

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2010BM0016 実験課題名 Title of experiment Nd-Fe-B 系焼結磁石における Nd-rich 相の中性子回折測定 実験責任者名 Name of principal investigator 村田 剛志 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 2011/1/29 - 2011/1/30

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. 下記組成を有する Nd-Fe-B 三元系および Nd-Fe-B-Cu 四元系焼結磁石 1. $Nd_{14.5}Fe_{bal.}B_{6.1}$ (at.%) 2. $Nd_{14.5}Fe_{bal.}B_{6.1}Cu_{0.1}$ (at.%) 各試料に対し、焼結まま試料、および450℃、550℃、700℃で時効処理を施した試料を 250μm 以下に粉碎した粉末を使用した。

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. この実験は、計画している「Nd-Fe-B 系焼結磁石における Nd-rich 相の高温その場中性子回折測定」を実施するために、その基礎データを得る目的を持つ室温粉末回折実験である。 サンプルホルダーには 6mm φ のバナジウム試料管を使用し、約 4g の試料粉末を入れた。 測定は、ダブルフレームにおいて行い、イベントモード(イベントカウント:527600000)で行った。なお、1試料の測定には約 1 時間 50 分を要した。(ビーム強度は 210~220kW) 測定データは、背面バンク、90度バンク、低角バンク(15度、25度、35度)で収集した。 図1にそれぞれの検出器において測定した回折プロファイルを示す。背面バンクおよび90度バンクにおいて、主相である $Nd_2Fe_{14}B$ 相の良好な回折ピークが得られていることがわかる。なお、Nd-Fe-B三元系とNd-Fe-B-Cu四元系において、回折プロファイルに明瞭な違いは見られなかった。 また、図2にNd-rich相(dhcp-Nd, fcc-NdOx, hcp-Nd ₂ O ₃)の回折ピークが観察された領域 ($1/d = 0.31 \sim 0.41 \text{ \AA}^{-1}$) の回折プロファイルを示す。また、当社で実施した実験室XRD測定の結果も合わせて示す。
--

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

図より、背面バンクおよび90度バンクのいずれにおいてもNd-rich相の小さな回折ピークが観察されていることがわかる。また、実験室 XRD 測定において観察されている回折プロファイルと同様な回折プロファイルが得られることがわかった。

しかしながら、この $1/d$ の範囲においては、背面バンクでダブルフレームにおいて測定した際にバーストする領域が含まれている。

したがって、現在課題申請をしているNd-Fe-B系焼結磁石の高温その場測定によるNd-rich相の相変態挙動の調査においては、シングルフレームで測定し、90度バンクにおけるデータを解析することによって、試料内部におけるNd-rich相の相変態挙動をとらえることができると期待される。

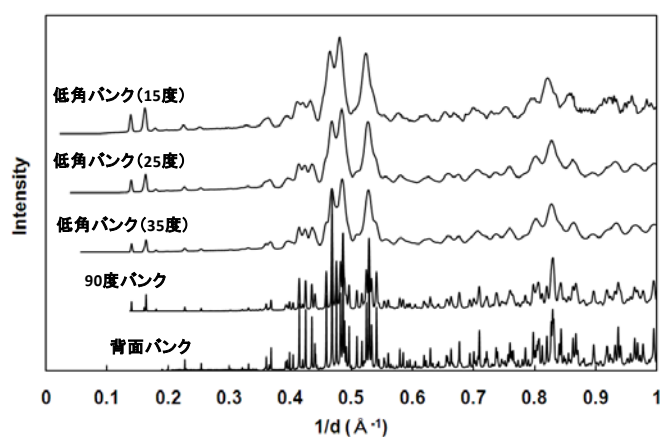


図1 iMATERIAで測定したNd_{14.5}Fe_{bal}B_{6.1}(at.%) (焼結まま試料)の回折プロファイル。

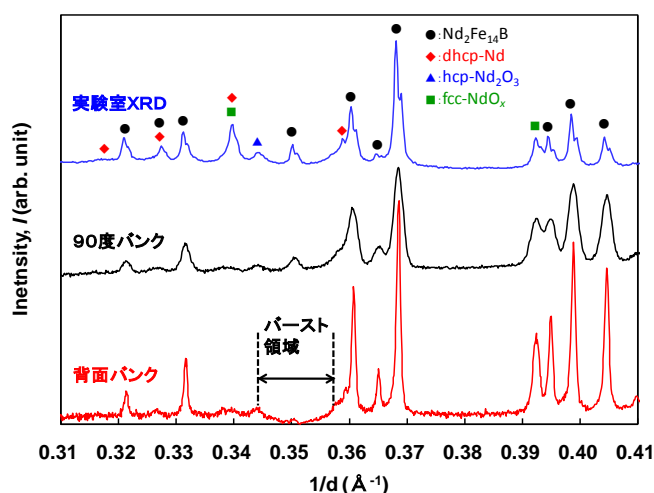


図2 iMATERIAでの背面バンクおよび90度バンクで測定したNd_{14.5}Fe_{bal}B_{6.1}(at.%) (焼結まま試料)の回折プロファイル。(比較のため、実験室 XRD の回折プロファイルも示す。)