

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5303738号
(P5303738)

(45) 発行日 平成25年10月2日 (2013. 10. 2)

(24) 登録日 平成25年7月5日 (2013. 7. 5)

(51) Int. Cl.

F I

H O 1 F 1/08 (2006. 01)

H O 1 F 1/08 B

H O 1 F 1/057 (2006. 01)

H O 1 F 1/04 H

H O 1 F 41/02 (2006. 01)

H O 1 F 41/02 G

C 2 2 C 38/00 (2006. 01)

C 2 2 C 38/00 3 O 3 D

B 2 2 F 9/04 (2006. 01)

B 2 2 F 9/04 C

請求項の数 3 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-168570 (P2010-168570)

(22) 出願日 平成22年7月27日 (2010. 7. 27)

(65) 公開番号 特開2012-28704 (P2012-28704A)

(43) 公開日 平成24年2月9日 (2012. 2. 9)

審査請求日 平成25年1月15日 (2013. 1. 15)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000003067

T D K 株式会社

東京都港区芝浦三丁目9番1号

(72) 発明者 早川 拓馬

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 T

D K 株式会社内

(72) 発明者 園枝 良太

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 T

D K 株式会社内

審査官 高橋 克

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類焼結磁石

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

結晶粒の組成が $R_2T_{14}B$ (R は 1 種類以上の希土類元素を表し、T は Fe 又は Fe 及び Co を表し、B は B 又は B 及び C を表す) という組成式で表される $R_2T_{14}B$ 相を含む主相と、前記 $R_2T_{14}B$ 相より R が多い粒界相と、3 つ以上の複数の主相により囲まれた粒界 3 重点とを含み、

前記粒界 3 重点が、前記 R を 90 at % 以上含む R リッチ相と、前記 R が 60 at % 以上 90 at % 未満であり、Co 及び Cu を含む R 75 相とを含み、

前記粒界 3 重点において、前記 R 75 相に含まれる R と Co と Cu とを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が下記式 (1) を満たすと共に、断面内の粒界 3 重点の断面積において Co に富む領域と Cu に富む領域との両方が一致している面積が 60 % 以上であり、

磁石組成中の Cu の含有量が、0.15 質量 % 以上 0.5 質量 % 以下であることを特徴とする希土類焼結磁石。

0.2 $(Co + Cu) / R < 0.45 \dots (1)$

【請求項 2】

磁石組成中の R の含有量が、25 質量 % 以上 35 質量 % 以下である請求項 1 に記載の希土類焼結磁石。

【請求項 3】

磁石組成中の Co の含有量が、1.5 質量 % 以上 3.0 質量 % 以下である請求項 1 又は

2 に記載の希土類焼結磁石。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、耐食性の向上を図った希土類焼結磁石に関する。

【背景技術】

【0002】

R - T - B (R は希土類元素、 T は Fe 又は Fe 及び Co を含む 1 種以上の遷移金属元素) 系の組成を有する希土類永久磁石は、 $R_2T_{14}B$ の組成式で表される $R_2T_{14}B$ 相を含む主相と、 $R_2T_{14}B$ より R を多く含む R リッチ相を含む粒界相とを含む組織を有し、高い保磁力 $H_c J$ を有するなど優れた磁気特性を発揮する永久磁石である。 R - T - B 系の希土類永久磁石は、高性能な永久磁石として、ハードディスクドライブ (Hard disk drive : HDD) ヘッド駆動用ヴォイスコイルモータ (Voice Coil Motor : VCM) や電気自動車やハイブリッドカーなど特に高性能が要求されるモータなどに使用されている。

10

【0003】

希土類永久磁石は、組成に R を含むため、活性が高いが、 R は酸化し易く耐食性が劣ることから、耐食性を改善するために種々の検討が行われている。一般的には、希土類磁石の表面をニッケル (Ni) などめっきして耐食性を上げるようにしている。

【0004】

希土類永久磁石そのものの耐食性を改善することは、めっきなどでコーティングした後の希土類磁石の信頼性を高める上で極めて重要である。耐食性を上げるための元素として、一般的には Co や Cu などの元素を添加することにより、希土類磁石の耐食性の向上を図ることが検討されている。

20

【0005】

従来では、例えば、複数の粒界が合流する粒界 3 重点に存在する R リッチ相の回りに Co 及び Cu を原子量比で 30 % から 60 % 含む中間相を形成することで、粒界 3 重点における R リッチ相の R の酸化を抑制し、耐食性を向上させた希土類焼結磁石が提案されている (例えば、特許文献 1 参照) 。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0006】

【特許文献 1】特開 2003 - 31409 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、粒界 3 重点に存在する R リッチ相の周りを Co 及び Cu を含む中間相で覆うようにするだけでは、粒界 3 重点に R リッチ相が多く存在しているため、腐食の進行を十分抑制することはできない、という問題があった。

【0008】

即ち、粒界 3 重点で R リッチ相の回りを中間相で覆うことで、 R の酸化が粒界相内部に進行するのを抑制するようにしているが、磁石表面で 3 重点の領域部分にピンホール等が発生した場合、粒界 3 重点には R リッチ相が多く存在しているため、粒界 3 重点で中間相が R リッチ相を覆うだけでは R の酸化を十分抑制できず、 R の酸化が粒界相内部に進行するのを抑制することができない場合もあった。

40

【0009】

近年、希土類焼結磁石は自動車や産業機器などでの使用が増加していることから、こうした用途においても更に安定して使用することができる希土類焼結磁石を提供するため、耐食性に優れた希土類焼結磁石が求められている。

【0010】

本発明は、上記に鑑みてなされたものであって、耐食性を向上させた希土類焼結磁石を

50

提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上述した課題を解決し、目的を達成するために、本発明者らは希土類焼結磁石について鋭意研究をした。その結果、粒界3重点におけるRの原子百分率が所定の範囲であり、そのときのRとCoとCuとを原子百分率より換算した組成比 $(Co + Cu) / R$ が所定の範囲内であると共に、焼結体の断面に現れる粒界3重点の断面積におけるCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積が所定値以上である組成を含む相を粒界3重点に含むようにすることにより、希土類焼結磁石の耐食性を向上することができることを見出した。本発明は、かかる知見に基づいて完成されたものである。

10

【0012】

本発明に係る希土類焼結磁石は、結晶粒の組成が $R_2T_{14}B$ （RはNdを含む1種類以上の希土類元素を表し、TはFe又はFe及びCoを含む1種以上の遷移金属元素を表し、BはB又はB及びCを表す）という組成式で表される $R_2T_{14}B$ 相を含む主相と、前記 $R_2T_{14}B$ 相よりRが多い粒界相と、3つ以上の複数の主相により囲まれた粒界3重点とを含み、前記粒界3重点が、前記Rを90at%以上含むRリッチ相と、前記Rが60at%以上90at%未満であり、Co及びCuを含むR75相とを含み、前記粒界3重点において、前記R75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が下記式(1)を満たすと共に、断面内の粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積が60%以上であることを特徴とする。

20

$$0.05 < (Co + Cu) / R < 0.5 \quad \cdots (1)$$

【0013】

本発明は、粒界3重点に、Rが60at%以上90at%未満であると共に、Co及びCuを含むR75相を含み、R75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算した組成比が上記式を満たすと共に、粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積を60%以上としている。そのため、粒界3重点には前記Rに富む領域（Rリッチ相）が減少し、Co及びCuが多く存在する。粒界3重点にCoとCuとが多く存在することで、耐食性を向上させることができる。また、粒界3重点でRリッチ相が減少することで、希土類焼結磁石をめっき液に浸漬し、希土類焼結磁石の表面にめっきを施しても、希土類焼結磁石の表面がめっき液により損傷することを抑制することができる。このため、希土類焼結磁石がめっき液と反応して粒界相成分が腐食して脱落し、水素を吸蔵するのを抑制することができる。これにより、希土類焼結磁石のめっき層との接触部の粒界相が変性するのを抑え、その部分の保磁力低下に起因する減磁を抑制することができるため、本発明により得られる希土類焼結磁石はめっきを開始した初期に生じるフラックスの低下を抑制することができる。

30

【0014】

本発明の好ましい態様として、磁石組成中のRの含有量が、25質量%以上35質量%以下であることが好ましい。Rの含有量を上記範囲内とすることで、磁気特性を維持させることができるため、希土類焼結磁石として安定して用いることができる。

40

【0015】

本発明の好ましい態様として、磁石組成中のCoの含有量が、0.6質量%以上3.0質量%以下であることが好ましい。Coの含有量を上記範囲内とすることで、磁気特性を維持しつつ耐食性を向上させることができる。

【0016】

本発明の好ましい態様として、磁石組成中のCuの含有量が、0.05質量%以上0.5質量%以下であることが好ましい。Cuの含有量を上記範囲内とすることで、磁気特性を維持しつつ耐食性を向上させることができる。

【発明の効果】

【0017】

50

本発明によれば、耐食性を向上させた希土類焼結磁石を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】図1は、本実施形態に係る希土類焼結磁石の粒界3重点付近を模式的に示す図である。

