内外 BM 技術動向

専務理事
大森賢次

REPM2021 国際会議 (26th International Workshop on Rare-Earth and Future Permanent Magnets & Their Applications) が 2021 年 6 月 7 日から 11 日に掛けて online で開催した。JRCM の豊田様から資料をお借りしたので個人的に興味あるものを紹介する。

VACUUMSCHMELZE(Germany) の Brombacher らは、欧州における永久磁石の最新動向について報告した。欧州グリーンディールが発表され、永久磁石が重要な役割を果たす風力発電や E- モビリティなどのグリーンテクノロジー開発の後押しが進められている。欧州の NdFeB 系焼結磁石の年間生産量はアジアの磁石メーカーと比較して生産コストが高いため、1000 トンを大きく下回っている。磁石や原材料の輸入依存度を低減するために幾つかプロジェクトが立ち上がっている。NOVAMAG プロジェクトでは、レアアース含有量を減らした SmFeV などの代替材料が研究されており、最近のプロジェクトでは、ストリップキャスト工程の最適化による重希土類元素の必要量削減(UPGRADE) や全ヨーロッパでの希土類元素供給 (SecREEts) を目標に掲げている。Sm-Co 系焼結磁石は、高温性能に優れ、電気航空機やレーシングカーの高速モーターなど、高い出力密度が要求される用途に多く使用されているが、Fe リッチ Sm_2Co_{17} 系磁石の高性能化の研究が行われており、35.4 MGOe に達している。また、科学分野やセンサー用途で有利となるニアネットシェイプで生産する技術も進められている。

Jozef Stefan Institute(Slovenia) の KOBE らは、RE 系磁性材料の持続可能なプロセスについて報告した。HRE の使用量を大幅削減することを第一の目標とし、希少元素の使用量を最小限に抑えながら高温用途に必要な特性を実現した。さらに、欧州の中国への依存度を最小にするため、使用済み磁石の EoL リサイクルに注力して新しい技術を開発し、パイロット生産に移行することで、HRE の使用量を 0.2% に抑え、保磁力を 30% 向上させ、残留磁束の損失も最小限に抑えることに成功した。さまざまな処理方法に基づいているが、主に HR-TEM を使用して、微細構造、相比、相組成を調整することで、標準および リサイクル EoL NdFeB 磁石の磁気特性を向上させるメカニズムを研究した。新開発の高エネルギー磁石を最小限の HRE 使用で、高効率の HPMS(Hydrogen Processing of Magnetic Scrap)を用いてリサイクルすることにより、再生可能エネルギーや e-mobility 分野における NdFeB 磁石の循環経済エコシステムを実現することを想定している。

Critical Materials Institute(USA) の David らは、「重要な」レアアース元素をあまり使わない、あるいは全く使わない強力な新しい永久磁石材料の探索を進め、Ce_2Co_{17} をベースとする合金の理論的発見および予備的実験による確認を行った。$CeCo_5$ をベースにした「ギャップ磁石」の実験的発見。$Sm_2Fe_{17}N_3$ への La と Ce の置換が磁気特性を維持または向上させ、これらの磁石のよく知られた安定性の問題を解決する可能性があるという理論の発見。また、既存の $Nd_2Fe_{14}B$ 磁石と競合する可能性のある合金について、臨界希土類含有量を大幅に低減することが出来た。

J.A. Green & Co.(USA) の Green は、米国のレアアース政策 - 未来への継続的な約束と題して、レアアースのサプライチェーン崩壊の脅威を完全に認識し、この脆弱性に真っ向から立ち向かうために活力を得ていると報告した。米国はレアアース産業を支援し、成長させるための政府の政策や資金調達を推し進めることを決定している。2018 年、議会は国防権限法に、国防省が中国、イラン、ロシア、北朝鮮からネオジム・鉄・ボロン (NdFeB) またはサマリウム・コバルト (SmCo) 磁石を調達することを制限する条項を盛り込み、この脆弱性に対処するため NdFeB 磁石製造、SmCo 製造、軽希土類分離、重希土類分離、金属・合金製造を進めるとしている。

Urban Mining(USA) の Zakotnik らは、希土類磁石の持続可能な生産、回収、再処理、再利用のため都市鉱山を利用して、使用済みの材料からレアアースを回収する新しいプロセスを確立した。米国内に完全に機能する NdFeB 回収処理ラインを 2 つ獲得した。使用済みの廃ネオジム原料から高品質の再生ネオジム磁石を供給することが可能となった。その結果、Dy、Tb、Nd、Pr、Co などの消費率を大幅に低減できるようになった。

T U Darmschdt(Germany) の Gassmann らは、エレクトロモビリティーにおけるバリューチェーンの閉塞を考えて、電気自動車のトラクションモータなどへの磁石供給を確保するために、永久磁石のリサイクル技術に注目し、一次材料で作られた磁石に匹敵するものができるようにした。また、用途に応じて磁石に要求される特性も変化しており、例えば、フライホイールエネルギー貯蔵装置や電動機では、高効率のために高い回転速度が要求され大きな力が加わるが、ネオジム磁石は脆性が高いため磁石破損につながる可能性がある。NdFeB 系磁石の優れた磁気特性を維持したまま、破壊強度を高めるための系統的なアプローチを行い、微細構造を調整することで、磁石の破壊強度を大幅に向上した。

