

平成30年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「究極の高均一性・高磁気特性・高生産性 Nd-Fe-B 焼結磁石の
製造装置開発」

研究開発成果等報告書

平成31年3月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 公益財団法人 京都高度技術研究所

【公開版】

目次

第1章 研究開発の概要	1
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	1
(1) 研究開発の背景	1
(2) 研究目標	1
1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	2
1-3 成果概要	3
〔1-1 大型ブロック磁石の作製〕	3
〔1-2 瓦型磁石の作製〕	3
〔1-3 切込み型磁石の作製〕	4
〔1-4 極薄板磁石の作製〕	4
〔2-1 充填の均一化、（2-2 配向の均一化も兼ねる）〕	4
〔2-2 配向の均一化〕	5
〔2-3 熱処理の均一化〕	5
〔2-4 均一性評価法の確立〕	5
〔本研究による効果と課題〕	6
1-4 当該研究開発の連絡窓口	6
第2章 本論	7
【1-1. 大型ブロック磁石の作製：最適焼結温度・充填密度調査】	7
【1-2. 大型ブロック磁石の作製：ヒビ・割れの原因調査】	8
【2-1. 配向の均一化：磁極の検討】	11
【2-2. 高均一化：評価（小型ブロック）】	15
【2-3. 高均一化：評価（中型 25 連）】	17
【2-4. 高均一化：充填方式の改良の検討】	18
【3. 大型ブロック磁石の作製：形状の大型化の検討】	21
【4-1. 充填の均一化（&4-2. 配向の均一化）】	27
【5-1. 瓦型磁石の作製】	31
【5-2. 極薄板磁石の作製】	37
【6. 仕切り板切込み充填法の検討】	41
【7-1 および 7-2. 切込み法を用いた極薄板磁石の作製】	56

【8-1. 極薄板磁石の作製の検討】	59
【8-2. 積層磁石の検討】	60
【8-3. 極薄板磁石量産対策：仕切り板の繰り返し実験】	67
【9. 均一性評価法の確立】	73
最終章 全体総括.....	75
〔研究開発成果〕	75
●1-1 大型ブロック作製総括.....	75
●1-2 瓦型磁石作製総括.....	76
●1-3 切込み磁石総括	76
●1-4 極薄板磁石総括	77
●1-5 高均一化総括.....	77
〔1 充填の均一化〕	77
〔2 配向の均一化〕	77
〔3 熱処理の均一化〕	78
●1-6 均一性評価法の確立総括	78
〔本研究による効果と課題〕	78
〔補助事業の成果に係る事業化展開について〕	79
〔今後の事業化スケジュールについて〕	81

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

自動車、電気製品、電子機器など多くの分野で高出力・高効率かつ軽量の高性能モーターが使われている。種々のモーター性能改善のニーズから、内蔵される磁石に対する形状の多様化と性能の均一化の要求があるが、現状の製造法では十分な対応ができない。NDFEB社では、高磁気特性・低コストの平板磁石製造技術である「N-PLP法」を有しており、この技術を発展させて多様な形状で且つ性能の均一な磁石を低コストで大量に製造できる技術を開発する。

(2) 研究目標

本研究開発では、現在使われている磁石製造技術の課題を解決するため、多様な形状に対応し、究極の高均一性・高磁気特性・高生産性Nd-Fe-B焼結磁石の製造技術「N-PLP法」を開発する。

本研究では、高均一特性の、大型ブロック磁石、瓦型磁石、切込み磁石と極薄板磁石の作製を目標とする。具体的には、モールド・充填方法・配向方法・熱処理方法を検討し、 $(BH)_{max}=45\text{MGOe}$ 以上、かつ、特性バラツキの非常に小さいNd-Fe-B焼結磁石を作製する。

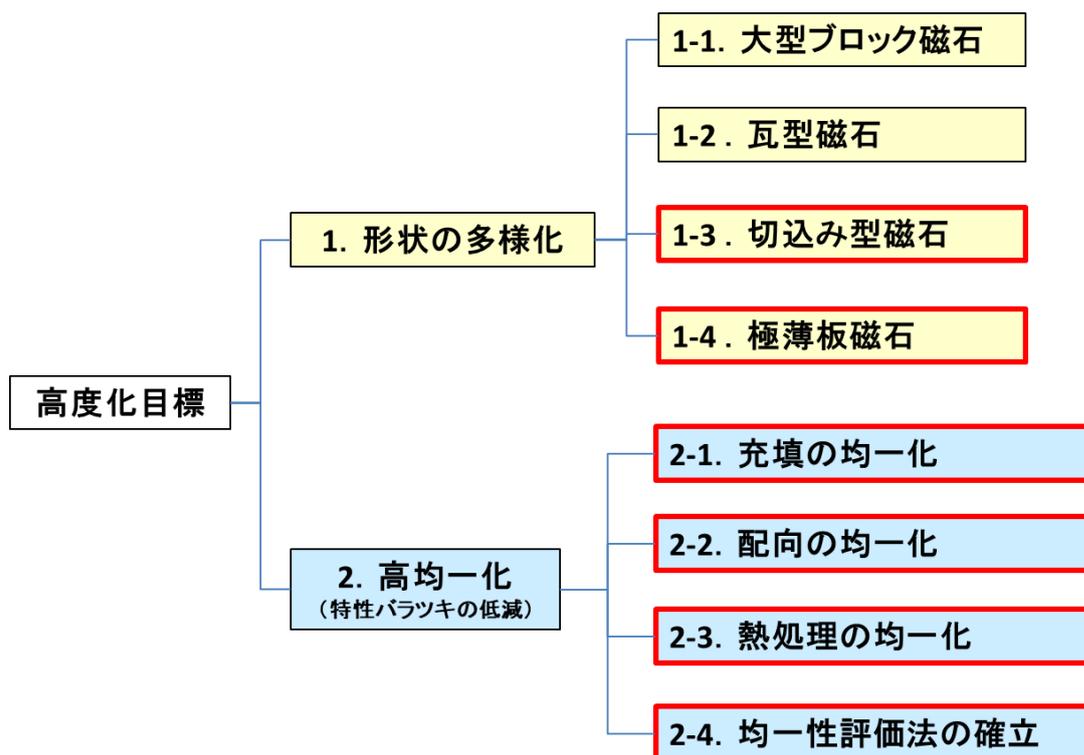
上記の磁石のバラツキについて、充填・配向・熱処理の面から均一性を検討し、以下の特性を満たすものを作製する。

同一ロット（同焼結時）の90%以上の磁石において

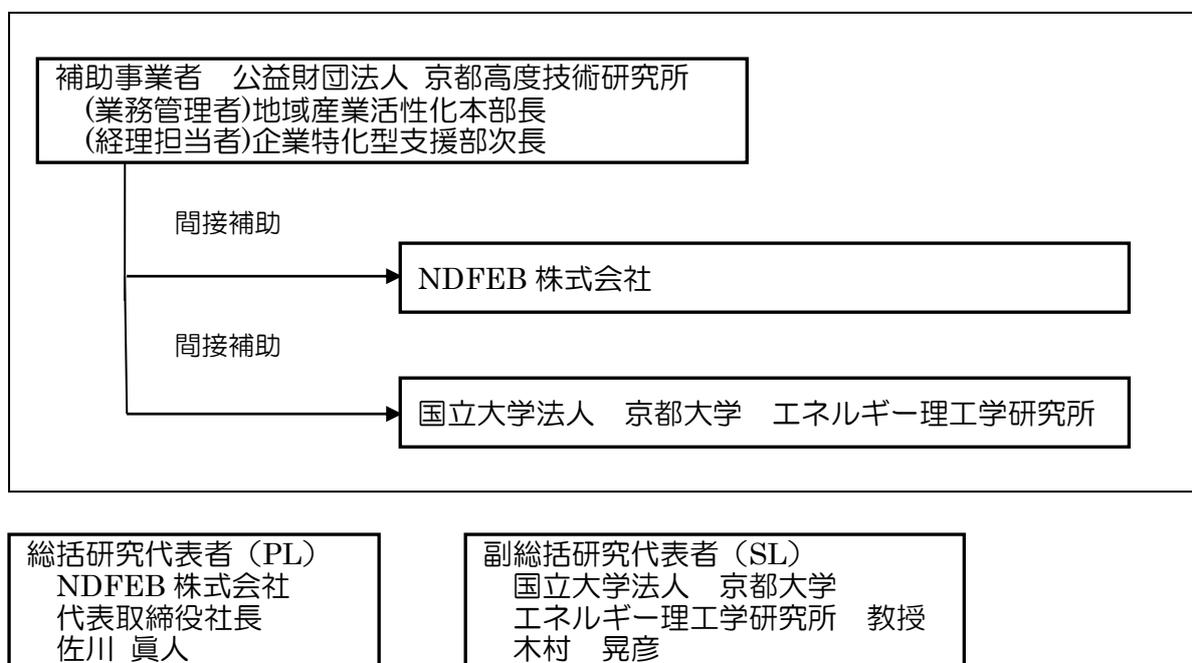
- 残留磁束密度 (B_r) が 20 G 以内に収まること。
- 保磁力 (H_{ci}) が 0.1kOe 以内に収まること。
- 配向度 (B_r/J_s) が 0.1%以内に収まること
- 角型性 (SQ) が 0.13%以内に収まること

また、上記で作製された磁石の均一性を評価するための方法を確立し、それを基に作製された磁石の評価を行い、既存磁術の応用で、簡便でコストのかからない評価方法を確立する。

以下に、本研究の高度化目標を示す。



1-2 研究体制 (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)



1-3 成果概要

以下、各高度化目標の項目ごとに成果を記述する。

〔1-1 大型ブロック磁石の作製〕

- ・ ひび割れ問題が発生したが、充填や磁極の改良で改善した。
- ・ 小型ブロックでの最適条件（焼結温度・充填密度）調査をし、最適条件を決定し、大型ブロックの作製に成功した：
 - 〔初期小型ブロック〕：108×23×20mm
 - 〔中型ブロック〕：180×35×17mm。超大型はひびが入るなどの問題が発生した。
- ・ これにより、ブロック型の焼結磁石の作製を所望するユーザーにも対応することができ、NPLP の製品付加価値が大きくなり、商品としての競争力が増した。また、産業的にも、低コスト・高性能のブロックが作製することが可能になり、磁石・モーターの低価格化・高性能化・低損失化に繋がり、家電メーカー、産業機械メーカー、自動車産業に大きな経済効果と国際競争力をもたらすものと思われる。

〔1-2 瓦型磁石の作製〕

- ・ 瓦型モールドにて、瓦型磁石を作製に成功した。
- ・ 割れは 29 個中 1 個であった。
- ・ 秤量充填法により、重量バラツキ 14.3%→3.3%、焼結密度バラツキは 0.030 g/cm³→0.0146 g/cm³ まで改善した。
- ・ 形状が複雑なため、磁気特性が取得できない問題があったが、京都大学で試みた EBSD の方法により、配向度は測定可能になった。この瓦型を測定した結果、97%以上の大きな配向度を示していることが明らかになった。
- ・ これにより、主にモーター用途に使う磁石に対応できるようになった。高特性かつ高生産性の瓦型磁石の作製が可能になり、低コスト化・高特性化に寄与することが可能になった。

〔1-3 切込み型磁石の作製〕

- ・ 切込み法にて、厚さ 5~10 mm 程度板状磁石を作製できた。
- ・ 極薄板の 60 連 ($t=1.6$ mm) 磁石の切込みは、ひびが入り、作製に失敗した。
- ・ 配向方向が面内の薄板磁石 ($t=2$ mm) を作製し、それを樹脂で張り合わせ、絶縁で隔てられた積層磁石を作製した。
- ・ この積層磁石の比抵抗は $10M\Omega \cdot cm$ 程度であり、高い抵抗を示した。
- ・ 今回のプロジェクトの結果より、モーター・発電機における渦電流喪失を大幅に低減できる切込み磁石（積層磁石）を作製することが可能になった。
- ・ 薄電流を抑えることから省エネルギーであり、かつ、渦電流による温度上昇が抑えられることにより省ディスプレイウム（省テルビウム）が可能になり、低コスト化にもつながる。また、使用温度を抑えられることは、熱減磁を抑え、使用時における磁石の高特性化・高信頼性化につながることになる。
- ・ この NDFEB(株)の NPLP 技術により、安価に積層磁石が作製できるようになり、モーター・発電機・電気自動車における省エネルギー・高効率・高性能化・低価格化が可能になった。

〔1-4 極薄板磁石の作製〕

- ・ 型（モールド）の設計・作製（発注）を行った
- ・ 板厚 0.75 mm の極薄板磁石の作製に成功した。これは、一般的な磁石加工会社ではできないレベルである。（通常 $d=2$ mm まで）
- ・ バラツキはまだ大（※秤量充填法だと割れが多い）
- ・ 積層磁石用に面内方向に配向された、厚さ 2~1 mm の薄板磁石の作製に成功した。
- ・ それに伴い、イヤホン、携帯電話などの小型機器用に、極薄板磁石の需要が高まっている。60 連（焼結後の板厚 1.5 mm）は歩留まり 93.3% で作製でき、さらには板厚 0.75 mm の磁石の作製も成功し、超小型機器にも対応可能となった。

〔2-1 充填の均一化、（2-2 配向の均一化も兼ねる）〕

- ・ 振動充填方式の検討（→失敗）
- ・ ふるい方式による充填（→大きな改善無し）
- ・ 磁極の検討（巣の軽減）→磁極により大きく改善

- ・ 充填機的设计（バイブレーターなど） → 设计・作製
- ・ 秤量法により、充填量バラツキ・配向バラツキ・磁気特性バラツキは下記の表に示すように、大きく改善した。

	Δweight (g)	ΔD_s (g/cm ³)	$\Delta H_c j$ (Oe)	$\Delta Br/J_s$ (%)	$\Delta H_k/H_c j$ (%)
15 連 従来法	4.23 (22.7%)	0.181	736	2.7	2.8
15 連 秤量法	0.167 (0.867%)	0.019	187	0.7	1.3

〔2-2 配向の均一化〕

- ・ 長いコイルの设计・作製し、磁場の直線化・長尺化を行った。
- ・ 磁極は巢の発生、すなわち端面の配向の乱れによる不良の防止に非常に効果があることが分かった。これにより、作製した切込み用モールド、極薄板磁石モールド、蒲鉾型モールドに対し、磁極を作製し、磁場を直線化させ、配向の均一化を行った。
- ・ 磁極の検討により配向バラツキ改善（配向度 Br/J_s ・ 2.5% → 1.2% まで向上）
- ・ 磁場配向の回数による配向度との関係を調査した。現在、交流磁場（DMAG）2回であるが、DMAG3回にすることにより、配向度が平均で0.3%上昇した。4回以上ではほとんど効果がないことも明らかになった。

〔2-3 熱処理の均一化〕

- ・ 均熱長の長い炉の仕様にて発注・納入
- ・ フルテックより均熱帯の大きな SiC ヒーターを購入。均熱時効、急冷可能になった。
- ・ 試料の作製にあたり、より長さの短いモールドを使用することにより、導入する試料間の温度差が小さくなり、より均一な温度で作製できるようになった。

〔2-4 均一性評価法の確立〕

- ・ EBSD を用い、実際のサンプルの磁気特性と整合性が取れることを確認した。

- ・ これにより、EBSD 分析を使用して信頼性をもって磁気特性（配向度）評価できることが明らかになった。
- ・ この技術を用いて、磁気特性が測定できない複雑な形状の試料でも、配向度等の評価をすることが可能になった。

〔本研究による効果と課題〕

本研究により、超薄型磁石と薄鋸型、切込み磁石が作製されるようになった。これにより、NPLP 法において、イヤホンや携帯電話など小型用途と、モーター用途などの渦電流を抑えた磁石の製造に対応できるようになった。

切込み法により、仕切り板の隙間に Tb や Dy を挿入することによる GBD 処理などが可能となり、大きな保磁力をもつ磁石を作製できるようになった。

切込み法では、秤量充填が適用できず、ばらつきの面では大きくなった。これは、AT 充填など、量産においては解決できる可能性が高く、検討の余地がある。

薄電流を抑えることから省エネルギーであり、かつ、渦電流による温度上昇が抑えられることにより省ディスプレイウム（省テルビウム）が可能になり、低コスト化にもつながる。また、使用温度を抑えられることは、熱減磁を抑え、使用時における磁石の高特性化・高信頼性化につながることになる。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

（事業管理機関）

公益財団法人 京都高度技術研究所

経理担当者：地域産業活性化本部 企業特化型支援部 次長 山口 敏

業務管理者：地域産業活性化本部長 孝本 浩基

（研究等実施機関）

NDFEB 株式会社

研究担当者：磯谷 桂太

業務管理者：代表取締役社長 佐川 真人

第2章 本論

【1-1. 大型ブロック磁石の作製：最適焼結温度・充填密度調査】

NdFeB 焼結磁石は組成・粉末粒径によって、その最適作製条件（焼結温度・充填密度）が異なる。そのため、まず、小型の円柱試料を各条件にて作製し、その最適条件を調査した。

〔目的〕

小型円柱磁石（ $\phi 8.5\text{mm} \times 8.5\text{mm}$ ）で作製し、磁気測定結果と密度で評価し、結果を大型ブロックの最適条件に適用させる。

〔作製条件〕

充填密度：3.5～3.9g/cm³（1020℃のみ、3.5～4.0g/cm³）

焼結条件：1020～1050℃×4h-VAC

以下の図 1、2 に、その磁気特性の焼結温度依存性、充填密度依存性を示す。

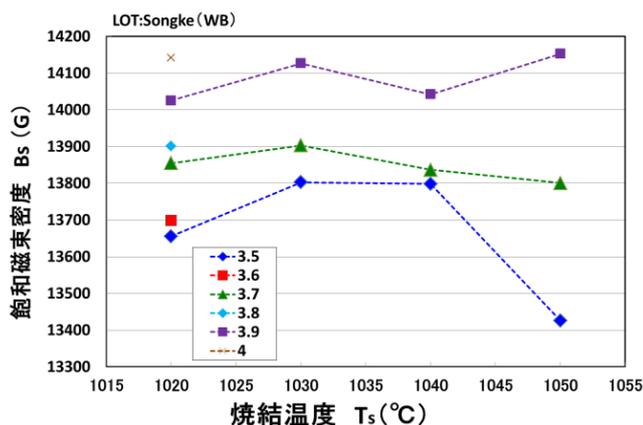


図 1. 飽和磁束密度の焼結温度依存性

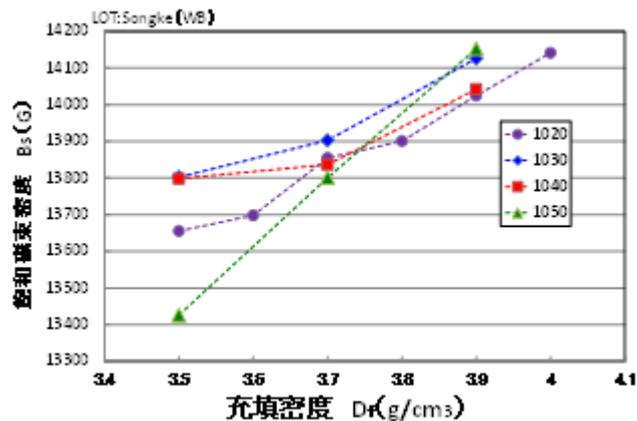


図 2. 飽和磁束密度の充填密度依存性

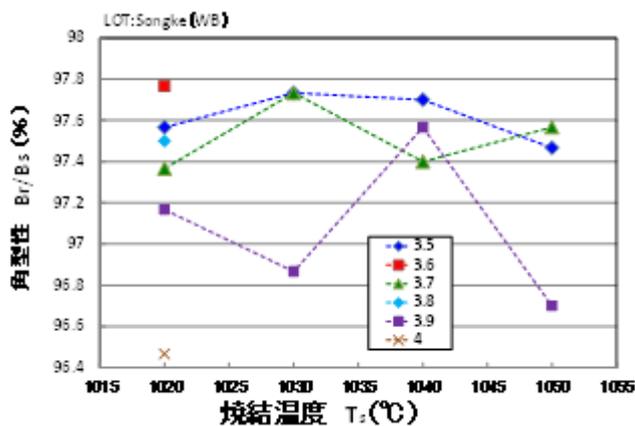


図 3. 角型性(配向度)の焼結温度依存性

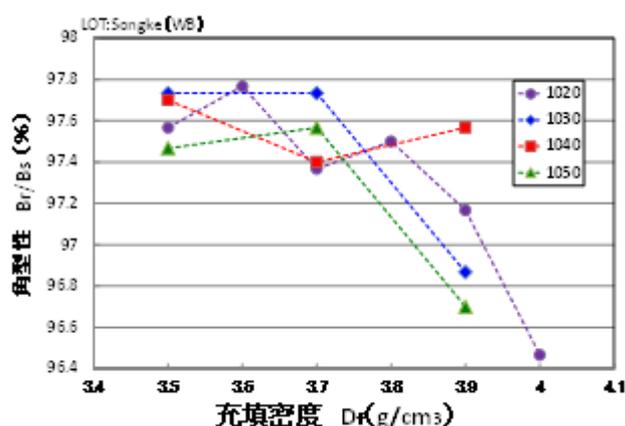


図 4. 角型性(配向度)の充填密度依存性

上記の結果より、焼結温度の依存性は横ばいで小さく、充填密度の依存性は依存性が大きかった。飽和磁束密度と角型性とは、二律背反・トレードオフの関係であり、充填密度が大きくなれば、飽和磁束密度は上がるが、逆に角型性は下がってしまう。最適条件は角型性が保たれる $D_f=3.8\text{g/cm}^3$ 程度であり、焼結温度はほぼ横ばいなことから低温側である $T_s=1020^\circ\text{C}$ であることが明らかになった。(※高温では粒成長を起こすため、他の指標・特性が同じならば低温の方が良い)

【1-2. 大型ブロック磁石の作製：ヒビ・割れの原因調査】

初期実験において、焼結後試料に割れ・ヒビが発生した。図 5 にその様子をしめす。

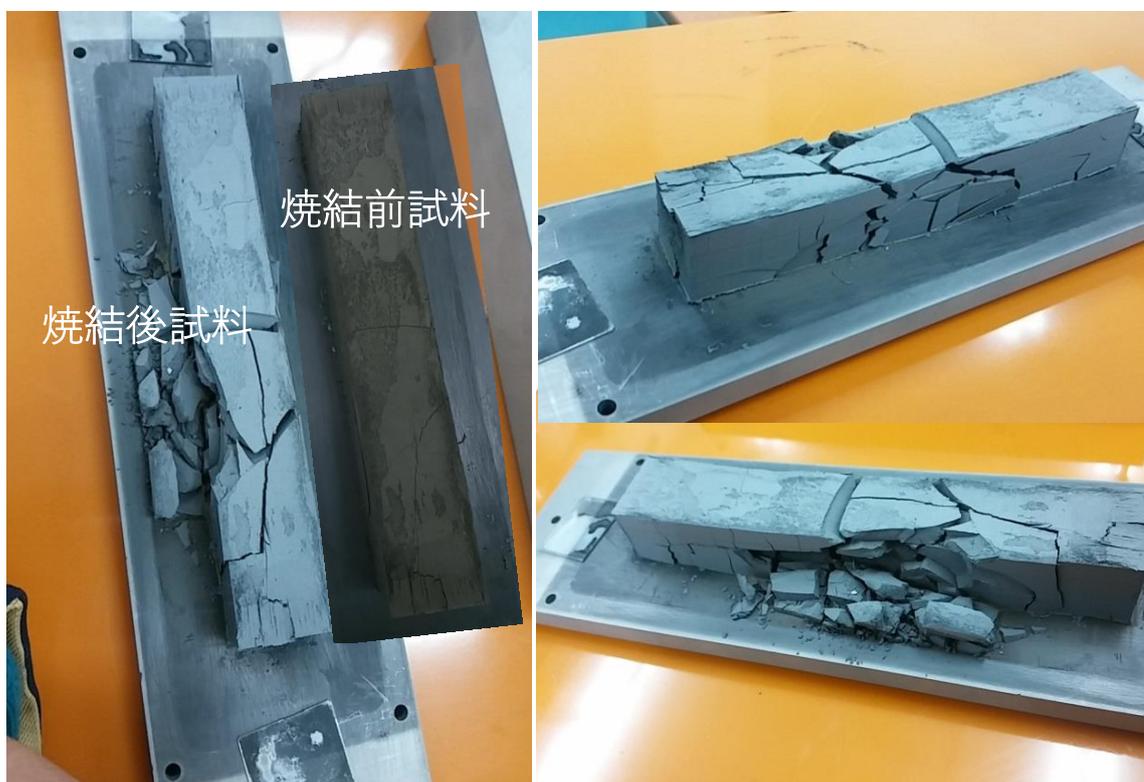
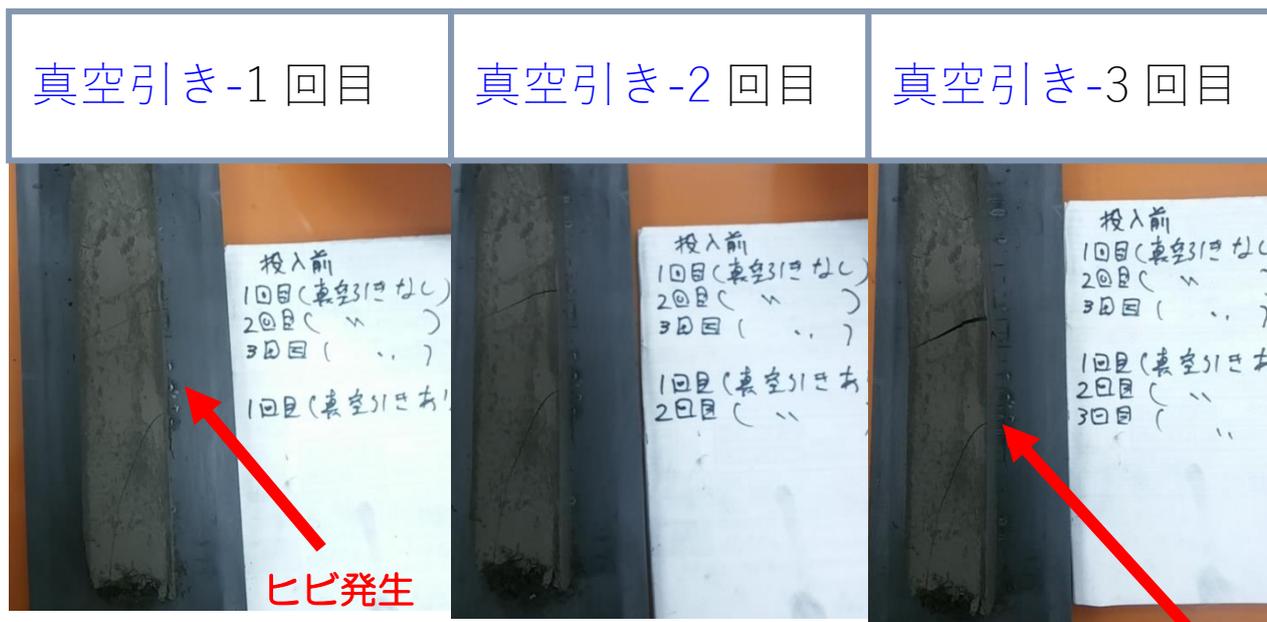


