

低酸素プロセスによる高特性 Sm-Fe-N 系バルク磁石の開発

O19

Preparation of high-performance Sm-Fe-N based bulk magnets with low-oxygen content

松浦 昌志 m-matsu@material.tohoku.ac.jp

東北大学 大学院工学研究科

1. 研究背景

Sm₂Fe₁₇N₃化合物はNd₂Fe₁₄B化合物に匹敵する高い飽和磁気分極(J_s)を有し、さらに異方性磁場(H_k)およびキュリー温度が高いことから、高耐熱性を有する磁石材料として期待されている。しかしながら本系化合物は600 °C程度以上の温度で分解してしまうために焼結ができない。そのため、このSm-Fe-N系粉末は樹脂をバインダーとして固化成型した樹脂ボンド磁石として使用されている。一方、バインダーとして樹脂に代わり低融点金属を用いた、Sm-Fe-N系メタルボンド磁石の研究も行われてきた。Otaniら[1]は、バインダーとして低融点金属であるZn, Bi, Sn, Alを用いたSm-Fe-N系メタルボンド磁石を作製した結果、Znを用いた場合のみ保磁力(H_{cJ})が上昇することを報告している。その後、多くの研究グループによってSm-Fe-N系Znボンド磁石の研究が行われてきた。

近年我々のグループでは、水素プラズマ-金属反応法(HPMR法)により低酸素化かつ微細なZn粉末を作製し、それを用いたSm-Fe-N系Znボンド磁石によって2.7 MA m⁻¹なる高保磁力(H_{cJ})が得られることを報告した[2]。また、一貫した大気非暴露プロセスにより低酸素Sm-Fe-N系粉末を作製し、さらにSpark-Plasma-Sintering (SPS)法により高密度化した結果、高い最大エネルギー積(BH)_{max}を有するSm-Fe-N系Znボンド磁石の作製に成功した[3]。そこで本プレゼンテーションでは、これまで我々が取り組んできたSm-Fe-N系バルク磁石の高特性化について報告する。

2. 実験方法

還元拡散法で作製したSm-Fe系粗粉末を湿式ボールミルで微粉碎した後、窒素ガスフローの下、450°Cで窒化処理することでSm-Fe-N系粉末を作製した。この低酸素Sm-Fe-N系粉末に対し、アークプラズマ蒸着法(APD法)により真空雰囲気下でZnを蒸着することで、Sm-Fe-N/Zn複合粉末を作製した。一方、HPMR法で作製した低酸素・微細Zn粉末をSm-Fe-N系粉末に10 wt%だけ添加しボールミルで混合することで、Sm-Fe-N/Zn混合粉末も作製した。これら粉末を磁場中プレスで圧粉したのち、SPSを用いて750 MPa, 380-420 °Cで焼結することで、Sm-Fe-N系バルク磁石を得た。なお、本研究において粉末の取り扱いには全て不活性ガス雰囲気グローブボックス内で行うことで、酸化を極力抑えている。得られた磁石の磁気特性はパルス励磁型B-H

ループトレーサーおよび直流B-Hループトレーサーで測定し、出現相はXRDで評価した。組織観察は走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型電子顕微鏡(TEM)にて行った。酸素分析はHORIBA製O/N分析装置で行った。

3. 実験結果

低酸素プロセスにより作製したSm-Fe-N系粉末の酸素量は0.2-0.3 wt.%と、市販のSm-Fe-N系粉末の約1/3であった。この低酸素Sm-Fe-N系粉末をSPS法で焼結した結果、 H_{cJ} =0.86 MA m⁻¹かつ(BH)_{max}=188 kJ m⁻³なる高い最大エネルギー積を実現した。続いて、低酸素Sm-Fe-N系粉末に対しAPD法を用いてZnを蒸着した結果、数十から数百nmのZn粒子が比較的均一に蒸着されたSm-Fe-N/Zn複合粉末が得られた。このSm-Fe-N/Zn複合粉末をSPS法により焼結した結果保磁力が増大し、 H_{cJ} =1.1 MA m⁻¹かつ(BH)_{max}=153 kJ m⁻³なる磁気特性が得られた。一方、HPMR法で作製したZn粉末を低酸素Sm-Fe-N系粉末と混合したSm-Fe-N/Zn混合粉末を用い、SPS法で焼結してZnボンド磁石を作製した。その結果、400 °Cの焼結温度で(BH)_{max}が最大をとり、200 kJ m⁻³なる高い最大エネルギー積が得られた。この値は、焼結法で得られたSm-Fe-N系バルク磁石の中で最大の値である。このSm-Fe-N系Znボンド磁石の保磁力の温度依存性を調べた結果、150 °Cでも0.8 MA m⁻¹程度の保磁力を有しており、その温度係数は-0.34 %C⁻¹と、良好な値を示した。

【共著者(所属)】

松南 諒(東北大学 大学院工学研究科)
西島 佑樹(東北大学 大学院工学研究科)
手束 展規(東北大学 大学院工学研究科)
杉本 諭(東北大学 大学院工学研究科)

【謝辞】

本研究はトヨタ自動車株式会社、次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術研究組合(MagHEM)ならびに元素戦略プロジェクト<研究拠点形成型>磁性材料拠点(ESICMM)の支援を受けて実施されました。

【参考文献】

- [1]Y. Otani, et al., *J. Appl. Phys.*, **69** (1991) 6735.
- [2]M. Matsuura, et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **452** (2018) 243.
- [3]M. Matsunami, et al., *J. Magn. Soc. Jpn.*, Submitted.