NIMS の高橋は、$SmFe_{12}$ 系永久磁石の最近の進捗として、

1．Co で Fe を置換すると大きな磁化 $\mu_0 Ms$=1.68 T、高い異方性 K~12 T、高いキュリー温度 T_C~859 K などの高い固有特性が得られる。これらは $Nd_2Fe_{14}B$ のそれを凌駕し、高温での応用の可能性を示す。

2．薄膜状の $SmFe_{12}$ 系化合物の固有磁気特性を調べた結果、$Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{12}$ は高い $\mu_0 M_S$、K、T_C を持ち、次世代永久磁石の可能性がある。しかし、これらの固有磁気特性を材料としての磁気特性、すなわち、大きな残留磁化と十分に大きな保磁力($\mu_0 Hc > \mu_0 Ms/2 > 0.9$ T)に繋げない限り、$SmFe_{12}$ 系化合物は実用的な永久磁石にはならない。高い $\mu_0 H_C$ は最適な微細構造の実現によって支配されるため、その制御が鍵となり、B の添加で 1.2 T という比較的高い $\mu_0 H_C$ を達成した。これは、$Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{12}$ 粒が B に富むアモルファス粒界相に完全に包まれたナノグラニュラー組織を形成したためであり、$Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{12}$ 粒子と粒界相の磁化・異方性の違いにより、磁壁運動のピン止めサイトが形成されるためである。

3．熱間変形した $Sm_{12}Fe_{74}V_{12}Cu_2$ 磁石で

は、Sm に富む粒界を有する組織で 0.96 T の $\mu_0 H_C$ が得られた。
これらの例から、適切な組織制御により、バルクでも比較的高い $\mu_0 H_C$ を達成できる可能性がある。

Darmstadt Univ.(Germany) の ENER らは、$ThMn_{12}$ 構造を有する $SmFe_{11}Ti$ の単結晶および多結晶バルク試料における双晶の微細構造および磁気特性の詳細な評価をした。双晶をマイクロ・ナノレベルの長さで観察した結果、双晶の方位は各粒で約 58 ± 2° であることがわかった。また、双晶の境界面は $Sm(Fe,Ti)_{12}$ のユニットセルにおける {011} 面ファミリーに対応する。高分解能電子顕微鏡とアトムプローブトモグラフィー (APT) による多結晶体の研究で、双晶境界において Sm の濃縮と Ti の枯渇が見られた。双晶の組成は $Sm_{9.6}Fe_{84.9}Ti_{5.5}$ と推定され、$Sm_3(Fe,Ti)_{29}$ 相の組成と一致し、低異方性磁場を持つことが明らかになった。磁化反転に対する双晶の影響を磁気光学カー効果 (MOKE) 顕微鏡によって調べた結果、初期磁化は双子境界で始まり、双子境界を挟んで隣接する変種間の強い磁気的結合があることが示された。バルク試料で観察したものと同様の微細構造を用いてマイクロマグネティックシミュレーションを行った結果、双晶の形成により、予想保磁力値は反転磁場の 38% に減少することが示された。このシミュレーション結果は、双晶 $SmFe_{11}Ti$ 系で低い保磁力値が観測されることを説明する。

Delaware Univ.(USA) の Gabay らは、液体急冷した $Sm(Fe, Co, Ti)_{12}$ 合金を Zr と B で改質することで、結晶粒を過度に粗大化させずに 1：12 化合物をより完全に形成し、保磁力を適度に増大させることに成功した。改良リボンとして製造した等方性磁石は、比較的高い保磁力を示し、温度も安定していた。Zr と B は 1:12 結晶粒の微細化に必要な凝固速度を低下させ、アーク溶解インゴットと 0.25-0.50 mm 厚のリボン / ワイヤーで 1:12 結晶粒を微細に分離することを可能にした。異方性粉末で非常に高い保磁力を実現したため、Zr 置換と組み合わせた 1200℃での還元拡散合成で、従来作製された $Sm(Fe,Co,Ti)_{12}$ 合金の保磁力を妨げている構造欠陥に関連すると思われる要因を克服できることを示す。

Universidad del Pais Vasco(Spain) の Schonhobel らは、機械的に粉砕し、熱間成形および熱間変形して作製した Sm(Fe,V)1:12 磁石で Sm の一部を Zr, また、V を Cu,Mo,Ti で置換した場合の影響を調査した。Zr 置換では、最適な熱処理により正方晶の $ThMn_{12}$ 型構造とα-(Fe,V) を得たが、高 Zr 含有量(x=0.4, 0.6)では、$ZrFe_2$ ラーベス相の存在が検出され、異方性磁界は 11 から 8.8 T に、キュリー温度は 361 から 310℃に減少した。一方、室温での飽和磁化は 115 から 138 Am/kg に増加した。V を Cu, Mo, Ti で置換した熱間変形磁石は 50 ～ 150 nm の微細な結晶粒から構成されており、Sm-Fe-(V,Cu) 磁石は、$\mu_0 H_C$ = 0.96 T, $\mu_0 Mr$ = 0.49 T, $(BH)_{max}$=42 kJ/m^3, T_C =362℃で最高の性能を発揮することができた。アトムプローブトモグラフィーで 1:12 ナノ粒子の周囲に 3-6 nm の薄い $Sm_{17.5}Fe_{71.5}V_8Cu_3$ 粒界相が確認された。このことから、少量の銅の添加は、変形中の結晶粒成長を妨げつつ、磁気特性を向上させることができると考えられる。

