

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2012/4/20
課題番号 Project No. 2011BM0001 実験課題名 Title of experiment 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 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 2012/2/16-18

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_{14.5}Fe_{79.4}B_{6.1}(at.%)の組成を有する焼結体を 425~850 μm に粉砕して測定を行った。</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>本実験は、Nd-Fe-B 系焼結磁石の熱処理時における 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。測定は iMATERIA/BL20 に取り付けられた真空バナジウム炉を用い、炉内の設定温度を 900°Cまで昇温した後、900°C, 800°C, 700°C, 600°C, 500°C, 200°Cの順に冷却させながら行った。炉内においては、制御用の熱電対が試料から離れているため、試料温度は設定温度よりも 50~100°C程度高くなっている。ビーム出力は 100kW で、ダブルフレームにより測定を行った。</p> <p>図1に各温度における回折プロファイルを示す。主相である Nd₂Fe₁₄B 相の他に、fcc-NdO_x の回折ピークが観察されている。しかしながら、dhcp-Nd 相および hcp-Nd₂O₃ 相の回折ピークは非常に小さく、明瞭には観察されなかった。</p>

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

図2および図3に解析例として 600°C および 700°C における回折プロファイルを Rietveld 解析した結果をそれぞれ示す. 600°C においては $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の他に fcc-NdO_x 相および dhcp-Nd 相が存在しているのに対し, 700°C では dhcp-Nd 相が消失していることが分かった. これは, Nd-Fe-B 三元系の共晶温度が約 680°C であることから, dhcp-Nd 相が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の一部と反応して溶解したためと考えられる.

本実験で行った高温その場中性子回折によって, Nd-Fe-B 三元系の熱処理時における Nd-rich 相の溶解挙動を検出できることが明らかとなった. しかしながら, 以前に行った実験(課題番号: 2010BM0016)では, 室温において主相である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相以外に dhcp-Nd 相, fcc-NdO_x 相, $\text{hcp-Nd}_2\text{O}_3$ 相の回折ピークも観察されていたのに対し, 今回の実験ではデータの S/N 比が悪く, dhcp-Nd 相および $\text{hcp-Nd}_2\text{O}_3$ 相の明瞭な回折ピークを得ることはできなかった.

