

中性子小角散乱法による Nd-Fe-B焼結磁石の 内部平均構造の研究

原子力機構 量子ビーム，J-PARCセンター，東北大 NICHe 武田全康

総合科学研究機構（CROSS） 鈴木淳市

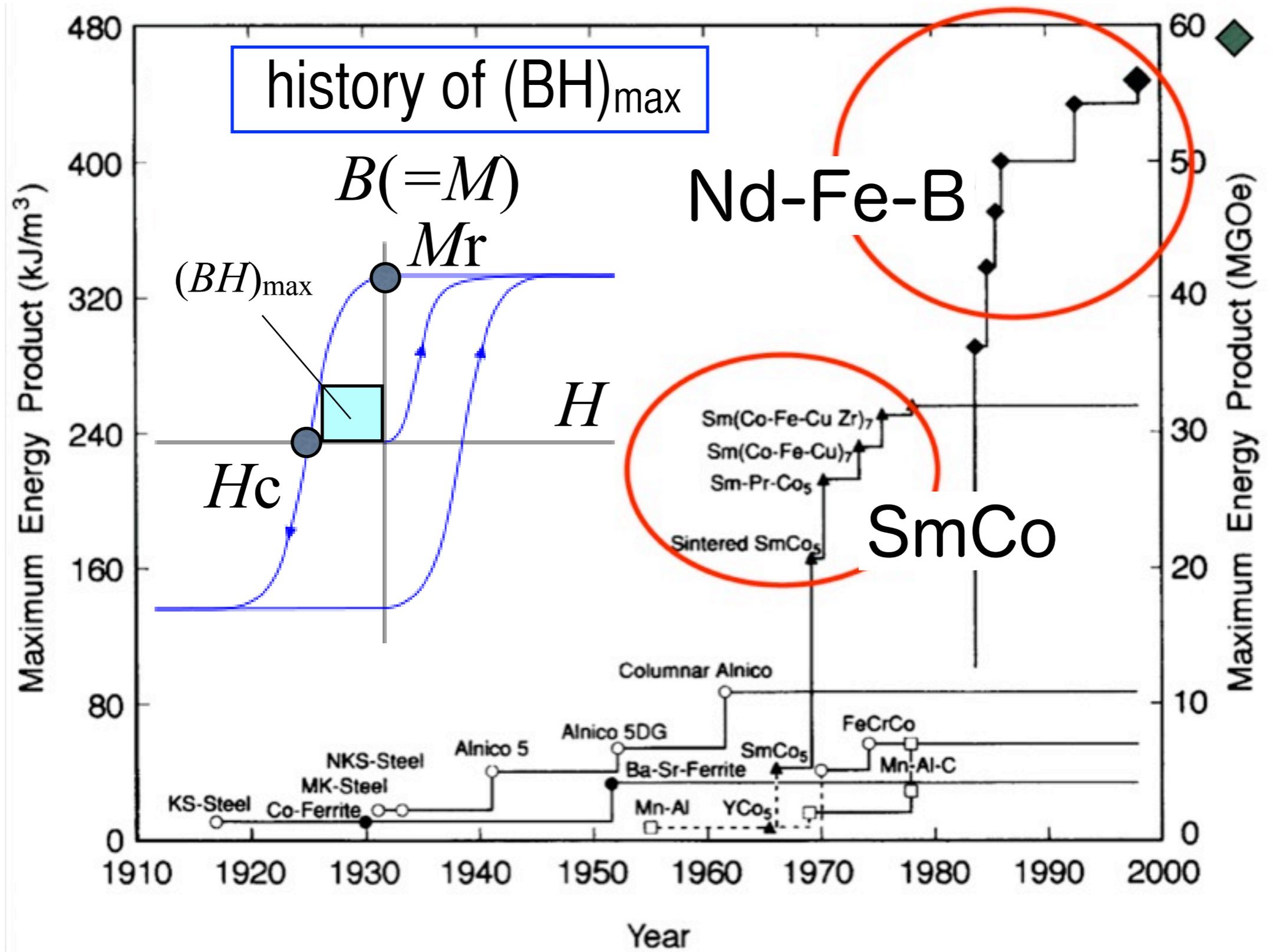
原子力機構 先端研 山口大輔

東北大 NICHe 秋屋貴博

山形大 工，東北大 NICHe 加藤宏朗

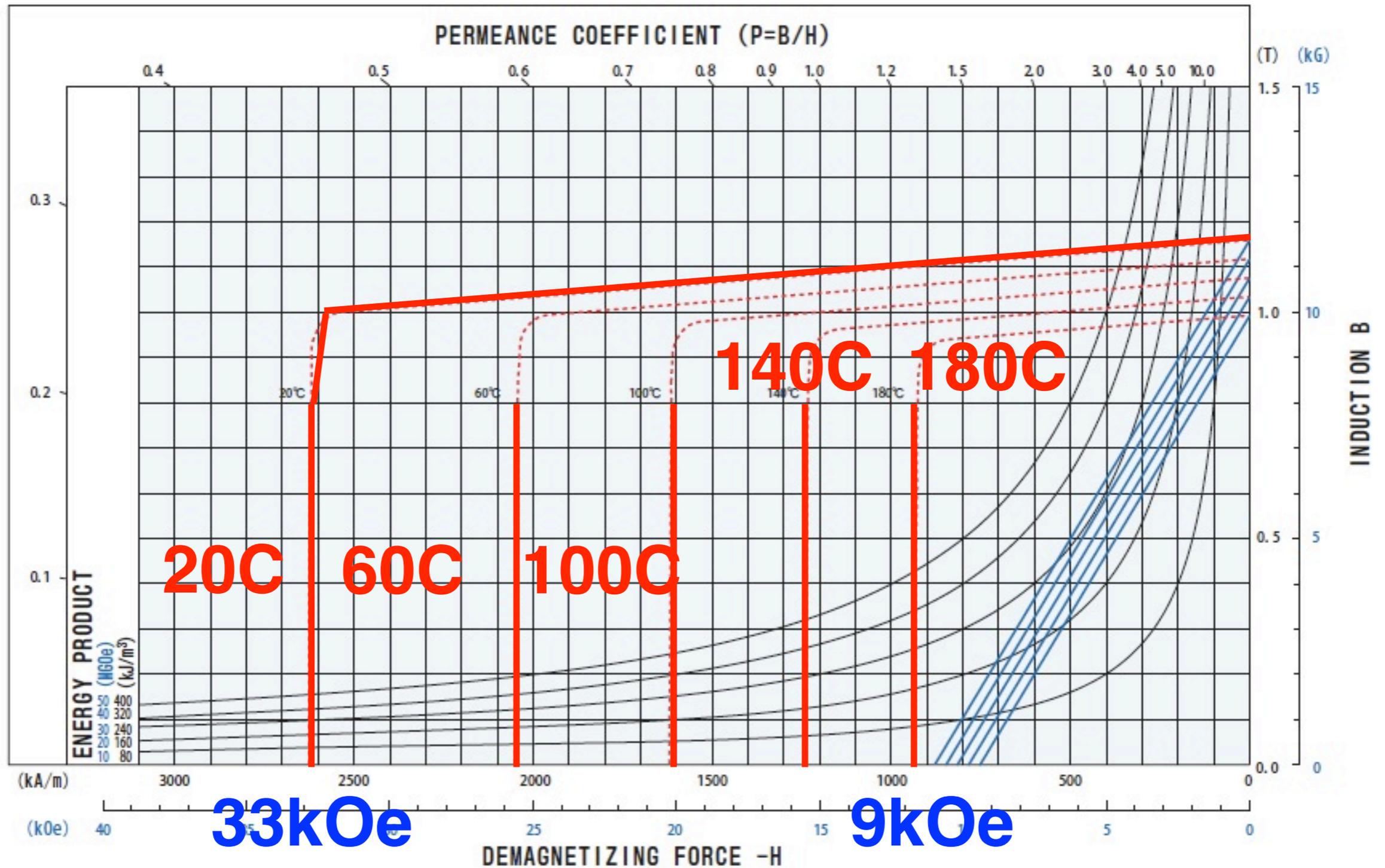
インターメタリックス，東北大 NICHe 宇根康裕，佐川真人

Nd-Fe-B 焼結磁石とは



Nd-Fe-B 焼結磁石の温度磁気特性

ID: NMX-S34GH

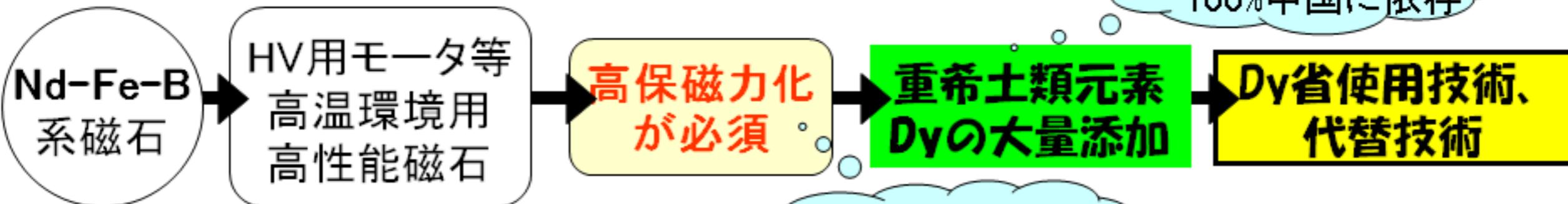


日立金属のカタログより

熱に弱い！

省Dyの必要性

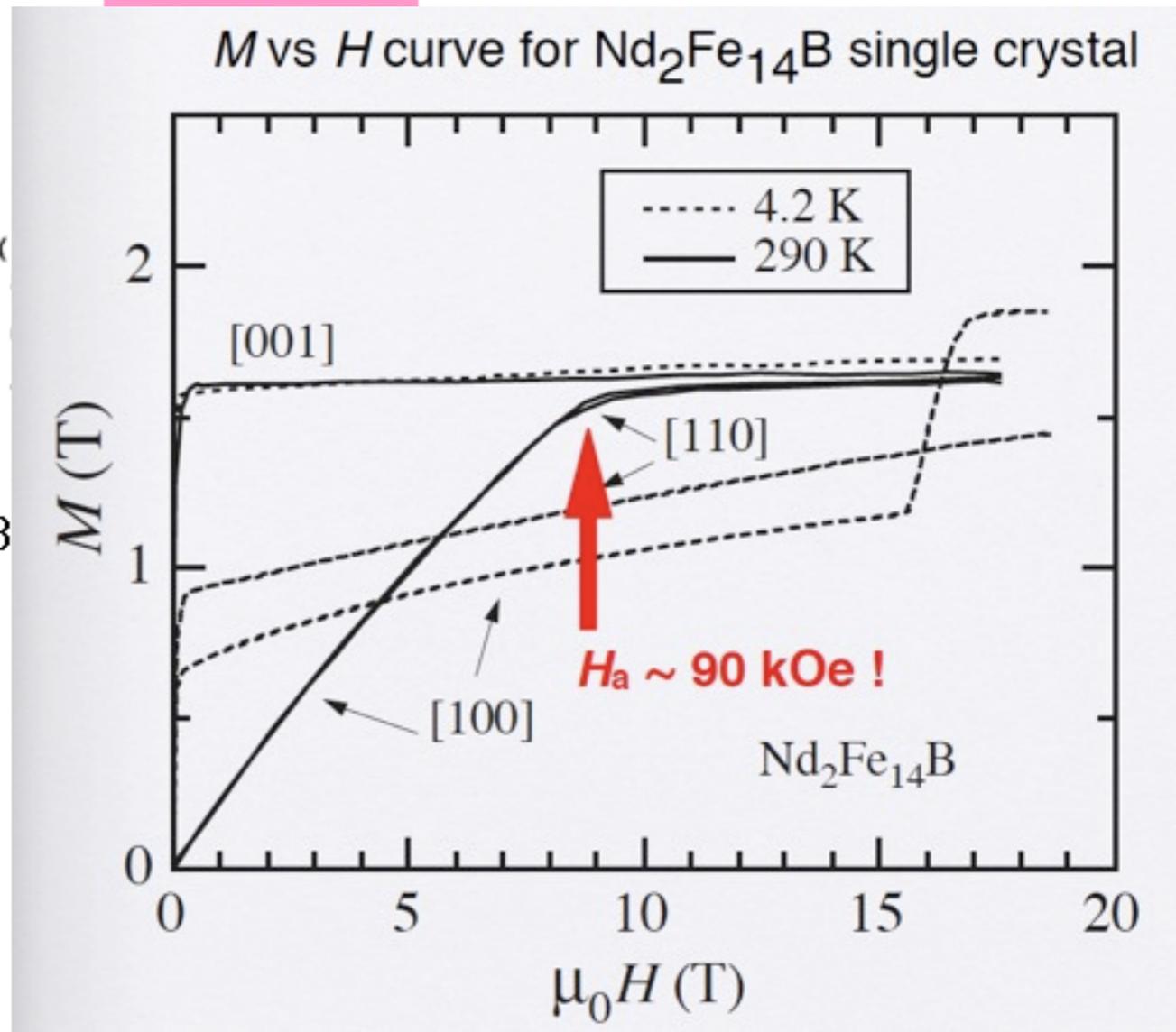
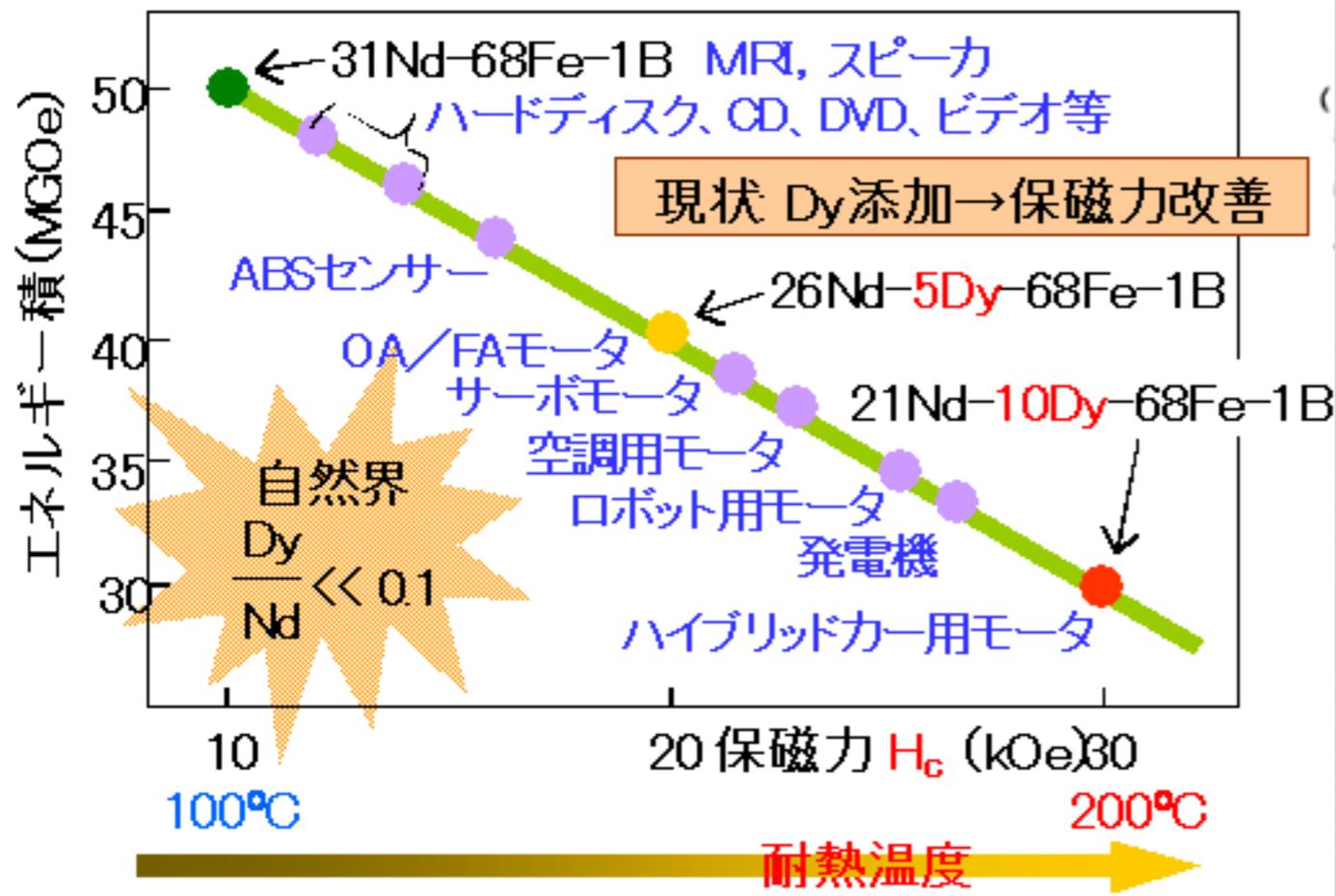
Dy: 資源量稀少
100%中国に依存