【図2】図2は、従来の希土類焼結磁石の粒界3重点付近を模式的に示す図である。

【図3】図3は、めっき施した希土類焼結磁石を模式的に示す断面図である。

【図4】図4は、本発明の実施形態に係る希土類焼結磁石の製造方法を示すフローチャートである。

【図5】図5は、実施例1の希土類焼結磁石の組成像である。

10

【図6】図6は、実施例1の希土類焼結磁石のCuのEPMAによる観察結果である。

【図7】図7は、実施例1の希土類焼結磁石のCoのEPMAによる観察結果である。

【図8】図8は、比較例1の希土類焼結磁石の組成像である。

【図9】図9は、比較例1の希土類焼結体のCuのEPMAによる観察結果である。

【図10】図10は、比較例1の希土類焼結体のCoのEPMAによる観察結果である。

【図11】図11は、実施例1の希土類焼結磁石のNdのSTEM-EDSによる観察結果である。

【図12】図12は、実施例1の希土類焼結磁石のCoのSTEM-EDSによる観察結果である。

【図13】図13は、実施例1の希土類焼結磁石のCuのSTEM-EDSによる観察結果である。

20

【図14】図14は、比較例1の希土類焼結磁石のNdのSTEM-EDSによる観察結果である。

【図15】図15は、比較例1の希土類焼結磁石のCoのSTEM-EDSによる観察結果である。

【図16】図16は、比較例1の希土類焼結磁石のCuのSTEM-EDSによる観察結果である。

【図17】図17は、PCT試験機を用いて行なった耐食性の測定結果を示す図である。

【図18】図18は、フラックスの測定結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

30

【0019】

以下、本発明を好適に実施するための形態（以下、実施形態という。）につき、詳細に説明する。なお、本発明は以下の実施形態及び実施例に記載した内容により限定されるものではない。また、以下に記載した実施形態及び実施例における構成要素には、当業者が容易に想定できるもの、実質的に同一のもの、いわゆる均等の範囲のものが含まれる。さらに、以下に記載した実施形態及び実施例で開示した構成要素は適宜組み合わせても良いし、適宜選択して用いてもよい。

【0020】

<希土類焼結磁石>

本実施形態に係る希土類焼結磁石は、R-T-B系合金を用いて形成される焼結体である。本実施形態に係る希土類焼結磁石は、結晶粒の組成が $R_2T_{14}B$ （RはNdを含む1種類以上の希土類元素を表し、TはFe又はFe及びCoを含む1種類以上の遷移金属元素を表し、BはB又はB及びCを表す）という組成式で表される $R_2T_{14}B$ 相を含む主相（結晶粒）と、前記 $R_2T_{14}B$ 相よりRが多い粒界相と、3つ以上の複数の主相により囲まれた粒界3重点とを含み、前記粒界3重点が、前記Rを90at%以上含むRリッチ相と、前記Rが60at%以上90at%未満であり、Co及びCuを含むR75相とを含み、前記粒界3重点において、前記R75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が下記式（2）を満たすと共に、断面内の粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積が60%以上である。

40

50

0.05 (Co + Cu) / R < 0.5 . . . (2)

【0021】

Rは、1種以上の希土類元素を表す。希土類元素とは、長周期型周期表の第3族に属するScとYとランタノイド元素とをいう。ランタノイド元素は、例えば、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu等を含む。希土類元素は、軽希土類及び重希土類に分類され、重希土類元素とは、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luをいい、軽希土類元素はそれ以外の希土類元素である。製造コスト及び磁気特性の観点から、RはNdを含むものであることが好ましい。

【0022】

Tは、Fe又はFe及びCoを含む1種以上の遷移金属元素を示すものである。Tは、Fe単独であってもよく、Feの一部がCoで置換されていてもよい。Feの一部をCoに置換する場合、磁気特性を低下させることなく温度特性を向上させることができる。また、Coの含有量は、Feの含有量の20質量%以下に抑えることが望ましい。これは、Coの含有量がFeの含有量の20質量%より大きくなるようにFeの一部をCoに置換すると、磁気特性を低下させる虞がある。また、希土類焼結磁石が高価となってしまうからである。Tは、Fe、Co以外に、例えば、Al、Ga、Si、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Cu、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、Wなどの元素の少なくとも1種の元素を更に含んでいてもよい。

【0023】

本実施形態に係る希土類焼結磁石の粒界相は、 $R_2T_{14}B$ 相よりNdが多いRリッチ相と $R_2T_{14}B$ 相よりCoが多いCoリッチ相と主相よりCuが多いCuリッチ相とを含んでいる。粒界相は、Rリッチ相の他に、Bの含有量が高いBリッチ相が含まれていてもよい。結晶粒の粒径は、1 μm から100 μm 程度である。

【0024】

本実施形態に係る希土類焼結磁石におけるRの含有量は、25質量%以上35質量%以下であるのが好ましく、28質量%以上33質量%以下であるのがより好ましい。Bの含有量は、0.5質量%以上1.5質量%以下であり、0.8質量%以上1.2質量%以下であるのが好ましい。残部は、Co及びCuを除くTである。

【0025】

Coの含有量は、0.6質量%以上3.0質量%以下であるのが好ましく、0.7質量%以上2.8質量%以下であるのがより好ましく、0.8質量%以上2.5質量%以下であるのが更に好ましい。Coの含有量が0.6質量%を下回ると、本実施形態による耐食性の向上の効果が得られない虞があるからである。Coの含有量が3.0質量%を超えると、希土類焼結磁石の磁気特性が低下する虞があり、コストが増大することにもなるからである。そのため、Coの含有量を上記範囲内とすることで、磁気特性を維持しつつ耐食性の向上を図ることができるため、好ましい。

【0026】

Cuの含有量は、0.05質量%以上0.5質量%以下であるのが好ましく、0.06質量%以上0.4質量%以下であるのがより好ましく、0.07質量%以上0.3質量%以下であるのが更に好ましい。Cuの含有量が0.05質量%を下回ると、希土類焼結磁石は耐食性の向上の効果が得られない虞があるからである。Cuの含有量が0.5質量%を超えると、希土類焼結磁石の磁気特性が低下する虞があるからである。そのため、Cuの含有量を上記範囲内とすることで、磁気特性を維持しつつ耐食性の向上を図ることができるため、好ましい。

【0027】

本実施形態に係る希土類焼結磁石は、複数の主相により粒界3重点が形成される。粒界3重点は、 $R_2T_{14}B$ 相よりRが多く、Co及びCuを含む相を含んでいる。図1は、本実施形態に係る希土類焼結磁石の粒界3重点付近を模式的に示す図であり、図2は、従来の希土類焼結磁石の粒界3重点付近を模式的に示す図である。図1、図2に示すように、粒界3重点には、R45相と、R75相と、Rリッチ相とが含まれる。R45相は、Rを

10

20

30

40

50

35 at %以上55 at %以下含む相であり、好ましくは40 at %以上50 at %以下含む相であり、更に好ましくは45 at %程度含む相である。R75相は、Rを60 at %以上90 at %未満含む相であり、好ましくは70 at %以上80 at %以下含む相であり、更に好ましくは75 at %程度含む相である。Rリッチ相は、RをR75相よりも多く含む相であり、Rを90 at %よりも多く含む相である。図1に示すように、本実施形態に係る希土類焼結磁石の粒界3重点にはR75相が多く含まれている。一方、図2に示すように、従来の希土類焼結磁石の粒界3重点にはRリッチ相が多く含まれている。

【0028】

本実施形態に係る希土類焼結磁石では、R75相は、R75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が、下記式(3)を満たし、下記式(4)を満たすことが好ましく、下記式(5)を満たすことがより好ましい。

$$0.05 < (Co + Cu) / R < 0.50 \quad \dots (3)$$

$$0.10 < (Co + Cu) / R < 0.40 \quad \dots (4)$$

$$0.20 < (Co + Cu) / R < 0.30 \quad \dots (5)$$

【0029】

組成比 $(Co + Cu) / R$ が、0.05未満の場合、粒界3重点中に余分なRリッチ相が残り、希土類焼結磁石の耐食性を向上させることができないからである。また、組成比 $(Co + Cu) / R$ が、0.5を超える場合、希土類焼結磁石の磁気特性を低下させるからである。そのため、組成比 $(Co + Cu) / R$ が上記式(3)を満たすことで、粒界3重点に含まれるRの含有量を減少させ、Co及びCuの含有量を増大させることができるので、磁気特性を維持しつつ耐食性を向上させることができる。

【0030】

一方、図2に示すような従来の希土類焼結磁石では、粒界3重点には、Rリッチ相が多く含まれるため、Rの含有量は多く、Co及びCuの含有量は少ない。そのため、粒界3重点のR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は0.05未満となる。

【0031】

焼結体の断面に現れる粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積は60%以上であることが好ましく、70%以上であるのが更に好ましい。Coに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積が60%を下回ると、粒界3重点の領域にRリッチ相が多く残ることとなり、上記のように、希土類焼結磁石の耐食性は低下するからである。Coに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積を60%以上とすることで、RとCoとCuとが粒界相内に略同じ領域で存在する割合が高くなり、耐食性を更に向上させることができる。

