

## 等方性Nd-Fe-B焼結磁石の高温その場中性子回折

齊藤耕太郎, 小野寛太, ステファヌス・ハルヨ\*, 深川智機\*\*, 西内武司\*\*  
(高エネルギー加速器研究機構, \*日本原子力研究開発機構, \*\*日立金属(株))

In-situ high temperature neutron diffraction study of isotropic Nd-Fe-B sintered magnet

K. Saito, K. Ono, Stefanus Harjo\*, T. Fukagawa\*\* and T. Nishiuchi\*\*

(High Energy Accelerator Research Organization, \*Japan Atomic Energy Agency, \*\*Hitachi Metals, Ltd.)

### 1 はじめに

高保磁力のNd-Fe-B焼結磁石を作るためには副相の制御が重要であり、焼結後に適切な温度・時間で熱処理することにより磁石の保磁力が向上することはよく知られている。熱処理条件や副相の分布に関してはすでに多くの顕微的研究が行われており、保磁力向上はNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B主相粒を包む副相の体積率や分布の熱処理による最適化であると考えられている<sup>1,2)</sup>。しかし、試料表面の局所観察は多数報告されている一方で、磁石内部での副相の定量的な研究は我々の知る限り報告がない。本研究では、透過率が高くバルク試料全体の平均情報を得られる中性子を用いて、高温環境下でNd-Fe-B焼結磁石内部の副相がどう変化するかを検証した。

試料は7mm角、高さ30mmの直方体に切り出した2種類の等方性Nd-Fe-B焼結磁石(31.0Nd-1.0B-bal.Fe及びCu0.1%添加試料)を用い、測定はMLF/J-PARCの工学材料回折装置BL19にて行った。室温から900°Cまで0.7°C/minで昇温する間の連続測定を行い、ディラトメーターを用いて長軸方向の微小な長さの変化も同時に測定した。

### 2 結果および考察

両試料において同程度の強度のNdO(fcc)及びNd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(A-type, hcp)の明瞭な回折ピークが観測され、Cu0%試料においてはいわゆるB rich相と呼ばれるNd<sub>5</sub>Fe<sub>18</sub>B<sub>18</sub>の回折ピークが観測された(Fig. 1)。リートベルト解析により求めたNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B、NdO、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の格子定数をFig. 2に示す。Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>Bの格子定数はa, c軸ともにキュリー温度以下で磁歪による特徴的な温度変化を示し、特にc軸方向はAndreevらの報告した単結晶の格子定数とは異なる温度依存性を持つことが明らかになった<sup>3)</sup>。NdO及びNd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は主相のキュリー温度以上では温度に対して線形に変化する一方で、キュリー温度以下では主相の磁歪に影響を受けていることが明らかになった。これは副相が主相と格子結合していることを意味する。

主相の単位格子体積の三乗根と試料の長軸方向の長さの変化を比較したFig. 3からは、Cu0%試料では750°C、Cu0.1%試料では630°C以上から試料長さが主相の単位胞の温度変化よりも過剰な増加を示すことがわかる。これは磁石内部のNdO、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>以外の副相、おそらくはdhcp構造のNdが溶解するためと考えられる。

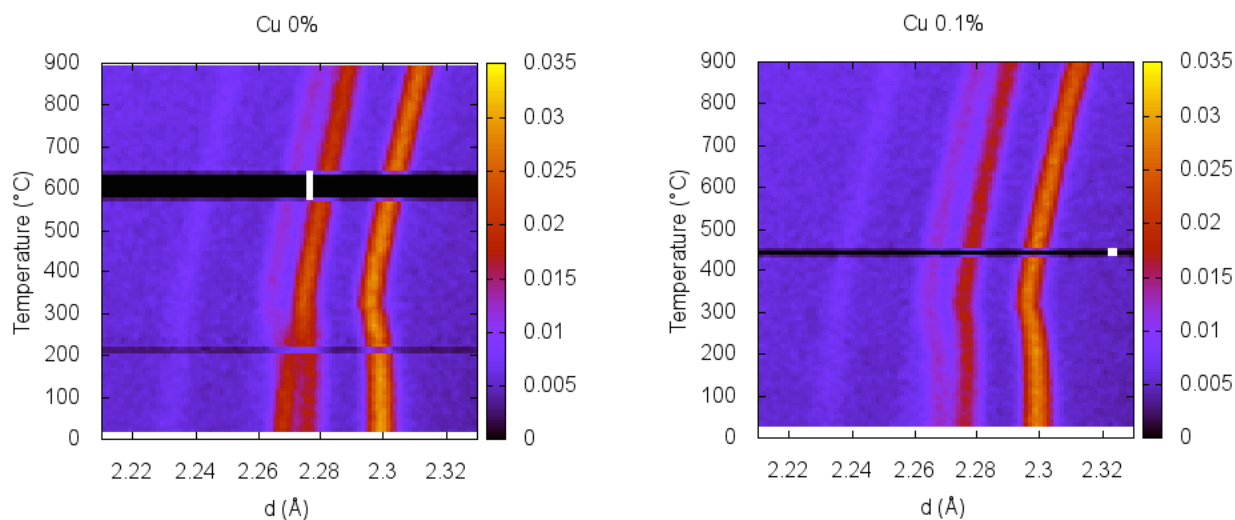


Fig. 1 B rich 相の回折ピーク

### References

- 1) R. Ramesh, J. K. Chen, and G. Thomas: *J. Appl. Phys.*, **61**, 2993 (1987).
- 2) T. Fukagawa and S. Hirose: *J. Appl. Phys.*, **104**, 013911 (2008).
- 3) A. V. Andreev, A. V. Deryagin, S. M. Zadvorkin, and S. V. Terent'ev: *Sov. Phys. Solid State*, **27** 987 (1985).

