



金属ナノ粉末の結晶構造評価

平山悠介、高木健太
産業技術総合研究所

キーワード：永久磁石、非平衡相、合金、熱プラズマ

1. 背景と研究目的

現在最強磁石材料である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ に比べ、高磁気特性（飽和磁化、異方性磁界）を有する材料として、より Fe リッチ組成を有する化合物[1-3]が報告されている。これら Fe リッチの結晶相は、相図には現れない準安定相であり、本準安定相を単結晶粉末で作製できた例はない。そこで、我々は新規プロセスとして熱プラズマ法による永久磁石材料粉末の合成を試みている。熱プラズマプロセスは RF コイルで誘起された熱プラズマで原料粉末を一旦蒸気にし、その後、場を急冷することで核生成、凝集・凝結を経てナノ粒子を合成する方法である。本研究では、その急冷効果により、準安定の Sm-Fe 合金単結晶粉末の合成を試み、その結晶構造を放射光 XRD によって評価した。

2. 実験内容

原料粉は SmH_2 と Fe の混合粉とした。ここで、 SmH_2 は Sm 金属を 500°C 、水素中で 2 時間処理することで SmH_3 とし、ヘプタン中で 2 時間ボールミルによる粉砕を行い、さらに、 600°C 真空中で 1 時間熱処理を行うことで得られた。本混合粉を熱プラズマ処理することで、平均粒径が約 100nm の合金粉末を得た。得られた試料を 300 μm のキャピラリーにグローブボックス内で封入し、あいちシンクロトロン BL5S2 でエネルギー 14 keV の X 線を用い、粉末 X 線回折実験を行った。今回測定した試料は、合成した Sm-Fe 合金粉末さらに Ar 中で 400°C 、 500°C 、 600°C 、 700°C 、 800°C のそれぞれの温度で 5 分熱処理を行った合計 6 個の試料を対象とした。

3. 結果および考察

右図に XRD 測定結果を示す。熱プラズマ処理された粉末 (asTP) とさらに 400°C で熱処理をおこなった粉末については、 24° 付近の合金ピークが参照ピークよりも低角へピークシフトしている。これは、一旦熱プラズマプロセスにより合金化した後、原料粉に含まれる水素の影響により、合金相に水素が侵入することで格子が広がったことが原因であると考えられる。一方、 500°C 以上の熱処理では脱水素化が進み、参照ピークに合う Sm-Fe 合金相が得られた。 700°C より高い温度域では $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 構造が生成するが、 700°C 以下では準安定相である TnCu_7 構造を有していることがわかる。TEM による構造解析の結果と合わせると、熱プラズマプロセスを用いることで、準安定合金相を単結晶で得られることがわかった。

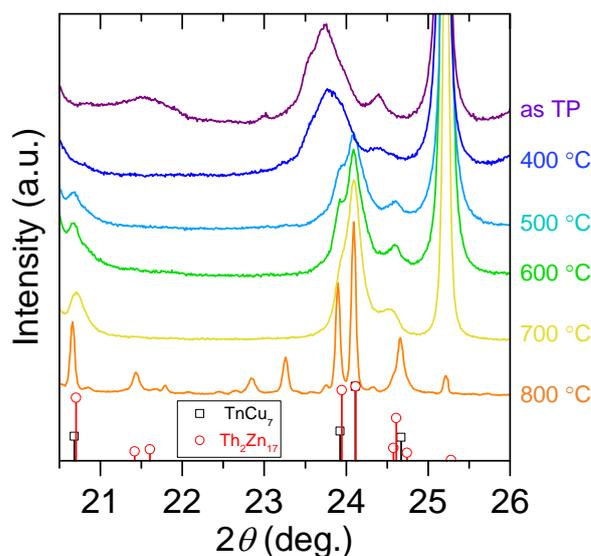


図 作製した Sm-Fe 合金粉末の XRD

4. 参考文献

1. S. Sakurada et al., J. Appl. Phys. 79, 4611 (1996).
2. Y. Hirayama et al., Scr. Mater. 95, 70 (2015).
3. Y. Hirayama et al., Scr. Mater. 138, 62 (2017).