Magnequench technology center (Singapore) の Chen は、自動車用異方性 RE-Fe-B 粉末とその射出成形ボンド磁石の開発における Magnequench 社の最新の研究開発の取り組みを紹介した。急冷凝固、熱間変形、および高度な混練技術を駆使し、一連の新しい異方性 RE-Fe-Ga-B 粉末製品（MQA-39-15, MQA-38-17, MQA-37-18, MQA-36-19）の開発に成功した。Dy フリー、Co フリーで、優れた磁気特性（H_{CJ} 19-15 kOe、Br 12.5-13.3 kG）、特に高い保磁力と優れた熱安定性を持ち、150℃までの高温での自動車用途に適した候補となる。MQA 粉末と PPS または PA12 バインダーからなる異方性ボンド磁石を射出成形技術により作製することにも成功した。この磁石は良好な磁気特性と低い磁束経時変化損失を示し、自動車用途に適している。

NIMS の Tang らは、厚さ 5.6 mm のバルク熱間異方性磁石において、角形性を改善し、高保磁力を発現するための新しい方法を紹介した。厚い磁石に低融点 $Tb_{20}Dy_{10}Nd_{40}Cu_{30}$ 共晶拡散源を粒界から浸透させ、その後 $Nd_{70}Cu_{30}$ を用いた共晶拡散を行った。第一段階では、RE に富む粒界相と HRE に富むシェルが板状 $Nd_2Fe_{14}B$ 結晶を取り囲み、第二段階では HRE が結晶粒界を通じて磁石の表面から中心部へ移動することが確認された。この 2 段階拡散プロセスの後、減磁曲線の角形性は 0.83 から 0.91 に改善され、保磁力は 2.38 T から 2.43 T に向上している。TEM 解析の結果、角形性が向上したのは、磁石の表面から中心部にかけての微細構造の均一性が向上したためであり、特に RE に富む粒界相が形成されたためであることが判明した。この均一な微細構造により、バルク磁石の表面から中心部にかけての保磁力勾配が減少した。この 2 段階拡散プロセスは、保磁力向上のための費用対効果の高い方法として、さらに活用することができる。わずか 0.45 wt.% の Dy で 2.5 T の保磁力と 1.32 T の残留磁化を達成した。これは従来の 10 wt.% Dy 合金焼結磁石に相当する保磁力である。また、保磁力の温度係数は -0.41 %/℃と優れた値を示した。

Univ. Birmingham(UK) の Brooks らは、高温固体水素化不均化反応(s-HD)を用いてNdFeB 合金を α-Fe、NdH_2、Fe_2B の混合物とすることで室温で延性可能させ (水素延性プロセス HyDP) た後、高温真空下で再結合させることで、負荷に対して異方性を有するサブミクロンの $Nd_2Fe_{14}B$ 結晶構造を形成している。ただ、これまでの研究では少数相である $NdFe_4B_4$ 相が存在するため延性の程度が制限され、再結合時に Nd に富む相の再分布によって最終的な微細構造中にキャビテーションが発生し、密度が低下していた。そこで、様々な不釣り合いな微細構造について、延性状態での機械的挙動の変化を調査し、粗い不均化組織と細かい不均化組織の間で延性挙動に大きな差があることを見出した。

TU Darmstadt(Germany) の Skokov らは、Nd-Fe-Co-B 系を見直し、20 ～ 50 wt.% のコバルトを含む最適な組成を見出すことを試みた。Fe を Co で 30% まで置換しても、2:14:1 相の磁化は低下せず、T_C は徐々に増加するが、Nd-Fe-B 系磁石にコバルトを使用する場合の主な問題点として、望ましくない強磁性粒界相 (例えば、1：2、2：17 など) が形成され、これが焼結磁石の保磁力を損なうため、市販焼結磁石の Co 濃度

は 1 ～ 5 wt% に制限されている。高コバルト濃度の Nd-Fe-Co-B 合金は、様々な粒界相が存在するため、保磁力のメカニズムを理解する上で非常に良い対象であるが、Nd-Fe-B 系に比べ研究が進んでおらず、保磁力機構は文献上では適切に扱われていない。まず、$Nd_2(Fe_{1-x}Co_x)_{14}B$ 単結晶の固有磁気特性(自発磁化の温度依存性、磁気異方性定数)の評価に焦点を当て、次に、500 – 1200℃で熱処理したときに起こる相変化と、二次相の役割と保磁力への影響の可能性について調べた。$Nd(Fe_{1-x}Co_x)B$ 合金でアモルファス液体急冷リボン(ホイール速度v=55 m/s)と高保磁力ナノ結晶粉末(v=20 m/s)を調製した。アモルファス前駆体を用いて、熱間成形で高密度磁石を作製した。$Nd(Fe_{1-x}Co_x)B$ 熱間成形磁石の保磁力の温度依存性を示し、高コバルト濃度合金に対する熱間成形技術の特異性と落とし穴を議論し、高温用 NdFeCoB 磁石の保磁力の組織的な起源を明らかにした。

