



Title	希土類永久磁石の高保磁力化と資源リスク低減に向けた研究
Author(s)	上之原, 勝
Citation	大阪大学, 2022, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/88037
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 をご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

論文内容の要旨

氏 名 (上之原 勝)	
論文題名	希土類永久磁石の高保磁力化と資源リスク低減に向けた研究
論文内容の要旨	
<p>本論文では、希土類永久磁石の高性能化と資源リスク低減への貢献を目的に、Nd-Fe-B磁石の粒界拡散 (Grain-Boundary-Diffusion、以降、GBD)法ならびにZnを添加したSm-Fe-N(以降、Zn/Sm-Fe-N)粉末の圧密化に関する検討を行った。</p> <p>第1章では、永久磁石と希土類資源を取り巻く環境、そしてNd-Fe-B磁石の概要やGBD法、そしてSm-Fe-Nの現状と課題など本研究の基本的な背景と目的、ならびに本論文の構成を示した。</p> <p>第2章では、GBDにおける高保磁力化と拡散材料のコスト削減、そして製造プロセスの簡便化を目的に、拡散材料として重希土類化合物とCa金属蒸気を用いた還元式GBD法 (Reduction-GBD、以降、r-GBD)を新規に提案し、得られた磁石の磁気特性と微細組織、耐熱性の結果を記した。そしてr-GBD法では特に、従来の還元剤として水素化Ca粉末を用いたGBD法における製造プロセス上の課題を克服しながら、同等の保磁力増加を得ることに成功した。</p> <p>第3章では、拡散材料としてDyを用いたGBDによって、Dyより異方性磁界が大きく、そしてより高価なTbを用いたGBDと同程度の保磁力増加を得ることを目的に、DyとAlの共収着 (以降、Dy-Al共収着)を用いたGBDを新規に提案し、得られた磁石の磁気特性と微細組織、耐熱性、そして磁区観察の結果を記した。そしてDy-Al共収着を用いたGBDでは、Alを優先的に拡散させることで粒界の融点低下をもたらし、これに応じてDyの磁石深部への拡散を促進することで、Dyを用いたGBDでありながら、Tbを用いた場合と同等の高い保磁力増加を得ることに成功した。また同GBD磁石では、その耐熱性もTbを用いたGBD磁石と同等であることから、GBDに用いる拡散材料をTbと比較してより安価で資源リスクの低いDyに置き換えが可能なGBD法として有効であることが示された。</p> <p>第4章では、Zn/Sm-Fe-N粉末の実用的な圧密化工法と条件の検討を目的に、高面圧成形の調査を行い、得られたZn/Sm-Fe-N磁石の相対密度に及ぼす成形面圧とZn添加量の影響、さらに抗折強度、磁気特性および耐熱性の結果を記した。そして、Zn添加量を5-20 wt.%の間で変化させた冷間成形によって、面圧1.51-4.51 GPaの範囲でZn/Sm-Fe-N粉末の圧縮特性を取得することに成功した。また、相対密度が88%以上となったZn/Sm-Fe-N磁石では、IPMモータ用の磁石に要求される抗折強度を満足することが示された。さらに、面圧の削減を目的として473 Kでの温間成形も調査することで、面圧を効果的に削減しながらおおよそ90.0%の相対密度を得ることに成功した。</p> <p>第5章では、引き続きZn/Sm-Fe-N粉末の圧密化工法の検討として、高速成形 (High-Velocity-Compaction、以降、HVC)の調査を行い、得られたZn/Sm-Fe-N磁石の相対密度に及ぼすピストン速度とZn添加量の影響、さらに抗折強度、磁気特性、耐熱性、粒界近傍における微細組織の結果を記した。そしてZn添加量を5-20 wt.%の間で変化させながら、ピストン速度8.0-11.2 m·s⁻¹の範囲でのHVCにおける圧縮特性を取得し、高い寸法精度のもとおおよそ90%の相対密度を得ることに成功した。また得られた相対密度は、第4章で検討を行った温間成形と同等であることが示された。さらに、Zn/Sm-Fe-N磁石の粒界組織の詳細な調査を行うことで、Sm-Fe-N粒子の表面近傍の約50 nmの領域にはSm-(Fe, Zn)-N相と軟磁性のα-FeZn相が共存し、さらにこれら粒子の周囲には非磁性のγ-FeZn相が存在することが示された。</p> <p>第6章では本研究の総括として、得られた結果をまとめた。</p>	

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 (上 之 原 勝)		
	(職)	氏 名
論文審査担当者	主 査	教授 中谷 亮一
	副 査	教授 藤原 康文
	副 査	教授 荒木 秀樹
	副 査	准教授 白土 優