【0032】

希土類焼結磁石の表面には通常めっきが施されるが、従来の希土類焼結磁石の表面にめっきを施すと、めっき液と粒界相との反応によって発生する水素を介して希土類焼結磁石の表面の腐食反応が促進すると共に、希土類焼結磁石の表面に形成されるめっきの膜厚の分だけフラックスは低下する。

【0033】

図3は、めっき施した希土類焼結磁石を模式的に示す断面図である。図3に示すように、希土類焼結磁石10は、その表面全体をNiめっき膜11で覆っている。希土類焼結磁石10の表面をNiめっき膜11で被覆した際、希土類焼結磁石10の厚さAとNiめっき膜11の厚さBの両面分の和が実際の製品の厚さCとなる。製品としては、製品の厚さCは一定とし、希土類焼結磁石10には、所定の膜厚XのNiめっき膜11で被覆されるようにする。そのため、希土類焼結磁石10は、めっきする際に希土類焼結磁石10の表面に生じる希土類焼結磁石10の表面の腐食と、希土類焼結磁石10の表面に形成したNiめっき膜11の膜厚Xの分だけ、フラックスの低下を生じる。希土類焼結磁石10にNiめっき膜11を施す前後におけるフラックスの値の差をフラックスロスといい、希土類焼結磁石10にNiめっき膜11を施すことでフラックスの低下が生じるNiめっき膜1

10

20

30

40

50

1の厚さをめっき皮膜厚ロスという。

【0034】

本実施形態に係る希土類焼結磁石では、粒界3重点にR75相を多く含み、このR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は、上記式(3)を満たし、焼結体の断面に現れる粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積は60%以上としているため、耐食性が向上している。そのため、本実施形態に係る希土類焼結磁石は、その表面に被覆用のめっきを施しても、粒界3重点に存在するRリッチ相の量を減少させ、Co及びCuを多く含む相が増加しているので、めっき液と粒界相の反応によって発生する水素を介して腐食反応が促進されるのを抑制することができると考えられる。このため、希土類焼結磁石の耐食性を向上させることができる。これにより、希土類焼結磁石のめっきとの接触部のダメージが軽減され、希土類焼結磁石が減磁するのを抑制することができる。また、希土類焼結磁石の表面にめっきを施してもめっき開始初期に生じるフラックスの低下を抑制することができる。

10

【0035】

希土類焼結磁石はその表面にめっき膜を形成することでめっき膜の膜厚の分、フラックスは低下するが、本実施形態に係る希土類焼結磁石は、その表面にめっきを施す際、めっき開始初期に生じるフラックスの低下を抑制することができるため、めっきを施す前後において生じる希土類焼結磁石のフラックスの値の差(フラックスロス)を抑制することができる。

20

【0036】

Niめっき膜11は、希土類焼結磁石10の被覆層として用いられ、Ni、Ni-B、Ni-PなどNiを含んで形成されるめっき膜であればよい。Niめっき膜11は、Ni以外の金属からなる金属めっき膜でもよい。Ni以外の金属からなる金属めっき膜は、Cu、Zn、Cr、Sn、Ag、Au、Alの何れか一つ以上を主成分として含む層で形成される。これらのめっき膜は、例えば、電気めっき法や無電解めっき法によって形成される。めっき膜は電気めっき法により形成することが好ましい。めっき膜を電気めっきで形成することで、希土類焼結磁石10に容易にめっき膜を形成することができる。また、電気めっきは蒸着などによりめっき膜を形成する場合に比べて低コスト、かつ安全に再現性を有して形成することができる。

30

【0037】

本実施形態に係る希土類焼結磁石は、例えばプレス成形などにより目的とする所定形状に成形されて得られる。希土類焼結磁石10の形状は特に限定されるものではなく、用いる金型の形状に応じて、例えば平板状、柱状、断面形状がリング状等、希土類焼結磁石の形状に応じて変更することができる。

【0038】

本実施形態に係る希土類焼結磁石は、R-T-B系合金からなる希土類焼結磁石を用いているが、本実施形態はこれに限定されるものではない。例えば、R-T-B系希土類合金粉末と樹脂バインダーとを混練して希土類ボンド磁石用コンパウンド(組成物)を作製し、得られる希土類ボンド磁石用コンパウンドを所定の形状に成形した希土類ボンド磁石を希土類焼結磁石として用いてもよい。

40

【0039】

本実施形態に係る希土類焼結磁石は、粒界3重点において、Rが60at%以上90at%未満であり、Co及びCuを含むR75相を含み、R75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が上記式を満たすと共に、断面内の粒界3重点の断面積においてCoに富む領域とCuに富む領域との両方が一致している面積を60%以上としている。このため、本実施形態に係る希土類焼結磁石は、耐食性を向上させることができると共に、めっきを開始した初期に生じるフラックスの低下を抑制することでめっき膜を形成した後の希土類焼結磁石のフラックスロスを抑制することができる。

50

【 0 0 4 0 】

< 希土類焼結磁石の製造方法 >

上述したような構成を有する希土類焼結磁石の好適な製造方法について図面を用いて説明する。本実施形態では、主相系合金の粉末は、 $R_{12}Fe_{14}B$ (R_1 は少なくともNdを含み、Dyを含まない1種類以上の希土類元素を表す)及び不可避不純物を含み、Co及びCuを含まないものである。粒界相系合金の粉末は、 R_2 (R_2 は少なくともDyを含み、Ndを含まない1種類以上の希土類元素を表す)とFeとCoとCuとを含むものである。主相系合金の粉末と粒界相系合金の粉末とを用いて本実施形態に係る希土類焼結磁石を製造する方法について説明する。図4は、本発明の実施形態に係る希土類焼結磁石の製造方法を示すフローチャートである。図4に示すように、本実施形態に係る希土類焼結磁石の製造方法は、以下の工程を有する。

- (a) 主相系合金と粒界相系合金とを準備する合金準備工程 (ステップS11)
- (b) 主相系合金と粒界相系合金とを粉砕する粉砕工程 (ステップS12)、
- (c) 主相系合金粉末と粒界相系合金粉末とを混合する混合工程 (ステップS13)
- (d) 混合した混合粉末を成形する成形工程 (ステップS14)
- (e) 成形体を焼結する焼結工程 (ステップS15)
- (f) 焼結体を時効処理する時効処理工程 (ステップS16)
- (g) 焼結体を冷却する冷却工程 (ステップS17)
- (h) 希土類焼結磁石を研磨する研磨工程 (ステップS18)
- (i) 希土類焼結磁石の表面をめっきするめっき工程 (ステップS19)

【 0 0 4 1 】

< 合金準備工程：ステップS11 >

原料金属を真空又はArガスなどの不活性ガスの不活性ガス雰囲気中で鑄造して主相系合金及び粒界相系合金を得る (ステップS11)。本実施形態では、主相系合金は、 R_1 の含有量が27質量%以上33質量%以上以下であり、Bの含有量が0.8質量%以上1.2質量%以下であり、Feはbal.となるように調整する。粒界相系合金は、 R_2 の含有量は25質量%以上50質量%以下であり、Coの含有量は5質量%以上50質量%以下であり、Cuの含有量は0.3質量%以上10質量%以下となるように調整する。原料金属としては、希土類金属あるいは希土類合金、純鉄、フェロボロン、さらにはこれらの合金等を使用することができる。原料金属を鑄造する鑄造方法は、例えばインゴット鑄造法やストリップキャスト法やブックモールド法や遠心鑄造法などである。得られた原料合金は、凝固偏析がある場合は必要に応じて均質化処理を行う。原料合金の均質化処理を行う際は、真空又は不活性ガス雰囲気の下、700 以上1500 以下の温度で1時間以上保持して行う。これにより、希土類磁石用合金は融解されて均質化される。

【 0 0 4 2 】

< 粉砕工程：ステップS12 >

次いで、合金準備工程 (ステップS11) で主相系合金及び粒界相系合金が作製された後、これらの主相系合金及び粒界相系合金を別々に粉砕する (ステップS12)。なお、主相系合金及び粒界相系合金を共に粉砕してもよいが、組成ずれを抑える観点などから別々に粉砕することがより好ましい。粉砕工程 (ステップS12) は、粒径が数百 μm 程度になるまで粉砕する粗粉砕工程 (ステップS12-1) と、粒径が数 μm 程度になるまで微粉砕する微粉砕工程 (ステップS12-2) とがある。

【 0 0 4 3 】

(粗粉砕工程：ステップS12-1)

主相系合金及び粒界相系合金を各々粒径が数百 μm 程度になるまで粗粉砕する (ステップS12-1)。これにより、主相系合金及び粒界相系合金の粗粉砕粉末を得る。粗粉砕は、主相系合金及び粒界相系合金に水素を吸蔵させた後に水素を放出させ、脱水素を行なうことで主相系合金及び粒界相系合金を粗粉砕する。また、粗粉砕を行なう際は、スタンプミル、ジョークラッシャー、ブラウンミル等を用い、不活性ガス雰囲気中にて行うようにしてもよい。

