼結後熱処理温度依存性

保井晃、中村哲也、小谷佳範、深川智機*、西内武司*、広沢哲**
(JASRI/SPring-8、*日立金属、**物材機構)

Temperature dependence of post-sintered annealing on magnetic properties of intergranular phase
in Nd-Fe-B permanent magnet

A. Yasui, T. Nakamura, Y. Kotani, T. Fukagawa*, T. Nishiuchi*, S. Hirose**
(JASRI/SPring-8, *Hitachi Metals, Ltd., **NIMS)

背景

Nd-Fe-B 永久磁石を製造する際に微量の Cu を添加し、焼結後に約 550°C で熱処理 (アニール) を行うと保磁力が向上することが知られている[1]。これは、Nd/Nd-Cu の共晶反応により、粒界三重点に存在していた Nd-Cu を主とした物質が主相結晶間に薄く均一に広がり、主相結晶粒間の二粒子粒界相が幅約 3 nm に成長することで[2]、二粒子粒界相が磁壁の伝搬を阻害するピンングサイトとして働くためと考えられている。しかし、最適温度の 550°C を超えた温度でアニールした時に保磁力が減少傾向に転じる原因については、粒界相に何らかの変化があることが予想されるが、詳細は明らかになっていない。そこで、軟 X 線磁気円二色性 (MCD) 分光実験を用いて、粒界相における Fe および Nd 磁気モーメントと Cu 濃度を評価することで、アニール温度と保磁力および粒界相の物性との相関を調べた。

実験

測定試料は $\text{Nd}_{13.7}\text{Fe}_{78.0}\text{B}_{6.0}\text{Cu}_{0.1}$ 焼結磁石であり、組成分析の結果、O:1.4、C:0.5、Al:0.1、Si:0.1、N:0.1、Mn:0.02、Pr:0.02 (at%) が含まれていることが分かっている。それを石英ガラス管に真空封入し、1 時間アニールした後、石英管に封入した状態で外気に暴露し冷却した。アニール温度は、500°C、600°C、800°C、1000°C である。実験は SPring-8 BL25SU 電磁石 XMCD 装置を用いて行った。Nd-Fe-B 焼結磁石は粒界破断が支配的であるため、超高真空チャンバー ($\sim 5.0 \times 10^{-7}$ Pa) 内で試料を破断し、その破断面に対し軟 X 線 MCD 測定を行うことで、二粒子粒界相の物性を調べた。

実験結果

Fig. 1 に、 $\text{Nd}_{13.7}\text{Fe}_{78.0}\text{B}_{6.0}\text{Cu}_{0.1}$ 焼結磁石の破断面における $\text{Cu } L_3$ 吸収スペクトルのアニール温度依存性を示す。Cu 濃度は 500°C で最大をとり、それ以上のアニール温度では減少傾向に転じることが分かった。Fig. 1 の挿入図に示す通り、破断面での保磁力はバルクのそれと同様に最適アニール温度である 550°C 付近で最大となり、粒界相の Cu 濃度と保磁力のアニール温度依存性の間に正の相関が見出された。

本研究の一部は、文部科学省の委託事業である元素戦略磁性材料研究拠点の支援を受けて行われました。

参考文献

- [1] 秋屋 貴博、加藤 宏朗、宇根 康裕、佐川 真人, 日本金属学会誌 第 76 巻, 36 (2012).
[2] H. Sepelari-Amin, T. Ohkubo, T. Shima, K. Hono, Acta Materialia **60**, 819 (2012).

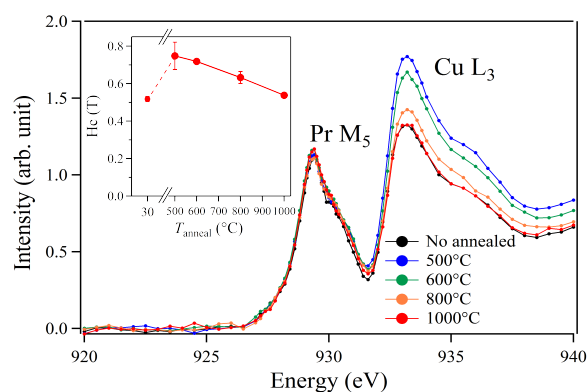


Fig. 1: Annealing temperature dependences of $\text{Cu } L_3$ absorption spectra normalized with $\text{Fe } L_3$ absorption intensities. The inset shows co-civory of Fe-XMCD hysteresis curves measured on the fractured surface. This magnet contains Pr as an impurity.