(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3935512号
(P3935512)
(45)発行日　平成19年6月27日(2007.6.27)　(24)登録日　平成19年3月30日(2007.3.30)

(51)Int.Cl.　F I
H01F 1/08 (2006.01)　H01F 1/08 A

請求項の数 2　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平5-281967
(22)出願日　平成5年10月14日(1993.10.14)
(65)公開番号　特開平7-115010
(43)公開日　平成7年5月2日(1995.5.2)
審査請求日　平成12年10月5日(2000.10.5)
審判番号　不服2004-2289(P2004-2289/J1)
審判請求日　平成16年2月5日(2004.2.5)

(73)特許権者　000183417
株式会社ＮＥＯＭＡＸ
大阪府大阪市中央区北浜４丁目７番１９号
(74)代理人　100075535
弁理士　池条　重信
(72)発明者　広沢　哲
大阪府三島郡島本町江川２丁目１５－１７
住友特殊金属株式会社　山崎製作所内
(72)発明者　細川　誠一
大阪府三島郡島本町江川２丁目１５－１７
住友特殊金属株式会社　山崎製作所内
(72)発明者　池上　尚
大阪府三島郡島本町江川２丁目１５－１７
住友特殊金属株式会社　山崎製作所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】異方性ボンド磁石の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

R(但し、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種でかつPrまたはNdの1種または2種をRのうち90%以上含有)9.0at%～15at%、B5.5at%～8.0at%、M_1(但し、M_1はCo,Ni,Crの1種または2種以上)2at%～20at%、M_2(但し、M_2はAl,Ga,Zr,Ti,V,Nb,Mo,In,Sn,Hf,Ta,Wのうち1種または2種以上)0.01at%～2.0at%、残部Fe及び不可避的不純物からなる合金溶湯をストリップキャスティング法にて、主相の$R_2Fe_{14}B$結晶の短軸方向寸法が0.1μm～50μmの微細結晶である、板厚0.03mm～10mmの鋳片に鋳造後、該鋳片あるいは該鋳片を粗粉砕した粉末を真空中または不活性ガス雰囲気中で1000℃～1200℃に30分～48時間の熱処理をして、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μm以上に粒成長させた後、前記鋳片又は粉末あるいは鋳片及び粉末を10kPa～1000kPaのH_2ガス中で750～900℃に15分～8時間加熱保持する水素処理を施し、更にH_2分圧10kPa以下にて700～900℃に5分～8時間保持する脱水素処理を行ない、次いで冷却後に粉砕を行い、平均結晶粒径が0.05～0.5μmである磁気的に異方性を有する平均粒度20～400μmの合金粉末を得た後、配向した該磁石合金粉末を樹脂にて結合したことを特徴とする異方性ボンド磁石の製造方法。

【請求項２】

R(但し、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種でかつPrまたはNdの1種または2種をRのうち90%以上含有)9.0at%～15at%、B5.5at%～8.0at%、M_1(但し、M_1はCo,Ni,Crの1種または2種以上)2at%～20at%、M_2(但し、M_2はAl,Ga,Zr,Ti,V,Nb,Mo,In,Sn,Hf,Ta,Wのうち1種または2種以上)0.01at%～2.0at%、残部Fe及び不可避的不純物からなる合金溶湯をスト

リップキャスティング法にて、主相の$R_2Fe_{14}B$結晶の短軸方向寸法が0.1μm～50μmの微細結晶である、板厚0.03mm～10mmの鋳片に鋳造後、該鋳片あるいは該鋳片を粗粉砕した粉末を真空中または不活性ガス雰囲気中で1000℃～1200℃に30分～48時間の熱処理をして、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μm以上に粒成長させた後、冷却された鋳片又は粉末あるいは鋳片及び粉末を、真空中または不活性ガス中で温度750℃以上の温度域まで昇温後、10kPa～1000kPaのH_2ガス中で750～900℃に15分～8時間加熱保持する水素処理を施し、更にH_2分圧10kPa以下にて700～900℃に5分～8時間保持する脱水素処理を行ない、次いで冷却後に粉砕を行い、平均結晶粒径が0.05～0.5μmである磁気的に異方性を有する平均粒度20～400μmの合金粉末を得た後、配向した該磁石合金粉末を樹脂にて結合したことを特徴とする異方性ボンド磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【産業上の利用分野】

