

氏 名	Liu Jun
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	博甲第 7523 号
学位授与年月日	平成 27 年 7 月 24 日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当
審査研究科	数理工質科学研究科
学位論文題目	

Microstructure and coercivity relationship of hot-deformed Nd-Fe-B anisotropic magnets  
(Nd-Fe-B 異方性熱間加工磁石の微細構造と保磁力)

主査	筑波大学教授 Ph.D.	宝野和博
副査	筑波大学教授 博士(工学)	三谷誠司
副査	筑波大学教授 工学博士	喜多英治
副査	物質・材料研究機構元素戦略磁性材料研究拠点 代表研究者 工学博士	広沢 哲

## 論 文 の 要 旨

Nd-Fe-B based permanent magnets show the highest value of maximum energy products, realizing efficient energy conversion in the applications such as wind power generators and traction motors of electric vehicles. To meet the requirements for these applications, currently used commercial high-coercivity Nd-Fe-B magnets contain heavy rare earth elements such as Dy. Considering the limited natural resources of heavy rare earth elements, the development of Dy-free Nd-Fe-B magnet with high coercivity is required. Since the grain size of hot-deformed Nd-Fe-B magnet is one order of magnitude smaller than that of sintered magnets, the coercivity of hot-deformed magnets may be improved further without Dy if their microstructures are optimized. This thesis focuses on the microstructure and coercivity relationship of the hot-deformed anisotropic Nd-Fe-B magnets, i.e., the role of the Nd-rich grain boundary (GB) phase and grain size on coercivity in order to explore the possibility to realize the coercivity of 3.0 T. The thesis is comprised of 7 chapters. Chapter 1 gives a general introduction and literature review of Nd-Fe-B magnets. Chapter 2 describes the hot-deformation process and multi-scale characterization techniques, especially transmission electron microscopy (TEM) and three dimensional atom probe (3DAP). Chapter 3 discusses the effect of Nd content on the microstructure and coercivity of hot-deformed Nd-Fe-B magnets. The 3DAP analysis showed a clear correlation between the Nd content at the grain boundary and the coercivity. This result gives insight on how to improve the coercivity of hot-deformed magnets. Chapter 4 describes the grain size dependence of coercivity of hot-deformed Nd-Fe-B magnet. Lower processing temperature led to a finer grain size with a higher Nd-content in the intergranular phase, resulting in a higher coercivity. A good correlation among depinning fields in the initial magnetization curves and the nucleation field and coercivity was found. Chapter 5 illustrates the microstructure evolution of

hot-deformed Nd-Fe-B magnet. The microstructural and chemical evolution of hot-deformed magnets have been studied systematically by SEM, TEM and 3DAP. Chapter 6 presents modeled microstructures by thin film fabrication to establish the microstructure feature required for a coercivity of 3.0 T. A 3.0 T coercivity was achieved in the thin film with the microstructure of that a single layer of platelet  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  grains were well isolated by Nd-rich GBs after the diffusion process. Chapter 7 summaries this work and talks about the future work and the other interesting types of permanent magnets.

## 審 査 の 要 旨

### 〔批評〕

本論文は Nd-Fe-B 系熱間加工磁石ならびに薄膜の微細組織と保磁力を評価した研究結果をまとめた学術研究であり、下記の3点から高く評価される。(1)Nd 濃度によって保磁力が大きく変わる3種の熱間加工磁石の微細構造を走査電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡、3次元アトムプローブを相補的に用いて詳細に解析し、熱間加工磁石で結晶粒径から期待される高保磁力が達成されない理由として、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の微結晶が強磁性の結晶粒界相により粒間交換結合していることが原因であることを明らかにした。さらに熱間加工磁石の結晶粒界相の Nd 組成と保磁力の間に明確な相関があることを明らかにした。(2)異なる温度で熱間加工されたNd-Fe-B系磁石の微細構造を詳細に解析することにより、低温で熱間加工された試料の結晶粒径が最も微細化され、それにより保磁力とその温度依存性が焼結磁石の特性を上回ること、また低温で熱間加工された試料の結晶粒界における Nd 濃度がより高くなることを実験的に示した。これによって、熱処理温度の違いによる熱間加工磁石の保磁力を説明した。(3)モデル薄膜磁石の微細構造を解析し、高い保磁力が得られる薄膜では数 10 nm の粒子が非磁性相に覆われて、磁氣的に孤立していることを見出した。以上の結果は、Nd-Fe-B 磁石の高保磁力化の工学的指針を明確に示すものであり、極めて工学的価値の高い論文と判断される。

### 〔最終試験結果〕

平成27年6月26日、数理物質科学研究科学学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のもと、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

### 〔結論〕

上記の論文審査ならびに最終試験の結果に基づき、著者は博士(工学)の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。