



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 116568840 A

(43) 申请公布日 2023. 08. 08

(21) 申请号 202180082790.0

(22) 申请日 2021.11.10

(30) 优先权数据

2020-204543 2020.12.09 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2023.06.08

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/041374 2021.11.10

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/123991 JA 2022.06.16

(71) 申请人 TDK株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 古田敦 諏访孝裕 工藤光

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322

专利代理师 杨琦 张岑尧

(51) Int.Cl.

G22C 38/00 (2006.01)

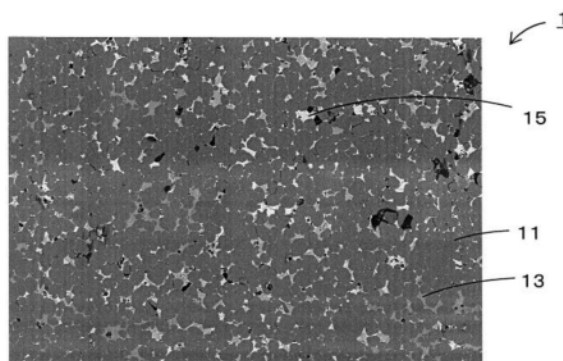
权利要求书1页 说明书10页 附图3页

(54) 发明名称

R-T-B系永久磁铁

(57) 摘要

本发明的课题在于得到一种含有Ce的低成本并且HcJ高的稀土磁铁。本发明的解决办法为,提供一种R-T-B系永久磁铁,其包含由 $R_2T_{14}B$ 化合物(R为稀土元素,T为过渡金属元素,B为硼)构成的主相晶粒和晶界。R含有Ce。R-T-B系永久磁铁中的Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下。晶界包含富R相和R-T相。在R-T-B系永久磁铁的一个截面中,将R-T相相对于晶界的面积比率设为S(R-T)时,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。



1. 一种R-T-B系永久磁铁,其包含由 $R_2T_{14}B$ 化合物构成的主相晶粒和晶界,R为稀土元素,T为过渡金属元素,B为硼,其中,

R含有Ce,

所述R-T-B系永久磁铁中的Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下,

所述晶界包含富R相和R-T相,

在所述R-T-B系永久磁铁的一个截面中,将所述R-T相相对于所述晶界的面积比率设为S(R-T)时,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。

2. 如权利要求1所述的R-T-B系永久磁铁,其中,

Ga的含量为0质量%以上且0.2质量%以下。

3. 如权利要求1或2所述的R-T-B系永久磁铁,其中,

实际上不含有La和Y。

R-T-B系永久磁铁

技术领域

[0001] 本发明涉及R-T-B系永久磁铁。

背景技术

[0002] 专利文献1中记载有一种磁铁,其是含有Ce作为R的R-T-B系永久磁铁,在规定的范围内包含R-T相。通过具有上述的特征,能够得到提高了抗折强度的R-T-B系永久磁铁。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2018-174323号公报

发明内容

[0006] 发明所要解决的课题

[0007] 通常,在稀土元素中,Ce的成本低。因此,需要使用Ce获得具有充分的磁特性、特别是具有充分的矫顽力(HcJ)的稀土磁铁。

[0008] 本发明的目的在于,得到含有Ce的低成本并且HcJ高的稀土磁铁。

[0009] 用于解决问题的技术方案

[0010] 为了实现上述目的,本发明提供一种R-T-B系永久磁铁,

[0011] 包含由 $R_2T_{14}B$ 化合物(R为稀土元素,T为过渡金属元素,B为硼)构成的主相晶粒和晶界,其中,

[0012] R含有Ce,

[0013] 所述R-T-B系永久磁铁中的Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下,

[0014] 所述晶界包含富R相和R-T相,

[0015] 在所述R-T-B系永久磁铁的一个截面中,将所述R-T相相对于所述晶界的面积比率设为S(R-T)时,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。

[0016] Ga的含量也可以为0质量%以上且0.2质量%以下。

[0017] 也可以实际上不含有La和Y。

附图说明

[0018] 图1是实施例1的SEM图像。

[0019] 图2是比较例2的SEM图像。

[0020] 图3是比较例3的SEM图像。

[0021] 图4是比较例4的SEM图像。

[0022] 图5是将纵轴设为HcJ、将横轴设为Ha的图表。

具体实施方式

[0023] 以下,基于实施方式说明本发明。本发明的R-T-B系永久磁铁能够为R-T-B系烧结磁铁。

[0024] (组成)

[0025] 对R-T-B系烧结磁铁的组成进行说明。R是稀土元素。R含有铈(Ce)。通过R含有Ce,原料成本降低。而且,容易在晶界中包含后述的R-T相。另外,为了很好地控制R-T-B系烧结磁铁的原料成本和R-T-B系烧结磁铁的磁特性,作为R优选含有选自钕(Nd)和镨(Pr)中的1种以上。

[0026] T是过渡金属元素。T也可以为铁族元素(铁(Fe)、钴(Co)、和镍(Ni))。T可以为Fe,也可以为Fe和Co的组合。B为硼。

[0027] R-T-B系烧结磁铁还可以含有选自过渡金属元素以外的金属元素中的1种以上。例如也可以含有选自铝(Al)和镓(Ga)中的1种以上。还可以含有碳(C)。

[0028] 以下,对R-T-B系烧结磁铁中的各元素的含量进行说明。

[0029] R-T-B系烧结磁铁中的各元素的含量没有特别限制。将R-T-B系烧结磁铁整体设为100质量%,R的合计含量可以为30.00质量%以上且34.00质量%以下,也可以为32.00质量%以上且34.00质量%以下。此外,以下所示的各元素的含量只要没有特别说明,就是将R-T-B系烧结磁铁整体设为100质量%时的含量。

