



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년09월26일
 (11) 등록번호 10-1185930
 (24) 등록일자 2012년09월19일

(51) 국제특허분류(Int. C1.)
H01F 1/053 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2007-7000697
 (22) 출원일자(국제) 2005년06월30일
 심사청구일자 2010년02월25일
 (85) 번역문제출일자 2007년01월11일
 (65) 공개번호 10-2007-0043782
 (43) 공개일자 2007년04월25일
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2005/012123
 (87) 국제공개번호 WO 2006/004014
 국제공개일자 2006년01월12일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2004-00195935 2004년07월01일 일본(JP)
 (56) 선행기술조사문헌
 JP02250922 A
 JP07153612 A

전체 청구항 수 : 총 59 항

(54) 발명의 명칭 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법 및 제조장치

(57) 요 약

희토류 자석의 고성능화를 위하여, 분말의 산화를 적게 하고, 분말입경(粒徑)을 작게 하는 것이 효과가 있다. 본 발명의 과제는, 산화의 정도가 낮고, 분말입경이 작은 극히 활성(活性)인 분말을 안전하게 사용할 수 있는, 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법을 제공하며, 또한 다양한 형상의 제품을 능률 좋게 생산할 수 있는 방법을 제공하는 것에 있다.

칭량·충전부(41) 및 고밀도화부(42)에 있어서, 자기이방성 희토류 소결자석의 원료가 되는 미(微)분말을 소정의 밀도가 되도록 몰드에 충전하고, 자계(磁界)배향부(43)에 있어서 펠스자계에 의해 미분말을 배향시킨 후, 미분말을 프레스하지 않고 소결로(44)에 있어서 소결한다. 이 방법에서는 양산(量產)장치의 동작이 단순하고, 인클로저(enclosure)를 작게 할 수 있으므로, 종래의 대규모의 프레스장치를 이용하는 방법에서 문제가 되었던 분말의 산화나 연소의 위험성을 배제하는 것이 가능해진다. 또한 평판 형상, 궁형(弓形) 판형상 자석 등 희토류 소결자석의 가장 중요 형상의 제품을 다수개 찍기 몰드를 사용하여, 능률 좋게 생산할 수 있다.

(73) 특허권자

인터메탈릭스 가부시키가이샤

일본국 교토후 교토시 니시쿄쿠 고료 오하라 1반
치 36

(72) 발명자

사가와 마사토

일본국 교토후 교토시 니시쿄쿠 고료 오하라 1반
치 36인터메탈릭스 가부시키가이샤 나이

나가타 히로시

일본국 교토후 교토시 니시쿄쿠 고료 오하라 1반
치 36인터메탈릭스 가부시키가이샤 나이

이타타니 오사무

일본국 교토후 교토시 니시쿄쿠 고료 오하라 1반
치 36인터메탈릭스 가부시키가이샤 나이

(74) 대리인

특허법인맥, 홍재일, 홍종원

심사관 : 송호근

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 제품의 형상에 대응한 공동(空洞)을 가지는 용기(이하 이를 몰드라 한다)에, 레이저식 분말입도(粒度) 측정장치로 측정되는 평균입경 D_{50} 이 $5\mu\text{m}$ 이하인 합금분말을 고밀도로 충전하는 공정과,
- (b) 상기 합금분말에 압축 없이 고(高)자계를 인가하여, 합금분말을 배향(配向)시키는 공정과,
- (c) 상기 합금분말을 압축 없이 몰드에 넣은 채, 이 합금분말로부터 방출되는 기체성분을 몰드 밖으로 배출 가능한 상태로 가열하여 소결하는 공정과,
- (d) 상기 합금분말의 소결체를 상기 몰드로부터 꺼내는 공정

을 가지고,

상기 공정 (a) ~ (d)를 불활성 가스 분위기 속 또는 진공 속에서 일관하여 행하는 것
을 특징으로 하는 자기이방성(磁氣異方性) 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 2

- (a) 몰드에 합금분말을 고밀도로 충전하는 공정과,
- (b) 상기 합금분말에 압축 없이 고자계를 인가하여, 합금분말을 배향시키는 공정과,
- (c) 상기 합금분말을 압축 없이 몰드에 넣은 채, 이 합금분말로부터 방출되는 기체성분을 몰드 밖으로 배출 가능한 상태로 가열하여, 이 합금분말의 가(假)소결체를 제작하는 공정과,
- (d) 상기 가소결체를 상기 몰드로부터 꺼내거나, 상기 몰드의 일부를 제거한 후, 상기 가소결체를, 그 가소결온도보다 고온으로 가열하여 본(本)소결하는 공정과,
- (e) 상기 가소결체를 본소결한 소결체를, 상기 몰드의 잔부(殘部)로부터 꺼내는 공정

을 가지는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

합금분말의 몰드에 대한 충전밀도가 이 합금의 진밀도(眞密度)의 35~60%인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 4

청구항 3에 있어서,

상기 충전밀도가 진밀도의 40~55%인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 5

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

배향자계가 2T 이상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 6

청구항 5에 있어서,

배향자계가 3T 이상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 7

청구항 6에 있어서,

배향자계가 5T 이상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 8

청구항 5에 있어서,

배향자계가 펄스자계인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 9

청구항 8에 있어서,

배향자계가 교번(交番) 자계인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 10

청구항 5에 있어서,

배향자계를 복수회 인가하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 11

청구항 10에 있어서,

배향자계가 직류자계와 교번 자계의 조합인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 12

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

합금분말에 윤활제가 첨가되어 있는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 13

청구항 12에 있어서,

윤활제가 고체 윤활제 또는 액체 윤활제 혹은 그 양쪽인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 14

청구항 13에 있어서,

액체 윤활제가 지방산 에스테르 또는 해중합(解重合) 폴리머를 포함하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 15

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

합금분말의 입경(粒徑)이 $4\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 16

청구항 15에 있어서,

합금분말의 입경이 $3\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 17

청구항 16에 있어서,

합금분말의 입경이 $2\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 18

청구항 17에 있어서,

합금분말의 입경이 $1\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 19

청구항 16에 있어서,

합금분말의 입경이 $3\mu\text{m}$ 이하이고 소결온도가 1030°C 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 20

청구항 19에 있어서,

합금분말의 입경이 $2\mu\text{m}$ 이하이고 소결온도가 1010°C 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 21

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

몰드의 일부 또는 전부를 복수회 사용하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 22

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

몰드가 복수개의 공동(空洞)을 가지는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 23

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

공동이 기둥형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 24

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

통형상의 공동의 중심에 기둥형상의 코어가 배치된 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 25

청구항 24에 있어서,

합금분말을 공동에 고밀도로 충전하고, 자계를 인가하여 배향한 후, 몰드의 코어를 뽑고, 또는, 몰드의 코어를 가는 것으로 치환하고, 소결하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 26

청구항 25에 있어서,

공동의 주축(主軸)방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 27

청구항 26에 있어서,

상기 주축방향의 공동 양단(兩端)의 덮개 및 바닥에 접촉하는 부분의 재질을 강자성체(強磁性體)로 하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 28

청구항 22에 있어서,

공동이 기둥형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 29

청구항 22에 있어서,

통형상의 공동의 중심에 기둥형상의 코어가 배치된 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 30

청구항 29에 있어서,

합금분말을 공동에 고밀도로 충전하고, 자계를 인가하여 배향한 후, 몰드의 코어를 뽑고, 또는, 몰드의 코어를 가는 것으로 치환하고, 소결하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 31

청구항 30에 있어서,

공동의 주축방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 32

청구항 31에 있어서,

상기 주축방향의 공동 양단의 덮개 및 바닥에 접촉하는 부분의 재질을 강자성체로 하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 33

청구항 22에 있어서,

공동이 평판 형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 34

청구항 22에 있어서,

공동이 궁형(弓形) 판 형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 35

청구항 33에 있어서,

공동의 평판면에 수직인 방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 36

청구항 35에 있어서,

공동의 평판면을 형성하는 부분의 재질이 비자성체 또는 1.5T 이하의 포화자화를 가지는 것인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 37

청구항 36에 있어서,

상기 포화자화가 1.3T 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 38

청구항 34에 있어서,

공동의 궁형(弓形) 판면(板面)에 수직인 방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 39

청구항 38에 있어서,

공동의 궁형 판면을 형성하는 부분의 재질이 비자성체 또는 1.5T 이하의 포화자화를 가지는 것인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 40

청구항 39에 있어서,

상기 포화자화가 1.3T 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 41

청구항 22에 있어서,

몰드에 복수의 공동이 2열(列) 이상 들어서 배치되어 있는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 42

청구항 33에 있어서,

몰드에 복수의 공동이 2열 이상 들어서 배치되어 있는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 43

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

몰드의 부위 중, 합금분말의 자계배향 방향과 평행한 벽을 구성하는 부위의 일부 또는 전부가 강자성체인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 44

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

공동의 내벽에 들어붙음 방지 코팅을 실시한 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 45

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

기계적인 진동을 이용하는 기계적 태평법, 푸시 로드를 밀어 넣음에 의한 푸셔(pusher)법 혹은 기체류(流)의 충격을 사용하는 에어 태평법 또는 그들의 병용(併用)에 의해 합금분말을 몰드에 강제충전하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 46

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

용탕(溶湯) 급냉법에 의해 얻어진 합금을 분쇄하여 얻어지는 미분말을 합금분말로서 이용하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법.

청구항 47

제품의 형상에 대응한 공동(空洞)을 가지고, 상기 공동 내에 충전한 상태로 합금분말의 자계중 배향과 소결을 행하는 자계이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드로서, 복수개의 공동을 가지는 것

을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 48

청구항 47에 있어서,

공동이 기둥형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 49

청구항 47에 있어서,

통형상의 공동과, 이 통형상 공동의 중심에 배치되는 기둥형상의 코어를 가지는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 50

청구항 48 또는 청구항 49에 있어서,

깊이방향의 공동 양단의 덮개 및 바닥에 접촉하는 부분의 재질이 강자성체인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 51

청구항 47에 있어서,

공동이 평판 형상 또는 궁형 판 형상인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 52

청구항 51에 있어서,

공동의 평판면 또는 궁형 판면을 형성하는 부분의 재질이 비자성체 또는 포화자화가 1.5T 이하의 것인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 53

청구항 52에 있어서,

상기 포화자화가 1.3T 이하인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 54

청구항 47 내지 청구항 49, 청구항 51 내지 청구항 53 중 어느 한 항에 있어서,

몰드에 복수의 공동이 2열(列) 이상 늘어서 배치되어 있는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 55

청구항 47 내지 청구항 49, 청구항 51 내지 청구항 53 중 어느 한 항에 있어서,

합금분말의 자계배향 방향과 평행한 벽을 구성하는 부위의 일부 또는 전부가 강자성체인 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 56

청구항 47 내지 청구항 49, 청구항 51 내지 청구항 53 중 어느 한 항에 있어서,

공동의 내벽에 늘어붙음 방지 코팅을 실시한 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석 제조용 몰드.

청구항 57

(a) 합금을 미분체함으로서 얻어진, 레이저식 분말입도 측정장치로 측정되는 평균입경(D_{50})가 $5\mu\text{m}$ 이하인 합금 분말을 몰드에 고밀도 충전하는 합금분말 충전수단과,

(b) 합금분말을 자계 중(中) 배향하는 자계 중 배향수단과,

- (c) 상기 몰드째로 합금분말을 소결하는 소결수단과,
 - (d) 몰드를 합금분말 공급수단, 자계 중 배향수단, 소결수단의 순서로 반송(搬送)하는 반송수단과,
 - (e) 합금분말 충전수단, 자계 중 배향수단, 소결수단 및 반송수단을 수용하는 용기와,
 - (f) 상기 용기의 내부를 불활성 가스 분위기 또는 진공으로 하는 분위기 조정수단
- 을 구비하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치.

청구항 58

- (a) 합금을 미분쇄한 합금분말을 몰드에 고밀도 충전하는 합금분말 충전수단과,
 - (b) 합금분말을 자계 중 배향하는 자계 중 배향수단과,
 - (c) 그 몰드째로 합금분말을 보형(保形)할 때까지 가(假)소결하는 가소결수단과,
 - (d) 가소결한 합금분말을 본(本)소결하는 본소결수단과,
 - (e) 몰드를 합금분말 공급수단, 자계 중 배향수단, 가소결수단, 본소결수단의 순서로 반송하는 반송수단과,
 - (f) 합금분말 충전수단, 자계 중 배향수단, 예비소결수단, 본소결수단 및 반송수단을 수용하는 용기와,
 - (g) 상기 용기의 내부를 불활성 가스 분위기 또는 진공으로 하는 분위기 조정수단
- 을 구비하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치.

청구항 59

- 청구항 57 또는 청구항 58에 있어서,
- 상기 용기를 수용하는 외부용기를 구비하는 것을 특징으로 하는 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 고성능의 희토류 자석의 제조방법 및 그 제조장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 희토류·철·붕소계 소결자석(이하 「RFeB자석」이라고 한다)은, 당시까지의 영구자석 재료의 특성을 훨씬 능가할 뿐만 아니라, 네오디뮴(neodymium), 철 및 붕소 등 자원적으로 풍부한 원료를 이용하기 때문에 저가이어서, 1982년에 출현한 이래 이상적인 영구자석 재료로서 착실하게 시장을 확대하고 있다. 주된 용도는 컴퓨터 HDD(하드 디스크 드라이브) 자기 헤드 구동용 모터 VCM(보이스 코일 모터), 고급 스피커, 헤드폰, 전동보조형 자전거, 골프 카트, 영구자석식 자기공명 진단 장치(MRI) 등이다. 또한, 하이브리드 카 구동용 모터에 있어서도 실용화가 진행되고 있다.

[0003] RFeB자석은 1982년에 본원 발명자들에 의해 발견되었다(특허문헌 1). 이 RFeB자석은, 정방정(正方晶)의 결정 구조의, 자기이방성(磁氣異方性)을 가지는 $R_2Fe_{14}B$ 금속 간 화합물을 주상(主相)으로 한다. 높은 자기 특성을 얻기 위하여는 자기이방성의 특징을 살리는 것이 필요하며, 소결법 이외에도 주조·열간가공(熱間加工)·시효 처리의 방법(일본국 특허 제2561704호)이나 급냉(急冷)합금을 다이·압 세트 가공하는 방법(미국 특허 제4,792,367호)이 제안되어 있다. 그러나 이들 방법은, 자기 특성 및 생산성의 양면에 있어서 소결법에 뒤떨어진다. 소결법은, 영구자석에 필요하게 되는 치밀하고 균질한 미세조직을 얻기 위한 가장 좋은 방법이다.

[0004] [제조공정]

[0005] RFeB 소결자석은, 조성배합, 용해, 주조, 분쇄, 자계 중 압축성형, 소결, 열처리의 공정을 거쳐서 제조된다.

[조성]

- [0007] RFeB자석이 발견된 후, 그 보자력(保磁力) 등의 특성 개선을 위하여, 첨가원소(일본국 특허 제1606420호 등), 열처리(일본국 특허 제1818977호 등), 결정입경(粒徑) 컨트롤(일본국 특허 제1662257호 등) 등의 효과가 밝혀져 왔지만, 보자력의 향상에 가장 효과적인 것은, 중(重)희토류원소(Dy, Tb)의 첨가이다(일본국 특허 제1802487호). 중희토류원소를 다양으로 이용하면 보자력을 확실히 증가하지만, 포화자화가 저하되어 최대 에너지적(積)이 저하된다. 또한, Dy, Tb는 자원에 한계가 있어, 고가(高價)이므로, 장래에 수요증대가 예상되는 하이브리드카나 산업용·가정용 모터를 조달하는 것은 불가능하다.
- [0008] [용해]
- [0009] 소결자석에는 치밀하고 균일한 미세조직이 요구된다. 당초는 합금용탕(溶湯)을 주조하여, 미분쇄하는 방법이 일반적이었다(예컨대 일본국 특허 제1431617호). 합금용탕을 스트립 캐스트법으로 급냉하면 α 철의 출현이 억제되어서, 비자성의 희토류원소의 양을 적게 함으로써 높은 에너지적(積)이 얻어진다(일본국 특허 제2665590호, 일본국 특허공개 2002-208509 등).
- [0010] [분쇄]
- [0011] RFeB합금은 수소를 흡장(吸藏)시키면 합금 내에 마이크로 크랙이 생겨서, 분쇄가 용이해진다(일본국 특허 제1675022호). 미(微)분쇄에는, 샤프한 입도(粒度)분포의 분말이 얻어진다는 점에서, 질소 등의 불활성 가스를 이용하는 제트밀 분쇄가 주류이다(일본국 특허 제1883860호 등).
- [0012] [성형]
- [0013] 자계 중에서 분말을 압축성형하여 자기이방성 소결자석을 얻는 방법은, 페라이트 자석의 발명에서 발단하여(일본국 특허공표 소29-000885호, 미국 특허 제2,762,778호), 그 후 RCo자석이나 RFeB자석의 제조에 응용되었다(미국 특허 제3,684,593호 등, 일본국 특허 제1431617호). 미분말은 RFeB 정방정 결정구조의 c축을 일방향으로 맞추어 성형된다. 금형 프레스법이 일반적이지만, 더욱 높은 배향도와 높은 에너지적(積)을 얻는 방법으로서 CIP법(일본국 특허 제3383448호)이나 RIP법(일본국 특허 제2030923호 등)이 있다.
- [0014] [금형 프레스법]
- [0015] 웨트 등에 의해 1951년에 페라이트 자석이 발명(일본국 특허공고 소35-008281호, 미국 특허 제2,762,777호)된 같은 해에, 골터 등에 의해 자기이방성 소결 페라이트 자석이 발명되었다(일본국 특허공고 소29-000885호, 미국 특허 2,762,778호). 이 당시 처음으로, 자기이방성 영구자석의 제법에 자계 중 압축성형·소결의 수법이 이용되었다. 그 후, 금형 프레스법에 있어서의 결점을 극복하기 위하여 수많은 개량이 행해져 왔다.
- [0016] [윤활제의 첨가]
- [0017] 금형 성형시의 미분말의 배향을 높이기 위하여, 또한, 분말과 분말, 분말과 금형의 마찰을 경감하기 위하여, 윤활제를 첨가하는 방법이 있다(일본국 특허 제2545603호, 제3459477호 등).
- [0018] [습식(濕式) 자장(磁場) 프레스]
- [0019] 미분말의 산화를 막으면서 높은 배향성을 달성하기 위하여 광물유, 합성유 또는 식물유와 미분말의 혼련물(混練物)을 금형 내에 고압 주입하고, 자계 중에서 습식 압축성형하는 방법이 있다(일본국 특허 제2731337호 등). 이 경우, 슬러리를 가압 주입, 가압 충전하면 높은 자기 특성이 얻어진다고 하는 보고가 있다(일본국 특허 제2859517호).
- [0020] [CIP]
- [0021] 금형 성형법에서는 일방향으로부터의 가압밖에 채용할 수 없고, 그것이 배향을 흐트러지게 하는 원인이다. 모든 방향으로부터 등방적(等方的)으로 압력을 가할 수 있으면, 배향의 혼란이 작아진다. 압력을 등방적으로 가하는 방법으로는, 미분말을 고무용기에 넣어서 외부로부터 자계를 걸고, 냉간 정수압 프레스(Cold Isostatic Pressing, CIP)를 실시하는 방법(일본국 특허 제3383448호) 등이 있다.
- [0022] [RIP]
- [0023] CIP와 동등한 효과를 얻는 방법으로서, 본 발명자들은 먼저 금형 프레스기 내에 고무형(型)을 설치하여 등방적 압력을 가하는 RIP(Rubber Isostatic Pressing)법을 제안하였다(일본국 특허 제2030923호). 이 방법은 자동화가 용이하므로, CIP보다도 훨씬 양산(量產)에 적합하다.
- [0024] [AT]