この発明は、Ｒ（Ｒは希土類元素の少なくとも１種）、Ｆｅ、Ｂ、M_1（ＭはＣｏ，Ｎｉ，Ｃｒの１種または２種以上）、M_2（M_2はＡｌ，Ｇａ，Ｚｒ，Ｔｉ，Ｖ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗのうち少なくとも１種）を主成分とする異方性ボンド磁石の製造方法、特に、ストリップキャスティング法による異方性ボンド磁石用合金粉末を用いた製造方法に係り、Ｆｅ，Ｂ，Ｒ，M_1，M_2を主成分とする合金溶湯よりストリップキャスティング法にて特定板厚の微細均質組織を有する鋳片を得た後、真空中あるいはＡｒガス中にて特定温度で熱処理することにより、結晶方位が一方向に揃った領域を有する結晶粒を粒成長させ、これに特定条件の水素処理、脱水素処理して、所定の結晶粒度を有する磁石合金粉末を得てこれより異方性ボンド磁石を製造する方法に関する。

【０００２】

【従来の技術】

従来、異方性ボンド磁石用原料粉末としては、鋳造法にて磁石組成の鋳塊を得た後、微細な金属組織を生成して保磁力を発現させるため、特定のパターンの熱処理をした後、粉砕して、磁石用粉末として樹脂と混合後、磁場中にて成形、固化して異方性ボンド磁石の製造方法が提案されている。

【０００３】

しかしながら、磁化を高めるために組成を主相となる化合物に近づけると、前記鋳造法によって得られた原料粉末中の結晶方位が一方向に揃った領域での最も短い方向に測定した直径は磁石粉末としての粉末直径よりも小さくなるため、磁石粉末中に方位の異なった多数の結晶が含まれる可能性が大きくなり、十分な配向度が得られず、かえって磁石粉末の磁気的特性（Ｂｒ，（ＢＨ）ｍａｘ）が低下する問題があった。

【０００４】

また、従来の鋳塊粉砕法によるＦｅ－Ｂ－Ｒ系合金粉末の欠点であるα－Ｆｅの残留及び偏析を防止するため、磁石組成の溶湯をストリップキャスティング法により特定厚に急冷凝固した鋳片を粉砕後、前記粉砕粉を磁場中で成形、焼結するＦｅ－Ｂ－Ｒ系焼結磁石の製造方法が提案（特開昭６３－３１７６４３号公報）されている。

【０００５】

【発明が解決しようとする課題】

ストリップキャスティング法により得られた原料粉末は、従来の鋳塊粉砕法により得られた原料粉末に比べ、結晶粒は微細化し、焼結磁石の磁気特性の改善向上には有効であるが、微粉末中の結晶の磁気的方向性がアトランダムであるため、異方性ボンド磁石用原料粉末としては不適であり、異方性ボンド磁石を得ることができなかった。

【０００６】

一方、従来の超急冷法により得られた粉末は熱処理して結晶化し、結晶粒の成長を起こさせることが可能であり、また、超急冷粉末よりボンド磁石を製造する方法としては、前記超急冷粉末をホットプレスしさらに温間塑性変形させる方法や、金属容器に封入した状態にて温間圧延後に粉砕して、異方性ボンド磁石用原料粉末を得て、異方性ボンド磁石を製

造することが提案されているが、いずれの方法も製造効率が低く、実用的でない問題があった。

【０００７】

この発明は、製造性よくＦｅ－Ｂ－Ｒ系異方性ボンド磁石を製造するため、製造効率のすぐれたストリップキャスティング法による鋳片より、磁気特性がすぐれた異方性ボンド磁石用原料粉末を得て、これよりＦｅ－Ｂ－Ｒ系異方性ボンド磁石を得る製造方法の提供を目的としている。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