図 5. 焼結後の割れ・ヒビ

〔真空引きの速度による割れ対策〕

真空引きの時に、割れるのではないかと疑い、調査を行った。

以下に、1回目～3回目、その後焼結した試料の様子を図 6 示す。



圧粉体が板の左に寄ってきている

焼結後



焼いたらバラバラになる。
→真空引きにより、ヒビが入り、焼結中にそこから崩れることが判明

真空引きにより、ヒビ・割れは発生し、
繰り返すと拡大傾向。圧粉体もずれる。

図 6. 真空引き後の圧粉体と、焼結後の状態

上記の結果により、真空引きにより、ヒビ・割れは発生し、繰り返すと拡大傾向を示し、焼結時にそこから崩れることが判明した。

上記の結果より、急激に真空引きをすると、気体の移動・放出により割れると考えられるため、炉にスローバルブをつけ、圧粉体を投入する時に、ゆっくり真空引きを行った。

以下の図 7 に、その焼結後の試料を示す。

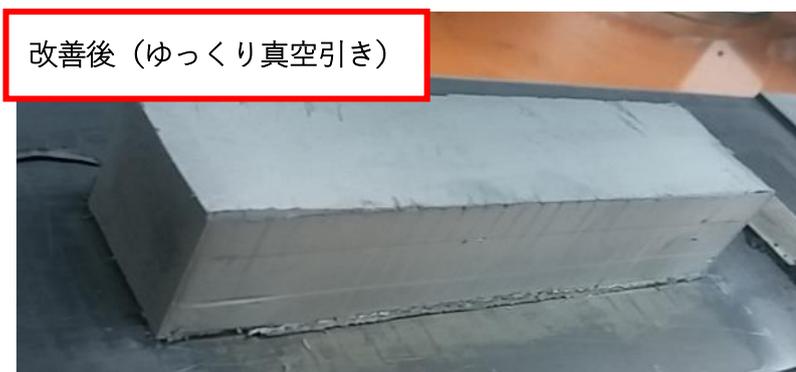


図 7. ゆっくり真空引きした時の焼結体の状態

この方法により、割れ・ヒビが無く、良好な焼結体が作製できた。

スローバルブをつけ、ゆっくり真空引きすることで改善することが明らかになった。

〔温度パターンによる割れ対策〕

上記のようにゆっくり真空引きすることで改善したが、磁石の原料粉末として、水素粉を使用すると、割れやヒビが入る現象が発生した。水素粉のみで起こる現象だったので、水素が一度に多量に放出することが原因であることが疑われた。

そこで、水素の放出のため、温度パターンを 400°C で 2 時間ほど保持時間を入れことにより、割れを抑えることができた。

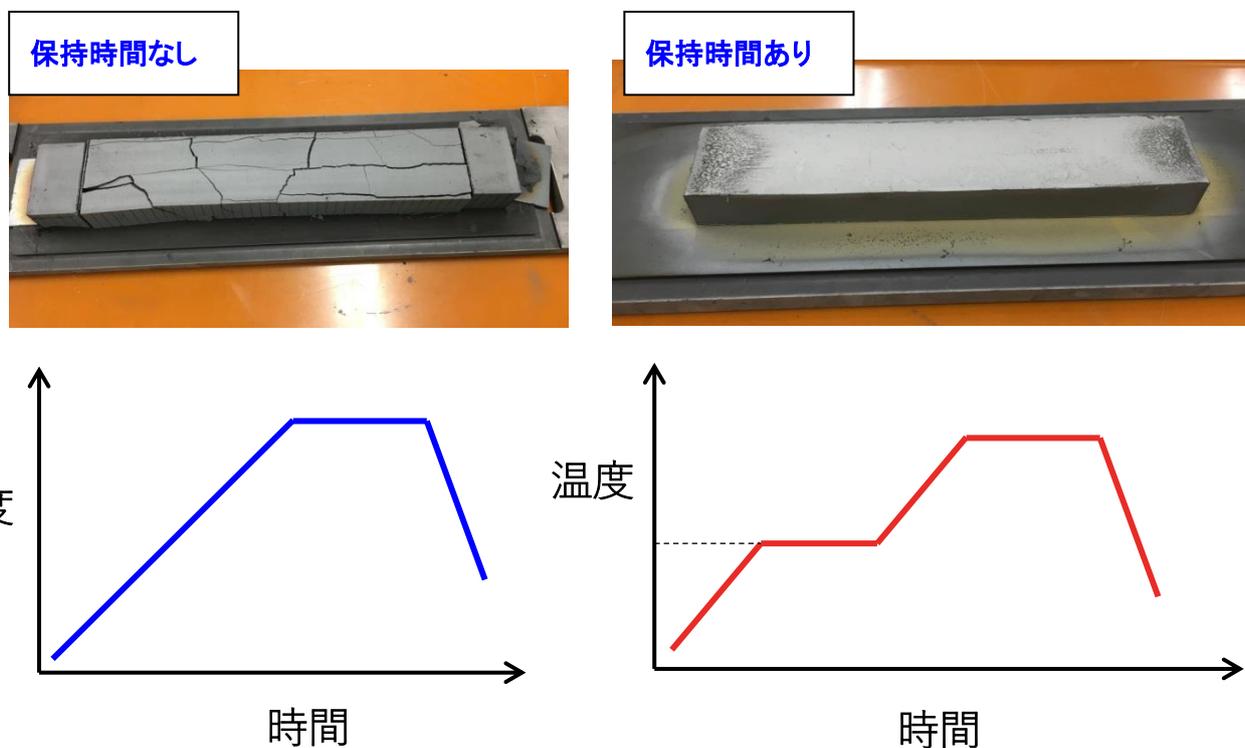


図 8. 各昇温パターンと焼結体の状態

【2-1. 配向の均一化：磁極の検討】

上記の対策により、割れずにブロックを作製できるようになったが、焼結後のサンプルを見ると焼結体の両端に巣が入るという問題が発生した。

以下の図 9 にこの焼結体の端部の写真を示す。

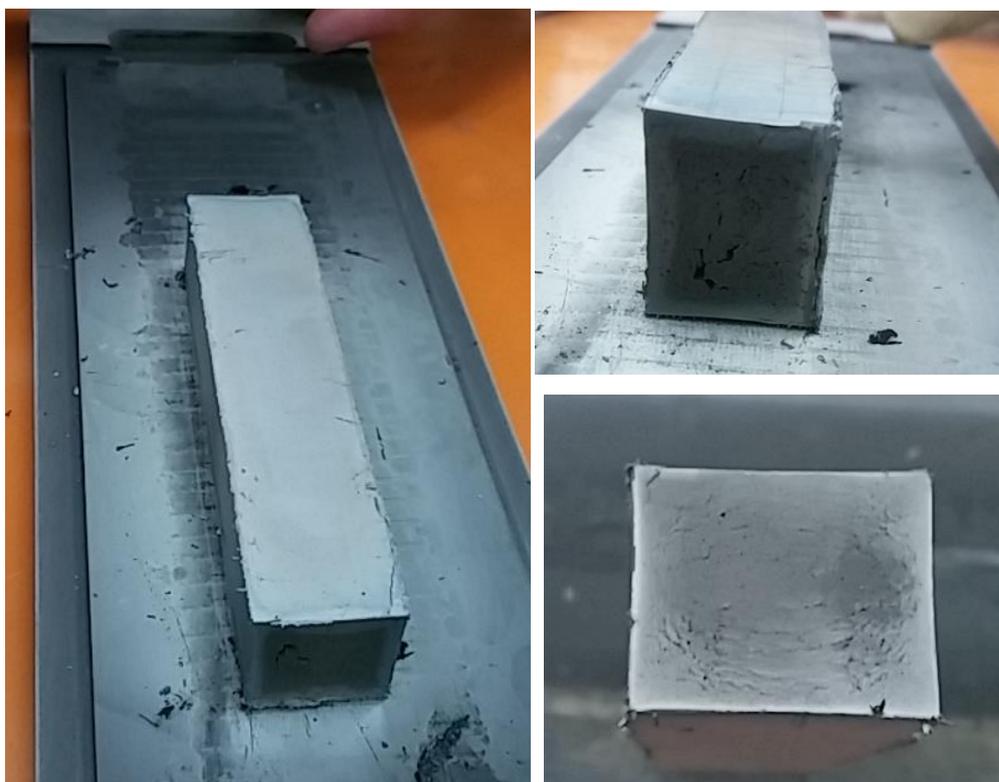


図 9. 焼結体の端部における巣

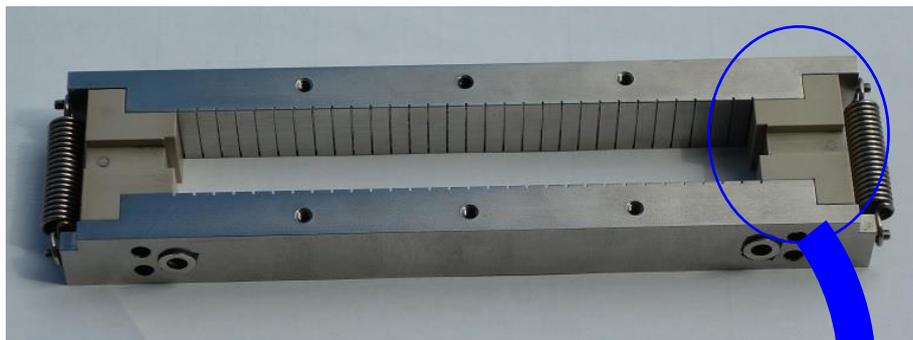
この巣の原因としては、以下のようなことが考えられる。

現在、金型にはプラスチックのモールドを両端に使用している。このプラスチックのモールドは非磁性のため、配向時の磁力線が、広がる傾向にある。

磁性体が磁場から受ける力は、磁場の勾配に比例するため、この場合、NdFeB 粉末は磁力線が密である中心に移動しようとする。そのため、磁極側が密度が小さくなり、焼結時に巣が入るものと思われる。もしくは、外側では配向が外側に乱れるため、結晶方向の収縮率の違いにより、巣が入ることも考えられる。

上記の推測より、できる限り磁場(磁力線)を直線化することで巣が改善すると考えられる。

そこで、磁性体の磁極をつけることにより、磁場(磁力線)を直線化させることを検討した。(図 10)



→樹脂と鉄粉を混合し、型取りにより
磁極モールド作製

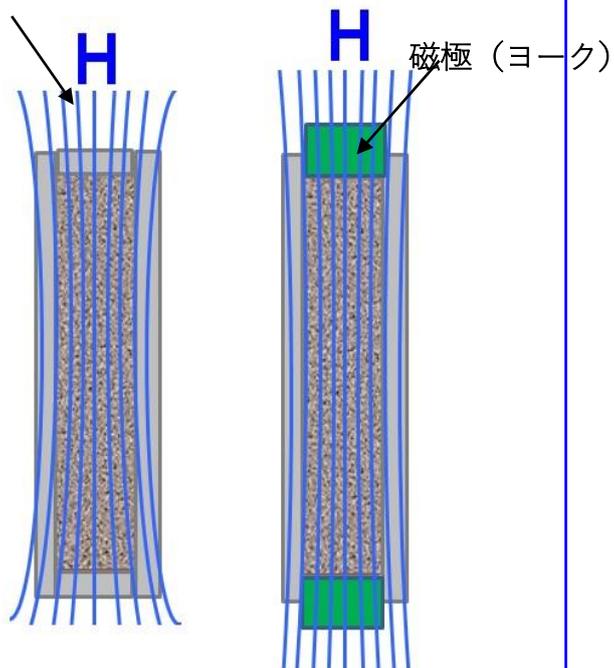


プラスチック



磁極モールド
(樹脂+Fe 粉)

磁力線が広がる



〔磁極の作製の課題〕

- ・ 磁束密度を NdFeB 粉末とそろえる
- ・ 比抵抗を高くする
- ・ 強度を持たせる

図 10

〔結果〕

樹脂と鉄粉を混合し、型取りにより、磁極モールド作製した。その磁極を挿入したモールドを用いて焼結体を作製した。磁極の作製には以下の点に注意した。

- ① 磁束密度を NdFeB 粉末とそろえる
- ② 比抵抗を高くする
- ③ 強度を持たせる
- ④

②、③の強度と比抵抗をクリアするために、エポキシ樹脂と Fe の混合物を固めて強度と比抵抗を高めた。

また、①を満たすため飽和磁束密度と樹脂の比率を計算し、NdFeB 粉末が 3.8g/cm³ で充填されたときと同じ程度の磁束密度に調整した。

以下の図 11 に各磁極の検討とその磁極を用いて作製した焼結体の端部(巣の状況)を示す。

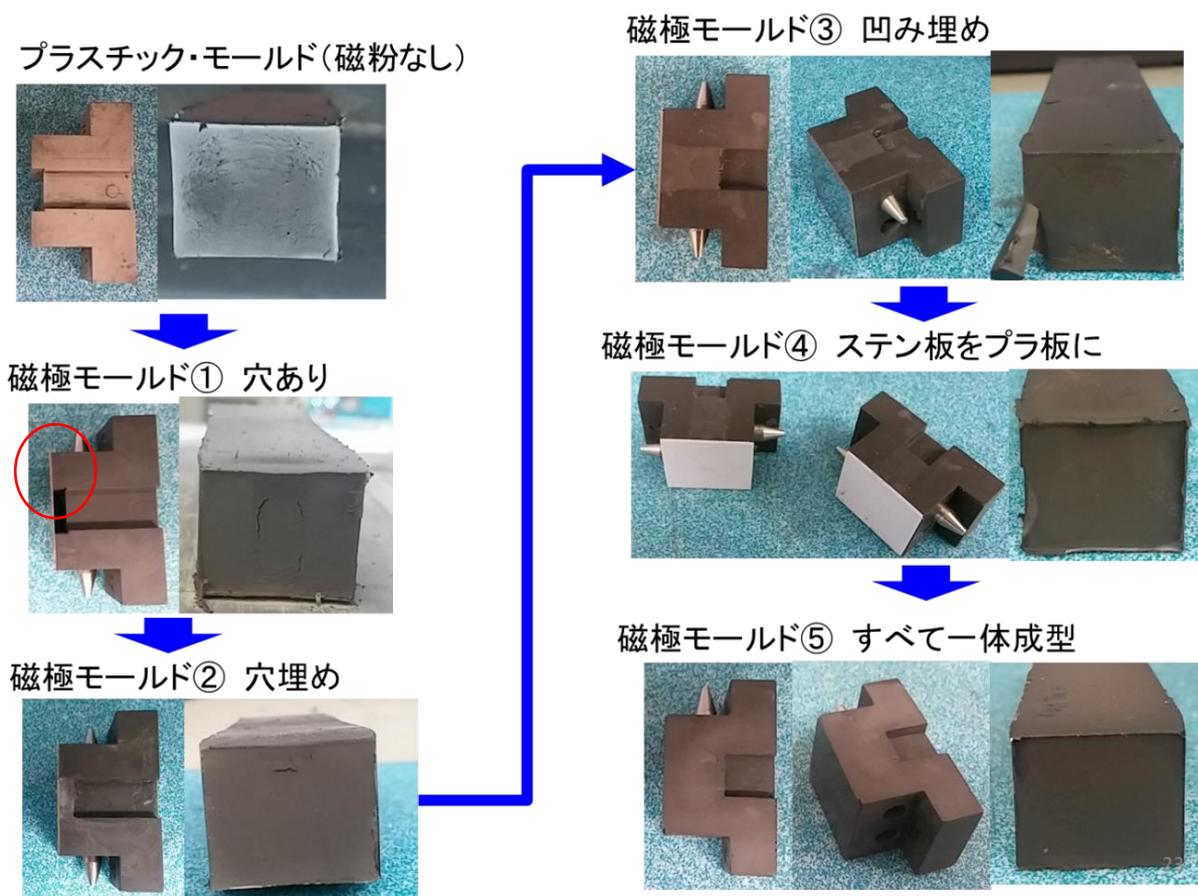


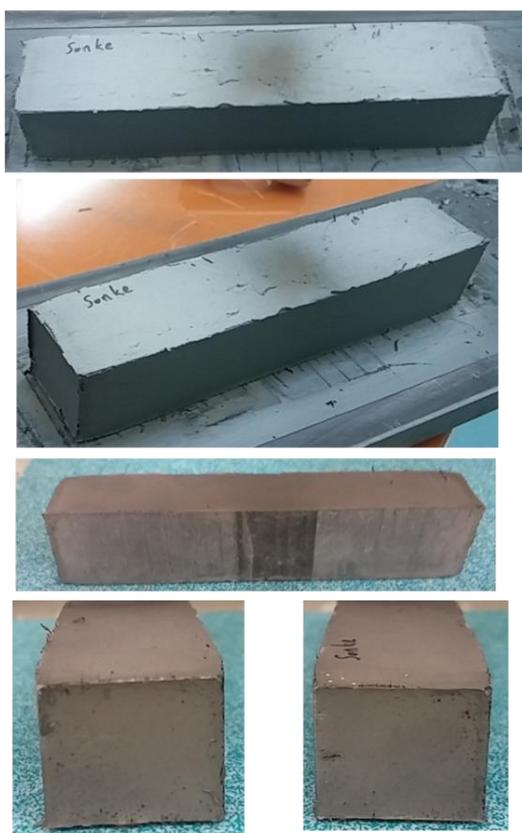
図 11. 各磁極の検討とその磁極を用いて作製した焼結体の端部(巣の状況)

最も初期に作製した焼結体。プラスチックモールドの場合、写真のように巣が入っている。

- ①徹粉と樹脂を混合し、磁極モールド作製した。プラスチックモールドに比べ、巣は非常に小さくなった。しかし、磁極と圧粉体の間に、わずかな空間が出来ている(赤丸印)。焼結体では、この空間に添って、巣が入ってしまっている。この空間によってこの部分の磁気抵抗が高まり、磁場が通りにくかったものと思われる。
- ②この巣の穴を埋めた。ただし、上部にわずかな巣が入った。これは、磁極モールドに凹みがあるため、磁気抵抗が増え、巣が入ったものと考えられる。
- ③凹みの段差を埋めた。巣はほとんど確認できなくなった。
- ④これまで、端部はステン板を使用していたが、渦電流が発生し、磁場が通りにくくなるため、プラスチック製の板に変えた。
- ⑤プラスチック製の板だと磁性体でない物の隙間ができるため、すべて一体で作製した。巣の全くない非常にきれいな端面となった。

以下の図 12 に、⑤で作られた外観、表 2 に作製条件を示す。

Songke粉末



Yantan粉末



図 12. 磁極を用いた焼結体の外観

表 2. 上記ブロックの作製条件

LOT	基本情報	作製条件				密度	
		工程	装置	条件		充填密度 (g/cm ³)	焼結密度 (g/cm ³)
Songke	Songke 粉末② 30 連ブロック 磁極モールド 35Vol%Fe 穴なし一 体成型 無酸化粉 Ar 中作 業 充填 3.9g/cc 配向:新コイル フルテック炉- 1050°C × 3h-VAC 時効あり	形状	30 連	30 連ブロック		3.9	
		磁極	磁極モールド	35vol%Fe 穴なし一体	板無し		
		潤滑剤	WB	潤滑剤:0.07%LM	Ar 中	L	106.39
		充填	手動治具	3.9g/cm ³			
		配向	新コイル	配向 4T		W	22.53
		焼結	FT 炉	1050°C × 4h-VAC		h	19.25
		時効	時効炉	810°C × 1h-VAC-WQ		W	337.97
				510°C × 1h-VAC-WQ			
					ρ	7.32463	
Yantai	Yantai 粉末② 30 連ブロック 磁極モールド 35Vol%Fe 穴なし一 体成型 無酸化粉 Ar 中作 業 充填 3.9g/cc 配向:新コイル フルテック炉- 1050°C × 3h-VAC 時効あり	形状	30 連	30 連ブロック		3.9	
		磁極	磁極モールド	35vol%Fe 穴なし一体	板無し		
		潤滑剤	WB	潤滑剤:0.07%LM	Ar 中	L	106.85
		充填	手動治具	3.9g/cm ³			
		配向	新コイル	配向 4T		W	22.42
		焼結	FT 炉	1050°C × 4h-VAC		h	19.05
		時効	時効炉	810°C × 1h-VAC-WQ		W	338.39
				510°C × 1h-VAC-WQ			
					ρ	7.41502	

結果的に、磁性体の磁極を作製し挿入することで、巣の問題は大きく改善することが出来た。

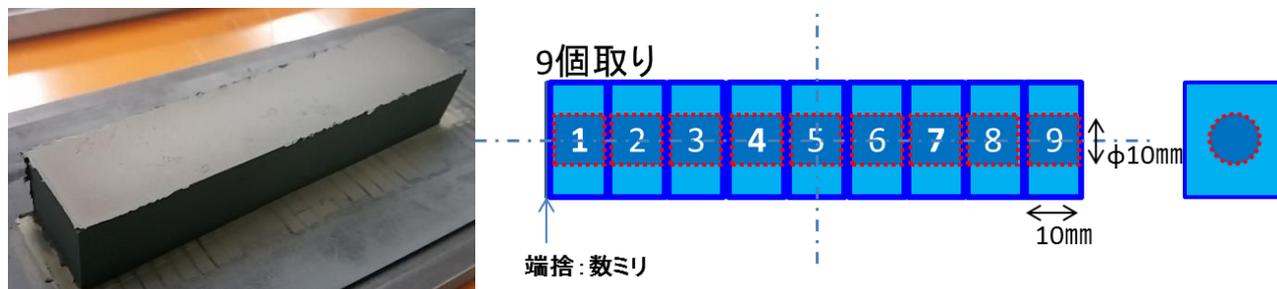
【2-2. 高均一化：評価（小型ブロック）】

〔目的・実験方法〕

この初年度の研究の目的は、ブロックの作製とその高均一化である。ブロックを作製し、均一性の評価を行った。

上記の、⑥の磁極を用いて作製した Yantai 粉末のブロックと、初期に作製した磁極無しブロックで、比較を行った。

下記の図のようにサンプルを9個切り出し、パルスBHトレーサーで、その評価を行った。



【結果】

磁極が無い試料と、ある試料で、位置による磁気特性の依存性(=バラツキ)を調査した。

以下の図 13 に、その結果を示す。

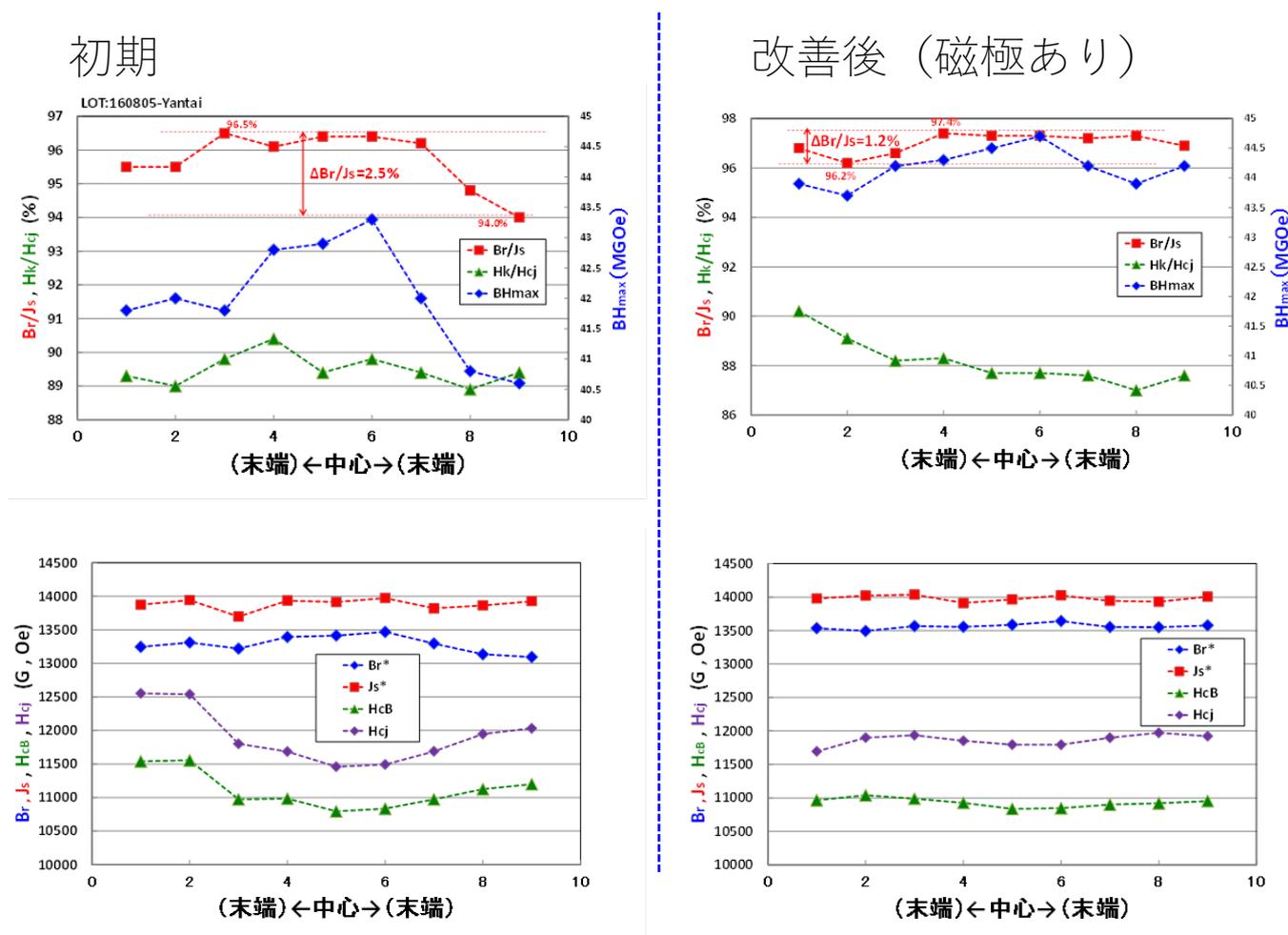


図 13. 磁極の有無による、磁石位置による磁気特性の依存性

磁極のない試料では、中心が特性が高く、端に行くほど特性が低い傾向となった。磁極のない試料では、配向度 Br/J_s で最大 2.5%の差があったが、磁極をつけることにより、 Br/J_s は 1.2%まで向上した。他の磁気特性も、バラツキは大きく向上し、最大エネルギー積 (BH_{max})、保磁力 (H_{cB} 、 H_{cJ}) のバラツキは磁極がない場合の半分以下に抑えることが可能になった。

【2-3. 高均一化：評価（中型 25 連）】

【目的・実験方法】

上記は小型ブロックであるが、より大きな中型ブロックでも、均一性の検証を行った。

切り出す必要性を省くため、多連に分割したモールドを用いて、その充填密度・焼結密度のばらつきを検証した。

まず、25 連のモールドを用いて、厚さ 7 mm 前後の薄板サンプル作製し、重量を測定。そのサンプル一個一個を重量測定し、投入された粉末重量より充填密度を計算により出す。その粉末重量 (= 充填密度) が異なるサンプルをピックアップして観察し、異なる充填密度・位置により、どのような配向度依存性 (または粒度の変化)・特性差があるか調査した。

【結果】

以下の表 3 に焼結した 25 個の試料の重量・焼結密度・充填密度・中心厚みを示す。

この磁気特性の結果を表 3 に示す。

表 4. 上記試料の磁気特性 (位置による磁気特性の変化)

	2 中	6 中	10 上	10 中	10 下	10 外中
Br	11927	11983	12015	11986	11927	11854
H_{cJ}	15415	15852	16309	15773	16177	16257
BH_{max}	33.94	34.3	34.77	34.51	34.23	33.76
J_s	12240	12399	12412	12346	12292	12365
Br/J_s	97.4	96.6	96.8	97.1	97	95.9
H_k	11377	12725	14076	13693	13888	13901

指標としてはほぼ横ばいで等しいが、角型性 (H_k) だけがサンプルの端 (番号が若い方) に行くほど、下がっていることが分かる。これは、サンプル番号が端に行くに従い、保磁力分布が均一でなくなっていることを示している。

【2-4. 高均一化：充填方式の改良の検討】

【目的・実験方法】

AT(エアータッピング)、MT(メカニカルタッピング)、メッシュ、配向時の圧力、蓋、容器上の粉末の掻き取りなどの検討を行い、充填によるバラツキの改善を試みた。

【結果】

以下の図 20 に 25 連のサンプルの重量(=充填密度)と焼結密度を示す。

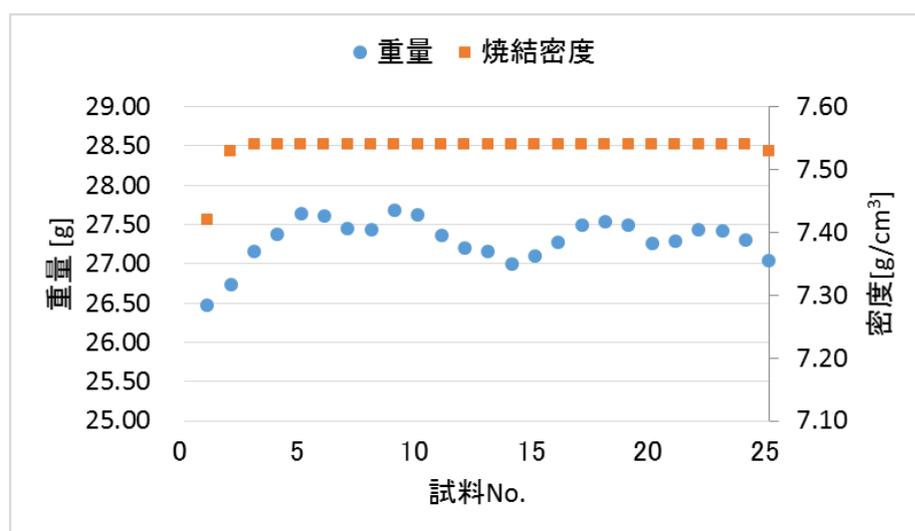


図 20. 充填方式を改良した 25 連のサンプルの重量と焼結密度

表 5. 充填方式を改良した 25 連のサンプルの重量と焼結密度

試料 No.	重量 [g]	焼結密度 [g/cm ³]	充填密度 [g/cm ³] ※計算値
1	26.48	7.42	3.48
2	26.73	7.53	3.52
3	27.16	7.54	3.57
4	27.38	7.54	3.60
5	27.64	7.54	3.64
6	27.61	7.54	3.63
7	27.45	7.54	3.61
8	27.43	7.54	3.61
9	27.68	7.54	3.64
10	27.62	7.54	3.63
11	27.37	7.54	3.60
12	27.20	7.54	3.58
13	27.16	7.54	3.57