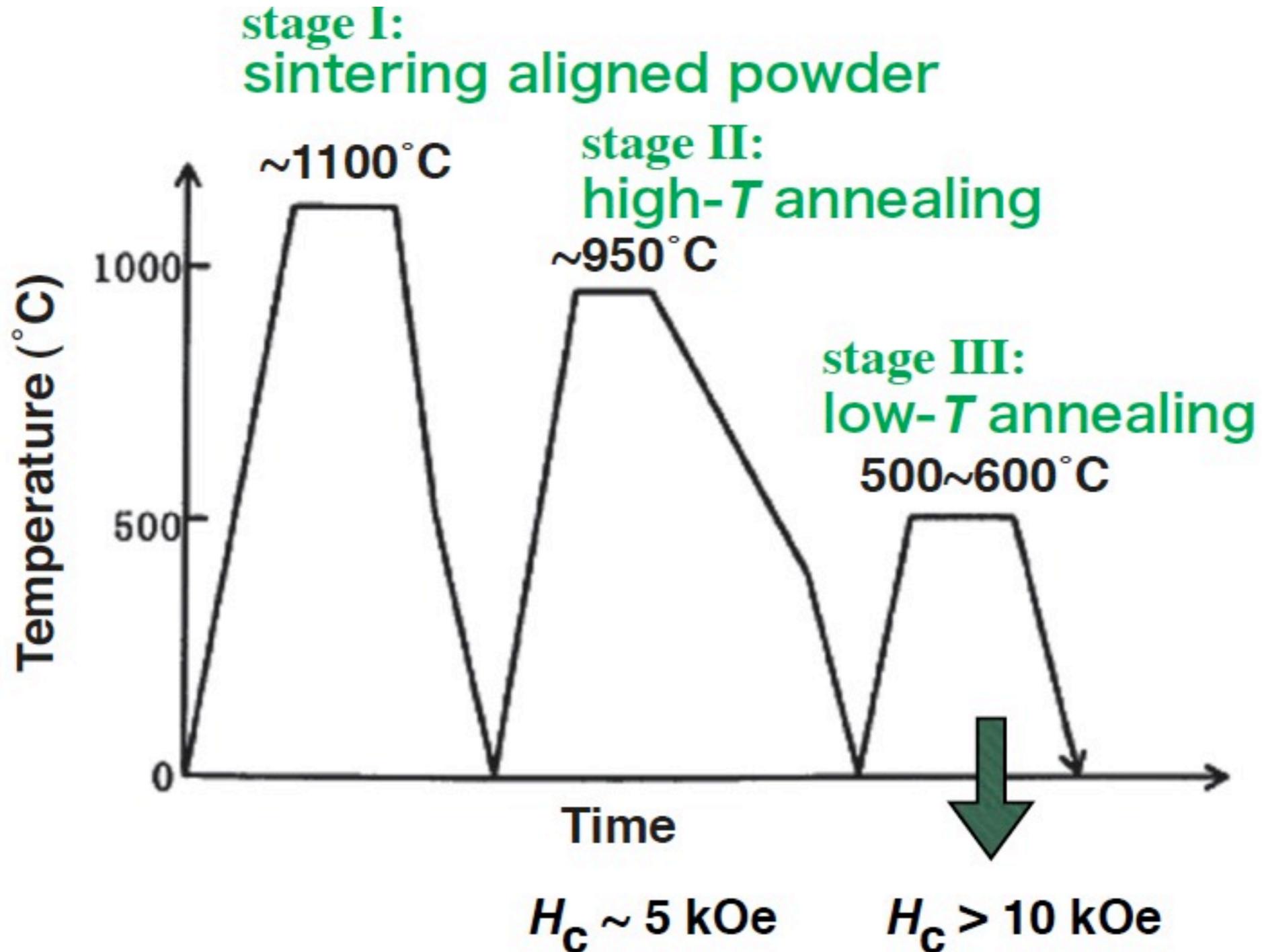
現状では対症療法的な手法のみ

主相単結晶の異方性磁場90 kOe

Nd-Fe-B系磁石の組成と用途

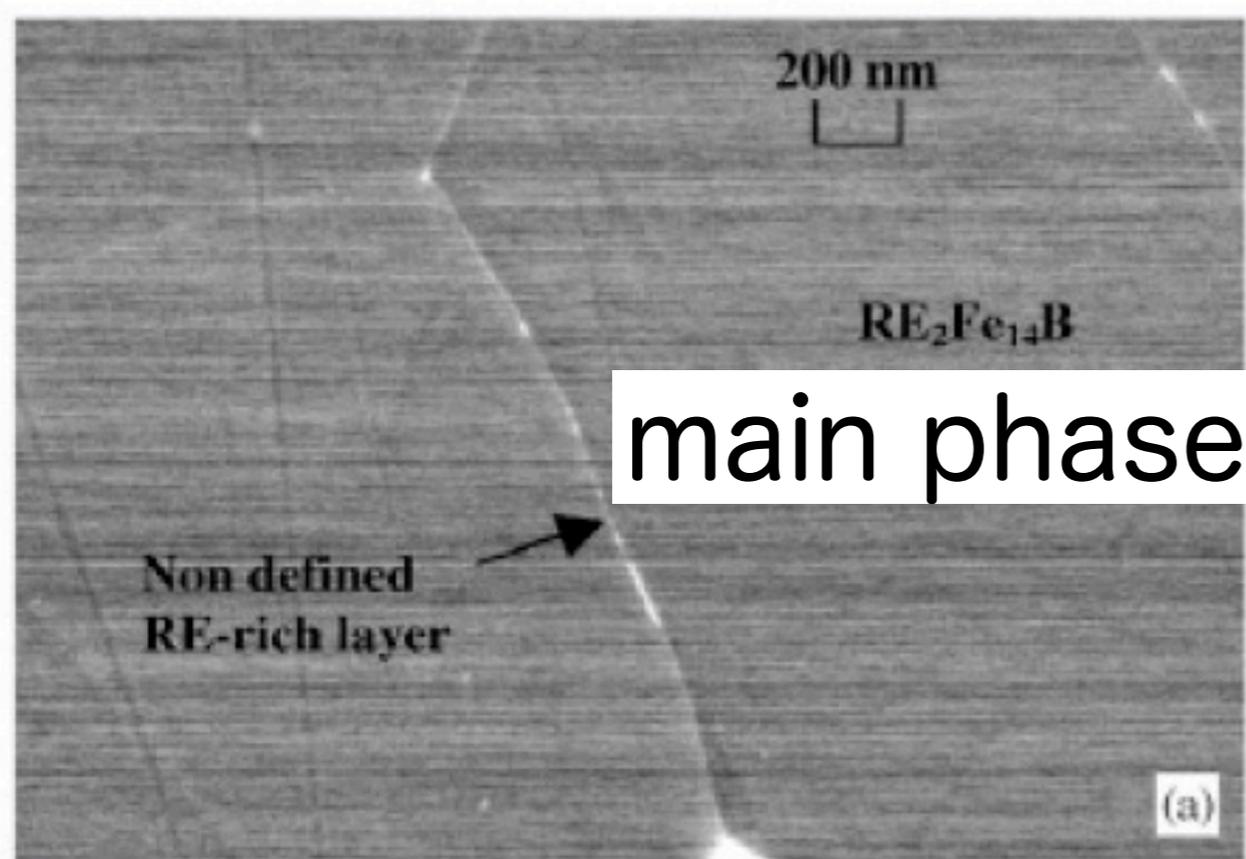


Dy-free Nd-Fe-B 焼結磁石を作るには 1



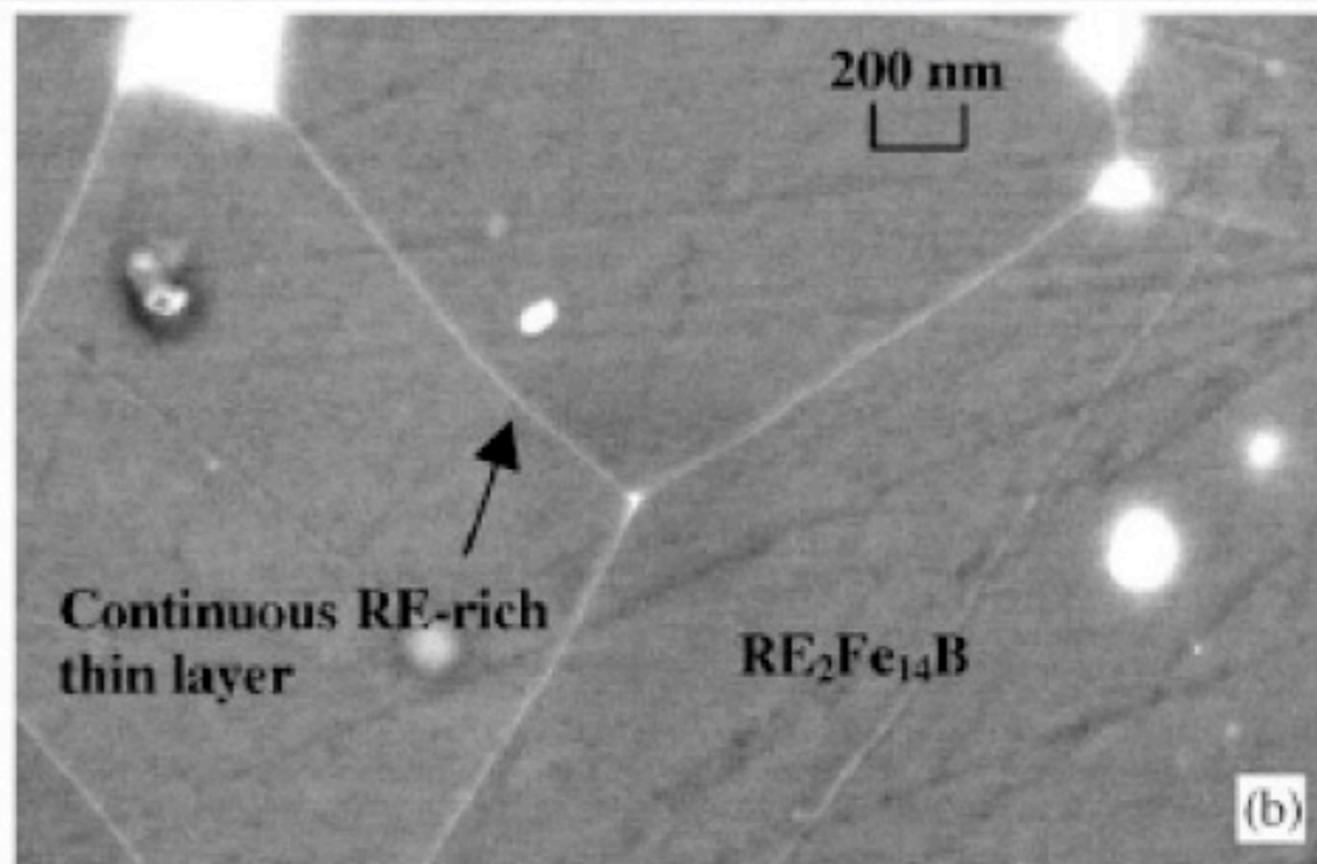
Dy-free Nd-Fe-B 焼結磁石を作るには 2

FE-SEM micrographs (Vial and Sagawa (2002))



As sintered
(after stage II)

$H_c \sim 6$ kOe



Annealed at 520 °C
(after stage III)

