

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2008G0001 実験課題名 Title of experiment Nd-Fe-B 系合金の水素化—不均化—脱水素—再結合(HDDR) 過程にともなう構成相変化の解析 実験責任者名 Name of principal investigator 西内 武司 所属 Affiliation 日立金属株式会社 NEOMAX カンパニー 磁性材料研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA/BL20 実施日 Date of Experiment 2009 年 10 月 16 日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
Nd-Fe-B 系合金粉末(HDDR 処理条件を変えたもの) $Nd_{12.5}Fe_{73}Co_8B_{6.5}$

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
2. 1 実験方法 測定試料は $Nd_{12.5}Fe_{73}Co_8B_{6.5}$ 組成のインゴットを 1110°C で熱処理した後、粉碎により 53~300 μm の出発原料粉末を得た。管状流気炉を用いてアルゴン雰囲気中で 840°C まで昇温した後、雰囲気ガスを水素に切り換えて 840°C で保持し、その後冷却した。本検討では水素中での保持時間を 0, 240min とした。(以下これらのサンプルを HD0, HD240 と呼ぶ)。なお、従来の中性子散乱実験では多くの場合 ^{10}B による中性子の吸収を回避するため ^{11}B を使用していたが、本検討では天然存在比の B を使用した。 粉末中性子回折には iMATERIA(BL20)を用いた。我々のマシンタイム内では陽子ビーム強度は 20 kW, 中性子周波数は 25 Hz, 用いた検出器は背面検出バンク, 測定温度は室温とし、測定時間は HD0 において約 6 h, HD240 を約 2 h とした。なお、HD0 に関しては、後日装置グループ側にて約 100 kW の陽子ビーム強度で再測定(測定時間約 1.5h)したデータをご送付いただいた。 2. 2 結果 HD0, 100kW, 約 1.5hr ならびに HD240, 20kW, 約 2hr の測定条件で得られた回折ピークを図 1 に示す。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

本検討では天然存在比の B を使用したが、対称性の低い $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が主体である HD0 のサンプルにおいても 100kW, 1.5h での測定で定性分析に十分な強度と分解能が得られることが確認され、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の回折ピークはシミュレーションから予想される強度の低いピークも検出された。これらの結果から、iMATERIA での中性子回折実験では ^{11}B のような高価な原料を用いなくとも、陽子ビーム強度 100kW 程度で、Nd-Fe-B 系合金の測定を現実的な時間で行なうことができ、iMATERIA が Nd-Fe-B 系磁石に関する基礎研究のみならず、実用組成の材料を系統的に解析する上で強力な手段となることが明らかになった。

一方、HD240 のサンプルでは、 $\alpha\text{-Fe}$ 相と Fe_2B 相、 NdH_2 相のピークが観測された。このとき、これらの相の結晶対称性が高いことから HD240 のサンプルでは、20kW, 約 2h でも十分な回折強度が得られた。本検討時の装置側の整備状況では、 $d \leq 2.7\text{nm}$ の領域のデータしか取れなかったために、例えば NdH_2 の 111 反射や 200 反射など高 d 側のピークが測定できていない点が現状の課題である。また、解析にあたっては複数の強磁性相が存在することから、磁気散乱を考慮した解析を行なう必要がある。

HDDR プロセスにおける異方化メカニズムの解明においては、Nd-Fe-B 系合金の HD 処理および DR 処理過程における B や微量添加元素の挙動をすることが重要であると考えられるが、本検討の結果から、今後、検出器の拡充によって測定できる d の領域が広がり、かつ、磁気散乱を考慮した Rietveld 解析を適用することができれば、異方化メカニズムの解明に寄与できると期待される。

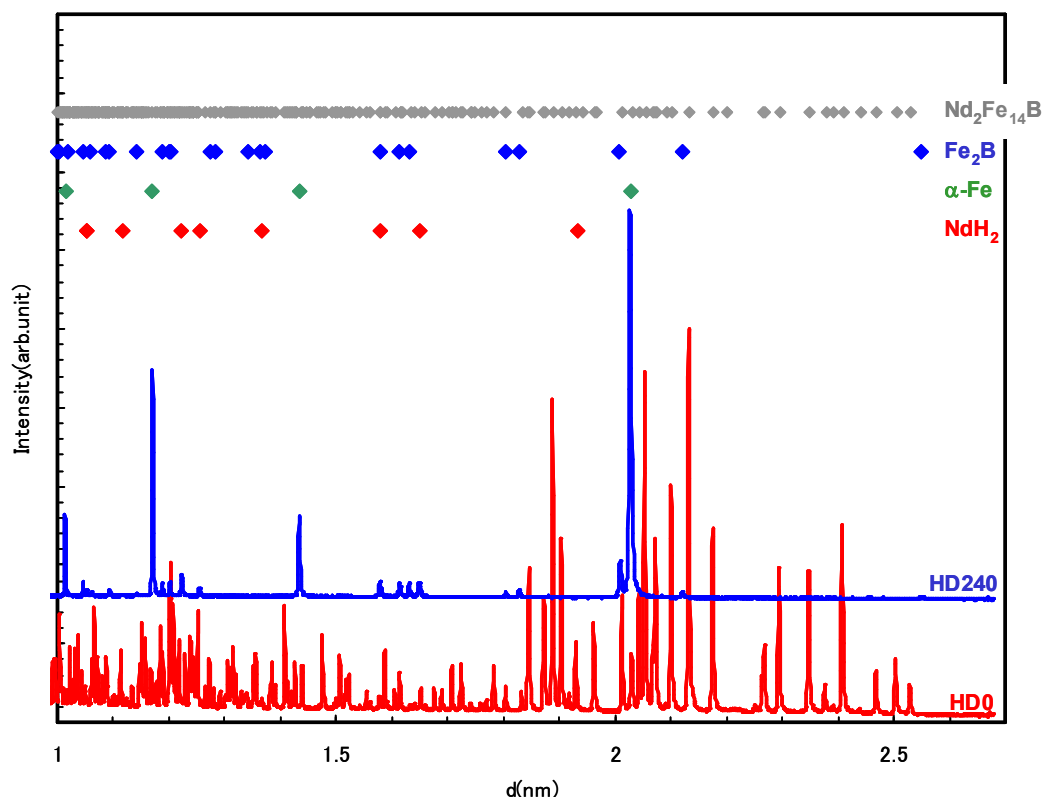


図 1 iMATERIA で測定した HD0 および HD240 の中性子回折プロファイル