NIMS の Amin らは、異方性 NdFeB 磁石の保磁力の温度依存性が 300-500 K の範囲で $H_A(T)$ のような線形挙動ではなく凹状になる原因を調べた。実験的に報告されている結晶相と粒界相の磁気特性の温度依存性を適応したマイクロマグネティックスシミュレーションで検討した結果、強磁性粒界相の磁化の温度依存性に由来することが明らかになった。粒界相を強磁性相から非強磁性相に変更することで、保磁力の熱安定性が向上することをマイクロマグネティックスシミュレーションで実証した。このことは、熱間変形磁石の実験でも実証され、Nd に富む粒界相を変更すると、$H_C(T)$ の形状が $Nd_2Fe_{14}B$ 相の $H_A(T)$ に近くなることがわかった。さらに、粒界相の磁化とその温度依存性が、H_C/M_S vs H_A/M_S のフィッティングで線形性を示さないことを見出した。したがって、これまで見過ごされてきた粒界相の磁性とその温度依存性のため、実験データをクロンミュラー方程式でフィッティングする際に得られる α や N_{eff} の値が 300-500 K の温度範囲で変化する可能性がある。

KIMS(Korea) の YOO らは、HDDR 粉を用いた熱間変形磁石について検討した。保磁力を高めるためには、粒界相の Fe、Co 濃度を低減するため、Nd-Cu、Pr-Cu、Nd-Al などの低融点非強磁性材料を用いた粒界拡散法が使われている。液体急冷リボンで製造された熱間異方性磁石は、初期の結晶粒が微細であるため、700℃以上の拡散時に顕著な結晶粒成長が起こるという問題がある。一方、HDDR 粉末を初期粉末として用いれば、HDDR 粉末の平均粒径 (~300 nm) は急冷リボン(～50 nm)に比べて比較的大きいので拡散時の急激な粒成長が防止される。ただし、HDDR 粉末の粒界相は、急冷リボンと比較して、強磁性体の Fe や Co を多く含んでいるという問題がある。Nd に富む粒界相の微細構造が異なる 2 種類の HDDR 粉末で熱間変形と Nd-Cu 拡散による磁気特性および微細構造の変化を比較検討した結果、初期の HDDR 粉末の粒界相の微細構造を不均一かつ不連続に制御すると、熱間変形磁石の保磁力が拡散後に急速に増大することが判明した。この結果に基づいて、熱間変形磁石の保磁力をさらに向上させるための方法を提案した。

Institute of Stefan(Slovenia) の Tomse らは、SPS 法 (スパークプラズマ焼結法) を用いてナノ構造 Nd-Fe-B 磁石の試作を行った。パラメータ (特に温度) を慎重に調整することにより、液体急冷リボンに固有の微細構造の不均一性 (すなわち、ホイール側とフリー側) に関連する粒の粗大化を防止することができる。また、SPS 法を、レアアースリッチ (RE～33 wt.%) ガスアトマイズ NdFeB 粉末の処理についても検討した。700℃で行われる高速粉末圧密により焼結中の結晶粒成長が最小限に抑えられ、HRE を含まない組成で 1000 kA/m を超える H_{CJ} 値を確保することができた。さらに、SPS は、高い固有保磁力または高い残留磁化を特徴とする明確な領域からなるナノ構造の Nd-Fe-B 磁石を合成するための優れたツールである。このような磁石は、化学組成の異なる複数の Nd-Fe-B 系液体急冷粉から 1 ステップの SPS アプローチ、または予備焼結磁石から 2 ステップのアプローチで作製することができる。多成分形状の磁気特性を用いたシミュレーションの結果、多くの電気デバイスの機能に対する利点が予測される。SPS 法はジェットミル粉を用いた異方性細粒 Nd-Fe-B 磁石のネットシェイプ製造に適している可能性があるが、高速で非平衡な SPS 特有の電気的効果が微細構造の形成を支配しており、典型的な SPS 運転中の非均質な温度分布が最も重要な要因である。局所的なジュール熱により粒子接合部に発生したホットスポットが、$RE_2Fe_{14}B$ 母相の分解と軟磁性α-Fe の形成を促進する。単結晶粉末から作製したバルク SPS 磁石の微細構造を洗練させるために、いくつかのアプローチを検討した。加熱速度を下げたり、プレス装置の電気的特性を調整することで、局所的な過熱の確率を下げることが可能である。あるいは、SPS の前に真空炉で粉末を予熱して接触抵抗を下げることでも、α-Fe の生成を防ぐことができる。

