

# 過窒化した Sm-Fe-N 磁石粗粉のナノセル構造のマルチスケール観察

産業技術総合研究所 磁性粉末冶金研究センター 細川明秀 高木健太

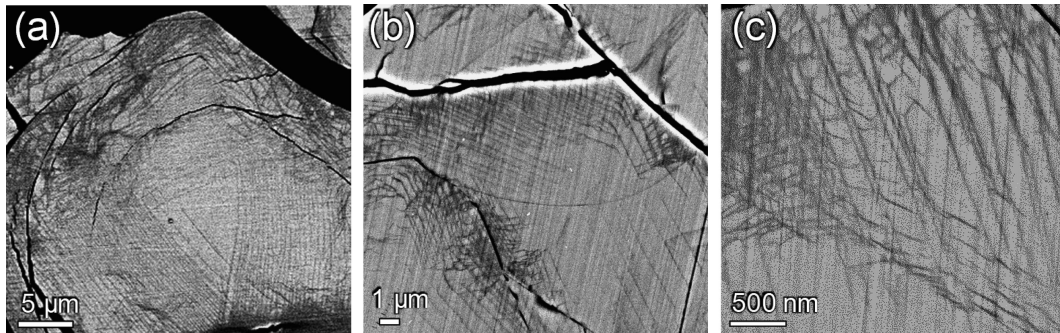


Fig. 1 過窒化した Sm-Fe-N 磁粉の反射電子像. 作動距離 3 mm で撮像.

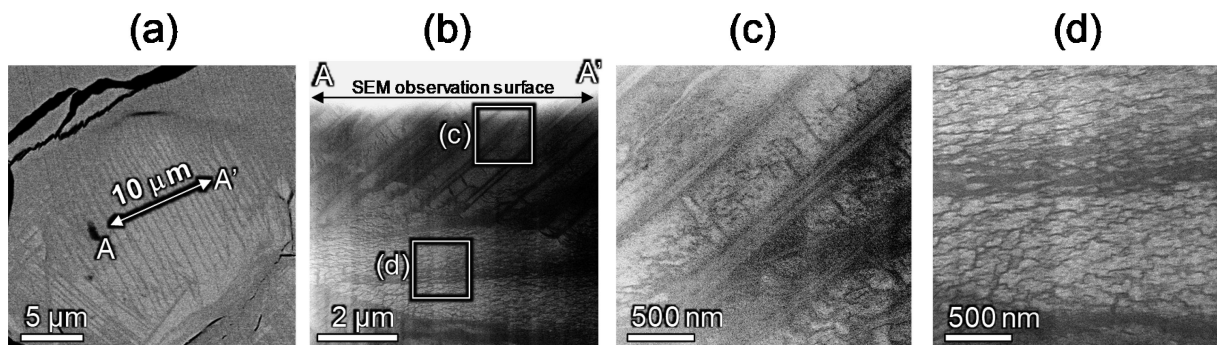


Fig. 2 (a) マイクロ試料の取得領域の反射電子像と、取得したマイクロ試料を AA' 軸まわりに90度回転した方向から透過型電子顕微鏡で撮影した低倍明視野像(b). さらに(b)内の四角部分拡大像を(c)(d)に示す.

優れた永久磁石として知られる  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$  は、化学量論組成を超えて過窒化するだけで、微粉化せずとも高保磁力が得られるというユニークな性質を持つ。これは、元々単結晶の粒子を過窒化すると、粒子内部にナノサイズの結晶が非晶質壁に囲まれたセル状構造を生成する事に由来するが、同時に角型性が損なわれるという欠点がある。この原因はセルの結晶方位のランダム化と言われてきたが、著者らの最近の研究で、いくつか新しい事実が明らかとなった<sup>(1)</sup>。Fig. 1(a) は作動距離 WD を 3 mm に近づけて走査型電子顕微鏡 (SEM) で撮影した 反射電子 (BSE) 像である。WD が大きいと、BSE 観察しても試料表面には何の特徴も見られないが、WD を小さくする事で、写真のような筋状組織が SEM でも観察できる事がわかってきた。特に粒子中央部で三角形に走っている筋は粒子が単結晶である事を考慮すると大変興味深い。Fig. 1(b)(c) に示すように高倍観察すると、直線が一定間隔に並んだ組織や、場所によってはまるで転位網のように筋状組織が絡み合ってきた「セル状」組織が観察できる。

さらに、Fig. 2(a) に示すように筋状組織部分から透過型

電子顕微鏡 (TEM) 観察用試料を切り出して観察した結果が Fig. 2(b)-(d) である。SEM で見られた筋状組織に対応する太めの筋状組織が TEM 像でも観察できており、さらに Fig. 2(c)(d) に見られるように、これらの太い筋状組織の間や近傍にはより微細な筋状組織が形成され、あたかもフラクタルのように、セル状構造は場所によって様々なサイズを有する事がわかる。電子線回折と EDS を併用した解析<sup>(1)</sup> からこれらの筋状組織は N リッチな非晶質相であり、これらの帯に囲まれたナノセルの方位は元の方角を引き継いで配向している事がわかった。つまり、過窒化粉における角型性の劣化は結晶方位の乱れではなく、磁気異方性を持たない非晶質相の生成に起因する可能性が高いという事がわかった。

## 文 献

- (1) Hosokawa and Takagi: *Acta Mater.*, **136**(2017), 366-377.  
(2018年7月6日受理)[doi:10.2320/materia.58.77]

Multi-scale Observation of Nano-cell Structure Formed in Overnitrided Sm-Fe-N Coarse Magnet Powder; Akihide Hosokawa and Kenta Takagi

Keywords: SEM, low take-off-angle, back scatter electron, magnet powder  
TEM utilized: ARM-200F (200kV) SEM utilized: JSM-7800F (15 kV)