[0030] B的含量可以为0.70质量%以上且0.95质量%以下,也可以为0.80质量%以上且0.90质量%以下。

[0031] Co的含量可以为0.50质量%以上且3.00质量%以下,也可以为2.00质量%以上且3.00质量%以下。

[0032] R-T-B系烧结磁铁可以含有Ga,也可以不含有Ga。Ga的含量可以为0质量%以上且0.20质量%以下,也可以为0质量%以上且0.10质量%以下。存在Ga的含量越少,S(R-T)(R-T相相对于晶界的面积比率)越小的趋势。另外,存在Ga的含量越少,HcJ越高的趋势。

[0033] R-T-B系烧结磁铁可以含有Al,也可以不含有Al。Al的含量可以为0.20质量%以上且1.00质量%以下,也可以为0.30质量%以上且0.90质量%以下。

[0034] R-T-B系烧结磁铁作为T可以含有铜(Cu),也可以不含有Cu。Cu的含量可以为0质量%以上且0.50质量%以下,也可以为0质量%以上且0.25质量%以下。

[0035] R-T-B系烧结磁铁作为T可以含有锆(Zr),也可以不含有Zr。Zr的含量可以为0.10质量%以上且1.00质量%以下,也可以为0.40质量%以上且0.60质量%以下。

[0036] Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下。也可以为15质量%以上且25质量%以下。通过使Ce的含量相对于R的合计含量在上述的范围内,后述的S(R-T)容易成为0.60以上且0.85以下。其结果,HcJ和后述的HcJ/Ha容易变高。另外,通过使Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上,原料成本容易充分降低。在Ce的含量相对于R的合计含量过少的情况下,原料成本无法充分降低。这是因为,价格比其它的稀土元素低的优点与由于增加含有稀土元素的原料金属的种类而制造工序变得复杂的缺点相抵。

[0037] 重稀土元素的合计含量也可以为0质量%以上且0.10质量%以下。重稀土元素的含量越多,HcJ越容易上升,但成本越高。另外,重稀土元素的含量越多,Br越容易降低。重稀土元素是指Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu。

[0038] 另外,作为R优选实际上不含有钇(Y)和镧(La)。实际上不含有Y和La是指Y和La相对于R的含量合计为0.5质量%以下。在实际上不含有Y和La的情况下,难以形成后述的R-T相,S(R-T)难以达到0.60以上。而且,难以得到R-T相带来的HcJ的上升效果。进而,在含有Y的情况下,主相晶粒的各向异性磁场也容易降低。在含有La的情况下,主相晶粒的各向异性磁场也容易降低,耐腐蚀性也容易降低。

[0039] R-T-B系烧结磁铁可以含有C,也可以不含有C。C的含量也可以为0质量%以上且0.3质量%以下。

[0040] Fe也可以为R-T-B系烧结磁铁的构成要素中的实际上的剩余部分。Fe是实际上的剩余部分是指,含有的由R、B、Co、Ga、Al、Cu、Zr和C构成的组以外的元素仅为Fe和不可避免的杂质。而且,不可避免的杂质的含量相对于R-T-B系烧结磁铁合计也可以为0.5质量%以下(包含0)。

[0041] (细微结构)

[0042] 以下,使用附图、特别是使用图1对R-T-B系烧结磁铁1进行说明。此外,图1是利用电场放射型扫描电子显微镜(FE-SEM)观察后述的实施例1的截面而得到的反射电子图像。有时将利用FE-SEM观察而得到的反射电子图像简称为SEM图像。

[0043] 当利用SEM观察R-T-B系烧结磁铁1的一个截面时,如图1所示,可观察到主相晶粒11和存在于晶界的多种晶界相。而且,多种晶界相分别具有与组成对应的颜色的深浅和与结晶系对应的形状。

[0044] 例如,通过使用附属于FE-SEM的能量色散X射线分光器(EDS)、电子探针显微分析仪(EPMA)、透射电子显微镜(TEM)等对各晶界相进行点分析并明确组成,能够确定它们是怎样的晶界相。

[0045] 另外,也可以利用透射电子显微镜(TEM)确认各晶界相的结晶结构。通过利用TEM确认各晶界相的结晶结构,能够更明确地确定各晶界相。

[0046] 如图1的SEM图像所示,R-T-B系烧结磁铁1包含主相晶粒11和存在于主相晶粒11之间的晶界。主相晶粒11由 $R_2T_{14}B$ 化合物构成。 $R_2T_{14}B$ 化合物是具有由 $R_2T_{14}B$ 型的正方晶构成的结晶结构的化合物。主相晶粒11在SEM图像中是黑色的。主相晶粒11的大小没有特别限制,但圆当量直径大致为 $1.0\mu m \sim 10.0\mu m$ 。

[0047] 晶界包含多晶粒晶界和二晶粒晶界。多晶粒晶界是被3个以上的主相晶粒包围的晶界,二晶粒晶界是存在于相邻的两个主相晶粒之间的晶界。

[0048] 晶界包含至少两种晶界相。在图1中,包含R-T相13、和富R相15。此外,当比较SEM图像中主相晶粒11、R-T相13、富R相15的亮度时,主相晶粒11最暗,富R相15最亮。

[0049] R-T相13中,R和T的含有比率以原子数比计大致为1:2。具体而言,R的含量为20.0at%以上且40.0at%以下,T的含量为55.0at%以上且80.0at%以下。而且,R-T相13中所含的R、T以外的元素的含量合计为10.0at%以下。此外,R、T和R、T以外的元素的含量为除去氧(O)、碳(C)和氮(N)的含量。

[0050] 富R相15是指R的含量为40.0at%以上、T的含量比R-T相13低的相。T的含量也可以为55.0at%以下。此外,R和T的含量为除去O、C和N的含量。

[0051] 在R-T-B系烧结磁铁的一个截面中,将R-T相13相对于晶界的面积比率设为S(R-T)时,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。