TU Darmstadt(Germany) の Dirba らは、HDDR 処理粉末を使って粒界拡散による NdFeB 系永久磁石の保磁力向上を行った。様々な低融点共晶合金の粒界拡散プロセスが HDDR 処理 Nd-Fe-B 粉末の保磁力に与える影響について検討した。$Nd_{70}Cu_{30}$, $Nd_{90}Al_{10}$, $Nd_{80}Ga_{15}Cu_5$, $Nd_{62}Fe_{14}Ga_{20}Cu_4$, $Nd_{60}Tb_{10}Cu_{30}$ などの共晶融点に近い組成で、希土類や付加元素を含む様々な合金を合成し、HDDR 処理 Nd-Fe-B 粉末に混合して使用し、焼鈍時間、温度、粒界相の比率を変化させ、粒界拡散過程を系統的に検討した。

愛知製鋼の堀川らは、d-HDDR 処理粉末の異方性の程度を改善するために，水素の減圧温度を最適化し，坦持破壊を減少させた。さらに、単結晶の出発粉末を得るために、連続した Nd に富む粒界の形成を改善するために、追加の熱処理を施し、その温度も最適化した。これら最適化の結果、J_r は 0.08 T、異方性の度合いは 0.06 増加することに成功した。d-HDDR 処理の出発粉末を得るための従来プロセスにおける水素減圧処理では、水素吸収による $Nd_2Fe_{14}B$ の体積膨張で $Nd_2Fe_{14}B$ 結晶粒の粒界破壊が発生するため、$Nd_2Fe_{14}B$ の体積膨張を抑制する必要がある。その結果、出発粉末にクラックが発生し、d-HD 処理後に球状組織が形成される。このような球状構造では、Fe と NdH_2 の結晶学的な配列が存在しないため、再結合した $Nd_2Fe_{14}B$ の異方性は小さい。さらに、母合金中の不連続な Nd リッチ粒界が完全な粒界破壊を防ぎ、多結晶の出発粉末が形成される。その結果，c 軸配向が異なるため，DR 後の異方性は小さくなる。

西安交通大学 (中国) の Ma らは、過飽和六方晶 Sm-Co-Fe-Cu-Zr 合金における再結

晶と析出の同時進行について、詳細な TEM 観察を行った。再結晶、再結晶サブグレイン(セル)の成長、析出物は、底部積層欠陥、空孔、過剰格子間原子などの欠陥が徐々に形成、解離することによって発生することがわかった。底部積層欠陥に付随する部分転位の拡散制御格子は、1:7H と 2:17H の混合物から Sm が欠乏した 2:17R セルへとマトリックスを変えるだけでなく、点欠陥が減少し、Sm に富む 1:5H セル境界析出物と Zr に富む 1:3R プレートレットを形成する連続拡散チャンネルも提供した。これは、拡散制御された変位型相転移のメカニズムを示しており、不完全な基底スリップと溶質分配の不完全性による組成依存の 2:17R' 中間相(2:17R格子の1つの断層基底層) を特徴としている。基底面すべりモデルは、積層周期変化と同時に起こる欠陥の形成と解離、及び連続した原子拡散チャネルの形成を説明するために提案された。HR-TEM と Lorentz-TEM の複合測定により、セル端に分布する 2:17R* 中間相が反発性のドメイン壁ピンニングを引き起こすことが示された。

IMDEA(SPAIN) の Palmero らは、複合材料(PM粒子／ポリマー)を合成し、均質で連続したフィラメントに押出した。ガスアトマイズした τ-MnAlC、Sr- フェライトおよびハイブリッド(Sr-フェライト/NdFeB) 粒子を用いて、異なる代替 PM 材料を研究した。高充填率 (>80%) で長さ 10 m 以上の柔軟なフィラメントを得るための重要な因子である粒子径、微粒子 / 粗粒子比、ポリマーおよび製造パラメータが最終製品の特性に及ぼす影響について分析した。磁気測定によれば加工後の粒子の特性は劣化していない。最適化された MnAlC ベースのフィラメント(MnAlC含有量が80 wt%以上)は、概念実証としてオブジェクトの 3D プリントに使用した。プリント磁石の磁気測定で温度制御した AM によって代替 PM 材料を効率的に合成・加工して新しい PM の開発が可能と証明した。センシング用途に使用できる可能性がある

Aalen Univ.(Germany) の Goll らは、レアアース - 遷移金属合金をレーザー積層造形 (LPBF) で処理した場合の微細構造の発達を調べた。このような反応性粉末をラボスケール処理するために、Ar 雰囲気下で装入・運転可能な特殊な処理チャンバーを設計した。さらに、手動スクレーパー操作と少量の粉末 (< 350 mm^3)の処理が可能である。レーザー出力、レーザースキャン速度、体積エネルギー密度などのレーザー加工パラメータ、および粉末の特性やポストアニール条件に影響される。例えば、LPBF を用いると、Fe-Nd-B 合金において、指向性のある結晶成長と微細な Nd リッチ相を持つ非常に微細な組織を形成することができる。これらのモデル実験は、特定の合金の微細構造を設計する可能性を示している。