【 0 0 4 4 】

高い磁気特性を得るために、粉碎工程（ステップ S 1 2 ）から焼結工程（ステップ S 1 5 ）までの各工程の雰囲気は低酸素濃度とすることが好ましい。酸素含有量は、各製造工程における雰囲気の制御、原料に含有される酸素量の制御等により調節される。各工程での酸素濃度は 3 0 0 0 p p m 以下とすることが好ましい。

【 0 0 4 5 】

（微粉碎工程：ステップ S 1 2 - 2 ）

【 0 0 4 6 】

次いで、粗粉碎工程（ステップ S 1 2 - 1 ）で主相系合金及び粒界相系合金を粗粉碎した後、主相系合金及び粒界相系合金の粗粉碎粉末を粒径が数 μm 程度になるまで微粉碎する（ステップ S 1 2 - 2 ）。これにより、主相系合金及び粒界相系合金の粉碎粉末を得る。微粉碎は、主にジェットミルが用いられ、主相系合金及び粒界相系合金の粗粉碎粉末を平均粒径数 μm 程度になるまで粉碎する。ジェットミルは、高圧の不活性ガス（例えば、 N_2 ガス）を狭いノズルより開放して高速のガス流を発生させ、この高速のガス流により主相系合金及び粒界相系合金の粗粉碎粉末を加速して主相系合金及び粒界相系合金の粗粉碎粉末同士の衝突やターゲット又は容器壁との衝突を発生させて粉碎する方法である。

【 0 0 4 7 】

主相系合金及び粒界相系合金の粗粉碎粉末を微粉碎する際、ステアリン酸亜鉛、オレイン酸アミド等の粉碎助剤を添加することにより、成形時に配向性の高い微粉碎粉末を得ることができる。

【 0 0 4 8 】

< 混合工程：ステップ S 1 3 >

次いで、微粉碎工程（ステップ S 1 2 - 2 ）で主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末を得た後、主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末を低酸素雰囲気中で混合する（ステップ S 1 3 ）。これにより、混合粉末が得られる。低酸素雰囲気は、例えば、 N_2 ガス、 Ar ガス雰囲気など不活性ガス雰囲気として形成する。主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末の配合比率は、質量比で 8 0 対 2 0 以上 9 7 対 3 以下とするのが好ましく、より好ましくは質量比で 9 0 対 1 0 以上 9 7 対 3 以下である。

【 0 0 4 9 】

粉碎工程（ステップ S 1 2 ）において、主相系合金及び粒界相系合金を一緒に粉碎する場合の配合比率も、主相系合金及び粒界相系合金を別々に粉碎する場合と同様に、主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末の配合比率は、質量比で 8 0 対 2 0 以上 9 7 対 3 以下とするのが好ましく、より好ましくは質量比で 9 0 対 1 0 以上 9 7 対 3 以下である。

【 0 0 5 0 】

< 成形工程：ステップ S 1 4 >

次いで、混合工程（ステップ S 1 3 ）で主相系合金粉末と粒界相系合金粉末とを混合して得られる混合粉末を成形する（ステップ S 1 4 ）。混合粉末を、電磁石に抱かれた金型内に充填し、磁場印加によってその結晶軸を配向させた状態で磁場中成形する。これにより成形体を得られる。得られる成形体は特定方向に配向するので、より磁性の強い異方性を有する希土類焼結磁石 1 0 が得られる。この磁場中成形は、1 . 2 T e s l a 以上の磁場中で、0 . 7 t / c m² から 1 . 5 t / c m² (7 0 M P a から 1 5 0 M P a) 前後の圧力で行なうことが好ましい。印加する磁場は静磁場に限定されず、パルス状磁場とすることもできる。また、静磁場とパルス状磁場を併用することもできる。

【 0 0 5 1 】

成形体は例えばプレス成形などにより目的とする所定形状に成形する。希土類合金粉末を成形して得られる成形体の形状は特に限定されるものではなく、用いる金型の形状に応じて、例えば平板状、柱状、断面形状がリング状等、希土類焼結磁石の形状に応じて変更することができる。

【 0 0 5 2 】

主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末の混合粉末を目的とする所定の形状に成形する際

10

20

30

40

50

、磁場を印加して成形して得られる成形体を一定方向に配向させるようにしてもよい。これにより、希土類焼結磁石が特定方向に配向するので、より磁性の強い異方性希土類焼結磁石が得られる。

【 0 0 5 3 】

< 焼結工程：ステップ S 1 5 >

次いで、成形工程（ステップ S 1 4）で混合粉末を磁場中で成形した後、得られた成形体を真空又は不活性ガス雰囲気中で焼結する（ステップ S 1 5）。焼結温度は、組成、粉碎方法、粒度と粒度分布の違い等、諸条件により調整する必要があるが、例えば 900 以上 1200 以下で 1 時間以上 10 時間以下焼結する。これにより、焼結体を得られる。

10

【 0 0 5 4 】

< 時効処理工程：ステップ S 1 6 >

次いで、焼結工程（ステップ S 1 5）で成形体を焼結して得られた焼結体に時効処理が施される（ステップ S 1 6）。時効処理工程（ステップ S 1 6）は、焼成後、得られた焼結体を焼成時よりも低い温度で保持することで、焼結体の組織を調整することにより最終製品である希土類焼結磁石の磁気特性を調整する工程である。時効処理は、例えば、700 から 900 の温度で 1 時間から 3 時間、更に 500 から 700 の温度で 1 時間から 3 時間加熱する 2 段階加熱や、600 付近の温度で 1 時間から 3 時間加熱する 1 段階加熱等、時効処理を施す回数に応じて適宜処理条件を調整する。

【 0 0 5 5 】

< 冷却工程：ステップ S 1 7 >

次いで、時効処理工程（ステップ S 1 6）で焼結体に時効処理を施した後、焼結体は Ar ガスで加圧した状態で急冷を行う（ステップ S 1 7）。これにより、本実施形態に係る希土類焼結磁石を得ることができる。冷却速度は、特に限定されるものではなく、30 / min 以上とするのが好ましい。

20

【 0 0 5 6 】

< 研磨工程：ステップ S 1 8 >

次いで、冷却工程（ステップ S 1 7）で得られた本実施形態に係る希土類焼結磁石はボールミルを用いて 2 時間程度バレル研磨を行い、角取りを行なう（ステップ S 1 8）。また、得られた希土類焼結磁石は、所望のサイズに切断したり、表面を平滑化することで、所定形状の希土類焼結磁石としてもよい。

30

【 0 0 5 7 】

< めっき工程：ステップ S 1 9 >

次いで、研磨工程（ステップ S 1 8）で希土類焼結磁石を研磨した後、硝酸を用いて所定時間、実施形態に係る希土類焼結磁石の表面をエッチングする。その後、Ni めっきを行い、実施形態に係る希土類焼結磁石の表面に Ni めっき膜を形成する（ステップ S 1 9）。

【 0 0 5 8 】

以上のようにして、得られる本実施形態に係る希土類焼結磁石は、粒界 3 重点において、R が 60 at % 以上 90 at % 未満であり、Co 及び Cu を含む R75 相を含み、R75 相に含まれる R と Co と Cu とを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が所定の範囲内であると共に、断面内の粒界 3 重点の断面積において Co に富む領域と Cu に富む領域との両方が一致している面積を 60 % 以上としている。これにより、粒界 3 重点に含まれる R リッチ相を減少させることができる。このため、本実施形態に係る希土類焼結磁石は、耐食性を向上させることができる。また、めっき液により粒界相成分が腐食して水素を吸蔵するのを抑制することができると考えられるため、めっきを開始した初期に生じるフラックスの低下を抑制することができる。このため、本実施形態に係る希土類焼結磁石の表面に Ni めっき膜を形成する際でも、得られた希土類焼結磁石のフラックスロスが抑制できる。この結果、Ni めっき膜によるめっき皮膜厚ロスを低減でき、高い磁気特性を有する希土類焼結磁石を製造することができる。

40

50

【 0 0 5 9 】

希土類焼結磁石に含有されるCの量は、製造工程で用いられる粉砕助剤の種類及び添加量等により調節する。さらに、希土類焼結磁石に含有されるNの量は、原料合金の種類及び量や、原料合金を窒素雰囲気中で粉砕する場合の粉砕条件等により調節する。

【 0 0 6 0 】

主相系合金及び粒界相系合金の粉砕は、主相系合金及び粒界相系合金に水素を吸蔵させた後、水素を放出させて粗粉砕するようにしているが、本実施形態はこれに限定されるものではない。例えば、いわゆる水素化分解・脱水素再結合（HDDR：Hydrogenation Decomposition Desorption Recombination）法を用いて主相系合金及び粒界相系合金を粉砕して主相系合金粉末と粒界相系合金粉末を得るようにしてもよい。HDDR法は、水素中で原料（出発合金）を加熱することにより、原料を水素化・分解（HD：Hydrogenation Decomposition）し、その後、脱水素・再結合（DR：Desorption Recombination）させることにより、結晶を微細化させる方法である。

10

【 0 0 6 1 】

以上、本実施形態に係る希土類焼結磁石の好適な実施形態について説明したが、本実施形態に係る希土類焼結磁石はこれに制限されるものではない。本実施形態に係る希土類焼結磁石は、その要旨を逸脱しない範囲で様々な変形、種々の組み合わせが可能であり、永久磁石以外についても同様に適用することができる。