- [0025] 응집성이 있는 미분말을 금형 프레스 등의 다이 캐비티에 충전하는 방법으로서, 공기 태핑(에어 태핑, Air Tapping, AT)법이 제안되었다(일本国 특허공개 평09-078103호, 일본국 특허공개 평09-169301호, 일본국 특허 공개 평11-049101호). 공기 태핑이라 함은, 고속의 기류를 분말에 단속적으로 작용시켜서, 다이 캐비티에 분말을 고밀도로 게다가 균일하게 충전하는 기술이다. 또한, 공기 태핑법을 이용하여 고화(固化)하여, 니어넷 쉐이프(near net shape)의 성형체를 얻는 방법이 제안되어 있다 (일本国 특허공개 2000-096104호).
- [0026] [펄스자계]
- [0027] 분말의 방향을 맞추기 위하여 외부로부터 자계를 인가하는 방법이 채용된다. RFeB자석의 경우, 정방정 구조의 c축 방향이 용이자화축(容易磁化軸)에 상당하며, 자계를 인가하면 분말은 일방향으로 배향한다. 통상의 금형 프레스의 경우는 전자석에 의한 정자계가 인가되고, 그 크기는 최대 15kOe 정도이다. 그러나, 공심(空心)코일을 이용한 펄스자계에서는 15~55kOe의 강한 자계를 걸 수 있고, 실제로 높은 자계를 인가한 쪽이 자기 특성은 향상한다(일本国 특허 제3307418호).
- [0028] [클로즈드 시스템]
- [0029] 분말이 산화하는 것을 피하기 위하여 분쇄공정, 성형공정을 불활성 분위기 하에서 행하는 것이 제안되어 있다 (일本国 특허공개 평06-108104).
- [0030] [특허문헌 1] 일본국 특허 제1431617호

발명의 상세한 설명

- [0031] <발명의 개시>
- [0032] <발명이 해결하고자 하는 과제>
- [0033] [소결법의 효과]
- [0034] 분말야금(소결)법에서는, 치밀하고 균일한 미세조직이 얻어진다. 희토류 코발트 자석이나 RFeB자석에 있어서, 각각의 재질의 특성을 살리고, 고성능의 영구자석을 얻기 위하여는 분말야금법보다 뛰어난 방법은 없다.
- [0035] [자계 중 프레스 성형]
- [0036] 자기이방성 소결자석의 제조방법에 자계 중 압축성형·소결의 수법이 이용된 것은, 1951년에 웬트 등에 의해 페라이트 자석이 발명(일本国 특허공고 소35-008281호, 미국 특허 2,762,777호)된 직후에, 골터 등에 의해 자기이방성 소결 페라이트 자석이 출현한 것이 최초이다(일本国 특허공고 소29-00885호, 미국 특허 2,762,778호). 압축성형하는 목적은, 압축에 의해 액체성분을 짜내기 위하여, 및, 배향한 입자를 고정하기 위하여라고 되어 있다. 또한, 압축성형은 원하는 형상을 얻기 위하여 바람직하다고 되어 있다. 압축성형하지 않고 그대로 자계 중에서 용기와 함께 가열한 예가 있지만, 압축성형한 예에 비하여, 밀도가 낮고, 자기 특성도 낮다.
- [0037] 그 후 자계 중 압축성형·소결의 수법은 RCo소결자석(미국 특허 제3,684,593 등) 및 RFeB소결자석(일本国 특허 제1431617호)으로 이어졌다. 자계를 인가하는 것은 입자를 배향하기 위하여 필수의 공정이지만, 압축의 효과에 대하여는 특히 깊은 고찰은 행하여져 오지 않았다.
- [0038] [금형 프레스가 선택되는 이유]
- [0039] 금형 프레스가 이용되는 이유는, 거의 최종 형상·치수에 가까운 것(넷 쉐이프)이 얻어지고, 수득률이 좋고, 자동화가 가능하기 때문이다. 특히 넷 쉐이프와 수득률의 관점에서는 금형 프레스법은 양산에 적합한 방법으로서 널리 채용되어 왔다.
- [0040] [RIP]
- [0041] CIP와 동등한 효과를 얻는 방법으로서, 본원 발명자들은 전에 RIP법을 제안하였다(일本国 특허 제2030923호). RIP에서는, 미분말을 고무형(型)에 넣어, 펄스자계를 걸고, 고무형 전체를 금형 프레스기로 가압한다. CIP방식과 동일하게 등방적으로 압력이 가하여지고, 게다가 펄스자계를 이용할 수 있으므로, 금형 프레스법보다도 자기 특성은 높다. 이 방법은, 고무형(型) 충전, 펄스자계 인가, 압축성형, 소자(消磁)의 공정을 연속하여 행하는 자동화가 가능하므로, 양산에 적합하다.

[0042] [자계 중 프레스 공정의 상세]

긴 역사 속에서, 금형 프레스법은 효율적인 작업을 위하여 자동화가 도모되어 왔다. 그 공정은 대략 다음과 같다.

- 미분말이 피더(feeder)를 통하여 금형 내에 공급된다.

- 상측 편치를 내려서 캐비티를 봉한다.

- 자계가 인가된다.

- 자계를 인가하면서 상측 편치와 하측 편치로 가압한다.

- 역(逆)자계 또는 교변(交番)자계를 걸어 압분체(壓紛體)를 소자(消磁)한다.

- 상측 편치가 올라간다.

- 하측 편치가 올라가고(또는 다이스가 내려가고), 압분체가 금형 상에 밀어 내어진다.

- 로봇 암이 압분체를 컨베이어로 옮긴다.

- 압분체가 1개소에 모여진다.

- 소결대판(燒結臺版) 상에 늘어 놓아진다.

이때, 충돌이나 용착을 피하기 위하여, 압분체는 간격을 두고 배치된다. 작업상황에 따라 압분체는 수일간 보관되는 경우가 있다. 분말야금법에서 이용되는 금형 프레스는 정밀기계이어서, 단수개(1개) 찍기의 프레스이면 편치 다이스의 위치맞춤은 비교적 용이하지만, 다수개 찍기의 경우는 복잡하다. 자석은 원판, 직사각형, 구멍이 뚫린 원판, 궁형(弓形) 등, 다양한 형상·치수의 것이 요구되며, 그때마다 번잡한 금형 교체작업이 필요하게 된다.

[0055] [자계 중 압축성형의 목적과 효과]

압축성형의 역할에 대하여, 예컨대 "Rare-earth Iron Permanent Magnet", edited by J.M.D. Coey, CLARENDON PRESS, OXFORD, 1996, pp.340-341에는, "The pressing load is sufficient to make compacts having enough strength to be handled but without significant misorientation of the crystallites."(가압력은 입자의 배열에 중요한 흐트러짐을 일으키지 않고 핸들링을 위한 충분한 강도를 가진 압분체를 만드는데 충분한 정도이다)라고 기재되어 있다. 또한, J. Ormerod, "Powder Metallurgy of rare earth permanent magnets", Powder Metallurgy 1989, Vol.32, No.4, p.247에서는, "The pressing pressure should be sufficient to give the powder compact enough mechanical strength to withstand handling, but not high enough to cause particle misorientation."(가압력은 압분체에 핸들링을 견디는 충분한 기계적 강도를 줄 정도이지만, 입자의 배향의 흐트러짐을 일으킬 만큼 높지 않은 정도이어야 한다)라고 하는 기재가 있다. 어느 문헌에 있어서도, 큰 압력으로 가압하면 배향이 흐트러지는 것을 인식하면서, 핸들링을 위하여 압분체에 충분한 강도를 갖도록 하기 위하여는 강하게 압축하는 것이 필요하다고 인식되어 있다.

[0057] [희토류 자석에 고유한 문제]

희토류 자석은, 화학적으로 활성이 있고 산화하기 쉬운 희토류원소를 약 30중량% 포함한다. 희토류 소결자석 제조공정에는, 화학적으로 활성인 희토류원소를 대량으로 포함하여, 평균 입도가 $3\mu\text{m}$ 정도의 미분말을 취급하는 공정이 존재한다. 이 미분말의 하나하나를 자계 중에서 일정방향으로 배향할 필요가 있기 때문에, 일반 분말 야금법에서 이용되는 것과 같은, 미리 조립(造粒)하여 분말의 유동성을 개선하는 수단을 이용할 수 없다. 미분말은 부피가 크고, 또한 분말 하나하나가 자석의 성질을 가지고 있기 때문에, 금형 캐비티 내에 분말을 공급하여도 브리지를 형성하여, 균등 충전이 어렵다.

[0059] [배향을 향상하기 위하여]

금형 성형시의 미분말의 배향도를 높이기 위하여, 윤활제를 첨가하는 방법이 제안되어 있다(일본국 특허 제3459477호, 일본국 특허공개 평08-167515 등). 윤활제는, 미분말의 마찰을 작게 하는 효과가 있어, 자계를 걸면서 압축할 때의 배향도를 향상시킨다. 그러나, 충분한 윤활 효과를 얻을 목적으로 다량의 윤활제를 가하면, 탈지(脫脂)를 위하여 장시간을 필요로 한다. 어떤 종류의 액체 윤활제(예컨대 일본국 특허공개 2000-306753호)는 휘발성이 뛰어나서, 소결체 속에 대부분 잔존하지 않는다고 되어 있다. 그러나, 배향도를 향상시킬 목적에서 윤활제를 다량으로 첨가하면, 금형 프레스 후의 압분체 강도가 약해져서, 핸들링의 문제를

발생한다. 금형 프레스기에서는 전자석에 의하여 정자계가 인가된다. 전자석에 의한 정자계는, 철심에 의한 자속의 포화가 있기 때문에, 겨우 $10 \sim 15\text{kOe}$ ($1 \sim 1.5\text{T}$) 정도에 머문다. 자계를 건 채 가압해 가면, 가루끼리의 마찰력 쪽이 크게 되어, 가루가 회전하여, 배향이 흐트러진다. 이를 막기 위하여, 펠스자계에 의한 배향방법이 제안되어 있다(일본국 특허 제3307418호). 펠스자계에서는 $1.5 \sim 5.5\text{T}$ 의 자계를 걸 수 있어서, B_r (잔류 자속 밀도)가 향상하는 효과가 확인되고 있다. 그러나, 이 발명과 같이 금형 프레스기 내에서 펠스자계를 인가하면, 자계를 걸 때마다 와전류손(損)이나 히스테리시스(hysteresis)손(損)이 발생하여 금형이 발열한다. 또한, 금속제의 금형에 순간적인 충격이 가해져, 정밀기계인 프레스기의 수명을 짧게 하기 때문에, 실용적이지 않다.

[0061] [압분체 강도를 올리기 위하여]

금형 프레스법의 작업성을 향상시키기 위하여 유기질의 바인더나 윤활제를 첨가하거나, 습식 성형하는 방법이 제안되어 있지만, 모두 강한 압력으로 압축하는 것이 전제로 되어 있어서, 이를 성분은 압분체 내부에 강하게 갇혀서, 소결 전단계인 탈지공정에 있어서 용이하게 제거되지 않는다. 낮은 온도로 장시간 가열함으로써 탈지가 완전하게 행하여지지만, 생산성은 현저하게 저하된다. 유기질성분이 잔준된 채 고온으로 과열하면, 탄소 등의 불순물이 구성원소와 반응하여 자기 특성 등이 저하되고, 내식성이 나빠진다.

[0063] [습식 성형법]

미분말의 산화를 막으면서 높은 배향도를 달성하기 위하여 광물유·합성유와 미분말의 혼합물을 자계 중에서 습식 압축성형하는 방법이 제안되어 있다(일본국 특허 제2859517호 등). 제트밀로 미분쇄한 분말을 광물유 혹은 합성유 중에 집적하여, 혼합한 후, 금형 캐비티 내에 가압 주입·가압 충전한다. 습식 성형은 Sr 페라이트 자석의 제조기술의 응용이지만, 페라이트 자석에서는 물을 이용하는 것에 반하여 희토류 자석에서는 물을 이용할 수 없어서, 용매나 기름을 이용한다. 그러나 기름은 탄소 등 불순물이 되는 성분을 많이 포함하여, 소결 단계에서 빠지기 어렵다. 용이하게 증발하여 잔류하지 않는 기름이 연구되고 있지만, 단단하게 압축한 압분체 내에 갇힌 탄소를 제거하는 것은 곤란하다. 기름이 증발하여, 희토류와 반응하지 않는 온도에서 탈지하는 작업이 필요한데, 그를 위하여는 비교적 저온으로 장시간 유지하지 않으면 안되어, 양산 효율이 현저하게 나빠진다. 탈지가 충분히 행하여지지 않으면, 높은 온도에서 희토류원소와 용이하게 반응하여 자기 특성을 열화시킴과 함께, 내식성을 나쁘게 한다.

[0065] [무산소공정]

금형 프레스법에서는, 미분말은 대기 중에 노출된다. 미분말을 제작 후, 자계 중 프레스로부터 소결로에 대한 반입까지를 불활성 가스 분위기 중에서 행한다고 하는 제안이 있다(일본국 특허공개 평06-108104). 그러나, 실제로는 금형 주변에 비산한 미분을 청소하거나, 빈번하게 금형을 교체하는 것이 불가결하다. 비산한 미분을 그대로 놔두면, 개방할 때에 극히 위험하다. 자석 미분은 부피가 크고 브리지를 만들기 쉽기 때문에 정량 공급이 잘 되지 않아, 정기적으로 압분체 중량을 측정하여 피드백할 필요가 있다. 일반적인 결정과 같이 다량의 바인더와 고압을 이용하여 성형하여 견고한 압분체를 제작하도록 하는 것은, 희토류 자석에서는 할 수 없다. 따라서, 압분체는 무르고 깨지기 쉽다. 글러브 박스와 같이 인간의 손을 프레스기에 끼워넣어 작업하는 것은 위험하며, 비능률적이다. 즉, 금형 프레스기를 포함하는 공정 전체를 불활성 분위기 중에 둔다고 하는 구상은 양산적으로 성공시키는 것이 극히 어렵다.

[0067] [미분말을 이용하지 않는 이유]

다이스 펀치의 클리어런스를 아무리 작게 하려고 해도, $3\mu\text{m}$ 의 미분말을 가두는 것은 불가능하여, 미분말을 압축할 때마다 뭉거나간 미분말이 금형 주변을 어지럽게 날리게 된다. 그들은, 발화·폭발의 위험성을 가진다. 자동집진기로 모으는 것은 가능하지만, 정기적으로 청소가 필요하다. 세계에서 가장 진전된 기술을 가지는 자석 메이커에 있어서, 양산에 사용되는 RFeB소결자석의 결정입경(粒徑)은, 레이저식 분말입도분포 측정장치에 의해 측정되는 입경의 중앙값인 D_{50} 이 $4.5 \sim 6\mu\text{m}$ 이라고 한다. D_{50} 의 측정값은 현미경에 의한 실측값의 크기에 가까운 것이 알려져 있다. $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 금속간 화합물의 단자구(單磁區) 입자직경은 더욱 작다($0.2 \sim 0.5\mu\text{m}$). 따라서, 소결자석의 경우에 있어서도, 더 작은 결정입자 직경의 쪽이 높은 보자력을 기대할 수 있다. 그런데 실제로는, 일본국 특허공개 소59-163802호 도 3으로부터 분명한 바와 같이, 입자직경이 작아지면 급격하게 보자력이 저하된다. 이는, 미분을 취급하는 종래공정에 있어서 산화를 피할 수 없는 것을 나타내고 있다. 화학적으로 활성인 희토류원소를 포함하는 RFeB합금 미분은, 극히 산화하기 쉬워서, 대기 중에 방치하면 발화하는 경우가 있다. 분말입경이 작을수록 발화의 위험성은 커진다. 발화하지 않을 때까지도 용이하게 산화하여, 소

결자석에 있어서 비자성의 산화물로서 존재하여, 자기 특성 저하의 원인이 된다. 그러나 종래법에서는, 성형 프로세스와, 성형체를 소결로에 반입하는 프로세스에서 미분말이 대기에 노출되는 것은 피할 수 없다. 상술한 바와 같이 세계의 탑 메이커의 미분쇄 분말의 입경은 D_{50} 에서 $4.5 \sim 6\mu\text{m}$ 정도이며, 이보다도 미세하면, 비록 성형체이더라도 용이하게 산화가 일어난다. 미분말에 미리 기름이나 액체 윤활제를 첨가하여, 산화방지의 상승 효과를 갖게 하려고 하는 시도가 있지만, 윤활제 등 다양한 첨가는 압분체 강도를 약하게 하고, 또한 탄소 등을 잔류시켜서 자기 특성을 저하시킨다. 즉, $D_{50}=4\mu\text{m}$ 이하의 미분을, 종래의 금형 프레스법에서는 실제로 취급할 수는 없다.

[0069] 상술한 바와 같이, RFeB계 소결자석의 제조방법 및 제조장치의 제1 과제는, 제조라인을 완전하게 밀폐 시스템으로 하는 것이 어렵다고 하는 것이다. RFeB계 소결자석에서는, 제조공정 중의 분말이나 압분체의 산화를 가능한 한 낮게 억제할 수록, 또한 분말의 입경을 작게 할수록 고(高)특성화할 수 있는 것이 알려져 있다. 그런데, 표면층의 산화가 적고, 분말입경이 작을수록 분말은 활성이어서, 제조라인은 상시 N_2 등의 불활성 가스로 채워 놓지 않으면 안된다. 조금이라도 그곳에 공기가 침입하면, 분말이 발열한다. 양산라인에서는 분말의 양이 많으므로, 작은 발열이 큰 발열로, 그리고 화재로 이어질 우려가 있다. 현재, 대부분의 RFeB계 이방성 소결자석은 금형 프레스법 또는 RIP법을 사용한 생산라인에 의해 생산되고 있다. 이들 생산라인의 일부는 불활성 가스를 채워서 운전하도록 설계되어 있고, 이들 생산라인에 의해 생산되는 RFeB계 이방성 소결자석은 산화의 정도가 낮고 고(高)특성이다. 그러나, 이들 저산소 생산라인은 화재나 폭발에 이르는 대형사고의 우려를 불식할 수 없다. 그로 인해, 특성의 가일층 향상이 가능하다는 것을 알고 있어도, 현재 상황 이상으로 분말을 활성화하는 것은 곤란하다. 현재 상태의 생산라인을 완전한 밀폐 시스템으로 하는 것이 곤란한 이유는 다음과 같다.

[0070] 금형 프레스를 사용한 생산라인 :

(1) 둘러싸야 할 공간이 크다.

[0072] (2) 시스템에 공기를 넣지 않고 대형의 금형을 교환하는 것은 곤란하다.

[0073] (3) 분말충전, 압축, 압분체 취출(取出), 압분체 청소(여분으로 부착되어 있는 분말제거), 압분체를 대판(臺板) 상에 정렬, 압분체를 올려놓은 대판의 상자 채우기, 압분체를 넣은 상자를 소결로에 장입(裝入), 이라고 하는 일련의 공정을, 생산성 향상을 위하여 짧은 사이클 타임으로 실시하지 않으면 안된다. 실제 공정에서는, 이들 공정 중에 다양한 트러블이 빈번하게 발생한다. 트러블을 해결하기 위하여는 꼭 사람의 작업이 필요하여, 시스템 내에 공기를 도입하지 않으면 해결되지 않는 사태가 종종 발생한다.

[0074] RIP를 사용한 생산라인:

[0075] 고무형(型)에 분말을 고밀도 충전, 자계배향, 압축, 압분체 취출, 고무형(型) 청소, 압분체를 대판에 정렬, 압분체를 올려놓은 대판의 상자 채우기, 압분체를 넣은 상자를 소결로에 장입(裝入), 이라고 하는 일련의 공정에 있어서도, 사이클 타임을 짧게 하는 것이 생산성 향상을 위해 불가결하여, 그에 따라 트러블이 빈번하게 발생한다. 금형 프레스에 의한 생산라인과 마찬가지로, 시스템 내에 공기를 도입하여 문제를 해결하지 않으면 안되는 사태가 종종 발생한다.