[0052] 本发明人等发现,在使用了低成本但与Nd、Pr相比会降低HcJ的稀土元素,即使用了Ce的R-T-B系烧结磁铁中,通过将S(R-T)设为上述的范围内,能够提高HcJ。S(R-T)在上述的范围内时提高HcJ的机制没有完全阐明。本发明人等推测以下表示的机制。

[0053] 富R相15促进主相晶粒11的磁分断。其结果,通过包含富R相15,能够提高HcJ。

[0054] R-T相13与主相晶粒11相比,其中相对于R的合计含量的Ce的含量容易变大。这是因为,在形成R-T相13时,会从主相晶粒11排出Ce。其结果,主相晶粒11中的Ce以外的R、具体而言Nd的含量变高。而且,主相晶粒11中的各向异性磁场变高。

[0055] 在以S(R-T)为0.60以上且0.85以下的方式包含上述的富R相15和R-T相13的情况下,能够兼顾促进主相晶粒11的磁分断的效果和从主相晶粒11排出Ce的效果。其结果,成为具有高HcJ的R-T-B系烧结磁铁。

[0056] 此外,富R相15相对于晶界的面积比率没有特别限制,但优选晶界中的R-T相13以外的部分为富R相15。具体而言,富R相15和R-T相13以外的相相对于晶界的面积比例优选为10.0%以下(包含0%)。

[0057] 用于计算S(R-T)的SEM图像的观察范围的面积没有特别限制,但为了计算S(R-T)而设为充分大的范围。例如观察范围的面积也可以设为 0.01mm^2 以上。

[0058] (制造方法)

[0059] 以下,对制造R-T-B系烧结磁铁的方法的一例进行说明。制造R-T-B系烧结磁铁的方法包括以下的工序。

[0060] (a) 制作R-T-B系烧结磁铁用合金(原料合金)的合金准备工序,

[0061] (b) 粉碎原料合金的粉碎工序,

[0062] (c) 将得到的合金粉末成型的成型工序,

[0063] (d) 烧结成型体,得到R-T-B系烧结磁铁的烧结工序,

[0064] (e) 对R-T-B系烧结磁铁进行时效处理的时效处理工序,

[0065] (f) 加工R-T-B系烧结磁铁的加工工序,

[0066] (g) 使重稀土元素扩散于R-T-B系烧结磁铁的晶界的晶界扩散工序,

[0067] (h) 对R-T-B系烧结磁铁进行表面处理的表面处理工序。

[0068] [合金准备工序]

[0069] 准备R-T-B系烧结磁铁用合金(合金准备工序)。以下,作为合金准备方法的一例对带铸法进行说明,但合金准备方法不限于带铸法。

[0070] 准备与R-T-B系烧结磁铁的组成对应的原料金属,在真空或Ar气等不活泼气体气氛中熔化准备的原料金属。然后,通过铸造熔化的原料金属,制作成为R-T-B系烧结磁铁的原料的原料合金。此外,在以下的记载中,以单合金法进行说明,但也可以为将第一合金和第二合金的两种合金混合来制作原料粉末的双合金法。

[0071] 原料金属的种类没有特别限制。例如,能够使用稀土金属、纯铁、纯钴、以及硼铁合金(FeB)等化合物、稀土合金等合金。铸造原料金属的铸造方法没有特别限制。例如可举出锭铸造法、薄带连铸法、书模塑法、离心铸造法等。得到的原料合金在具有凝固偏析的情况下,也可以根据需要进行均质化处理(溶体化处理)。

[0072] [粉碎工序]

[0073] 在制作原料合金后,粉碎原料合金(粉碎工序)。粉碎工序可以通过粉碎至粒径成

为数百 μm ~数mm左右的粗粉碎工序和微粉碎至粒径成为数 μm 左右的微粉碎工序的两个阶段进行,但也可以仅通过微粉碎工序的一个阶段进行。

[0074] (粗粉碎工序)

[0075] 将原料合金粗粉碎至粒径成为数百 μm ~数mm左右(粗粉碎工序)。由此,得到原料合金的粗粉碎粉末。粗粉碎能够通过如下方式进行,例如使原料合金吸藏氢后,基于不同的相间的氢吸藏量的差异释放氢,进行脱氢,由此,产生自崩解性的粉碎(氢吸藏粉碎)。脱氢的条件没有特别限制,但例如在300~650℃、氩(Ar)气流中或真空中进行脱氢。

[0076] 粗粉碎的方法不限于上述的氢吸藏粉碎。例如,也可以在不活泼气体气氛中使用捣碎机、颚式破碎机、布朗研磨机等粗粉碎机进行粗粉碎。

[0077] 为了得到具有高的磁特性的R-T-B系烧结磁铁,从粗粉碎工序至后述的烧结工序的各工序的气氛优选设为低氧浓度的气氛。氧浓度通过各制造工序中的气氛的控制等来调节。当各制造工序的氧浓度高时,将原料合金粉碎而得到的合金粉末中的稀土元素会被氧化,生成R氧化物。R氧化物在烧结中不被还原、会以R氧化物的形式直接析出于晶界。其结果,得到的R-T-B系烧结磁铁的矫顽力 H_cJ 容易降低。因此,例如,优选各工序(微粉碎工序、成型工序)在将氧浓度设为100ppm以下的气氛实施。

[0078] (微粉碎工序)

[0079] 粗粉碎原料合金后,将得到的原料合金的粗粉碎粉末微粉碎至平均粒径成为数 μm 左右(微粉碎工序)。由此,能够得到原料合金的微粉碎粉末。微粉碎粉末中所含的颗粒的D50没有特别限制。例如,D50也可以为1.0 μm 以上且10.0 μm 以下。

