

希土類-遷移金属化合物型磁石の構成相と高温状態解明のための
ハイスループット XRD 測定
High-throughput XRD Measurement for Clarifying Phases in Rare-earth
Transition Metal Compounds at High Temperature

矢野 正雄^a, 伊東 正朗^a, 横田 和哉^a, 河口 彰吾^b
Masao Yano^a, Masaaki Ito^a, Kazuya Yokota^a, Shogo Kawaguchi^b

^aトヨタ自動車株式会社 先端材料技術部, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aToyota Motor Corporation, ^bJASRI

永久磁石候補材として注目を集めている ThMn₁₂ 型化合物について、保磁力を有する組織形成の可能性について検討するため、透過配置にて室温から 1200°C の間で XRD (X-Ray Diffraction) 測定の高速度化を検討した。測定の高速度化のために行った XRD 露光中に温度を一定にしない連続昇温でもほぼ同じ温度で相変化が起こることがわかり、相同定と相変化温度特定が可能であることを確認した。

キーワード： ThMn₁₂ 型化合物、高温 XRD 測定

背景と研究目的：

近年、自動車の低燃費化のために自動車の電動化が進んでいる。より高効率なモータを実現するためには、モータを構成する材料の高特性化が求められている。永久磁石の磁気特性は磁石を構成する微細組織の制御が必要であり、理想的な組織を形成できるかどうかは状態図によって知ることができる。しかしながら状態図を作成するためには膨大な時間が必要であるために、新規材料開発には使えないという問題があった。

そこで我々はハイスループット状態図作成のために、温度ごとの相の種類・分率を効率的に知ることが有効と考え、高温 XRD 測定の高速度化を目的として手法の検討を行った。

実験：

実験は、BL02B2 常設の二軸粉末回折計で行った。レイアウトは透過型の XRD 配置にて、検出器は多連装型一次元半導体検出器を用いた。使用した X 線エネルギーはおよそ 25 keV、波長校正は標準試料 (CeO₂) を用いた。

測定試料として SmFe_{11.25}Ti_{0.75} 組成のストリップキャスト材を用いた。試料は不活性ガス雰囲気中で石英キャピラリーに封入して測定した。

結果および考察：

測定の高速度化が可能かどうか検証するために、計測中に温度を保持し、25°C 刻みで 1200°C まで測定する方法 (従来法) と (180 秒露光/温度)、50°C /分で昇温しながら XRD 測定を行う連続昇温法 (3 秒露光/温度) で得られる結果に違いがあるかどうかを比較した。従来法で見られた 10.1~10.2° のピーク消失 (図 2) が、連続昇温でも同様に見られた (図 1) ことから、相変化の現象はどちらの方法でも捉えられることがわかった。このピーク消失温度は従来法では 575°C~600°C だったのに対し、559°C~564°C であった。連続昇温の方が系に与えた熱量が少ないにも関わらず相変化した温度が低いことは、昇温速度が速いため計測温度と試料温度に乖離ができたためと考えられる。図 3 に 5 秒露光、50°C /分の連続昇温測定の結果を示す。この場合、室温から 1200°C まで約 24 分で昇温+測定できることが確認でき、相の消失・生成を確認するには十分な信号強度であることがわかった。今回の検討により、主要な相同定と相変化の温度を知るといった目的においては、1 試料あたりおよそ 2 時間 (従来法では 7 時間) で室温→1200°C→室温までの測定ができることがわかった。

次に、多試料測定時の昇降温回数を減らすために、標準では 1 試料しか入らないキャピラリー

ホルダと回転機構を改良し、3 試料を装填し回転できる機構(図 4)の動作確認を行った。3 本装填したキャピラリーを 10°ずつ回転させながら XRD 測定を行ったところ、角度によっては複数試料に当たった XRD パターンとなっているものもあるが、0°、120°、190°が単一試料由来のパターンと考えられる(図 5)。今回の検討によりひとつの温度で 3 試料を測定できるようになり、3 試料を測定した場合に計測以外にかかる時間を 1/3 にできることがわかった。