$H_c \sim 14$ kOe

測定試料

Dyフリー Nd-Fe-B 焼結磁石

焼結粒径 $1.2 \mu\text{m}$, $3.0 \mu\text{m}$

焼結温度 940, 960, 1000, 1020 C

大きさ $18 \times 18 \times 2 \text{ mm}^3$

ハドロン実験施設

物質生命科学
実験施設

J-PARC：パルス中性子
世界最強ビームを期待

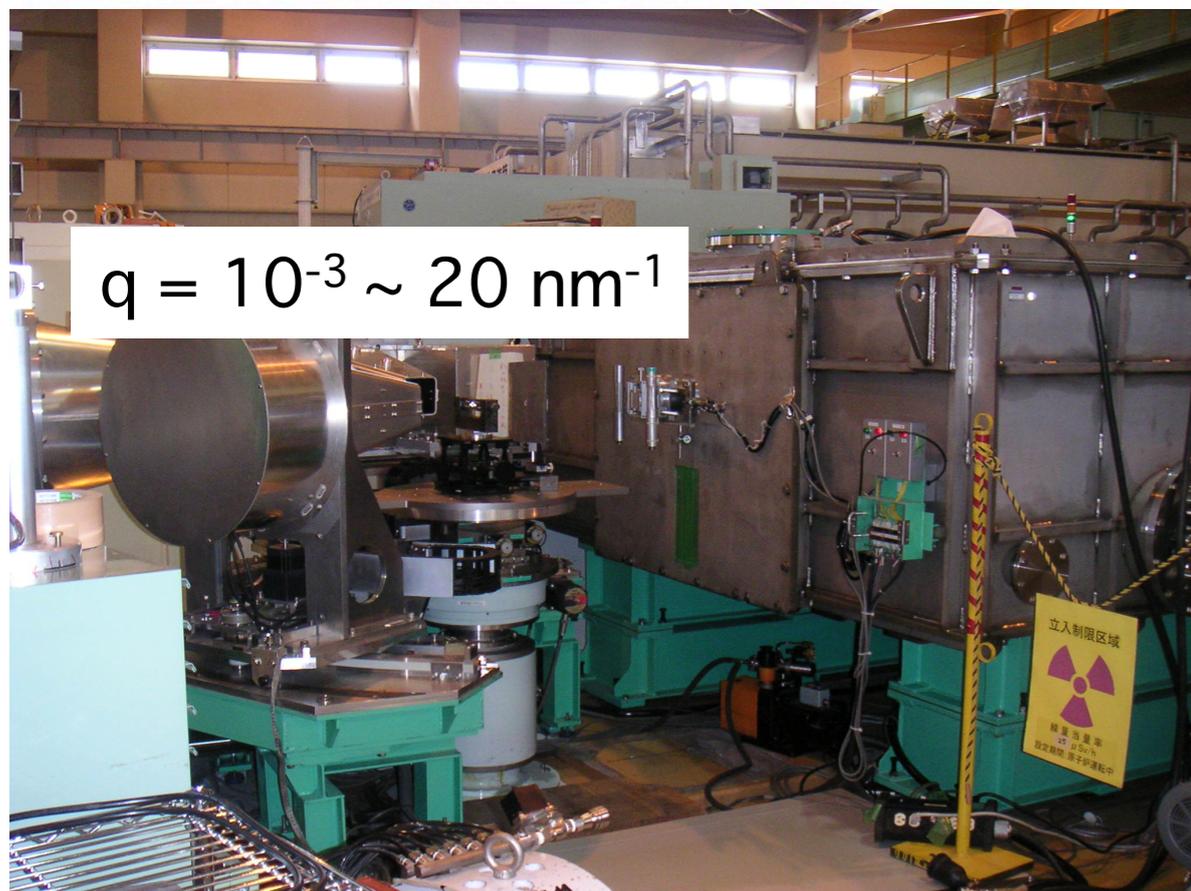
ニュートリノ

JRR-3：定常中性子
世界第3位の利用率



中性子小角散乱実験装置

集光型偏極中性子超小角散乱装置SANS-J-II



$$q = \frac{2\pi}{\lambda} \phi \rightarrow d = \frac{2\pi}{q}$$

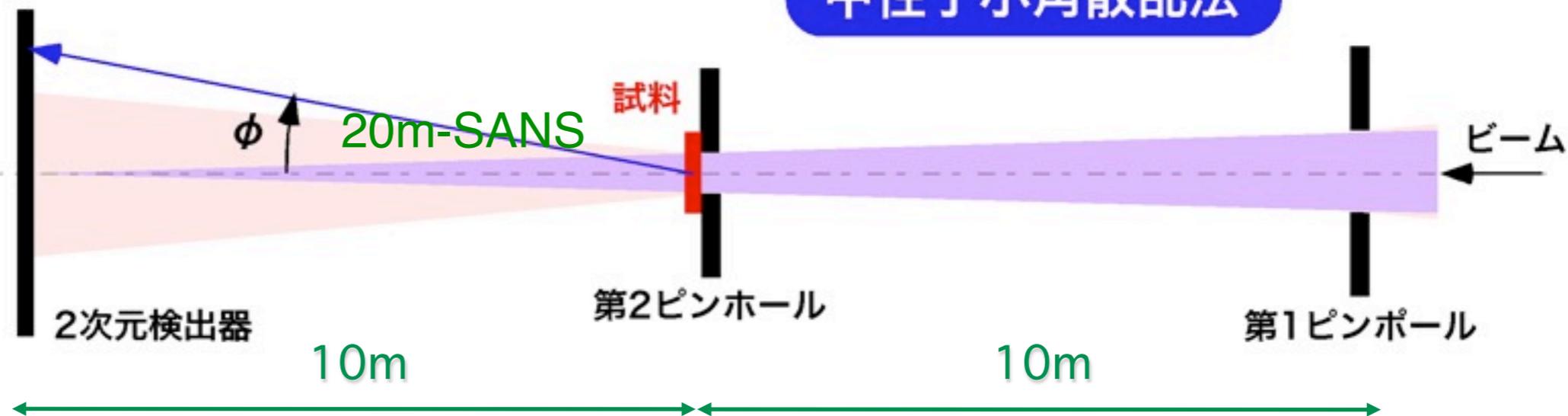
ϕ : 散乱角

λ : 波長

q : 散乱ベクトルサイズ

d : サイズ

中性子小角散乱法



中性子小角散乱2次元強度マップ

960C

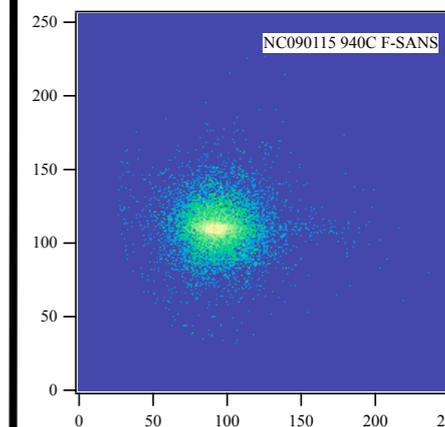
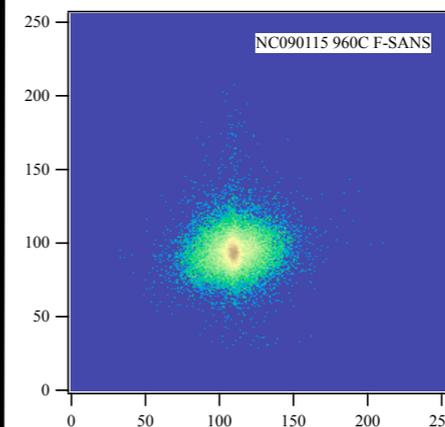
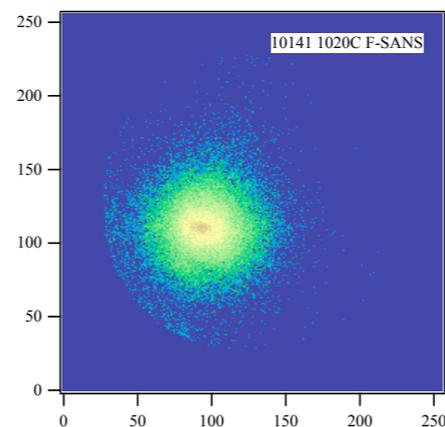
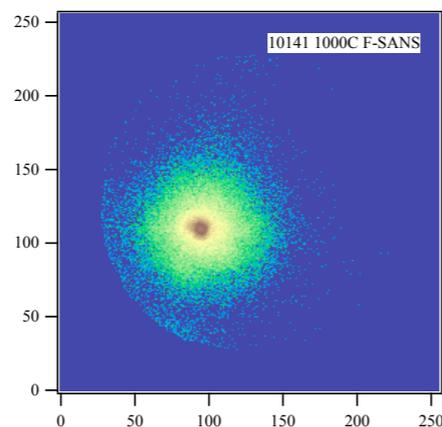
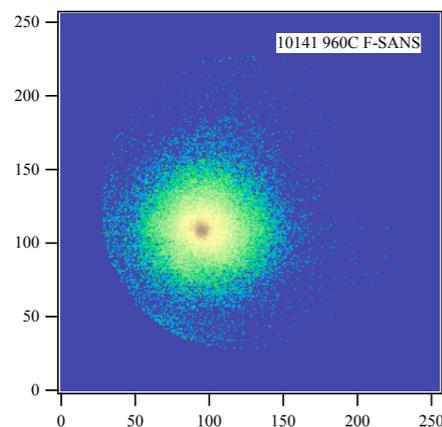
1000C

1020C

960C

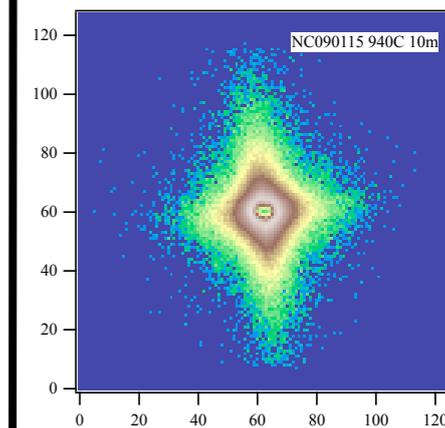
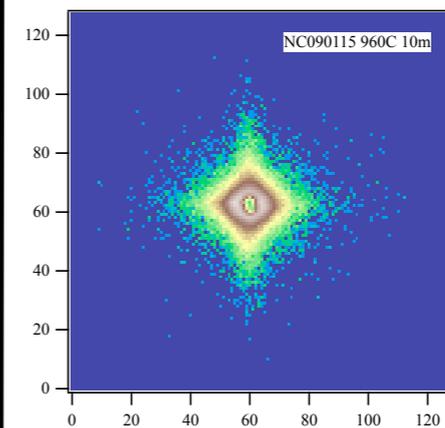
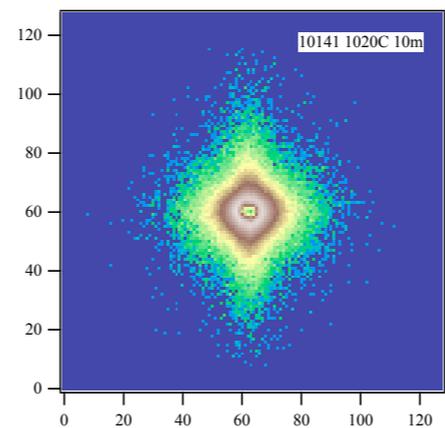
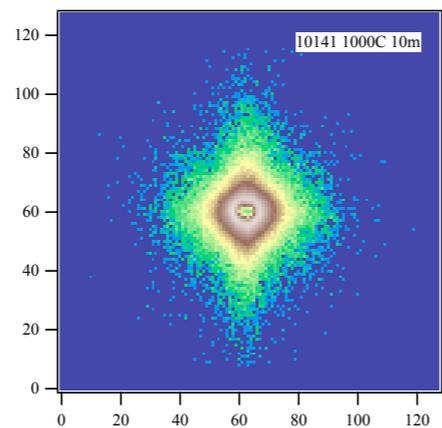
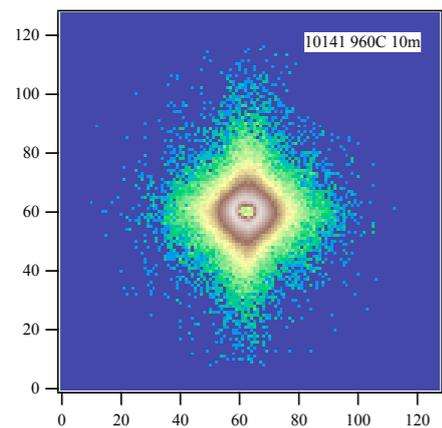
940C

大

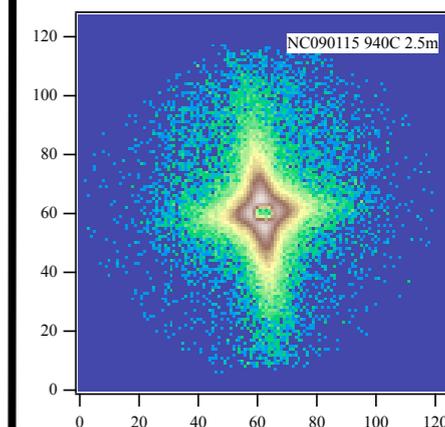
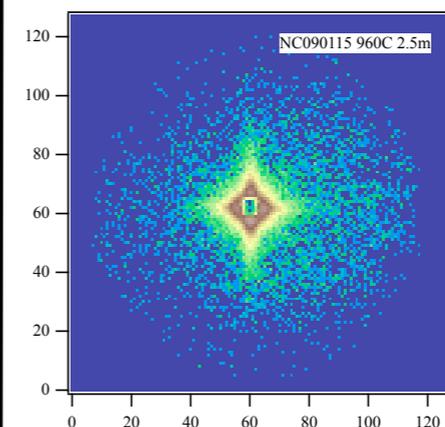
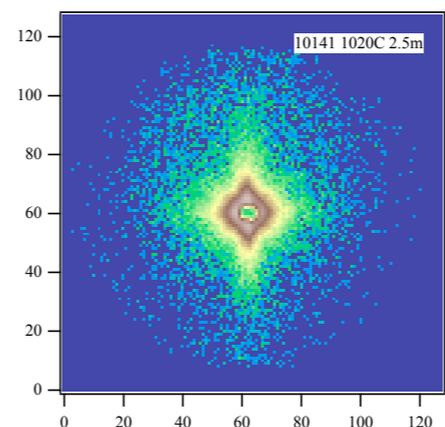
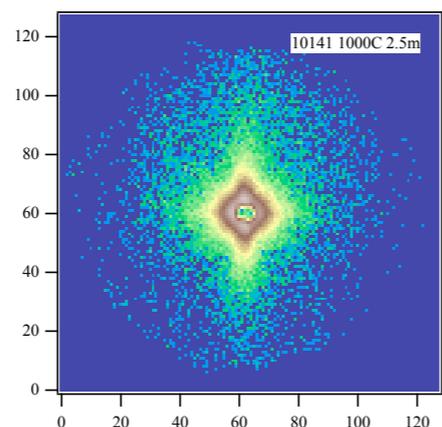
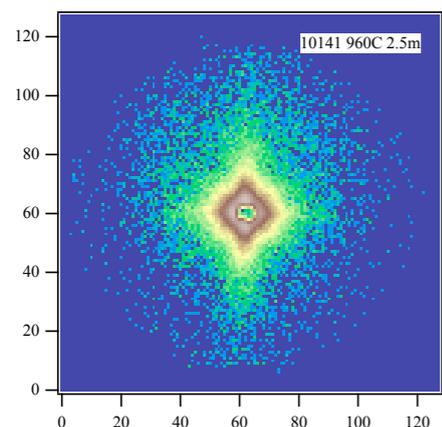


空間スケール

中



小



c軸

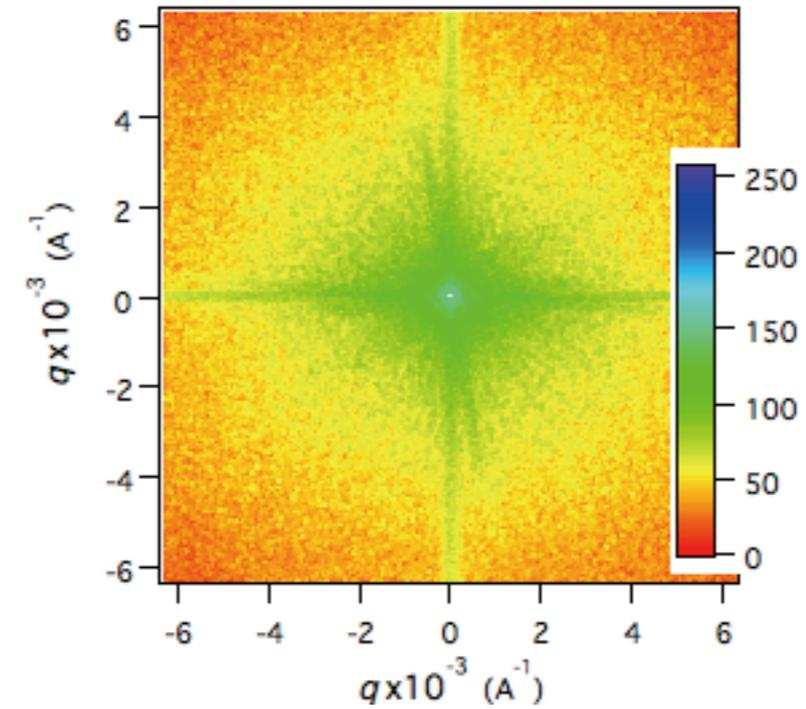
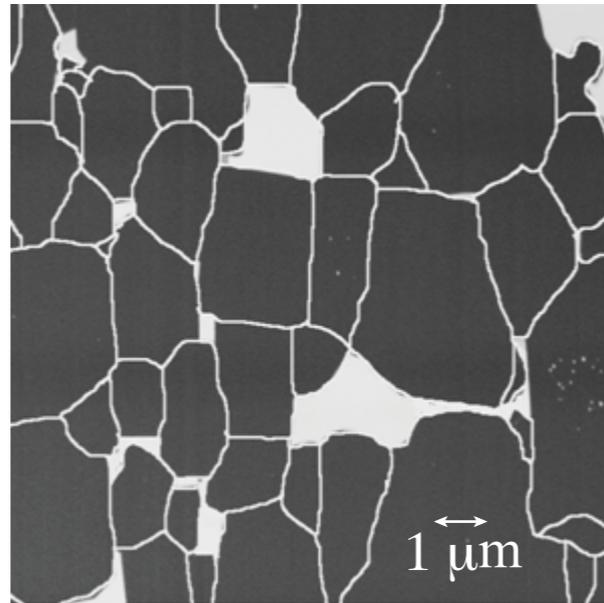
3 μ m

1.2 μ m

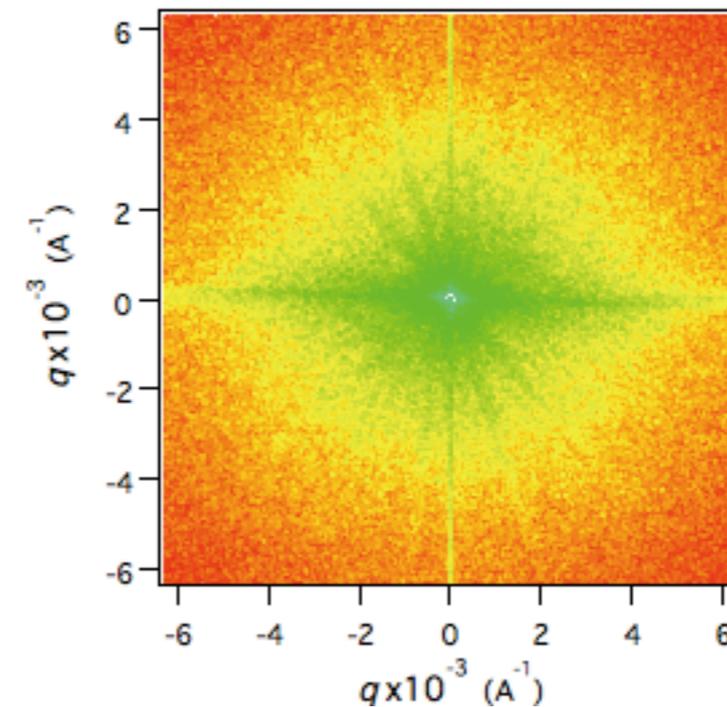
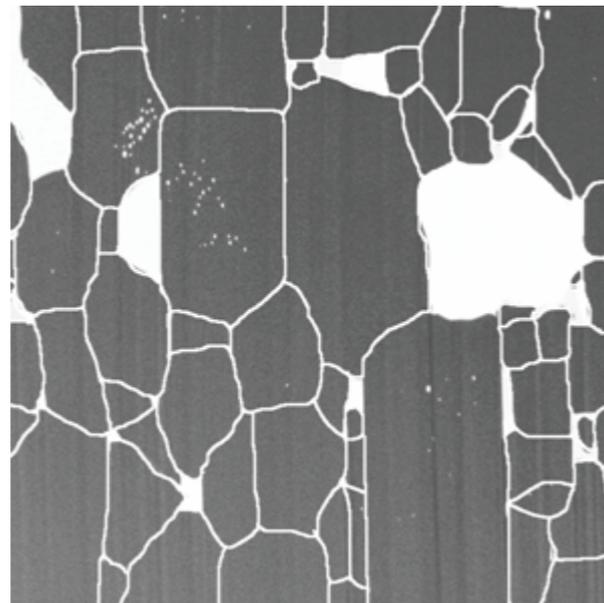
電顕像と中性子小角散乱パターンとの関係