【実施例】

【 0 0 6 2 】

20

本発明の内容を実施例及び比較例を用いて以下に詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【 0 0 6 3 】

< 1 . 希土類焼結磁石の作製 >

[実施例 1]

所定の組成を有する主相系合金1及び粒界相系合金1を作製し、所定の磁石組成を有するNd - Fe - B系焼結磁石を作製した。主相系合金1及び粒界相系合金1の組成とNd - Fe - B系焼結磁石の磁石組成を表1に示す。

【 0 0 6 4 】

ストリップキャスト法により表1に示す組成を有する主相系合金1及び粒界相系合金1を作製した。主相系合金1及び粒界相系合金1からなる混合物に室温で水素吸蔵処理を施した後に、Ar雰囲気中で600℃で1時間、脱水素処理を行って主相系合金1及び粒界相系合金1を粗粉砕した。粗粉砕した主相系合金1及び粒界相系合金1に、粉砕助剤としてオレイン酸アミドを0.1wt%添加し、ジェットミルにて微粉砕を行って平均粒径が4.0μm程度の微粉を得た。得られた主相系合金粉末及び粒界相系合金粉末を、質量比が95対5となるように低酸素雰囲気中で混合し、混合粉末を得た。得られた混合粉末を、印加磁場が1.5T、成形圧力が1.2ton/cm²として磁場中で成形し、成形体を得た。得られた成形体は、真空中において1040℃で4時間保持し、焼結した。その後、Ar雰囲気中で時効処理を行って熱処理を行い焼結体を得た。時効処理は2段階で行った。800℃で1時間保持した後、550℃で1時間保持して行った。Ar雰囲気中で焼結後の時効処理の1段階目までの降温過程（1040℃から800℃）における冷却速度は50℃/minとした。時効処理の1段階目から2段階目の時効処理まで降温過程（800℃から550℃）の冷却速度を50℃/minとした。時効処理して得られた希土類焼結磁石にボールミルを用いて2時間バレル研磨を行い角取りを行った。その後、硝酸にて所望の時間エッチングを行った後、Niめっきを行った。

30

40

【 0 0 6 5 】

【表 1】

(表1)

		組成(質量%)								質量比
		Nd	Dy	(T.RE)	Co	Al	Cu	B	Fe	
実施例 1	主相系合金1	30.60	0.00	0.00	0.00	0.18	0.00	1.06	bal.	95
	粒界相系合金1	0.00	39.60	39.60	30.00	0.18	3.00	0.00	bal.	5
	磁石組成	29.05	1.98	31.03	1.50	0.18	0.15	1.01	bal.	

10

【 0 0 6 6 】

[実施例 2、3、比較例 1]

実施例 2、3、比較例 1 は、実施例 1 に用いた主相系合金 1 と同様の組成の主相系合金 2 から 4 を用い、実施例 1 に用いた粒界相系合金 1 の組成を変えた粒界相系合金 2 から 4 を用いたこと以外は、実施例 1 と同様に行なって、希土類焼結体を得た。主相系合金 2 及び粒界相系合金 2 の組成とその質量比と得られた Nd - Fe - B 系焼結磁石の磁石組成とを表 2 に示し、主相系合金 3 及び粒界相系合金 3 の組成とその質量比と得られた Nd - Fe - B 系焼結磁石の磁石組成とを表 3 に示し、主相系合金 4 及び粒界相系合金 4 の組成とその質量比と得られた Nd - Fe - B 系焼結磁石の磁石組成とを表 4 に示す。

20

【 0 0 6 7 】

【表 2】

(表2)

		組成(質量%)								質量比
		Nd	Dy	(T.RE)	Co	Al	Cu	B	Fe	
実施例 2	主相系合金2	30.60	0.00	0.00	0.00	0.18	0.00	1.06	bal.	95
	粒界相系合金2	0.00	39.60	39.60	50.00	0.18	10.00	0.00	bal.	5
	磁石組成	29.05	1.98	31.03	2.50	0.18	0.50	1.01	bal.	

30

【 0 0 6 8 】

【表 3】

(表3)

		組成(質量%)								質量比
		Nd	Dy	(T.RE)	Co	Al	Cu	B	Fe	
実施例 3	主相系合金3	30.60	0.00	0.00	0.00	0.18	0.00	1.06	bal.	95
	粒界相系合金3	0.00	39.60	39.60	12.00	0.18	1.00	0.00	bal.	5
	磁石組成	29.05	1.98	31.03	0.60	0.18	0.05	1.01	bal.	

40

【 0 0 6 9 】

【表 4】

(表4)

		組成(質量%)								質量比
		Nd	Dy	(T.RE)	Co	Al	Cu	B	Fe	
比較例 1	主相系 合金4	30.60	0.00	0.00	0.00	0.18	0.00	1.06	bal.	95
	粒界相系 合金4	0.00	39.60	39.60	10.20	0.18	1.20	0.00	bal.	5
	磁石 組成	29.05	1.98	31.03	0.51	0.18	0.06	1.01	bal.	

10

【 0 0 7 0 】

< 2 . 評価 >

[元素マッピング]

(E P M A)

粒界3重点において、Cu及びCoの高濃度領域の存在位置を確認するため、実施例1から3の希土類焼結磁石及び比較例1の希土類焼結磁石の組織をEPM A (Electron Probe Micro Analyzer) により観察し、EPM Aによる元素マッピングを行なった。図5は、実施例1の希土類焼結磁石の組成像である。図6は、実施例1の希土類焼結磁石のCuのEPM Aによる観察結果である。図7は、実施例1の希土類焼結磁石のCoのEPM Aによる観察結果である。図8は、比較例1の希土類焼結磁石の組成像である。図9は、比較例1の希土類焼結体のCuのEPM Aによる観察結果である。図10は、比較例1の希土類焼結体のCoのEPM Aによる観察結果である。また、実施例2、3について同様に行い、EPM Aにより観察し、EPM Aによる元素マッピングを行なった。実施例1から3及び比較例1で、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とが一致する領域の面積割合を表5に示す。

20

【 0 0 7 1 】

【表 5】

(表5)

	面積割合(%)
実施例1	88
実施例2	93
実施例3	67
比較例1	54

30

【 0 0 7 2 】

図5、8において、白色の部分ほど当該元素の濃度が高いことを示しているが、一般に主相には濃度分布がほとんど存在しないことから、この白色の濃度の高い領域は粒界相に該当すると解される。図6、7に示すように、Ndに富む粒界3重点において、実施例1では、Coに富む領域とCuに富む領域とはほとんど一致し、表5に示すように、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とが一致するのは約88%程度であった。また、表5に示すように、実施例2では、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とが一致するのは約93%程度であり、実施例3では、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とが一致するのは約67%程度であった。一方、図9、10に示すように、Ndに富む粒界3重点において、比較例1では、表5に示すように、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とは、部分的に単独で存在している領域があり、Cuの高濃度領域とCoの高濃度領域とが一致するのは約54%程度であった。

40

【 0 0 7 3 】

50

(STEM - EDS)

粒界3重点において、Nd、Co及びCuの高濃度領域の存在位置を確認するため、STEM - EDS (Scanning Transmission Electron Microscope - Energy Dispersive X ray Spectrometer) により、観察した。実施例1から3の希土類焼結磁石及び比較例1の希土類焼結磁石の組織をSTEM - EDSにより観察し、STEM - EDSによる元素マッピングを行なった結果を図11から図16に示す。図11は、実施例1の希土類焼結磁石のNdのSTEM - EDSによる観察結果である。図12は、実施例1の希土類焼結磁石のCoのSTEM - EDSによる観察結果である。図13は、実施例1の希土類焼結磁石のCuのSTEM - EDSによる観察結果である。図14は、比較例1の希土類焼結磁石のNdのSTEM - EDSによる観察結果である。図15は、比較例1の希土類焼結磁石のCoのSTEM - EDSによる観察結果である。図16は、比較例1の希土類焼結磁石のCuのSTEM - EDSによる観察結果である。また、実施例1から3及び比較例1で、RをNdとして、RとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ を表6に示す。

【0074】

【表6】

(表6)

	$(Co+Cu)/R$
実施例1	0.21~0.35
実施例2	0.28~0.45
実施例3	0.07~0.09
比較例1	0.034

【0075】

STEM - EDSによる元素マッピングでは、図11から図13に示すように、実施例1の希土類焼結磁石の方が比較例1の希土類焼結磁石より粒界3重点においてNd、Co及びCuが多く偏析している組織が見られた。このとき、粒界3重点の組成の点分析から、実施例1と比較例1の両方の希土類焼結磁石からNdを90at%以上含む相(Rリッチ相)と、Ndが35at%以上55at%以下であって、Feを45at%程度、Co及びCuを各々2at%程度含む相(R45相)とが確認された。また、実施例1では、Ndが60at%以上90at%未満であって、Feを2at%程度、Coを9at%から19at%、Cuを7at%程度含む相(R75相)が確認された。比較例1では、Ndが60at%以上90at%未満であって、Feを22at%程度、Alを1.5at%程度、Coを1at%程度、Cuを1.5at%程度含む相(R75相)が確認された。また、実施例1の希土類焼結磁石のR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は、表6に示すように、0.21から0.35の範囲内であった。