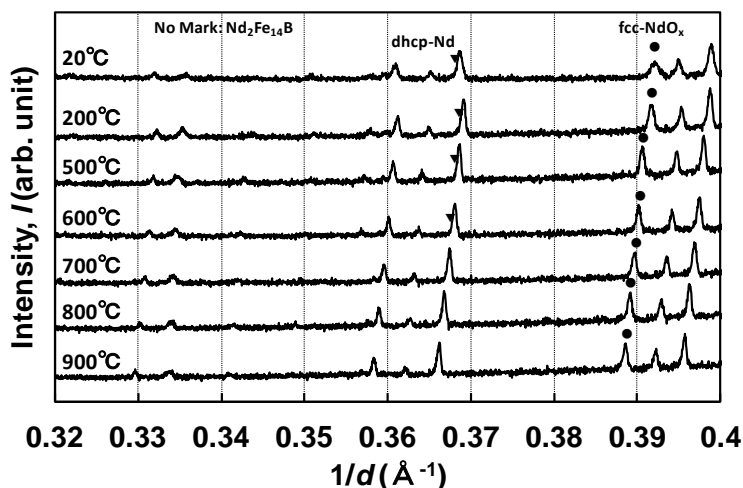


図1 Nd-Fe-B 焼結体の各温度における回折プロファイル

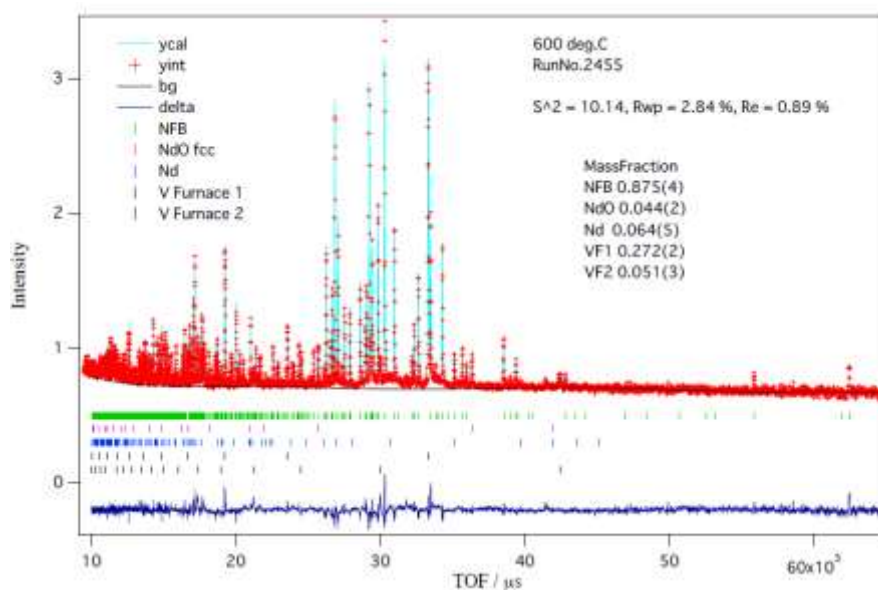


図2 Nd-Fe-B 焼結体の 600°C における回折プロファイルの Rietveld 解析結果

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

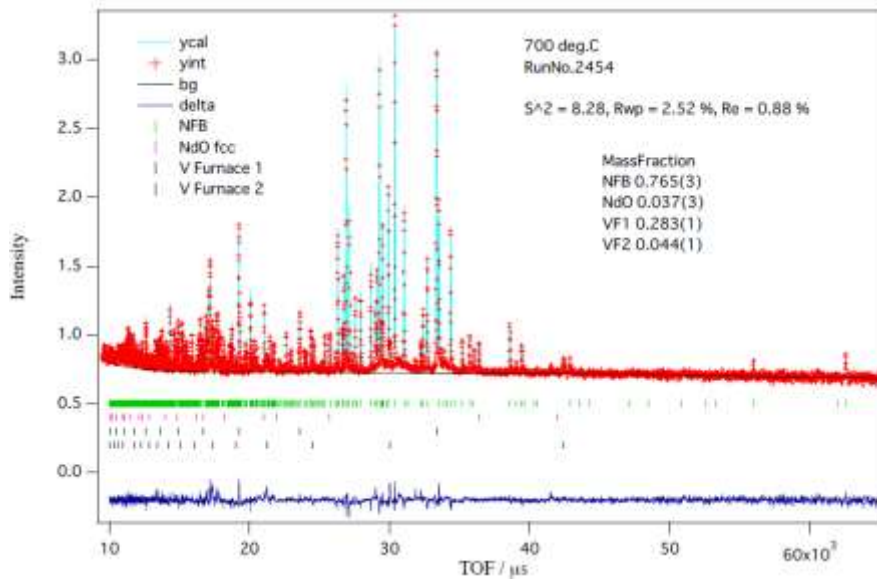


図3 Nd-Fe-B 焼結体の 700°Cにおける回折プロファイルの Rietveld 解析結果

以下は、MLFで内部資料として使用します。(日本語可)

The following sheet is for internal use only. Description in Japanese is acceptable.

○論文等による成果発表の予定 (Your publication plan)

a) 発表形式 ^(*1) Publication style ^(*1)	b) 発表先(誌名、講演先) ^(*2) Publication/Meeting information ^(*2) (Name of journal/book or meeting)	c) 投稿/発表時期 ^(*3) Date of paper submission or presentation ^(*3)
	発表予定無し	

【記入要領】(Instructions)

- (*1) 原著論文、総説、プロシーディングス、単行本、特許、招待講演(国際会議)、その他口頭発表等、具体的な発表方法を示して下さい。
Please describe planned publication and/or presentation style; *ex.* refereed journal, review article, conference proceedings, book, patent, invited talk, oral presentation *etc.*
- (*2) 成果を発表する誌名、講演先を示して下さい。
Please describe the name of journal or book you are planning to submit, or name of meeting you will make a presentation.
- (*3) およその発表予定時期を示して下さい。(3月以内、6月以内、1年以内、2年以内、2年以上先、等)
Please describe the estimated date of paper submission or presentation; *ex.* within 3 months, within 6 months, within 1 year, within 2 years, beyond 2 years, *etc.*

○成果になる予定が立たない場合の理由と今後の計画を記述してください。

In case you can not publish your results, please describe reasons and future plan.

今回の実験では、十分な S/N 比を有するデータを得ることができなかった。これは、ビームの出力が以前に行った実験(課題番号:2010BM0016)の半分(100kW)であったこと、およびバナジウム炉による中性子の吸収・回折が課題申請時の見積もりよりもはるかに大きかったことが原因と考えられる。S/N 比の大きいデータを取得するためには、(1) Nd-rich 相の量を増やした試料について測定する、(2) より強いビーム強度で測定する、(3) バナジウム炉による中性子の吸収を低減させる、等の改善が必要であると考えられる。

また、今回の実験においては、バナジウム炉の立ち上げ時における基礎データの取得が不十分であったため、課題申請時に見積もった実験数の 1/4 程度しかできなかった。さらに、バナジウム炉中における試料の正確な温度が分からないなど、産業利用課題として公募できるレベルに達していなかったことが最大の問題である。今後、バナジウム炉や水素雰囲気炉を用いる課題の申請にあたっては、事前にコーディネーターだけでなく設備責任者とも十分な打合せを行い、設備に関する情報共有をする必要があると思われる。