14	27.00	7.54	3.55
15	27.10	7.54	3.57
16	27.28	7.54	3.59
17	27.50	7.54	3.62
18	27.54	7.54	3.62
19	27.49	7.54	3.62
20	27.26	7.54	3.59
21	27.29	7.54	3.59
22	27.44	7.54	3.61
23	27.42	7.54	3.61
24	27.31	7.54	3.59
25	27.04	7.53	3.56
ロス	8.00	-	-
給粉重量	690.58	-	-

焼結体重量差(両端抜き)

最大値	27.68
最小値	27.00
Δ/MAX	2.5%

焼結体重量差(両端あり)

最大値	27.68
最小値	26.48
Δ/MAX	4.3%

焼結密度はすべて 7.54g/cm³ で一定。投入時の粉末の誤差も前回 5.2%(磁極として両端抜き)だった値から、2.5%(磁極として両端抜き)まで抑えることが出来た。
このサンプルの磁気特性を図 21、22 に示す。

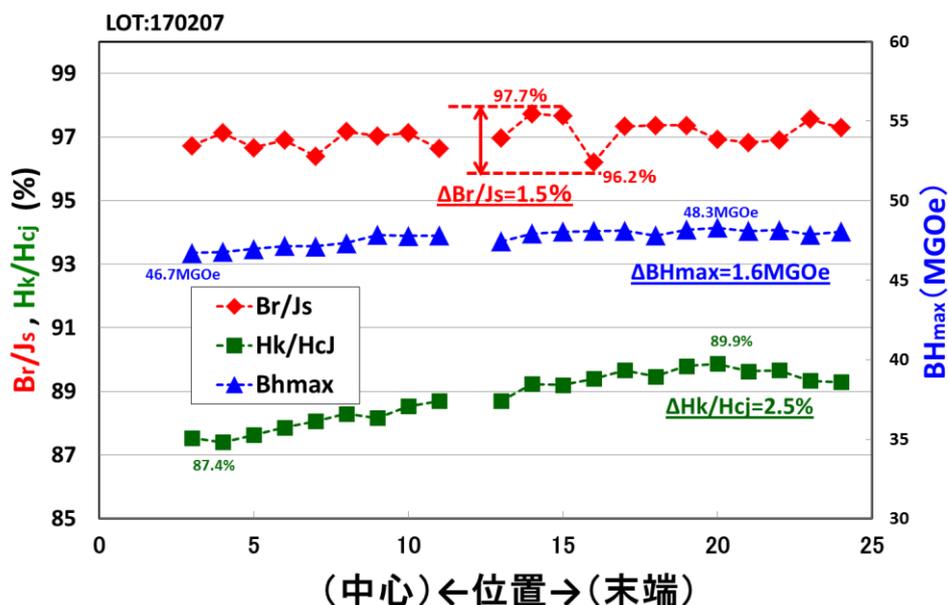


図 21. 25 連サンプルの配向度 (Br/J_s)、角型性 (Hk/H_{cj})、最大エネルギー積 (BH_{max})

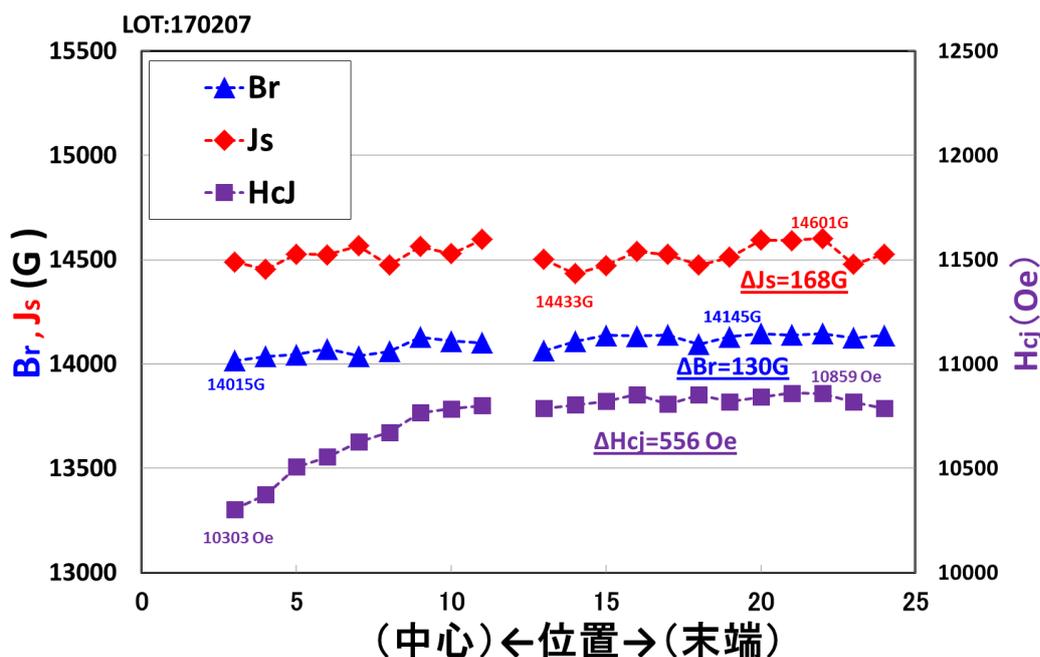


図 22. 25 連サンプルの残留磁束密度 (Br)、飽和磁束密度 (J_s)、保磁力 (H_{cj})

上記の結果から、現状における各特性のバラツキは以下ようになる。

- ・残留磁束密度の差 (ΔBr) : 130G
- ・保磁力の差 (ΔH_{cj}) : 0.56 kOe
- ・配向度の差 (ΔBr/J_s) : 1.5 %

提案書にも書かれているが、市販品のばらつきを調査した結果を以下に示す。

- ・残留磁束密度の差 (ΔBr) : 200 G
- ・保磁力の差 (ΔH_{cj}) : 1 kOe
- ・配向度の差 ($\Delta Br/J_s$) : 1 %

〔小括〕

本サンプルを市販品と比較すると、ほぼ同レベル程度まで改善できた。特に残留磁束密度 (Br) や保磁力 (H_{cj}) の値のバラツキは、市販品を下回り、良好な均一性を示した。

しかしながら、目標値は市販品の 1/10 で設定しているため、この目標値に対してはまだクリアしていない。製品化には近づけたが、まだ改善の余地がある。このため、均一化向上のために、さらに検討を重ねる必要がある。

【3. 大型ブロック磁石の作製：形状の大型化の検討】

〔目的・実験方法〕

本サポインの目的の一つはブロックの作製を可能にすることであるが、この目標値である 20cm × 5cm × 5cm のブロックに近づける検討を行った。

ブロックは提案書に書かれているように、段階を追って大きくしていき、小型、中型、大型の 3 種類のモールドを使って磁石を作製する。

まず、既存の他連モールド (30 連モールド、50 連モールド) の仕切り板を外すことによって、ブロックを作製する。小型ブロックは上記にてすでに報告しているが、再び報告する。

以下に図 23、24 に、小型ブロック用モールド (30 連モールド) と、中型ブロック用モールド (50 連モールド) の外観を示す。



図 23. 小型ブロック用モールド (30 連モールド)

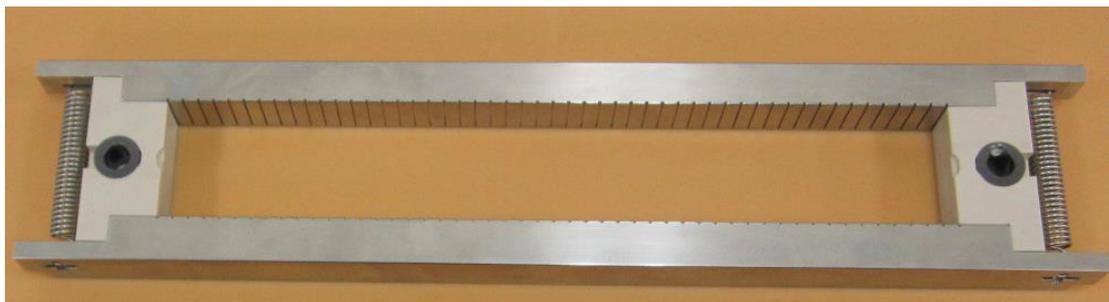


図 24. 中型ブロック用モールド(50 連モールド)

〔結果: 小型ブロック・中型ブロック〕

上記の 2 つのモールドを使用し、

- ・小型ブロック: 106.4 × 22.5 × 19.3mm 338g
- ・中型ブロック: 181 × 34.6 × 17.2mm 778g

を作製した。以下の図 25、26 にその外観を示す。



図 25. 中型ブロックと小型ブロック



図 26. 中型ブロックと小型ブロック

【結果:大型ブロックの作製について】

大型ブロックは大きさの目標値が $20\text{cm} \times 5\text{cm} \times 5\text{cm}$ であったが、実際のモールドは長短が 12cm となった。これは配向電源のパワーが足りず、コイルを短くせざるを得なかったためである。

実際的なところ、長さ 20cm で使う用途はなく、実際には切り出して使うので、長さ方向については、大きさに特に問題とはならない。 $5\text{cm} \times 5\text{cm}$ については、モールド的にはクリアーできている。
(※モールド寸法が $6\text{cm} \times 6\text{cm}$ で、焼結後に $5\text{cm} \times 5\text{cm}$ となる)

この大型ブロックに関しては、新規で作製したグローブボックス、モールド、充填装置、配向コイルを使用する。(小型・中型は、旧グローブボックスおよび、旧充填機、旧配向コイルを使用。)

●充填装置

大型ブロック用の充填装置は、本サポインの補助金で内製した。

外観、および設計図を図 27、28 に示す。

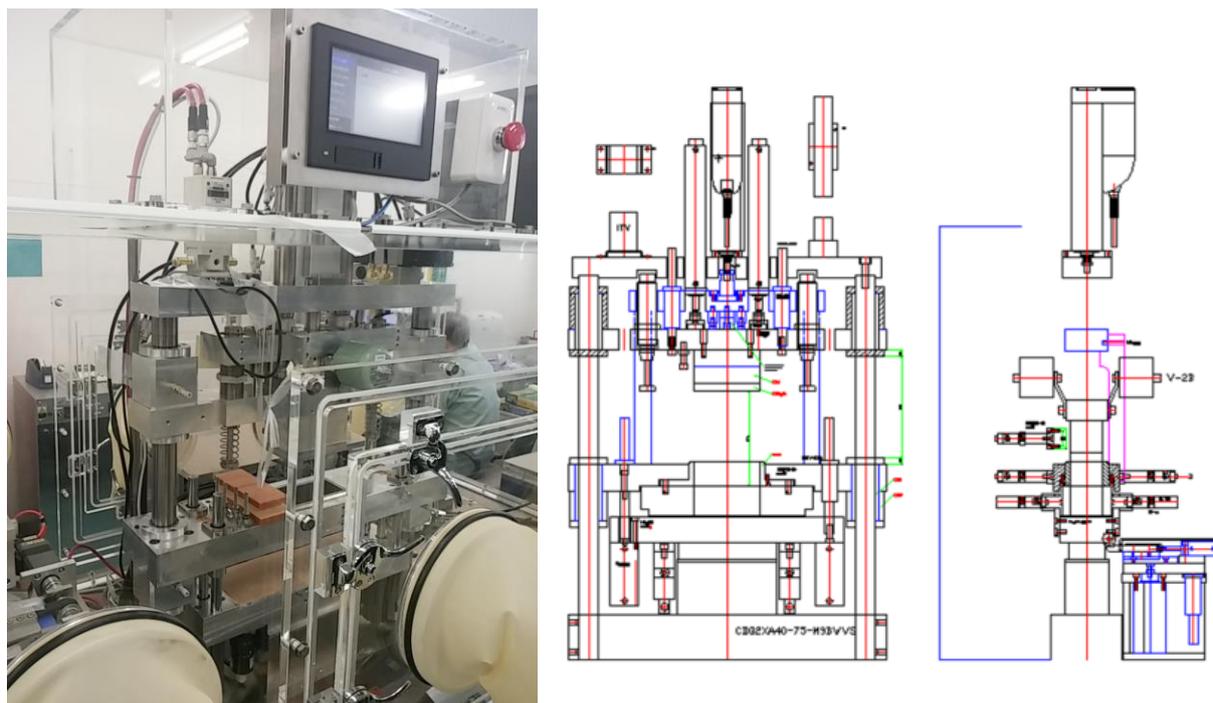


図 27. 充填ユニットの外観と設計図

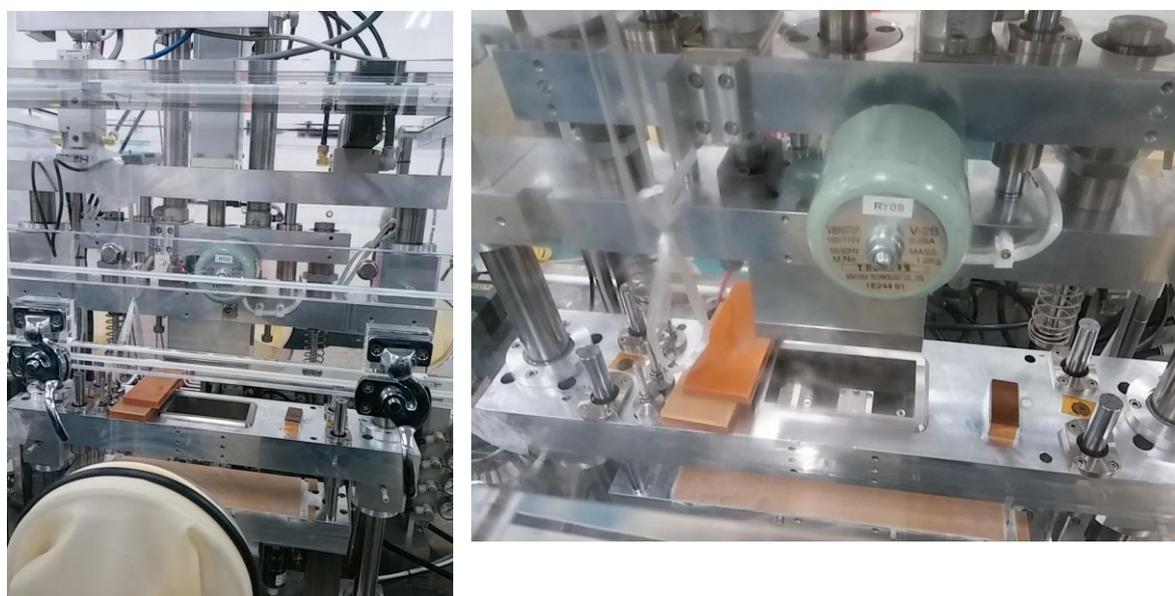


図 28. 充填ユニットの充填・プレス部

● 充填

工程では、潤滑剤を混ぜた粉末を、充填を用いてモールドに充填をする。

以下の図 29 にモールドに充填後の様子の図を載せる。



図 29. 大型モールドに粉末充填後の状態

●配向

次に、このモールドに充填した粉末をパルス磁場をかけて配向する。

図 30 に 4T の磁場で配向後の外観を示す。

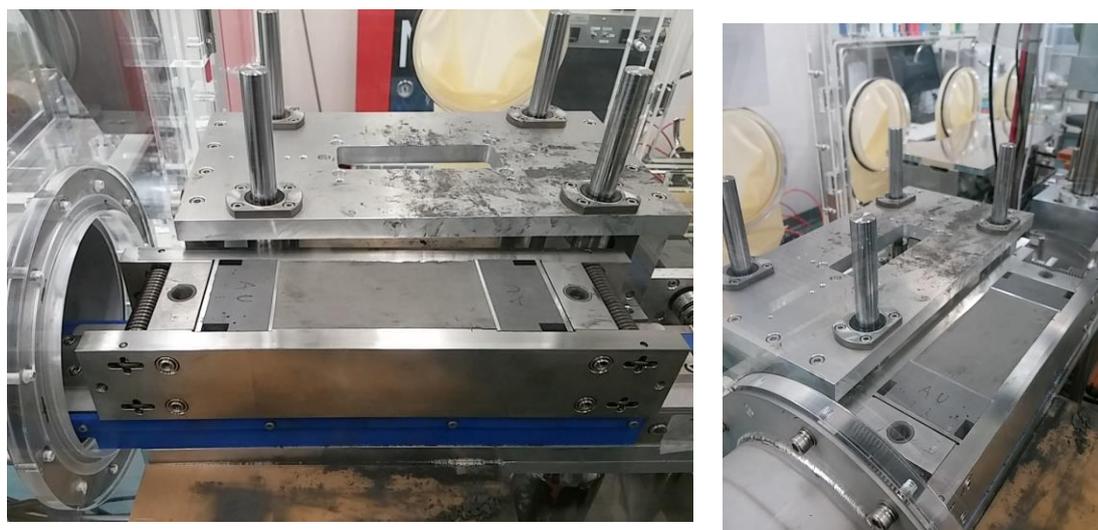


図 30. 磁場配向後の状態

表面がなだらかになり、圧粉体の外観は良好。コイル内の押付解放も良好であった。

●型抜

次に、型(モールド)を外し、配向した圧粉体を取り出す。図 31 に、この外観を示す。

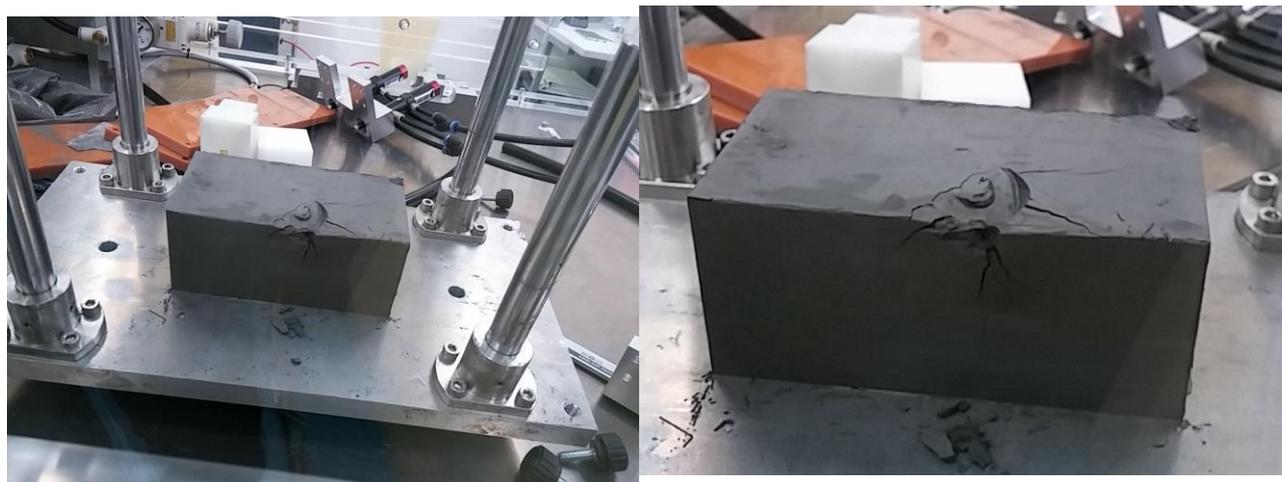


図 31. 型抜き後の圧粉体の状態

型抜きもほぼ良好だが、ネジが1ヶ脱落し成形体に亀裂が入ってしまった。

●焼結台への載せ替え

型抜きの次は焼結であるが、その移動の過程で成形体が損壊した。図 32 に、その写真を掲載する。

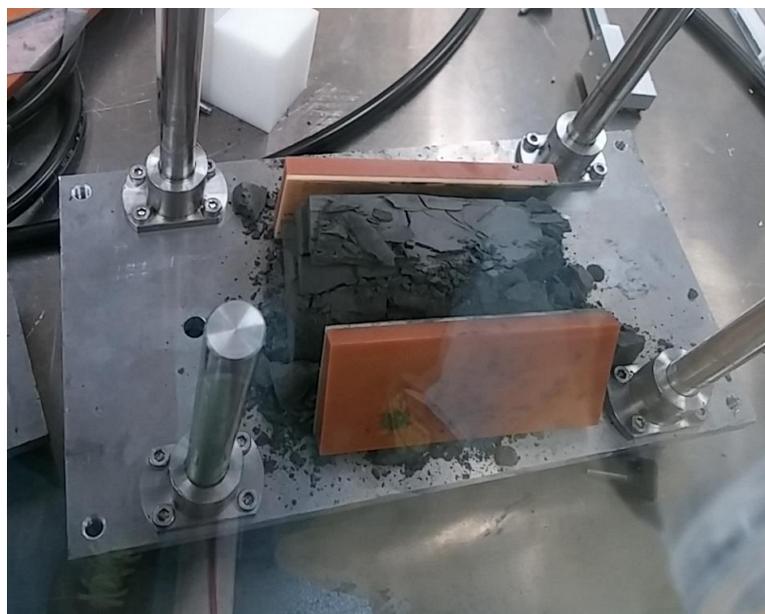


図 32. 移動の際に損壊した圧粉体

非常に大きくて、重量も重く、ハンドリングが難しいために、落として破壊してしまった。型抜きの際に、ネジを落とし、ヒビが入ってしまったことも一因と考えられる。

【小括】

今回の試験体は非常に重い。粉末成形体 1.5kg、モールド 5.9kg(合計 7.4kg)、型抜治具も重い。これを位置の固定されたグローブ越しにハンドリングするのは大変であった。型抜治具や載替治具の改良とともに作業台が是非必要であり今後対策する。

【4-1.充填の均一化（&4-2.配向の均一化）】

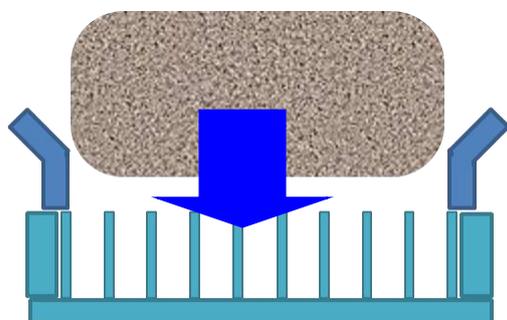
磁石業界の大きなニーズとして、磁石特性の均一化が挙げられる。以下に充填方法を改善し、隠逸名充填を施すことにより、バラツキを抑えることを検討する。（※また、充填バラツキを抑えることで、配向バラツキも改善される。）

モールドへの粉末の投入方法は、磁石粉末を一度に投入し、ならす方法を取っている。この方法では個々のスペース（セグメント）への粉末量に違いが生じ、ばらつきが大きくなってしまふ。

そこで、セグメント間の重量バラツキを低減させるため、セグメントごとに秤量して、投入する方法を検討した。以下の図 33 にその概略図を示す。

従来粉末充填法

- ・粉末を一度に投入し、ならす
- ・篩(ふるい)のようなもので落とす

秤量粉末充填法

- ・各セグメントごとに秤量して、個別に粉末を投入

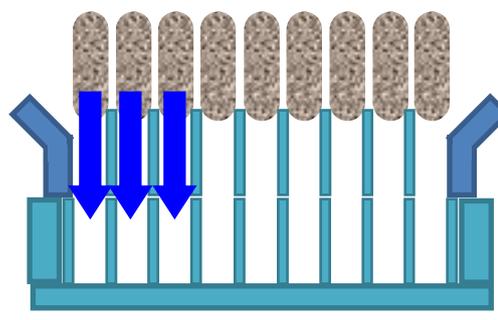


図 33. 秤量充填法の概念図

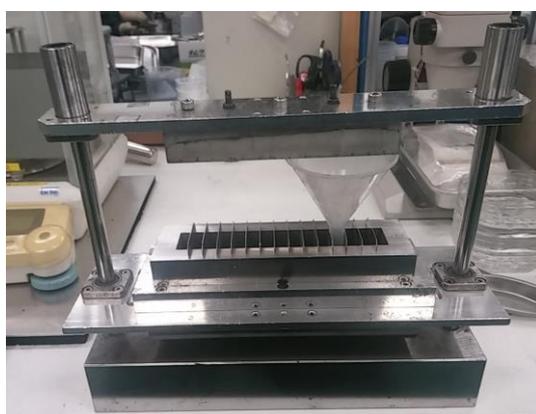
秤量充填法では、セグメントごとに秤量するので、重量バラツキが抑えられることが期待される。

〔秤量充填の問題点〕

瓦型・超薄型は形状の関係で磁気特性の評価が難しいため、まずは、スタンダードな 15 連モールド（一度に 15 個取り可能なモールド）での充填で検討し、その後、その方法を瓦型・超薄型に持っていく方針で進める。

【モールド&治具】

15 連モールドで、秤量充填用の装置を作製した。以下にその装置の図を示す。



充填スパーサーを 15 分割し、各セグメントに均一に充填する

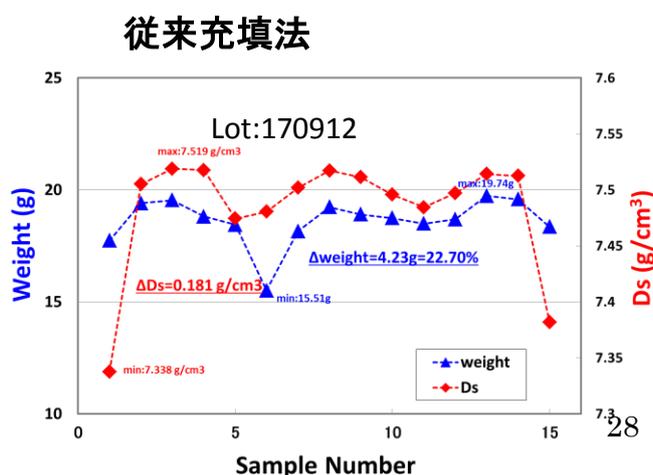
図 34. 秤量充填法の充填装置

モールドの上部にも仕切り板を儲け、漏斗を使用し、一個一個秤量して、粉末を投入を行うことができるようにした。

この装置による秤量充填法で充填し、焼結磁石を作製した。以下にその結果を従来法と比較して示す。

〔焼結体のバラツキ結果〕

以下の図 35 に従来法で行った時の重量と焼結密度の結果を示す。



従来法バラツキ

Δ 重量: 22.70 %

Δ 焼結密度: 0.181 g/cm³

図 35. 従来充填法による重量と焼結密度のバラツキ

重量・焼結密度とも、位置により大きな差が見られ、重量のバラツキは 22.7%、焼結密度のバラツキは 0.181g/cm³ と非常に大きなばらつきを示した。基本的に一度に投入し、その後均す方法では、均一化は困難であることが分かる。