Univ. Grenoble Alpes(France) の Tosoni らは、重希土類フリーで 150 kW 電動車用回転子を射出成形ボンド磁石で試作した。H2020 MODULED プロジェクトの一環であり、モータ設計、新世代窒化ガリウムベースインバータ、効率的なトランスミッション、システム全体の最適化を含むグローバルなアプローチで、革新的なドライブトレインを開発している。具体的には、シンクロリラクタントモータは高速回転(最大22,500 rpm) で動作するように設計されており、最新のドライブトレインと比較してモータの体積を 2 分の 1 に削減することができる。さらに、ボンド磁石をモータに直接注入することで、モータの限界材料量を減らすことに成功した。焼結磁石と比較すると残留磁場が小さいため、磁石の体積を大きくする必要があるが、射出成形用コンポジットに含まれる粉末の合成プロセスにより、ジスプロシウムやテルビウムを一切使用せずに十分な保磁力を得ることができる。したがって、(比較的豊富な)Nd の量が同等か、あるいはそれ以上であっても、このようなモータにおいて Dy/Tb がないことは、増加した磁石体積を補って余りあり、2011 年のような供給危機が起こった場合には非常に貴重となる可能性がある。この研究では、回転子積層スタックにボンド磁石を直接射出することができる特殊な射出成形金型の開発について報告した。この金型の役割は 3 つある。まず、すべてのキャビティで磁性コンポジットの適切な再分割を可能にし、次に、磁石の射出中に壊れやすいラミネーションの損傷を避けるために適切な機械的特性を確保し、最後に、磁石粒子の良い配置と磁化、したがってボンド磁石の名目の残留量を得るための必要強度で射出中に回転子のキャビティを均等に分極することである。この金型を用いて Dy-/Tb- フリーの回転子を製作し、150 kW のモータで特性評価と試験を行った結果、この回転子は、全く同じ寸法の焼結磁石を用いた回転子と比較され、同等の性能を示した。

Quadrant(USA) の Kurtz は、現在の原材料に関する懸念、および持続可能な製造のための磁性材料のリサイクルの必要性とそのプロセスに関する議論した。大量生産におけるリサイクルのための現在の技術とリサイクルされた磁石の特性について取り上げた。最大の技術革新は、生産された磁石の大きさと数量にある。現在の大量生産技術と、業界の需要に対応し、自動化と AI 制御システムによる将来のより創造的な応用を可能にするための最近のイノベーションを、実装と将来の計画の両方で紹介した。これらのデバイスの磁気回路を完成させるにあたり、軟磁性材料などの付属設計部品については、現在の限界に挑戦する必要がある。軟磁性材料における現在の研究と将来のイノベーションの必要性、そしてワイヤレス給電効率を高めるナノ結晶やニッケル・鉄・コバルト合金などの新しい材料の現状と、軟磁性材料応用における効率向上について取り上げた。さらに、新しい材料化学から材料特性の改善まで、磁性材料応用の将来の研究分野とその課題についても説明した。

AIST の山口らは、焼結磁石としての $Sm_2Fe_{17}N_3$ の保磁力は、巨大な異方性磁界に対して数%程度しかないのが現状である。保磁力を向上させるためには、粒界特性を制御することが有力な手段である。粉末冶金プロセスにおいて、原料粉末を異なる材料でコーティングすることは、粒界制御のための強力な方法論となり得る。しかし、酸化膜で覆われた粉末表面をコーティングした場合、コーティング相と磁性相が直接接触しないため、十分な効果が得られない場合がある。さらに、表面の酸化膜に含まれる鉄酸化物が高温で $Sm_2Fe_{17}N_3$ と酸化還元反応を起こし、軟磁性鉄相が析出し、保磁力が低下する。これらの理由から、酸化膜のない表面にコーティングすることが望ましい。そこでまず、酸化膜のない表面に粉末をコーティングする汎用的な技術を確立した。この技術を用い、$Sm_2Fe_{17}N_3$ 粉末に 20 種類の非磁性金属をコーティングし、保磁力への影響を調査した。また、粒間結合の問題を解決するコーティングの純粋な効果を明らかにするために、焼結の代わりに簡単な熱処理を施した。$Sm_2Fe_{17}N_3$ 微

粉末は、粗粉末をジェットミルで粉砕して作製した。コーティングはアークプラズマデポジション法[APD]とDCマグネトロンスパッタリング法により行った。成膜中は粉末を連続的に攪拌し、均一なコーティングを実現した。試料調製の全工程を低酸素雰囲気で実施した。熱処理を行った後、試料粉末の評価を行った。粉末の磁気特性は、振動試料型磁力計を用いてボンド磁石として測定した。走査型電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分光法、X線光電子分光法(XPS)により、$Sm_2Fe_{17}N_3$粉末にアークプラズマ蒸着したZn層は非常に均一で、ほぼ100%の被覆率であることが示唆された。また、凝集体内部の粒子も完全にZnで被覆されており、凝集体は被覆中に構成粒子を動的に変化させたことが示唆された。低酸素雰囲気下で作製した$Sm_2Fe_{17}N_3$粉末にコーティングした場合、XPSデプスプロファイル分析により、コーティング層と主相の間に酸化物のない直接金属-金属界面が存在することが確認された。まず,コーティング材料としてZn,Ti,Alを用い,コーティング方法としてAPDとDCスパッタリングの両方を用いて,保磁力へのコーティングの影響を評価した。3種類のコーティング金属すべてにおいて、スパッタコーティングされた粉末は原料粉末よりも高い保磁力を示した。APD粉末はスパッタコート粉末に対して保磁力が低く、Tiの場合は原料粉末よりもさらに低い保磁力を示した。また、透過型電子顕微鏡やナノビーム電子回折の結果から、APDで蒸着した高エネルギー粒子が磁性相を損傷していることが示唆された。そこで、残りの実験では専らスパッタリング法を用いた。数nmの厚さのスパッタリングコーティングを行うと、コーティング元素にほとんど関係なく、保磁力が増大することがわかった。