論文審査の結果の要旨

本論文は、希土類永久磁石の高性能化と資源リスク低減への貢献を目的に、Nd-Fe-B磁石の粒界拡散(Grain-Boundary-Diffusion、以降、GBD)法ならびにZnを添加したSm-Fe-N(以降、Zn/Sm-Fe-N)粉末の圧密化に関する検討を行ったものであり、以下の知見を得ている。

(1) GBD法における高保磁力化と拡散材料のコスト削減、そして製造プロセスの簡便化を目的に、拡散材料として重希土類化合物とCa金属蒸気を用いた還元式GBD法(Reduction-GBD、以降、r-GBD)を新規に提案し、得られた磁石の磁気特性と微細組織、耐熱性の結果を明らかにしている。そして、還元剤として水素化Ca粉末を用いた従来のGBD法における製造プロセス上の課題を克服し、プロセスの簡便化を達成した上で、r-GBD法において従来のGBD法と同等の保磁力増加を得ることに成功している。

(2) 拡散材料としてDyを用いたGBD法によって、Dy添加材料より異方性磁界が高く、そしてより高価なTbを用いたGBD法で得られた磁石と同程度の保磁力増加を得ることを目的に、DyとAlの共収着(以降、Dy-Al共収着)を用いたGBD法を新規に提案し、得られた磁石の磁気特性と微細組織、耐熱性、そして磁区観察の結果を明らかにしている。そしてDy-Al共収着を用いたGBD法では、Alを優先的に拡散させることで粒界の融点低下をもたらし、これに応じてDyの磁石深部への拡散を促進することで、Dyを用いたGBD法でありながら、Tbを用いた場合と同等の高い保磁力を得ることに成功している。また同GBD磁石では、その耐熱性もTbを用いたGBD磁石と同等であることから、GBD法に用いる拡散材料をTbと比較してより安価で資源リスクの低いDyに置き換えが可能なGBD法として有効であることを示している。

(3) Zn/Sm-Fe-N粉末の実用的な圧密化工法と条件の検討を目的に、高面圧成形の調査を行い、得られたZn/Sm-Fe-N磁石のバルク材料に対する相対的な密度(以降、相対密度)に及ぼす成形面圧とZn添加量の影響を明らかにしている。さらに、相対密度による抗折強度、磁気特性および耐熱性の変化を明確にしている。そして、Zn添加量を5-20 wt.%の間で変化させた冷間成形によって、圧縮時の面圧1.51-4.51 GPaの範囲でZn/Sm-Fe-N粉末の良好な圧縮特性を取得することに成功している。また、相対密度が88%以上となったZn/Sm-Fe-N磁石では、IPM(Interior Permanent Magnet)モータ用の磁石に要求される抗折強度を満足することを明らかにしている。さらに、圧縮時の面圧の削減を目的として473 Kでの温間成形を調査することで、面圧を効果的に削減しながら、おおよそ90%の相対密度を得ることに成功している。

(4) Zn/Sm-Fe-N粉末の圧密化工法の検討として、高速成形圧縮(High-Velocity-Compaction、以降、HVC)の調査を行い、得られたZn/Sm-Fe-N磁石の相対密度に及ぼすピストン速度とZn添加量の影響を明らかにしている。さらに、それらによる抗折強度、磁気特性、耐熱性、粒界近傍における微細組織の変化の影響を明らかにしている。そしてZn添加量を5-20 wt.%の間で変化させながら、ピストン速度8.0-11.2 m s⁻¹の範囲でのHVCにおける良好な圧縮特性を取得し、高い寸法精度のもとおおよそ90%の相対密度を得ることに成功している。また得られた相対密度は、前述

の温間成形で形成した磁石と同等であることを示している。さらに、Zn/Sm-Fe-N磁石の粒界組織の詳細な調査を行うことで、Sm-Fe-N粒子の表面から約50 nmの領域にはSm-(Fe, Zn)-N相と軟磁性の α -FeZn相が共存し、さらにこれら粒子の周囲には非磁性の γ -FeZn相が存在することを明らかにしている。

以上のように、本論文は希土類永久磁石の高性能化と資源リスク低減を行う種々の手法を明らかにし、資源リスクが比較的 low、かつ、実用化に耐えうる高い保磁力、強度、耐熱性を兼ね備えた永久磁石の製造プロセスおよび微細構造を明らかにしたものである。従って、本論文は、学術的知見のみならず、モータ等に用いられる永久磁石の資源リスク低減、高性能化に寄与する材料学的知見を多く含んでおり、材料工学の進展に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。