次に秤量充填法で充填を行った時の重量と焼結密度のバラツキの結果を図 36 に示す。

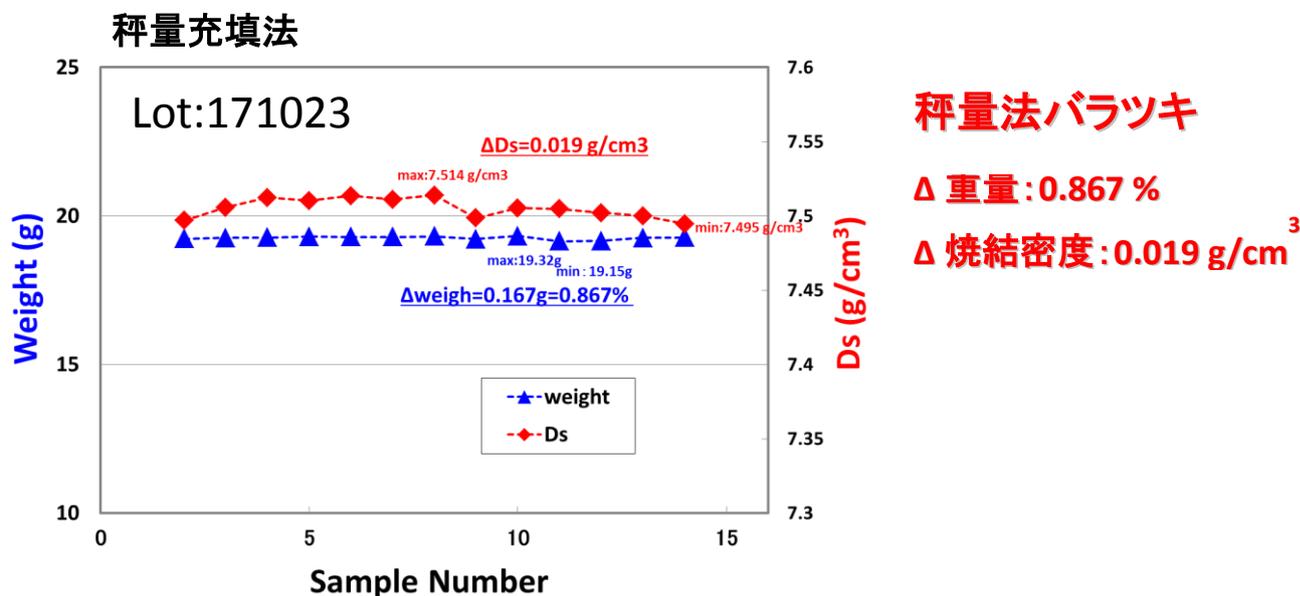


図 36. 秤量充填法による重量と焼結密度のバラツキ

グラフより、重量・焼結密度はほぼフラットな曲線になり、秤量充填法では重量バラツキが 0.867%と 26 分の 1、焼結密度のバラツキが 0.019g/cm³ と 1/10 程度を劇的に改善された。

次に焼結体を切り出して、磁気特性を取得し、比較を行った。以下の図 37 に、従来法の磁気特性を示す。

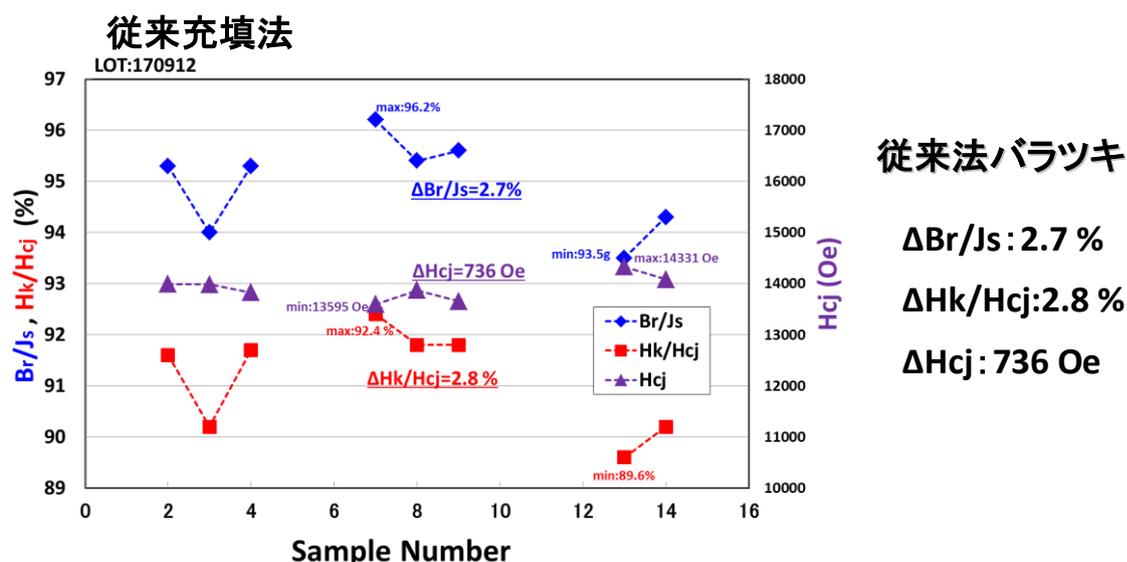


図 37. 従来充填法による磁気特性のバラツキ

配向度 (Br/Js) で 2.7%、角型性 (Hk/Hcj) で 2.8%、保磁力 (Hcj) で 0.74kOe と、比較的大きなばらつきとなった。以下に、秤量充填法で作製したサンプルの磁気特性を示す。

秤量充填法

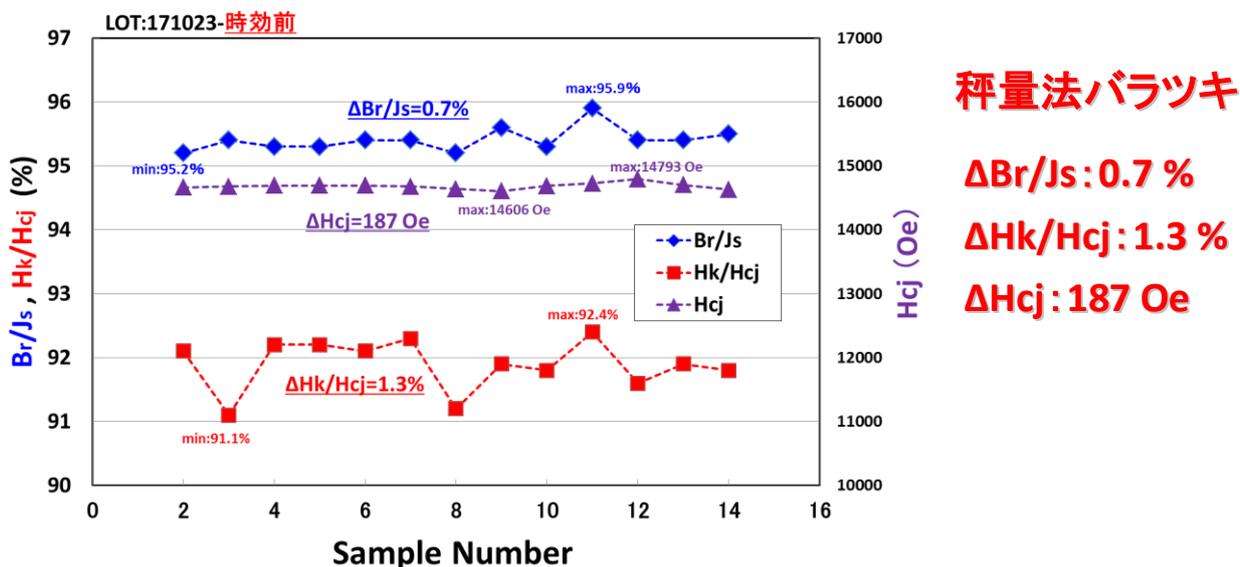


図 38. 秤量充填法による磁気特性のバラツキ

図 38 より、秤量法では、バラツキは配向度 (Br/Js) で 0.7%、角型性 (Hk/Hcj) で 1.3%、保磁力 (Hcj) で 0.19kOe となり、配向度は約 1/4、角型性は約 1/2、保磁力は約 1/4 になり、磁気特性のバラツキも大きく改善された。以下の表にバラツキのまとめを示す。

磁気特性のバラツキ

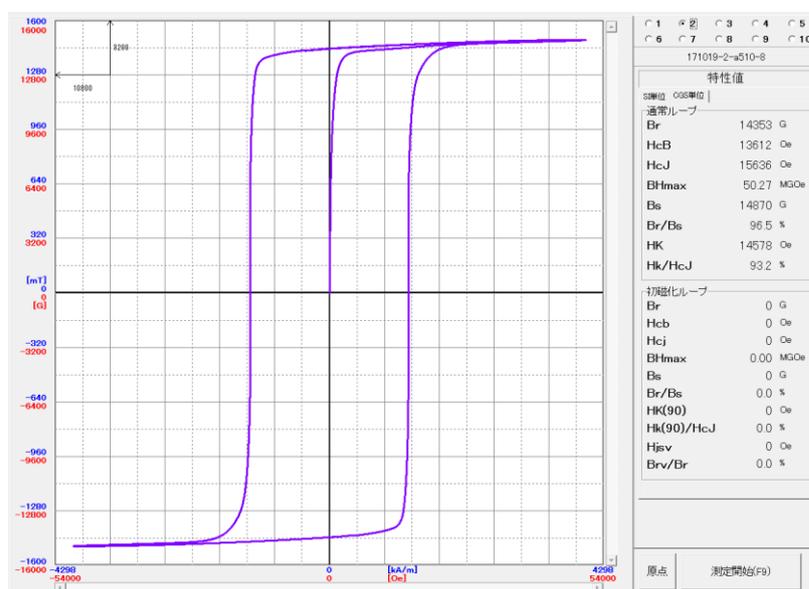
	Δweight (g)	ΔD_s (g/cm ³)	$\Delta H_{c j}$ (Oe)	$\Delta Br/Js$ (%)	$\Delta Hk/Hc j$ (%)
15 連 従来法	4.23 (22.7%)	0.181	736	2.7	2.8
15 連 秤量法	0.167 (0.867%)	0.019	187	0.7	1.3

以下に従来法と秤量法での磁気特性の違いを示す。

磁気特性

	Hcj	Br/Js	Hk/Hcj
従来法	13.8~14.3 kOe	95.2~96.0 %	90~92.5%
秤量法	14.8~15.6 kOe	95.2~96.5%	90~93.2%

以下に、この焼結磁石のヒステリシス曲線の一例を示す。



Sample name	Br (G)	Js (G)	HcJ (Oe)	BHmax (MGOe)	Br/Js (%)	Hk/HcJ (%)
171019-a510-8	14353	14870	15636	50.27	96.5	93.2

残留磁化 (Br) が 14.3kG、保磁力 (Hcj) が 15.6kOe あり、かつ配向度 (Br/Js) も 96.5%と、市販品に比べても、特性は大きく上回っている。

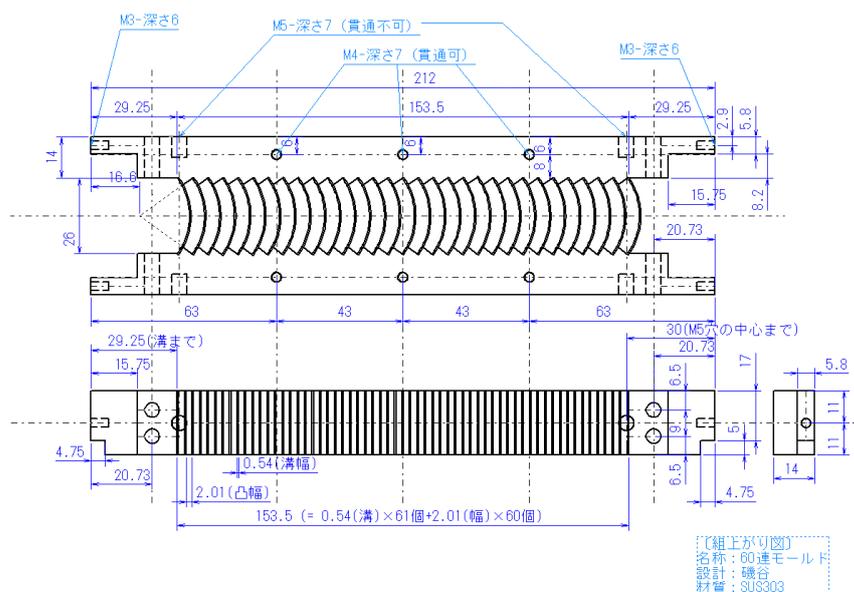
【5-1. 瓦型磁石の作製】

5-1 の高度化目標として、瓦型磁石の作製と、そのバラツキの低減が上げられる。

これらは、主にモーターの内部のローターやステーターに使用され、二つの大きな形状である。この形状をニアネットシェイプで作ることが可能になれば、NPLP 法として、大きな付加価値がつくことになる。

〔瓦型モールド設計〕

まず、瓦型磁石を作製するために、モールドの設計を行った。その設計図を図 39 示す。



瓦型形状(焼結前)
 曲率: $\phi 45\text{mm}$
 角度: 72.4°
 厚さ: 4.6mm

図 39. 瓦型磁石のモールドの設計図

工夫点としては、仕切り板用の溝が無く、仕切り板の引っかかりがないことや、磁極設置可能などが挙げられる

〔磁極の作製〕

前年度の研究で、磁極が均一性や形状の改善（巣など）に効果があったので、瓦型モールドにおいても磁極作製を行った。

磁束密度が圧粉体と同じ程度になるように、鉄粉 75wt%と樹脂 25wt%を混ぜて、それを型に流し込み作製した。以下の図 40 にその外観を示す。



図 40. 瓦型磁石のモールドの磁極

〔組上がり図〕

上記で設計したモールドと作製した磁極を組み合わせたモールドを以下の図 41 に示す。

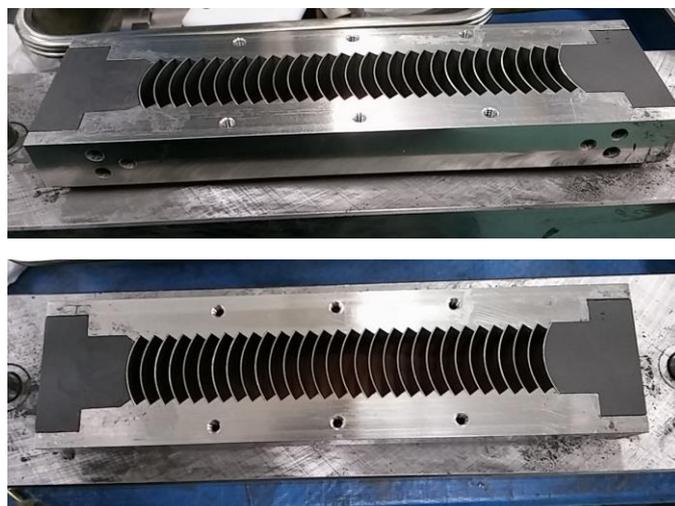


図 41. 瓦型磁石のモールド+磁極

〔磁石の作製〕

充填・配向後の様子を図に示す。



図 42. 瓦型磁石の充填後の様子

以下に型ばらし後の様子を図 43 に示す。



図 43. 瓦型磁石の型バラシ後の様子

15 連や 30 連などの板状サンプルでは、モールドに溝があり、そこに仕切り板を差し込む構造をしていたが、この溝に粉末が入り込み、型ばらしの時に、仕切り板が抜けにくくなって、成形体を破壊してしまうことがあった。

その点、この瓦型モールドは、ギザギザになっている三角形の頂点に仕切り板が入って固定される構造をしており、型ばらし時に引っかかることが無く、きれいに型ばらしができる。以下の図 44 に焼結後の磁石を示す。

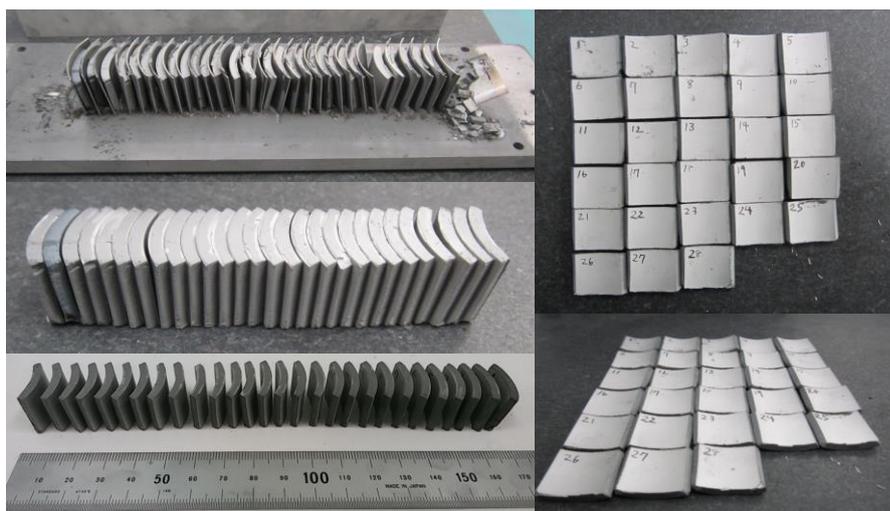


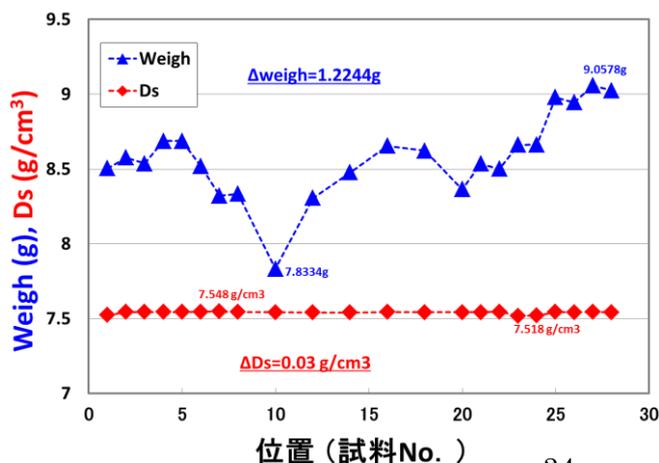
図 44. 瓦型磁石の焼結後の様子

一番隅の 29 番が割れたが、あとは大きな割れなく、焼結体を作製することに成功した。

〔バラツキ調査〕

上記で作製した瓦型磁石について、重量と密度のばらつきを測定した。以下の図 44 にその結果を示す。

従来法バラツキ



Δ 重量: 14.3 %

Δ 焼結密度: 0.030 g/cm³

図 45. 瓦型磁石の重量と焼結密度のばらつき

重量バラツキは 14.3 %、焼結密度のバラツキは 0.030 g/cm³ であった。

焼結体の作製は成功したが、非常に重量バラツキは大きいことが明らかになった。

〔充填の均一化の検討〕

非常にばらつきが大きいことが判明したので、バラツキを抑える検討を行った。

前述の『2-1：充填の均一化』で検討した、秤量充填法を、瓦型に適用し、ばらつきを抑えることを検討した。

〔モールド&治具〕

瓦型モールドで、秤量充填用の装置を作製した。以下にその装置の図を示す。



図 46. 瓦型磁石の秤量充填用の装置

瓦型モールドを二段に重ね、各セグメントごとに重量を計測し、投入した。

刺さっているのが投入用の漏斗、瓦型なのが 1 枚用プッシャー、ギザギザなのが全体プレス用プッシャーである。

〔焼結〕

上記のモールド・治具を使用して充填し、焼結を行った。

以下の図 47 が焼結上がりの様子である。



図 47. 秤量充填した瓦型磁石の焼結後の様子

仕切り板やバリを取り去り並べたのが以下の図 48 である。

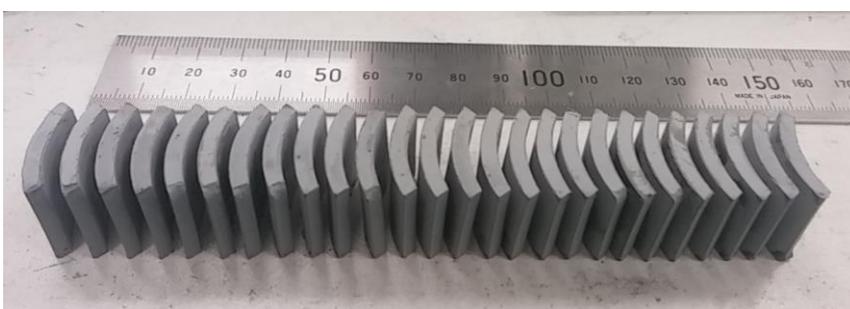


図 48. 秤量充填した瓦型磁石の焼結後の様子（バリ取り後）

〔バラツキの評価〕

上記で作製した瓦型磁石のばらつきを測定した。以下の図 49 にその結果を示す。

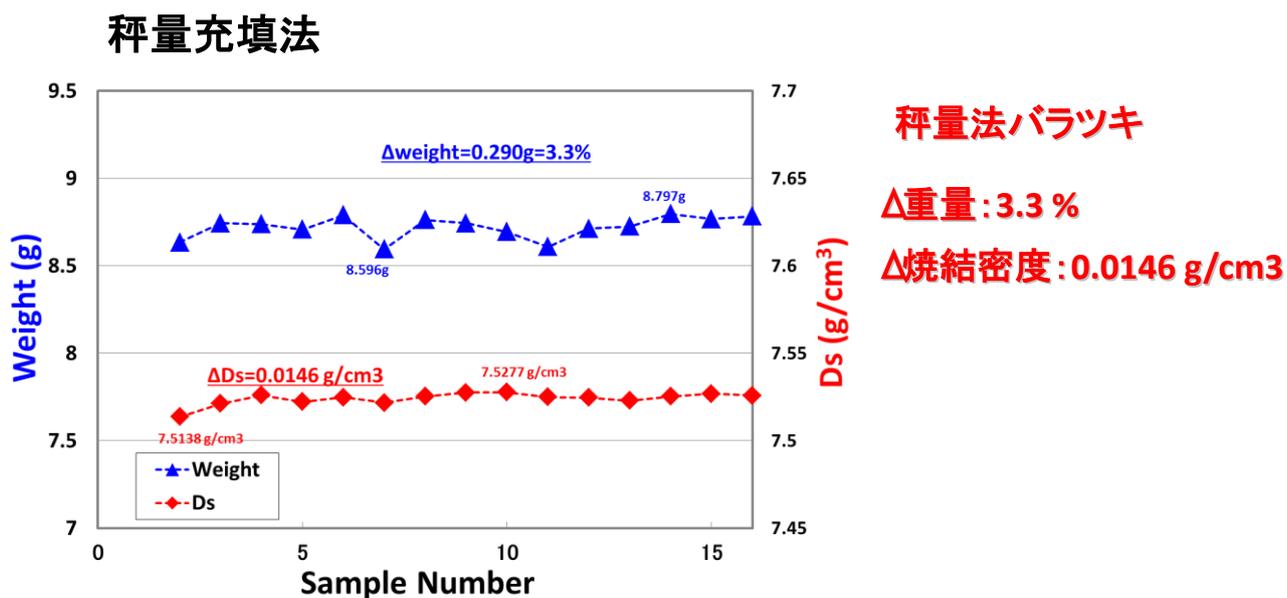


図 49. 秤量充填した瓦型磁石の重量と焼結密度のばらつき

バラツキは大きく改善し、重量で 3.3%と従来法の約 1/4、焼結密度は 0.0146g/cm³ で従来法の半分までバラツキを抑えることに成功した。これにより、瓦型磁石の作製においても秤量充填法が非常に有効であることが示された

〔瓦型磁石まとめ〕

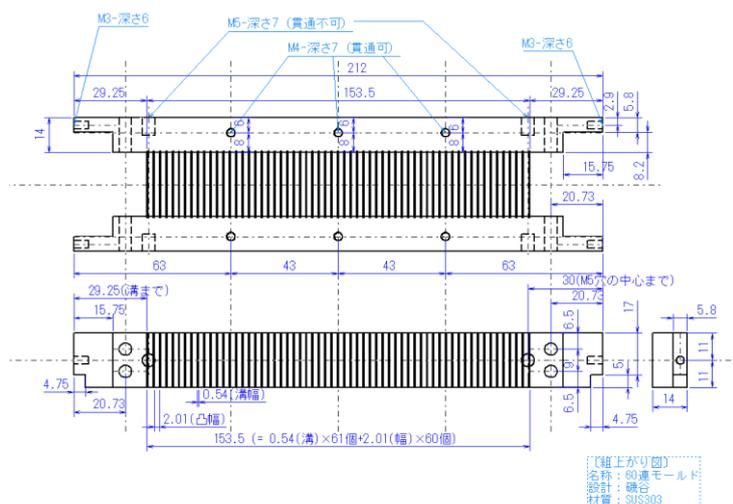
- 瓦型モールドを設計・作製（発注）を行った
- 瓦型モールドにて、瓦型磁石を作製に成功した。
- 割れは 29 個中 1 個であった。
- 秤量充填法により、重量バラツキ 3.3%、焼結密度バラツキは 0.0146g まで改善した。

【5-2. 極薄板磁石の作製】

2017 年度のもう一つの目標として、極薄板磁石の作製と、そのバラツキの低減が上げられる。この目標は申請当時はなかったのだが、磁石ユーザーとなる某モーター会社から極薄板のニーズがあり、これに対応すべく、今年度の初めに追加された目標である。これらも、モーターやバイブレータ、ボイスコイルモーターなどに使用され、重要が大きいため、作製が可能になれば、NPLP の価値を大きく上げることになる。

極薄型モールド設計

極薄板磁石用のモールドを設計した。基本的には、蓋や磁極が流用できるように、30 連用モールドの溝を倍に増やす方針で行った。以下の図 50 にその設計図を示す。



- 極薄型磁石(焼結前)
- 60 連モールド
 - 仕切り板の間隔: 2.01mm

図 50. 極薄板磁石モールドの設計図

作製されたモールドに、磁極と仕切り板をつけたのが以下の図 51 である。

作製品



図 51. 極薄板磁石モールド

このモールドを用いて、充填し、焼結体を作製した。以下の図 52 にその外観を示す。

焼結体外観



図 52. 焼結後の極薄板磁石

大きさは縦 19×横 22.5mm×厚さ 1.5mm の焼結体の作製に成功した。ヒビは 4 枚入ったのみで、歩留まり 90%以上は達成した。

〔バラツキ調査〕

上記で作製された極薄板焼結磁石のばらつきの測定を行った。点数が多いので、全点調査ではなく、抜き取り調査で行った。以下の図と表に重量と焼結密度のばらつきを示す。

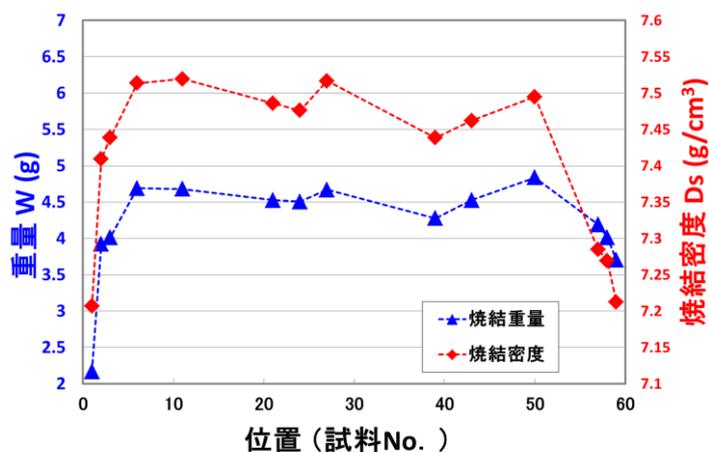


図 53. 極薄板磁石の重量と焼結密度のばらつき

	板厚	サイズ	焼結重量	焼結密度
1	1.75	11.24x22.5	2.1665	7.2068
2	1.61	16.05x22.71	3.9243	7.4093
3	1.51	17.72x22.68	4.0144	7.4386
6	1.49	19.34x22.58	4.6926	7.5137
11	1.49	19.25x22.52	4.6809	7.5194
21	1.47	19.04x22.49	4.5283	7.4859
24	1.5	19.16x22.56	4.5052	7.4761
27	1.54	19.18x22.54	4.6701	7.5168
39	1.54	18.61x22.52	4.2793	7.4384
43	1.51	19.22x22.68	4.5285	7.4622
50	1.55	19.30x22.65	4.8368	7.4948
57	1.53	18.07x22.65	4.1921	7.2851
58	1.53	17.28x22.58	4.0155	7.2693
59	1.53	15.62x22.67	3.703	7.2123