Institute of Metal Physics(RUSSIA)のGolovniaらは、Sm-Co-Fe-Cu-Zr磁石の元素の再分布については、まだ不明な点がある。これまでの研究でCu濃度は1:5相で最大になることは実証されているが、Feを多く含む合金から作られた高エネルギー永久磁石(HEPM)の場合、1:5相の割合が少なく、析出物のサイズも小さいため、この結果の検証は難しい。830℃から400℃まで段階的に温度を下げながら徐冷する過程で高温型永久磁石(HTPM)と高エネルギー型永久磁石(HEPM)の構造変化の特異性を比較した。Fe濃度が異なる2種類の磁石、HTPM型$Sm(Co_{0.88-x}Fe_xCu_{0.09}Zr_{0.03})_7$ (x=0-0.12)とHEPM型$Sm(Co_{0.91-x}Fe_xCu_{0.06}Zr_{0.03})_{7.5}$ (x=0.24-0.33)について熱処理温度に依存する相変態調べた。HEPM $Sm(Co_{0.63}Fe_{0.28}Cu_{0.06}Zr_{0.03})_{7.6}$試料の熱処理後の微細構造をTEMとアトムプローブトモグラフィー(APT)で調べたところ、よく発達したセル状ナノ構造であることがわかった。1:5相のキュリー温度に近い550℃で測定した減磁曲線では1:5相と2:17相の交換結合が切られた層間構造が1:5/2:17界面に形成されていることを示唆する変曲点を有していた。APTで得たSm,Co,Fe,Cuの異相間再分布に関する新しい結果を示し、それらが磁気特性に与える影響について議論した。

東北学院大学の神林らは、$Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{12-X}$ (X=B,C,N)薄膜を超高真空マグネトロンスパッタリング装置を用い、ベース圧1.0 × 10^{-8}Pa以下で作製した。まず、MgO(100)単結晶基板上に基板温度T_S 350℃でV下地層を20 nm成膜した。次に、膜厚100 nm SmFeCoを成膜した。Bの添加量は0～11.3 at.%に、Cの添加量はターゲットごとの蒸着速度で設計して0～4.0%に、Nの添加量はArガスに対するN_2ガスの流量比を0～1.0%に変更した。酸化防止のためのキャップ層として10 nmのV層を成膜した。構造解析は面外配置からCu-Ka放射を用いたXRDで行った。微細構造は、BF-TEM、STEM-EDX、3次元アトムプローブで観察した。磁化曲線は超伝導量子干渉素子(SUQID)磁力計で測定し、膜組成はEDXで決定し、場合によってはICP分光分析も行った。測定はすべて室温で行った。磁化曲線から、B含有量11.2 at.%、SFCB 100 nmのフィルムにおいて、高い$\mu_0 H_C$ 1.11 T、高い$\mu_0 M_S$ 1.58 T、中程度の高いK_u 3.22 MJ/m^3が得られた。Bの添加は$Sm(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{12}$化合物の磁気特性の改善に非常に有効であり、非晶質粒間構造に囲まれた1:12結晶粒の形成を促進することが確認され、Bリッチシェルが粒界相の近くに観察できた。一方、CとNの添加では顕著な粒界相の形成は見られなかった。

National Center for Scientific Research Demokritos(GREECE)のGjokaらは、$SmCo_5$系にミッシュメタル(Ce-La合金)を導入した。公称化学量論$Sm_{1-x}MM_xCo_5$ (x=0.1-1.0)の一連の試料を通常の冶金技術でバルク状に調製し、その基本構造と磁気特性を調査した。この材料は六方晶$CaCu_5$型構造を保持しているが、X線回折で観察されるようにユニットセルパラメータにわずかな変動があることがわかった。ミッシュメタルの添加により、固有の磁気特性が低下し、キュリー温度はシリーズ全体で920 Kから800 Kに低下し、質量磁化は98 Am^2/kgから60 Am^2/kgに低下した。

Northeastern University(USA)のLewisは、化学的秩序構造(正方晶$L1_0$型)を有するFeNi「テトラテーナイト」を熱処理中に熱力学的な駆動力を加えることで、等原子価FeNiの化学秩序相転移を合理的に促進させることに成功した。加工によって誘起された正方晶相が安定化し、FeNi磁区の性質が加工によって大きく変化することを確認した。特殊な磁界中熱処理によって秩序相の形成をさらに促進するコンセプトを提示した。