[0076] 상술한 두 종류의 생산라인에 있어서, 시스템을 완전하게 밀폐 시스템으로 할 수 없는 첫번째 이유는, 분말을 압축한 후, 압분체를 금형 혹은 고무형으로부터 꺼내지 않으면 안되는 것에 있다. 압분체를 금형이나 고무형으로부터 꺼낼 때에 압분체가 깨지거나, 빠지거나, 여분의 분말을 끌어당기거나 하여, 트러블이 생긴다. 그 후의 압분체 취급의 공정 중에 있어서도 압분체의 깨짐이나 빠짐에 따른 트러블이 생긴다. 그러한 트러블에 대하여는 로봇에 의한 대처를 할 수 없으므로, 시스템 내에 공기를 도입하여, 사람의 작업에 의해 대처가 행하여지게 된다. 이와 같이 하여, 종래의 생산라인에서는, 일시적으로는 밀폐 시스템에서의 RFeB계 이방성 소결자석의 생산은 가능하지만, 장시간의 연속운전은 극히 어렵고, 현재 상황 이상으로 활성인 분말을 취급하는 것은 생산현장에서 거부될 뿐만 아니라, 실제로 위험하다.

[0077] 상술한 바와 같이, 종래의 금형 프레스법이나 RIP법을 사용한 RFeB계 이방성 소결자석의 생산방식은, 활성인 분말을 취급하는 공정으로서는 부적당하여, 양산품으로서, 지금까지 이상으로 자기 특성이 높은, 특히 보자력이 높은 자석을 생산하기 위하여, 분말입경을 작게 하거나, 분말에 포함되는 산소량을 낮추거나 하는 것에 관하여 한계가 있었다. 레이저식 입도분포 측정법으로 측정했을 때, 종래의 생산방식에 사용되는 분말은, 세계의 탑 메이커의 최고 레벨의 RFeB자석의 생산에 있어서도 D_{50} 으로서 표현되는 입경분포의 중앙값이 $5\mu\text{m}$ 정도까

지이었다.

[0078] RFeB계 이방성 소결자석의 생산방식의 또 하나의 과제는, 평판 형상 및 궁형 판 형상 자석의 생산성이 낮다고 하는 문제이다. RFeB계 이방성 소결자석의 전 제품 중에서 평판 형상 및 궁형 판 형상 자석이 차지하는 비율은 극히 높다. 이를 자석에 있어서 자화(磁化)방향은 모두 판면에 수직인 방향이다.

[0079] 종래법에 의한 평판 형상 자석의 제조방법의 하나는, 큰 블력형상 소결체를 외주(外周)날(刃) 절단기로 얇게 자르기 하는 방법이다. 이 방법의 결점은 소결 후의 고가(高價)인 소결체의 일부가 잘란 낸 부스러기가 되는 것으로, 그 비율은 물품의 두께가 얇아짐에 따라 상승한다. 또 하나의 문제는 가공(절단)에 시간이 걸리고, 공구의 소모도 큰 것이다.

[0080] 종래법에 의한 평판 형상 자석의 제조방법으로서, 또 하나의 방법은, 금형 프레스법에 의해 1장씩 자계 중 프레스하여 압분체를 만들고, 1장씩 따로따로 소결하는 방법이다. 이 방법의 결점은, 평판 형상 자석의 성형에는 평행 자계 중 프레스법을 사용하지 않으면 안되는 것이다. 평행 자계 중 프레스법에 의하면, 압축시에 분말의 배향이 흐트러져, 소결에 의해 만들어지는 자석의 최대 에너지적(積)이 직각 자계 중 프레스풀보다도 10MGoe 가까이 낮아진다. 또한 평판 형상 자석을 1개씩 프레스하여 소결하는 방법은 생산성이 낮다. 여러 개의 다이 캐비티를 만들어서 복수개의 압분체를 제작하여 소결하는 다수개 찍기의 프레스법을 사용할 수도 있지만, 인가 압력의 제한으로 인해, 한번에 성형할 수 있는 압분체의 수는 2~4개 정도로, 그다지 큰 개선은 되지 않는다.

[0081] 종래법에 의해 궁형 판 형상 자석을 생산하기 위하여는 보통 평행 자계 중 프레스법이 사용된다. 이 방식은, 상술한 평판 형상 자석을 제작할 때와 동일한 문제를 가진다. 즉, 소결 후 자석의 배향성이 낮으므로 자석의 최대 에너지적(積)이 낮다고 하는 것과, 1개씩 성형하는 방법, 혹은 복수개의 다이 캐비티에 의한 다수개 찍기 성형법을 사용해도, 성형에서 소결까지의 공정 생산성이 낮다고 하는 것이다.

[0082] 종래법에 의해 궁형 판 형상 자석을 생산할 때, 직각 자계 중 프레스법을 사용하면 소결 후 자석의 최대 에너지적(積)의 향상을 도모할 수 있다. 그러나 이 경우라도, 생산성이 낮다고 하는 결점은 남는다. 또한, 궁형 판 형상의 압분체의 높이를 그다지 크게 할 수 없다고 하는 문제가 있다.

[0083] 또 하나의 종래 생산방식의 결점은, 원형 혹은 이형(異形)형상의 단면(斷面)을 가지는 장척물(長尺物; 길이가 긴 물체) 소결체의 생산을 할 수 없다고 하는 것이다. 금형 프레스법에서는, 평행 자계 중 프레스 방식일 때는, 성형할 수 있는 압분체의 길이(높이)에 제한이 있는 것, 자석의 최대 에너지적이 낮은 것이 문제이다. 직각 자계 중 프레스 방식에 의해 장척물을 제작할 때는, 성형할 수 있는 압분체의 단면형상에 제약이 있어, 니어 넷 쉐이프의 성형을 할 수 없다.

[0084] 또한 종래의 생산방식의 결점으로서, 고특성을 가지는 편평(扁平) 링자석의 생산이 곤란한 것을 들 수 있다. 편평 링작석은 원판면에 수직인 방향으로 자화하여 사용된다. 편평 링작석을 만들기 위하여는, 평행 자계 중 프레스 방식이 사용되는데, 이 방식에서는, 최대 에너지적이 직각 자계 중 프레스법에 의해 만들어진 자석보다 10MGoe 가까이 낮은 것밖에 생산할 수 없다. RIP법은 편평 링자석의 생산방식으로서 고특성화가 기대되었지만, 성형시 형상의 뒤틀림의 문제 등으로 인해, 편평 링자석의 RIP법에 의한 생산은 행하여지고 있지 있다.

[0085] 종래법의 또 하나의 문제는, 1mm 또는 그 이하 두께의 박판형상 자석이나, 단면의 일변(一邊) 또는 직경이 1mm 이하인 이형단면 장척품이나 원형단면 장척품의 소결자석을, 그와 같은 작은 치수를 가지는 압분체의 소결에 의해 직접 제작할 수 없는 것이다. 그 이유는, 그와 같이 작은 치수를 가지는 압분체를 금형 프레스나 RIP법에 의해 제작하는 것이 어려운 데다, 압분체 제작 후, 그와 같이 작은 치수를 가지는 압분체를 대판 상에 들어 놓거나 상자에 채우거나, 소결로에 장입(裝入)하거나 할 때에 깨지지 않도록 취급하는 것이 어렵기 때문이다. 금속사출성형(metal injection molding, MIM)법이 하나의 가능한 방법으로서 알려져 있지만, 탄소불순물 잔류 등의 문제가 있어서, RFeB 이방성 소결자석의 생산에는 그다지 사용되고 있지 않다.

[0086] [본 발명의 목적]

[0087] 본 발명의 목적은, 자기이방성 희토류계 소결자석의 제조법 및 제조장치에 있어서, 현재 상황의 금형 프레스 법 및 RIP법을 포함하는 소결자석 제조법 및 제조장치의 근본적인 문제를 배제하여, 현재 상황보다 높은 최대 에너지적(積)과 높은 보자력(保磁力)을 가지는 RFeB계 소결자석을 제공하는 것, 평판 형상 자석이나 궁형 판 형상 자석의 생산성을 향상시키는 것, 높은 배향도를 가지는 링자석을 제작하는 수단, 그리고 원형이나 이형(異形)단면을 가지는 장척품 소결체 및 1mm 이하의 작은 치수를 가지는 소결체를 제작하는 수단을 제공하는

것이다.

[0088] <과제를 해결하기 위한 수단>

[0089] 상기 과제를 해결하기 위하여 이루어진 본 발명에 관련된 고밀도, 고(高)배향도 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법의 제1 형태는,

[0090] (a) 제품의 형상에 대응한 공동(空洞)을 가지는 용기(이하 이를 몰드라고 한다)에 합금분말을 고밀도로 충전하는 공정과,

[0091] (b) 상기 합금분말에 고(高)자계를 인가하여, 합금분말을 배향(配向)시키는 공정과,

[0092] (c) 상기 합금분말을 몰드에 넣은 채, 이 합금분말로부터 방출되는 기체성분을 몰드 밖으로 배출가능한 상태로 가열하여 소결하는 공정과,

[0093] (d) 상기 합금분말의 소결체를 상기 몰드로부터 꺼내는 공정

[0094] 을 가지는 것을 특징으로 한다.

[0095] 여기서, 공동(空洞)은 원하는 제품의 형상과 치수 및 소결시의 수축을 고려하여 설계하는 것이 바람직하다. 고밀도, 고배향도 소결체라는 것은, 밀도가 이론밀도의 97% 이상이며, 배향도가, 최대 인가 자계 10T의 펠스자화 측정법으로 측정했을 때, 잔류자화 J_r 의 포화자화 J_s 에 의한 비율 J_r/J_s 가 93% 이상인 것이다.

[0096] 본 발명에 관련된 제조방법의 제2 형태는,

[0097] (a) 몰드에 합금분말을 고밀도로 충전하는 공정과,

[0098] (b) 상기 합금분말에 고자계를 인가하여, 합금분말을 배향시키는 공정과,

[0099] (c) 상기 합금분말을 몰드에 넣은 채, 이 합금분말로부터 방출되는 기체성분을 몰드 밖으로 배출가능한 상태로 가열하여, 이 합금분말의 가(假)소결체를 제작하는 공정과,

[0100] (d) 상기 가소결체를 상기 몰드로부터 꺼내거나, 상기 몰드의 일부를 제거한 후, 상기 가소결체를, 그 가소결온도보다 고온으로 가열하여 본(本)소결하는 공정과,

[0101] (e) 상기 가소결체를 본소결한 소결체를, 상기 몰드의 잔부(殘部)로부터 꺼내는 공정

[0102] 을 가지는 것을 특징으로 한다.

[0103] 본 발명에 관련된 제조방법의 제3 형태는, 제1 또는 제2 형태에 있어서, 합금분말의 몰드에 대한 충전밀도가 이 합금의 진밀도(眞密度)의 35~60%인 것을 특징으로 한다.

[0104] 통상, 합금분말을 공동 내에 떨어뜨려 넣을 뿐인 분말충전법에 의하면, 분말의 충전밀도는 이론밀도의 20% 정도이다. 본 발명의 방법에서는 35% 이상으로 고밀도 충전하는 것이 바람직하다. 35% 이하에서는, 소결 후의 소결체 밀도가 낮고, 큰 블로홀이 소결체 중에 형성되어, 실용적인 소결자석이 안된다. 충전밀도가 지나치게 높아서, 60% 이상이 되면 합금분말의 자계배향이 곤란해진다.

[0105] 본 발명에 관련된 제조방법의 제4 형태는, 제3 형태에 있어서, 상기 충전밀도가 진밀도의 40~55%인 것을 특징으로 한다.

[0106] 제3 형태보다 바람직한 범위를 부여한다.

[0107] 본 발명에 관련된 제조방법의 제5 형태는, 제1 내지 제4 형태 중 어느 하나에 있어서, 배향자계가 2T 이상인 것을 특징으로 한다.

[0108] 소결자석의 배향도 J_r/J_s 가 93% 이상이 되기 위하여, 배향자계는 적어도 2T 이상인 것이 바람직하다.

[0109] 본 발명에 관련된 제조방법의 제6 형태는, 제5 형태에 있어서, 배향자계가 3T 이상인 것을 특징으로 한다. 배향자계의 보다 바람직한 범위를 부여한다.

[0110] 본 발명에 관련된 제조방법의 제7 형태는, 제6 형태에 있어서, 배향자계가 5T 이상인 것을 특징으로 한다. 이는 배향자계의 더욱 바람직한 범위를 부여한다.

- [0111] 본 발명에 관련된 제조방법의 제8 형태는, 제5 내지 제7 형태 중 어느 하나에 있어서, 배향자계가 펠스자계인 것을 특징으로 한다.
- [0112] 본 발명에 관련된 제조방법의 제9 형태는, 제8 형태에 있어서, 배향자계가 교번(交番) 자계인 것을 특징으로 한다.
- [0113] 본 발명에 관련된 제조방법의 제10 형태는, 제5 내지 제9 형태 중 어느 하나에 있어서, 배향자계를 복수회 인가하는 것을 특징으로 한다.
- [0114] 본 발명에 관련된 제조방법의 제11 형태는, 제10 형태에 있어서, 배향자계가 직류자계와 교변 자계의 조합인 것을 특징으로 한다.
- [0115] 본 발명에 관련된 제조방법의 제12 형태는, 제1 내지 제11 형태 중 어느 하나에 있어서, 합금분말에 윤활제가 첨가되어 있는 것을 특징으로 한다.
- [0116] 본 발명에 관련된 제조방법의 제13 형태는, 제12 형태에 있어서, 윤활제가 고체 윤활제 또는 액체 윤활제 혹은 그 양쪽인 것을 특징으로 한다.
- [0117] 본 발명에 관련된 제조방법의 제14 형태는, 제13 형태에 있어서, 액체 윤활제가 지방산 에스테르 또는 해중합(解重合) 폴리머를 주성분으로 하는 것을 특징으로 한다.
- [0118] 제6 내지 제14 형태는 배향도를 향상시키기 위한 수단을 부여하는 것이다.
- [0119] 본 발명에 관련된 제조방법의 제15 형태는, 제1 내지 제14 형태 중 어느 하나에 있어서, 합금분말의 입경(粒徑)이 $4\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 한다.
- [0120] 이로써, 종래의 금형 프레스법 또는 RIP법을 포함하는 자석제조법에서는 분말이 지나치게 활성되어 양산화가 곤란하였던 고특성 RFeB 이방성 소결자석의 생산이 가능해진다.
- [0121] 본 발명에 관련된 제조방법의 제16 형태는, 제15 형태에 있어서, 합금분말의 입경이 $3\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 한다. 이로써, 제15 형태보다 더욱 고특성 자석의 생산이 가능해진다.
- [0122] 본 발명에 관련된 제조방법의 제17 형태는, 제16 형태에 있어서, 합금분말의 입경이 $2\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 한다. 이로써, 제16 형태보다 더욱 고특성 자석의 생산이 가능해진다.
- [0123] 본 발명에 관련된 제조방법의 제18 형태는, 제17 형태에 있어서, 합금분말의 입경이 $1\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 한다. 이로써, 제17 형태보다 더욱 고특성 자석의 생산이 가능해진다.
- [0124] 본 발명에 관련된 제조방법의 제19 형태는, 제16 내지 제18 형태 중 어느 하나에 있어서, 합금분말의 입경이 $3\mu\text{m}$ 이하이고 소결온도가 1030°C 이하인 것을 특징으로 한다.
- [0125] 이로써 RFeB 소결자석의 고특성화가 도모됨과 함께, 몰드의 수명을 대폭으로 연장시키는 것이 가능해진다.
- [0126] 본 발명에 관련된 제조방법의 제20 형태는, 제19 형태에 있어서, 합금분말의 입경이 $2\mu\text{m}$ 이하이고 소결온도가 1010°C 이하인 것을 특징으로 한다. 이로써 RFeB 소결자석의 고특성화가 제19 형태보다 더욱 진전되고, 몰드의 수명도 더욱 향상한다.
- [0127] 본 발명에 관련된 제조방법의 제21 형태는, 제1 내지 제20 형태 중 어느 하나에 있어서, 몰드의 일부 또는 전부를 복수회 사용하는 것을 특징으로 한다.
- [0128] 이는 본 발명을 공업적으로 실시할 때, 생산성 향상을 위하여 꼭 필요한 것이다.
- [0129] 본 발명에 관련된 제조방법의 제22 형태는, 제1 내지 제21 형태 중 어느 하나에 있어서, 몰드가 복수개의 공동(空洞)을 가지는 것을 특징으로 한다.
- [0130] 본 발명에 관련된 제조방법의 제23 형태는, 제1 내지 제22 형태 중 어느 하나에 있어서, 공동이 기동형상인 것을 특징으로 한다.
- [0131] 이는 원형단면 혹은 이형단면을 가지는 장착품을 넷 쉐이프로 제작하는 방법이다.
- [0132] 본 발명에 관련된 제조방법의 제24 형태는, 제1 내지 제23 형태 중 어느 하나에 있어서, 통형상의 공동의 중심에 기동형상의 코어가 배치된 것을 특징으로 한다.
- [0133] 본 발명에 관련된 제조방법의 제25 형태는, 제24 형태에 있어서, 합금분말을 공동에 고밀도로 충전하고, 자계

를 인가하여 배향한 후, 몰드의 코어를 뽑고, 또는, 몰드의 코어를 가는 것으로 치환하고, 소결하는 것을 특징으로 한다.

[0134] 제24 및 제25 형태는, 종래법에서는 불가능했던 각각 자계 중 프레스폼과 같은 고특성을 가지는, 통형(筒形) 링형상 자석의 생산을 가능하게 하는 것이다.

[0135] 본 발명에 관련된 제조방법의 제26 형태는, 제23 내지 제25 형태 중 어느 하나에 있어서, 공동의 주축(主軸) 방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 한다.

[0136] 본 발명에 관련된 제조방법의 제27 형태는, 제26 형태에 있어서, 상기 주축방향의 공동 양단(兩端)의 덮개 및 바닥에 접촉하는 부분의 재질을 강자성체(強磁性體)로 하는 것을 특징으로 한다.

[0137] 제26 및 제27 형태는, 뒤틀림이 가능한 한 적은 기동형상 혹은 통형상의 소결체를 얻기 위한 수단을 부여한다.

[0138] 본 발명에 관련된 제조방법의 제28 형태는, 제22 형태에 있어서, 공동이 평판 형상인 것을 특징으로 한다. 이는, 평판 형상 자석의 고생산성 생산방법을 부여한다.

[0139] 본 발명에 관련된 제조방법의 제29 형태는, 제22 형태에 있어서, 공동이 궁형(弓形) 판형상인 것을 특징으로 한다. 이는, 궁형 판형상 자석의 고생산성 생산방법을 부여한다.

[0140] 본 발명에 관련된 제조방법의 제30 형태는, 제28 또는 제29 형태에 있어서, 공동의 평판면 또는 궁형(弓形) 판면(板面)에 수직인 방향으로 자계를 인가하여 합금분말을 배향하는 것을 특징으로 한다.

[0141] 본 발명에 관련된 제조방법의 제31 형태는, 제30 형태에 있어서, 공동의 평판면 또는 궁형 판면을 형성하는 부분의 재질이 비자성체 또는 1.5T 이하의 포화자화를 가지는 것을 특징으로 한다.

[0142] 본 발명에 관련된 제조방법의 제32 형태는, 제31 형태에 있어서, 상기 포화자화가 1.3T 이하인 것을 특징으로 한다.

[0143] 제30 내지 제32 형태는 평판 형상 혹은 궁형 판 형상 자석을 제조할 때, 블로홀이 없는, 고밀도의 소결체를 얻기 위한 수단을 부여한다.

[0144] 본 발명에 관련된 제조방법의 제33 형태는, 제22 내지 제32 형태 중 어느 하나에 있어서, 몰드에 복수의 공동이 2열(列) 이상 늘어서 배치되어 있는 것을 특징으로 한다.