上記の結果より、薄板の焼結まではできたが、まだ、ばらつきが非常に大きいことが明らかになった。

〔充填の均一化の検討：秤量充填法の極薄板磁石への適用〕

上記の結果より、ばらつきが大きく、これを低減させる必要がある。

そこで、前述の『2-1：充填の均一化』で検討した秤量充填法を、極薄板磁石に適用した。

●モールド&治具

上記の秤量充填法を実施するにあたり、極薄板モールドを改造して、秤量充填用の装置を作製した。以下にその装置の図 54 を示す。

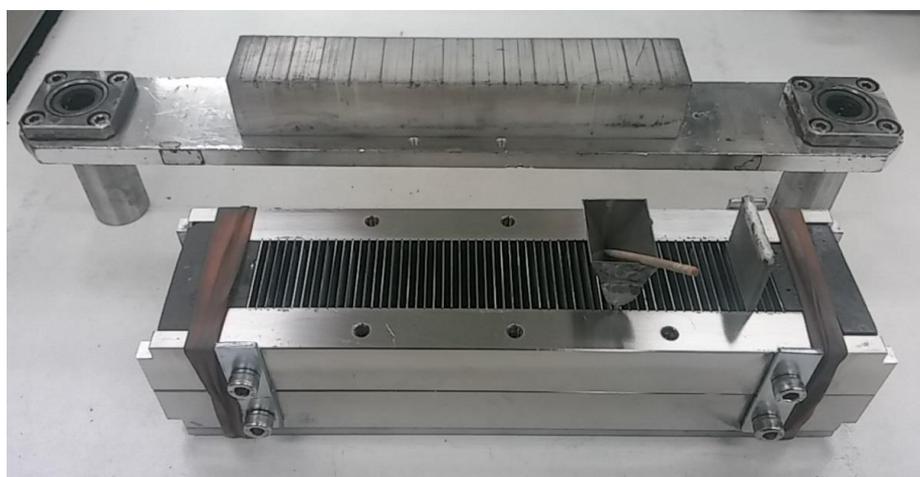


図 54. 極薄板磁石の秤量充填用の装置

このモールドでは、60連モールドをもう1つ個作製し、これを充填スペーサーとし、上部に連結した。また、小プッシャー・投入用漏斗を作製した。（爪楊枝が刺さっているのが投入用の漏斗）

この装置を用いて、各セグメントごとに重量を計測し、投入・充填をし、その後、焼結を行った。以下にその結果を示す。

〔焼結〕

上記のモールドを用いて秤量充填し、その圧粉体を焼結した。

以下の図 55 に、その焼結したサンプルを示す。



図 55. 秤量充填法で作製した焼結後の極薄板磁石

図より、20枚程度は割れてしまっており、ある程度、薄板の原型をとどめているものでも、ヒビや欠けが多く入っている。

これまで、10回程度焼結を行ったが、すべて、10～30枚ほどの割れが生じた（割れが多いため、重量・密度は計測していない）

結果として、以下の問題点が上げられる。

- 板間が狭いため投入が困難
- 板間の距離が近いため、粉末との抵抗が大きい
 - 粉末が下に入って行きにくい
 - 同一板内での充填不均一

これらの改善をし、充填の方法を再検討する必要がある。

極薄板磁石まとめ

- 極薄板モールドを設計・作製（発注）を行った
- 極薄板モールドにて、極薄板磁石を作製した
- 秤量法による充填だと、割れが多く生じる。
- 磁気測定の方法について要検討

〔小括〕

瓦型磁石が作製されるようになった。これにより、NPLP法において、ニアネットシェイプでモーターのローター・ステーターの形状に対応できるようになった。

また、重量や密度、磁気特性のばらつきが大きく低減された。これにより、バラツキの低減はモーターの唸りの低減や磁石の品質を向上させることが期待される。

極薄板磁石については、薄板の形状は焼結できた。しかしながら、バラツキを改善しようとすると、割れが多く生じ、まだばらつきの改善が出来ていない状況である。薄型磁石についてもバラツキなく作製できるように、バラツキ低減の検討が必要である。

【6.仕切り板切込み充填法の検討】

磁石企業から大きなニーズとして、磁石特性の均一化が挙げられる。

このニーズに対応するため、以下に充填方法を改善し、均一に充填することにより、バラツキを抑えることを検討する。（※また、充填バラツキを抑えることで、配向バラツキも改善される。）

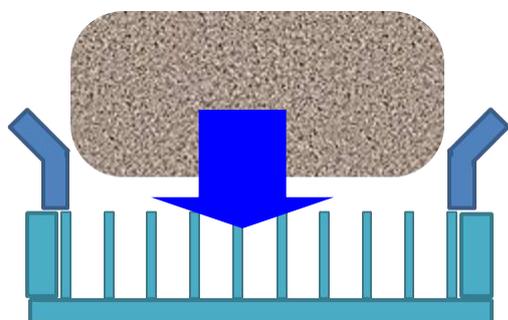
〔秤量充填法について〕

以下は前年度で検討した秤量充填法の解説である。これまで、モールドへの粉末の投入方法は、磁石粉末を一度に投入し、その後、投入した粉末を均（なら）すという方法を取っている。この方法では個々のスペース（セグメント）への粉末量に違いが生じ、ばらつきが大きくなってしまふ。

そこで、セグメント間の重量バラツキを低減させるため、セグメントごとに秤量して、投入する方法を検討した。再掲になるが、以下の図 56 にその概略図を示す。

従来粉末充填法

- ・粉末を一度に投入し、ならす
- ・篩（ふるい）のようなもので落とす



秤量粉末充填法

- ・各セグメントごとに秤量して、個別に粉末を投入

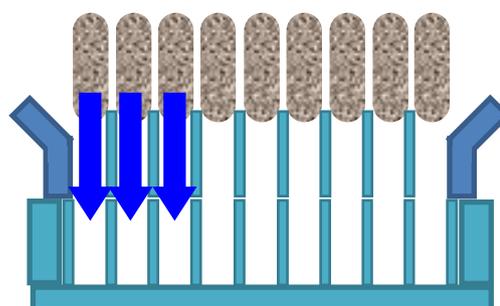


図 56. 従来充填法と秤量充填法の概略図

秤量充填法では、セグメントごとに秤量するので、各試料（焼結体磁石）間の重量バラツキが抑えられる。

ただし、充填のばらつきとは、各試料（焼結体磁石）間のばらつきと、試料内の充填ばらつきの 2 つが存在する。

秤量充填法では、各セグメントごと（各試料間）のばらつきは抑えられるが、セグメント内（試料内）のばらつきは、セグメント（試料）の厚さが狭くなるほどに摩擦が大きくなっていく。結果的に、厚さが狭くなるにつれて、摩擦によりモールドの下部に粉末が

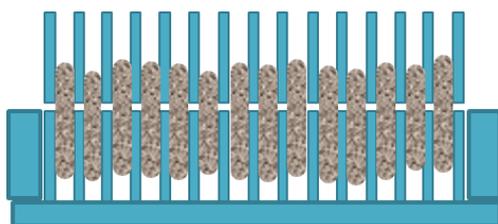
入りにくくなり、同一セグメント内での充填ばらつきは大きくなりやすく、形状の反りや割れなどが生じやすくなる。また、厚さ（＝仕切り板間隔）が狭いほど、粉末の投入も困難になる。

充填方法の検討

上記の秤量充填方法を問題を改善し、充填の不均一性を抑える必要がある。そこで、従来の充填法（秤量粉末充填法）に代わり、以下の仕切り板切込み法を考案した。図 57 に仕切り板切込み法の概略図を示す。

秤量粉末充填法

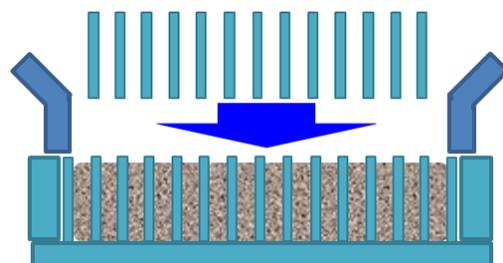
- ・各セグメントごとに秤量して、個別に粉末を投入



- ・下方の充填が不均一

仕切り板切込み法

- ・均一充填したところに板を挿入する



- ・充填が均一

図 57. 秤量充填法と仕切り板切込み法の概略図

上記の切込み法なら、モールド下部まで粉末が入らない問題も解決され、かつ、均一に充填されたところに、仕切り板を挿入するので、サンプル間の均一性は維持出来ると思われる。

この切込み法であるが、以下の 3 つの方法が考えられる。

以下の、図 58～60 にその工程の概略図を示す。

①: 仕切り板で切断

充填後、仕切り板（刃）を挿入し、配向後に抜き取り、切れ目を入れて、型バラシをして焼結

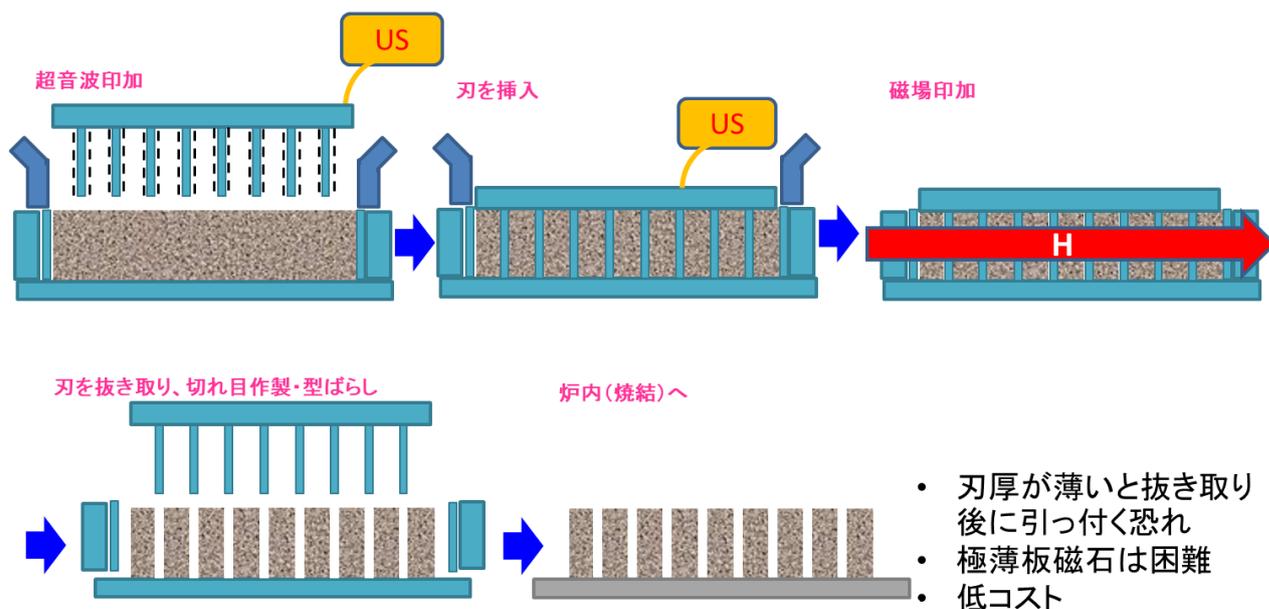


図 58. 切断による仕切り板切込み法

②: 仕切り板を挿入

充填後、仕切り板を挿入して、配向後に型バラシをし、そのまま仕切り板ごと焼結

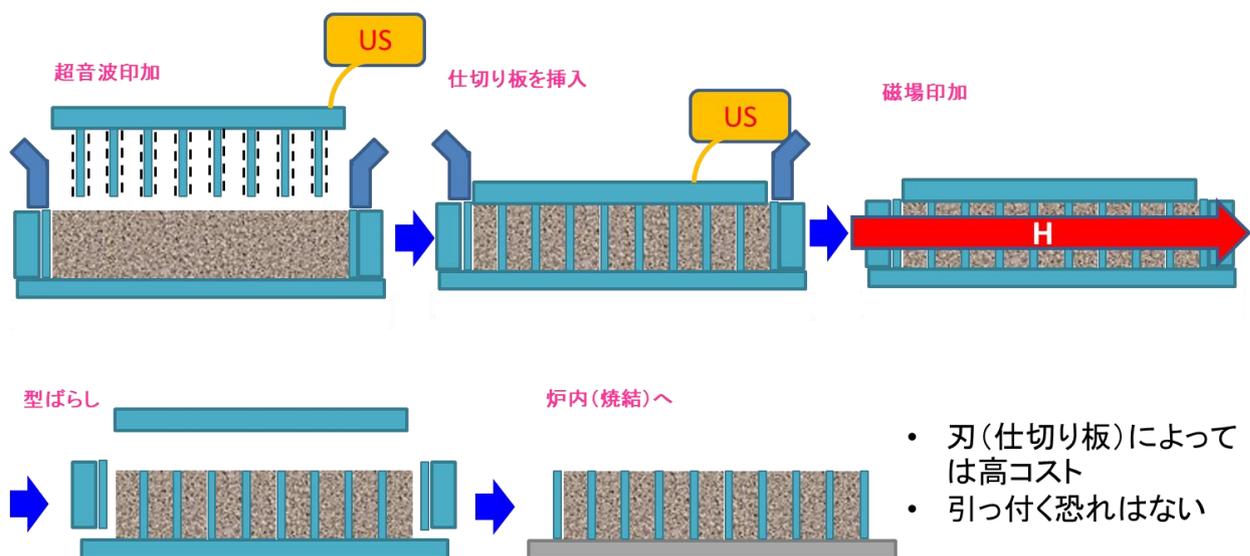


図 59. 仕切り板挿入による仕切り板切込み法

③: 仕切り板で切断→挿入

充填後、仕切り板(刃)を挿入し、それを抜き取って切れ目を入れた後、他の仕切り板を挿入し、配向後に型バラシをして、仕切り板ごと焼結

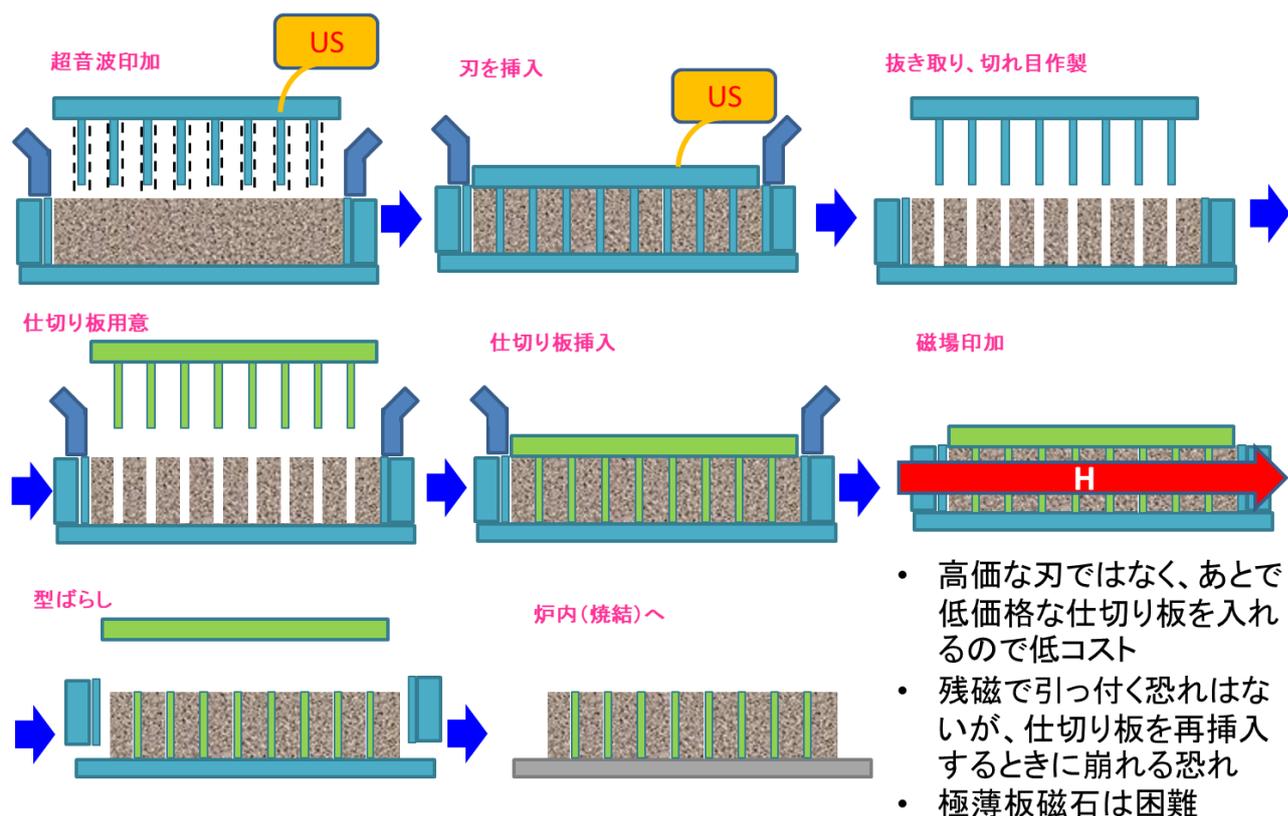


図 60. 切断後、仕切り板挿入による仕切り板切込み法

【仕切り板切込み法の予備実験】

上記の仕切り板切込み法が可能かどうか検証するために、まず、仕切り板（刃）により、充填している磁石粉末に切込みを入れることができるかを調査した。

まず、垂直に切断できるようにハイトゲージを使用し、刃を取り付けて、充填した磁石粉末に降ろし、切込みを入れる。

仕切り板（刃）には超音波を印可する場合と、印可しない方法と 2 種類試す。

以下の図 61 にその装置の外観を示す。



図 61. ハイトゲージを利用した仕切り板切込み装置

詳細な条件は以下のようなになる。

〔実験条件〕

- ハイトゲージに超音波カッターを取付け切断（超音波有り・無し両方）
- 圧粉体厚さは 2mm
- 切り込み刃先端角： 30° ， 60°

〔実験結果〕

上記の切込み装置を用いて、切り込んだ様子を以下の図 59 示す。

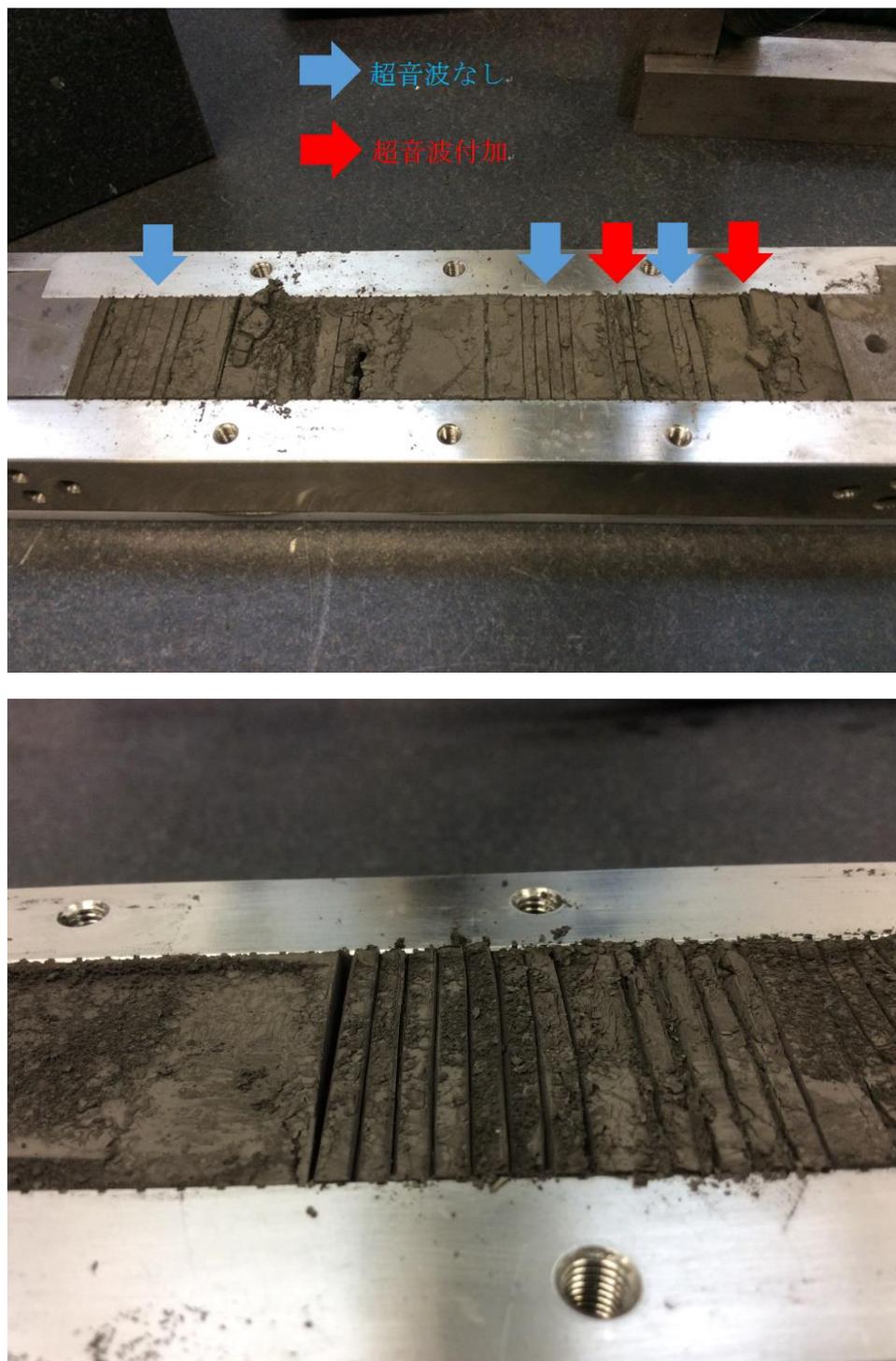


図 62. ハイトゲージを利用した仕切り板切込み後の様子

以下に結果をまとめる。

- 超音波有り・無し、ともに切込みに成功した
- 超音波有の方が抵抗なく、抜き差し可
- 30° 刃のほうが摩擦力は大きく、圧粉体がより強く引き上げられる。
- 等間隔に切断可能。

- 0.5mm厚の刃をモールド溝に合わせて切り込む場合、位置合わせができていなくても刃は溝に沿って入ってゆくの切断時は問題ないが、抜く際は反跳力が加わってクラック発生等の不具合が生ずる。

【ガイドによる安定性の検討】

このままだと、刃の安定性が悪く、刃が動いた時にひび割れの原因になるため、上面にガイドを付けて、仕切り板を差し込むことを検討した。今回はさらに板間幅が小さく幅1mmで行った。

〔実験条件〕

詳しい条件は以下のようになる。

- 切り込み板 0.5mm厚×6枚
- 板間スペース 1.0mm
- ハイトゲージによる同時切り込み
- 酸化紛 ブロック圧粉体密度 3.3g/cm³

以下の図 63 にこの装置の外観を示す。

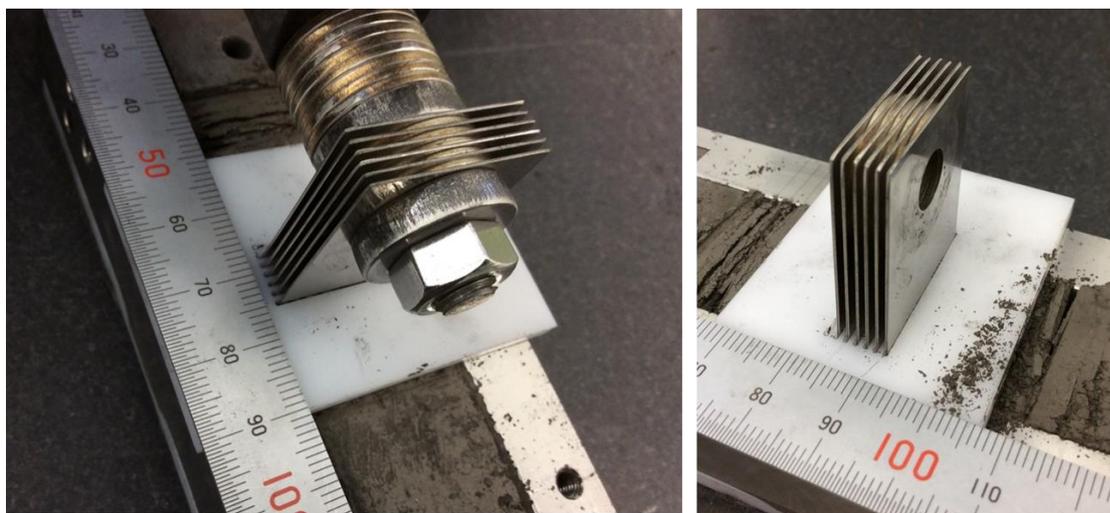


図 63. ガイドを設置した仕切り板切込み装置

【結果】

以下の図 64 に、切り込んだ様子を示す。

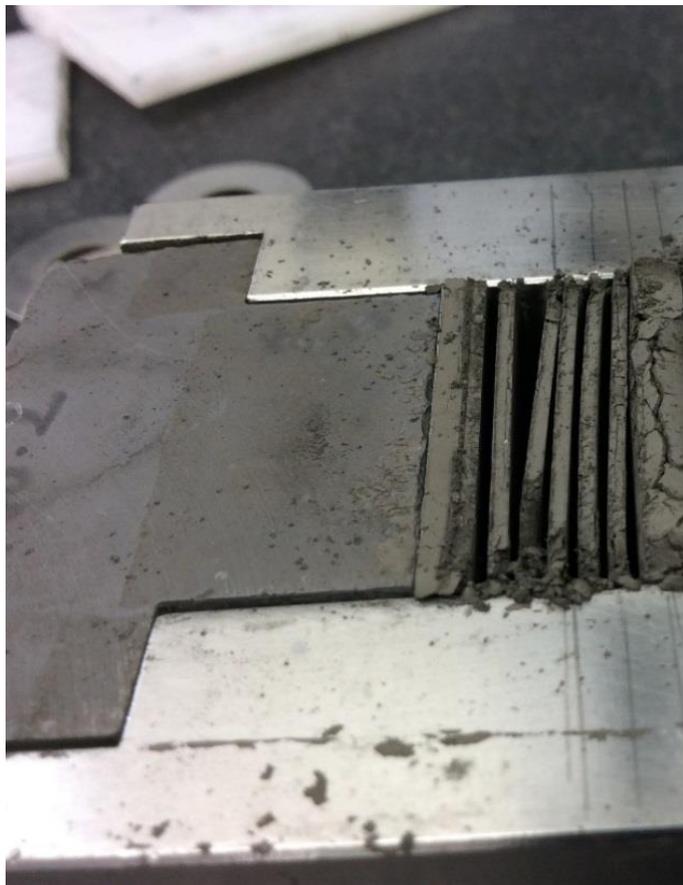


図 64. ガイドを用いた仕切り板切込み後の様子

切込みに成功したが、1枚に崩れが生じた。今回、1mm幅であるが、極薄板は自立しにくいことが明らかになった。仮に自立したとしても、投入時の振動で倒れる可能性があるため、倒れないような対策が必要である。

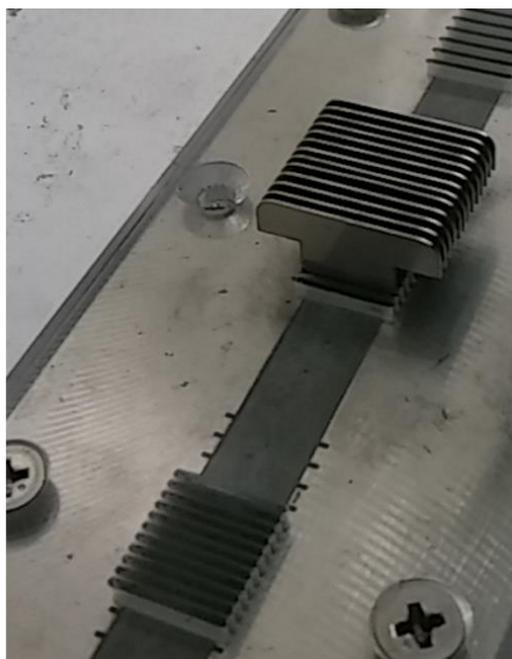
【モールドによる仕切り板切込み実験】

ある程度、問題なく切込みが可能ということが明らかになったので、実際に、モールド（蓋つき）を使用して切込み実験を行った。

モールドは試料の厚さが小さくても自立しやすいように、小型のモールド（蓋つき）を使用し、この溝に仕切り板を差し込み切断を行った。図 65 にモールドを利用した切込みの様子を示す。