発明者らは、従来、異方性ボンド磁石用原料粉末の製造が不可能視されたストリップキャスティング法にて得られた鋳片より、異方性ボンド磁石用原料粉末を得る方法について、種々検討した結果、ストリップキャスティング法により得られた特定組成の鋳片あるいは該鋳片を粗粉砕した粉末を特定の雰囲気、温度条件にて熱処理して、粉末中の結晶内の結晶方位が、一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向にて２０μｍ以上に粒成長させた後、鋳片あるいは粉砕粉を特定の雰囲気、温度条件で加熱して水素処理した後、特定H_2分圧の雰囲気、温度条件にて脱水素処理を行なうことにより、平均結晶粒径が０．０５～０．５μｍである磁気的に異方性を有する平均粒度２０～４００μｍの合金粉末が得られ、この磁石合金粉末を配向成形して樹脂にて結合すると高性能Ｆｅ－Ｂ－Ｒ系異方性ボンド磁石が製造性よく得られることを知見し、この発明を完成した。

【０００９】

すなわち、この発明は、

R(但し、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種でかつPrまたはNdの1種または2種をRのうち90%以上含有)9.0at%～15at%、

B5.5at%～8.0at%、

M_1(但し、M_1はCo,Ni,Crの1種または2種以上)2at%～20at%、

M_2(但し、M_2はAl,Ga,Zr,Ti,V,Nb,Mo,In,Sn,Hf,Ta,Wのうち1種または2種以上)0.01at%～2.0at%、

残部Fe及び不可避的不純物からなる合金溶湯をストリップキャスティング法にて、主相の$R_2Fe_{14}B$結晶の短軸方向寸法が0.1μｍ～50μｍの微細結晶である、板厚0.03mm～10mmの鋳片に鋳造後、

該鋳片あるいは該鋳片を粗粉砕した粉末を真空中または不活性ガス雰囲気中で1000℃～1200℃に30分～48時間の熱処理をして、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μｍ以上に粒成長させた後、

前記鋳片又は粉末あるいは鋳片及び粉末を10kPa～1000kPaのH_2ガス中で750～900℃に15分～8時間加熱保持する水素処理を施し、

更にH_2分圧10kPa以下にて700～900℃に5分～8時間保持する脱水素処理を行ない、次いで冷却後に粉砕を行い、

平均結晶粒径が0.05～0.5μｍである磁気的に異方性を有する平均粒度20～400μｍの合金粉末を得た後、配向した該磁石合金粉末を樹脂にて結合したことを特徴とする異方性ボンド磁石の製造方法である。

【００１０】

この発明において、上記の構成の合金溶湯をストリップキャスティング法にて上記構成の特定鋳片に鋳造し、これを熱処理して粒成長させた後、冷却された鋳片又は粉末あるいは鋳片及び粉末を、真空中または不活性ガス中で温度750℃以上の温度域まで昇温後、上記構成の水素処理、脱水素処理及び粉砕を経て上記構成の合金粉末を得た後、配向した該磁石合金粉末を樹脂にて結合したことを特徴とする異方性ボンド磁石の製造方法を併せて提案する。

【００１１】

この発明に使用する原料合金に用いるＲすなわち希土類元素は、Ｙ，Ｌａ，Ｃｅ，Ｐｒ，Ｎｄ，Ｓｍ，Ｇｄ，Ｔｂ，Ｄｙ，Ｈｏ，Ｅｒ，Ｔｍ，Ｌｕが包含され、このうち少なくと

も１種以上で、Ｐｒ，Ｎｄのうち少なくとも１種または２種をＲのうち９０％以上含有し、さらにＲのすべてがＰｒ，Ｎｄのうち１種または２種の場合がある。
Ｒの９０％以上をＰｒ，Ｎｄのうち少なくとも１種以上とするのは、９０％未満では十分な磁化が得られないためである。
Ｒは、９．０ａｔ％未満ではα－Ｆｅ相の析出により保磁力が低下し、また１５ａｔ％を超えると、目的とする正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物以外に、Ｒリッチの第２相が多く析出し、この第２相が多すぎると合金の磁化を低下させる。従って、Ｒの範囲は、９．０～１５．０ａｔ％とする。