[0145] 본 발명에 관련된 제조방법의 제34 형태는, 제1 내지 제33 형태 중 어느 하나에 있어서, 몰드의 부위 중, 합금분말의 자계배향방향과 평행한 벽을 구성하는 부위의 일부 또는 전부가 강자성체인 것을 특징으로 한다.

[0146] 본 발명에 관련된 제조방법의 제35 형태는, 제1 내지 제34 형태 중 어느 하나에 있어서, 공동의 내벽에 늘어붙음 방지 코팅을 실시한 것을 특징으로 한다.

[0147] 본 발명에 관련된 제조방법의 제36 형태는, 제1 내지 제35 형태 중 어느 하나에 있어서, 기계적인 진동을 이용하는 기계적 태평법, 푸시 로드를 밀어 넣음에 의한 푸셔(pusher)법 혹은 기체류(流)의 충격을 사용하는 에어 태평법 또는 그들의 병용(併用)에 의해 합금분말을 몰드에 강제충전하는 것을 특징으로 한다.

[0148] 본 발명에 관련된 제조방법의 제37 형태는, 제1 내지 제36 형태 중 어느 하나에 있어서, 용탕(溶湯) 금냉법에 의해 얻어진 합금을 분쇄하여 얻어지는 미분말을 합금분말로서 이용하는 것을 특징으로 한다.

[0149] 본 발명에 관련된 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치의 제1 형태는,

[0150] (a) 합금을 미분쇄한 합금분말을 몰드에 고밀도 충전하는 합금분말 충전수단과,

[0151] (b) 합금분말을 자계 중(中) 배향하는 자계 중 배향수단과,

[0152] (c) 그 몰드째로 합금분말을 소결하는 소결수단과,

[0153] (d) 몰드를 합금분말 공급수단, 자계 중 배향수단, 소결수단의 순서로 반송하는 반송수단과,

[0154] (e) 합금분말 충전수단, 자계 중 배향수단, 소결수단 및 반송수단을 수용하는 용기와,

[0155] (f) 상기 용기의 내부를 불활성 가스 분위기 또는 진공으로 하는 분위기 조정수단

[0156] 을 구비하는 것을 특징으로 한다.

- [0157] 본 발명에 관련된 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치의 제2 형태는,
- [0158] (a) 합금을 미분쇄한 합금분말을 몰드에 고밀도 충전하는 합금분말 충전수단과,
- [0159] (b) 합금분말을 자계 중 배향하는 자계 중 배향수단과,
- [0160] (c) 그 몰드째로 합금분말을 보형(保形)할 때까지 가(假)소결하는 가소결수단과,
- [0161] (d) 가소결한 합금분말을 본(本)소결하는 본소결수단과,
- [0162] (e) 몰드를 합금분말 공급수단, 자계 중 배향수단, 가소결수단, 본소결수단의 순서로 반송하는 반송수단과,
- [0163] (f) 합금분말 충전수단, 자계 중 배향수단, 예비소결수단, 본소결수단 및 반송수단을 수용하는 용기와,
- [0164] (g) 상기 용기의 내부를 불활성 가스 분위기 또는 진공으로 하는 분위기 조정수단
- [0165] 을 구비하는 것을 특징으로 한다.
- [0166] 이는, 본 발명을 실시하는 장치의 안전성을 높이기 위한 수단을 부여한다.
- [0167] 본 발명에 관련된 제조방법의 제3 형태는, 상기 용기를 수용하는 외부용기를 구비하는 것을 특징으로 한다.
이는, 본 발명을 실시하는 장치의 안전성을 더욱 높이기 위한 수단을 부여한다.
- [0168] <발명의 실시형태 및 효과>
- [0169] 본 발명에 의하면, 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법에 있어서, 공동을 가지는 몰드에 미분말을 충전하고, 외부로부터 자계를 인가하여 분말을 배향한 후, 그대로 소결한다. 여기서, 공동의 형상이나 치수는, 원하는 제품의 형상이나 치수에 대응하여 설계한다. 그 때, 소결시의 수축을 고려하여 설계하는 것이 바람직하다.
- [0170] 본 발명의 제조방법은, RCo(희토류 코발트)자석이나 RFeB(희토류 · 철 · 붕소)자석의 제조에 적용된다.
- [0171] 본 발명에 의하면, 미분말을 몰드에 가둔 후, 자계를 인가하고, 그대로 소결 공정으로 이행한다. 미분이 어렵게 날리지 않고, 희토류 자석의 미분이더라도 안전하게 취급할 수 있다.
- [0172] 본 발명에 의하면, 미분말 충전, 자계의 인가, 소결로로의 반입까지의 프로세스 일체가 아르곤이나 질소 등의 불활성 가스 분위기 중, 혹은 진공 중에서 행하여진다. 희토류 자석은 산소 등 불순물의 영향을 받는다. RFeB 자석이든, SmCo자석이든, 미리 산화되는 희토류량을 예상하여, 그 화학량론(化學量論) 조성보다도 희토류 리치 측으로 조성을 선택하는 것이 필요하게 된다. 그러나 그만큼, 비자성상(非磁性相)이 많아져서, 특성이 저하된다. 본 발명에 의한 프로세스를 RFeB자석, SmCo자석의 희토류 자석에 적용하면, 미분말의 상태에서 대기 중의 산소에 접촉할 기회가 없으므로, 소결체의 산소를 저감할 수 있다. 이 경우, 산화되는 희토류량을 미리 예상할 필요가 없으므로, 희토류(Nd, Sm)량을 극한(極限)까지 내릴 수 있어, 높은 자기 특성을 얻을 수 있다. 동시에 압축 프로세스가 없으므로 고(高)배향이 유지되어서, 고(高)Br · 고(高)에너지적(積)이 실현된다.
- [0173] 본 발명에 있어서는, 소결(제1 형태의 경우) 또는 가(假)소결(제2 형태의 경우)은, 합금분말로부터 방출되는 기체성분을 몰드 밖으로 배출 가능한 상태에서 행한다. 그로 인해, 몰드에는 소결시 혹은 가소결시에 탈기용(脫氣用) 개구부, 세공(細孔), 세극(細隙) 혹은 흠 등이 형성되어 있는 것이 필요하다. 이들 탈기용 개구부 등은 처음부터 형성해 두어도 좋지만, 합금분말의 충전 및 자계 중 배향의 공정 후에 형성해도 좋다.
- [0174] 분말에는 수소 크러시(crushing, 解碎)할 때에 합금 중에 흡수된 수소가 다량으로 흡장(吸藏)되어 있는 것이 있으며, 또한, 질소, 수분 등의 흡착 가스 성분이 반드시 존재한다. 또한, 미분말에 혼합된 윤활제나 바인더의 일부 또는 전부는 고온에서 기화한다. 이들 기체성분은 소결시 혹은 가소결시에 몰드 밖으로 배출되도록 할 필요가 있다. 이들 기체성분이 몰드 내에 밀봉된 채로는, 소결시에 소결체의 밀도가 오르지 않든가, 소결체가 이들 기체성분과 반응하여 오염되어, 자기 특성에 악영향을 끼친다. 이러한 기체성분의 배출용 세극(細隙)이나 세공(細孔)을 몰드에 미리 마련하여 놓거나, 몰드에 합금분말을 충전하고, 덮개를 닫고, 자계배향하고나서, 몰드 외벽의 일부나 코어(제24 또는 제25 형태)를 제거하여 개구부를 형성해도 좋다. 여기서, 상술한 세극이나 세공은 공동과 그 덮개 사이의 이음매와 같이, 자연스럽게 이루어지는 간극이어도 좋다.
- [0175] 본 발명에 의하면, 목적으로 하는 치수, 형상으로부터 미리 정해진 공동을 가지는 몰드에 미분말을 충전하고, 외부로부터 자계를 인가하여 분말을 배향한 후, 그대로 소결 혹은 가소결할 수 있다.

- [0176] 자석합금 미분말은 몰드 내에 고밀도 충전된다. 고밀도 충전의 정도는 종래의 금형 프레스법에 있어서의 충전의 정도보다도 높고, 종래의 금형 프레스법이나 CIP법, RIP법에 있어서의 압축성형체의 상대밀도보다도 낮다. 종래법에서는 압분체 핸들링을 위하여 견고한 압분체 강도가 필요했지만, 본 발명에 있어서는 압분체 핸들링 공정이 존재하지 않으므로, 압축할 필요가 없다.
- [0177] 합금분말은 몰드 내에 충분히 고밀도로 그리고 균일하게 충전되지 않으면 안된다. 그렇지 않으면 소결체의 밀도가 저하되거나, 펠스자계 배향시에 분말의 치우침이 생겨, 소결체 내에 블로홀이 생기거나 한다.
- [0178] 본 발명의 희토류 자석은, RFeB자석이 바람직하다.
- [0179] RFeB자석은, 원자 백분비에서, R(R은 Y를 포함하는 희토류원소 중 적어도 1종류) : 12 ~ 20%, B : 4 ~ 20% 및 잔부 실질적으로 Fe로 이루어진다.
- [0180] 자석의 온도특성이나 내식성의 개선, 미분말의 안정성 개선을 위하여 Fe의 50% 미만을 Co로 치환하여도 좋다.
- [0181] 보자력의 개선, 소결성이나 기타 제조성 개선을 위하여 Ti, Ni, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Al, Sn, Zr, Hf, Ga 등을 첨가해도 좋다. 이들 첨가원소를 복합 첨가해도 좋지만, 어느 경우에도 총량으로 6원자% 이하인 것이 바람직하다. 특히, Cu, Al, V, Mo이 바람직하다.
- [0182] RFeB자석의 경우, 소결은 900 ~ 1200°C 사이에서 행하여진다.
- [0183] 본 발명의 희토류 자석 제조방법은, 희토류 코발트 자석(RCo자석)에도 적용할 수 있다.
- [0184] RCo자석 중, 1-5형(型) 자석의 조성범위는, RTx(R은 Sm 또는 Sm과 La, Ce, Pr, Nd, Y, Gd의 1종 또는 2종 이상의 조합, T는 Co 또는 Co와 Mn, Fe, Cu, Ni 중 1종 또는 2종 이상의 조합, $3.6 < x < 7.5$)로 나타나고, 그 소결온도는 1050 ~ 1200°C이다.
- [0185] 2-17형(型) RCo자석의 조성범위는, R(단, R은 Sm 또는 Sm을 50중량% 이상 포함하는 2종 이상의 희토류원소) : 20 ~ 30중량%, Fe : 10 ~ 45중량%, Cu : 1 ~ 10중량%, Zr, Nb, Hf, V의 1종 이상 : 0.5 ~ 5중량%, 잔부 Co 및 불가피적 불순물이며, 소결온도는 1050 ~ 1250°C이다.
- [0186] 1-5형의 경우도 2-17형의 경우도, 소결시에 900°C 이하에서 열처리를 실시함으로써 보자력을 향상시킬 수 있다.
- [0187] 자기 특성이 높은 자석을 얻기 위하여는, 소결 밀도를 높게 함과 함께, 상기 한 바와 같이 입자 성장을 일으키지 않고 소결함으로써 보자력을 높게 하는 것이 바람직하다. 소결 밀도를 충분히 높게 할 수 있으며, 또한 입자 성장을 일으키지 않는 소결온도로서 최적 소결온도를 정의할 수 있다. 최적 소결온도는, 자석의 조성 및 분말입도, 소결시간 등에 따라 다르다.
- [0188] 본 발명에 있어서 가소결은, 분말의 일부가 결합하여 형상을 보존할 수 있는 상태가 될 때까지 행한다. 그를 위하여는, 가소결의 온도는 500°C 이상으로 하면 좋다. 한편, 몰드의 수명을 고려하여, 소결하는 물품과 몰드 와의 들어붙음을 방지하기 위하여는, 가소결의 온도는 최적 소결온도보다 30°C 낮은 온도 이하로 하면 좋다. 최적 소결온도에서는 충전한 분말의 반응성이 높아져 있으므로, 몰드에 대한 들어붙음이 강해지는 경향이 있기 때문이다.
- [0189] RFeB자석이나 RCo자석에는, 금속간 화합물의 화학량론(化學量論) 조성($R_2Fe_{14}B$ 나 RCO_5)보다도 많은 희토류원소가 함유된다. 그들은 다른 구성원소와의 사이에 저융점의 합금을 생성하여, 액상(液相)소결을 일으킨다. 액상 소결에 의해, 몰드 내에 충전된 합금분말은 충전상태로부터 수축하여 고밀도의 소결체가 된다. 통형상의 공동의 중심에 기둥형상의 코어가 배치된 통형 링형상의 몰드에 분말을 충전하여 소결하면, 몰드의 코어에 수축이 저지되어, 소결체의 내경(內徑)부분에 균열이 생긴다. 그러한 경우에는 가소결 후, 코어를 제거하거나, 가(假)소결체를 본(本)소결용 용기로 바꿔 옮기거나, 혹은 분말을 몰드에 충전하여 자계배향한 후, 가소결 혹은 소결을 위한 가열을 개시하기 전에 코어를 제거하거나, 또는 가는 코어로 바꿔서 소결을 하면, 균열이 없는 소결체를 제작할 수 있다.
- [0190] 본 발명의 특징의 하나는, 소결 후, 원하는 형상과 치수를 가지는 소결자석이 얻어지도록 설계된 공동을 가지는 몰드를 사용하고, 그 몰드를 반복하여 사용하는 것이다. 희토류 소결자석이 하나의 상품에 대하여 100만개 단위의 생산이 행하여지는 경우가 많은 것을 생각하면, 이는 공업기술로서 필수 요건이다. 본 발명자는, 제안하는 기술이 일정한 조건을 만족했을 때에 몰드의 반복사용이 공업적으로 가능하다는 것을 실증하였다.

- [0191] 본 발명에서는, 더욱 높은 생산성을 실현하기 위하여, 다수개의 공동을 가지는 몰드의 사용을 제안한다. 종래법으로서의 금형 프레스법이나 RIP법과 비교하여 압도적으로 유리한 것은, 1개의 몰드로 제작할 수 있는 평판형상 자석이나 궁형 판 형상 자석의 수가 몇배나 큰 것과, 그와 같이 하여 만들어지는 자석의 특성이 자석편(片)마다 편차가 적고, 극히 균일하다는 것이다. 이는, 본 발명에서는, 합금분말의 배향을 위하여, 극히 긴 공심(空芯)코일을 사용할 수 있기 때문이다. 예컨대, 코일로서 비터(bitter)형 코일을 사용하여, 코일의 길이를 20cm로 하면, 전형적인 평판 형상 혹은 궁형 판 형상의 희토류 소결자석을 하나의 몰드로 30개나 제작할 수 있다. 코일 속의 자계는 균일하므로, 이렇게 하여 제작되는 평판 형상 혹은 궁형 판 형상 자석의 자기 특성은, 자석편마다 거의 편차가 없고 균일하다. 비터형 코일을 사용하는 것은, 이 형(型)의 코일은, 고(高)자계를 반복하여 발생시키는 코일로서, 통상적인 권선형 코일에 비하여 수명이 길기 때문이다.
- [0192] 몰드를 구성하는 재료의 선택은, 본 발명을 공업기술로서 사용하기 위하여 중요하다. 예컨대, 평판 형상 자석용 몰드로서, 철제(鐵製)의 몰드를 사용하면, 펠스자계를 인가했을 때, 몰드 내의 합금분말이 평판의 외주부에 밀어 붙여져서, 그대로 소결하면, 평판의 중앙부에 큰 블로홀을 가지는 소결체가 생긴다. 이 블로홀 이외의 부분은 고밀도이고, 고(高)배향의 소결체로 되어 있다. 이러한 자석은 공업재료로서 부적격함은 당연하다. 몰드의 재질을 적정하게 선택함, 즉, 공동의 평판면 혹은 궁형 판면을 형성하는 부분에 비자성체를 이용하거나, 또는 포화자화가 1.5T 이하, 보다 바람직하게는 1.3T 이하 등의 포화자화가 낮은 재료를 이용함으로써, 이러한 문제는 해결된다.
- [0193] 또한, 몰드 부위 중, 합금분말의 자계배향방향과 평행한 벽을 구성하는 부위의 일부 또는 전부를 강자성체 재료로 구성하면, 자계배향 후의 합금분말의 배향이 자기회로로서 고정되어 안정화된다. 이로써, 자계배향 후 몰드의 취급 중에 몰드에 다소의 충격력이 가해지더라도, 배향의 흐트러짐이 일어나지 않으므로, 생산장치의 고속화, 생산의 안정화가 가능해진다. 마찬가지로, 공동이 기동형상 혹은 통형 링형상인 경우에는, 주축방향(깊이방향)의 공동 양단(兩端)의 덮개 및 바닥에 접촉하는 부분에는 강자성체를 이용하는 것이 바람직하다. 이렇게 함으로써, 자계배향 후의 합금분말의 배향이 안정되게 유지된다.
- [0194] 몰드를 반복하여 사용하기 위하여, 몰드에 합금분말이 들어붙는 것을 방지하기 위한 코팅을 실시할 수 있다. 들어붙음 방지에 효과가 있는 코팅으로서, BN(보론 나이트라이드)코팅이 있다. BN코팅의 방법으로서, BN분말을 기계적으로 바르는 정도이더라도 들어붙음 방지에는 어느 정도 효과가 있다. 더욱 완전한 들어붙음 방지를 위하여는, BN분말을 더욱 강하게 몰드에 고착시키는 것이 바람직하다. 고착을 위한 바인더로서 수지를 이용하는 경우는, 소결할 때마다 매회 코팅을 실시한다. 바인더로서 금속이나 유리를 사용하여, 몰드 내면에 BN을 들어붙여 놓으면, 복수회사용 가능한 코팅이 만들어진다. 또한, 스퍼터링, 이온 플레이팅, CVD법 등에 의한 TiN, TiC, TiB₂ 등의 각종 질화물, 탄화물, 붕화물, 혹은 알루미나 등의 산화물로 이루어지는 박막 코팅은, 내구성이 있고, 표면이 매끄럽고 복수회 사용 가능한 들어붙음 방지 코팅으로서 효과가 있다.
- [0195] 세계 탑 레벨인 네오디뮴 자석소결체 결정입경의 크기는 5~15μm이며, 소결 전의 미분말의 입경은 D₅₀에서 4.5~6μm이다. 여기서 D₅₀이라 함은, 레이저식 입도분포 측정기(예: 심파텍(Sympatec)사(게엠베하(GmbH)) 제작, 주식회사 호리바 제작소(HORIBA, Ltd.) 제작)로 측정된, 입도분포의 중앙값을 나타낸다. 이전에 이용되었던 공기투과식 입도분포 측정기(피셔(Fisher)사 제작, sub-sieve sizer, F.S.S.S.)에 의한 측정값이 3μm인 미립자의 입경은, D₅₀에서는 약 4.5~5μm라고 표시된다. 희토류원소를 30중량% 이상 포함하는 희토류 자석 합금조성에서는, 종래의 금형 프레스법에 의해 D₅₀이 4.5μm(F.S.S.S.로 3μm) 이하의 미분말을 취급하는 것은 곤란하였다. 본 발명에 있어서 미분말은 질소 등의 불활성 분위기 중에서 몰드 내에 충전되어, 자계에 의해 배향되고, 소결로에 반입되므로, 공기에 접촉하는 공정이 없어, 비록 미분말이어도 취급상 아무런 위험성은 없다.
- [0196] 화학적으로 활성인 희토류원소를 다양으로 포함하는 RFeB자석합금 미분말을 취급함에 있어서, 종래의 금형 프레스, CIP나 RIP에 의한 제조 프로세스는 부적격하다. 산화되어 있지 않은 4μm 이하의 작은 입경의 RFeB합금분말을 대기 중에 노출시키면, 발화, 폭발의 위험성이 있어, 안정적 생산을 할 수 없다. 가령 발화되지 않고 끌났다 하더라도, 미분말은 표면적이 크기 때문에 산소량이 증가하여, 자기 특성은 저하된다. 종래법에서는 이를 영향을 피할 수 없기 때문에, 4.5μm 이하의 미분말을 공업적으로 대량으로 취급할 수는 없었다.
- [0197] 본 발명에 의해 D₅₀의 값이 4μm 이하인 RFeB합금분말을 이용하여 소결자석을 만들면, 고(高)배향이고 에너지적(積)이 높으며, 동시에 보자력이 높은 네오디뮴 소결자석이 얻어진다.
- [0198] 본 발명에 의하면, 양이 적고 고가인 Dy나 Tb를 전혀 이용하지 않거나, 이용했다고 하더라도 얼마 안되는 양

으로, 하이브리드카나 산업용 모터에 사용되는, 높은 보자력을 가진 RFeB자석을 안정되게 양산할 수 있다.