小型サンプル用モールド



仕切り板挿入部

図 65. モールド(蓋つき)を用いた仕切り板切込み後の様子

以下の図は、充填後、仕切り板（刃）で切込みをいれ、配向後に型バラシを行ったものである。図 66 に充填と型バラシの様子を示す。

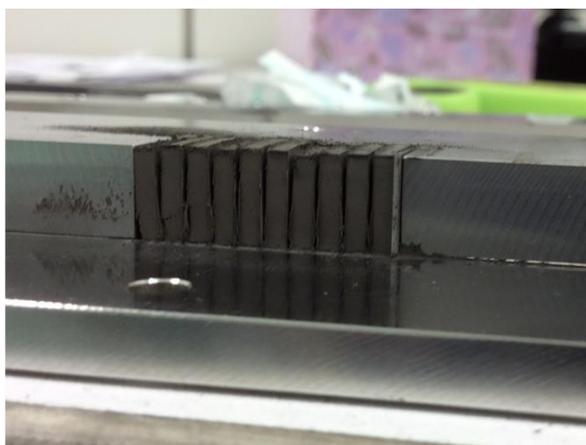
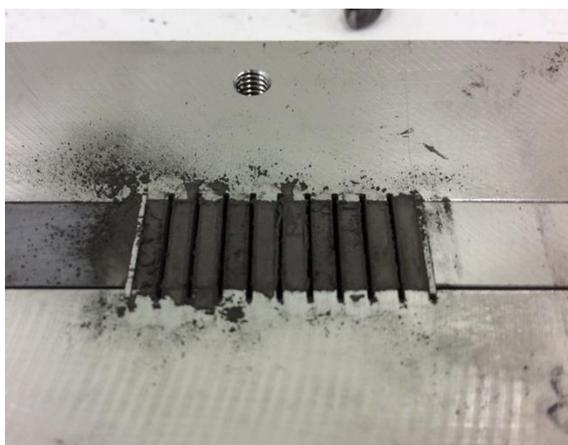


図 66. モールド(蓋つき)を用いた切込み法による充填と型バラシの様子

仕切り板挿入・抜き取り時の抵抗はかなり大きいことが分かった。

また、そのため、仕切り板挿入により、下部の充填密度が高まっていることが推測できる（＝充填の不均一）。また、仕切り板間の隙間が狭くなると、粉末体積に対する、仕切り

板の体積の比率が大きくなるので、仕切り板を挿入することにより大きな密度の上昇を生じる。このため、切込みが困難になる（※初期密度を非常に小さくしなければならない）

以下に切込み法による問題点を示す。

- 下部の充填密度が高まる（充填の不均一）
- 板を入れることの密度の上昇（※初期密度を非常に小さくしなければならない）
- 極薄板は自立しにくい（仮に自立したとしても、投入時の振動で倒れる可能性）
- 仕切り板挿入・抜き取り時の抵抗が大きい
- 抵抗を少なくするため仕切り板を薄くすると、今度は板のソリが問題
- 超音波付加の困難さ
- そもそも、初期粉末投入時の均一充填が可能か？という問題

【板厚の大きなモールドでの切込み法の検討】

試料の厚み（仕切り板間隔）が小さいと自立が困難なので、まずは、 $9\times 9\times 9$ mm-モールド（16 連）において切込み法で作製を行った。以下の図 67 に、その充填時の様子を示す。



図 67. $9\times 9\times 9$ モールドを用いた切込み法による充填の様子

図 64 より、非常にきれいに充填されており、特に問題なく、充填・切込みが可能なが分かった。この圧粉体を焼結した後のサンプルを、以下の図 65 に示す。

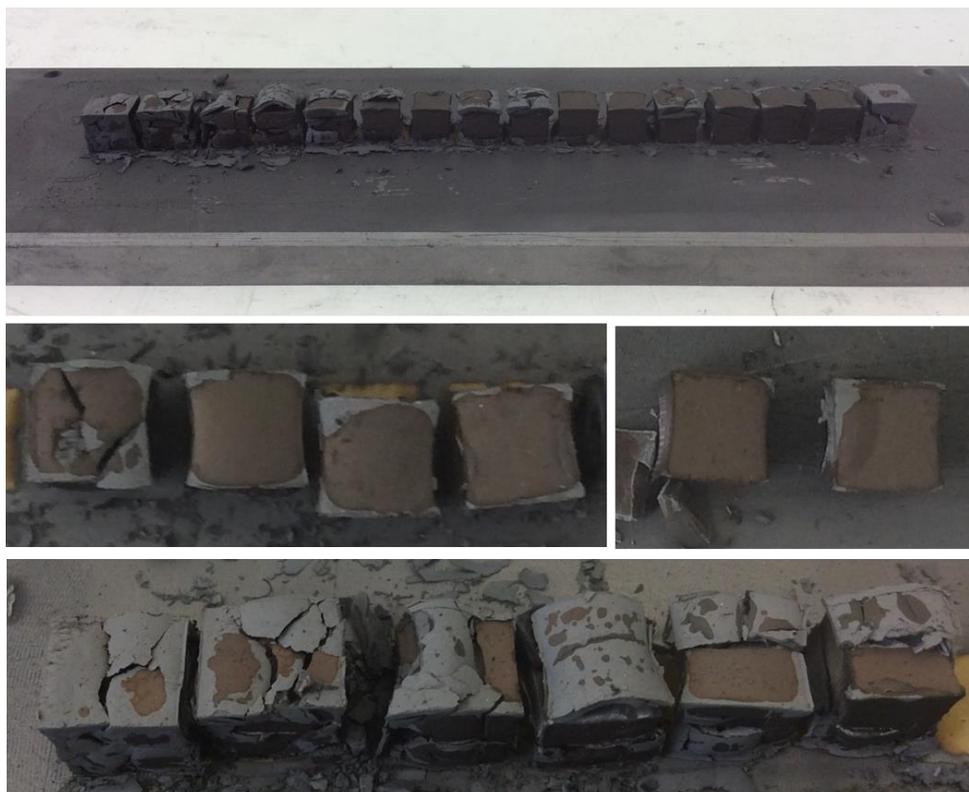


図 68. 9*9*9 モールドを用いた切込み法による焼結後の試料

図 68 に示すように、ほぼすべてのサンプルにおいて、割れ・反りが発生した。原因調査として、充填率の差（＝配向度の差）による反り・割れが考えられるので、京都大学にて、このサンプルの場所（中央・隅・角）による配向度の違いを調査した。

これについては、別項にて詳細を報告する。

【変形対策・充填の最適化の検討】

上記の結果より、変形対策として、充填の均一性を高めるために、以下のことを検討した。

- タッピングの強度修正（弱めのタッピング）
- 仕切り板に潤滑剤（LM）の塗布

【結果】

上記の対策を施した、切込み法による焼結後のサンプルを図 66 に示す。

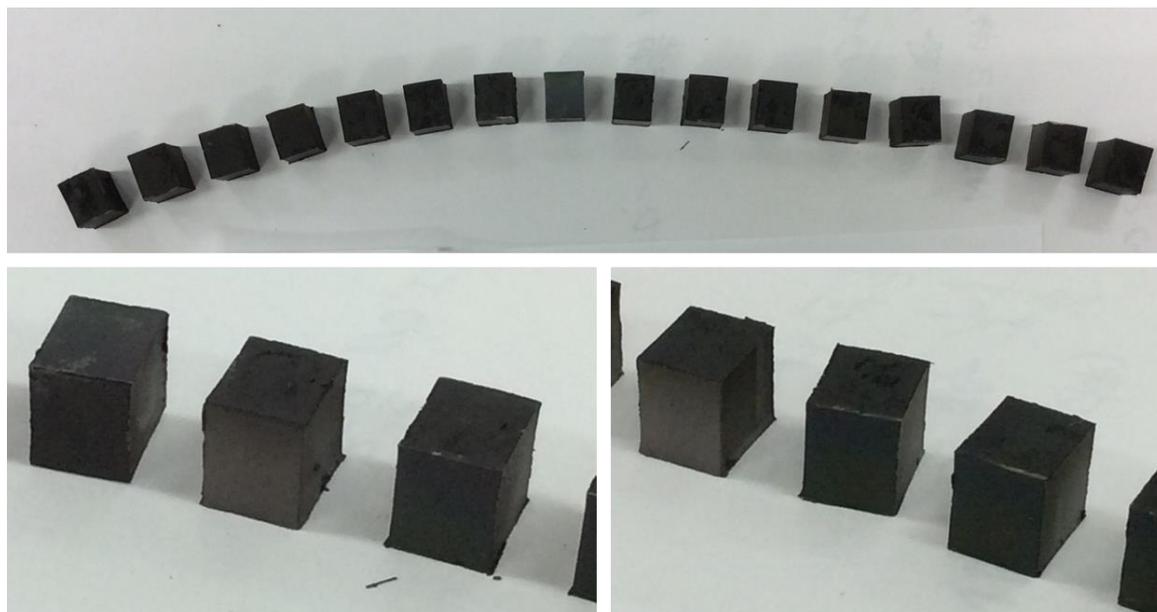


図 69. 変形対策を施した切込み法によるサンプル

変形なく、きれいな焼結体の作製に成功した。 充填強度が高い場合、形状に異常が起こるであることが明らかになった。

【極薄板による仕切り板抜き取り法の実験】

・ 15 連 ($t=10\text{ mm}$) および $9\times 9\times 9\text{ mm}$ は成功したので、極薄板磁石への適用することを検討した。図 70 に極薄板モールド ($t=1.5\text{ mm}$) を用いて充填・型バラシをした様子を示す。

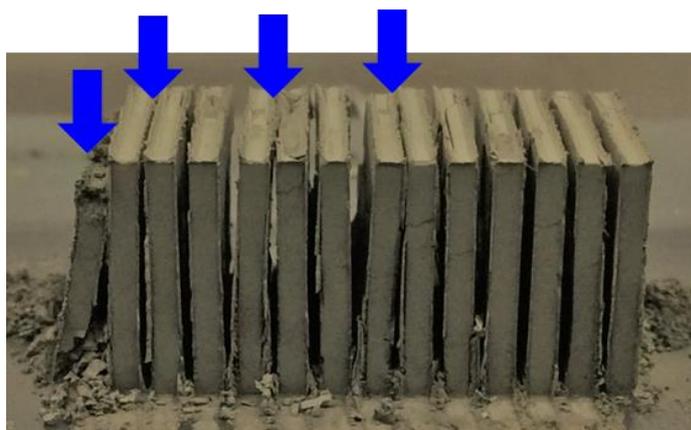


図 70. 極薄板モールド ($d=1.5\text{ mm}$) を用いた切込み法による充填・型バラシ後の様子

図 70 より、青矢印で示したところは圧粉体が倒れ掛かっており、自立の安定性の問題が生じた。仕切り板があれば安定するが、仕切り板を抜くと倒れやすいことが明らかになった。

【粉末挿入による圧粉体の倒れ防止策】

この対策として、仕切り板を抜き取った隙間に、酸化物などの粉末を挿入することにより倒れなくすることを考案した。以下の図 71、72 にその概略図を示す。

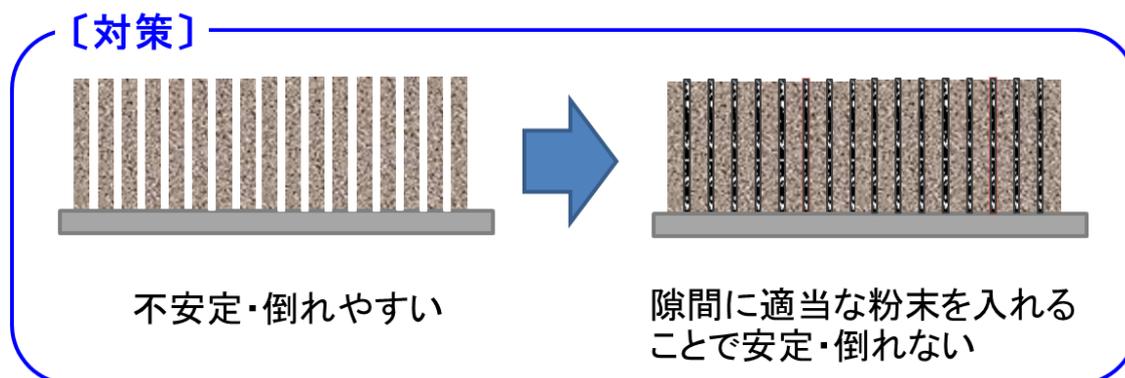


図 71. 粉末挿入による圧粉体の倒れ防止策

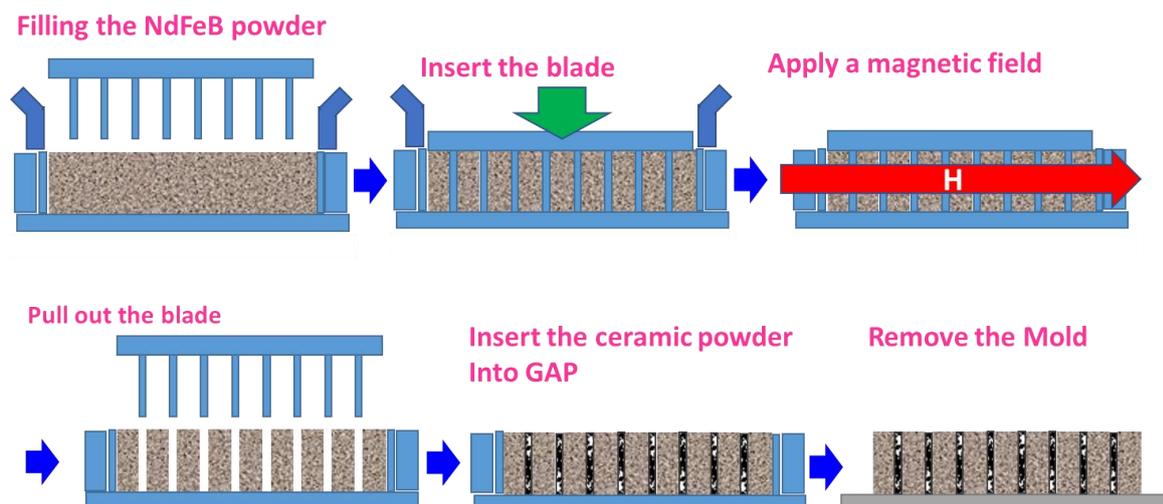


図 72. 粉末挿入による圧粉体の倒れ防止の工程図

上記の倒れ防止対策を検討するのに、極薄板（60 連）の前に、まず 15 連モールド（ $t=10$ mm）で確認実験を行った。

【実験方法】：

方法：15 連モールドにて、充填・配向後、仕切り板を抜いた隙間に粉末を入れて、その後、型バラシをして、自立を保持する

検討粉末：カルシア・アルミナ・Fe 粉（還元粉末）・ステンレス粉（アトマイズ粉末）

〔結果〕

充填をして、配向をした後、仕切り板を抜き取り、隙間にカルシア・アルミナ・Fe 粉・ステンレス粉を挿入し、焼結を行った、焼結後のサンプルを図 73 に示す。左より、カルシア・アルミナ・Fe 粉・ステンレス粉である。



図 73. 倒れ防止対策を施した切込み法による焼結後のサンプル

図 73 より、すべての検討粉末において、NdFeB との引っ付き・反応はなく良好である。

Fe・ステンレスは流動性がよく、横に流れやすい。特にステンレス（アトマイズ）は流動性が良くほとんどが横から流れ漏れて、セパレーターとしては不可である。

アルミナ・カルシアは間に保持されセパレーターとして良好であった。

【7-1 および 7-2. 切込み法を用いた極薄板磁石の作製】

【実験】

〔極薄板磁石への応用〕

切込み法にて、「 $9 \times 9 \times t 9 \text{ mm}$ 」、「 $22 \times 26 \times t 10 \text{ mm}$ 」焼結磁石を作製できたので、極薄板磁石（60 連： $t=2 \text{ mm}$ ）の作製へ適用することを検討した。これは、テーマとしては 1-3 と 1-4 を合わせたテーマとなる。

以下に、 $9 \times 9 \times$ 厚さ 1 mm の試料を充填、配向後、切込み法で隙間にアルミナや Fe 粉末を投入し、型バラシ後にそのまま焼結を行った。充填時を図 74、焼結後の様子を図 75 に示す。

〔充填時の試料〕



図 75. $9 \times 9 \times$ 厚さ 1 mm モールドにて、充填後、隙間に Al_2O_3 を投入後の様子

〔焼結後の試料〕



図 76. 9×9×厚さ 1 mm モールドにて、隙間に Al₂O₃ を投入した焼結体

図 73 より分かるように、充填時にすでにひびが発生している。

図 75 より、焼結後は割れが発生し、ほぼ全滅と言えるほど、原形を保っていない状況であった。

〔割れ・ヒビの原因調査〕

60 連モールド切込み法で作製を試みた。

スペーサーとなる粉末にはアルミナ (Al₂O₃) を用いた。

充填後の様子を以下の図 77 に示す。



切込み法で、仕切り板を抜き
Al₂O₃ を隙間に挿入

図 77. 60 連モールド (d=2 mm) にて、充填後、隙間に Al₂O₃ を投入後の様子

拡大図を以下の図 78 に示す。

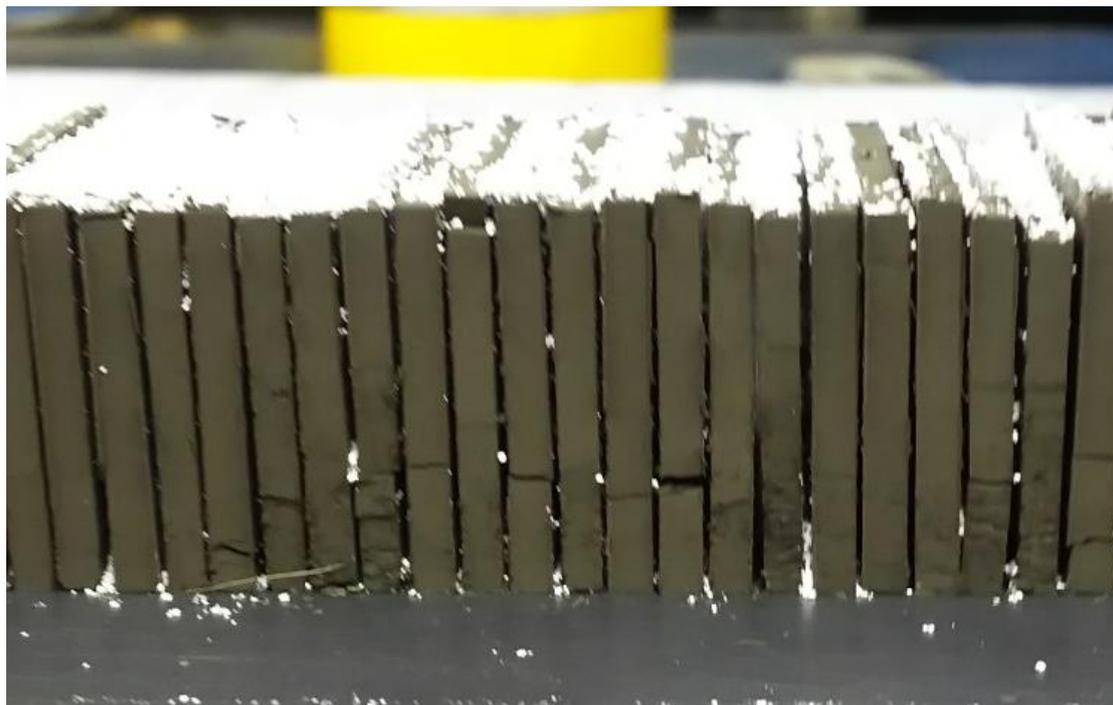


図 78. 60 連モールド (d=2 mm) にて、充填後、隙間に Al2O3 を投入後の様子 (拡大図)

図より分かるように、いたるところにひびが入っているのが確認できる。
ひびの状況が分かるように、圧粉体を一枚ずつ倒して、面の様子を確認した。

以下の図 79 にその状況を示す。

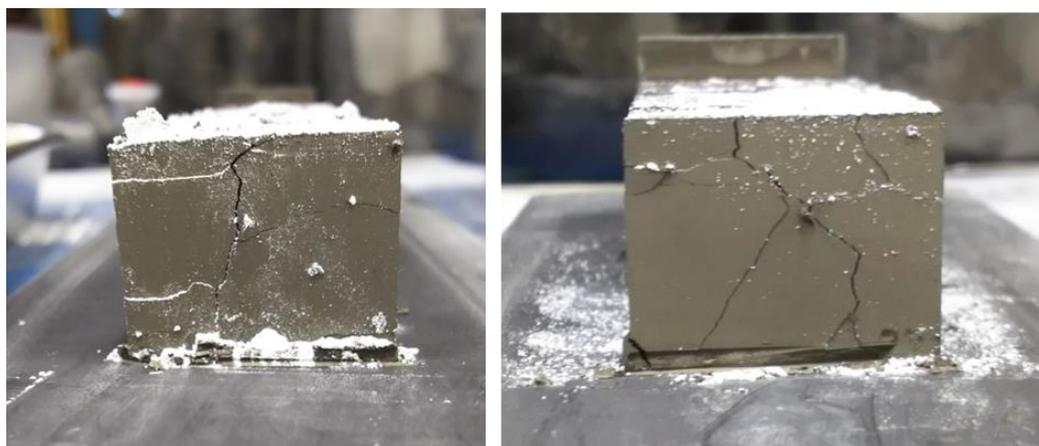


図 79. 60 連モールド (d=2 mm) にて、充填後、隙間に Al2O3 を投入後の様子 (面の様子)

上記の図 79 で示すように、ほぼすべての圧粉体の内部にヒビが発生した。

これは、仕切り板の抜き取り時の抵抗・衝撃などでひび割れ形成されたものと推測できる。

これらの結果より、極薄板磁石の切込み法での作製は、割れ・ひびが入り、作製は現状では困難ということが明らかになった。

今後この割れを防ぐために、以下のような対策が必要と思われる。

【対策】

- 仕切り板を垂直に抜き取り、板のガタツキの衝撃を抑え、ひび割れを防ぐ
- 抵抗の少ない板（テフロン製など）を検討
- 基本的には、極薄板は「板あり法」での作製で行く
→仕切り板を繰り返し使えるように条件を検討（低コスト化）

現状では、切込み法が困難なので、従来法である板有り法での極薄板の作製が必要である。また、低板厚を求める社会のニーズから、更なる低板厚へのチャレンジも必要である。

【8-1. 極薄板磁石の作製の検討】

これは、までに 1.6 mm の板厚の磁石を作製ができたが、社会のニーズはさらに薄いものを求めており、今回さらに薄い板磁石の作製を検討した。

切込み法が困難なので、従来からの仕切り板有りの方法で作製した。

使用したのは、モールドのセグメントの厚さが 1 mm のモールドで、これを用い、薄板磁石を作製した。焼結後の試料を図 80 に示す。



図 80. $t=1$ mm モールドで作製 ($9 \times 9 \times 1$ mm) した薄板焼結体

〔9×9×t1 mm (104 連) サンプルテスト結果〕

割れ無し	11pc(11%)
1 mm未満クラック	53pc(51%)
1mm以上のクラック (充填時上面の割れ)	27pc(26%)
仕切り板とのくっつき	13pc(12%)

この焼結体の厚さは $t = \text{約 } 0.77 \text{ mm}$ であり、1 mm以下の薄板の作製に成功した。

完全体の歩留まり 11%、1 mm程度の微小クラックまでなら 62%の歩留まりであった

一般的に磁石の加工業者では、割れや歩留まりの悪化から、2 mm以下の板厚の磁石の作製はしていない。

今回、1 mm以下の磁石が作製できたことは、世の中にまだできていないものを、世に投入することになり、新規の小型のプロダクトを生み出す原動力になると思われる。

【8-2. 積層磁石の検討】

切込み磁石の本来の目的は渦電流を抑える磁石を作ることである。

電動自動車にはモーターが使用されるが、磁石をモーターに使用する場合、磁場の変動に伴う渦電流が発生し、その渦電流によりジュール熱となり、エネルギーロスが起こり、効率悪化につながる。また、このジュール熱により磁石自体の温度も上昇することにより、磁気特性も悪化し、この理由によってもエネルギー効率が悪くなり、自動車としての燃費の低減につながる。そのため、渦電流によるジュール熱を抑える必要があり、切込みや絶縁層による分断化する必要がある。

切込みにより、絶縁層を設け絶縁を取る予定であったが、もちろん絶縁物による分断でも問題はない（※この樹脂の絶縁層が切込みと見なすことができる）。このことは提案書にも記載済みである。

今回、極薄板磁石の作製がNPLP法で可能となったので、極薄板を作製し、それを樹脂等の絶縁物で貼り合わせることによって、積層磁石を作製する。

これまで作製した磁石の配向方向は、面直方向（図 A）であるが、積層磁石を作るときは、薄電流を抑えることが目的であるため、配向方向に対し平行に分断されていなければならない（図 B）。そのため、配向方向は面内方向となる。この面内方向で作製したことがないため、反り・割れ等がおこらないか、検討する必要がある。

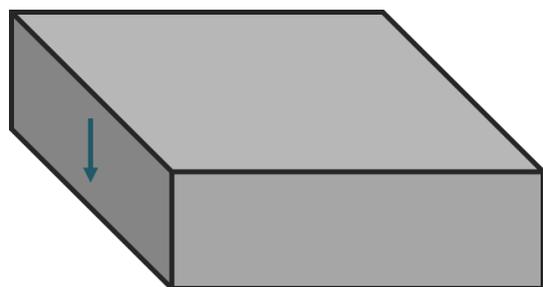


図 A：従来の磁石の配向方向
（面直方向）

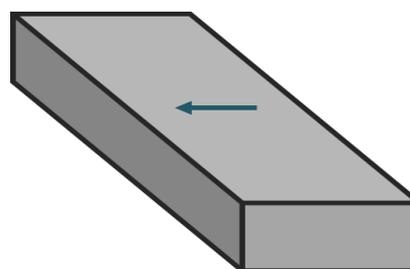
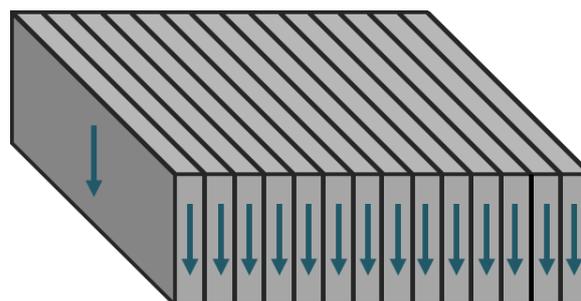


図 B：積層用磁石の配向方向（面内方向）



貼り合わせ積層磁石

図 81. 従来の磁石と積層磁石の配向方向

〔モールドの設計〕

渦電流損失を抑えるには、薄板磁石を積層して磁石にする必要がある。この積層磁石に用いる薄板磁石の厚さであるが、渦電流損失は板厚 $d=2$ mm以下で大きく減少することが分かっている。したがってモールドを設計するときには焼結後に磁石の板厚が 2 mm以下になるように留意する必要がある。