[0080] 微粉碎通过如下实施,适当调整粉碎时间等条件,同时使用例如气流式粉碎机(喷磨机)等微粉碎机进行粗粉碎的粉末的进一步的粉碎。以下,对喷磨机进行说明。喷磨机是将高压的不活泼气体(例如,He气、 N_2 气、Ar气)从狭窄的喷嘴释放而产生高速的气流,通过该高速的气流对原料合金的粗粉碎粉末进行加速,产生原料合金的粗粉碎粉末彼此的碰撞和与靶材或容器壁的碰撞而进行粉碎的微粉碎机。

[0081] 在对原料合金的粗粉碎粉末进行微粉碎时,也可以添加润滑剂、例如有机物润滑剂或固体润滑剂。作为有机物润滑剂,例如可举出油酸酰胺、月桂酸酰胺、硬脂酸锌等。作为固体润滑剂,例如可举出石墨等。通过添加润滑剂,能够得到在成型工序中施加磁场时容易产生取向的微粉碎粉末。有机物润滑剂和固体润滑剂可以仅使用任一方,但也可以混合双方使用。

[0082] [成型工序]

[0083] 将微粉碎粉末成型成目的的形状(成型工序)。在成型工序中,将微粉碎粉末填充到配置于磁场中的模具内并进行加压,由此,将微粉碎粉末成型,得到成型体。此时,通过一边施加磁场一边成型,能够在使微粉碎粉末的结晶轴向特定的方向取向的状态下成型。得到的成型体向特定方向取向,由此,得到具有磁性更强的各向异性的R-T-B系烧结磁铁。在成型时,也可以添加成型助剂。成型助剂的种类没有特别限制。也可以使用上述的润滑剂。

[0084] 加压时的压力例如也可以设为30MPa以上且300MPa以下。施加的磁场例如也可以设为1.0T以上且5.0T以下。施加的磁场不限于静磁场,也能够设为脉冲状磁场。另外,也能够并用静磁场和脉冲状磁场。

[0085] 此外,作为成型方法,除了上述那样将微粉碎粉末直接成型的干式成型之外,还能

够应用将使微粉碎粉末分散于油等溶剂的浆料成型的湿式成型。

[0086] 将微粉碎粉末成型而得到的成型体的形状没有特别限定,例如能够制成长方体、平板状、柱状、环状、C型等、与期望的R-T-B系烧结磁铁的形状对应的形状。

[0087] [烧结工序]

[0088] 将得到的成型体在真空或不活泼气体气氛中烧结,得到R-T-B系烧结磁铁(烧结工序)。烧结温度需要根据组成、粉碎方法、粒度和粒度分布的差异等各个条件调整。烧结温度没有特别限制,但例如也可以设为950℃以上且1100℃以下。烧结时间没有特别限制,但例如也可以设为2小时以上且10小时以下。烧结时的气氛没有特别限制。例如,可以设为不活泼气体气氛,也可以设为低于100Pa的真空气氛。

[0089] [时效处理工序]

[0090] 在烧结成型体后,对R-T-B系烧结磁铁进行时效处理(时效处理工序)。在烧结后,将得到的R-T-B系烧结磁铁以低于烧结时的温度对R-T-B系烧结磁铁实施时效处理。

[0091] 在时效处理中,时效温度设为550℃以上且650℃以下,时效时间设为10分钟以上且300分钟以下。在作为R含有Ce、且Ce的含量相对于R的合计含量的为15质量%以上且35质量%以下的情况下,通过在上述的条件下进行时效处理,容易将S(R-T)设为规定的范围内。

[0092] 在时效温度过低的情况下,S(R-T)趋于过大。在时效温度过高的情况下,S(R-T)趋于过小。无论怎样的情况,均不能提高HcJ。另外,在时效温度过高的情况下,即使是在SEM图像中可看作R-T相的明亮的相,当实际上进行点分析时,也会出现很多R和T的存在比率与1:2偏离较大,不是R-T相的情况。

[0093] 时效处理时的气氛没有特别限制。例如也可以设为大气压以上的压力的不活泼气体气氛(例如,He气、Ar气)。另外,时效处理工序也可以在后述的加工工序后进行。

[0094] [加工工序]

[0095] 得到的R-T-B系烧结磁铁也可以根据需要加工成期望的形状(加工工序)。加工方法例如可举出切断、磨削等形状加工、和滚筒研磨等倒角加工等。

[0096] [晶界扩散工序]

[0097] 相对于被加工的R-T-B系烧结磁铁的晶界,也可以进一步扩散重稀土元素(晶界扩散工序)。晶界扩散的方法没有特别限制。也可以通过如下实施,通过例如涂布或蒸镀等使含有重稀土元素的化合物附着于R-T-B系烧结磁铁的表面之后,进行热处理。另外,也可以通过在包含重稀土元素的蒸气的气氛中对R-T-B系烧结磁铁进行热处理而实施。通过晶界扩散,能够进一步提高R-T-B系烧结磁铁的HcJ。

[0098] [表面处理工序]

[0099] 通过以上工序而得到的R-T-B系烧结磁铁也可以实施镀敷、树脂被膜、氧化处理、化学法表面处理等表面处理(表面处理工序)。由此,能够进一步提高耐腐蚀性。

[0100] 此外,在上述的制造方法中,虽然进行加工工序、晶界扩散工序、表面处理工序,但这些工序未必需要进行。

[0101] 如上得到的R-T-B系烧结磁铁成为含有Ce的同时、HcJ良好的R-T-B系烧结磁铁。

[0102] 本发明不限于上述的实施方式,能够在本发明的范围内进行各种改变。例如,本发明的永久磁铁也可以通过热加工而制造。即,只要在规定的范围内含有Ce、包含富R相和R-T相、且S(R-T)为0.60以上且0.85以下,则也可以为烧结磁铁以外的永久磁铁。

[0103] 本发明的R-T-B系永久磁铁能够用于普通的R-T-B系永久磁铁的用途。例如,能够用于汽车的回转机械等。

[0104] 实施例

[0105] 以下,通过实施例更详细地说明发明,但本发明不限于这些实施例。

[0106] (合金准备工序)

