

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2014PM002 実験課題名 Title of experiment 希土類永久磁石の微細組織構造の精密構造解析と結晶生成過程の研究 実験責任者名 Name of principal investigator 小野寛太 所属 Affiliation 高エネルギー加速器研究機構	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 2014.06.13, 25

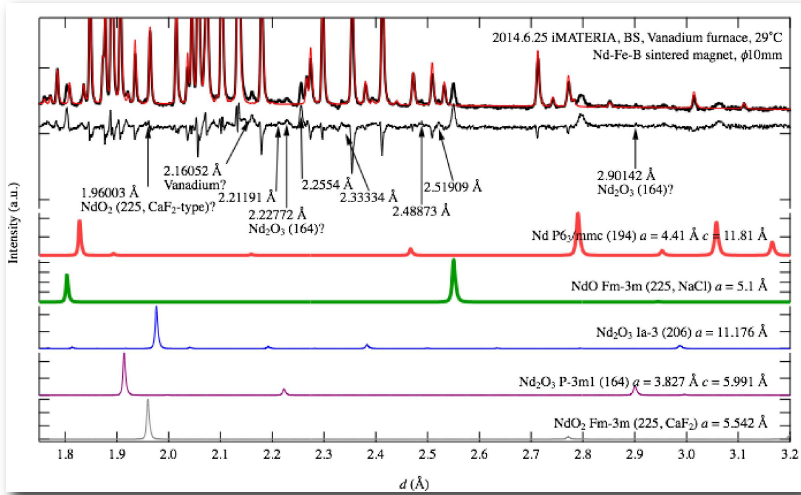
試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
Nd-Fe-B 無配向焼結磁石

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。)
Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>Nd-Fe-B 焼結磁石の結晶粒界に存在する Nd 酸化物などの副生成相の構造および組成を明らかにするため、Nd-Fe-B 焼結磁石の高温 in situ 中性子回折実験を行った。焼結磁石では結晶の c 軸が配向しているため、無配向試料を作製し、回折実験を行った。</p> <p>本研究では、焼結磁石のポストアニーリングプロセスによる保磁力増大のメカニズムや Dy の粒界拡散プロセスなどを原子レベルで明らかにすることを目的として、高温度下での in situ 中性子構造解析を行う。今年度は実験手法および解析手法に関して高温実験手法を確立するための実験を行った。今回の実験では、Nd-Fe-B 焼結磁石を用いて実験を行った。Nd-Fe-B の三元共晶点は 665°C であるため、500°C~800°C の範囲で温度変化させ、高温度下での構造解析により副生成相の構造、組成や液相出現反応過程を観察した。実験の結果、次ページのような結果が得られ、iMATERIA での高温実験は磁石材料研究に有用であることが分かった。</p>

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

Nd-Fe-B焼結磁石の副相 測定及び解析結果



Nd-Fe-B焼結磁石 室温測定

Nd₂Fe₁₄B計算値との差
※まだきちんとrefineしていない状態

Nd(dhcp) あり

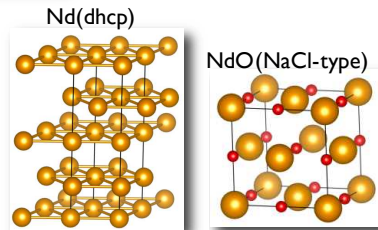
NdO(fcc, NaCl-type) あり

Nd₂O₃(bcc) なし

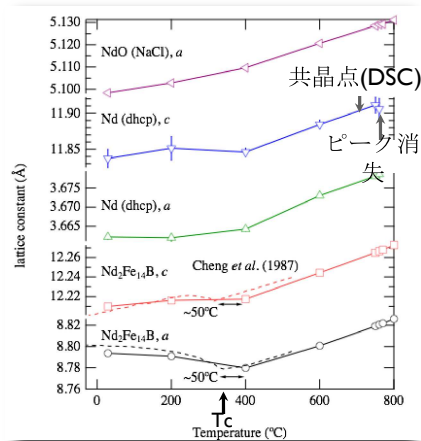
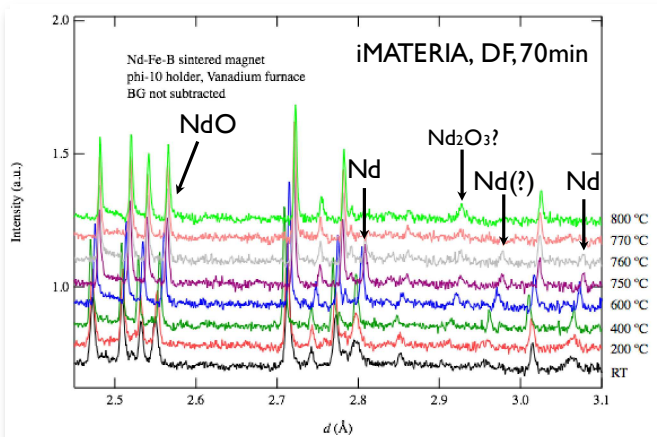
Nd₂O₃(六方晶) あり?

NdO₂(fcc, CaF₂-type) あり?

- ▶ 7x7x45 mm、B置換無し、70分でNd、NdOのピークを観測
- ▶ 未同定ピークあり
- ▶ 定量解析はまだ
- ▶ 副相の割合、NdOの酸素サイト占有率



Nd-Fe-B焼結磁石の副相 測定及び解析結果



※炉の温度取止は要修正

- ▶ 格子定数
 - ▶ Nd T_c前後で温度依存性が変わる
 - ▶ NdO T_c前後でも大きく変わらず単調増加
- ▶ Ndのピーク形状は高温でシャープになる
- ▶ 2.9 Å付近の未同定ピークは800°Cで最も強くなる
- ▶ 温度変化で可逆かどうかは未確認