以下に、そのモールドの設計図を示す。配向方向に対し垂直な方向には約 80%に縮むため、 $d=2.5$ mm以下にする必要がある。

また、モールドの大きさは、コイルの内径が 100 mmであるから、これに入る最大のサイズにした。

以下にモールドの設計図 82 を示す。

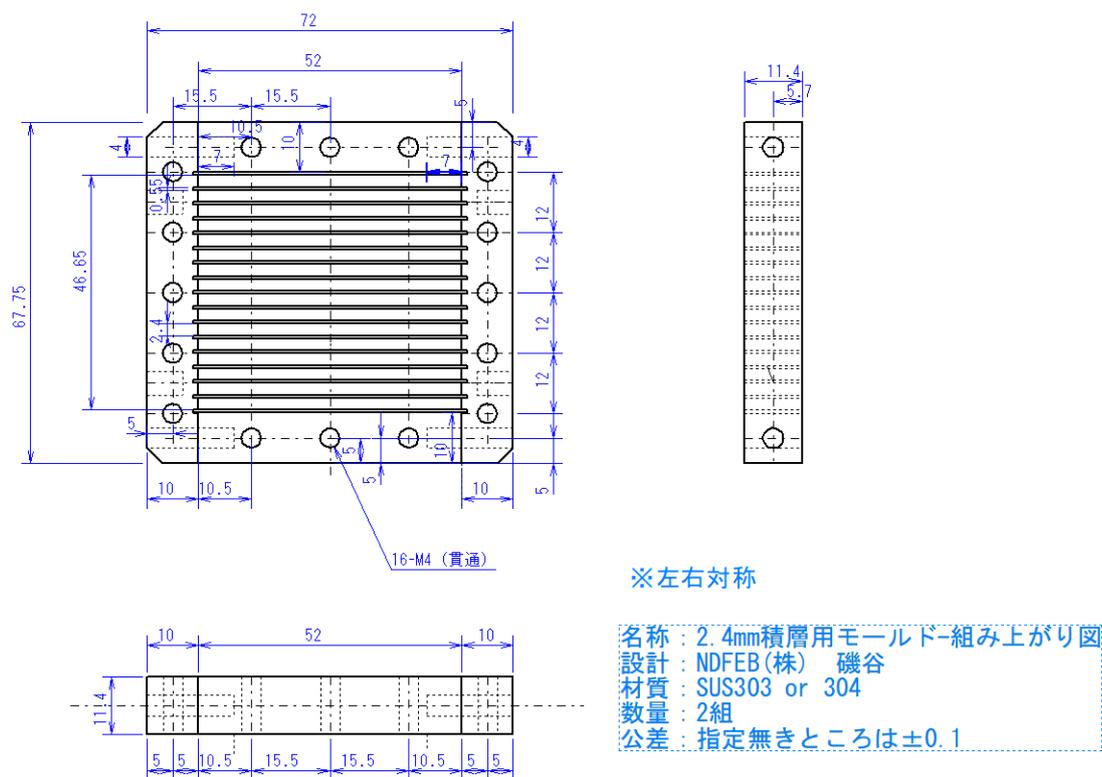


図 82. 2.4 mm幅-16 連積層モールドの設計図

このモールドに加え、スペーサー、プッシャー、蓋、溝入蓋、型バラシ機、仕切り板などを設計し、作製した。以下の図 83 にその外観写真を示す。



図 83. 作製した 2.4 mm幅-16 連積層モールド

〔実験〕

モールドに NdFeB 粉末を $3.45\text{g}/\text{cm}^3$ 充填し、その後、4T で配向後、 990°C で焼結を行った。この配向であるが、積層用のモールドは、モールドの大きな面に対し、垂直な磁場がかかる。このため、渦電流半径が大きくなり、大きな渦電流が流れる。

モールドの接合面で、スパークが起こり、モールド及びノックピンが焼き付くという現象が見られた。

この渦電流防止のため、モールドの接合面にカプトンテープを貼り、電流が流れないようにした。

その後、モールドやノックピンが焼き付くという現象は収まった。

この焼結体の外観写真を、図 84 に示す。上から見た様子を図 85 に示す。

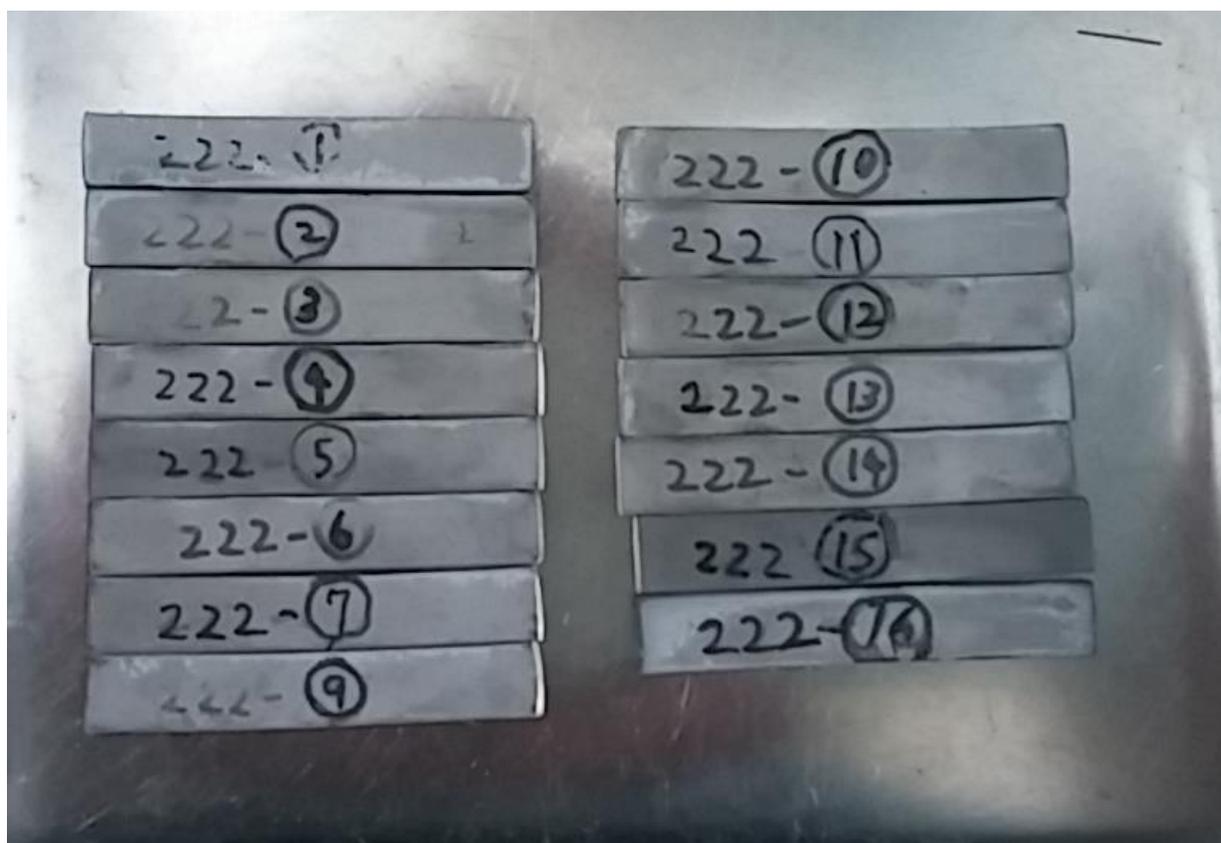


図 84. 2.4 mm幅-16 連積層モールドで作製した薄板磁石サンプル

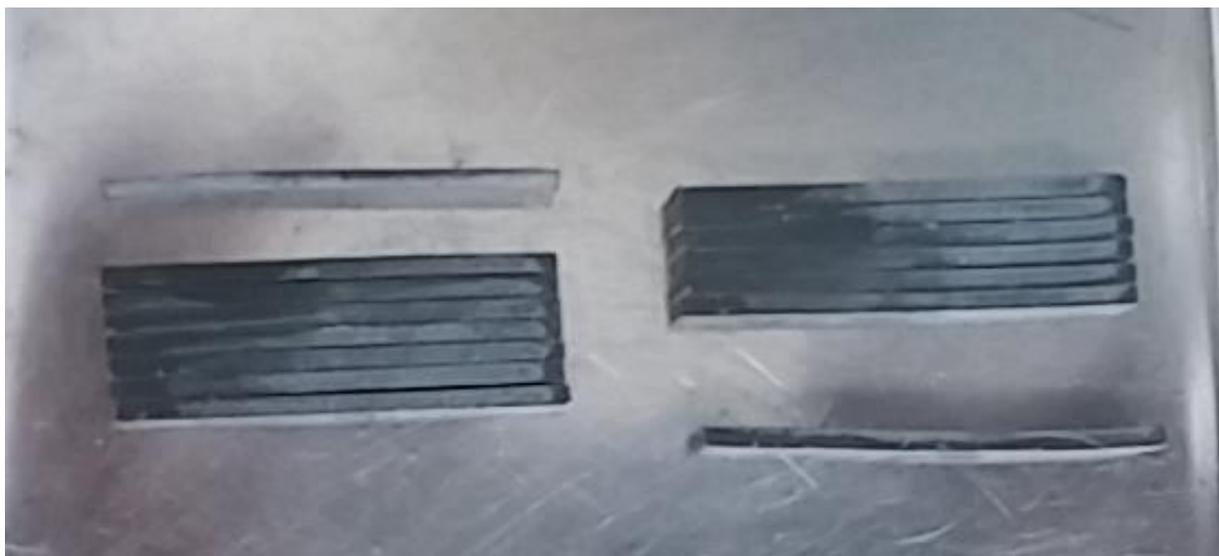


図 85. 2.4 mm幅-16 連積層モールドで作製した薄板磁石サンプル

図 85 より、隅の 2 枚が大きく反ったが、あとの 14 枚は反り・割れ等はなかった。積層体を作るために、磁石 6 枚を樹脂で貼り合わせた。

樹脂は高強度で耐熱性が良く、電気絶縁性も良好なポリイミド (PI) を選択した。

このポリイミドはファインケミカル社の「ポリイミドワニス」という製品であり、スプレー後、200℃以上で加熱することにより、硬化させることができる。図 82 に接着した磁石の外観を示す。

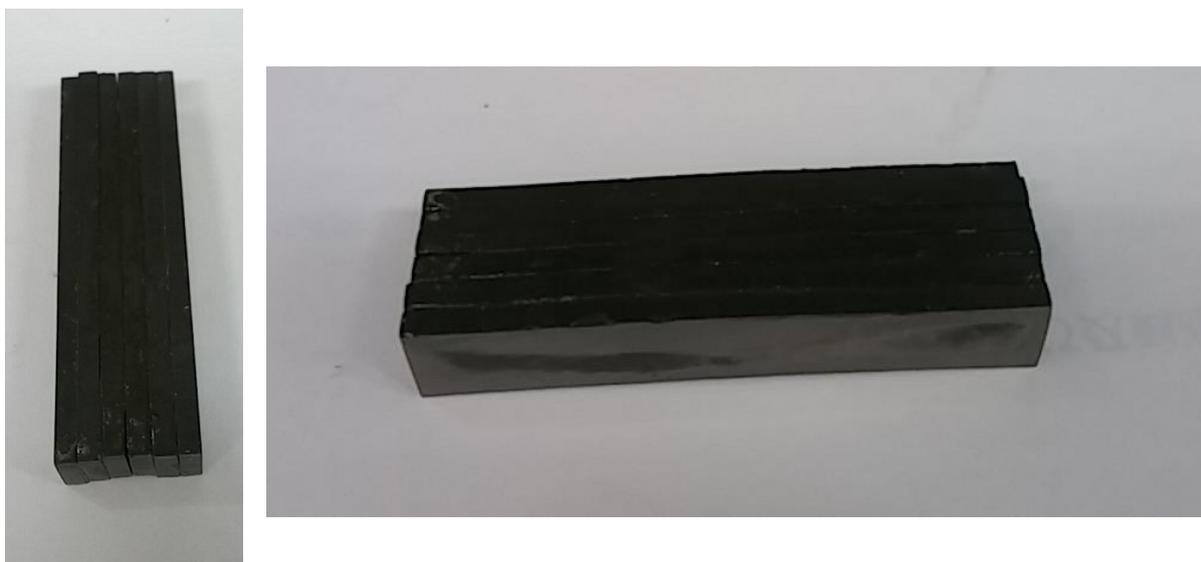


図 86. 16 連積層モールドで作製した薄板磁石を貼り合わせたサンプル

〔磁気特性〕

この積層体であるが、貼り合わせの樹脂量が多いと、非磁性体の比率が多くなるので、磁気特性が悪くなる。

この劣化を抑えるため、樹脂量は限りなく落とし、非磁性層の厚みを小さくしている。

6枚貼り合わせによる厚みの上昇は0.1 mm以下でノギスで検出できなかった。

仮に0.1 mmだとすると樹脂の厚みは約0.1 mm/5層=0.02 mm (=20 μ m)となる。

磁石の厚みは約2 mmなので、樹脂層の体積比率は100分の1(1%)以下となる。

この積層磁石を切り出して、パルスBHトレーサーで磁気特性を取得した。

図 83 にこの焼結磁石の磁気特性を示す。

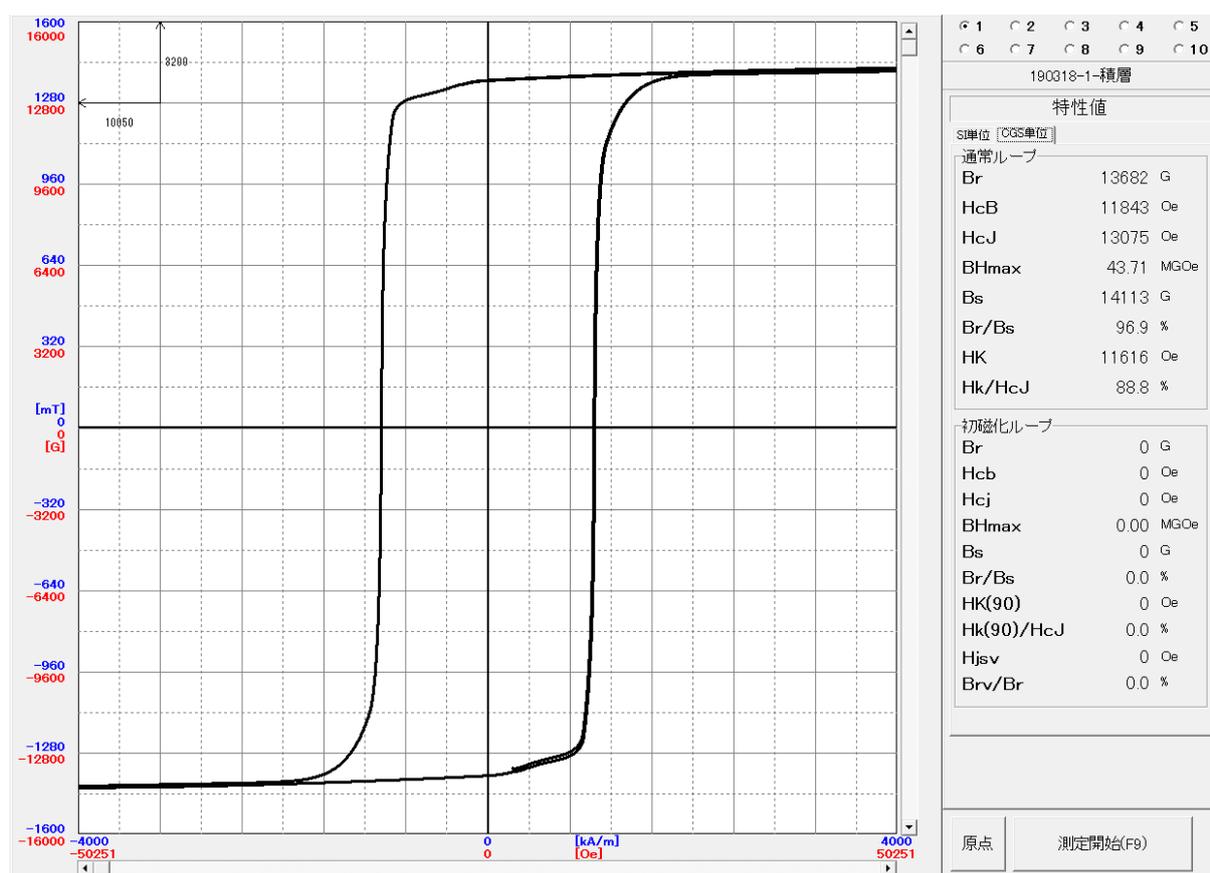


図 87. 16 連積層モールドで作製した薄板磁石を貼り合わせたサンプルのヒステリシス曲線

Br=13.6kG、Hcj=13.1kOe、Hk/Hcj=96.9kOe と、通常の NdFeB 磁石のレベルにほぼ等しく、劣化や問題は発生しないことを確認した。

〔比抵抗〕

渦電流を抑えるためには物質そのものの比抵抗を上げるか、渦電流半径が小さくなるように、分断するしかない。今回は、NdFeB 自身の比抵抗を上げることは不可能であるため、渦電流半径を小さくするように分断しているのであるが、この板間の絶縁がしっかりとれている必要がある。

この積層体の比抵抗を取るために、テスターにて、抵抗測定を行った。

また、比抵抗を正確に取るために、積層体の電極を接触させる端面は研磨してある。

測定の結果、抵抗値は 12MΩであり、渦電流を抑えるには十分すぎる抵抗であった。

磁石の寸法は 7.5 mm×45 mm×t13 より、比抵抗は

$$\rho=RS/L=12M \cdot 0.75 \cdot 4.5/1.3=31.15 \text{ M}\Omega\text{cm}$$

となる。

〔小括〕

上記の結果より、磁石内に発生する渦電流のエネルギーロスを抑えることができ、モーターの低損失化（＝低消費電力化・高効率化・高燃費化）することが可能な磁石の作製に成功した。また、モーター内の磁石の温度上昇を抑えることが期待でき、高特性の状態で使用可能となり、モーターの性能が上がり、それと同時に、原料として省ディスプレイウム化でき、これによる低コストと高特性化が可能となる効果をもたらす。

また、一般の加工業者では、t=2 mm以下の磁石の加工はできない。仮に技術的に可能だとしても、大きなコストがかかってしまう。実質、従来の技術では積層体を貼って、積層磁石を作製するのは、量産的にコストの面で不可能であり、積層磁石の実用化を阻んでいた。

本研究成果により、面内方向の薄板を簡便に作製でき、積層磁石を低コストで作製できるようになった。

上記の結果は、例えば、電気自動車という観点からは、この技術により、モーターを高出力・低価格・高効率化でき、電気自動車の価格を抑え、航続距離または燃費が良くなるという効果をもたらすことが推察される。

【8-3. 極薄板磁石量産対策：仕切り板の繰り返し実験】

〔目的〕

切込み法の検討から、極薄板は仕切り板を抜いてしまうと、割れ・ヒビの原因となってしまうので、仕切り板有り（従来法）による作製しか現在のところ選択肢がない。ここで懸念されるのは、極薄板の板有り法による作製は、非常に多くの仕切り板を使うので、それによるコストアップが懸念される。

コスト低減のためには、繰り返し使用ができると、大きなコスト削減につながる。

これは単純に、仕切り板が2回繰り返し使用できるなら、仕切り板のコストは半分、10回使用できるなら、コストは10分の1になり、ほとんど問題にならなくなる。

そこで、仕切り板の繰り返し使用が可能かの検証するために実験を行った。

〔予備実験〕

以下の図 88 は、繰り返し5回使用した仕切り板である。（1000℃×3h 真空焼結）

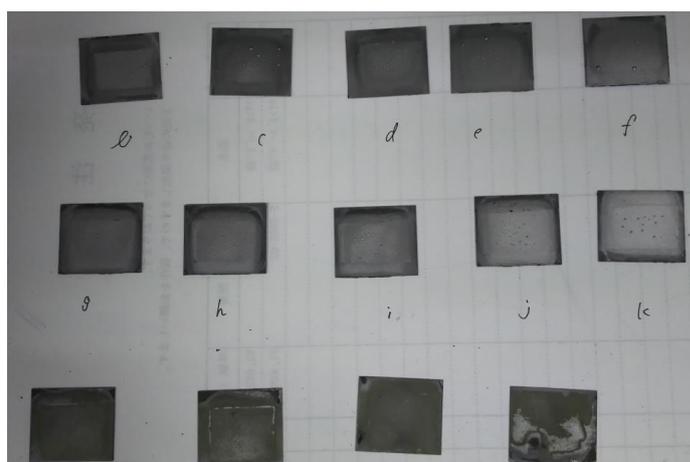
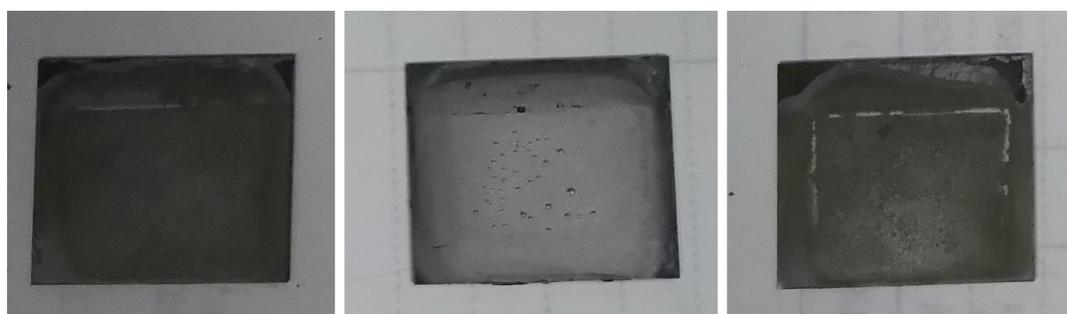


図 88. 5回繰り返し使用した仕切り板



問題なし

水滴状の付着物

磁石粉末等の付着物

図 89. 5回繰り返し使用した仕切り板（拡大図）

図 89 より、水滴上の付着物や磁石粉末等の付着物が張り付いているのが分かる。

このままでは、焼結体の表面が荒れたり、引っ付いたり、繰り返し使用に問題を引き起こすことが予想される。

そこで、いろいろな表面処理を行い、付着物が付かない条件の探索を行った

〔実験方法〕

仕切り板の材質の種類・表面処理条件・焼結条件については、以下の条件を検討した。

○仕切り板の材質

- SUS304
- Fe-Si (ケイ素鋼板)
- Fe (SS400)

○表面処理（塗布）、

- シリコンオイル
- ステアリン酸亜鉛
- ラウリン酸メチル
- ヤスリ（エミリー紙）による研磨

○焼結条件

1000℃×3h-VAC で焼結し、板は使用可能な状態なら 10 回まで繰り返し使用する条件で検討を行った。

〔結果〕

以下に 5 回焼結を繰り返した後の焼結体と仕切り板の外観写真を図 85～87 示す。



図 90. 5 回繰り返し使用した仕切り板 (SUS304+Si オイル)

SUS304

- ・ シリコンオイル塗布

1-3 : SUS304 ・ 塗布量少ない

4-7 : SUS304 ・ 塗布量多い

8-9 : Fe (SS400) ・ 塗布量少ない

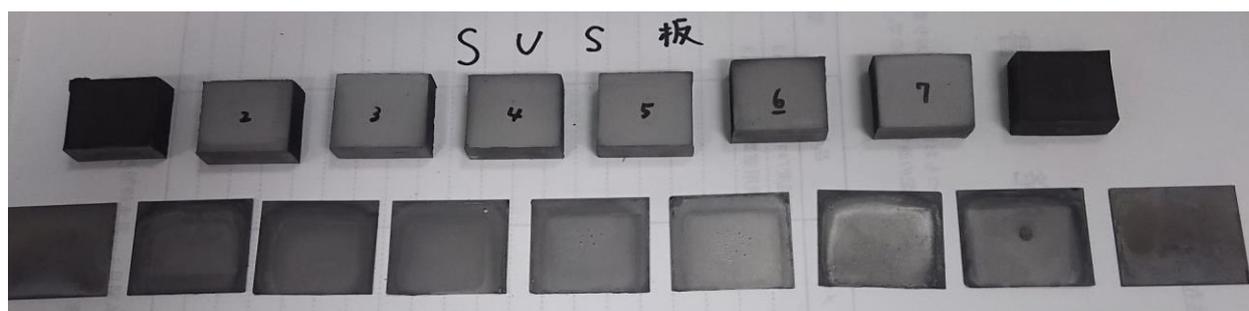


図 91. 5 回繰り返し使用した仕切り板 (SUS304)

SUS304

- ・ 1-3 : LM 塗布 ・ 掃除無し
- ・ 4-6 : LM 塗布 ・ 掃除有り
- ・ 7-9 : LM 無し ・ 掃除無し

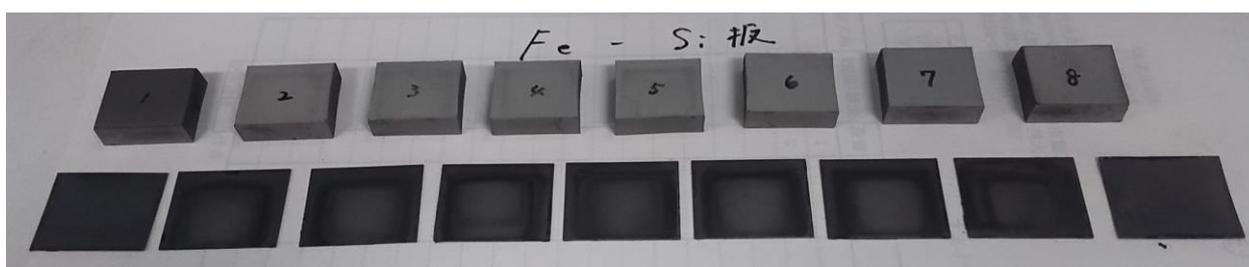


図 92. 5 回繰り返し使用した仕切り板 (Fe-Si)

珪素鋼板 (Fe-Si)

- 1-3 : LM 塗布・掃除無し
- 4-6 : LM 塗布・掃除有り
- 7-9 : LM 無し・掃除無し

図 92 より、シリコンオイルによる処理は、表面に付着物がたくさんつき、何も処理しないものより悪化する。

図では分かりにくいですが、SUS304 の処理なし、また LM 有りがつ研磨ありの仕切り板は、多少の付着物が付いた。図は示していないが、Fe の板は SUS や Fe-Si に比べ、付着物が多くつく傾向にある。

〔繰り返し使用（焼結）による板厚の変化（～5 回繰り返し）〕

繰り返し使用における、仕切り板の変化を見るために、繰り返し使用した仕切り板の厚さの変化を図 93-94 示す。横軸に使用回数、縦軸に厚さを示している。

〔SUS304〕

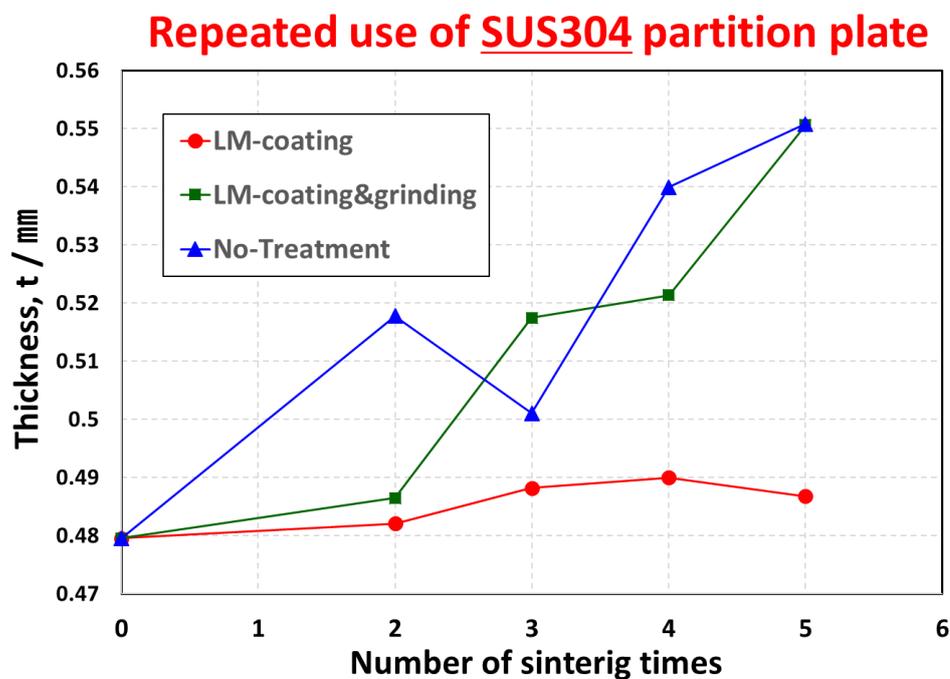


図 93. 5 回まで繰り返し使用した仕切り板 (SUS304) の板厚の変化

〔珪素鋼板 (Fe-Si) 〕

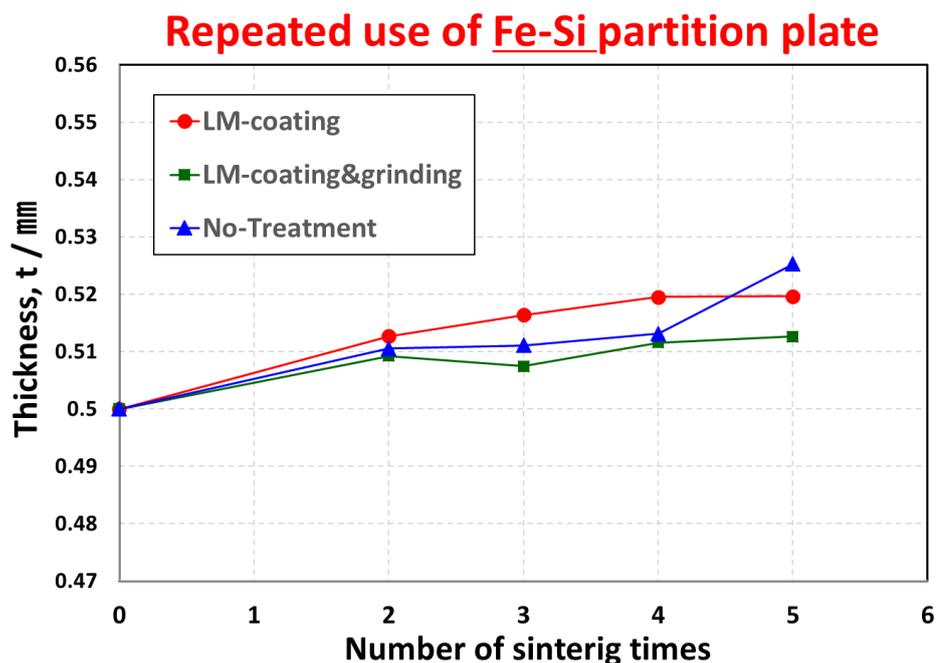


図 94. 5 回まで繰り返し使用した仕切り板 (Fe-Si) の板厚の変化

図より、繰り返し使用により、板厚が上昇していくのが分かる。

SUS については、処理なし、LM 塗布 & 研磨有りの仕切り板の板厚が大きく上昇した。

また、LM 塗布・研磨無しについては、大きな板厚の上昇は見られなかった。

珪素鋼板 (Fe-Si) についてはどの表面処理でも比較的大きな板厚の上昇は見られなかった。

珪素鋼板については、表面処理なしでも、比較的良好な値を示し、量産に向いていると思われる。ここまでの結果を以下の表に示す。

板の材質	表面処理	表面状態	板厚 (mm)
SUS304	処理無し	△	△(0.070)
	シリコンオイル塗布	×	×(0.173)
	LM 塗布・研磨無し	◎	◎(0.006)
	LM 塗布・研磨有り	△	△(0.070)
	ステアリン酸亜鉛	×	×(0.110)
珪素鋼板 (Fe-Si)	処理無し	◎	◎(0.025)
	LM 塗布・研磨有り	○	◎(0.013)
	LM 塗布・研磨無し	○	○(0.019)