【００１２】
Ｂについては、正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型結晶構造を安定して析出させるためには必須である。添加量は５．５ａｔ％以下ではR_2T_{17}相が析出して保磁力を低下させ、また減磁曲線の角型性が著しく損なわれる。また、８．０ａｔ％を超えて添加した場合は、磁化の小さい第２相が析出して粉末の磁化を低下させる。従って、Ｂは５．５～８．０ａｔ％とした。

【００１３】
M_1はＣｏ，Ｎｉ，Ｃｒの１種または２種以上であり、７００℃～９００℃の水素中熱処理において、平衡水素圧力を増加させるとともに、異方性発現の核となる$R_2Fe_{14}B$相が他の水素化物と共存できる温度・圧力範囲を広げる効果を有する。M_1が２ａｔ％未満では平衡水素圧力が低い上、異方性を付与できる条件範囲が狭くなりすぎ、M_1が２０ａｔ％を超えると平衡水素圧力が高くなりすぎて大気圧を越えるので水素化反応を十分速やかに進行させることが困難となる。その結果、いずれの場合にも保磁力、角型性などの磁気特性が低下するため、M_1は２～２０ａｔ％とする。

【００１４】
添加元素M_2の効果は、水素処理時に母相の分解反応を完全に終了させずに、母相すなわち$R_2T_{14}B$相を安定化して故意に残存させるのに有効な元素が望まれる。特に顕著な効果を持つものとして、Ａｌ，Ｔｉ，Ｖ，Ｇａ，Ｚｒ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗがある。
M_2が０．０１ａｔ％未満では添加効果が十分発揮できず、また２．０ａｔ％を超えると水素化反応の進行が抑制されすぎて、保磁力角型性が低下する問題があり、好ましくないため、M_2は０．０１～２．０ａｔ％とする。

【００１５】
Ｆｅは、本系組成の基幹をなし上述の各元素の含有残余を占める。

【００１６】
この発明のストリップキャスティング法により得られた特定組成のＲ－Ｆｅ－Ｂ系合金の断面組織は、主相の$R_2Fe_{14}B$結晶が従来の鋳型に鋳造して得られた鋳塊のものに比べて約１／１０以上も微細であり、例えば、その短軸方向の寸法は０．１～５０μｍ、長軸方向は５～２００μｍの微細結晶であり、かつその主相結晶粒を取り囲むようにＲリッチ相が微細に分散されており、局部に遍在している領域においても、その大きさは２０μｍ以下である。Ｒリッチ相の存在はこの発明の目的のために必要でなく、Ｎｄを９～１２ａｔ％、Ｂを５．５～６．５ａｔ％に限定することによって、その存在を実質的になくすことができる。

【００１７】
この発明の特定組成のＲリッチ相が微細に分離した組織を有する磁石材料の鋳片は、特定組成の合金溶湯を単ロール法、あるいは双ロール法によるストリップキャスティング法にて製造される。得られた鋳片は板厚が０．０３～１０ｍｍの薄板材であり、所望の鋳片板厚により、単ロール法と双ロール法を使い分けるが、板厚が厚い場合は双ロール法を、また板厚が薄い場合は単ロール法を採用したほうが好ましい。
鋳片の板厚を０．０３～１０ｍｍに限定した理由は、０．０３ｍｍ未満では急冷効果が大となり、結晶粒径が３μｍより小となり、溶態化による結晶粒の拡大が困難となるため、磁気特性の劣化を招来するので好ましくなく、また１０ｍｍを超えると、冷却速度が遅く