【0076】

実施例1の希土類焼結磁石のEPMAの観察結果とSTEM - EDSによる観察結果を併せて実施例1の希土類焼結磁石の粒界3重点の状態を模式的に示すと、図1のように示すことができる。図1に示すように、実施例1の希土類焼結磁石の粒界3重点では、Ndを60at%以上90at%未満含むR75相が多く存在し、このときのR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は、0.05以上0.5未満であるといえる。

【0077】

実施例2、3の希土類焼結磁石の粒界3重点においてもR75相が確認された。また、実施例2の希土類焼結磁石の粒界3重点においてR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は0.28から0.45の範囲内であった。実施例3の希土類焼結磁石の粒界3重点においてR75相に含まれるRとC

oとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は0.07から0.09の範囲内であった。よって、実施例2、3の希土類焼結磁石の粒界3重点においても、R75相が多く存在し、このときのNd75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は、0.05以上0.5未満であるといえる。

【0078】

一方、比較例1の希土類焼結磁石のEPMAの観察結果とSTEM-EDSによる観察結果を併せて粒界3重点の状態を模式的に示すと、図2のように示すことができる。図2に示すように、比較例1の希土類焼結磁石の粒界3重点においてもR75相が含まれていたが、比較例1の希土類焼結磁石のR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ は、0.034程度であった。

10

【0079】

よって、比較例1の希土類焼結磁石は、実施例1から3の希土類焼結磁石に比べて粒界3重点のR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ が小さかった。従って、比較例1の希土類焼結磁石は、実施例1から3の希土類焼結磁石に比べて粒界3重点のR75相に含まれるCoとCuとの量が少量であることが判明した。

【0080】

[耐食性の評価]

Niめっきを施さずエッチングのみを行った希土類焼結磁石を試料とした。この試料をプレッシャークーラー試験(Unsaturated Press. Test; PCT)試験機を用いて120、2atm、100%RHの条件下で腐食させ、希土類焼結磁石の表面の腐食物を除去し、希土類焼結磁石の単位面積当たりの質量減少率を求めた。図17は、PCT試験機を用いて行なった耐食性の測定結果を示す図である。図17に示すように、比較例1に比べ実施例1から3の質量変化は小さかった。よって、粒界3重点のCo及びCuの含有量を増量し、Rリッチ相を減少させることで、希土類焼結磁石の耐食性を向上させるのに寄与していることが確認された。

20

【0081】

[フラックスロスの評価]

Niめっきを施した希土類焼結磁石とエッチングのみ行った希土類焼結磁石にパルス着磁を行い、磁束測定器を用いてコイルの巻き数250としてオープンフラックス測定を行なった。エッチングのみを行なった希土類焼結磁石のフラックス値を基準として、Niめっきを施した希土類焼結磁石のフラックス値の低下の割合を測定した。なお、上記のように、Niめっきを施す前後におけるフラックスの値の差をフラックスロスという。図18は、フラックスの測定結果を示す図である。図18に示すように、希土類焼結磁石に対して両面で約4μm程度の膜厚のNiめっきを施した時の両面でのめっき皮膜厚ロスは、1.6%程度であった。このとき、希土類焼結磁石に対して両面で約20μm程度の膜厚のNiめっきを施した場合には、比較例1では、フラックスロスは約4.5%程度であった。これに対し、実施例1から3では、フラックスロスは約3%から4%程度までに抑えられていた。よって、本実施形態に係る希土類焼結磁石を用いれば、フラックスロスを抑制することができることが確認された。

30

40

【0082】

このように、実施例1から3による希土類焼結磁石及び比較例1による希土類焼結磁石は、組成及び基本的な製造方法が一致しているにも関わらず、耐食性及びフラックスロスに差異が見られた。実施例1から3による希土類焼結磁石は、比較例1による希土類焼結磁石に比べて耐食性を向上させることができると共に、めっきを開始した初期に生じるフラックスの低下を抑制することができた。これは、粒界3重点においてR75相を含み、このR75相に含まれるRとCoとCuとを原子百分率で換算して表される組成比 $(Co + Cu) / R$ を所定の範囲内として、粒界3重点におけるRリッチ相の割合を減少させ、Co及びCuを含めるようにし、断面内の粒界3重点の断面積においてCoに富む領域と

50

Cuに富む領域との両方が一致している面積が所定値以上であるか否かが、希土類焼結磁石の耐食性及びフラックスの低下の抑制に影響するものと解される。従って、本実施形態に係る希土類焼結磁石によれば、耐食性が向上すると共に、フラックスロスが抑制された希土類焼結磁石を製造することができることが判明した。

【産業上の利用可能性】

【0083】

以上のように、本発明に係る希土類焼結磁石は、耐食性が向上すると共に、フラックスロスが抑制されるので、HDDヘッド駆動用VCM、電気自動車やハイブリッドカーなどのモータ用の永久磁石として好適に用いることができる。

