

d-HDDR 処理を施した Nd-Fe-B 磁石粉末の微細組織と異方性の関係

山崎理央^{1,2}, 堀川高志^{2,3}, 三嶋千里^{2,3}, 松浦昌志¹, 手束展規¹, 杉本諭¹
 (¹東北大学, ²愛知製鋼(株), ³MagHEM)

Relationship between microstructure and anisotropy of Nd-Fe-B magnetic powder prepared by d-HDDR
 M. Yamazaki^{1,2}, T. Horikawa^{2,3}, C. Mishima^{2,3}, M. Matsuura¹, N. Tezuka¹, and S. Sugimoto¹
 (¹Tohoku Univ., ²Aichi Steel Corporation, ³MagHEM)

諸言

Nd-Fe-B 系合金を高温下の水素中で不均化させ、その後、減圧下で水素を除去(脱水素)して再結合させる HDDR (hydrogen disproportionation desorption recombination) 処理によって、組織が微細化し、高保磁力が得られる。また、不均化時の水素分圧と温度を適切に制御(d-HDDR 処理)することで、Nd₂Fe₁₄B の結晶方位が揃った異方性粉末が得られることが知られている^{1,2)}。しかし、その異方化の起源については諸説あり、未だ明らかではない。そこで本研究では、不均化処理後にみられる Fe と NdH_{2+x} からなるラメラ状組織に着目し、磁気特性と組織変化の関係を調べた。

実験方法

Nd_{12.5}Fe₉₄Ga_{0.3}Nb_{0.2}B_{6.2}(at.%)組成のインゴットを水素解砕し、粉末粒径を 53~106 μm に分級した。この原料粉末を 30 kPa の水素雰囲気下で 820 °C, 1 min ~ 30 hr 保持(不均化処理)し、その後温度を保持したまま減圧して脱水素することで d-HDDR 処理した。なお、不均化処理後の組織を観察するため、水素雰囲気下で高温保持後、脱水素せずにそのまま冷却した試料(不均化試料)も作製した。得られた粉末の組織は、走査型電子顕微鏡(SEM)で観察、磁気特性は試料振動型磁力計(VSM)を用いて測定した。

実験結果

d-HDDR 処理後の異方化度の不均化処理時間依存性を調べた結果、不均化処理時間が長くなるにつれて、異方化度は低下する傾向がみられた。Fig. 1(a)に、不均化処理時間 1 hr で d-HDDR 処理した試料の SEM 像を示したが、0.6~1.4 μm 程度の粗大な結晶粒と、<500 nm 程度の微細な結晶粒が混在していた。この粗大な結晶粒は、不均化処理時間が長くなるにつれて減少する傾向を示した。そこで、不均化処理のみの試料の組織観察を行った。Fig. 1(b)に、1 hr 不均化処理後の組織を示したが、球状の結晶粒に加え、微細な二相からなるラメラ状の組織が混在していた。このラメラ状組織の領域は、0.6~1.4 μm 程度と、d-HDDR 処理後の粗大な結晶粒と同等であった。さらにこのラメラ状組織は、不均化処理時間が長くなるにつれて減少する傾向がみられた。以上の結果から、d-HDDR 処理に伴う異方化の要因として、ラメラ状組織が寄与している可能性が示された。

謝辞: 本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業「未来開拓研究プログラム/次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の支援を受けて行われました。

参考文献

- 1) S. Sugimoto, *et al.*, *J. Alloys Compd.* **293-295**, 862 (1999).
- 2) C. Mishima, *et al.*, *IEEE Trans. Magn.* **37**, 2467 (2001).

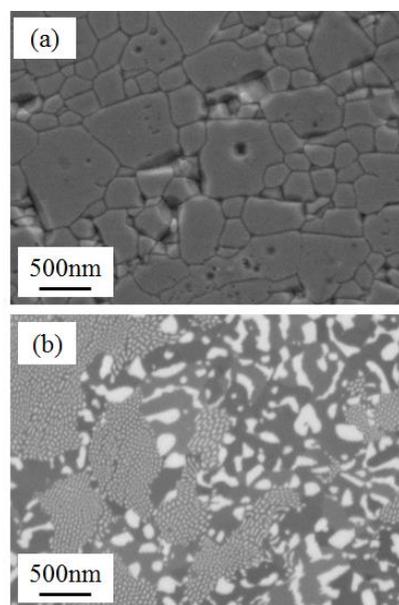


Fig. 1. (a) SE image of a particle of powder after d-HDDR, and (b) BSE image of a particle of powder after disproportionation. Both powders were treated for an hour at disproportionation treatment stage.