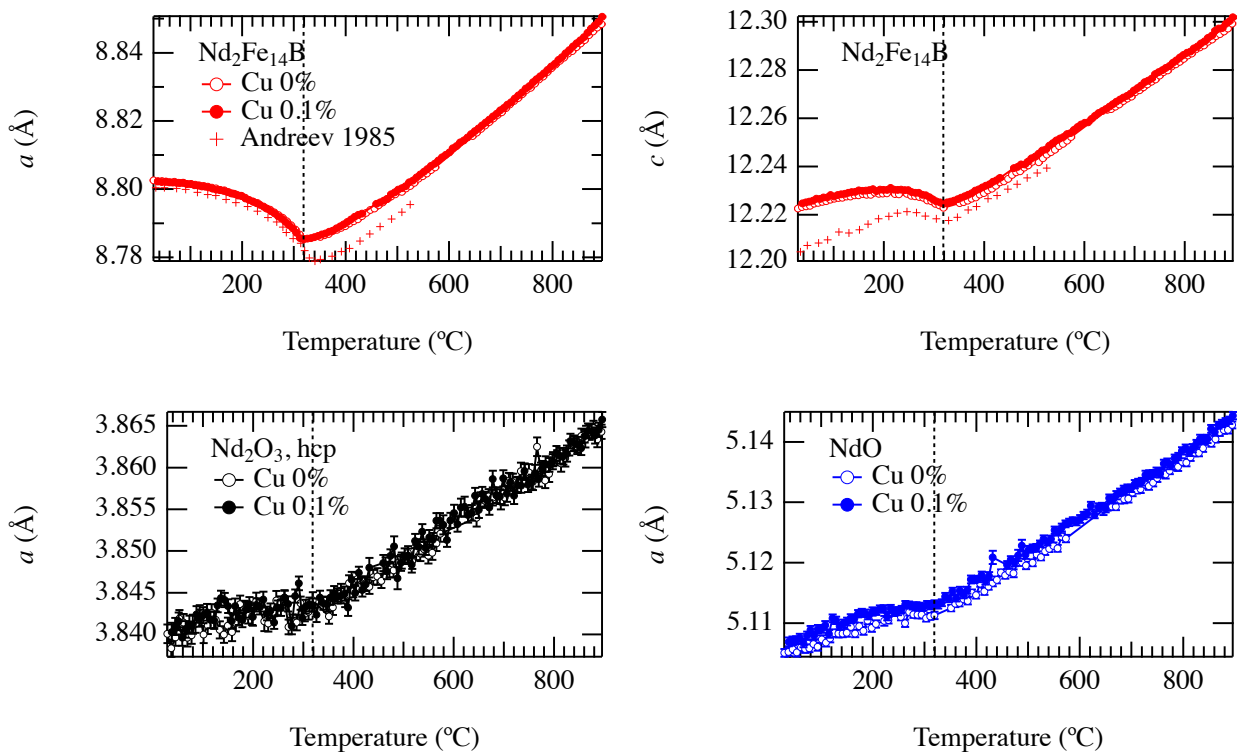


Fig. 2  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 、 $\text{NdO}$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$  の格子定数の温度変化

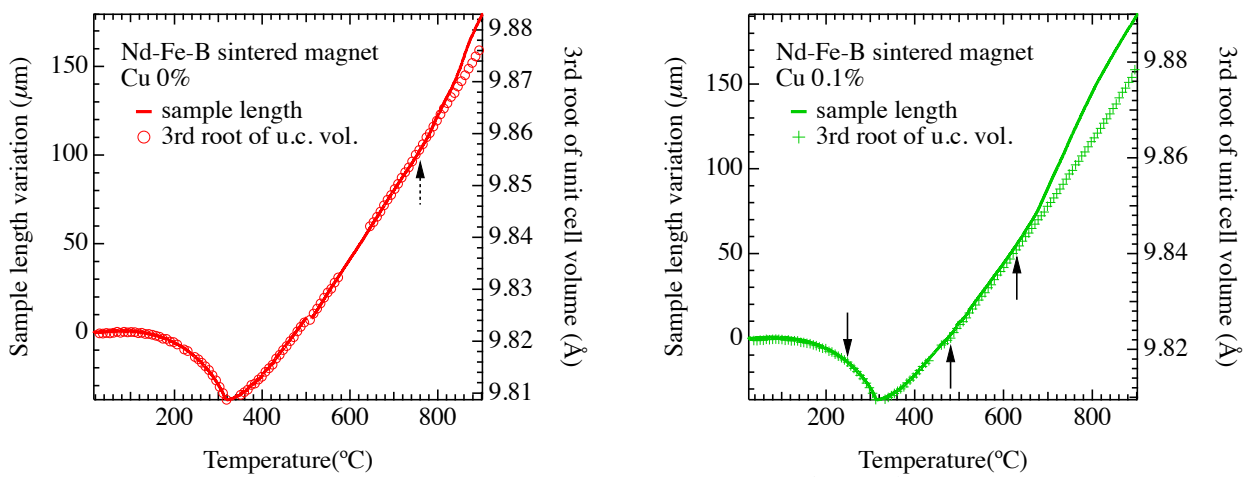


Fig. 3 試料長さ及び  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の単位胞体積の三乗根の温度変化