 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 2018/12/26
課題番号(Project No.) 2018AM0018 実験課題名(Title of experiment) パルス中性子による熱間加工ネオジム磁石の平均的組織解析(トライアルユース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 日置 敬子 所属(Affiliation) 大同特殊鋼株式会社	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) 2018/6/17

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>熱間加工ネオジム磁石は、微細な結晶構造を有するため、組織微細化による高保磁力化に有利である。しかしながら、現状、結晶粒径から期待されるほどの保磁力向上効果は得られておらず、今後は粒界相を含めた平均的組織の理解が重要と考えている。そこで、中性子回折法により、平均的組織の解析を行ない、その結果より、保磁力向上に有利な理想組織の指針を得たい。最終目的は、①原料～磁石までの組織変化を追跡し、結晶粒配向メカニズムを明確にすることと、②最終製品の結晶粒および粒界相を含めた平均的な組織を得て、磁気特性との対比を行ない、保磁力機構の理解につなげることである。そのための事前調査として、iMATERIA の中性子集合組織解析に着目し、試料および実験条件の最適化を行ないながら、熱間加工ネオジム磁石の平均構造を調査する。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) ①一般的組成の熱間加工磁石 (Nd-Pr-Fe-B-Co-Ga 系)、天然ホウ素を使用 : 試料厚み 2, 4, 5.6 mm、それぞれに対し、加工条件 3 水準 ②成分を単純化した熱間加工磁石 (Nd-Fe-B-Ga 系)、ホウ素 11 を使用 : 試料厚み 5.6 mm、加工条件 3 水準 ①②とも、試料の厚み方向はネオジム磁石の配向方向 (Nd ₂ Fe ₁₄ B 結晶の c 軸) と一致する。 詳細は表 1 参照。 2.2 実験方法(Experimental procedure) ・測定 : iMATERIA (出力 : 500kW) ・条件 : すべて室温、真空度 0.1~1.0Pa の状態で、熱消磁状態の試料にパルス中性子を照射 ・解析 : iMATERIA 用 Rietveld Texture Analysis 法

3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

(1) 試料厚みの影響（試料 B407, B408, A515）

天然ホウ素を含む一般的な熱間加工磁石を使い、所定時間の散乱強度を確認した。

試料 B407, B408, A515 の所定の時間の散乱強度を比較した結果より、厚み 5.6mm が評価試料として適切であると判断した。この後の測定はすべて、試料厚み 5.6mm に対して実施した。（本項目は、簡易確認のみのため図はなし）

表 1 試料詳細

ハッチングした試料は使用しなかった

成分系	(mm)	条件1	条件2 (標準)	条件3
①一般的な組成 Nd-Pr-Fe-Co-B-Ga系 (Bは天然ホウ素)	2	B402	B407	B411
	4	B403	B408	B412
	5.6	B404	A515	B413
②成分組成単純化 Nd-Fe-B-Ga系 (Bはホウ素11)	5.6	C007	C008	B418

(2) ボロンの中性子吸収断面積の影響（試料 A515, C008）

図 1 に、天然ホウ素（A515）とホウ素 11（C008）を原料とした試料の散乱強度を示す。それぞれ A515 は 80min, C008 は 30min の測定結果である。A515 でも、組織解析に十分な散乱強度が得られた。

(3) 加工条件の影響（試料 C007, 008, B418）

図 2 に、加工条件を変えた 3 試料の散乱強度を示す。すべての加工条件において、十分な散乱強度が得られた。今回の実験では、磁気散乱の影響も含んでいるものの、事前調査の結果（XRD）から得られた組織情報と一致する傾向が得られた。

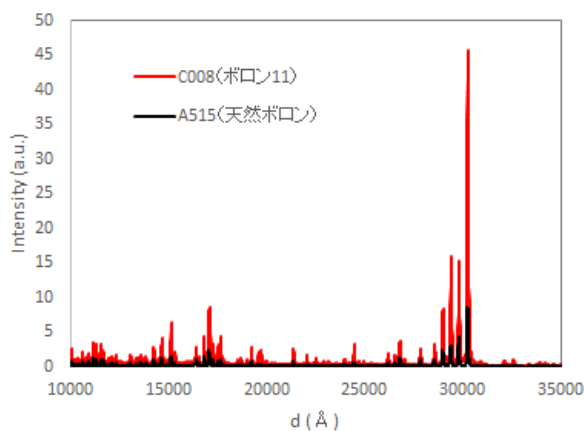


図 1 ボロンの中性子吸収断面積の影響

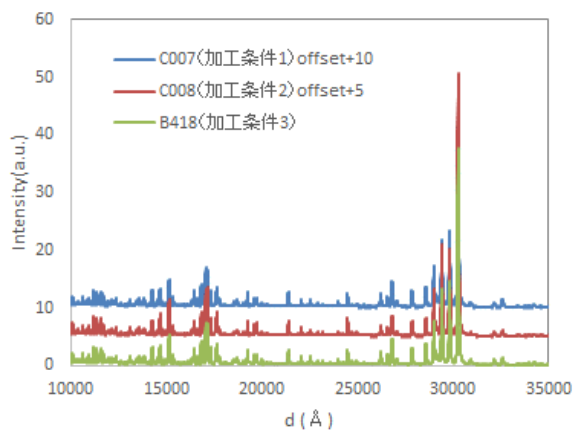


図 2 加工条件の影響

4. 結論(Conclusions)

本実験前は、一般的な組成のネオジム磁石では、天然ボロンによる中性子の吸収により、組織解析に十分な散乱強度が得られないことが懸念されたが、iMATERIA では、実験目的に対し、適切な試料および測定条件を選定することにより、組織解析が可能であることが明らかになった。

①磁石主相の一般的な集合組織解析（バルク全体の結晶粒径や配向度）は、天然ホウ素を含む試料でも十分。②とは言え、原料～熱間加工磁石間の平均組織の変化を追跡する場合は、時分割測定となるためホウ素 11 を使用した試料を準備した方がよい。③主相に加え粒界相の構造解析には、ホウ素 11 を使用した試料を準備した方がよい。本番実験では核散乱、磁気散乱の分離が必要である。