上記の表より、SUS304 の LM 塗布・研磨無しの仕切り板の条件が最も良かったので、この条件において、10 回の繰り返し実験を行った (n=3)。

以下にその結果を図 95 に示す。

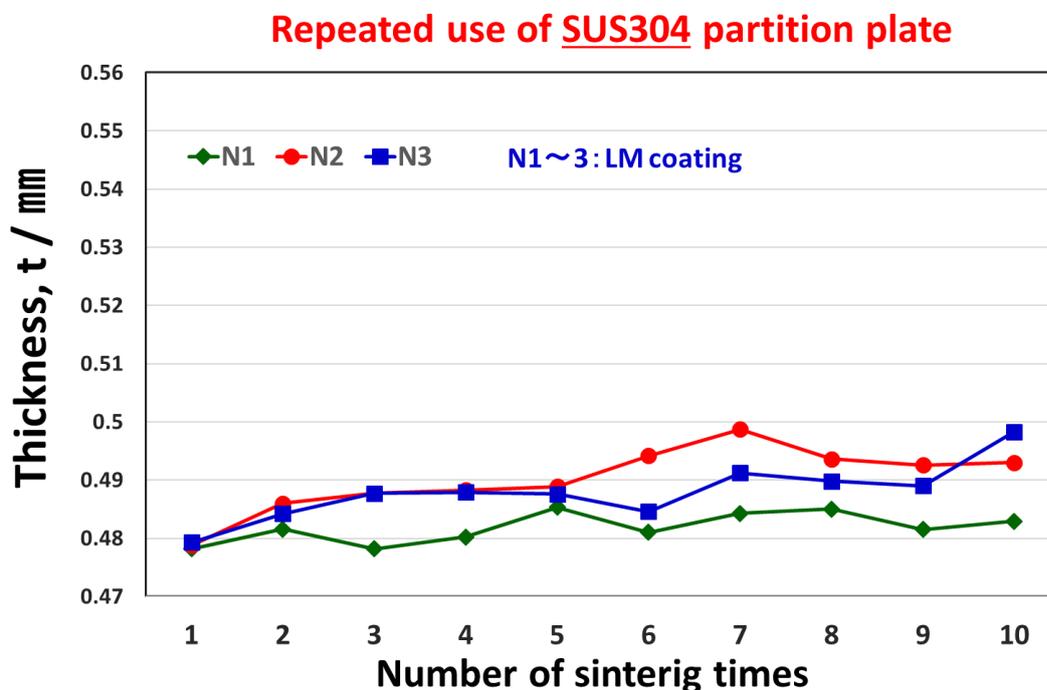


図 95. 10 回まで繰り返し使用した仕切り板(SUS304)の板厚の変化

板の材質	表面処理	表面状態	板厚(mm)-10 回後
SUS304	LM 塗布・研磨無し	◎	◎(0.0114)

図 95 より、10 回目でも板厚の上昇は 0.01~0.02 mm 程度であり、使用にはほぼ問題ない。これにより、SUS304・LM 塗布・掃除無しの条件で、10 回以上の繰り返しでも問題なく使えることが明らかになった。

【小括】

- ・ 仕切り板の繰り返し使用を検討し、SUS304・LM 塗布・掃除無し板が一番良い
- ・ 10 回以上の繰り返しでも問題なく使えることが明らかになった。
- ・ これにより、NPLP にて板状の磁石、特に 2 mm 以下の極薄板を作るときに、仕切り板の大きなコストダウンすることが可能になった。

【9. 均一性評価法の確立】

〔研究開発の概要〕

近年、NdFeB 焼結磁石の需要が拡大しており、2015 年に世界需要は 10 万トン/年に達し、10%/年で増加すると予測される。特に、NdFeB 焼結磁石は、情報機器・家電製品・電気自動車など幅広い製品に用いられるため、用途に合わせて、多彩な磁石形状が求められ、低コストで形状の自由度の高い磁石製造法の確立が求められている。また、車やコンプレッサーでは静粛性が重要であり、これらは磁石の磁気特性のバラツキにより、偏心が起こり、モーターの唸り・騒音の原因となるため、磁気特性の高度な均一化が求められている。

平成 28 年度は、磁石の均一性を評価するための定性的あるいは定量的な方法を確立するため、新 PLP 法 (N-PLP 法) を用いて作製された磁石を対象に、EBSD-IQ Map/IFP Map を利用して、結晶粒径分布や結晶粒配向性などの材料組織学的因子と磁石性能の関係を調査した。その結果、結晶粒径分布や結晶粒配向度から磁石性能を予測できる可能性の有ることが判明した。

平成 29 年度は、EBSD を用い、同一試料・同一ロットの場所による配向度・粒径の評価や、配向度の異なるサンプルの評価を行い、磁気特性の結果と整合性が取れることを確認した。図 96 に EBSD の結果と磁気特性の結果を比較した図を示す。

これにより、EBSD 分析によって、信頼性をもって評価できることが明らかになった。

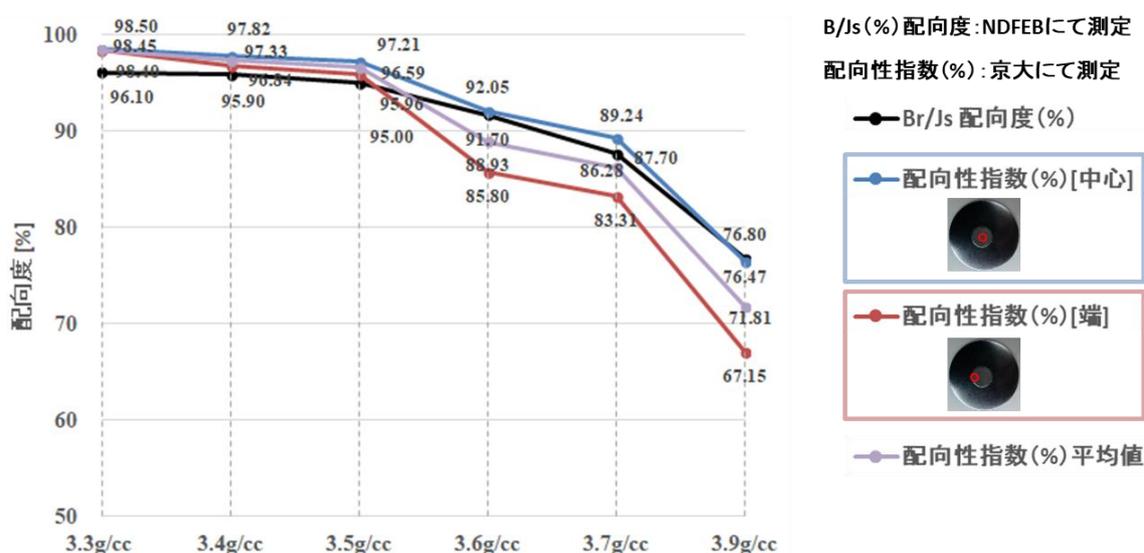


図 96 EBSD の結果と磁気特性の結果

また、瓦型や超薄型磁石は、磁気特性の取得が困難であるが、これらの手法を用いることにより、磁気特性を取らなくても、評価できることが明らかになった。

平成 30 年度はさらに上記の研究の検討を進め、薄型や瓦型磁石、磁気特性の取得ができなかった特殊形状の磁石（切込み磁石[極薄板]、切込み磁石）において、上記の手法を用いて取得し、磁気特性として評価を行い、これから多様化していく磁石形状に対して磁気特性を予測していくことが可能になった。

以下の図 97、98 は瓦型磁石と極薄型磁石の配向度評価の結果である。

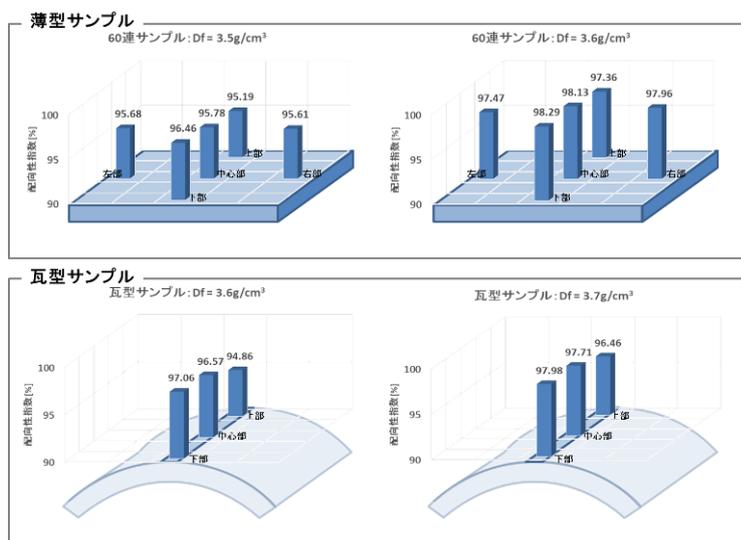


図 97 薄型サンプルと瓦型サンプルの配向度比較グラフ

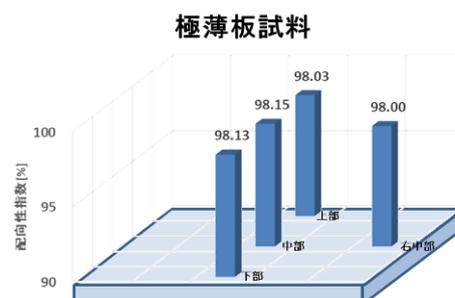


図 98 極薄板試料の配向度比較グラフ

●NDFEB の作製した薄型・瓦型サンプルにおいて以下のことが分かった。

- 1) 配向度はすべて 95%以上の大きな値を示した。特殊形状のため磁気特性がとれず懸念されていた配向度は問題ないことが明らかになった。これまでは、充填密度が低いほど配向性が高い傾向をしていたが、薄型・瓦型サンプルにおいては逆の傾向を示すことが分かった。
- 2) 薄型・瓦型サンプルともにサンプル内の上部よりも下部の方が、配向度が高くなることが分かった。この事からも、充填密度が低いほど配向性が高い傾向とは逆の傾向を示すことが分かった。

以下図 99 は切込み磁石の変形に対する原因調査である。変形のある試料と無い正常試料の配向度を比較した。

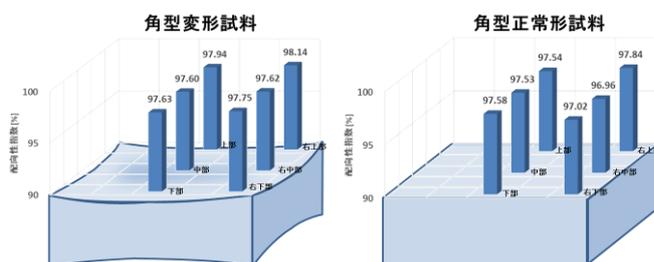


図 99 角型変形試料と角型正常試料、配向度比較グラフ

●NDFEB の作製した切込み磁石[極薄板]、切込み磁石（角型変形試料、角型正常試料、仕切り板先入れ試料と仕切り板後入れ試料）において以下のことが分かった。

- 1) 極薄板試料において比較的均一で配向度の高い試料を作製することができたと考えられた。
- 2) 角型変形試料と角型正常試料において角型正常試料より角型変形試料のほうが、配向度のバラツキが大きいことが分かった。
 - ・角型変形試料においてサンプルの形状が、凸形状となっているところは比較的配向度が高くばらつきがあり、凹形状となっているところは比較的配向度が低くばらつきが少ないと考えられた。
 - ・角型正常形試料において上部、中部、下部の配向度は同じような値を示した。
 - ・角型変形試料と角型正常試料ともに、右部において同じ傾向を示し、右上部、右下部、右中部の順で配向度が低くなっていることが分かった。
 - ・仕切り板後入れ試料において試料の下に行くほど配向度が低くなっていることが分かった。

最終章 全体総括

〔研究開発成果〕

●1-1 大型ブロック作製総括

本プロジェクト前には薄板しか作製されていなかったが、本研究により、ヒビ・割れ・巣・特性などの問題をクリアーし、ブロックを作製が可能になった。

これにより、ブロック型の焼結磁石の作製を所望するユーザーにも対応することができ、NPLP の製品付加価値が大きくなり、商品としての競争力が増した。また、産業的にも、低コスト・高性能のブロックが作製することが可能になり、磁石・モータの低価格化・高性能化・低損失化に繋がり、家電メーカー、産業機械メーカー、自動車産業に大きな経済効果と国際競争力をもたらすものと思われる。

課題としては、小型ブロック：108×23×20mm と中型ブロック：180×35×17mm は作製できたが、最も大型のブロック（12×5×5cm）は、目標値に対しては現在のところまだ未達。

●1-2 瓦型磁石作製総括

瓦型モールドを作製し、瓦型磁石の作製に成功した。形状が複雑なため、磁気特性が取得できない問題があったが、京都大学で試みた EBSD の方法により、配向度は測定可能になった。この瓦型を測定した結果、97%以上の大きな配向度を示していることが明らかになった。これにより、主にモーター用途に使う磁石に対応できるようになった。高特性かつ高生産性の瓦型磁石の作製が可能になり、低コスト化・高特性化に寄与することが可能になった。

●1-3 切込み磁石総括

今回のプロジェクトの結果より、モーター・発電機における渦電流喪失を大幅に低減できる切込み磁石（積層磁石）を作製することが可能になった。

薄電流を抑えることから省エネルギーであり、かつ、渦電流による温度上昇が抑えられることにより省ディスプレイウム（省テルビウム）が可能になり、低コスト化にもつながる。また、使用温度を抑えられることは、熱減磁を抑え、使用時における磁石の高特性化・高信頼性化につながることになる。

この NDFS(B) の NPLP 技術により、安価に積層磁石が作製できるようになり、モーター・発電機・電気自動車における省エネルギー・高効率・高性能化・低価格化が可能になった。もちろん、量産においては、さらなる歩留まりの向上、特性ばらつきの低減などを検討の必要があるが、その根幹となる製法については確立することができた。

●1-4 極薄板磁石総括

近年、電子デバイスの小型化が進み、それに伴い、イヤホン、携帯電話などの小型機器用に、極薄板磁石の需要が高まっている。

極薄板モールドにて、最小厚さ $d=0.77\text{ mm}$ の極薄板磁石を作製に成功し、超小型機器にも対応可能となった。

歩留まりについては、 $d=0.77\text{ mm}$ 試料の歩留まりは 11%（微小クラックまでなら 62%）であった。 $d=1.6\text{ mm}$ の試料の歩留まりは 60 枚中 6 枚割れ、90%であった。

また、極薄板磁石は、製造に多数の仕切り板を使用することになりコストアップにつながる。そのため、仕切り板の繰り返し使用の検討を行い、SUS304 に LM を塗布することにより、10 回以上の繰り返し使用ができることが明らかになった。これにより、仕切り板のコストは 1/10 程度に抑えられるようになった。

●1-5 高均一化総括

〔1 充填の均一化〕

では、仕切り板で区切られたところに粉末を秤量して投入する秤量充填法により、試料間の重量・密度・磁気特性において、大きく均一性が上昇した。

一方、従来の仕切り板で区切られたところに粉末を投入するのではなく、モールドに粉末充填したところに仕切り板を挿入する切込み法では、ばらつきの面では大きくなった。

これは、切り込む前の充填が均一でないことによるものと思われる。

また京都大学の研究結果より、切込み法では試料下部の充填が高まることが明らかになった。これは、切り込む時に、粉末が下に押されるか、または摩擦により下方に引きずられ、下部の密度が高まると予測される。

〔2 配向の均一化〕

長尺コイルでの配向を行い、磁力線をより直線化した。

モールドの端面に磁極を設置した。磁極は巢の発生、すなわち端面の配向の乱れによる不良の防止に非常に効果があることが分かった。これにより、作製したブロック用モールド、瓦型磁石モールド、極薄板磁石モールドに対し、磁極を作製し、磁場を直線化させ、配向の均一化を行った。この、磁極の検討により配向バラツキ改善した。（配向度 $B_r/J_s \cdot 2.5\%$ → 1.2%まで向上）

〔3 熱処理の均一化〕

新しく、均熱帯の長い炉を購入し、均一化を図った。

フルテックより均熱帯の大きな SiC ヒーターを購入。均熱時効、急冷可能になった。

試料の作製にあたり、より長さの短いモールドを使用することにより、導入する試料間の温度差が小さくなり、より均一な温度で作製できるようになった。

●1-6 均一性評価法の確立総括

EBSD を用い、実際のサンプルの磁気特性と整合性が取れることを確認した。

これにより、EBSD 分析を使用して信頼性をもって磁気特性（配向度）評価できることが明らかになった。

この技術を用いて、磁気特性が測定できない複雑な形状の試料でも、配向度等の磁気特性について評価をすることが可能になった。

NPLP で発生する磁石の反り・歪みについて、その原因を配向度の面から調査したが、配向度による違いはなく、別の要因であることが明らかになった。磁石作製時に起こる形状不良の原因の解明のためのツールとして用いることが可能となった。

〔本研究による効果と課題〕

本研究により、超薄型磁石と蒲鉾型、切込み磁石が作製されるようになった。これにより、NPLP 法において、イヤホンや携帯電話など小型用途と、モーター用途などの渦電流を抑えた磁石の製造に対応できるようになった。バラツキについても、磁極の設置や秤量充填法で 1%以下（重量バラツキ）に抑えることができた。これにより、モーターの静粛性や信頼性において、大きく向上させることができると思われる。

一方、切込み法では、秤量充填が適用できず、ばらつきの面では大きくなった。これは、AT 充填など、量産においては解決できる可能性が高く、検討の余地がある。

電動自動車等にはモーターが使用されるが、磁石をモーターに使用する場合、磁場の変動に伴う渦電流が発生し、その渦電流によりジュール熱となり、エネルギーロスが起り、効率悪化につながる。今回のプロジェクトの結果より、モーター・発電機における渦電流喪失を大幅に低減できる切込み磁石（積層磁石）を作製することが可能になった。

渦電流を抑え省エネルギーであり、かつ、渦電流による温度上昇が抑えられることにより省ディスプロシウム（省テルビウム）が可能になり、磁石の低コスト化にもつながる。また、

使用温度を抑えられることは、熱減磁を抑え、使用時における磁石の高特性化・高信頼性化につながることになる。したがって、NDFEB(株)のNPLP技術により、安価に積層磁石が作製できるようになり、モーター・発電機における省エネルギー・高効率・高性能化が可能になった。もちろん、量産においては、さらなる歩留まりの向上、特性ばらつきの低減などを検討の必要があるが、その根幹となる製法については確立することができた。

〔補助事業の成果に係る事業化展開について〕

●マーケット・市場について

現在、NdFeB焼結磁石はモーターの用途が最も多い。

大型のモーターが使用される電気自動車の割合はもっと増えていくことが予想されている。

図100にモーターの比率と電気自動車の推移を示す。

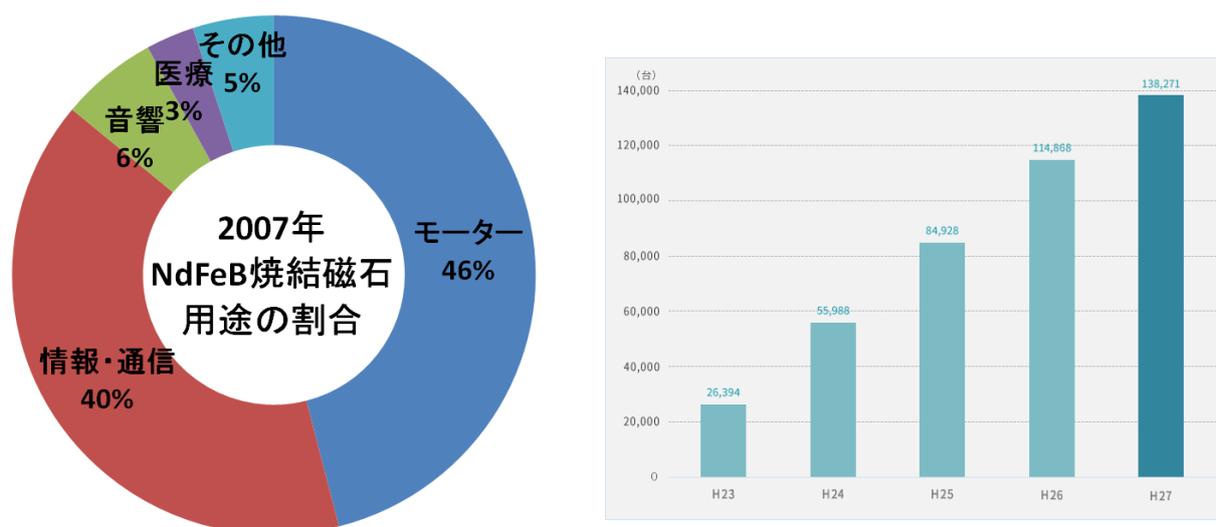


図100 モーターの比率と電気自動車の推移

以下の図101にNdFeB磁石の需要の推移予測を示す。

モーターの需要ため、NdFeB焼結磁石の需要は増加傾向であり、まだまだ、今後も市場が大きく伸びていく分野であるということが出来る。

NdFeB磁石については、2015年に世界需要10万トン/年に達し、10%/年で増加中であり、今後も需要の拡大が見込める。2020年には2016年の1.5倍になることが予想されている。

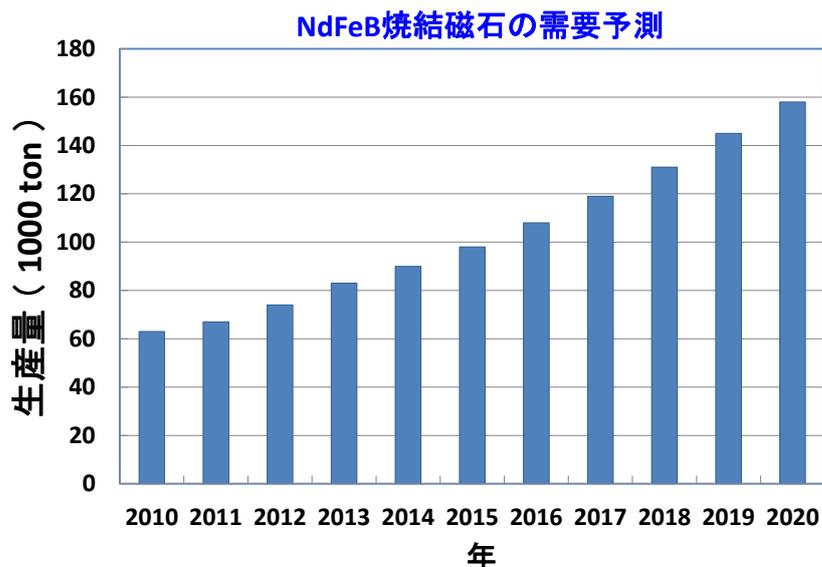


図 101 NdFeB 磁石の需要の拡大

それに伴い、新規の磁石メーカーが設立したり、また多くの磁石メーカーが設備の増強をしなければならない。従って、今後も磁石作製装置の設備投資は大きくなると予想される。N-PLP はコスト・特性・形状の自由度・均一性のすべての面で既存の磁石作製装置に勝り、非常に競争力が高く、多くの企業に採用されることが見込める。

また、本 NPLP 装置は、装置が小型かつニアネットシェイプで、高均一な磁石を作製が可能になるため、磁石メーカーのみならず、磁石のエンドユーザー（家電メーカー、自動車メーカー、産業機器メーカー）などからも、自社で磁石の製造する可能性を考慮されている。そのため、磁石のエンドユーザーも販売の対象となる可能性がある。

現状で、多数の企業から問い合わせ・見学があり、その中で、中国の 2 社はすでに現状で購入の意志を示しており、そのうちの 1 社は磁石のエンドユーザーである。このエンドユーザーの希望として、一から磁石を作ることを希望されており、NPLP だけではなく、他の総合プロデュースもして欲しいとのことである。そのため、粉砕機・運搬機・電気炉・めっき装置・検査機などを他の企業と共にプロデュースすることになり、非常に大きな事業に発展すると考えられ、日本経済に対しても大きな貢献をすることが予想される。

また、ネオジム磁石の製造だけではなく、サマコバ磁石やフェライト磁石の製造方法として採用される可能性があり、さらに大きな事業拡大が期待できる。

本プロジェクトにより、磁石・モータの低価格化・高性能化（回転力・小型化）・低損失化（＝低消費電力化・高効率化・ハイブリッド車の高燃費化）に繋がり、家電メーカー、産業機械メーカー、自動車産業に大きな経済効果と国際競争力をもたらす。

また、また、磁石の低損失による省電力化は環境に対しても優れた技術であり、時代のニーズに合致しており、CO2 の排出削減等、エコビジネスからも注目されると推察される。

【今後の事業化スケジュールについて】

本プロジェクトにより、コスト・特性・形状の自由度・均一性のすべての面で既存の磁石作製装置に勝り、非常に競争力が高い現状で、多数の企業から問い合わせ・見学がある。その中で、中国の2社は現状で購入の意志を示しており、国内企業からも、現在、実験・試作の作製依頼がある。

以下の表に、今後の売り上げのスケジュールを示す。

事業年度	令和元年度	令和2年度	令和3年度	令和4年度	令和5年度
宣伝	●—————▶				
追加研究	●—————▶				
設備投資	●—————▶				
製品等の生産	●—————▶				
製品等の販売	●—————▶				
特許権設定	●————▶				
ライセンス付与	●—————▶				
売上高（千円）	90,000	120,000*	150,000*	180,000*	210,000*
販売数量（単位を記載）	3	4	5	6	7

1件3千万円でライセンス契約をするつもりであり、31年度で3台・9000万円は妥当であると思われる。

事業化体制としては、NPLP装置の製造は日本電磁測器が担当する。現在、アクセスしてくる企業によっては、粉末作製（ジェットミルなど）や焼結炉、めっき装置なども購入し、トータルプロデュースしてほしいとの要望もある。それらの要望を応えるため、他の企業も入って頂いて、磁石作製装置一式の販売になる可能性も高い状況である。

以上