[0199] 본 발명의 특징의 하나는, 금형 프레스나 CIP, RIP와 같이 분말을 배향한 후에 가압 성형을 행하지 않는 것이다. 몰드 내에서 배향된 분말은, 종래법과 같이, 압력이 인가됨으로써 배향이 흐트러지지 않고, 높은 배향이 유지된 채로 소결된다. 높은 배향도에 의해, 높은 잔류자속밀도(B_r)와 높은 최대 에너지적(積)($(BH)_{max}$)이 실현된다.

[0200] 종래법에서는 D_{50} 의 값이 $3\mu m$ 이하 혹은 $2\mu m$ 이하, 혹은 더욱 고(高)보자력화를 위하여, $1\mu m$ 이하의 희토류함유 자석분말을 취급하는 수단이 없다. 본 발명에 의하면, 미분말 제작 후 소결까지의 프로세스를 완전한 불활성 분위기 중에서 처리할 수 있어서, D_{50} 의 값이 $0.5\mu m$ 이하인 희토류함유 자석분말이더라도 취급할 수 있다.

[0201] 자석합금분말은, 배합 조성을 용해로에서 용해한 주조 잉곳(ingot), 또는 용탕 금냉법(스트립 캐스트법)으로 얻은 주편을 분쇄하여 얻어진다. 수 μm 의 미분말을 얻기 위하여는, 일반적으로 조(粗)분쇄와 미(微)분쇄로 나누어 분쇄를 행하는 경우가 많다. 조분쇄는 기계적으로 분쇄하는 방법과 수소 중에 있어서 수소를 흡장(吸藏)시켜 분쇄하는 방법(수소분쇄법)이 있으며, 수소분쇄법이 생산성이 뛰어나므로 많이 이용되고 있다. 미분쇄 방법으로서는, 볼밀(Ball Mill)이나 어트라이터(Attriter)에 의한 방법, 질소 등의 기류(氣流)를 이용하여 분쇄하는 제트밀 분쇄법 등이 일반적이다. 본 발명에서는 수 μm 이하의 미분말을 이용하는 것을 특징으로 하는데, 미분말을 얻는 방법에 제한은 없고, 상술한 이외의 방법이어도 좋다.

[0202] 본 발명에 있어서의 몰드 중 분말의 충전밀도는, 진(眞)밀도에 대하여 35% ~ 60%로 하는 것이 바람직하고, 40% ~ 55% 사이가 보다 바람직하다.

[0203] 종래법(금형 프레스법, CIP, RIP)에서는, 후공정으로 이어지는 핸들링을 위하여 견고한 압분체를 필요로 하였다. 따라서, 충분한 자기 특성을 얻을 목적 이상의 강한 가압력을 필요로 하였다. 본 발명에서는 압분체의 핸들링 공정이 존재하지 않으므로, 종래법과 같은 압분체 강도를 고려할 필요가 없다.

[0204] 분체(粉體)충전에는 기계적인 진동을 이용하는 기계 태평법, 몰드 내에 푸시 로드를 밀어 넣는 푸셔(pusher)법 및 에어 태평법(일本国 특허공개 2000-096104호)을 이용하는 것이 바람직하다. 미크론 단위의 자석분말은 응집하기 쉬워서, 몰드에 충전할 때에 용이하게 브리지를 형성하여 균일 충전이 어렵다. 기계 태평법이나 푸셔법에 의해, 기계적으로 브리지를 파괴하여 고밀도 충전을 행한다. 혹은 에어 태평법에 의해, 분말 피더(feeder) 내의 분말에 주기적인 에어 충격을 가함으로써 분말을 몰드 내에 고밀도로 정량(定量) 균일 충전할 수 있다.

[0205] 일본국 특허공개 2000-096104호 공보에는, 미리 바인더 등을 첨가한 분말을 에어 태평법에 의해 형(型) 내에 충전하고, 가열 등의 방법으로 바인더를 고화하여 분체를 결합시켜 성형체를 얻고, 그 후 소결하는 방법이 기재되어 있다. 그러나, 이 발명은 자석에 관한 방법이 아니라서, 자계에 의한 배향이 없고, 몰드째로 소결(또는 가소결)한다고 하는 발상이 없다. 본 발명에 있어서는 분말성형체를 얻기 위한 바인더를 이용하지 않으며, 바인더로 굳힌 분말성형체를 핸들링 할 필요도 없다.

[0206] 분말의 배향에 이용하는 외부자계 발생원은 펠스자계가 바람직하다. 분말을 충전한 몰드를 공심코일 내에 놓고 펠스자계가 인가된다. 금형 프레스법에서 이용되는 전자석에 의한 정자계 방식에서는 인가 자계는 고작 1.5T인 것에 반하여, 펠스자계 방식에서는 이보다 훨씬 높은 자계를 인가할 수 있다. 본 발명에 있어서의 펠스자계의 크기는 2T 이상, 바람직하게는 3T 이상 필요하며, 5T 이상인 것이 더욱 바람직하다. 또한, 분말을 배향하기 위한 펠스자계는 직류 펠스를 1회만 인가하기 보다는, 미리 교번(交番) 감쇠식의 과형 자계를 인가하고, 그 후 직류 펠스자계를 인가하도록 하는 방법이 바람직하다.

[0207] 일본국 특허 제3307418호에는, RFeB자석의 제조에 있어서, 1.5 ~ 5T의 자계를 부여함으로써, 자기 특성이 향상되는 것이 확인되어 있다. 그러나, 종래의 금형 프레스에 펠스자계를 인가하면, 금형 중에 와전류손실이나 히스테리시스(hysteresis) 손실이 발생하여 연속 사용할 수 없다. 또한, 펠스자계에 의한 충격력이 금형에 가해지므로, 금형이 파손되는 경우가 있다.

[0208] 본 발명에 있어서의 분말 배향자계는, 초전도식 코일 등에 의해 강한 자계를 얻을 수 있는 것이라면, 그것으로도 좋다.

[0209] 뛰어난 자기 특성을 가지는 희토류 소결자석은, 치밀하고 균질의 미세조직을 필요로 한다. 그러한 소결체를 얻기 위하여, 미세하고 치밀한 합금 잉곳을 얻는 방법으로서 스트립 캐스트법이 제안되었다(일本国 특허 제2665590호 등). 종래의 RFeB자석의 제법에서는 스트립 캐스트 합금의 박대(薄帶)의 두께는 $300\mu m$ 정도의 것이

사용되었지만, 본 발명의 방법에서는 합금 박대의 두께는 $250\mu\text{m}$ 이하가 바람직하다. 또한 $D_{50}=3\mu\text{m}$ 이하의 분말입경을 가지는 미분말을 얻기 위한 박대로서는, $200\mu\text{m}$ 또는 그 이하의 두께가 바람직하다. $D_{50}=2\mu\text{m}$ 이하의 분말을 얻기 위한 박대로서는, $150\mu\text{m}$ 이하의 두께가 바람직하다. 이와 같이 적절한 두께의 합금 박대를 사용하여 미분말을 얻음으로써, 최종적으로 얻어지는 네오디뮴 소결자석의 보자력을 최대로 할 수 있다.

[0210] 본 발명에 있어서, 분쇄기로부터의 미분말의 취출에서부터 소결로로의 반입까지의 공정 일체가, 불활성 분위기 중에서 행하여진다. 호퍼에 놓인 미분말은 기계적 태평이나 에어 태평과 같은 고밀도 충전수단을 통하여 불활성 가스 분위기 중에 설치된 몰드 속에 충전되고, 덮개가 덮이어, 자계 중 배향수단을 마련한 장소로 이동한다. 펄스자계 등의 자계 중 배향수단에 의해 몰드 중의 분말이 배향되고, 그대로 소결로 입구에 반송된다.

[0211] 미리 액체 윤활제를 첨가한 미분말을 몰드에 충전하는 것은, 자계 중 배향을 용이하게 하여 배향도를 높이므로, 바람직한 방법이다.

[0212] 일반적으로, 고체 윤활제는 증기압이 낮고 비점은 높지만, 액체 윤활제는 증기압이 높고 비점은 낮다. 미분말 전체에 널리 퍼지기 쉬운 것, 탈지성이 용이한 것을 고려하면, 액체 윤활제가 좋다.

[0213] 액체 윤활제로서 카프론산 메틸이나 카프릴산 메틸을 포화지방산과 함께 이용하는 것이 알려져 있다(일본국 특허공개 2000-109903호). 그러나 금형 프레스법에 이를 윤활제를 이용하는 경우는 자석분말에 대하여 0.05~0.5중량%라고 하는 극히 소량밖에 이용할 수 없다. 이들은 휘발성이 좋아, 소결체에 잔존하지 않는다고 하는 특징을 가지지만, 금형 프레스로 강하게 압축 성형한 압분체를 소결할 때는, 압분체 내부에 갇힌 윤활제 성분까지도 제거하는 것이 곤란하여, 고온에서 윤활제 성분과 자석성분이 반응하여 자기 특성을 저하시킬 우려가 있기 때문이다.

[0214] 본 발명에 있어서 몰드 내의 분말은 압축되어 있지 않아, 윤활제 성분이 가스화하여 용이하게 제거된다. 따라서 본 발명의 액체 윤활제의 양은 많은 편이 바람직하다. 그러나 지나치게 많은 경우에는 고밀도 충전되지 않을 우려가 있다. 바람직한 액체 윤활제의 첨가량은 0.1~1%이다.

[0215] 본 발명의 액체 윤활제는, 윤활성이 있고 휘발하기 쉬운 것이면 좋으며, 옥틸산 메틸, 데칸산 메틸, 카프릴산 메틸, 라우린산 메틸, 미리스틴산 메틸, 팔미틸산 메틸, 스테아린산 메틸 등을 이용할 수 있다. 스테아린산 아연 등 실온에서 고체인 윤활제는, 액체 윤활제에 비하여, 분체 입자표면에 균일하게 바르는 것이 어렵다고 하는 결점을 가진다. 그러나 슈퍼 믹서(칼리타사(社) 제품)라고 불리는 혼합기와 같이 고체 윤활제를 분체 입자표면에 꼼꼼히 바르는 장치를 사용하면, 고체 윤활제의 윤활 효과가 최대한으로 발휘되게 된다. 이러한 방법으로 고체 윤활제가 첨가된 분말은, 액체 윤활제를 첨가한 분말에 비하여, 압축에 의한 고화현상이 쉽게 일어나지 않는다는 장점을 가진다. 이러한 분말을 본 발명의 희토류 자석 제조방법에 있어서 사용하면, 펄스 배향시에 분말이 외주부(外周部)에 밀어 붙여져 굳어지고, 그 후의 소결에 의해, 소결체 중앙부에 블로홀이 형성되는 것을 방지할 수 있다.

[본 발명의 효과]

[0216] 본 발명은, RFeB자석이나 RCo자석 등 희토류 자석의 자기이방성 소결자석의 제조방법에 있어서, 종래법의 문제점이나 모순점을 해결하는 방법으로서 발견되었다. 즉, 본 발명에 의하면 금형 프레스 등의 대규모 성형장치를 필요로 하지 않고, 핸들링을 위한 견고한 압분체를 만들 필요도 없으므로 배향의 흐트러짐이 없고, 넷웨이프 형상의 자기이방성 소결자석이 얻어진다. 공심코일에 의해 강한 펄스자계를 줄 수 있고, 또한 희토류 원소를 포함하는 화학적으로 활성인 미분말을 대기에 접촉하지 않고 처리할 수 있으므로, 산소량이 적고 입도가 작은 분말을 취급할 수 있으며, Tb나 Dy를 이용하지 않더라도 높은 보자력의 희토류 자석이 얻어진다. 또한, 박판형상이나 궁형 판 형상 등 희토류 자석제품으로서 가장 많이 생산되고 있는 제품형상의 고성능 자석을 극히 능률 좋게 생산할 수 있다.

실시예

[몰드]

[0243] 몰드는, 소결온도($\sim 1100^{\circ}\text{C}$)의 고온을 견디는 재질이 바람직하다. 미리 몰드를 승온해 가는 과정에 있어서 입자 경도(輕度)의 결합이 생겨서, 피소결물은 자기(自己)보형(保形) 가능한 상태가 된다. 이 가소결 상태에서,

몰드의 일부 또는 전부를 제거하여, 다른 몰드 혹은 대판(臺板)에 가소결체를 옮겨갈 수 있다. 가소결의 온도는 500°C부터 소결온도보다도 30°C 낮은 온도까지의 사이가 바람직하므로, 가소결시에 이용하는 몰드는 이 온도를 견디는 재질이면 좋다.

[0245] 몰드의 재질로는, 철, 철합금, 스테인리스, 퍼멀로이(permalloy), 내열강, 내열합금, 초합금이나, 몰리브덴, 텅스텐 혹은 그들의 합금, 또한 페라이트나 알루미나 등의 세라믹스 등을 이용할 수 있다.

[몰드 내벽 코팅]

[0247] 소결시의 소결체와 몰드 내벽의 융착을 피하기 위하여, 미리 몰드의 내벽에 BN 등의 이형제(離形劑)를 바르는 것도 효과가 있다. 몰드의 내벽에 BN을 도포하거나, Mo나 W와 같은 고용접 금속 등을 용사법(溶射法)에 의해 내뿜어 이를 막을 내벽에 형성함으로써, 소결시에 소결체가 몰드 내벽에 부착되거나, 그 부착으로 인해 소결체가 변형되거나 깨지거나 하는 것을 방지하는 것은, 양질의 소결자석을 생산하는데 효과가 있다. TiN, TiC, TiB, Al₂O₃, ZrO₂ 등의 박막을 스테인리스 등의 몰드 표면에, 스퍼터링이나 CVD, 혹은 이온 플레이팅에 의해 형성하면 내구성이 있는 융착 방지 코팅을 할 수 있다.

[충전방법]

[0249] 본 발명에 있어서, 충전방법은 중요하다. 조립(造粒)할 수 없는 영구자석합금 미분말은 자석의 성질을 가지므로 응집되기 쉬워서, 브리지를 형성하여, 몰드 내에 정량(定量) 충전하는 것이 곤란하다. 본 발명에서 이용되는 강제(強制)충전에는, 예컨대 기계적 태평법, 푸셔(pusher)법, 본건 발명자에 의해 개발된 에어 태평법(일본국 특허공개 2000-096104호)을 이용할 수 있다.

[충전밀도]

[0251] 충전밀도는 합금의 진밀도(眞密度) 35%에서 60%로 하는 것이 바람직하다. 35% 이하이면, 소결체에 큰 블로홀이 형성되거나, 소결체 전체가 저밀도이고 다공질이 되어, 실용적인 영구자석이 얻어지지 않는다. 실용적으로 사용가능한 고품질의 영구자석을 얻기 위하여는, 충전밀도는 35% 이상이 필요하다. 충전밀도가 60%를 넘으면, 자계배향에 의해 충분한 배향이 얻어지지 않는다. 충분히 배향하여, 블로홀이나 깨어짐이 없고, 고밀도의 소결체를 얻기 위한 보다 바람직한 충전밀도의 범위는 40~55%이다.

[0252] 몰드로서는, 도 1에 나타낸 바와 같은, 개개의 형상에 따른 단수개 찍기의 몰드를 이용할 수 있다. 또한, 효율을 올리기 위하여 도 2 또는 도 3에 나타낸 바와 같은 다수개 찍기의 몰드를 이용할 수도 있다. 각 공동(空洞)의 칸막이는, 착탈 가능한 얇은 칸막이(예컨대 도 2(3)의 칸막이(21))로 좋다. 또한, 도 2(1), (2), (4), (5)와 같은 몰드는, 드릴이나 엔드밀에 의한 절삭가공이나, 방전가공 등에 의해, 순수한 재료에 직접 원하는 형상의 공동을 형성함으로써 만들어진다. 미리 수축률로부터 역산(逆算)한 소정 형상의 공동을 가지는 몰드를 준비하고, 소정의 강제충전을 행하면, 균질한 소정 형상의 소결체를 얻을 수 있다.

[0253] 도 1(3) 또는 (4)의 몰드에 의해 제조되는 구멍뚫린 통형 링형상 자석은, 종래의 금형 프레스법에서는 평행자계 프레스법에 의해서만 제작 가능하였다. 평행자계 프레스법으로 제작되는 소결자석의 자기 특성이 낮기 때문에, 직각자계 프레스와 같은 정도든가 그 이상의 자기 특성을 가지는 통형 링형상 자석의 제조방법의 개발이 기대되고 있었다. 고무 몰드의 중심에 금속제의 막대(코어)를 설치하고, 펄스자제를 인가한 후 CIP 또는 RIP로 압축하는 방법이 시도되었지만, 넷 쉐이프성이 나쁘고, 생산성이 낮다. 본 발명에 의한 제조방법에서는, 미분말을 몰드에 넣어서 펄스 배향 후, 그대로 소결하면 좋다. 내경(內徑)부분에서 수축이 일어나므로, 가(假)소결에 의해 보형(保形)된 단계에서, 가소결체를 도 1(3) 또는 (4)의 몰드로부터 꺼내어, 다른 소결용 몰드로 옮기던가, 코어를 제거한 다음 본(本)소결을 행한다. 혹은, 자계배향 후로서 가열을 행하기 전에 코어를 제거하던가, 가는 코어로 바꿔어 본소결을 행할 수도 있다. 이와 같이 하여 직각자계 프레스와 같은 정도 또는 그 이상의 자기 특성을 가지는 통형 링형상의 RFeB소결자석을 제작할 수 있다. 여기서, 도 1(3), (4)에는 몰드의 공동이 원통형상인 경우의 예를 나타내었지만, 공동은 육각기둥형상 등 다른 형상이어도 좋다. 또한, 코어도 원주(圓柱)형상에 한정되지 않고, 육각기둥형상 등의 다른 형상이어도 좋다.

[0254] 도 1(2)에, 대형 블럭용 몰드의 예를 나타낸다. 종래의 금형 프레스법에서는 프레스압의 한계나 균일 자계영역의 한계에 의해 곤란했던 크기의 것이, 본 발명에 의하면 용이하게 할 수 있다.

[0255] 도 2(3)에, 얇은 칸막이로 구분된 평판자석용 몰드를 나타낸다. 이 몰드를 이용함으로써, 다수개 찍기가 가능하다.

[0256] 도 2(4)에, 모터 등에서 이용되는 궁형 판 형상 자석용 몰드를 나타낸다. 종래의 금형 프레스법이 잘 해내지

못하는 형상에 대하여도, 본 발명에서는 용이하게 제조할 수 있다. 칸막이의 부분은 도 2(3)과 마찬가지로 착탈 가능하게 해도 좋다.

[0257] 도 2(5)에, 부채꼴 단면(斷面)을 가지는 기동형상자석을 제조하기 위한 몰드를 나타낸다. 제작된 부채꼴 단면 기동형상자석을 소정의 두께씩 절단하여 얻어지는 자석은 보이스 코일 모터 등에 이용된다.