IFW Dresden(Germany)のFengrdensらは、粉砕した粉末を熱間押出成形して、バルクのMnAl-C-Ni磁石を作製した。エネルギー積は、市販のMnAl-C磁石と同程度であった。微細構造はサブミクロンの再結晶粒と大きな非再結晶粒からなり、これらは多結晶体であったが、微細粒はブロードな組織を示し、<001>磁気容易軸が押出方向と平行に並ぶ傾向となった。

TEXAS Univ.(USA)のMohapatraらは、高い保磁力を有する単結晶Coナノワイヤー(NW)を簡便な熱分解法で合成した。配向したCo NW集合体の磁化曲線は、300 Kで10.4 kOeと非常に高い保磁力を示すことがわかった。平均直径が20 nmから10 nmに減少するにつれて6.3 kOeから10.4 kOeに増加した。10 nmのCo NW集合体における高いH_Cは、角度依存性保磁力測定からコヒーレントな磁化反転モードに対応することが確認できた。保磁力は温度の低下とともに増加し、10 Kで最大値20 kOeに達した。配向したナノワイヤー集合体を様々な圧力で圧縮した結果、バルク試料では充填密度が5.3～

7.3 g/cm^3、エネルギー積が 20 MGOe となり、アルニコ磁石と希土類含有磁石の中間領域にあることがわかった。

日立製作所の山本らは、Zr-Fe-Si 系のバルク合金試料を高純度 Ar 雰囲気下のアーク溶解で作製した。検討した組成は、Zr:8~23 at%, Fe:35~80 at%, Si:5~55 at% の範囲であった。200 Pa の Ar フロー雰囲気下で 1050℃の熱処理を行った。合金中の生成相の組成と結晶構造は SEM-EDX と XRD で分析した。超伝導 VSM を用いた磁化曲線の測定、および熱磁気分析(TMA)で合金中の強磁性相のキュリー温度(T_C)の評価も行った。また，磁気光学カー効果の顕微鏡を用いて，合金バルク試料の研磨面における磁区を観察することで，硬質磁性相 $Zr_{11.5}Fe_{53}Si_{35.5}$ 組成、T_C 260 ℃を発見した（「X 相」と呼ぶ）。この相はカー顕微鏡像で迷路状のドメイン構造を示しており、「X 相」が硬磁性相であることを示している。さらに、「X 相」を含むすべての合金試料は、組織制御無しで、室温で保磁力(H_{CJ})を有する磁気ヒステリシスループを示した。H_{CJ} の最高値は 338 kA/m であった。一方、飽和磁化は約 24 Am^2/kg と見積もった。XRD 測定と組成分析で、$ZrFe_{10}Si_2$、Laves 型 $Zr(Fe,Si)_2$, $ZrFe_4Si_2$, $(Zr,Fe)_5Si_3$ などの既知の 3 元相ではないことが分かった。したがって、「X 相」は硬質磁性相の新規化合物であると結論づけられる。

NIMS の広沢は、永久磁石産業の安定的な発展のために、原材料のサプライチェーンに耐性を持たせることが材料研究の主要な課題の一つとなっている。そのためには、同じような性能を持つ材料を多様に取り揃えることが望まれるが、永久磁石の開発ではそのような方向性は追求されていない。ここでは、磁気性能だけでなく、希土類元素のバランスのとれた使用法に注目しながら、希土類永久磁石材料の最近の主要な開発状況を整理し、今後の永久磁石の研究開発の方向性を提示した。REPM の保磁力メカニズムに関する数十年にわたる基礎研究に導かれ、REPM に不可欠な磁性体である希土類元素を節約するための基本戦略は、現在、以下のように構成されている。

(1) 硬い磁性粒を薄い非強磁性境界相で結合解除する。

(2) 粒径を小さくして局所的な減磁場を抑制する。

(3) 必要な元素を最も効果的な位置、すなわち主相の表面原子層に選択的に配置すること。

ハイエンド仕様の Nd-Fe-B 系焼結磁石では、すでに粒界拡散（GBD）プロセスがこの戦略を達成するための標準プロセスとなっている。また、共晶 Nd-Cu などの低融点合金の導入により、低い加工温度を必要とする熱間加工異方性 Nd-Fe-B の GBD プロセスも実現されている。他の希土類元素をバランスよく使用するために、Sm 系磁石が再び注目されている。Fe/Co 比を高めた 2-17 型 Sm-Co は磁気エネルギー密度が向上している。ボンド磁石には、$Sm_2Fe_{17}N_3$ 単結晶粉末を用いるのが適している。1-12 型高磁化 Sm-Fe-Co 化合物による異方性バルク磁石の十分な保磁力の誘起は、現在も検討中である。一方、Nd-Fe-B 系磁石では、Nd を Ce や La で希釈することが現実的な解決策となっている。今後、最高エネルギー製品が最優先ではなく、ポートフォリオのバリエーションが増えることになるかもしれない。永久磁石産業のレジリエンスを強化するためには、材料ポートフォリオの中で代替品を迅速に開発するための方法論を確立することが必要である。これらの研究活動の重要な要素は、希土類永久磁石合金の計算熱力学的評価のための多成分データベースの構築である。また、実験的検証を最小限にするための人工知能の活用も、おそらく最も重要な要素である。