なり、α－Ｆｅが晶出しやすく、Ｎｄリッチ層の遍在も生じるため、磁気特性が低下するので好ましくないことによる。

【００１８】

この発明において、ストリップキャスティング法により得られた特定組成の鋳片を真空中または不活性ガス雰囲気中の熱処理条件として、温度が１０００℃未満では拡散速度が十分ではなく、結晶粒が成長せず、また１２００℃を超えると$Nd_2Fe_{14}B$相の融点を超えるので好ましくない。

また、加熱時間も３０分未満では十分な結晶粒成長が行なわれず、また１０００～１２００℃での高温での処理時間が４８時間を超えると処理のコスト上昇を招来するので好ましくない。

この発明において、上記処理が重要であり、この熱処理により結晶内の結晶方位が特定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向にて２０μｍ以上に粒成長させることができる。粒成長が２０μｍ未満では製品粉末が方位の異なる多数個の結晶粒からなる多結晶組織の粉末粒子を多く含むことになり、磁化が低下するので好ましくない。

【００１９】

この発明において、水素処理法は、鋳片又はこれを粉砕した所要粒度の粗粉砕粉が外観上その大きさを変化させることなく、極微細結晶組織の集合体が得られることを特徴とする。すなわち、正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物に対し、高温、実際上は６００℃～９００℃の温度範囲でH_2ガスと反応させると、$RH_{2\sim3}$、αＦｅ、Fe_2Bなどに相分離し、さらに同温度域でH_2ガスを脱H_2処理により除去すると、再度正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物の再結晶組織が得られる。

しかしながら、現実には、水素処理条件によって分解生成物の結晶粒径、反応の度合いが異なり、水素化状態の金属組織は、水素化温度７５０℃未満と７５０℃以上で明らかに異なる。この金属組織上の違いが、脱水素処理を行った後の磁粉の磁気的性質に大きく影響する。

【００２０】

水素処理におけるH_2ガス中での加熱処理温度は、600℃未満では$RH_{2\sim3}$、αFe、Fe_2Bなどへの分解反応が起こらない。また、600℃～750℃の温度範囲では分解反応がほぼ完全に進行してしまい、分解生成物中に適量の$R_2T_{14}B$相が残存せず、脱水素処理後に磁気的、また結晶方位的に充分な異方性が得られない。また900℃を超えると$RH_{2\sim3}$が不安定となり、かつ生成物が粒成長して正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物極微細結晶組織を得ることが困難になる。

水素化の温度範囲が750℃～900℃の領域であれば、脱水素時の再結晶反応の核となる$R_2T_{14}B$相が分散して適量残存するため、脱水素後の$R_2T_{14}B$相の結晶方位が残存$R_2T_{14}B$相によって決定され、結果的に再結晶組織の結晶方位が原料鋳片の結晶方位と一致し、少なくとも原料鋳片の結晶粒径の範囲内では大きな異方性を示すことになる。そのため、水素化処理の温度範囲を750℃～900℃とする。

また、加熱処理保持時間については、上記の分解反応を充分に行わせるためには15分以上必要であり、また、8時間を越えると残存$R_2T_{14}B$相が減少するため、脱水素後の異方性が低下するので好ましくない、よって、15分～8時間の加熱保持とする。

この発明において、H_2ガス中での熱処理に際し、H_2ガス圧力が10kPa未満では、前述の分解反応が充分に進行せず、また1000kPaを超えると処理設備が大きくなりすぎ、工業的にコスト面、また安全面で好ましくないため、圧力範囲を10～1000kPaとした。さらに好ましい圧力範囲は20～150kPaである。

【００２１】

また、この発明における真空中または不活性ガス中での昇温は、昇温速度、保持時間などを特に規定するものではなく、目的は７５０℃以下で水素ガスと原料を反応させないことである。従って、７５０℃以下での処理条件は、雰囲気以外は特に規定しない。なお、ここでの不活性ガスとはＡｒガスまたはＨｅガスであって、通常不活性ガスとして扱われることの多いN_2ガスは、本系原料と高温域で反応してしまうため、不活性ガスとしては好