[0258] 도 3에, 도 2(1), (3)의 몰드보다도 더욱 다수의 평판자석을 한번에 제작할 수 있는 몰드의 예를 나타낸다. 본 발명의 제조방법에서는 금형 프레스기를 이용할 필요가 없으므로, 평판 형상의 공동을 2열(列) 늘어놓아 배치 할 수 있다. 또한, 이러한 공동을 3열 이상 늘어놓을 수도 있고, 평판 형상의 공동 대신에 궁형 판 형상 등, 다른 형상의 공동을 2열 이상 늘어 놓아 배치할 수도 있다(도시는 생략). 본 발명에서는 미분말을 배향시킬 때에 종래보다도 공심부(空芯部)의 용량이 큰 코일을 사용할 수 있으므로, 이렇게 공동을 2열 이상 늘어놓아도 평판자석마다의 자석특성의 편차를 충분히 작게 억제할 수 있다.

[덮개]

[0260] 도 1 내지 도 3에 예로 든 바와 같은 몰드에 미분말을 충전하고, 덮개를 덮은 다음, 펠스자계를 인가하여 분말을 배향한다. 펠스자계를 분말에 인가하면, 분말을 구성하는 입자는 하나하나 자석이 되어, 자석의 N극끼리, S극끼리 서로 반발하여, 분말체적이 크게 팽창한다. 덮개를 덮지 않던가, 덮개가 불완전하면, 펠스자계배향의 순간 분말이 비산해 버린다.

[0261] 덮개는 몰드에 가볍게 끼워 넣을 정도로 설계된다. 덮개와 몰드 입구의 끼워맞춤이 너무 꼭 끼면, 공동 안이 밀폐상태가 된다. 공동 안이 밀폐상태이면, 소결시에 소결체의 고밀도화가 저해되거나, 윤활제 등에 포함되는 탄소성분에 오염되어서, 자기 특성의 저하가 일어난다. 이로 인하여, 덮개와 몰드의 입구에 작은 틈이 생기도록 끼워맞춤을 조절하던가, 도 4(1), (2)와 같이 탈기용(脫氣用) 작은 구멍을 형성해 둔다.

[희토류 자석]

[0263] 본 발명은, R(R은 Y를 포함하는 희토류원소의 적어도 1종류) 및 천이원소를 함유하는 희토류 자석의 제조방법에 적용된다.

[0264] 희토류 자석의 조성은 특히 한정되지 않고, 희토류원소 및 천이원소를 포함하는 것이면 좋지만, 본 발명은 특히, RFeB계 소결자석(Fe의 일부는 Co로 치환가능하다.), 또는 RCo계 소결자석의 제조에 적합하다.

[0265] RFeB계 희토류 자석의 조성은 통상, R을 27~38중량%, Fe를 51~72중량%, B를 0.5~4.5중량% 함유하는 것이 바람직하다. R함유량이 지나치게 적으면, 철이 풍부한 상(相)이 석출되어 고(高)보자력을 얻을 수 없게 된다. 한편, R함유량이 지나치게 많으면, 잔류자속밀도가 저하된다.

[0266] 희토류원소 R로서는, Y, La, Ce, Pr, Nd, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Tm, Yb, Lu 등을 들 수 있고, 특히, Nd 및/또는 Pr을 포함하는 것이 바람직하다. 또한, R의 일부를 중(重)희토류원소인 디스프로슘(Dysprosium; Dy)이나 테르븀(terbium; Tb)으로 치환하면, 높은 보자력이 얻어진다. 그러나, 중희토류원소의 치환량이 지나치게 많아지면 잔류자속밀도가 저하되므로, 중희토류원소의 치환량은 6중량% 이하가 바람직하다. B함유량이 지나치게 적으면 고(高)보자력이 얻어지지 않고, B함유량이 지나치게 많으면 고(高)잔류자속밀도가 얻어지지 않는다. 여기서, Fe의 일부를 Co로 치환하는 것도 가능하지만, 그 경우, 치환량이 지나치게 많아지면 보자력이 저하되므로, Co량은 30중량% 이하가 바람직하다.

[0267] 또한, 보자력이나 소결성을 개선하기 위하여, Al, Cu, Nd, Cr, Mn, Mg, Si, C, Sn, W, V, Zr, Ti, Mo, Ga 등의 원소를 첨가해도 좋지만, 이들 첨가량의 총량이 5중량%를 넘으면 잔류자속밀도가 저하되므로, 바람직하지 못하다.

[0268] 자석합금 중에는, 이들 원소 이외에, 제조상의 불가피적 불순물 혹은 미량첨가물로서, 예컨대 탄소나 산소가 함유되어 있어도 좋다.

[0269] 이러한 조성을 가지는 자석합금은, 실질적으로 정방정계의 결정구조의 주상(主相)을 가진다. 또한, 통상, 체적비로 0.1~10% 정도의 비자성상을 포함하는 것이다.

[0270] 자석분말의 제조방법은 특별히 한정되어 있지 않지만, 통상, 모(母)합금 잉곳을 주조하여, 이를 분쇄하여 제조하던가, 환원화산법에 의해 얻어진 합금분말을 분쇄하여 제조한다.

[분말입경]

[0272] 자석 미분말의 평균 입자직경은, RFeB자석의 경우, 0.5~5 μm 가 좋다. 종래법의 공정에서는, 미분말 또는 압분

체가 대기에 노출되므로, $4\mu\text{m}$ 이하의 미분말을 이용할 수 없었다. 본 발명의 공정에서는, 미분말이 대기에 노출되지 않으므로, $3\mu\text{m}$ 이하 혹은, 더욱이 $2\mu\text{m}$ 이하의 분말을 이용할 수 있다. 높은 보자력을 얻기 위하여는, 소결체의 결정입경은, RFeB형(型) 자석의 단(單)자구(磁區) 입자직경의 크기인 $0.2 \sim 0.3\mu\text{m}$ 에 가능한 한 가까운 것이 바람직하다. 그것을 실현하기 위하여는, 미분말 입경도 미세한 쪽이 바람직하다.

[0273] 미분말의 입경은, 이전에는 피셔(Fisher)의 서브·시브·사이저(Sub-sieve-sizer: F.S.S.S.)로 측정된 수치가 이용되고 있었다(예컨대 일본국 특허공개 소59-163802호). 그러나 현재는 레이저식 입도분포 측정장치(예: 심파텍 게임베하 제작, 주식회사 호리바 제작소 제작)에 의해 얻어지는 입도분포의 중앙값 D_{50} 의 값으로 정의하는 것이 일반적이다. 양 방법의 측정값에는 1.5에서 2배의 차이가 있는 것이 알려져 있다. 본원에서는, 레이저식 입도분포 장치로 측정한 D_{50} 의 값을 이용한다.

[0274] 본 발명에 있어서의 바람직한 결정입경의 크기는, RFeB자석의 경우, D_{50} 의 값으로서 $4\mu\text{m}$ 이하이다. 큰 보자력을 얻기 위하여는 $3\mu\text{m}$ 이하가 바람직하고, 본 발명의 프로세스가 완전한 클로즈드 시스템으로 행하여지므로 $2\mu\text{m}$ 이하가 더욱 바람직하다. 또한, RFeB 금속간 화합물의 단자구 입자직경 크기의 결정입경에 가까이 하기 위하여 최적인 크기는 $1\mu\text{m}$ 이하이다.

[0275] RCo자석의 경우, 바람직한 분말입경의 크기는, 1-5형, 2-17형의 어느 경우도 $1 \sim 5\mu\text{m}$ 이다.

[펄스자계]

[0277] 몰드에 채워진 분말은 소요되는 자계를 받아서 배향한다. 이때, 자계는 강한 쪽이 바람직하다. 금형 프레스법에서 이용되는 칠심을 가지는 전자석 방식에서는, 칠심의 포화자화의 자계인 2.5T가 한계이다. 금형 프레스법에 있어서, 강한 펄스자계를 이용하는 제안도 있지만, 히스테리시스 손실·와전류 손실에 의한 온도상승이나, 정밀한 프레스기에 충격적인 힘이 가해져 금형의 수명을 짧게 하므로 실제적이지 않다. 본 발명에 있어서는, 연속장치 내에 배치한 공심코일에 의해, 분말을 충전한 몰드에 펄스자계를 인가한다. 다만, 본 발명에서는, 금형 프레스법이나 CIP, RIP법의 경우에 필요한 압분체의 핸들링을 위한 소자(消磁)공정은 필요하지 않다.

[0278] 배향을 위한 자계는 강한 쪽이 바람직하지만, 현실에는 전원의 크기나 코일의 강도, 연속사용의 빈도에 따라 한계가 있다. 이들을 고려한 바람직한 자계강도는 2T 이상, 보다 바람직하게는 3T 이상, 더욱 바람직하게는 5T 이상이지만, 이 정도의 자계는 공심코일에 의해 얻을 수 있다. 공심코일에 의해 펄스자계를 얻는 경우, 금형 프레스에서는 코일 직경은 금형보다 크지 않으면 안된다. 금형은 분말이 들어갈 공동의 크기에 비하여 훨씬 크기 때문에, 그와 같은 금형을 넣을 수 있는 내경(內徑)이 큰 공심코일이 필요하다. 그에 반하여 본 발명의 경우는 공심코일의 내경은 몰드가 들어갈 정도의 크기로 좋다. 공심코일에서는 동일 암페어·턴이더라도 코일 내경이 작을수록 자계강도가 커지므로, 본 발명의 방법을 이용하여 코일 내경을 작게 할 수 있는 것에 의하여, 전원이나 코일의 부담을 경감하여, 경제성을 높일 수 있다.

[0279] 펄스자계에 의해 배향된 몰드 내의 미분말은, 통상, 소자(消磁)하지 않고 그대로 소결전 공정인 탈지공정으로 반송된다. 본 발명에서는, 산소에 접할 기회가 없는 클로즈드 프로세스로 할 수 있으므로, 소결로는 연속처리로인 것이 바람직하다. 그러나 몰드를 밀폐용기에 넣고, 그 밀폐용기를 불활성 가스로 충만시킨 반송(搬送)챔버에 넣어, 소결로 전실(前室)에 마련한 분위기 챔버 안에서 몰드를 밀폐용기로부터 소결대판(燒結臺版) 상에 옮기는 것도 가능하다.

[소결 전(前)]

[0281] 소결전실(燒結前室)에 있어서, 몰드를 진공 또는 불활성 가스 감압 분위기 하에서 승온한다. 윤활제를 이용한 경우에는, 이 단계에서 탈지(脫脂)한다. 종래의 금형 프레스나 CIP, RIP를 이용하여 강하게 압분(壓粉)한 경우는, 압분체 내부에 갇힌 윤활제 성분을 용이하게 탈지할 수 없지만, 본 발명에 있어서는, 분말은 압축되지 않으므로, 분말 중의 입자표면에 도포된 윤활제 성분은 몰드와 덮개의 틈 혹은 몰드 또는 그 덮개에 마련된 탈기공(脫氣孔)을 통하여 용이하게 증발한다.

[0282] 압분체를 소결할 때에, 500°C 보다도 낮은 온도에서는 입자의 결합이 일어나지 않지만, 소결이 시작되는 온도 이상의 온도에서는 수축이 일어나 깨어짐을 발생하는 경우가 있다. 링형상으로 소결하는 경우는, 몰드 그대로 소결하면, 소결시의 내경부분의 수축에 의해 깨어짐이 발생할 우려가 있다. 그러한 경우는, 500°C 이상이고 또한 소결수축이 시작되는 온도보다도 낮은 온도에서 가(假)소결하여, 입자끼리가 가볍게 결합하여 수축이 시작되지 않는 동안에 가소결체를 몰드로부터 꺼내어, 코어가 없는 몰드로 교환하여 본소결을 행하면 좋다. 혹은, 코어만을 빼내고 본소결을 행해도 좋다.

[0283] [제조장치]

[0284] 본 실시예의 제조장치에 대하여, 도 5 및 도 6을 이용하여 설명한다.

[0285] 도 5에 나타낸 바와 같이, 전체의 장치(이하 시스템이라 한다)는 격벽(40)에 의해 둘러싸이고, Ar가스나 N₂가스 등의 불활성 가스로 채워져 있다. 시스템은, 도 5에 나타낸 바와 같이, 분말 청량·충전부(41), 태평에 의한 고밀도화부(42), 자계배향부(43) 및 소결로(44)로 구성되어 있다. 이들 각 공정의 사이는 컨베이어(45)에 의해 연결되어 있고, 몰드(46)에 채워진 분말이 컨베이어(45)에 의해 간헐적으로 운반되어, 각 스테이지에서 소정의 처리가 행하여진다.

[0286] 청량·충전부(41)에 있어서는, 가진기(加振器)가 장착된 호퍼(47)로부터 몰드(46)에 일정량의 분말이 공급된다. 이때, 분말충전밀도는 자연충전밀도에 가까운 작은 값으로, 소정량의 분말을 몰드(46)에 유지하기 위하여, 몰드(46) 상부에 가이드(48)가 장착되어 있다.

[0287] 다음의 고밀도화부(42)에 있어서, 몰드(46) 상부의 분말상면(上面)에 덮개(49)가 씌워지고, 도 5에 나타낸 바와 같이, 프레스 실린더(50)의 푸시 로드(51)로 의해 덮개(49)를 누르면서, 몰드(46) 하부의 태평장치(52)를 구동하여, 분말의 고밀도화가 행하여진다. 태평장치는 몰드(46) 내의 분말에 하향(下向)하는 가속도를 단속적으로 주는 (태평)가진기(加振器)이다. 태평에 의해 몰드(46) 내의 분말은 몰드(46)의 상단(가이드 하단)까지, 혹은 그보다 조금 아래쪽까지 밀려 내려가, 덮개(49)가 몰드(46)의 상면에 장착된다. 그 후, 태평시의 홀더(53)와 가이드(48)가 몰드(46)로부터 떼어내어지고, 덮개가 부착된 몰드에 분말이 고밀도로 충전된 상태로, 컨베이어에 의해 자계배향부로 반송된다.

[0288] 자계배향부(43)에서는, 분말이 충전된 몰드(46)가 소정의 방향으로 향하여져서, 소정의 위치(코일의 중앙부)에 놓인다. 격벽(40) 밖에 설치되어 있는 코일(54)에 큰 펠스전류가 흐르게 되어, 이로써 발생하는 펠스자계에 의해 몰드(46) 내의 분말이 소정의 방향으로 배향된다. 분말배향 후, 분말이 충전된 몰드(46)는 반송되어서, 소결로에 들어간다.

[0289] 본 시스템의 특징은, 분말이 몰드에 넣어져 운반되므로 분말의 핸들링(보내기 받기나 반송)이 용이하여, 복잡한 움직임을 하는 로봇이나 메뉴얼 오퍼레이션(사람의 작업)이 필요하지 않는 것, 금형 프레스 등에서 사용되고 있는 총압(總壓) 10t ~ 200t 정도의 거대한 프레스장치가 필요하지 않은 것 등으로 인해, 도 5에 강조하여 나타낸 바와 같이, 시스템 전체를 격벽(40)에 의해 완전히 둘러싸는 것을 용이하게 할 수 있는 것이다. 본 발명에 있어서는, 분말입경이 궁극적으로는 D₅₀=1μm 내지 2μm가 되는 공정을 목표로 하고 있으므로, 안전성은 극히 중요한 인자이다. 격벽에 구멍이 뚫리거나, 균열이 가거나 하면, 시스템 전체가 대폭발하는 경우도 생각할 수 있기 때문이다. 그 의미에서, 본 발명의 시스템에서는, 도 6에 나타낸 바와 같이, 도 5에 나타낸 격벽(40)의 외측에 외측격벽(55)을 설치하여, 이중의 안전대책을 취할 수 있다. 이때, 외측과 내측의 격벽 사이에도 불활성 가스를 채워 놓는다. 이렇게 하면 어느 공정 중에 내측격벽이 파괴되는 것과 같은 경우가 있더라도, 외측격벽이 공기의 침입을 막아 주므로, 분말의 연소나 폭발의 걱정이 없다. 이렇게 하여, 시스템을 폐일 세이프로 할 수 있다.

[0290] 다음으로, 본 실시예에 있어서 행한 실험에 대하여 설명한다.

[0291] [실험 1]

[0292] Nd=31.5중량%, B=0.97중량%, Co=0.92중량%, Cu=0.10중량%, Al=0.26중량%, 잔부 Fe, 인 합금을 스트립 캐스트법으로 제작하였다. 이 합금을 5~10mm의 후레이크(flake)형상으로 깨뜨린 후, 수소 크러시(crushing, 解碎)와 제트밀에 의해, D₅₀=4.9μm의 미분말을 얻었다. 분쇄공정에 있어서 산소농도는 0.1% 이하로 하여, 미분말 중에 포함되는 산소량을 극력 낮게 억제하도록 하였다. 제트밀 분쇄 후, 액체 윤활제인 카프론산 메틸을 분말에 대하여 0.5중량% 첨가하고, 믹서로 교반 혼합하였다.

[0293] 이 분말을 내경 10mm, 외경 12mm, 길이 30mm의 스테인리스 파이프에, 분말충전밀도가 3.0, 3.2, 3.4, 3.6, 3.8, 4.0g/cm³가 되도록 충전하고, 파이프의 양단에 스테인리스제 덮개를 장착하였다. 이 스테인리스 파이프에 채워 넣은 NdFeB자석분말에, 파이프의 축에 평행한 방향으로 펠스자계를 인가하였다. 펠스자계 세기의 피크값은 8T이고, 교변(交番)적으로 방향을 바꾸면서 감쇠(減衰)해 가는 교변 감쇠 자계(이하 AC펠스라 한다)와, 피크값 8T에 도달한 후, 자계방향을 바꾸지 않고 감쇠해 가는 펠스자계(이하 DC펠스라고 한다)의 2종류의 펠스자계를 사용하였다. 본 실시예에서는 AC, DC, DC의 순서로, 모두 피크값 8T의 펠스자계를 스테인리스 파이프

에 충전한 자석분말에 인가하였다. 자계인가 후, 자석분말이 충전된 스테인리스 파이프를 소결로에 반송하고, 1050°C에서 1시간 소결하였다. 이 실험으로, 스테인리스 파이프로의 분말의 충전, 펠스자계배향, 소결로로의 장입(裝入), 도중의 모든 반송은, 모두 불활성 가스 속에서 행하여, 자석분말을 일체 공기에 노출하지 않고 분쇄에서 소결까지의 공정을 실시하였다. 소결 후, 소결체를 스테인리스 파이프로부터 꺼내었다. 분말충전밀도를 $3.0\text{g}/\text{cm}^3$, $3.2\text{g}/\text{cm}^3$ 로 했을 때의 소결체는 안에 블로홀과 같은 공동이 많이 생겼으나, 충전밀도를 $3.4\text{g}/\text{cm}^3$ 로 했을 때의 소결체는 덮개에 접하는 극히 일부를 제외하고 공동이 생성되어 있지 않았다. 충전밀도를 $3.6\text{g}/\text{cm}^3$ 이상으로 했을 때의 소결체의 밀도는 이론밀도의 98.7%에 달하고, 공동은 극히 적던가 전혀 생성되어 있지 않고, 고밀도 고품질의 소결체가 형성되는 것을 확인하였다. 소결체를 직경 7mm, 높이 7mm의 원주(圓柱)로 가공하여, 최대자계 10T의 펠스자계를 인가하고, 자기측정을 행하였다. 펠스자계인가에 의한 자기측정으로부터 10T에 있어서의 자화(磁化)의 값에 대한 잔류자화의 비율을 구하고, 소결체 내의 배향도를 측정하였다. 그 결과, 충전밀도 = $3.6\text{g}/\text{cm}^3$ 에 의해 제작한 소결체의 배향도는 97.0%, $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 의 것은 96.0%이었다. 비교를 위하여 종래법으로서의 금형자계 중 성형법에 의해 제작한 소결체의 배향도는 95.6%이었다.

