


|  |   |
|--|---|
|  <b>MLF Experimental Report</b>   | 提出日 Date of Report<br>2010/7/30   |
| 課題番号 Project No.<br>2009AP0015<br>実験課題名 Title of experiment<br>Nd-Fe-B 焼結磁石の保磁力と内部平均界面構造<br>実験責任者名 Name of principal investigator<br>武田全康<br>所属 Affiliation<br>日本原子力研究開発機構 | 装置責任者 Name of responsible person<br>石垣 徹<br>装置名 Name of Instrument/(BL No.)<br>iMATERIA (BL20)<br>実施日 Date of Experiment<br>平成 22 年 5 月 25 日 22 時<br>~平成 22 年 5 月 27 日 10 時 |

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 焼結磁石   |

|   |
|---|
| 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。)<br>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.  |
| <p>Nd-Fe-B 焼結磁石は現存する永久磁石の中で、最大のエネルギー積をもつ世界最高性能の永久磁石であるが、現在市場に出荷されている Nd-Fe-B 焼結磁石では、高温での保磁力を維持するために、重希土類元素ディスプロシウム Dy を添加しなければならない。Dy の使用量を低減しながら、Nd-Fe-B 磁石の高い保磁力を維持するためには、主相そのものの結晶粒微細化と、主相を取り囲む粒界相のナノ構造制御のふたつが大きな課題である。本研究では iMATERIA を用いた中性子小角散乱測定により、Nd-Fe-B 焼結磁石の保磁力の起源となるナノ磁気構造を明らかにし、それらの構造と保磁力の相関を明確にすることで、省 Dy で高性能(高温で高保磁力を維持できる磁石)な Nd-Fe-B 焼結磁石の開発指針を与えることを目的として実験をおこなった。</p> <p>試料は現在市販されているNd-Fe-B焼結磁石と同じ元素比をもつものであるが、試料が含むBによる中性子の吸収を小さくするために<sup>11</sup>Bを濃縮したBを使った。今回は、強磁場中で 400 °Cから 600 °Cの間の温度でアニールすることにより保磁力が向上するという、強磁場アニール効果に注目し、アニール温度を 475 °Cとし、10Tの強磁場中でアニールしたものと、無磁場状態でアニールしたものの2種類の試料を測定した。</p> |

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

また、これらの試料は、アニール後に着磁したものであるが、未着磁状態での磁区構造、及び、 $^{11}\text{B}$ 濃縮Bではなく、通常のBを使った試料が、小角散乱プロファイルに与える影響を見るために、 $^{11}\text{B}$ 濃縮していないBを使い、熱処理後、着磁せずに未着磁状態での試料も測定した。試料は 20 mm角で厚さが約 2mmの板状で、中性子を面に垂直に入射させ、室温、無磁場の状態で、小角、中角、90 度、広角の全ての検出器バンクを用いて測定を行った。

各検出器バンクで得られた実験結果の中で、本来の目的である小角バンクを使って得られた小角領域の実験結果を図 1 に示す。図 1 の左側の図は、横軸に  $q = 4\pi \sin \theta / \lambda$  を取り、縦軸に波長、検出器ピクセルの組み合わせで同じ  $q$  値を与えるものを、検出器面上で円環平均し足し合わせた強度をプロットした。図にはポリエチレンからの非干渉性散乱を用いて測定したダイレクトビームのプロファイルも示した。右の図は、各試料の強度をダイレクトビームのプロファイルで割ることで得られた、目的の小角散乱プロファイルである。

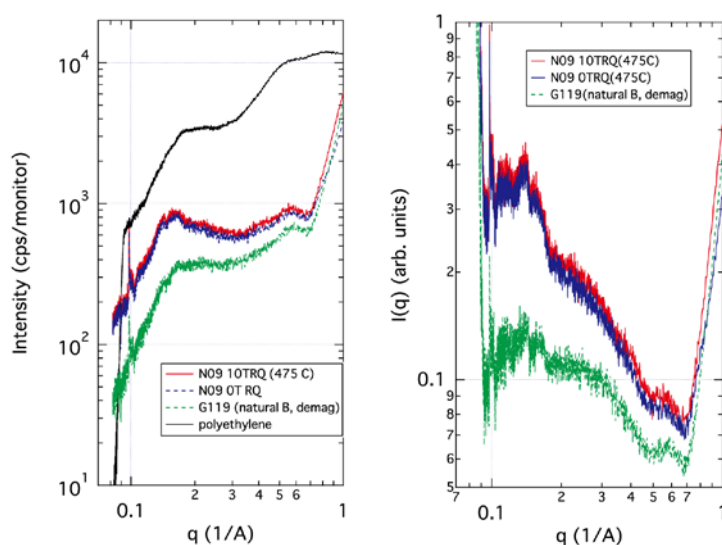


図 1 小角バンク散乱強度 (左) とそれから得られた小角散乱プロファイル

$^{11}\text{B}$ 濃縮していない試料では、 $^{10}\text{B}$ の吸収のために全体の強度が下がっているだけでなく、プロファイルが大きく他と異なるが、これは試料が未着磁であるために、試料内部の磁区構造からの散乱が強く起きているためと考えられる。一方、磁場中アニールと無磁場でアニールした試料の間には、わずかな小角散乱プロファイルの差があることはわかる。しかし、相対的な比較は可能であるものの、 $0.1 \text{ \AA}^{-1}$ 以下で小角散乱強度は急速に増加しており、すでに得られているSANS-J-IIでの測定データと比較すると、正しい小角散乱プロファイルが得られていないと判断される。これは、左の図でわかるように、小角散乱プロファイルを得る際に割り算の分母となる、ポリエチレンからの散乱強度が、 $0.1 \text{ \AA}^{-1}$ 以下で急激に落ちるためであるが、今のところこの原因は不明である。現状では、小角バンクのデータを処理するソフトウェアも開発途中で未完成で、これ以上の解析は困難であり、実験がうまくいったのか、いっていないかの判断もできない状態のため、データ処理関連のソフトウェアの整備は急務であると考えられる。

一方で、中角、90度、広角検出器で得られた試料の回折パターンからは、明瞭な不純物の変化が観測されており、強磁場中でアニールを行うことで、不純物相の生成に影響を与えることが、新しい知見として得られ、その不純物の同定を行っている。