

希土類-遷移金属化合物型磁石のハイスループット XRD 測定 High-throughput XRD Measurement for Rare-earth Transition Metal Compounds

矢野 正雄^a, 伊東 正朗^a, 木下 昭人^a, 小野 寛太^b, 河口 彰吾^c
Masao Yano^a, Masaaki Ito^a, Akihito Kinoshita^a, Kanta Ono^b, Shogo Kawaguchi^c

^aトヨタ自動車株式会社, ^b高エネルギー加速器研究機構, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aToyota Motor Corporation, High Energy Accelerator Research Organization, ^bJASRI

電動化車両に欠かせない希土類-遷移金属化合物型永久磁石について、保磁力を有する組織形成実現に向けた高温状態図作成に必要なデータ取得のため、XRD(X線回折 X-Ray Diffraction)測定法について検討した。その結果、自動試料交換による計測の高効率化により限られた時間内で多くのデータ取得ができるようになった。さらに短時間時分割計測による経時変化情報の取得により、高温における相変化の時間スケールを知ることができた。

キーワード： 希土類永久磁石、高温 XRD

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ーを実現するためには、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。高温状態図の作成は XRD 測定を高温まで、さまざまな組成について行うことで可能となる。しかし、従来の計測法では限られたビームタイム内に多くの測定ができなかったことから、状態図作成まで時間がかかりすぎている。この問題を解決するため、短時間でより多くの温度ごとの XRD データを収集する計測のハイスループット化を検討している。今回、放射光高温 XRD 計測と解析の高効率化により、温度と時間に対する相変化検出が可能かどうか検討した。

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 Ce₂Fe₁₄B 組成の粉末と Nd₇₀Cu₃₀ 合金の粉末を混ぜたものを用いた。試料は減圧した Ar 雰囲気となるように石英キャピラリ中に試料を入れ封入した。さらにこの試料入りキャピラリを径の大きいキャピラリに入れ、同じく減圧下 Ar 雰囲気となるようにして封入した。このようにして準備した試料数十種類を自動 XRD 測定機[1]に取り付けて、試料交換や位置合わせは機械が行った。測定温度は室温から 800°C までの間で N₂ ガス噴きつけにより昇温、自然冷却により降温した。

結果および考察：

今回の測定では数十試料の自動計測により個々の試料を計測位置へマウントすることと軸調整が不要となり、実験の高効率化ができた。これにより少人数での実験でも計測中にデータ解析が可能となり、ビームタイム中に大まかなデータ解析ができるようになり、実験のスループットが向上した。

また、測定により試料昇温後の温度保持中に相変化が起こる温度と時間を 1 分ごとに調べた。その結果、主相である Ce₂Fe₁₄B に起因するピークに変化はなかったが、700°C 保持開始からおおよそ 10 分後に 12.93°付近に強度が出現した(Fig.1)。これは 700°C 保持中に安定な相が析出することを意味しており、その出現の時間スケールが分単位であることが明らかになった。

今後、測温箇所と試料位置間の温度差を調べることで、熱平衡状態からの乖離度合いを明らかにする必要があると考えている。さらに、相同定や相分率導出の自動化を行うことによって、解析まで含めた実験のスループット向上を目指す。

このように、今回の手法を用いることで多くの試料について相変化が起こる温度と時間を系統的に調査できることがわかり、状態図作成実現の見通しを立てることができた。

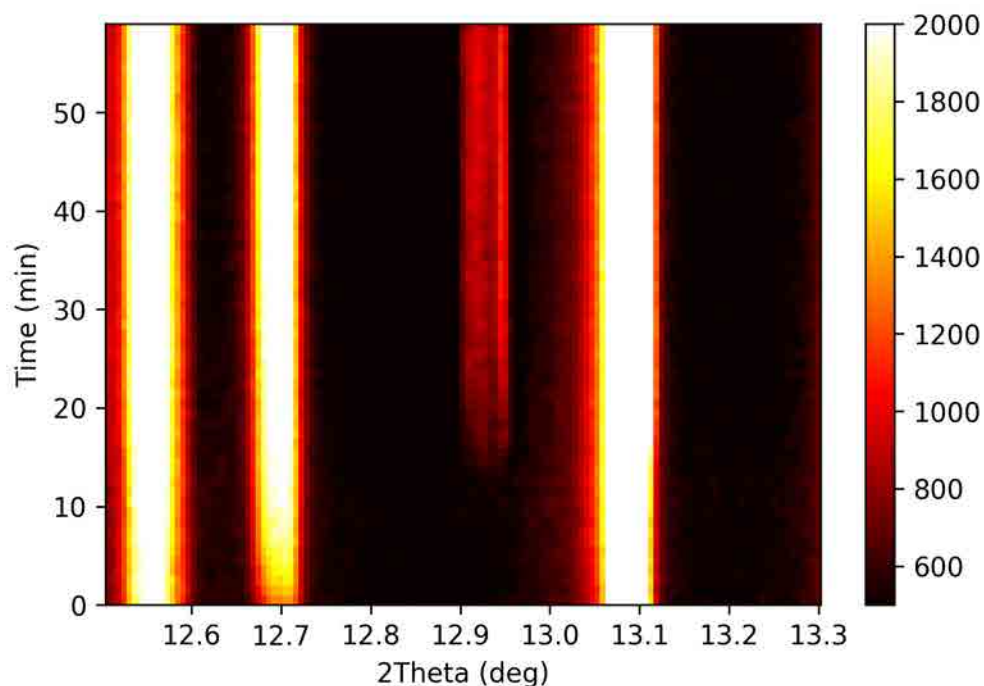


Fig.1 自動 XRD 測定結果の例

今後の課題：

組成設計から計測、解析による情報取得までの一貫したスループット向上のために、計測と解析をほぼ自動化できる見通しを立てられたが、測定用の試料準備の部分でかなりの時間を要しているため、作業の高効率化が必要と考えている。

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。

参考文献：

[1] S. Kawaguchi *et al.*, *Rev. Sci. Instr.* 88, 085111 (2017).