[0294] [실험 2]

실험 1과 동일한 합금으로부터 수소 크러시(crushing, 解碎)와 제트밀에 의해 얻은 $D_{50}=4.9\mu\text{m}$ 및 $D_{50}=2.9\mu\text{m}$ 의 분말을 제작하여, 소결체의 형상과 밀도에 미치는 몰드의 재질(포화자화 J_s)의 존성을 조사하였다. 몰드의 분말이 충전되는 공간의 크기는 직경 25mm, 두께 7mm의 편평(扁平)한 원주(圓柱)형상으로 하고, 몰드재질은 철($J_s=2.15\text{T}$), 퍼멀로이(permalloy)($J_s=1.4\text{T}$, 1.35T , 0.73T , 0.65T , 0.50T) 및 비자성 스테인리스의 것을 제작하였다. 이들 몰드의 벽의 두께는 모두 1mm로 하였다.

분말을 이들 캐비티에 충전밀도 $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 가 되도록 채우고, 실험 1과 같은 AC→DC→DC(피크 자계는 모두 8T)의 자계를 몰드째로 분말에 인가하여 이 분말을 배향시키고, 그 후, 소결하였다. 본 실험에서도 실험 1과 마찬가지로, 분말은 전체공정에 있어서 공기에 접촉하지 않도록 하여 소결체를 얻었다. 소결조건은, $D_{50}=4.9\mu\text{m}$ 의 분말에 대하여는 1050°C, $D_{50}=2.9\mu\text{m}$ 의 분말에 대하여는 1020°C로 하였다. 소결 후, 몰드로부터 소결체를 꺼내었다. 그 결과, 소결체의 형상이 몰드의 재질에 따라 크게 변하는 것을 알 수 있었다. J_s 가 최대인 철제 몰드에 의해 제작한 소결체에는 중앙부에 2mm 정도의 큰 구멍이 있고, 이 구멍의 주변으로부터 직경 0.5mm 정도의 기둥형상체가 빠져나와서, 구멍이 더욱 커졌다.

몰드재질로서, J_s 가 1.35T 이상인 퍼멀로이를 사용한 경우도, 철제 몰드만큼은 아니지만 마찬가지의 경향이 보였다. 또한, 비자성인 스테인리스 몰드에 대하여도, 소결체 중앙부에 작은 블로홀이 형성되어 있는 경우가 있었다. 그러나, 이때의 블로홀은 실용상 많은 목적에는 지장이 없는 정도의 것이 대부분이었다. 결함이 없고, 형상이 양호했던 것은, $J_s=0.5 \sim 0.73\text{T}$ 의 퍼멀로이제(製) 몰드를 사용하여 제작한 소결체이었다. 그 중에서도 $J_s=0.73\text{T}$ 의 퍼멀로이제 몰드에 의해 제작한 소결체는 결함이 전혀 없고, 형상도 최고로 좋았다. 이로부터 본 발명에 사용하는 분말 몰드로 사용하는 재료는, J_s 가 지나치게 크지도 않고, 지나치게 작지도 않고, $J_s=0.3 \sim 1\text{T}$, 바람직하게는 $J_s=0.5 \sim 0.8\text{T}$ 가 최적인 것을 알 수 있었다. 이 최적 J_s 의 값은 분말충전밀도와 분말의 자화에도 관계되어 있고, 몰드재의 J_s 가 (분말의 자화) × (분말의 백분률로 나타낸 충전밀도)의 값에 가까울 때에 가장 좋은 소결체가 얻어지는 것을 알 수 있었다. 이러한 몰드재질에 의한 소결체 품질의 차이는, 캐비티형상에 의존하고, 소결 후의 소결체 형상이 편평(扁平)한 때에 현저하게 나타나는 것이 판명되었다.

[0298] [실험 3]

실험 1과 동일한 스트립 캐스트 합금을 수소분쇄한 후, 제트밀에 의해, 분쇄 조건을 변화시켜서 입경이 다른 미분말을 제작하였다. 제작한 미분말의 입경은 $D_{50}=2.91\mu\text{m}$, $4.93\mu\text{m}$, $9.34\mu\text{m}$ 의 3종류이다. 이들의 분말에 대하여 실험 2와 동일한 형상을 가지는 퍼멀로이제 몰드($J_s=0.73\text{T}$)에, 충전밀도 $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 까지 충전하고, 소결하였다. 이 경우도, 분쇄에서 소결까지의 전체공정에 있어서, 분말이 공기에 접촉하지 않도록, 고순도의 Ar가스 중에서 작업이 행하여졌다. 비교를 위하여, 종래법의 금형 프레스에 의한 소결체 제작도 행하였다. 종래법의 경우에 대하여도, 분말이나 압분체가 소결 전에 공기에 접촉하지 않도록, 불활성 가스 중에서 모든 작업을 행하였다. 소결온도는, 본 실시예에 있어서도, 종래법의 금형 프레스법을 사용하는 경우이더라도, $D_{50}=2.91\mu\text{m}$,에 대하여는 1020°C, $D_{50}=4.93\mu\text{m}$ 에 대하여는 1050°C, $D_{50}=9.34\mu\text{m}$ 에 대하여는 1100°C로 하였다. 이들의 온도

에 있어서 이상(異常)입자성장이 억제된 양호한 소결체가 얻어졌다. 어느 소결체에 대하여도 소결 후 500°C로 1시간 열처리되었다. 실험 1에서 서술한 펠스 자화 측정에 의해, 보자력을 측정한 결과 및 소결체 중의 산소량 분석결과를 표 1에 나타낸다. 비교를 위하여, 종래법의 금형 프레스에 의해 제작한 소결체의 보자력 및 소결체 중 산소량을 표 2에 나타낸다.

표 1

[0300] 본 실시예

분말입경 D ₅₀ (μm)	보자력(kOe)	산소량(중량%)
2.91	14.4	0.18
4.93	12.3	0.19
9.34	9.2	0.18

표 2

[0301] 비교예

분말입경 D ₅₀ (μm)	보자력(kOe)	산소량(중량%)
2.91	13.6	0.33
4.93	11.6	0.28
9.34	9.2	0.20

[0302] 표 1과 표 2를 비교하면, 분말입경이 작은 분말을 사용했을 때, 본 발명의 방법은 종래법에 비하여 큰 보자력이 얻어지는 것을 알 수 있다. 이는, 각각의 표에 나타낸 바와 같이, 본 발명의 방법에서는, 공정 중에 분말이 산화되는 정도가 낮은 것에 의하고 있다. 다만, D₅₀=2.91μm의 분말에 대한 비교예의 실험 중에, 프레스기 주위의 약간의 공기누출로 인하여 분말이 가열되어 불타기 시작한 사고가 있었던 것에 주의하지 않으면 안된다. 일반적으로 종래법의 금형 프레스법은 압분체를 금형으로부터 꺼낼 때에, 압분체와 금형의 마찰에 의해 열이 발생하거나, 프레스기 자체, 또는 압분체 취출, 배치, 상자 채우기 작업시에 빈번하게 발생하는 다양한 트러블로 인하여, 외부로부터 산소가 시스템 내에 침입하기 쉬워서, 전체 시스템이 Ar 분위기 중에 있어서 동작하도록 설계되어 있어도, 소결 후의 소결체 산소량은 증가하기 쉽다. 산소의 혼입량이 어느 한계를 넘으면 분말이 가열되어서, 불타거나 폭발에 이르는 사고가 발생하는 경우도 있다. 이에 반하여, 본 발명의 방법은, 공정이 단순하므로 트러블이 적고 산소의 시스템 내로의 침입을 극히 낮게 억제할 수 있음과 함께, 이 상태가 안정되어 있으므로, 분말입경이 작더라도, 소결 후의 소결체 중의 산소량을 극히 낮게 할 수 있어서, 안정된 저산소 소결체를 생산할 수 있다. 표 1과 표 2의 차는 숫자적으로 적은 실시예의 비교이지만, 생산량이 많은 대량생산에 있어서는, 본 발명의 효과는 표 1과 표 2의 차이보다 더욱 커질 것이 예상된다.

[0303] 본 실시예에 의해, D₅₀=2.91μm의 분말을 NdFeB소결자석의 생산에 안정되게 사용하는 것이 가능하고, 본 발명의 방법이 Dy나 Tb와 같은 고가의 희토류원소를 사용하지 않고 고(高)보자력화가 가능하다는 것이 실증되었다.

[0304] [실험 4]

[0305] 실험 1의 스트립 캐스트 합금을 수소분쇄하고, 제트밀에 의해, D₅₀=2.9μm의 분말을 제작하였다. 이 분말에 카프론산 메틸을 0.5중량% 첨가하고, 잘 혼합하였다. 한편 직경 23mm, 깊이 4mm의 공동을 가지는 몰드를 철, 자성 스테인리스(J_s=1.4T), 퍼멀로이(J_s=0.7T) 및 비자성 스테인리스 4종류의 재질로 제작하였다. 몰드의 두께는 양단면(兩端面) 3mm, 측방부(側方部) 2mm로 하였다. 몰드 내면에는 BN분말과 고형 와스를 혼합한 것을 문질러 빌라서 소결 중의 용착방지막을 형성하였다. 이들의 몰드에, 상술한 카프론산 메틸을 첨가한 D₅₀=2.9μm의 분말을, 충전밀도가 3.2g/cm³, 3.3g/cm³, 3.4g/cm³, 3.5g/cm³, 및 3.6g/cm³가 되도록 충전하였다. 그 후 분말을 충전한 몰드를 코일에 넣고, 원주형 몰드의 축방향으로, 퍼크값 9T의 AC, 이어서 DC, 다시 한번 DC의 자제를 인가하여 분말을 배향시키고, 계속하여 소결을 행하였다. 소결은, 진공 중에서 1010°C로 2시간 행하고, 냉각하였다. 도 7에 소결 후의 몰드 내면 및 소결체의 사진을 나타낸다. 소결체 치수는 직경 19.0~19.5mm, 두

께 2.7~2.8mm(충전밀도가 높은 것일수록 크다.)이었다. 사진으로부터 철제 몰드를 사용하여 제작한 소결체는 모두, 한가운데에 구멍이 뚫려 있고, 몰드측 중앙부에 소결체의 조각이 잔류하고 있는 것을 알 수 있다. 이렇게, 철제 몰드를 사용하여 비교적 얇은 소결체를 제작할 때는, 분말의 충전밀도가 높은 경우이더라도, 중앙부에 큰 구멍이 생겨버린다. 자성 스테인리스(SUS440) 몰드를 사용했을 때에도, 충전밀도가 낮은 경우에는 원판 형상 소결체의 중앙부에 역시 블로홀이 생기는 경향에 있는 것을 알 수 있다. 자화 Js가 비교적 작은 페르로이나 비자성 스테인리스(SUS304)의 몰드를 사용하면, 저충전밀도(3.2~3.3g/cm³)에서도 중앙부에 구멍이 생기지 않는다. 다만, 이 실험에서 사용한 몰드는 덮개가 가볍게 닫히는 정도(서로 끼이는 부분이 그다지 꼭 끼이는 막힘구조가 되어 있지 않는)로 하였다. 소결 중의 분말로부터 방출되는 가스성분은, 이 느슨한 끼임 부분으로부터 빠져나갔다.

[0306] [실험 5]

실험 4와 동일한 분말을 사용하고, 직경 10mm, 길이 60mm의 공동을 가지는 몰드를 사용하여, 실험 4와 마찬가지의 실험을 하였다. 원주 몰드의 한쪽에 덮개를 끼워넣고, 형성된 공동에 분말을 충전밀도 3.4g/cm³, 3.5g/cm³, 3.6g/cm³, 3.7g/cm³, 3.8g/cm³까지 충전하였다. 본 실험에서는 양 덮개의 재질과 몰드의 재질을 독립적으로 바꾸는 실험도 행하였다. 분말을 몰드에 충전하여 양 덮개를 닫은 후, 실험 4와 동일한 조건으로 원주 몰드의 축방향으로 자계배향을 행하였다. 그 후 실험 4와 동일 조건으로 소결하였다. 덮개의 몰드 양단(兩端)의 끼워맞춤은 약간 느슨하게 하여, 소결 중의 방출가스가 배출되기 쉽도록 하였다. 소결조건은 실험 4와 마찬가지이다. 소결체의 밀도, 형상, 블로홀의 형성의 상황을 조사한 결과, 소결체의 밀도는 모든 시료(試料)에 대하여, 7.5g/cm³ 이상이고, 결함이 없는 가늘고 긴 원주소결체를 제작할 수 있었다. 그러나, 양단 덮개의 재질이 비자성인 SUS304일 때, 원주의 중앙부가 굽고, 양단부(兩端部)가 가는 서양슬통형의 형상을 가지는 경향이 확인되었다. 양단부가 강자성체 제품일 때에는 균일한 굽기의 원주 시료가 형성되었다.

[0308] [실험 6]

실험 4와 동일한 분말을 사용하여, 도 2(3)의 몰드에 의해 평판 형상 및 궁형 판 형상 자석의 제작 실험을 행하였다. 단, 궁형 판 형상 자석용 몰드는, 칸막이판(21)을 만곡된 칸막이판으로 바꾸어서 사용하였다. 몰드는 분말충전 전에 BN과 고형 왁스의 혼합물을 문질러 빌라서 코팅을 하였다. 상하의 덮개는, 두께 1mm의 평평한 비자성 스테인리스판을 사용하고, 이 판의 4 구석에 마련한 구멍과, 도 2(3)에는 도시되어 있지 않은, 몰드가 4 구석의 나사구멍에 볼트를 통하여 조여져 상하의 덮개과 몰드 본체를 고정하였다. 분말충전량은 3.2g/cm³에서 3.9g/cm³까지 0.1g/cm³씩의 간격으로 바꾸고, 소결조건은 실험 4와 동일하게 하였다. 배향자계의 방향은 몰드 외측 테두리의 긴 변 방향에 평행한 방향으로 하였다. 실험결과의 요점은 다음과 같다.

(1) 충전밀도가 3.4g/cm³ 이상이고 몰드의 재질 및 칸막이판의 재질이 비자성일 때 및 페르로이일 때, 결함이 없는, 고밀도의, 그리고 높은 자기 특성을 가지는 NdFeB소결자석의 평판 형상 및 궁형 판 형상 자석을 제작할 수 있었다.

(2) 평판면 및 궁형 판면의 칸막이판이 철 또는 자성 스테인리스제(製)인 경우에는, 평판 및 궁형 판 형상의 중앙부에 실험 4의 사진(도 7)에 나타낸 것과 마찬가지의 블로홀이 형성되어, 양호한 제품을 제작할 수 없었다.

(3) 몰드 외측 테두리의 재질이 철, 자성 스테인리스 또는 페르로이, 상측 덮개 및 바닥판의 재질이 비자성 스테인리스, 칸막이판의 재질이 비자성 스테인리스 또는 페르로이로 하여서, 몰드에 분말을 충전하여, 양 덮개를 닫고, 펠스자계배향한 후, 상하의 비자성 스테인리스제 덮개 및 바닥판을 제거했는데, 배향된 몰드 내의 분말은, 보풀이 일거나, 낙하하거나 하지 않고, 다소의 기계적 진동이나 쇼크에도 안정된다는 것을 알 수 있었다. 그 후, 상하의 덮개 및 바닥판을 제거한 채 소결을 행한 바, 고(高)배향·고(高)소결 밀도의 양호한 소결체를 제작할 수 있었다. 단, 몰드 외측 테두리의 재질이 철 또는 자성 스테인리스일 때, 칸막이판으로 구획된 복수의 공동 중 양단의 공동, 즉 평판면 또는 궁형 판면이 이 외측 테두리에 접하는 공동에 형성된 소결체에는 블로홀이 생겼다. 이들 양단 이외의 공동으로부터는, 블로홀이 형성되어 있지 않은 양호한 소결체가 얻어졌다.

[0313] [실험 7]

실험 4와 동일한 분말을 사용하여, 축방향으로 배향된 통형 링형상 자석의 제작실험을 행하였다. 사용한 몰드에는, 바닥덮개 중앙에도, 상측덮개와 마찬가지의, 코어가 들어갈 구멍이 뚫려 있다. 코어를 바닥덮개에 끼워 넣고, 바닥덮개를 몰드에 끼워넣어서 통형 링형상 공동을 형성하였다. 이 통형 링형상 공동에 합금분말을 3.4

~3.8g/cm³의 밀도로 충전하고, 상측덮개를 닫았다. 코어와 상하의 덮개 및 몰드와 상하의 덮개의 끼워맞춤은, 끼워넣은 후, 들어 올려도 흘러내리지 않지만, 강하게 뽑아내면 빠질 정도로 조정해 두었다. 상하의 덮개, 코어, 몰드의 재질을 실험 4와 마찬가지로 4 종류 각각 독립적으로 바꾸어서 실험하였다.

[0315] 그 결과, 코어를 비자성 스테인리스제로 하고, 상하의 덮개를 자성체(철, 자성 스테인리스, 페르로이)로 했을 때, 캐비티에 분말을 충전하고, 자계를 통형 링형상 캐비티의 축방향으로 인가한 후, 코어를 뽑아내어도, 자화된 분말이 상하덮개에 흡착되어서 분말의 낙하나 붕괴가 일어나지 않는 것을 확인하였다. 그리고, 코어를 뽑아낸 채, 몰드째로, 통의 축을 연직(鉛直)으로 하여 소결로에 넣고, 1010°C로 2시간 소결을 행하였다. 이렇게 하여 제작한 소결체는 변형이나 뒤틀림도 없고, 소결수축으로부터 예상되는 대로의 통형 링형상이었다. 또한, 블로홀 등의 결함도 없고, 고밀도라는 것을 확인하였다. 자기 특성을 측정한 결과, 이 실험으로 제작된 통형 링형상 NdFeB소결체는, 종래법의 평행 자계 중 프레스(금형 프레스)에 의해 제작되는 NdFeB소결자석보다도 훨씬 높은 B_r 및 $(BH)_{max}$ 를 가지고, 각각 자계 중 프레스에 의해 제작된 자석의 특성과 동일한 정도이거나, 조건에 따라서는 그보다 높은 특성을 가지고 있는 것을 확인하였다. 본 실험에 있어서, 사용한 몰드와, 그에 의하여 제작된 통형 링형상 NdFeB소결자석의 사진을 도 8에 나타낸다. 이 때, 몰드의 공동의 외경은 23.0mm, 내경은 10.0mm, 높이는 33.2mm이었다. 그리고, 이 제작된 통형 링형상 자석의 외경은 19.1mm, 내경은 8.6mm, 높이는 22.3mm이었다.

[실험 8]

[0317] 표 3에 나타내는 바와 같은 조성과 두께가 다른 합금을 5종류 제작하였다.

표 3

합금 번호	합금의 평균두께 (mm)	조성(wt %)						
		Nd	Dy	B	Co	Cu	Al	Fe
1	0.27	30.8	0.0	1.0	0.9	0.1	0.2	bal.
2	0.20	30.7	0.0	1.0	0.9	0.1	0.2	bal.
3	0.15	30.8	0.0	1.0	0.9	0.1	0.2	bal.
4	0.11	30.9	0.0	1.0	0.9	0.1	0.2	bal.
5	0.22	27.8	3.0	1.0	0.9	0.1	0.2	bal.