ましくない。

【００２２】

この発明において、脱水素処理時のH_2分圧は、１０ｋＰａを超えると下記の温度範囲、すなわち９００℃以下では$RH_{2\sim3}$相の分解条件に至らないため、１０ｋＰａ以下とする。また好ましくは１Ｐａ～１ｋＰａの範囲である。

脱水素処理時の温度が７００℃未満では、$RH_{2\sim3}$相からのH_2の離脱が起こらないか、正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物の再結晶が充分進行しない。また、９００℃を超えると正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物は生成するが、再結晶粒が粗大に成長し、高い保磁力が得られない。そのため、脱H_2処理の温度範囲は７００℃～９００℃とする。

また、脱水素処理保持時間は、処理設備の排気能力にもよるが、上記の再結晶反応を充分に行わせることも重要であり、少なくとも５分以上保持する必要があるが、２次的な再結晶反応によって結晶が粗大化すれば保磁力の低下を招くので、できる限り短時間の方が好ましい。そのため、５分～８時間の加熱保持で充分である。

脱水素処理は、原料の酸化防止の観点から、また処理設備の熱効率の観点で、水素化処理に引き続いて行うのがよいが、水素化処理後、一旦原料を冷却して、再び改めて脱水素のための熱処理を行うこともできる。

【００２３】

この発明において、脱水素処理後の正方晶$Nd_2Fe_{14}B$型化合物の再結晶粒径は実質的に０．０５μｍ以下の平均再結晶粒径を得ることは困難であり、またたとえ得られたとしても磁気特性上の利点がない。一方、平均再結晶粒径が０．５μｍを超えると、粉末の保磁力が低下するため好ましくない。そのため、平均再結晶粒径を０．０５μｍ～０．５μｍとした。

【００２４】

この発明において、得られた合金粉末の平均粒度を２０～４００μｍに限定したのは、２０μｍ未満では粉末の酸化による磁性劣化の恐れがあり、また４００μｍを超えると小型磁気部品の精密成形に際して、ボンド磁石の原料として粗大化して好ましくないことによる。

平均粒度２０～４００μｍの合金粉末を得るには、粒成長させるための特定条件の熱処理工程の前に粉砕するか、また、この熱処理工程後、極微細結晶組織の集合体を得るための特定条件の水素処理及び脱水素処理前に粉砕するか、あるいは水素処理及び脱水素処理工程の後に粉砕するとよい。

【００２５】

この発明によるボンド磁石は異方性磁石であり、以下に示す圧縮成型、射出成型、押し出し成型、圧延成型、樹脂含浸法など公知のいずれの製造方法であってもよい。

圧縮成型の場合は、磁性粉末に熱硬化性樹脂、カップリング剤、滑剤等を添加混練したのち、圧縮成型して加熱し樹脂を硬化して得られる。

射出成型、押し出し成型、磁界中で配向し圧延成型の場合は、磁性粉末に熱可塑性樹脂、カップリング剤、滑剤等を添加混練したのち、樹脂の軟化温度以上に加熱し磁界中を通過させ配向させると同時に射出成型、押し出し成型、圧延成型のいずれかの方法にて成型して得られる。

樹脂含浸法においては、磁性粉末を磁界中で配向し圧縮成型後、必要に応じて熱処理した後、熱硬化性樹脂を含浸させ、加熱して樹脂を硬化させて得る。また、磁性粉末を圧縮成型後、必要に応じて熱処理した後、熱可塑性樹脂を含浸させて得る。

【００２６】

この発明において、ボンド磁石中の磁性粉末の重量比は、前記製法により異なるが、７０～９９．５ｗｔ％であり、残部０．５～３０ｗｔ％が樹脂その他である。圧縮成型の場合、磁性粉末の重量比は９５～９９．５ｗｔ％、射出成型の場合、磁性粉末の充填率は９０～９５ｗｔ％、樹脂含浸法の場合、磁性粉末の重量比は９６～９９．５ｗｔ％が好ましいバインダーとして用いる合成樹脂は、熱硬化性、熱可塑性のいずれの性質を有するものも利用できるが、熱的に安定な樹脂が好ましく、例えば、ポリアミド、ポリイミド、フェノ