[0107] 作为原料合金,准备表1所示的组成的合金A~F。此外,TRE是指稀土元素的合计含量。表1中未记载的稀土元素的含量合计低于0.01质量%。

[0108] 首先,准备具有规定元素的原料金属。作为原料金属,分别准备纯度99.9%的Nd、Pr、Ce、Fe、Co、FeB、Al、Cu、Zr和Ga。

[0109] 接着,以得到表1所示的组成的合金的方式称重这些原料金属,通过带铸法准备表1所示的组成的薄板形状的原料合金。而且,对于每个试样,选择表2所示的合金作为原料合金。

[0110] (粉碎工序)

[0111] 将通过合金准备工序得到的原料合金粉碎,得到合金粉末。通过粗粉碎和微粉碎的两个阶段进行粉碎。粗粉碎通过氢吸藏粉碎进行。对于原料合金,在室温下吸藏氢后,在Ar气流中以600℃进行脱氢5小时。通过粗粉碎,得到数百 μm ~数mm左右的粒径的合金粉末。

[0112] 就微粉碎而言,相对于粗粉碎中得到的合金粉末100质量份添加0.1质量份的油酸酰胺作为润滑剂,在混合后使用喷磨机在高压氮气气氛中进行。微粉碎进行至合金粉末的D50成为3.5 μm 左右。

[0113] (成型工序)

[0114] 将通过粉碎工序得到的混合粉末在磁场中成型,得到成型体。将混合粉末填充到配置于电磁铁之间的模具内后,利用电磁铁施加磁场,同时进行加压而成型。具体而言,将混合粉末在2.2T的磁场中以110MPa的压力进行压粉成型。施加磁场的方向设为与冲压方向垂直的方向。

[0115] (烧结工序)

[0116] 将得到的成型体烧结,得到烧结体。将烧结温度设为1000℃、将烧结时间设为4小时,得到烧结体。烧结时的气氛设为真空气氛。

[0117] (时效工序)

[0118] 对得到的烧结体进行时效处理,得到R-T-B系烧结磁铁。时效处理中,将时效温度设为表2所记载的温度,将时效时间设为1.5小时。

[0119] (评价)

[0120] 各实施例和比较例中最终得到的R-T-B系烧结磁铁的组成成为与原料合金的组成相同的组成即表1所示的组成通过如下确认,通过荧光X射线分析法、电感耦合等离子体质量分析法(ICP法)、和气体分析进行组成分析。

[0121] 使用B-H示踪剂测定由各实施例和比较例的原料合金制作的R-T-B系烧结磁铁的磁特性。作为磁特性,在室温下测定HcJ。将结果在表2中示出。将HcJ达到1400kA/m以上时评价为良好。

[0122] 以下,说明由各R-T-B系烧结磁铁的组成计算的各向异性磁场(Ha)的计算值的算出方法。

[0123] 首先,将表1所记载的各合金的组成换算成原子%。将换算的结果在表3中示出。

[0124] 接着,对于各合金的组成计算各稀土元素的含量相对于稀土元素的合计含量的原子数比。将算出的结果在表4中示出。

[0125] 在 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结晶、 $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结晶、 $\text{Ce}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结晶等、R为1种的情况下,已知 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结晶的Ha的参考值。将参考值在表4中示出。

[0126] 而且,通过将各稀土元素的原子数比与含有各稀土元素的 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结晶的Ha的参考值相乘,并将这些乘积相加,计算由各 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 合金的组成计算出的Ha的计算值。将算出的结果记载于表4中。另外,在表1、表2中也适当记载有Ha的计算值。

[0127] 在本实施例中,算出HcJ相对于Ha的计算值的比例。即,评价相对于 $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 合金的Ha的计算值的、实际得到的R-T-B系烧结磁铁的HcJ的比例。将结果记载于表2中。就HcJ/Ha而言,将28.00%以上评价为良好,将29.75%以上评价为更良好。可以说HcJ/Ha越高,越有效地提高矫顽力。

[0128] R-T相相对于晶界的面积比率S(R-T)的算出通过下述方法进行。

[0129] 首先,将R-T-B系烧结磁铁埋入环氧系树脂中。然后,切断R-T-B系烧结磁铁,对得到的截面进行研磨。研磨使用了市售的研磨纸。具体而言,准备多种编号为180~2000的市售的研磨纸。然后,从编号低的研磨纸起依次对R-T-B系烧结磁铁的截面进行研磨。最后,使用抛光片和金刚石磨粒进行研磨。此外,在研磨时不使用水等液体。这是为了避免晶界中所含的成分被腐蚀。

[0130] 对得到的烧结体的截面进行离子研磨处理,消除最表面的氧化膜和氮化膜等影响。接着,使用FE-SEM观察烧结体的截面。观察倍率设为1000倍。根据通过观察得到的反射电子图像的对比度,确认到包含主相晶粒和晶界,并确认到在晶界(多晶粒晶界)包含多种晶界相。另外,通过对晶界相适当进行基于附属于FE-SEM的EDS的点分析,在比较例2以外的实验例中确认到在晶界包含富R相和R-T相。在比较例2中不包含R-T相。此外,在点分析中,对在制作原料合金时有意添加的元素即表1所记载的元素的含量进行分析。然后,算出R-T相相对于晶界的面积比率S(R-T)。将结果在表2中示出。此外,图1是实施例1的反射电子图像,图2是比较例2的反射电子图像,图3是比较例3的反射电子图像,图4是比较例4的反射电子图像。

[0131] [表1]

[0132]