[0319] 이들 합금에 수소를 흡장(吸藏)시켜서, 합금에 가는 균열을 넣은 다음, 합금을 400°C로 가열하여 주상(主相) 중의 수소를 제거하였다. 이와 같이 하여 수소분쇄한 합금을 제트밀에 의해 미분쇄하였다. 제트밀의 분쇄조건을 바꾸어서 분쇄함으로써 $D_{50} = 4\mu\text{m}$ 이하의 입경의 분말을 제작하였다. 다만, 제트밀 분쇄 전에, 수소분쇄한 합금 중에 합금중량의 0.05%의 스테아린산 아연 분말(고체 윤활제)을 첨가하였다. 이들 분말을 공기에 접촉하지 않도록 하여, 고순도 Ar를 채운 고성능 글러브박스(노점(露點) 약 -80°C)에 옮기고, 그 후의 모든 분말의 취급을, 이 글러브박스 속에서 행하였다. 글러브박스 속에서, 우선 액체 윤활제 카프론산 메틸을 0.5% 합금분말에 첨가하여, 고속으로 날개가 회전하는 믹서로 5분 정도 교반하였다. 이들의 분말을 직경 10mm, 깊이 10mm의 원주형상 공동을 가지는 페르로이제 몰드에 충전하였다. 충전밀도는 2.5g/cm³에서 4.1g/cm³까지 0.1g/cm³씩 변화시켰다. 분말을 몰드에 충전한 후, 몰드에 덮개를 덮었다. 덮개에는 특별히 작은 구멍이나 홈을 마련하지 않고, 덮개와 몰드의 입구와의 끼워맞춤 부분의 틈을 소결시의 탈기공(脫氣孔)으로 하였다. 분말을 충전한 몰드를 밀폐용기에 넣어서, 이 밀폐용기에 넣은 채 분말과 몰드에 펄스자계를 인가하였다. 펄스자계는 1.8T~9T의 범위에서 변화시키고, 교류 감쇠 펄스, 직류 펄스를 순차 인가하여 분말의 자계배향을 행하였다. 분말을 자계배향한 후, 밀폐용기를 소결로 입구에 결합시키고, 공기에 전혀 접촉하지 않고, 밀폐용기 내의 몰드를 소결로 내로 이행하고, 소결로 입구를 닫았다. 소결은 10^{-4}Pa 이상의 고(高)진공 중에서 행하였다. 소결온도는 950°C~1050°C의 범위에서 변화시키고, 소결 후의 소결체의 밀도(소결밀도)가 7.5g/cm³을 넘는 최저온도를 최적온도로 하였다. 소결 시간은 2h로 하였다. 소결 후, 소결체를 800°C에서 실온까지 급랭(急冷)하고, 그 후 500~600°C로 1h 가열하여 급랭하였다. 열처리 후, 전체시료를 직경 7mm, 깊이 7mm의 원주(圓柱)로 가공하고, 외관검사, 밀도측정, 최대자장 10T의 펄스 자화 측정에 의한 자화곡선의 측정을 행하였다. 이 실험의 주요한 결과를 표 4에 나타낸다.

표 4

[0320] 시료 번호	합금 번호	입경 $D_{50}(\mu\text{m})$	충전밀도 (g/cm ³)	배향자계 (T)	소결온도 (°C)	$B_r(T)$	$(BH)_{\max}$ (MGOe)	H_{cJ} (KOe)	J_r/J_s (%)	비고
1	2	2.9	3.3	9.0P	1010	1.46	50.8	14.9	96.5	
2	2	2.9	3.5	9.0P	1010	1.47	51.1	14.8	96.6	
3	3	2.1	3.5	9.0P	1000	1.47	51.2	15.9	96.7	
4	3	1.6	3.6	9.0P	990	1.47	51.3	17.0	96.6	
5	2	2.9	3.6	5.0P	1010	1.45	51.3	14.8	95.2	
6	2	2.9	3.7	5.0P	1010	1.45	49.9	15.0	95.6	
7	2	2.9	3.8	9.0P	1010	1.45	49.6	14.8	95.3	
8	2	2.9	3.9	9.0P	1010	1.43	48.1	15.1	93.9	
9	4	1.6	3.6	9.0P	990	1.46	51.2	17.5	96.5	
10	5	2.8	3.6	9.0P	1010	1.39	45.1	20.3	96.0	
11	2	1.6	3.6	9.0P	990	1.48	51.3	16.2	96.8	
12	1	1.6	3.6	9.0P	990	1.48	51.4	15.7	96.7	
13	2	2.9	3.0	2.5D	1010	1.41	47.4	14.9	93.0	
14	2	2.9	3.5	9.0P	1050	1.43	45.1	10.8	95.0	
15	3	1.6	3.6	9.0P	1040	1.40	43.2	9.8	94.8	
16	2	2.9	3.6	1.8P	1010	1.31	38.8	14.8	87.4	
17	2	2.9	2.5	9.0P	1020	—	—	—	—	공동 있음
비교예	1	4.9	—	2.0P	1050	1.41	47.4	11.7	94.8	금형 프레스

[0321] 표 4에 있어서, 배향자계가 9.0P나 1.8P로 되어 있는 것은, 각각 9.0T 및 1.8T의 퍼크값을 가지는 펄스자계를 의미하고, 어느 경우도 각각의 퍼크값을 가지는 교류 감쇠 펄스 1회와 이어서 동일한 퍼크값을 가지는 직류 펄스를 동일 방향으로 2회 인가하였다. 2.5D는 2.5T의 직류자계를 인가한 것을 나타낸다. 이때, 우선 직류자계를 몰드의 1방향으로 인가하고, 다음으로 몰드를 고정한 채 자계인가 방향을 역방향으로 변화시켜서 동일 세기의 직류자계를 인가하였다.

[0322] 본 실험에 있어서, 본 발명의 방법에 의해, 종래의 금형 프레스법이나 RIP법에서는 취급이 곤란한, 입경이 극히 작은 분말을 안전하게 사용할 수 있어서, 종래법에서는 달성하기 곤란하였던 고(高)보자력을 가지는 NdFeB 소결자석이 공업적으로 제작 가능하다는 것을 확인하였다.

[0323] 단, 이러한 고특성을 얻기 위하여는, 몰드에 대한 분말의 충전밀도, 배향자계, 소결온도 등을 적절하게 설정하는 것이 바람직하다. 시료 1~13에 있어서는 높은 잔류자속밀도 B_r , 최대 에너지적(積) $(BH)_{\max}$, 보자력 H_{cJ} 및 배향도 J_r/J_s 가 얻어지고 있다. 그에 반하여 시료 14 및 15는 소결온도를 다른 시료보다도 높게 한 것인데, $(BH)_{\max}$ 및 보자력 H_{cJ} 가 다른 시료보다도 약간 저하되어 있다. 또한, 시료 16은 배향자계가 낮고, B_r , $(BH)_{\max}$ 및 J_r/J_s 가 다른 시료보다도 약간 저하되어 있다. 시료 17은 충전밀도를 다른 시료보다도 낮게 한 것인데, 소결체 중에 공동이 생기고, 다른 시료와 비교 가능한 자기 특성의 측정을 할 수 없었다.

[0324] 비교예는 종래의 금형 프레스법에 의해, 종래가 표준적인 크기의 입경을 가지는 분말을 사용하여 제작한 NdFeB소결자석의 예를 나타낸다. 비교예에서는 분말입경을 그다지 작게 할 수 없으므로, 얻어지는 보자력이 본 발명의 자석의 예보다 작은 것을 알 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0218] 도 1은, 본 발명의 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법의 실시에 이용하는 단수개 찍기의 몰드의 예를 나타낸 사시도.

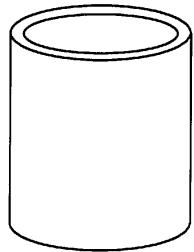
[0219] 도 2는, 본 발명의 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법의 실시에 이용하는 다수개 찍기의 몰드의 예를 나타낸 사시도.

- [0220] 도 3은, 본 발명의 자기이방성 희토류 소결자석의 제조방법의 실시에 이용하는 다수개 찍기의 몰드의 예를 나타낸 사시도.
- [0221] 도 4는, 본 실시예의 몰드에 이용하는 덮개의 예를 나타낸 사시도.
- [0222] 도 5는, 본 발명의 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치의 일례를 나타낸 개략 구성도.
- [0223] 도 6은, 본 발명의 자기이방성 희토류 소결자석의 제조장치의 일례를 나타낸 개략 구성도.
- [0224] 도 7은, 본 실시예에 있어서 제작한 원판형상 NdFeB소결자석 및 그 제작에 이용한 몰드의 사진.
- [0225] 도 8는, 본 실시예에 있어서 제작한 통형 링형상 NdFeB소결자석(자계배향방향은 축에 평행한 방향) 및 그 제작에 이용한 몰드의 사진.
- [0226] * 도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명 *
- [0227] 40 : 격벽(隔壁)
- [0228] 41 : 칭량(稱量) · 충전부
- [0229] 42 : 고밀도화부
- [0230] 43 : 자계배향부
- [0231] 44 : 소결로
- [0232] 45 : 컨베이어
- [0233] 46 : 몰드
- [0234] 47 : 호퍼
- [0235] 48 : 가이드
- [0236] 49 : 덮개
- [0237] 50 : 프레스 실린더
- [0238] 51 : 푸시 로드
- [0239] 52 : 태핑장치
- [0240] 53 : 홀더
- [0241] 54 : 코일
- [0242] 55 : 외측 격벽

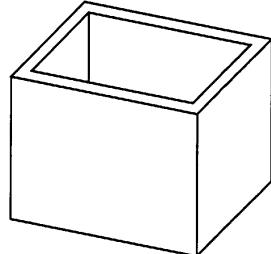
도면

도면1

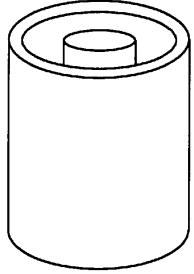
(1)



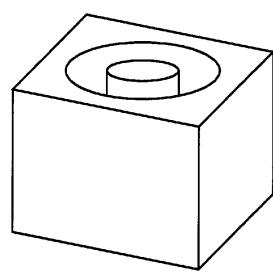
(2)



(3)

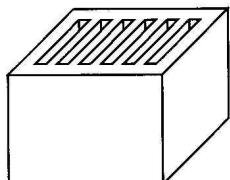


(4)

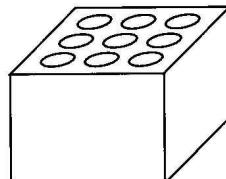


도면2

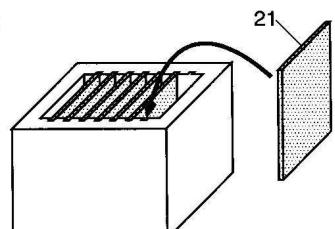
(1)



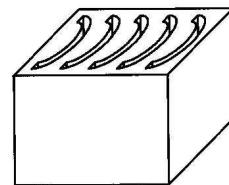
(2)



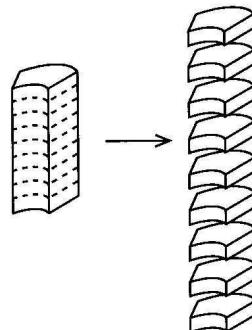
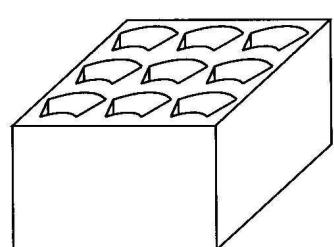
(3)



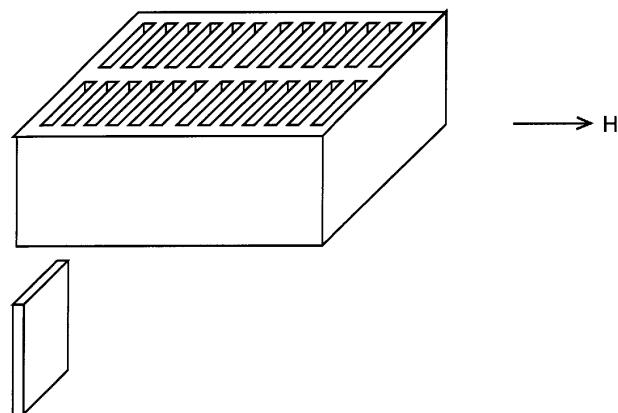
(4)



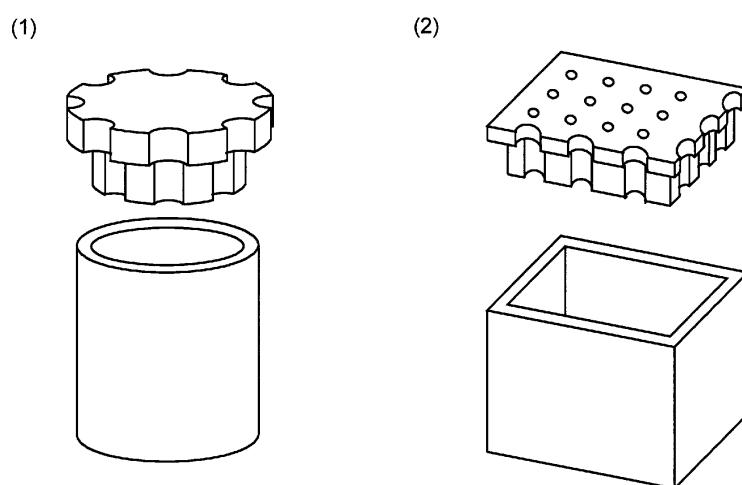
(5)



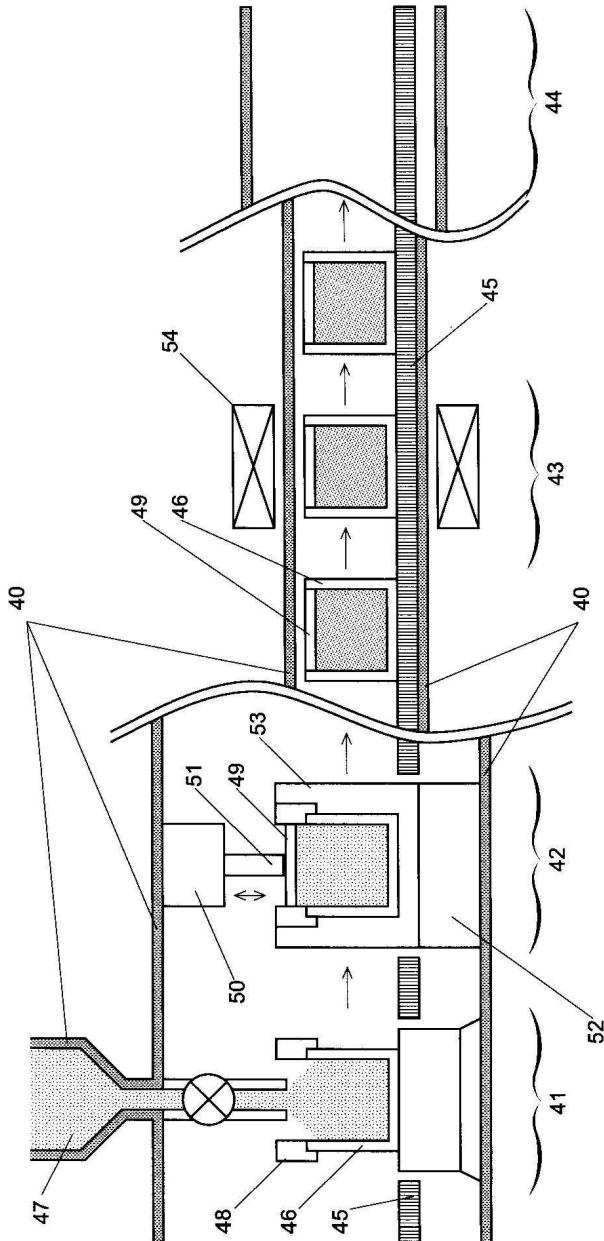
도면3



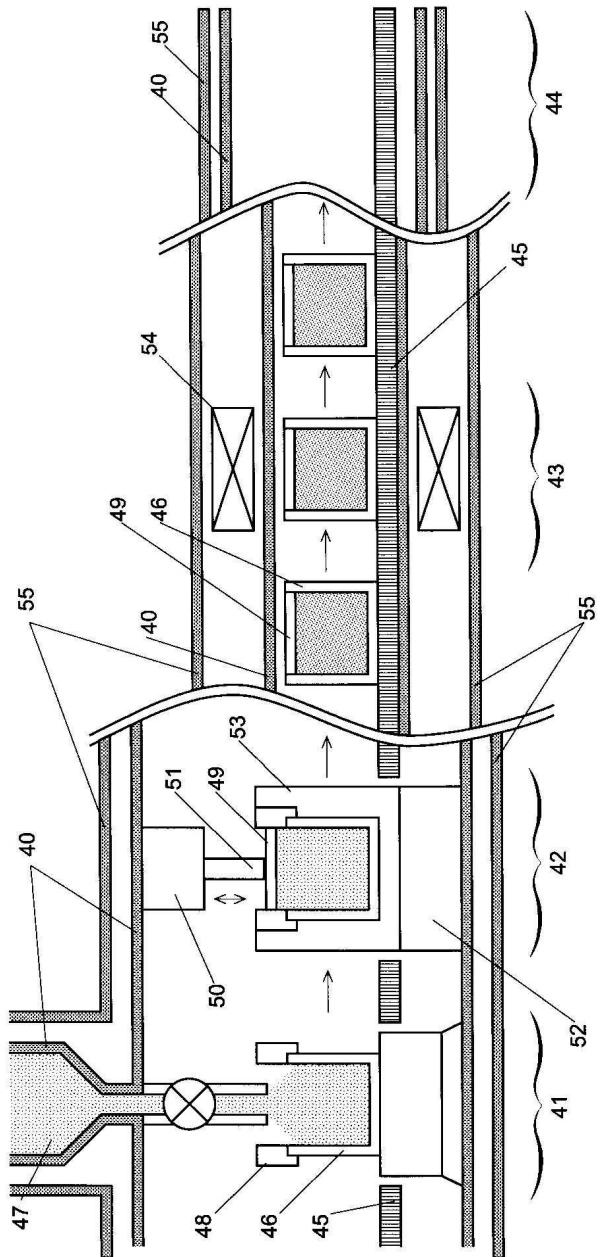
도면4



도면5



도면6

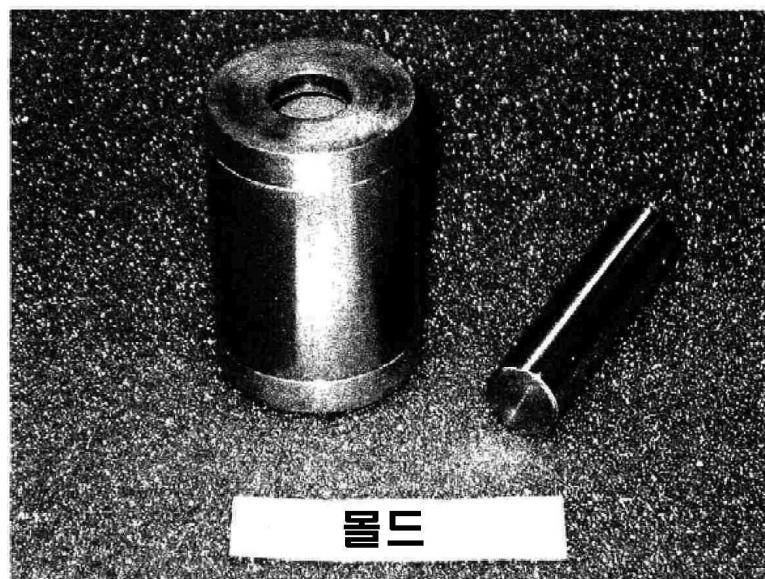


도면7

철(Fe) 롤드			SUS440 롤드		
롤드	시료	충전밀도	롤드	시료	충전밀도
		3.2 g/cm ³			3.2 g/cm ³
		3.3 g/cm ³			3.3 g/cm ³
		3.4 g/cm ³			3.4 g/cm ³
		3.5 g/cm ³			3.5 g/cm ³
		3.6 g/cm ³			3.6 g/cm ³

퍼밀로이 롤드			SUS304 롤드		
롤드	시료	충전밀도	롤드	시료	충전밀도
		3.2 g/cm ³			3.2 g/cm ³
		3.3 g/cm ³			3.3 g/cm ³
		3.4 g/cm ³			3.4 g/cm ³
		3.5 g/cm ³			3.5 g/cm ³
		3.6 g/cm ³			3.6 g/cm ³

도면8



볼드