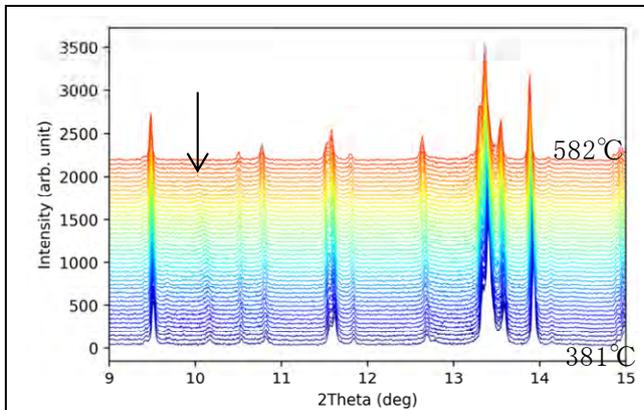


図 1. 連続昇温測定 of XRD パターン。381°C～582°C(図 2 四角領域)を 4°C～5°C 間隔で表示。露光：3 秒/パターン

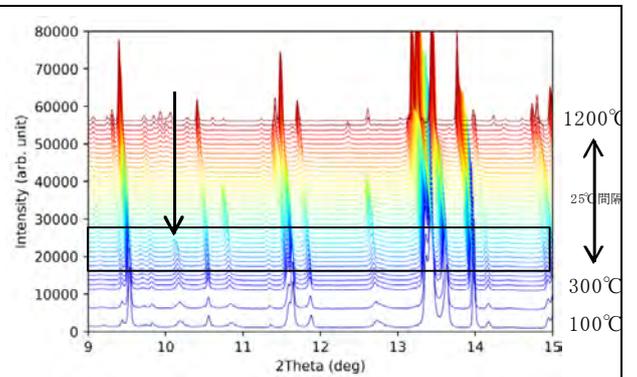


図 2. 従来法で取得した XRD パターン。300°C～1200°C まで 25°C 間隔で表示。露光：180 秒/パターン

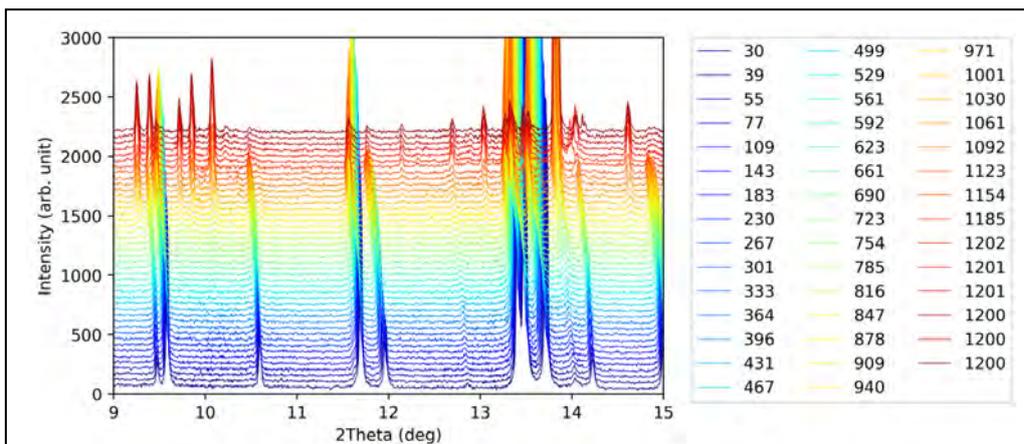
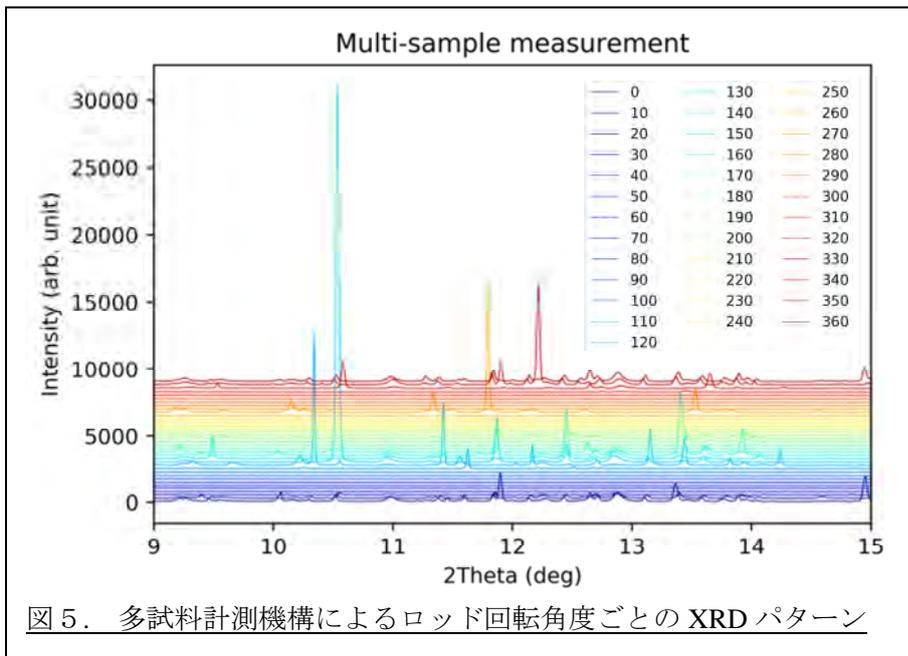
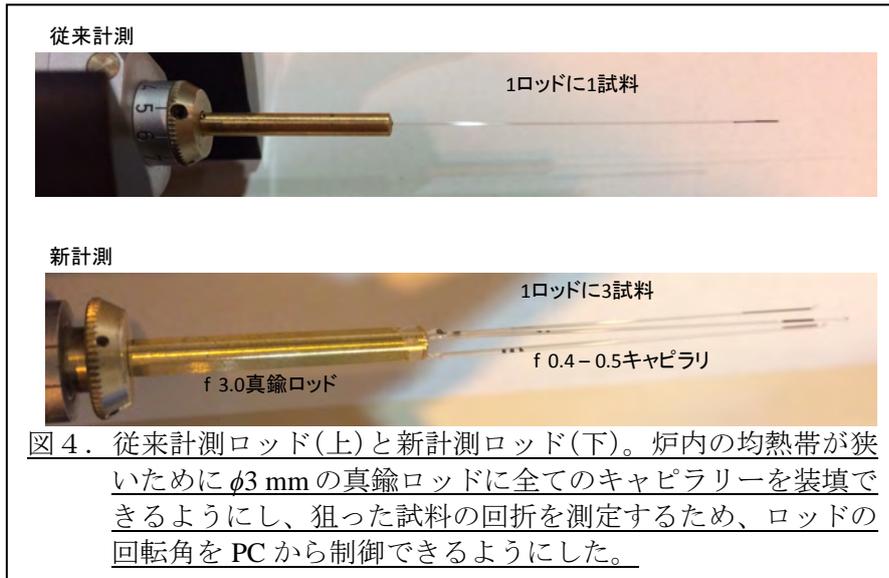


図 3. 50°C/分、5 秒露光/点の XRD パターン



謝辞

この成果の一部は、国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業未来開拓研究プログラム「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得られたものです。