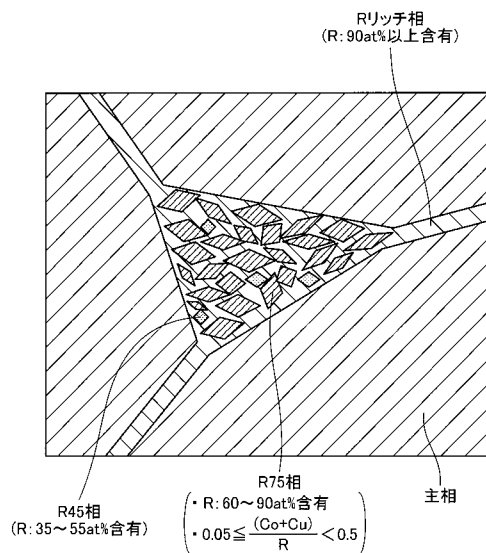
【符号の説明】

10

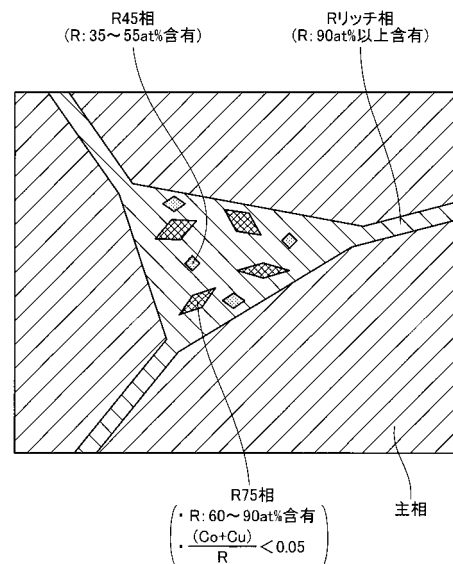
【0084】

- 10 希土類焼結磁石
- 11 Niめっき膜
- A 希土類焼結磁石の厚さ
- B Niめっき膜の厚さ
- C 実際の製品の厚さ
- X 膜厚

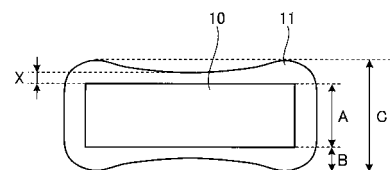
【図1】



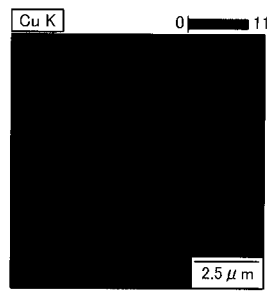
【図2】



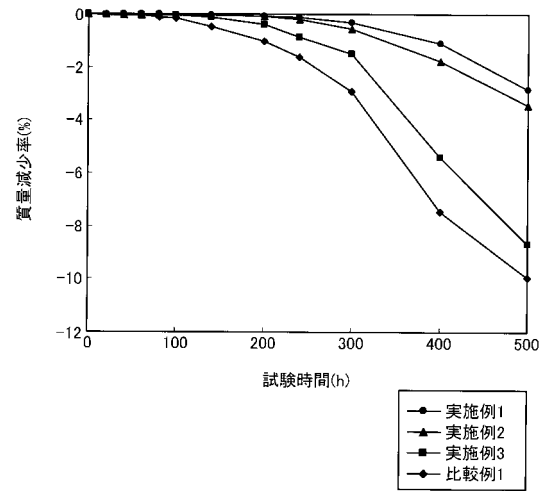
【図3】



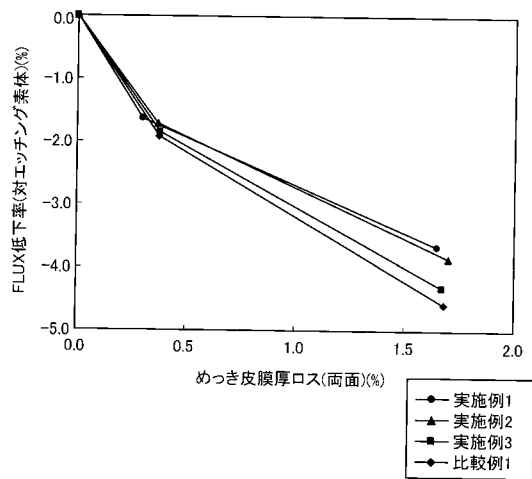
【図 16】



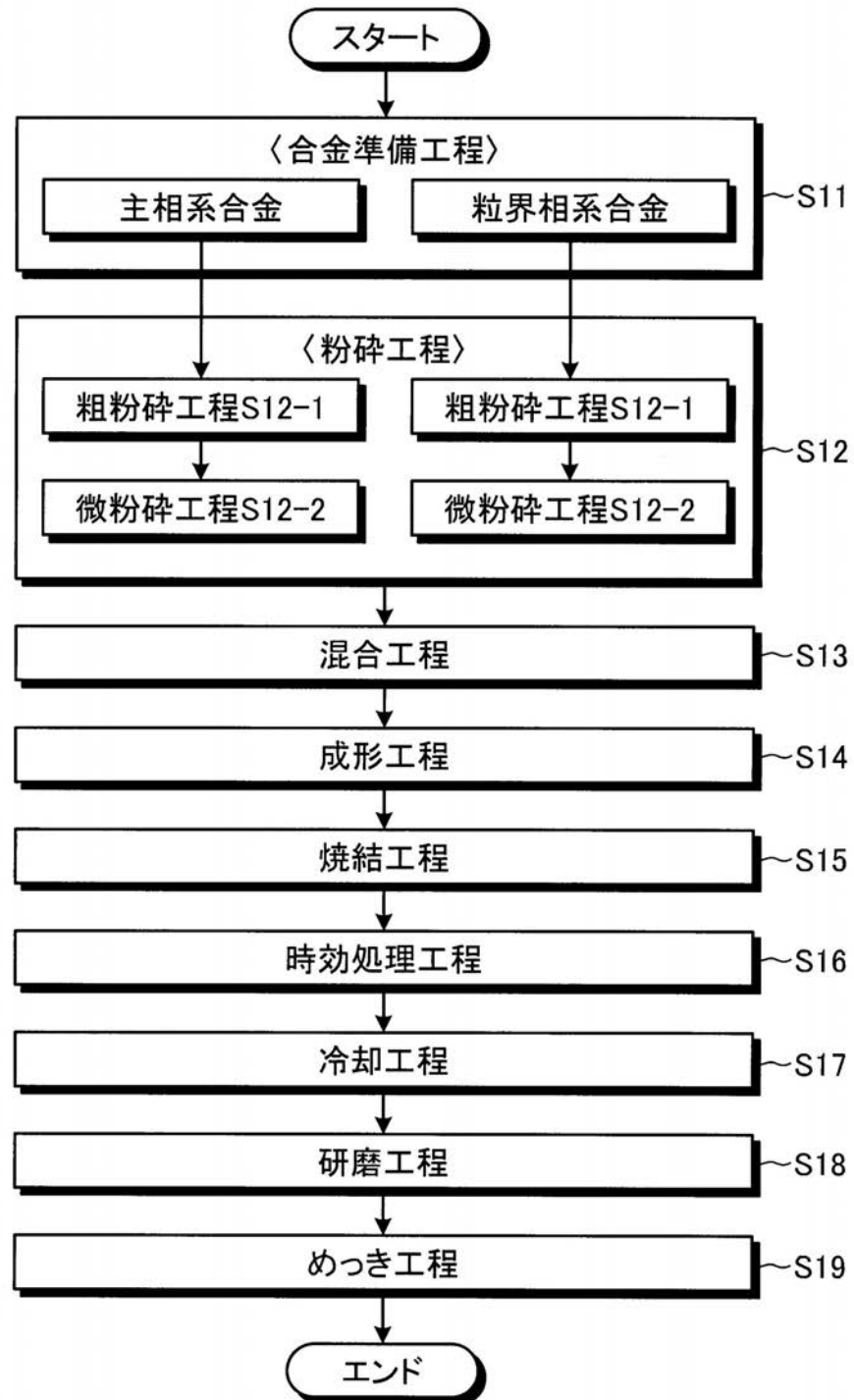
【図 17】



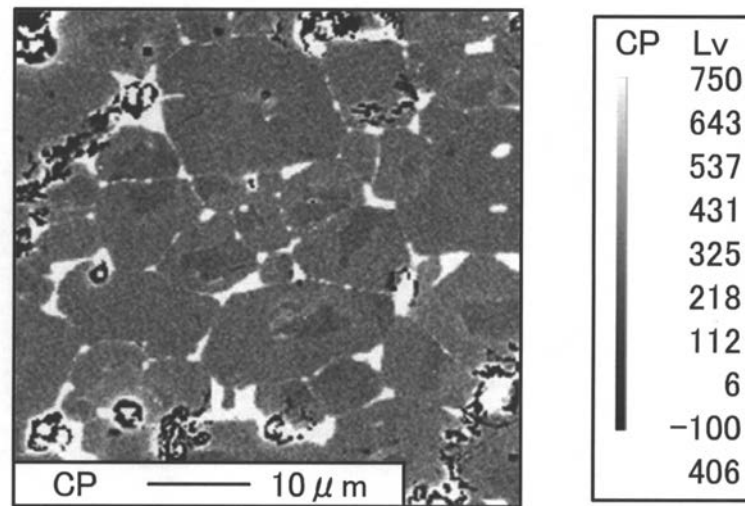
【図 18】



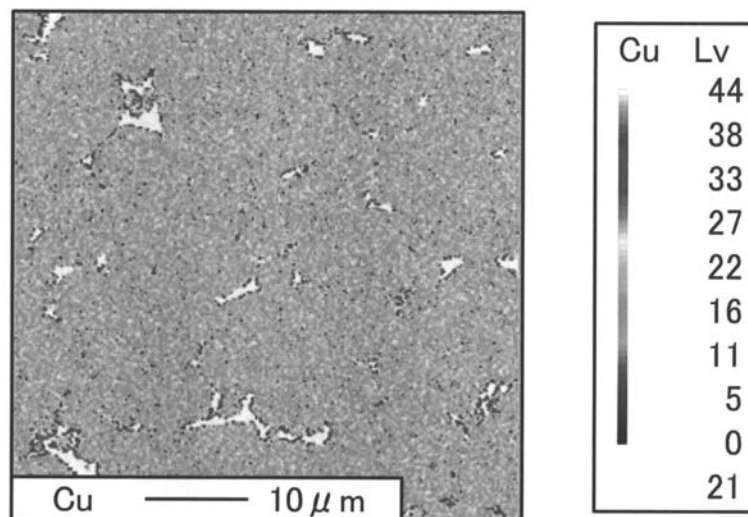
【図4】



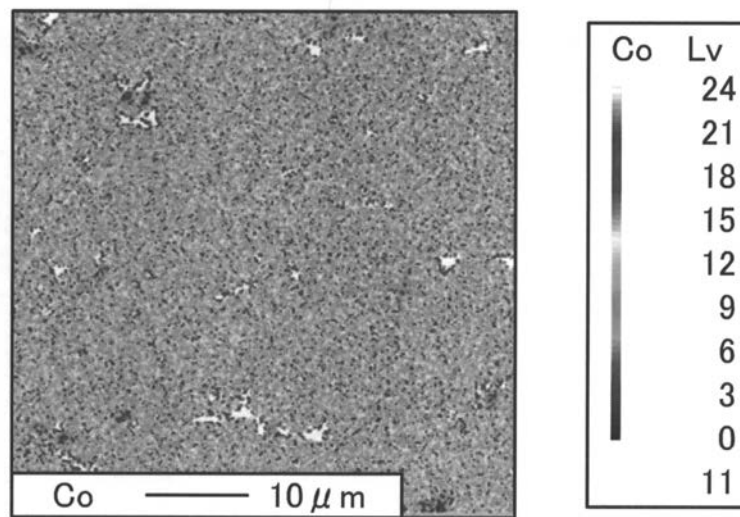
【図 5】



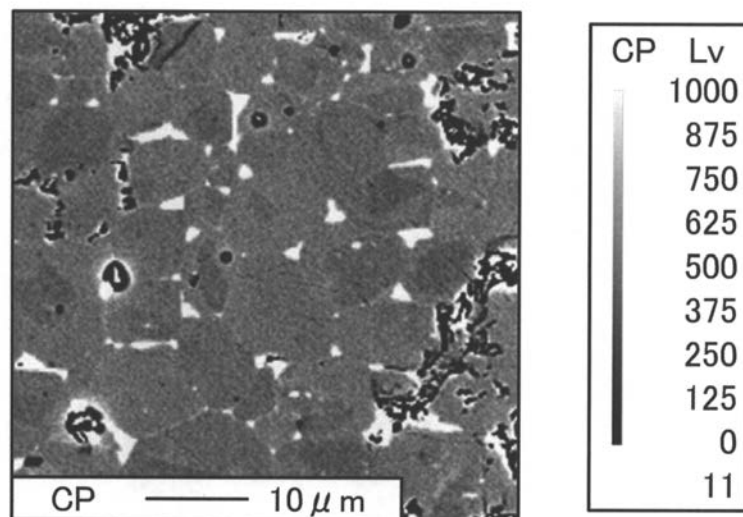
【図 6】



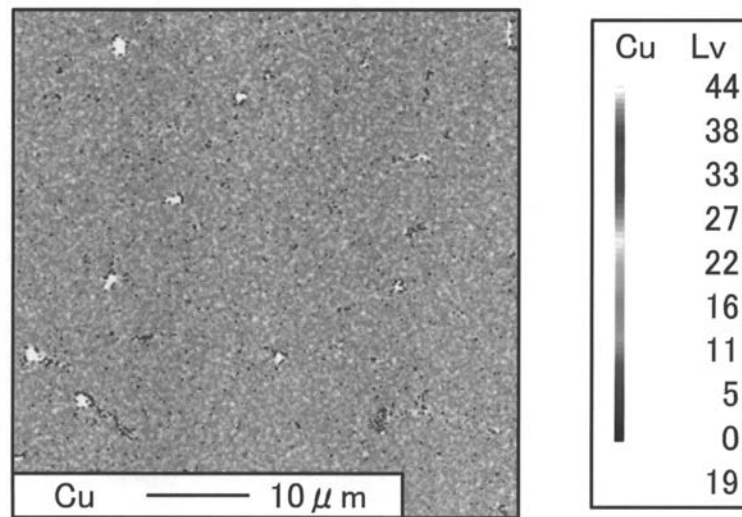
【図 7】



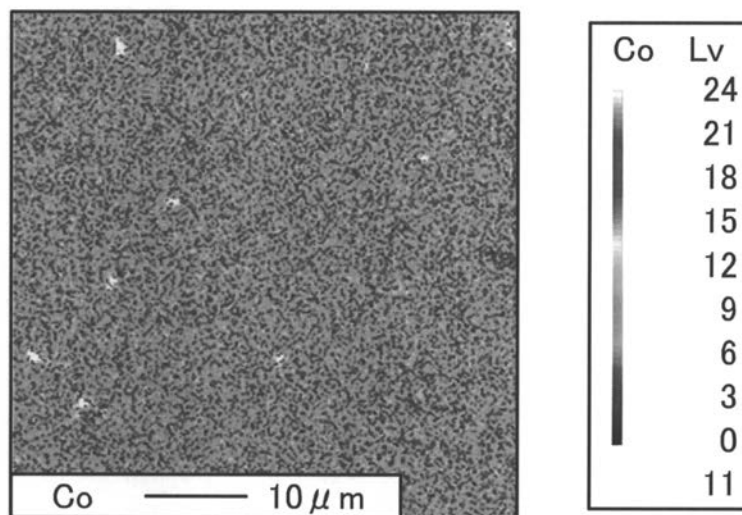
【図 8】



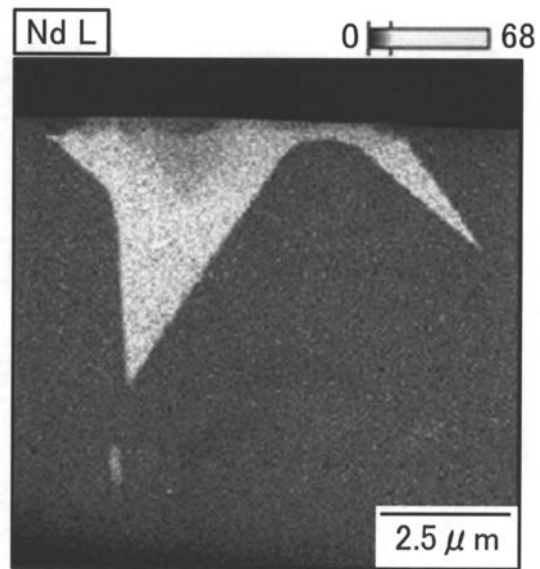
【図 9】



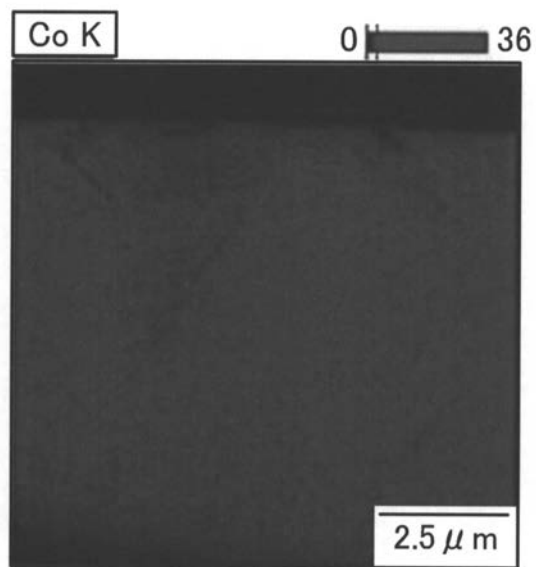