合金	单位:质量%											Ha	Ha
	TRE	Nd	Pr	Ce	Co	B	Al	Cu	Zr	Ga	Fe	(kOe)	(kA/m)
A	33.00	20.99	5.41	6.60	2.00	0.83	0.50	0.05	0.50	0.00	63.12	62.79	4997
B	33.00	22.30	5.75	4.95	2.00	0.83	0.50	0.30	0.50	0.00	62.87	64.88	5163
C	33.00	17.05	4.40	11.55	2.00	0.83	0.50	0.30	0.50	0.00	62.87	56.55	4500
D	33.85	19.88	0.00	13.97	0.51	0.82	0.14	0.07	0.14	0.00	64.47	51.47	4096
E	33.00	20.99	5.41	6.60	2.00	0.83	0.50	0.14	0.50	0.20	62.83	62.79	4997
F	33.00	20.99	5.41	6.60	2.00	0.83	0.50	0.30	0.50	0.60	62.27	62.79	4997

[0133] [表2]

[0134]

试样	合金	Ce/TRE (质量比)	Ga	时效温度	S(R-T)	HcJ	Ha	HcJ/Ha
			[质量%]	[℃]		[kA/m]	[kA/m]	[%]
实施例 1	A	0.20	0.00	550	0.79	1490	4997	29.82
实施例 2	A	0.20	0.00	600	0.75	1522	4997	30.46
实施例 3	A	0.20	0.00	650	0.64	1504	4997	30.10
比较例 1	A	0.20	0.00	400	0.86	1279	4997	25.60
比较例 2	A	0.20	0.00	900	0.00	1130	4997	22.62
实施例 4	B	0.15	0.00	600	0.68	1536	5163	29.75
实施例 2	A	0.20	0.00	600	0.75	1522	4997	30.46
实施例 5	C	0.35	0.00	600	0.80	1426	4500	31.69
比较例 3	D	0.41	0.00	600	0.91	1109	4096	27.07
实施例 2	A	0.20	0.00	600	0.75	1522	4997	30.46
实施例 6	E	0.20	0.20	600	0.65	1469	4997	29.40
比较例 4	F	0.20	0.60	600	0.45	1362	4997	27.26

[0135] [表3]

[0136]

合金	单位:原子%										
	TRE	Nd	Pr	Ce	Co	B	Al	Cu	Zr	Ga	Fe
A	15.44	9.72	2.57	3.15	2.27	5.13	1.24	0.05	0.37	0.00	75.51
B	15.43	10.34	2.73	2.36	2.27	5.13	1.24	0.32	0.37	0.00	75.25
C	15.49	7.90	2.08	5.51	2.27	5.13	1.24	0.32	0.37	0.00	75.19
D	16.00	9.29	0.00	6.72	0.59	5.13	0.34	0.07	0.10	0.00	77.76
E	15.45	9.73	2.57	3.15	2.27	5.13	1.24	0.15	0.37	0.19	75.21
F	15.47	9.74	2.57	3.15	2.27	5.14	1.24	0.32	0.37	0.58	74.62

[0137] [表4]

[0138]

合金	Nd/TRE (原子数比)	Nd ₂ Fe ₁₄ B Ha(kA/m)	Pr/TRE (原子数比)	Pr ₂ Fe ₁₄ B Ha(kA/m)	Ce/TRE (原子数比)	Ce ₂ Fe ₁₄ B Ha(kA/m)	Ha 的计算值 (kA/m)
A	0.63	5330	0.17	6930	0.20	2390	4997
B	0.67	5330	0.18	6930	0.15	2390	5163
C	0.51	5330	0.13	6930	0.36	2390	4500
D	0.58	5330	0.00	6930	0.42	2390	4096
E	0.63	5330	0.17	6930	0.20	2390	4997
F	0.63	5330	0.17	6930	0.20	2390	4997

[0139] (实施例1~3、比较例1、2)

[0140] 实施例1~3和比较例1、2是使用的原料合金全部相同、除了改变时效温度这一点以外、在相同条件下实施的试样。Ha的计算值也完全相同。

[0141] Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下、时效温度为550~650℃的实施例1~3中,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。与之相对,时效温度低为400℃的比较例1中,S(R-T)变大。时效温度高为900℃的比较例2中,不包含R-T相。其结果,与比较例1、2相比,实施例1~3的HcJ和HcJ/Ha变高。

[0142] (实施例2、4、5、比较例3)

[0143] 实施例4、5、比较例3是对于实施例2主要改变Ce的含量相对于R的合计含量而实施的试样。Ce的含量越多,Ha的计算值越降低。

[0144] Ce的含量相对于R的合计含量为15质量%以上且35质量%以下的实施例4、5与实施例2相同,S(R-T)为0.60以上且0.85以下。与之相对,Ce的含量相对于R的合计含量多的比较例3中,S(R-T)变大。其结果,与实施例2、4、5相比,比较例3的HcJ/Ha变低。

[0145] 图5是将横轴设为Ha、将纵轴设为HcJ来描绘实施例2、4、5、和比较例3、进一步画出

HcJ/Ha=28.00%、29.75%的线的图表。各实施例的HcJ/Ha大,与之相对,比较例的HcJ/Ha小。

[0146] (实施例2、6、比较例4)

[0147] 实施例6、比较例4是对于实施例2主要改变Ga的含量而实施的试样。Ha的计算值完全相同。

[0148] Ga的含量越多,S(R-T)越小。与S(R-T)小的比较例4相比,S(R-T)为0.60以上且0.85以下的实施例2、6中,HcJ和HcJ/Ha变高。