実空間から逆格子空間へ

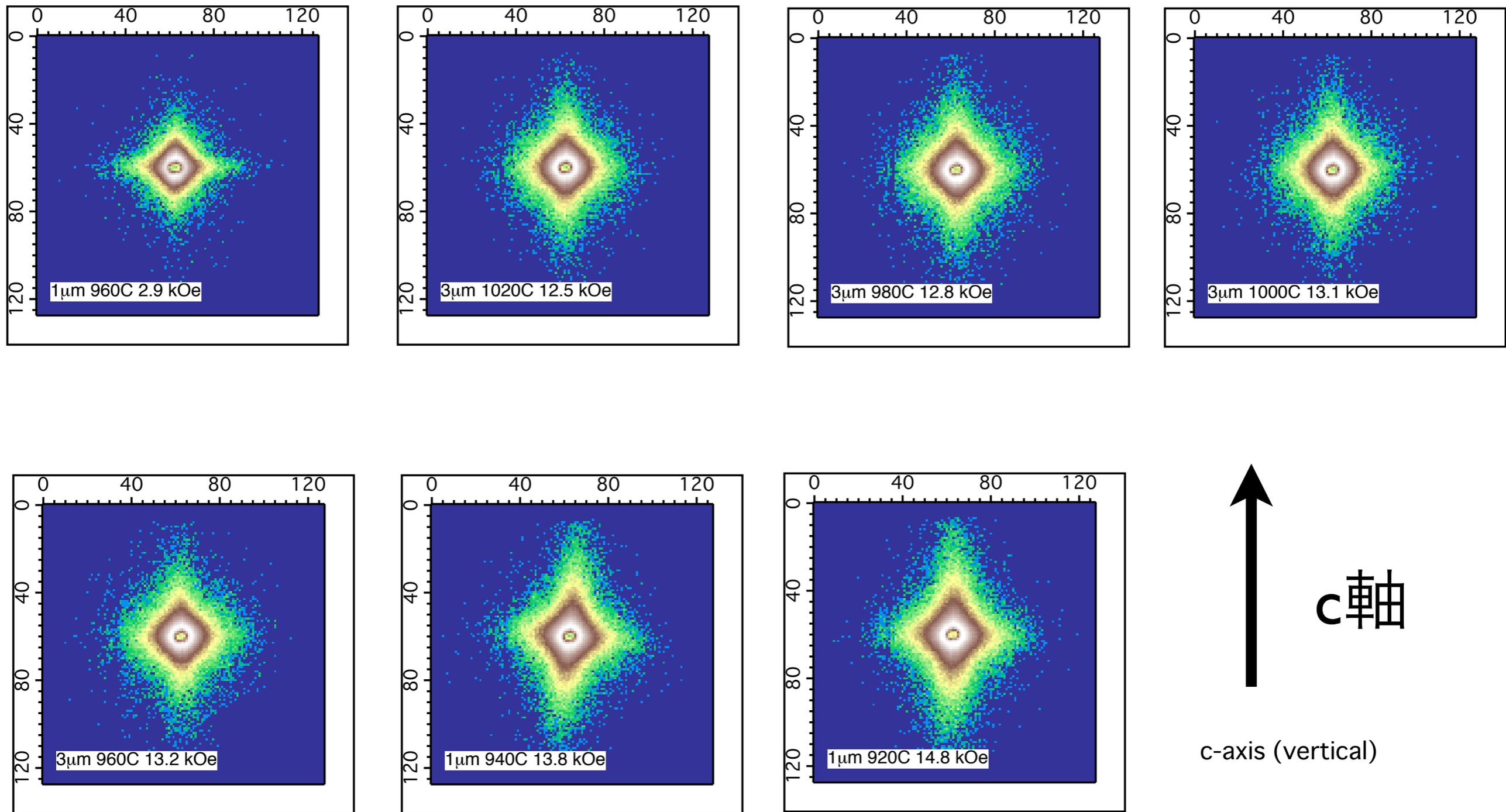
500C anneal



550C anneal

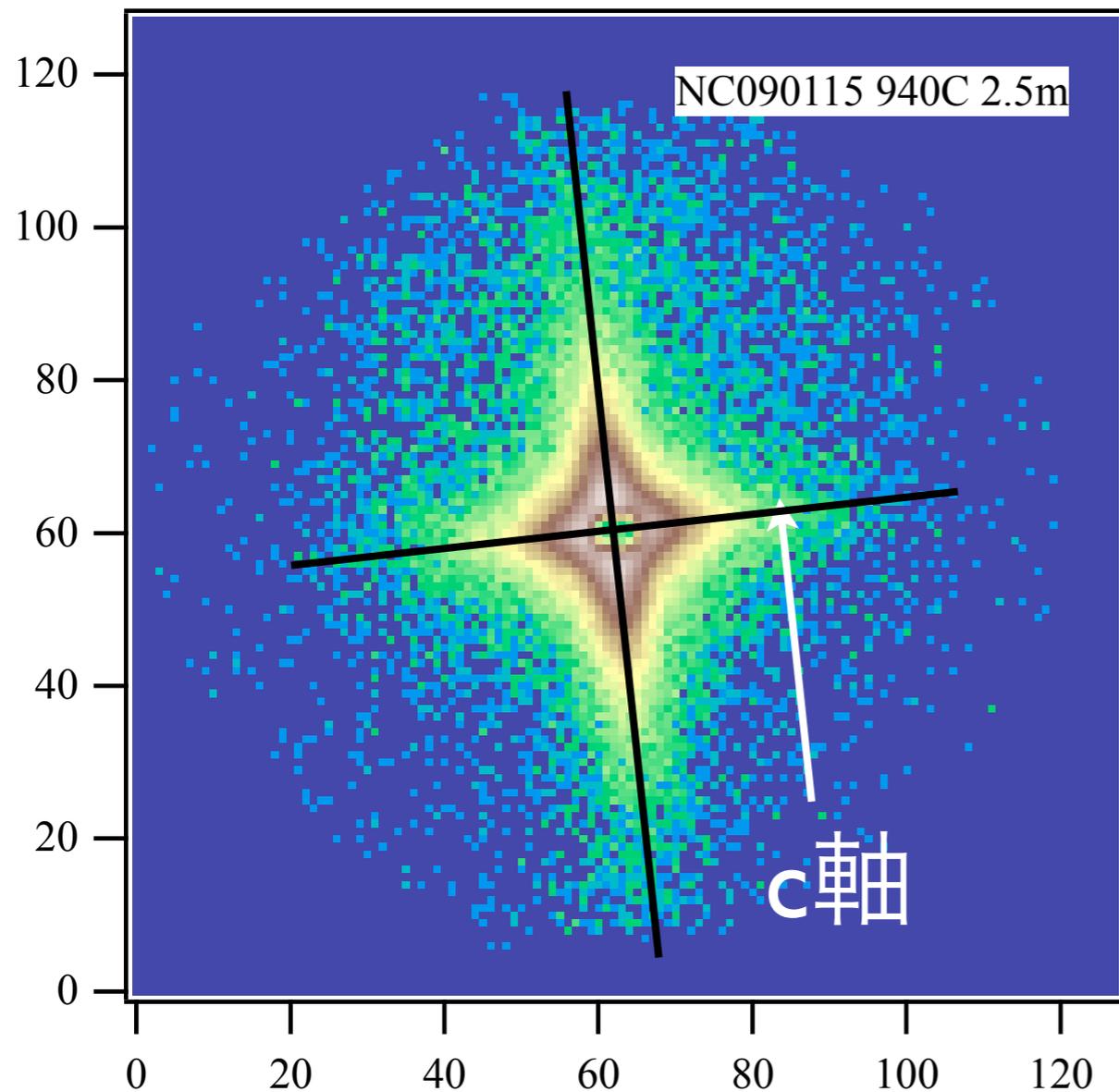


c軸に対する形状異方性と保磁力



異方性の度合いと保磁力には相関があるように見える

2次元強度マップが意味するもの

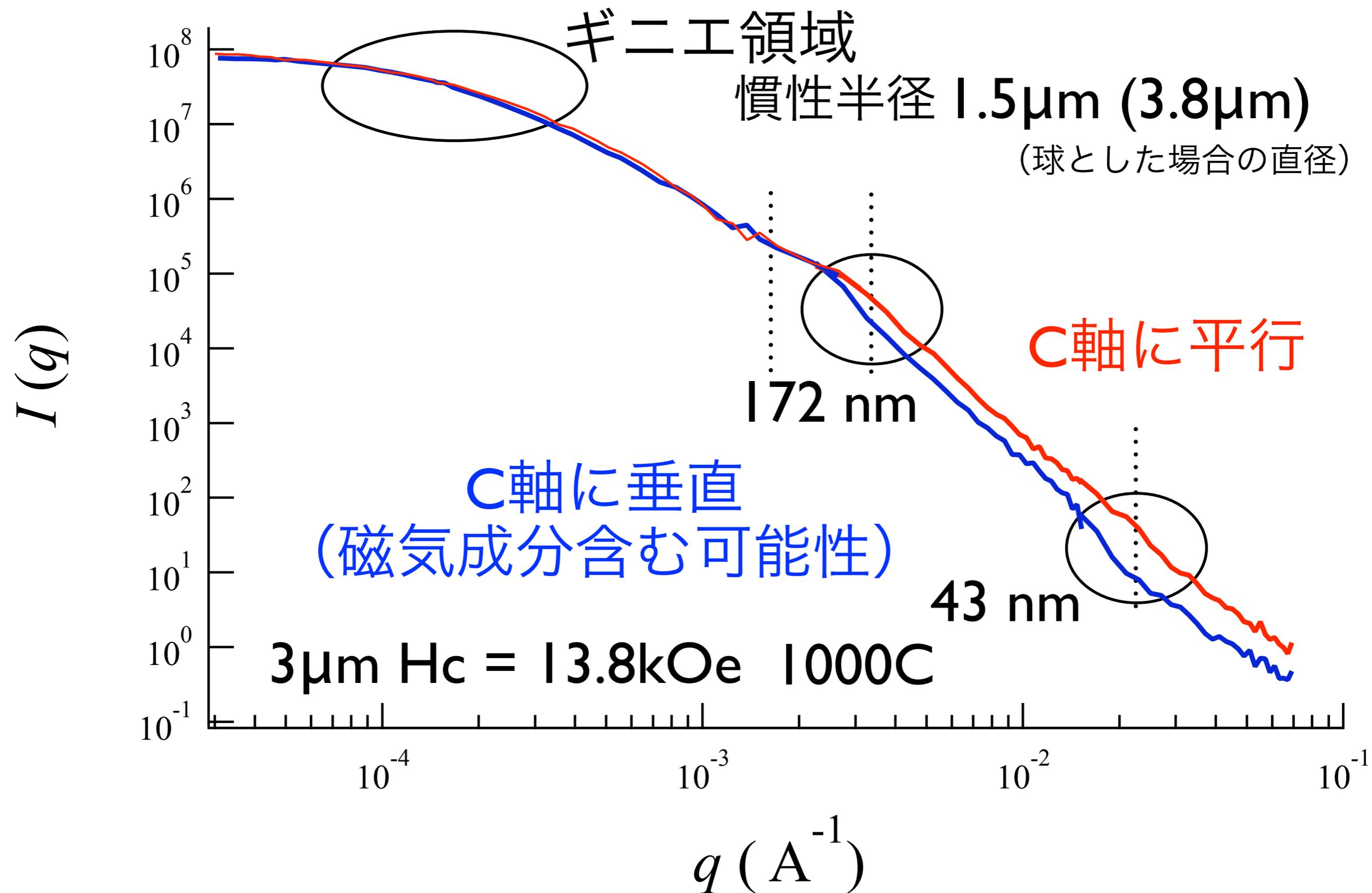


中性子小角散乱が
見ているものは

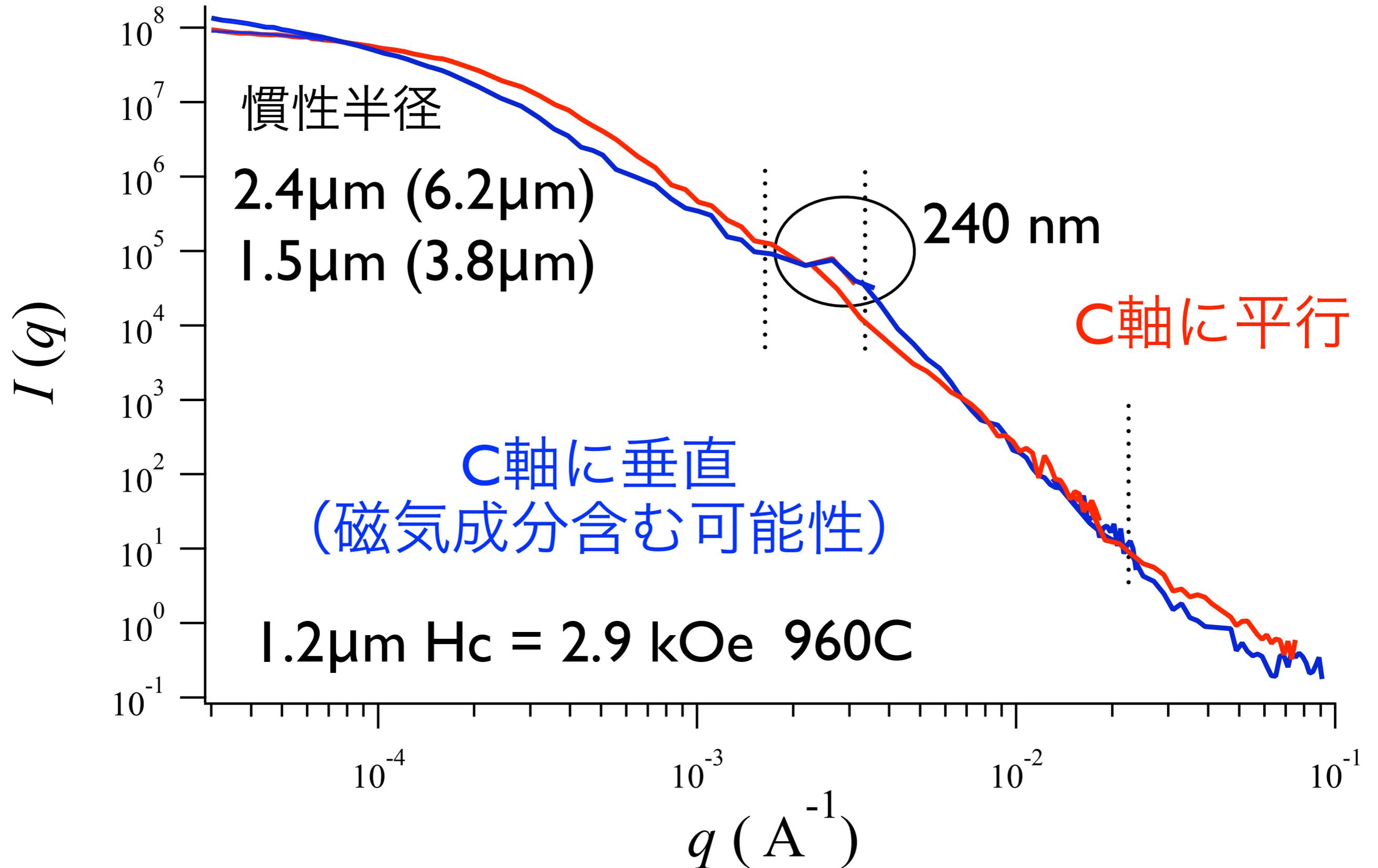
C軸に対して
異方的な形状を持つ

C軸に対して
垂直／平行でサイズが
違う（磁区を含む）

中性子小角散乱曲線の(一次元断面)



中性子小角散乱曲線 (一次元断面)



$|\vec{M}| \sin \alpha$ による異方的磁気小角散乱

$$I(q) = I_{\text{核散乱}}(q) + \langle \sin^2 \alpha \rangle I_{\text{磁気散乱}}(q)$$

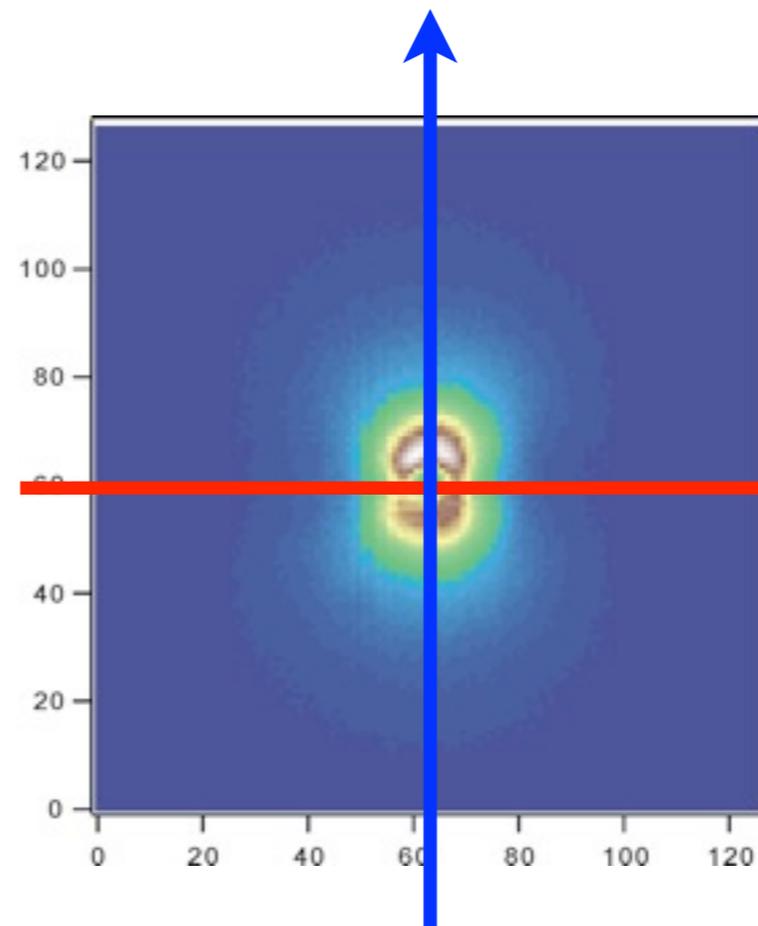
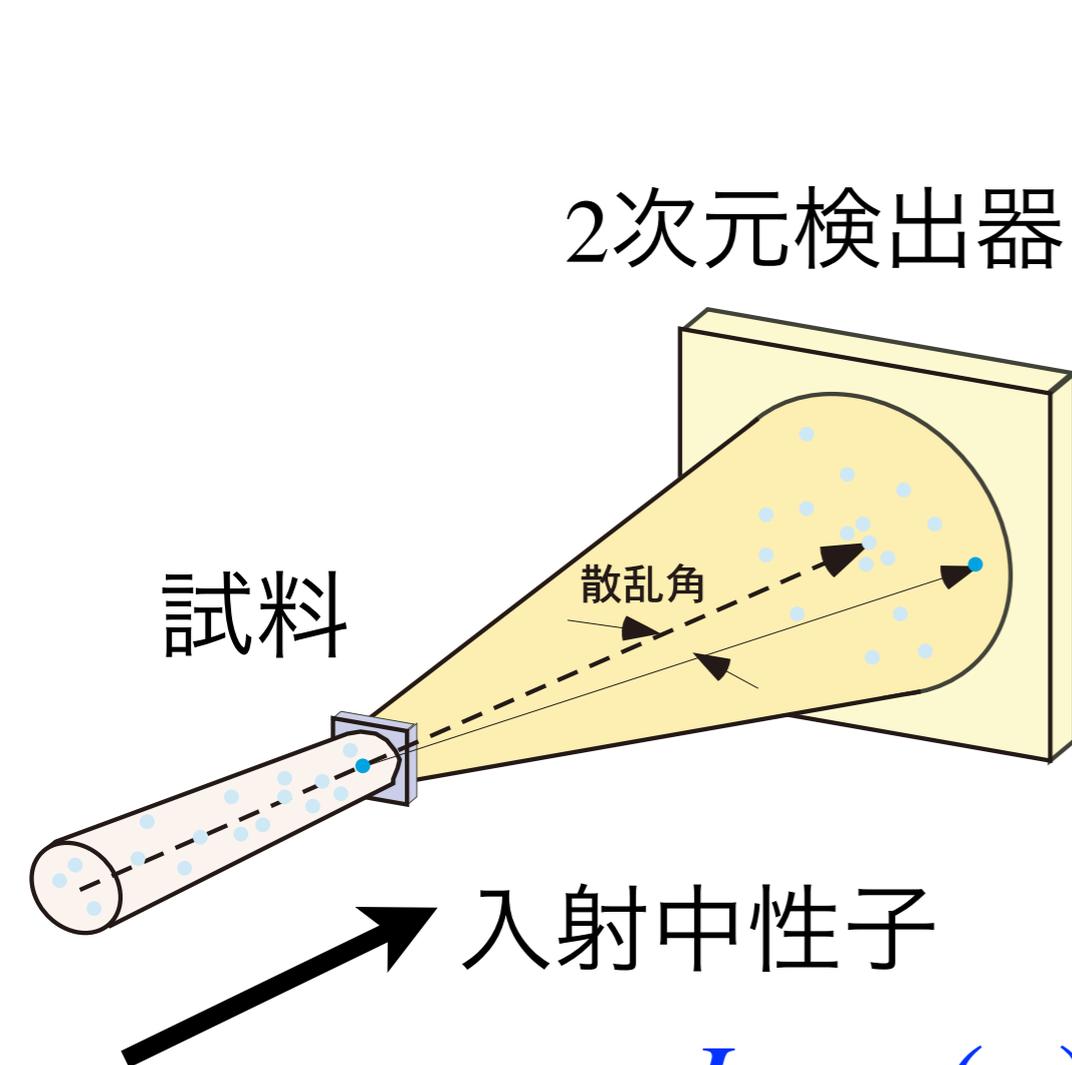
$$\alpha = 90; I_{\text{核散乱}}(q) + I_{\text{磁気散乱}}(q)$$

