



希土類-鉄合金粉末の結晶構造解析

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磁粉の合成に挑戦し、初めて Fe リッチ相を含む合金粉末を得ることに成功した。得られた合金相の中に目的とする、 TbCu_7 、 ThMn_{12} 構造が存在するかどうか永久磁石材料合成の第一ステップであるが、ラボの XRD からでは分離が困難である。というのも、得られる可能性の高い結晶構造は基本結晶構造を CaCu_5 構造とし、その Ca サイトを Cu サイトの元素で置き換えてできる $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 、 TbCu_7 、 ThMn_{12} 構造であり、これらの結晶構造は基本結晶構造が同様であることから、分離・同定・定量することはラボの XRD の分解能では分離すら満足にできない。そこで、本研究では熱プラズマプロセスで作製した合金粉末の結晶構造解析をシンクロトロンを用いて結晶構造の同定を行った。

2. 実験内容

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の 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、熱プラズマ法で急冷速度の違う 2 種類の Nd-Fe 合金粉末と、これらの試料に 10^{-3} Pa 以下の真空中で 400、500、600、700、800、900 $^{\circ}\text{C}$ のそれぞれの温度下で 5 分熱処理を行った合計 14 個の試料を対象とした。

3. 結果および考察

右図に測定結果を示す。急冷あり・なし、いずれの試料でも 700 $^{\circ}\text{C}$ 以上で熱処理を行うと $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 構造の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$ の生成が確認できた。600 $^{\circ}\text{C}$ 以下では急冷ありの試料でのみ、 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 構造の(024)面由来の超格子ピークが消え、 TbCu_7 構造を有していることがわかった。従って、熱プラズマ法で非平衡 Nd-Fe 合金の合成に成功し、TEM 観察結果より、それらの粉末は単結晶であることがわかった。従って本結果は、磁石材料の原料粉である単結晶微粉末を作製する方法として、非常に有望である。

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).

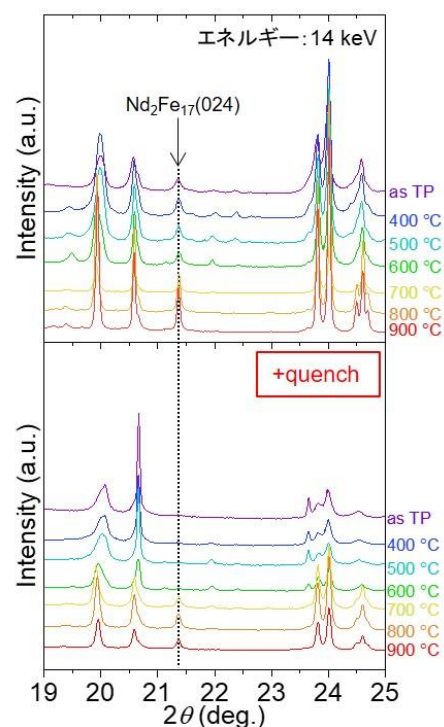


図 急冷なし（上）と急冷あり（下）の測定結果