[0149] 符号说明

[0150] 1 • • • R-T-B系烧结磁铁

[0151] 11 • • • 主相晶粒

[0152] 13 • • • R-T相

[0153] 15 • • • 富R相。

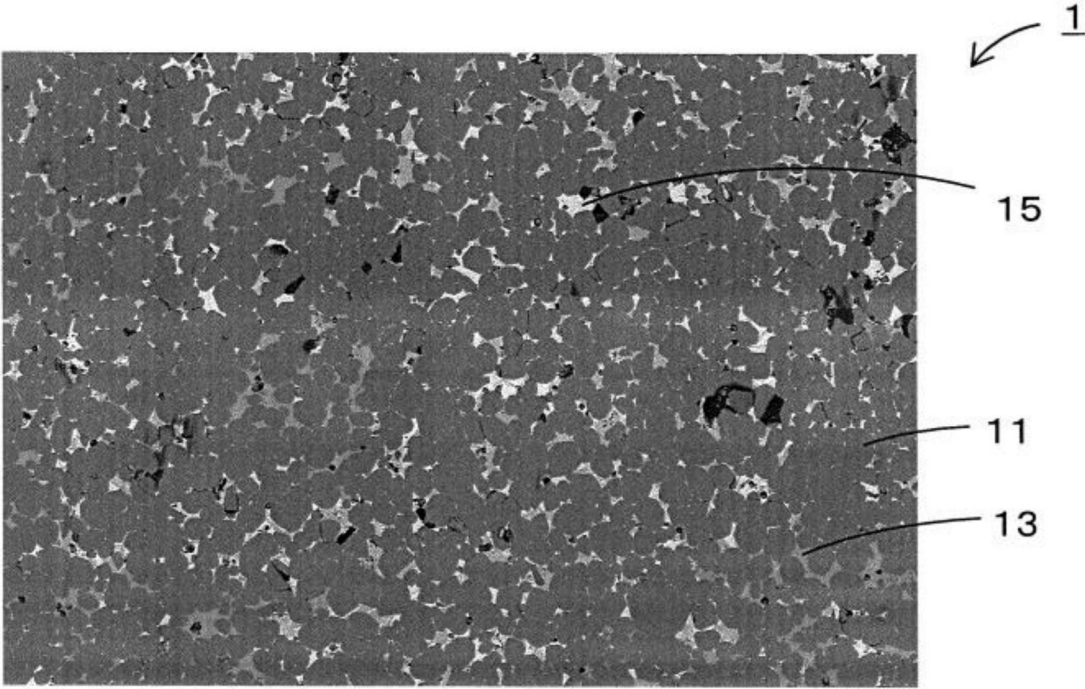


图1