濃度差による散乱 + 局所磁化の差による散乱

$$\alpha = 0; I_{\text{核散乱}}(q)$$

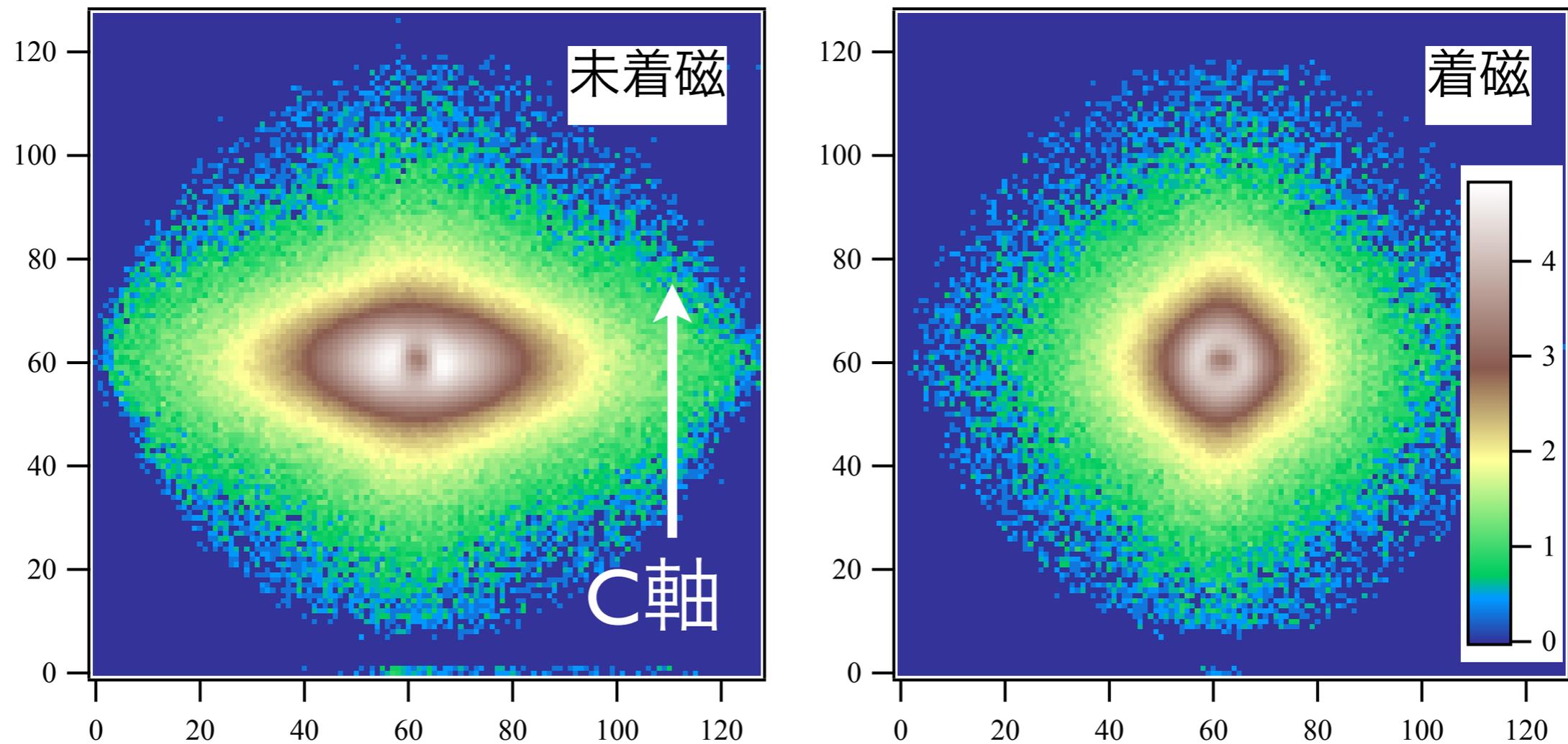
濃度差による散乱

→ 磁場印加方向
M: 磁化方向



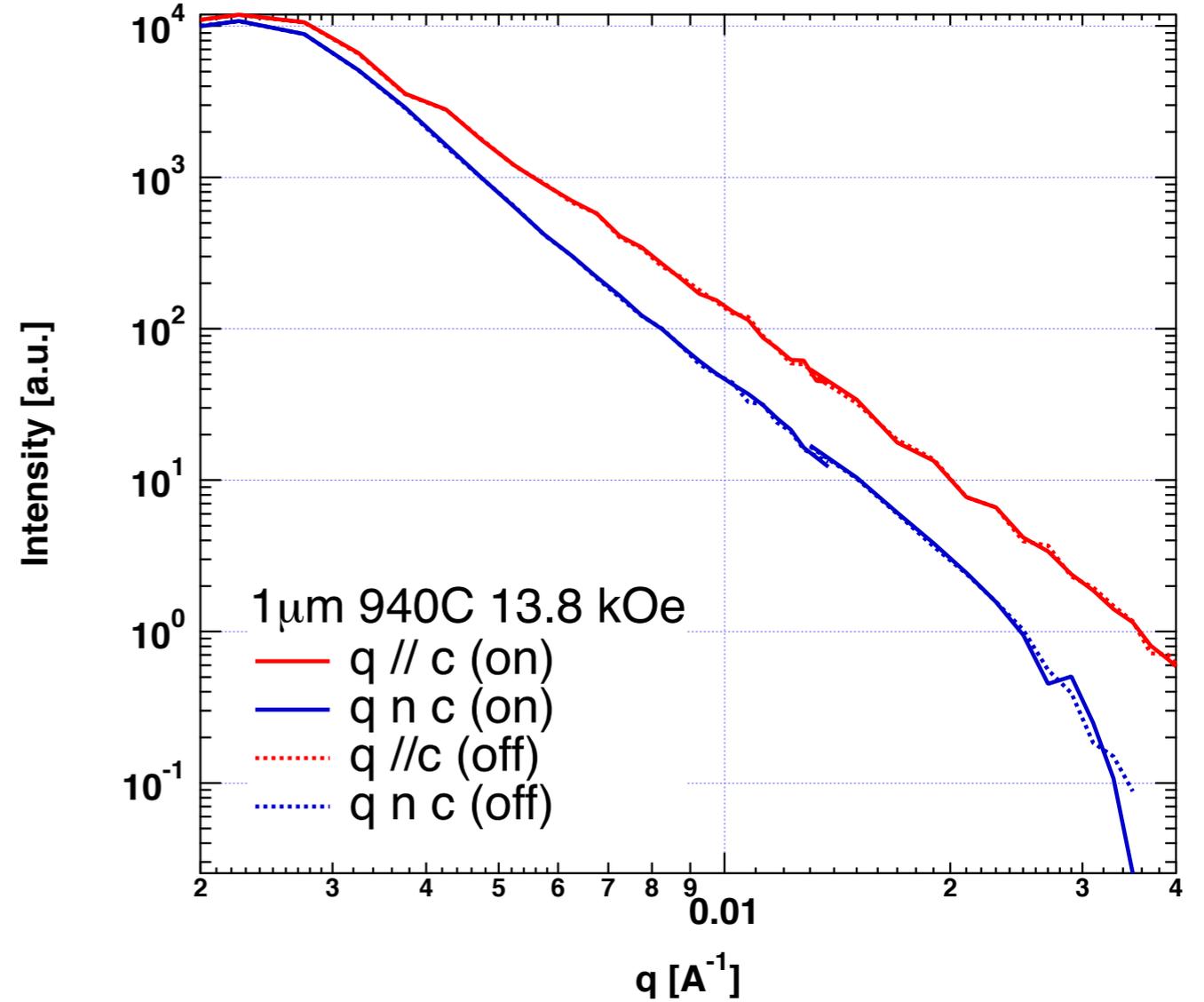
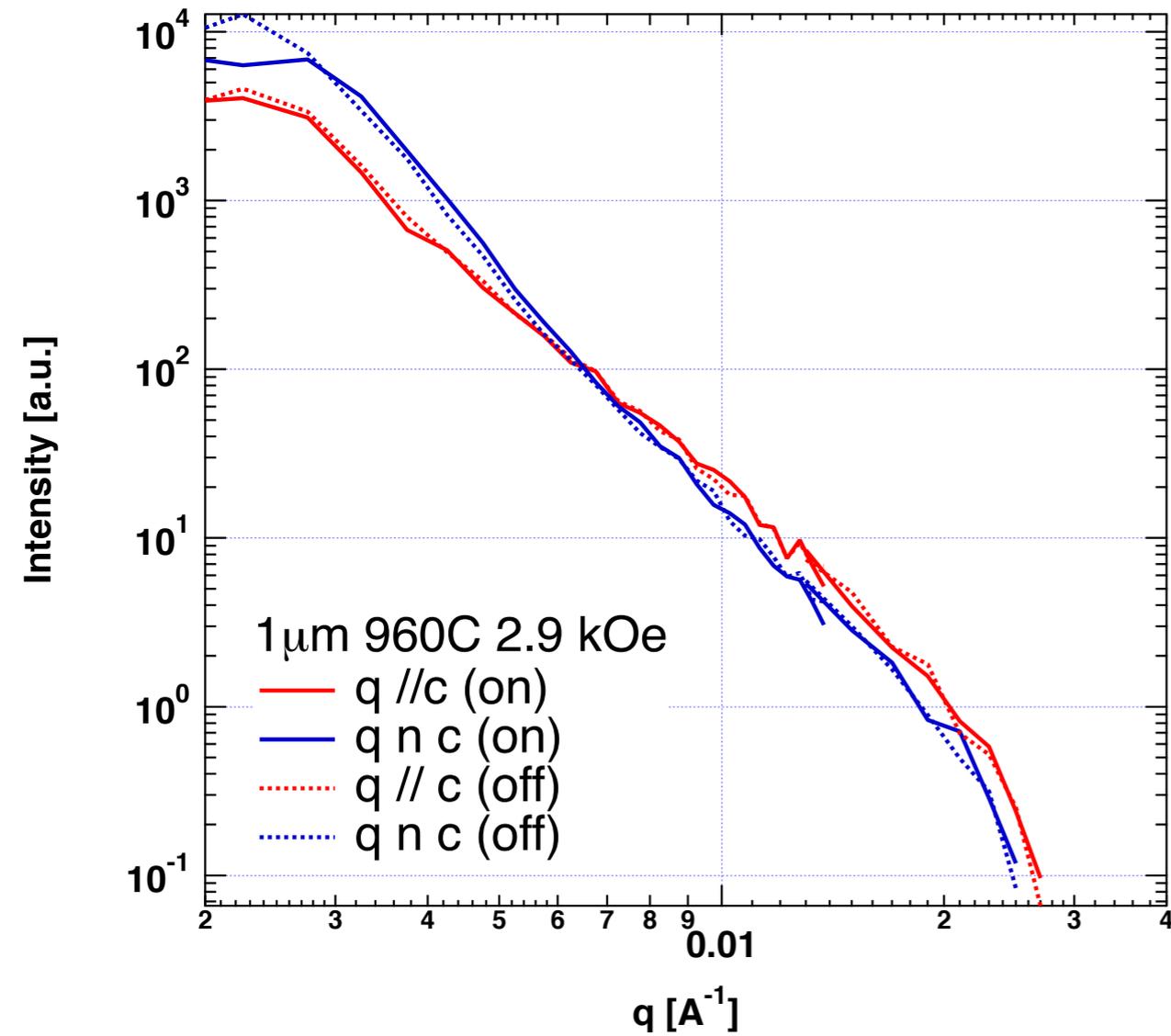
$$I_{\text{磁気散乱}}(\mathbf{q}) = I_{\alpha=90}(\mathbf{q}) - I_{\alpha=0}(\mathbf{q})$$

