

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2012/2/**
課題番号 Project No. 2012BM0013 実験課題名 Title of experiment Nd-Fe-B 焼結磁石の高温その場中性子回折測定 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 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 2012/12/20 - 2012/12/23

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. <p>Nd_{20.0}Fe_{74.1}B_{5.9} (mol.%)の組成を有する Nd-Fe-B 焼結体を粉砕し、 425~850 μm の粒度の試料を測定試料とした。 上記試料を直径 10mmφ のバナジウムセルに挿入した。</p>
--

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. <p>本実験課題は、2011年度下期(2011BM0001)の継続課題であり、Nd-Fe-B 焼結磁石の保磁力発現に寄与していると考えられている所謂 Nd-rich 相 (dhcp-Nd 相, fcc-NdO_x 相, hcp-Nd₂O₃ 相)の溶解挙動を高温その場中性子回折により調査することを目的としたものである。2011年度下期の測定においては、試料は Nd_{14.5}Fe_{79.4}B_{6.1} (mol.%)を用いたが、バナジウム炉による中性子の吸収が想定よりも大きく、Nd-rich 相の回折ピークを明瞭には観測できなかった。特に hcp-Nd₂O₃ 相の回折ピークは観測できておらず、測定ノイズの大きさよりも回折ピークが小さいものと推定される。そこで、本実験課題においては、Nd-rich 相を明瞭に観測するため、試料中の Nd 量を増やした(試料中の Nd-rich 相を増やした)Nd₂₀Fe_{74.1}B_{5.9} (mol.%)を用いて実験を行った。</p> <p>測定には真空バナジウム炉を使用し、室温から900℃までの昇温過程において500, 600, 700, 750, 800, 850, 900℃の各温度で測定を行った。また、900℃の測定後に室温まで冷却して再度測定し、加熱前と同一のプロファイルが得られることを確認した。測定はダブルフレームで1測定あたり4時間で行った。(ビーム強度は300kW)</p>

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

図1に各温度で測定した回折プロファイルを示す。室温においては、主相である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の他に、各種 Nd-rich 相(dhcp-Nd 相, fcc- NdO_x 相, hcp- Nd_2O_3 相)の回折ピークが観察される。これらのピークは 500, 600°Cにおいても観察されているが、700°C以上では dhcp-Nd 相が消失している。これは、Nd-Fe-B 三元系における三元共晶温度が約 680°Cであることとよく対応しており、dhcp-Nd はこの温度以上では主相の一部と反応し液相として存在していると考えられる。一方、酸化物相である fcc- NdO_x 相および hcp- Nd_2O_3 相は 900°Cまで明瞭に回折ピークが観察されており、回折強度もほとんど変化していないことから、900°C以下の温度においてはこれらの酸化物相の液相への溶解度は極めて小さいと考えられる。

一方で、Nd-Fe-B 焼結磁石の焼結温度(1000~1100°C)においては液相を介して酸素の移動が起こり、酸化物相が形成されることが考えられており、900°C以上では液相への酸素の溶解度が大きくなっている可能性がある。現状の設備では最高到達温度が 900°Cであるため焼結温度における測定ができず、さらなる設備の改良が望まれる。

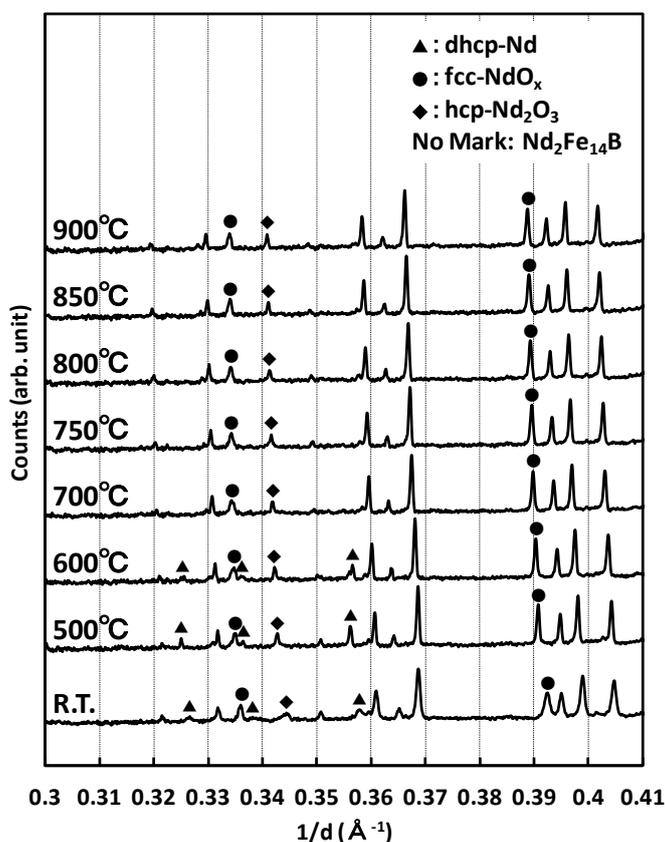


図1 各温度における $\text{Nd}_{20}\text{Fe}_{74.1}\text{B}_{5.9}$ (mol.%) の中性子回折プロファイル。