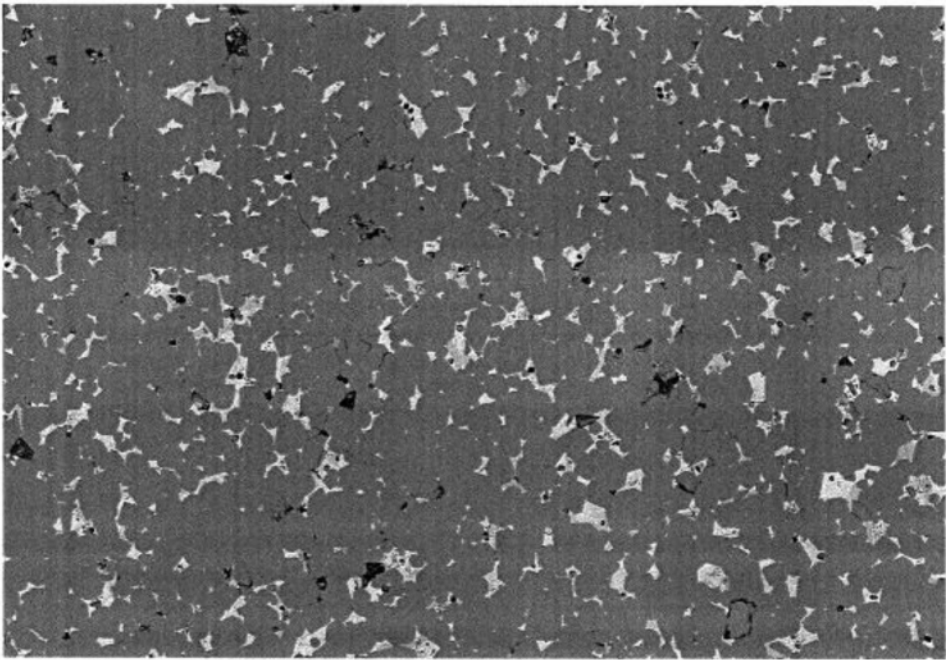


图2

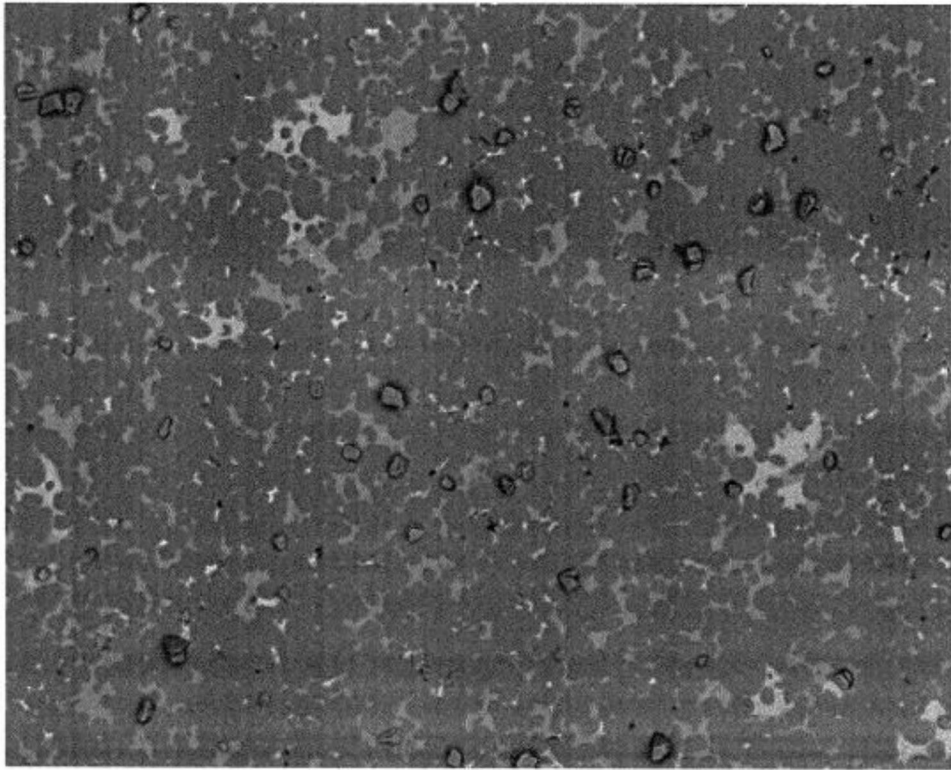


图3

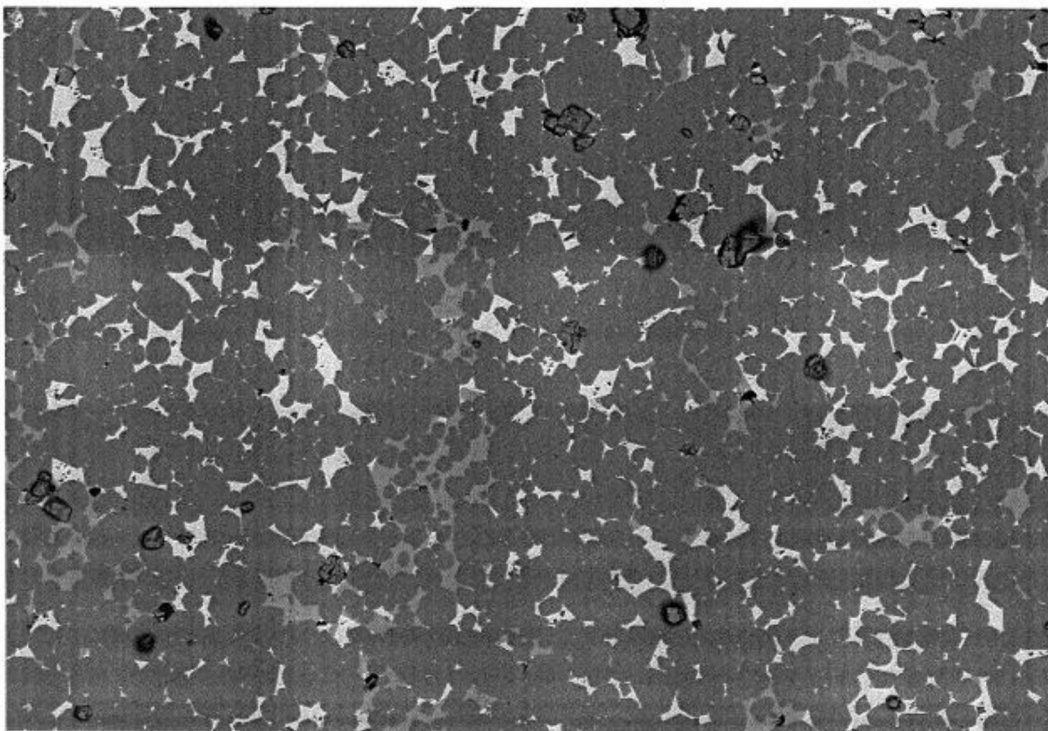


图4

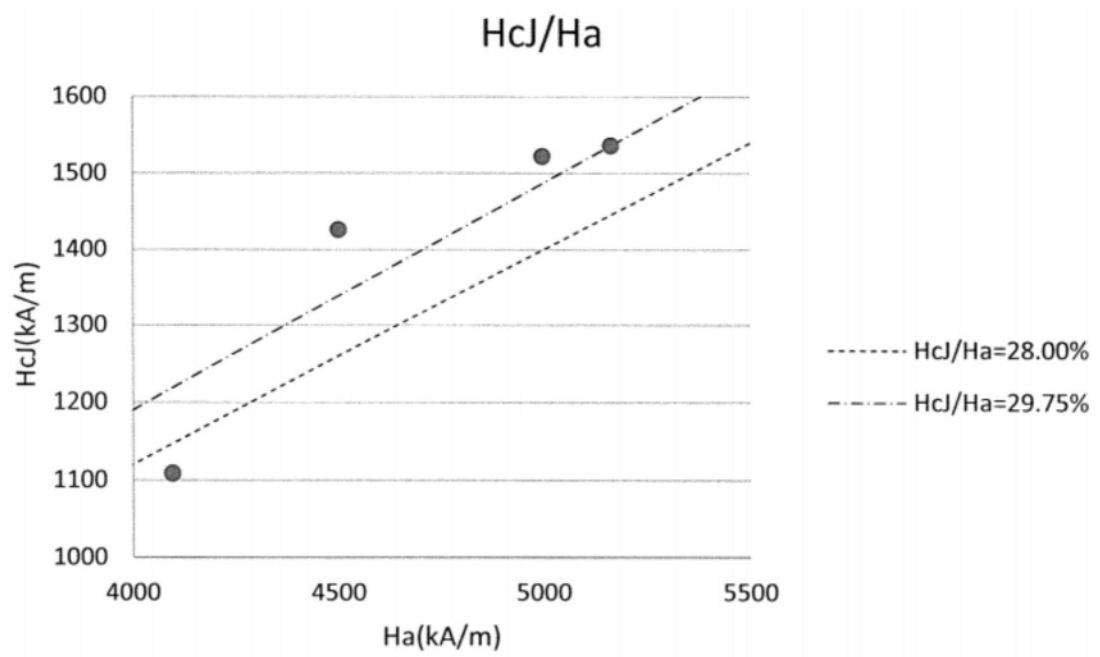


图5