着磁, 未着磁によるパターンの変化

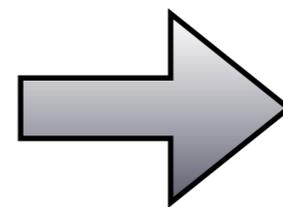


未着磁試料では内部の磁区構造による
小角散乱が観測される

偏極中性子小角散乱曲線

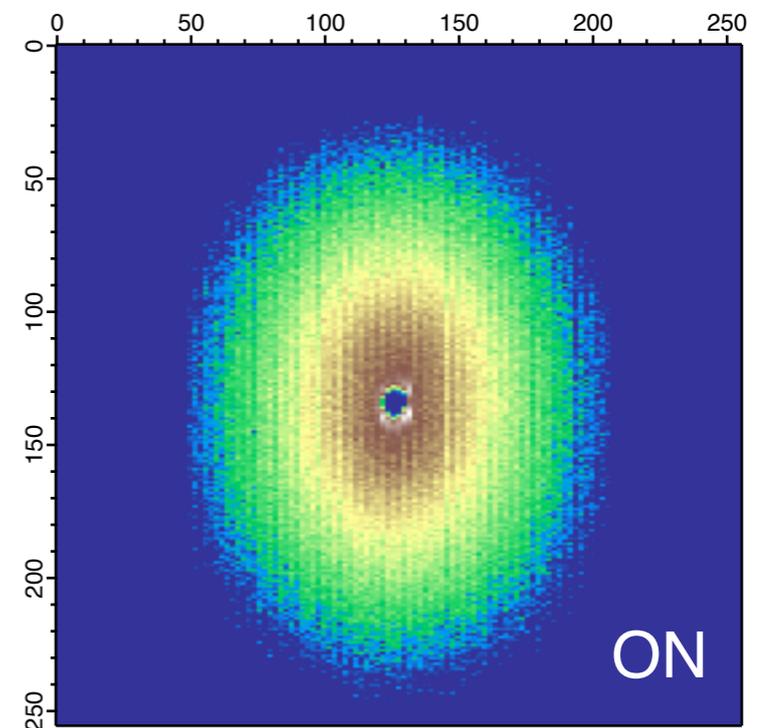
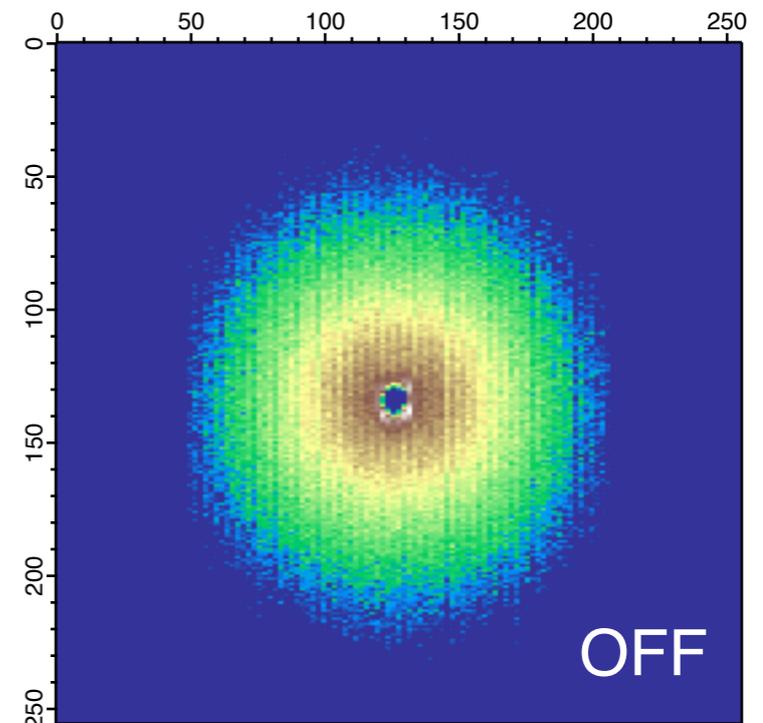
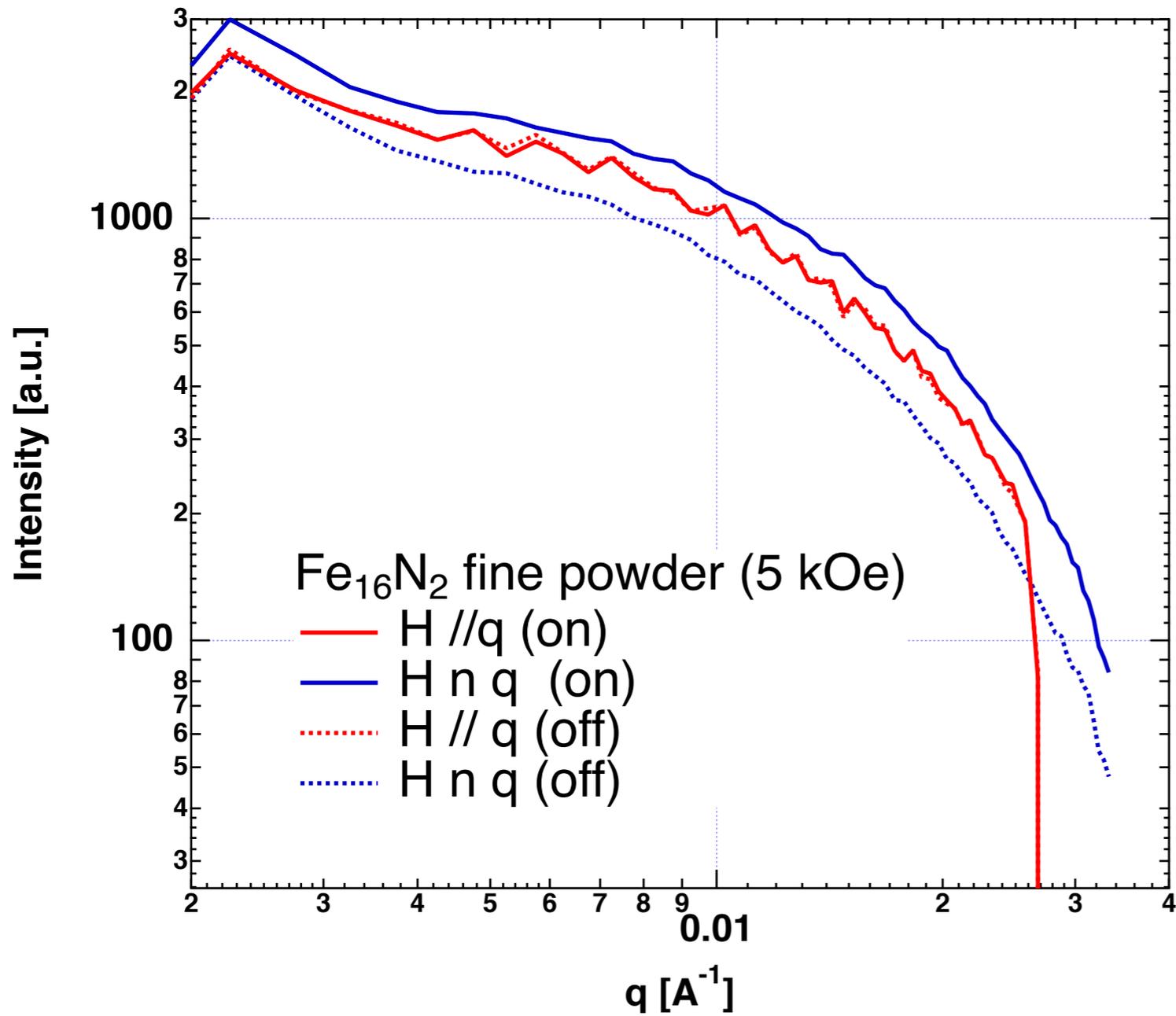


偏極中性子スピンの方向と
小角散乱パターンには相関がない



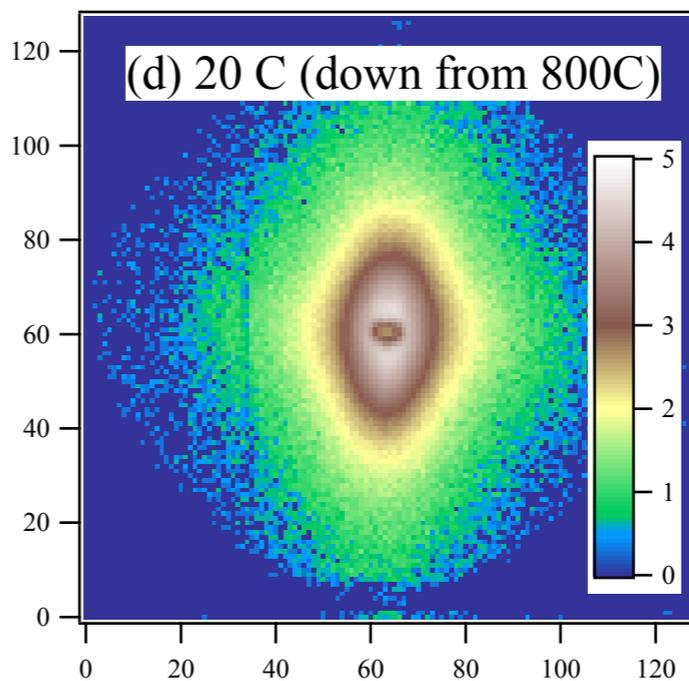
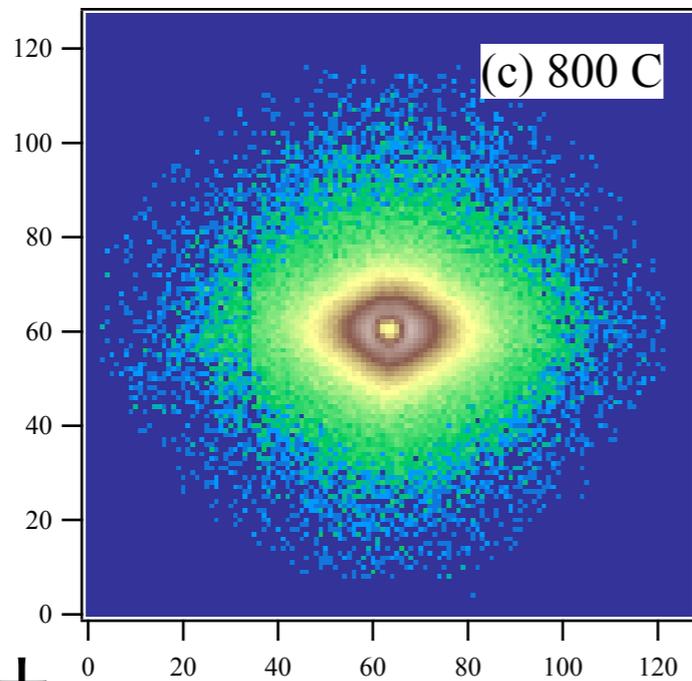
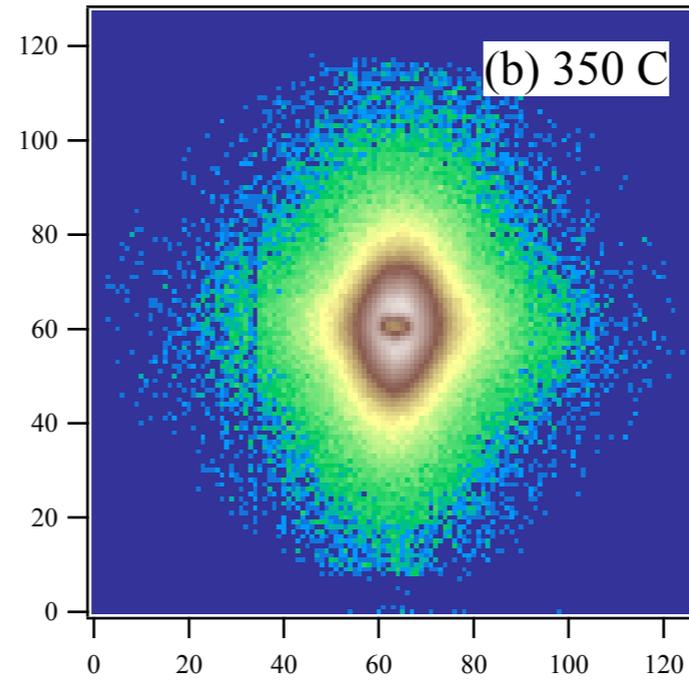
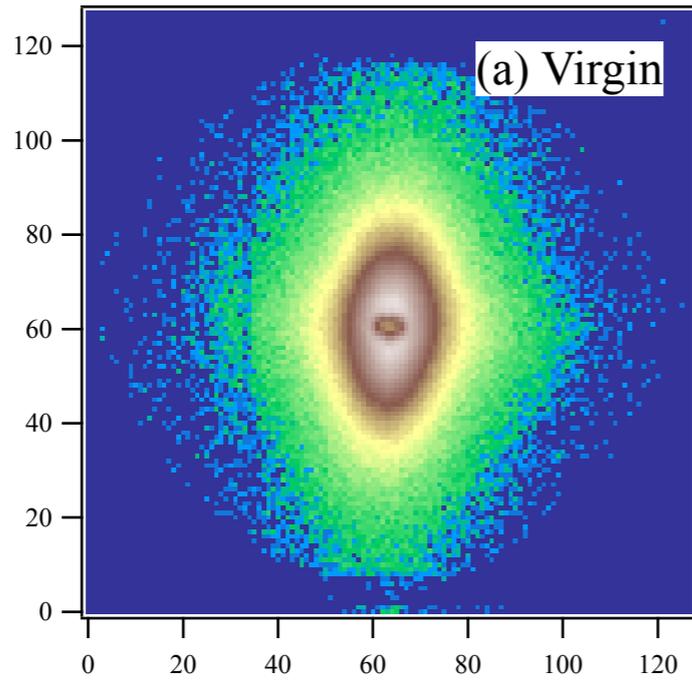
磁気異方性が
起源ではない

球状磁性微粒子の偏極中性子小角散乱



← 5 kOe

中性子小角散乱パターンの温度変化



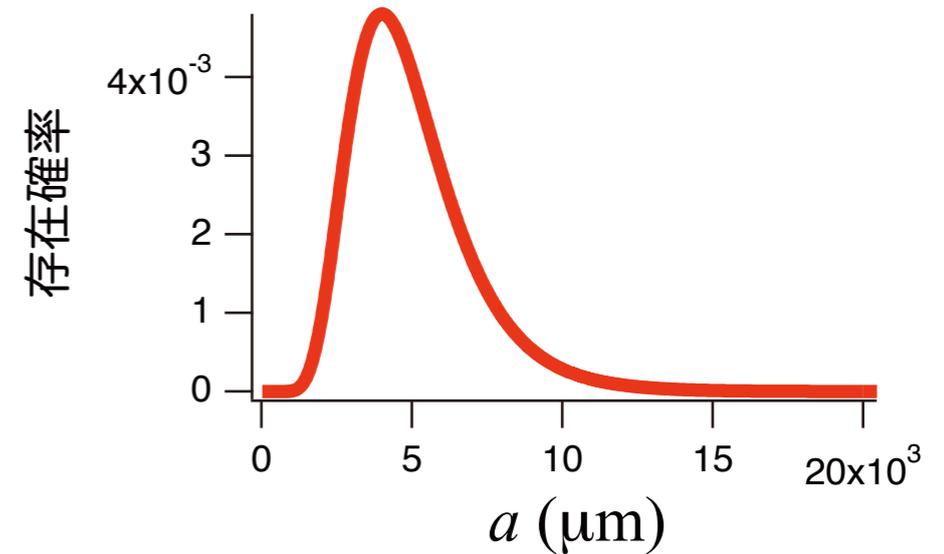
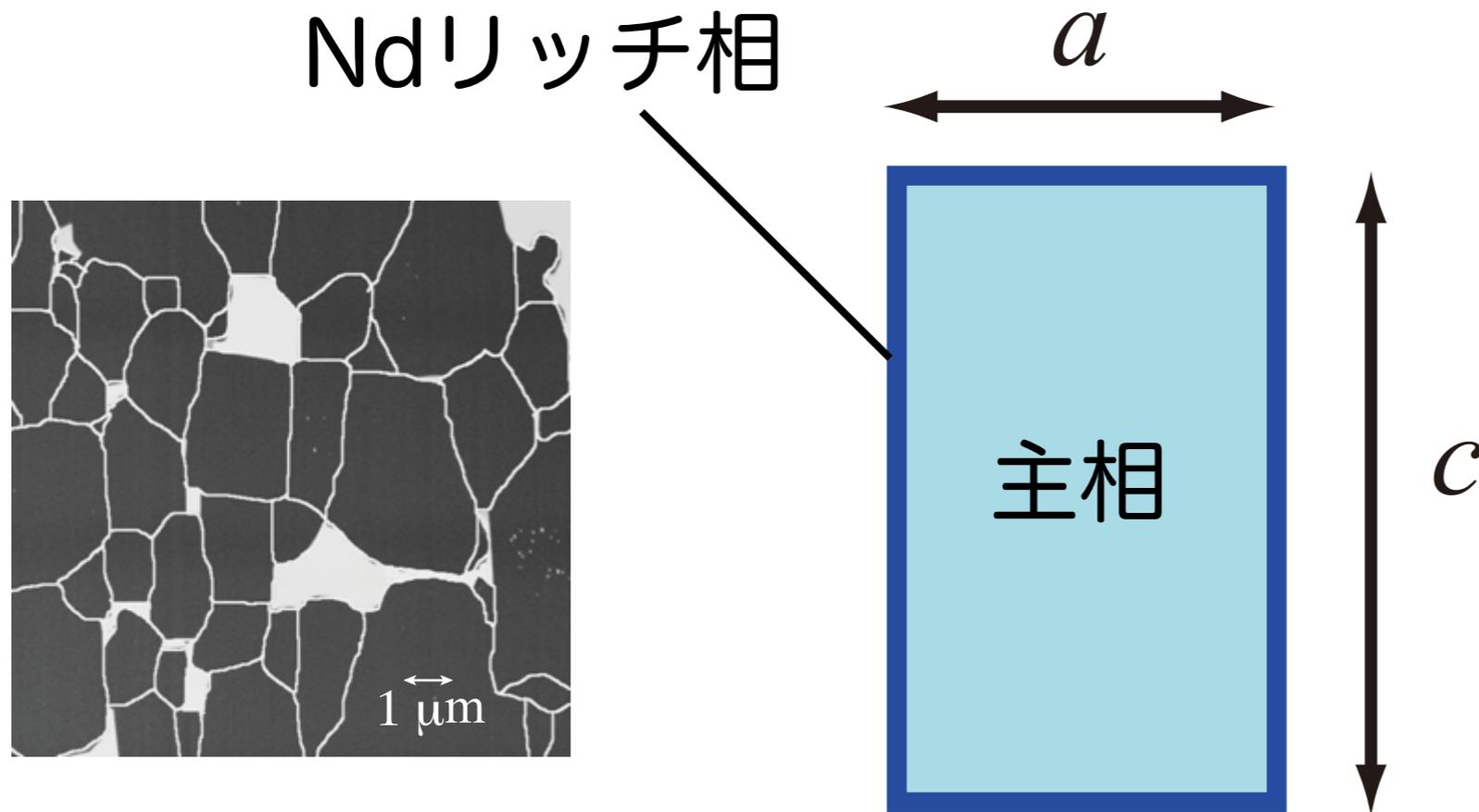
キュリー点以上
では非磁性