ール樹脂、弗素樹脂、けい素樹脂、エポキシ樹脂などを適宜選定できる。

【００２７】

【作用】

この発明は、Ｒ（Ｒは希土類元素の少なくとも１種）、Ｆｅ、Ｂ、M_1（ＭはＣｏ，Ｎｉ，Ｃｒの１種または２種以上）、M_2（M_2はＡｌ，Ｇａ，Ｚｒ，Ｔｉ，Ｖ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗのうち少なくとも１種）を主成分とする合金溶湯を用いて、ストリップキャスティング法にて所要厚みの鋳片となした後、真空中または不活性ガス雰囲気中で１０００℃～１２００℃に３０分～４８時間の熱処理を施すことにより、鋳片あるいは粉末内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に２０μｍ以上に粒成長させて、その後、極微細結晶組織の集合体が得られる特定条件の水素処理と脱水素処理を行うことにより、従来、異方性ボンド磁石用原料粉末の製造が不可能視されたストリップキャスティング法にて得られた鋳片より、磁気特性がすぐれた異方性ボンド磁石用原料粉末を得ることができ、圧縮成型、射出成型、押し出し成型、圧延成型、樹脂含浸法など公知のいずれの製造方法にて、磁石合金粉末を磁界中で配向させて樹脂にて結合することにより、高性能Ｆｅ－Ｂ－Ｒ系異方性ボンド磁石を製造性よく得ることができる。

【0028】

【実施例】

実施例1

高周波溶解炉にて、溶解して得られたNd13.4-Fe残-Co11-B6.7-Ga1-Zr0.1組成の合金溶湯を直径200mmの銅製ロールを用いた片ロール法にて連続鋳造し、板厚0.5mmの薄板状鋳片を得た。この合金を真空中で1120℃に12時間の熱処理を行ない、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μm以上に結晶粒を成長させた。この場合の平均結晶粒径は約80μmになった。

この合金を真空中で840℃まで加熱し、絶対圧2気圧のH_2ガスを導入して4時間保持した後、1気圧に減圧し、1気圧のAr流気を20分行ない、その後840℃に保持したまま減圧し、100Torrの圧力で2時間保持する脱H_2処理を行うことにより、平均結晶粒径が0.05～0.5μmの範囲にある合金を得た。

その後合金を粉砕して、38～150μmの粒度に粉砕粉を得た。前記粉砕粉に2.5wt%のクレゾールノボラソク型樹脂を混合し、15kOeの磁界中で6Ton/cm^2の圧力を印加して成形、160℃に1時間硬化して、10mm角の立方体ボンド磁石を得た。BHトレーサーにて磁気特性を測定した結果を表1に示す。

【００２９】

比較例１

実施例１と同一組成のストリップキャスティング法による鋳片を熱処理することなく、直接実施例１と同一条件のH_2処理後、実施例１と同一条件にてボンド磁石化した。得られたボンド磁石の特性を表１に示す。

【００３０】

【表１】

	Br(kG)	iHc(kOe)	(BH)max(MGOe)	密度g/cm3
実施例1	7.9	11.8	11	5.8
比較例	6.0	12.0	7	5.8

【００３１】

実施例2

表2に示す組成(at%)の合金溶湯を、実施例1と同様にストリップキャスティング法にて板厚0.5mmの薄板状鋳片を得た。その後薄板状鋳片を粉砕し、さらに真空中で1150℃に12

時間の熱処理を行ない、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μm以上に結晶粒を成長させた。この場合の平均結晶粒径は約95μmになった。