【図 10】



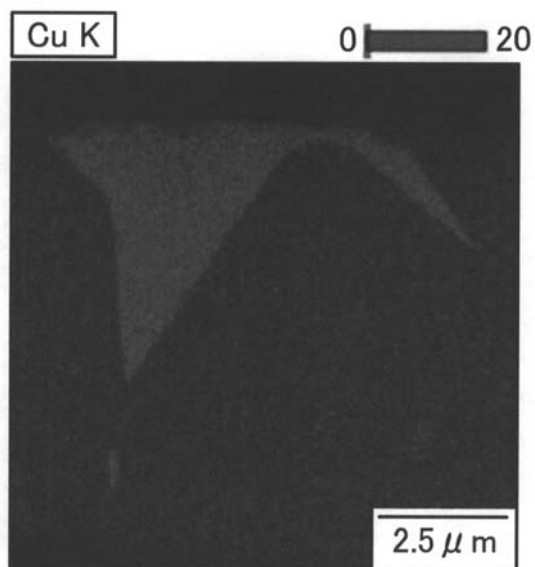
【図 11】



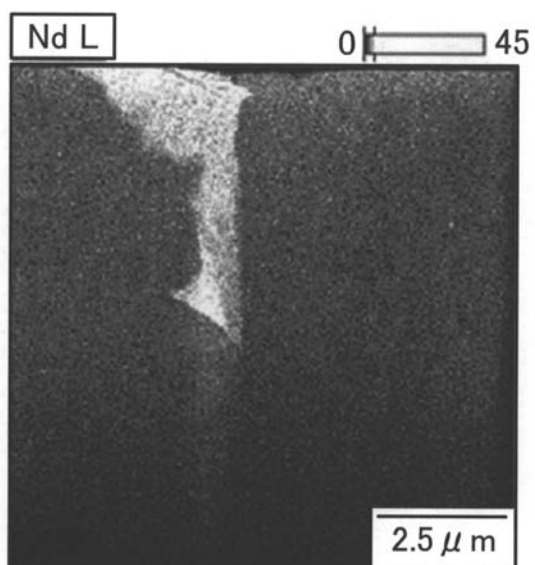
【図 12】



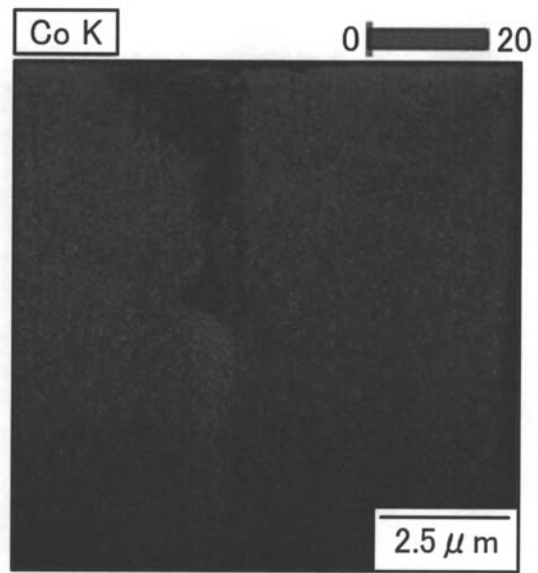
【図 13】



【図 14】



【図 15】



 フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
C 2 1 D	6/00	(2006.01)	B 2 2 F	9/04	D
C 2 2 C	33/02	(2006.01)	B 2 2 F	9/04	E
			C 2 1 D	6/00	B
			C 2 2 C	33/02	H

(56)参考文献 特開 2 0 0 6 - 2 1 0 4 5 0 (J P , A)
 特開平 0 7 - 2 8 3 0 1 6 (J P , A)
 特開 2 0 0 3 - 0 3 1 4 0 9 (J P , A)
 国際公開第 2 0 0 4 / 0 2 9 9 9 5 (W O , A 1)
 国際公開第 2 0 0 4 / 0 2 9 9 9 7 (W O , A 1)
 国際公開第 2 0 0 4 / 0 2 9 9 9 8 (W O , A 1)
 特開 2 0 1 1 - 2 1 0 8 2 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H 0 1 F 1 / 0 8
 H 0 1 F 1 / 0 5 7
 H 0 1 F 4 1 / 0 2
 B 2 2 F 9 / 0 4
 C 2 1 D 6 / 0 0
 C 2 2 C 3 3 / 0 2
 C 2 2 C 3 8 / 0 0