← c軸

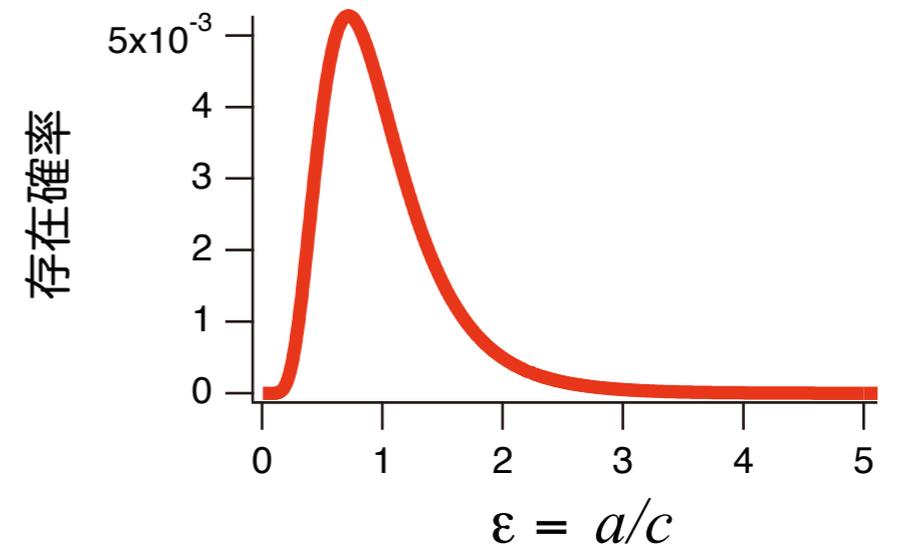
磁気の寄与を消しても角形は残る

焼結粒子の形状モデル

直方体（長方形）で近似



平均値と分散で分布が決まる



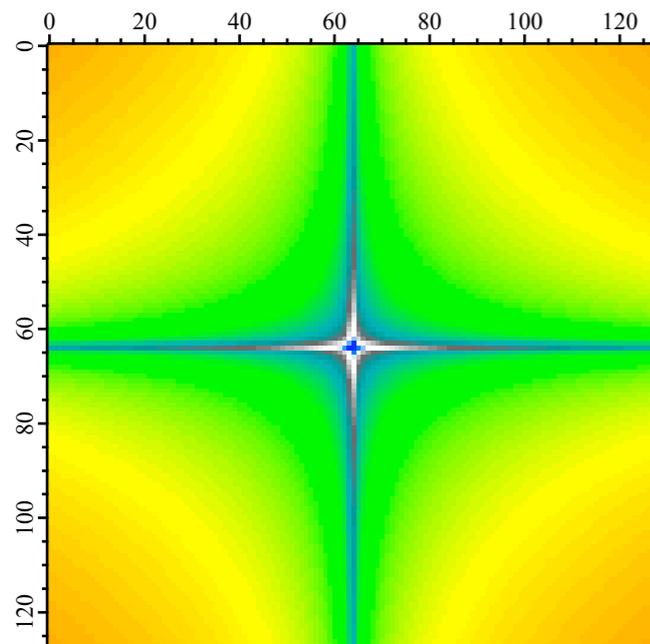
$$0 < \varepsilon = a/c < 5$$

大きさと縦横比が対数正規分布に従う。

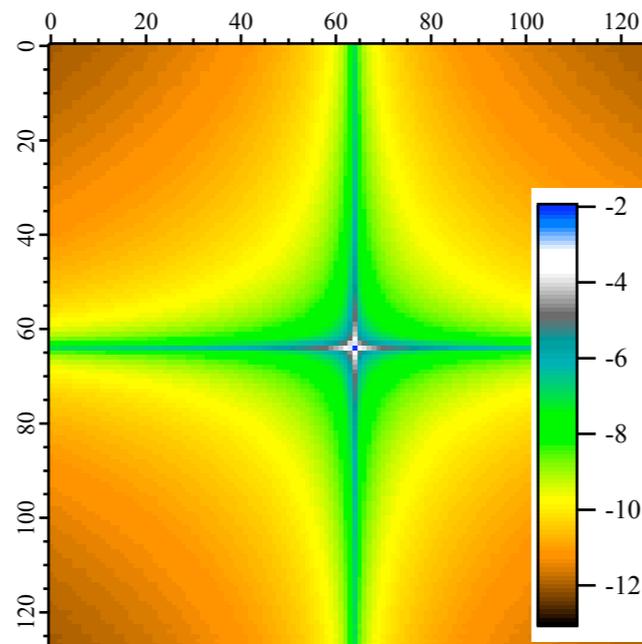
主相の磁気モーメントはc軸に平行。

焼結粒径によるパターンの変化

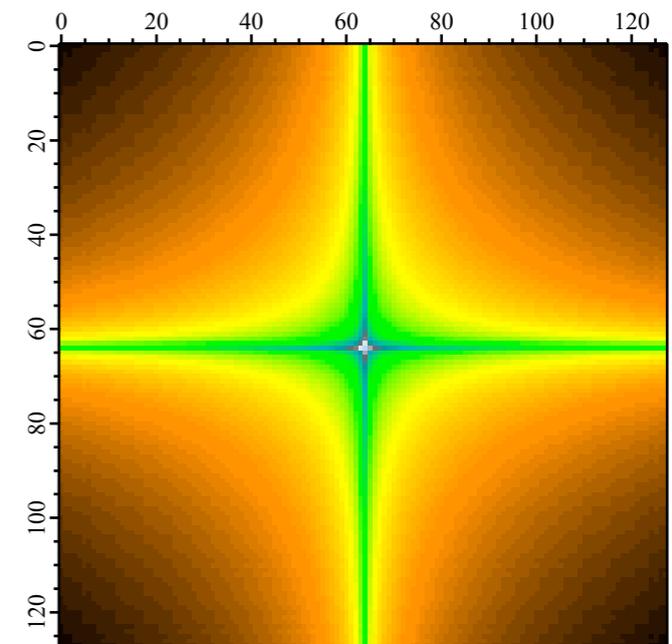
aの分散はaの平均値の1/2に固定
縦横比と分散は1.0, 0.5に固定



$a = 1.5 \mu\text{m}$



$3.0 \mu\text{m}$

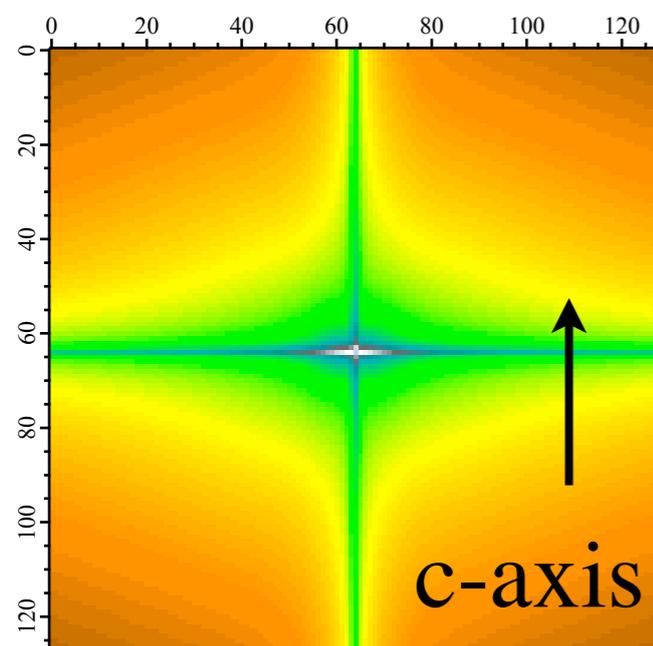


$5.0 \mu\text{m}$

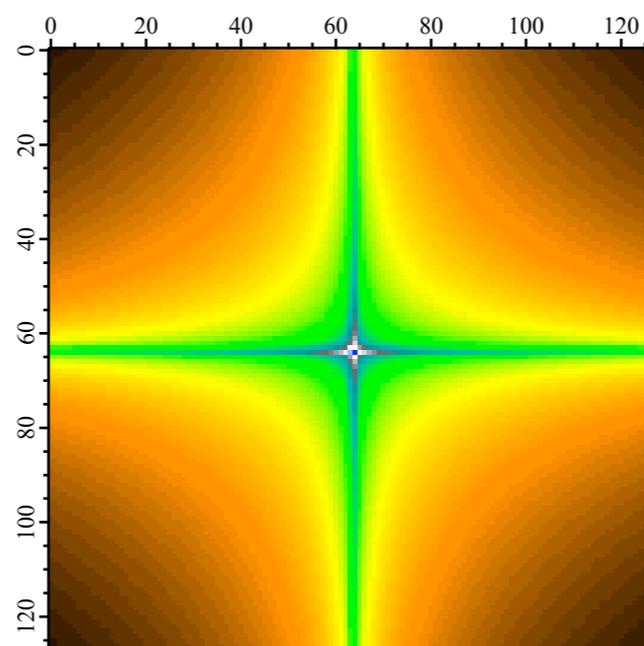
粒径が小さくなると強度分布が外側に広がる。

未着磁状態のシミュレーション

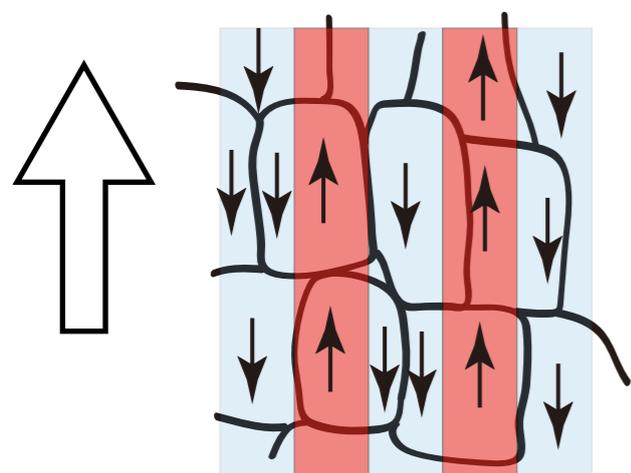
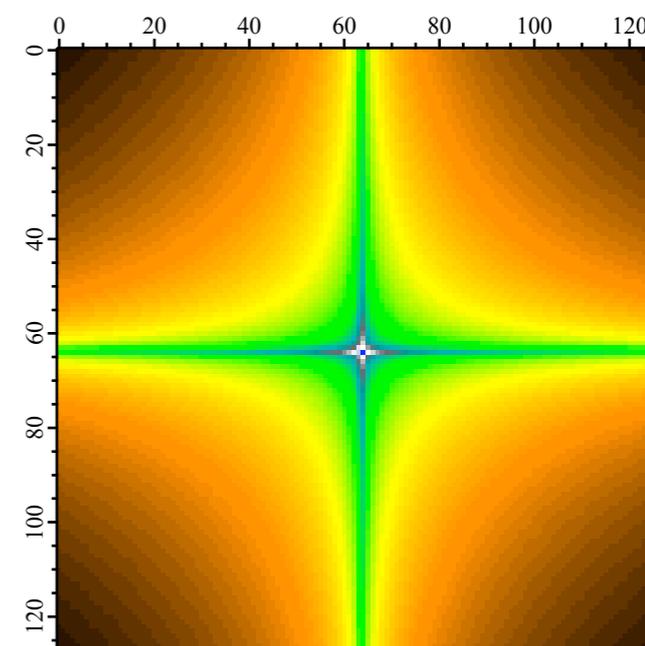
未着磁
小さな磁区