この合金を真空中で850℃まで加熱し、1.8気圧のH_2ガスを導入して4時間保持した後、1気圧に減圧し、1気圧のAr流気を20分行ない、その後850℃に保持したまま、850Torrの圧力で3時間保持する脱H_2処理を行うことにより、平均結晶粒径が0.05～0.5μmの範囲にある合金を得た。

その後、実施例1と同一条件にてボンド磁石化した。得られたボンド磁石の特性を表3に示す。

【００３２】

実施例3

表2に示す組成(at%)の合金溶湯を、実施例1と同様にストリップキャスティング法にて板厚0.5mmの薄板状鋳片を得た。この合金をArガス中で1120℃に20時間の熱処理を行ない、結晶内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に20μm以上に結晶粒を成長させた。この場合の平均結晶粒径は約80μmになった。その後合金を粉砕して、38～150μmの粒度に粉砕粉を得た。

この合金を真空中で850℃まで加熱し、2気圧のH_2ガスを導入して4時間保持した後、1気圧に減圧し、1気圧のAr流気を20分行ない、その後850℃に保持したまま、850Torrの圧力で3時間保持する脱H_2処理を行うことにより、平均結晶粒径が0.05～0.5μmの範囲にある合金を得た。

その後、実施例1と同一条件にてボンド磁石化した。得られたボンド磁石の特性を表3に示す。

【００３３】

【表２】

at%

	R	Fe	B	M_1	M_2
実施例2	Nd10.0 Pr3.0	69.4	6.5	Co10.0	Ga1.0 Zr0.1
実施例3	Nd12.5	69.5	7.0	Co9.0 Ni1.0	Ga0.5 Ti0.5

【００３４】

【表３】

	Br(kG)	iHc(kOe)	(BH)max(MGOe)	密度g/cm³
実施例2	8.0	12.4	12	5.8
実施例3	8.1	9.5	13	5.8

【００３５】

【発明の効果】

この発明は、従来、異方性ボンド磁石用原料粉末の製造が不可能視されたストリップキャスティング法にて得られた鋳片より、磁気特性がすぐれた異方性ボンド磁石用原料粉末を得て異方性ボンド磁石を製造するもので、実施例に明らかなように、Ｒ（Ｒは希土類元素の少なくとも１種）、Ｆｅ、Ｂ、M_1（M_1はＣｏ，Ｎｉ，Ｃｒの１種または２種以上）、M_2（M_2はＡｌ，Ｇａ，Ｚｒ，Ｔｉ，Ｖ，Ｎｂ，Ｍｏ，Ｉｎ，Ｓｎ，Ｈｆ，Ｔａ，Ｗのうち少なくとも１種）を主成分とする合金溶湯を用いて、ストリップキャスティング法にて

所要厚みの鋳片となした後、真空中または不活性ガス雰囲気中で１０００℃～１２００℃に３０分～４８時間の熱処理を施すことにより、鋳片あるいは粉末内の結晶方位が一定方向に揃った結晶領域の大きさを最短方向に２０μｍ以上に粒成長させて、その後、極微細結晶組織の集合体が得られる特定条件の水素処理と脱水素処理を行うことにより、生産効率よく、高性能の異方性ボンド磁石用原料粉末を得ることができ、この磁石合金粉末を磁界中で配向し樹脂にて結合することにより、高性能Ｆｅ－Ｂ－Ｒ系異方性ボンド磁石を製造性よく得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者　富澤　浩之
大阪府三島郡島本町江川２丁目１５－１７　住友特殊金属株式会社　山崎製作所内
(72)発明者　上原　稔
大阪府三島郡島本町江川２丁目１５－１７　住友特殊金属株式会社　山崎製作所内

合議体
審判長　橋本　武
審判官　山本　一正
審判官　浅野　清

(56)参考文献　特開昭６４－４５１０３（ＪＰ，Ａ）
特開平２－４９０１（ＪＰ，Ａ）
特開平２－１１８０５４（ＪＰ，Ａ）
特開平５－１４０６０８（ＪＰ，Ａ）