着磁状態

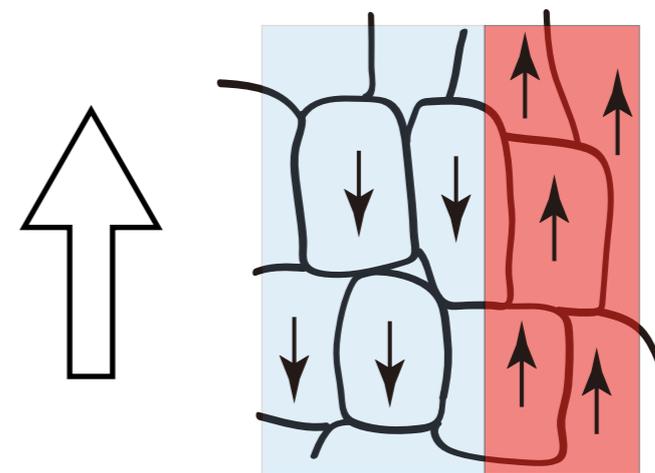


未着磁
大きな磁区



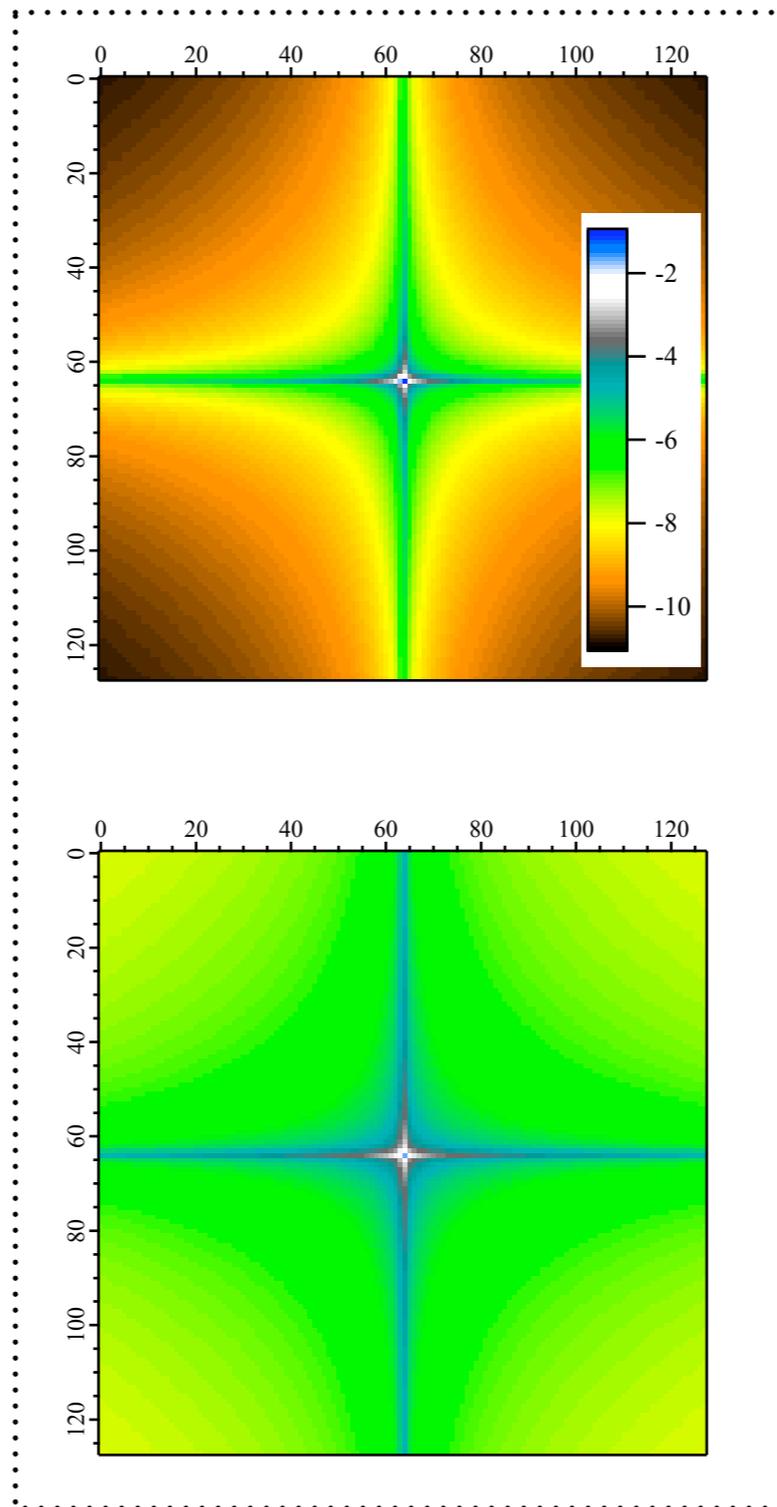
10 m

平均粒径, a/c
 $1.5 \mu\text{m}, 1.0$

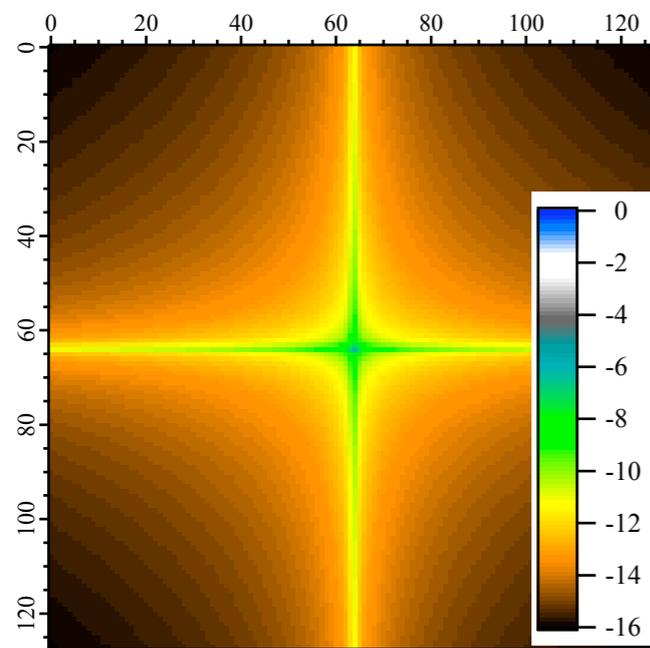


縦横比によるパターンの変化

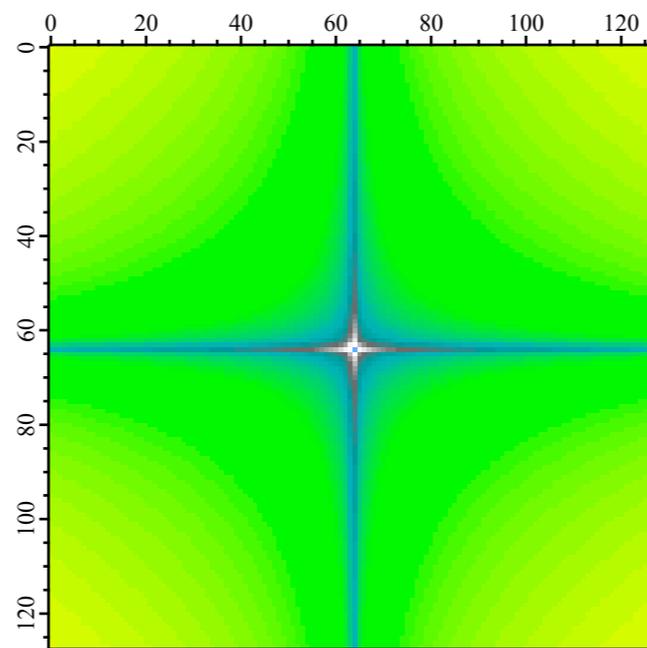
分散は0.5に固定



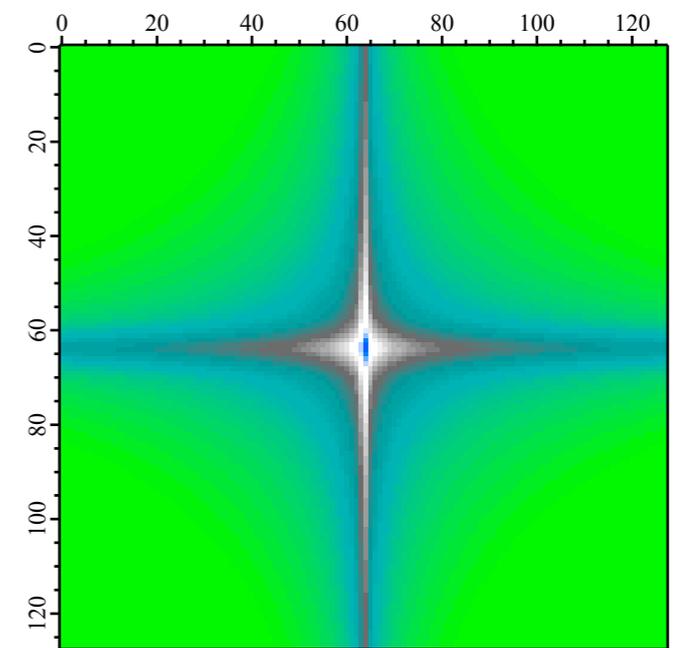
□ 内は同じ
強度スケールの違い



$\varepsilon = 0.2$



$\varepsilon = a/c = 1.0$



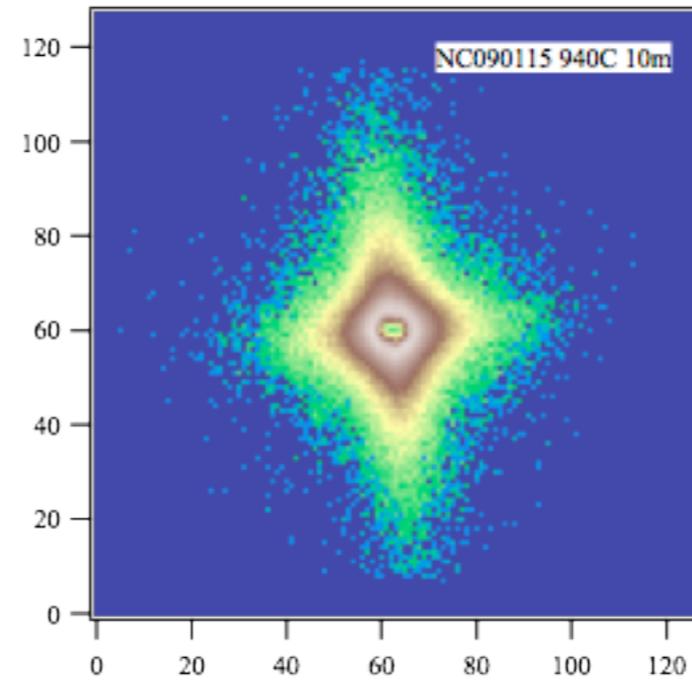
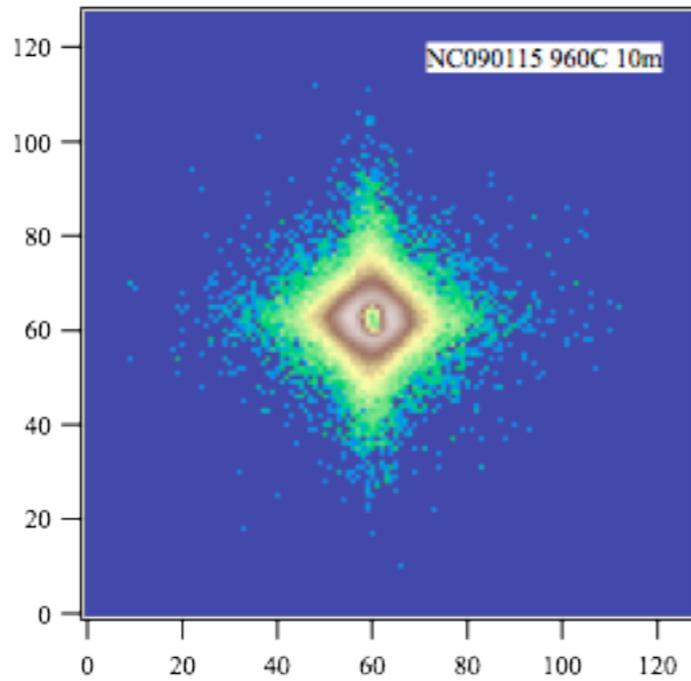
$\varepsilon = 5.0$

散乱パターンのシミュレーション結果

焼結粒径 $1.2\mu\text{m}$

960C

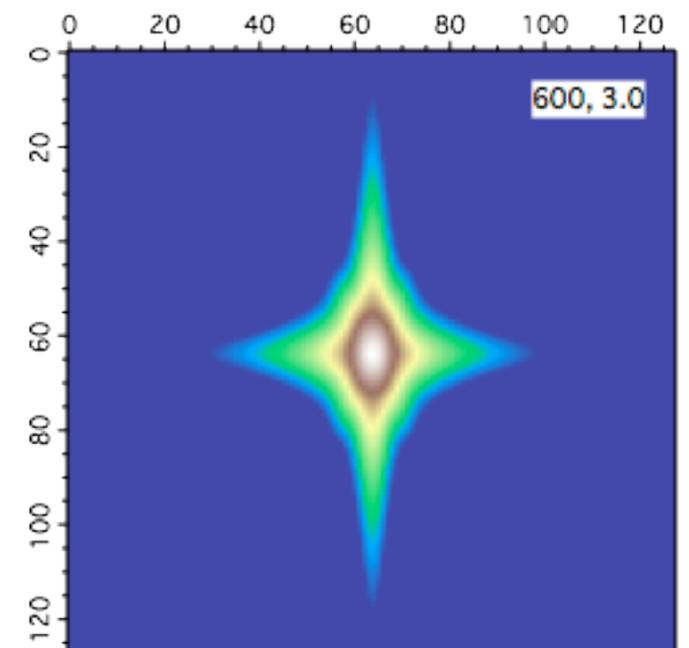
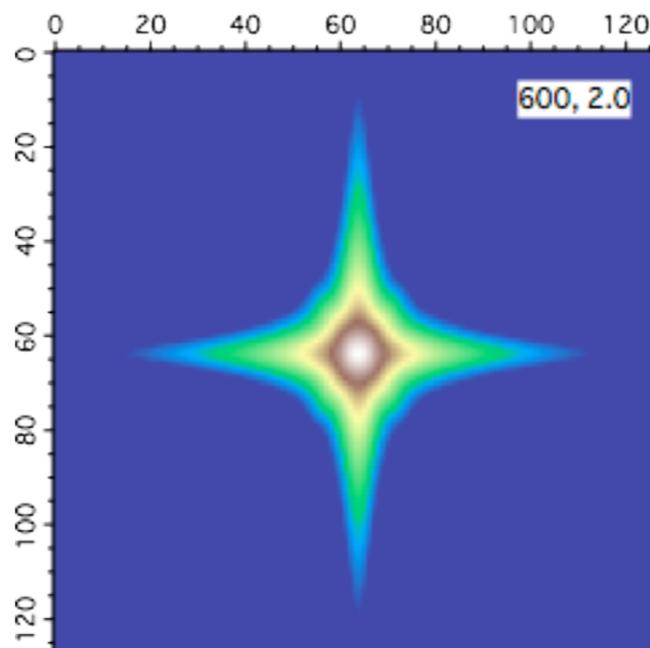
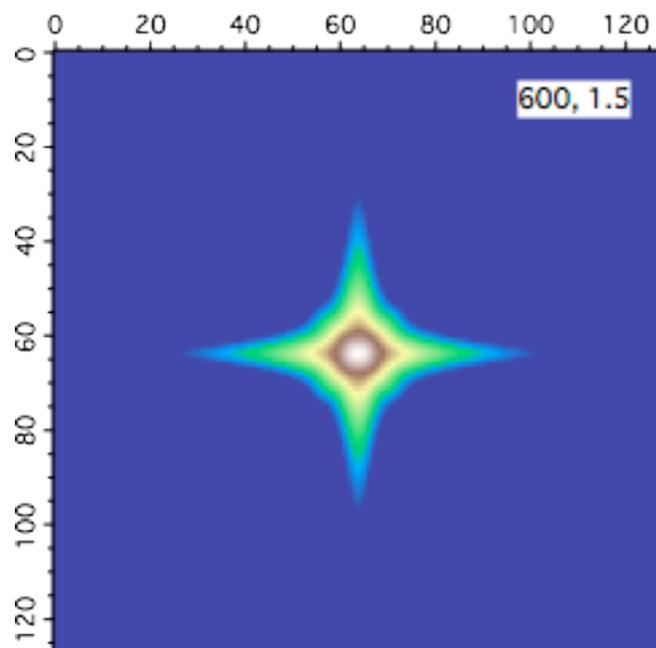
940C



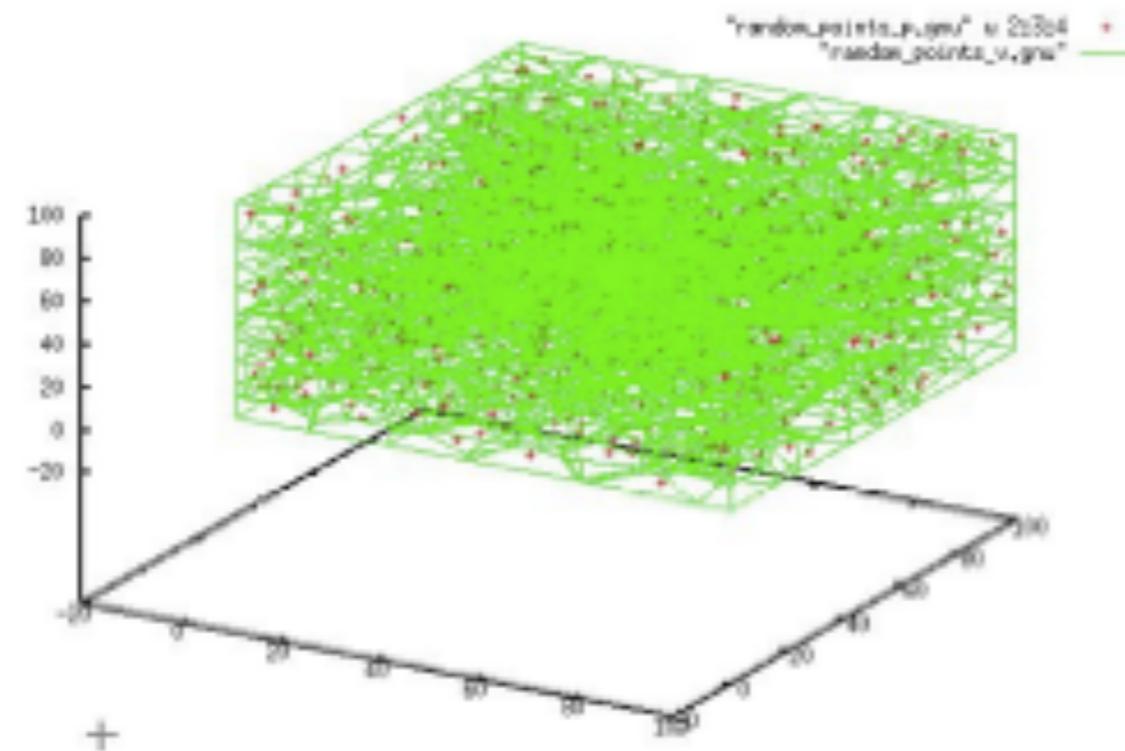
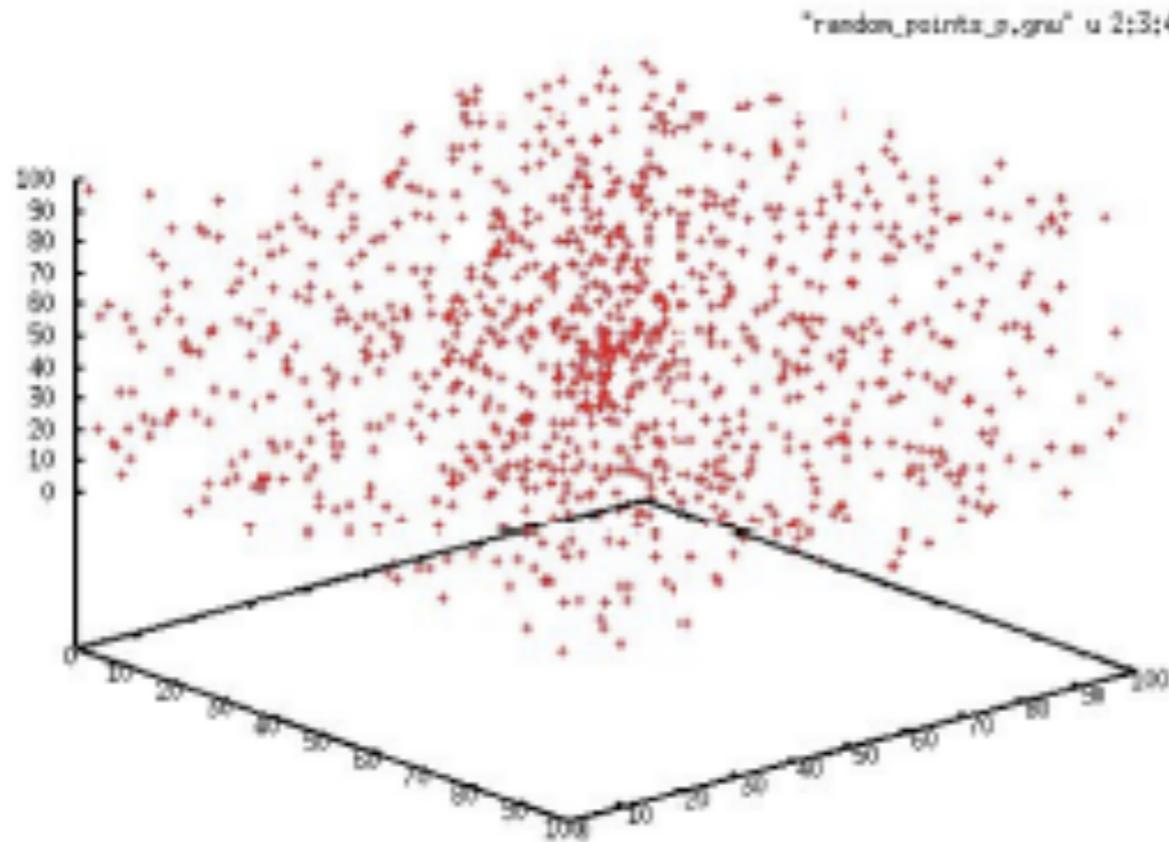
$a/c = 1.5$

$a/c = 2.0$

$a/c = 3.0$



今後の解析の方向性



ある空間にランダムに点を配置し，そこを核にしてボロノイ分割した後，熱拡散させることでモデルを構築

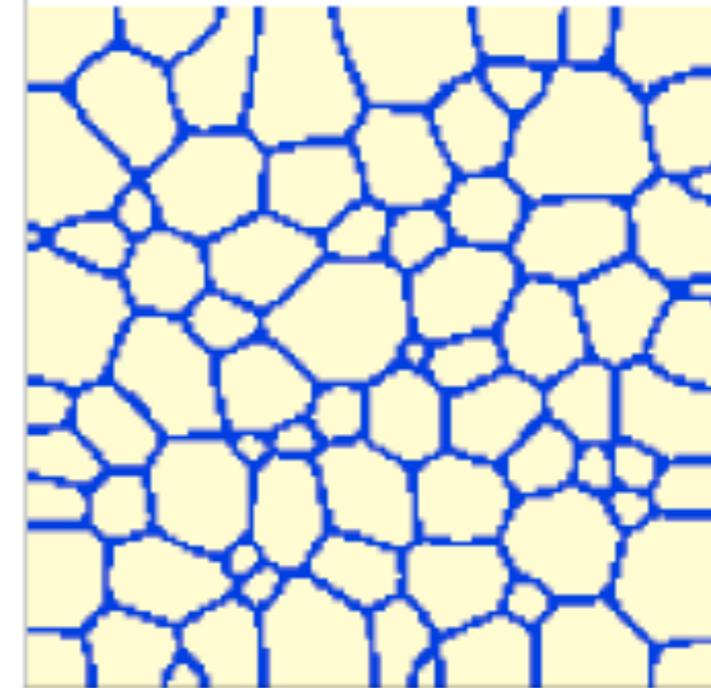


Fig.2 1000 sにおける粒の形状(XZ断面，

まとめ

1. 中性子小角散乱パターンはNd-Fe-B焼結磁石の数 μm から数十nmの空間スケールを持つ内部構造に敏感である。
2. 内部平均構造と保磁力の相関を明らかにするためには、内部構造モデルの構築が必要不可欠である。そのために、特にSEM写真などによる断面形状の情報が重要である。
3. 現時点では、シミュレーションとの比較で終わっているが、測定データを用いたfittingを行なえるように解析コードを整備中。