

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4591748号  
(P4591748)

(45) 発行日 平成22年12月1日(2010.12.1)

(24) 登録日 平成22年9月24日(2010.9.24)

|                                |                 |
|--------------------------------|-----------------|
| (51) Int.Cl.                   | F I             |
| <b>H O 1 F 41/02 (2006.01)</b> | H O 1 F 41/02 G |
| <b>H O 1 F 41/00 (2006.01)</b> | H O 1 F 41/00 Z |
| <b>B 2 2 F 3/00 (2006.01)</b>  | B 2 2 F 3/00 F  |
| <b>B 2 4 B 55/12 (2006.01)</b> | B 2 4 B 55/12   |
| <b>B 2 8 D 1/18 (2006.01)</b>  | B 2 8 D 1/18    |

請求項の数 9 (全 13 頁)

|           |                               |           |                              |
|-----------|-------------------------------|-----------|------------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2004-96378 (P2004-96378)    | (73) 特許権者 | 000003067                    |
| (22) 出願日  | 平成16年3月29日(2004.3.29)         |           | T D K株式会社                    |
| (65) 公開番号 | 特開2005-286022 (P2005-286022A) |           | 東京都中央区日本橋一丁目13番1号            |
| (43) 公開日  | 平成17年10月13日(2005.10.13)       | (74) 代理人  | 100105809                    |
| 審査請求日     | 平成17年8月8日(2005.8.8)           |           | 弁理士 木森 有平                    |
|           |                               | (72) 発明者  | 國吉 陽一                        |
|           |                               |           | 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  | 佐藤 和生                        |
|           |                               |           | 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       | 田中 純一                        |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類焼結磁石の製造方法及び製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

希土類元素を含む原料を成形してなる成形体を焼結し、希土類焼結磁石を得る希土類焼結磁石の製造方法であって、

焼結前に前記成形体を研削加工するとともに、研削加工により生ずる切粉を回収し、そのまま前記原料として再利用し、

焼結後までの各工程を非酸化雰囲気中で行うことを特徴とする希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項2】

前記研削加工時の非酸化雰囲気は、酸素濃度が50ppm~30000ppmであることを特徴とする請求項1記載の希土類焼結磁石の製造方法。 10

【請求項3】

前記成形体の最大圧縮比を5以下とすることを特徴とする請求項1記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項4】

前記研削加工に用いる刃物の輪郭度を0.01mm~0.05mmとすることを特徴とする請求項1記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項5】

前記研削加工に用いる刃物が、ダイヤモンドまたはボラゾンの電着砥石、ダイヤモンドまたはボラゾンのレジンボンドあるいはメタルボンドの砥石、または、アルミナ砥石、炭 20

化珪素砥石のいずれかの砥石であることを特徴とする請求項 1 記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 6】

前記研削加工に用いる刃物の周速を 200 m / 分 ~ 1700 m / 分とすることを特徴とする請求項 1 記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 7】

前記研削加工における前記成形体の送り速度を 300 mm / 分 ~ 4200 mm / 分とすることを特徴とする請求項 1 記載の希土類焼結磁石の製造方法。

【請求項 8】

希土類元素を含む原料を成形してなる成形体を焼結し、所定形状の焼結体を得る希土類焼結磁石の製造装置であって、

前記成形体を研削加工する研削加工機と、

前記研削加工機に取り付けられ、研削加工によって前記成形体から生じる切粉を回収する研削粉回収容器とを有し、

焼結前に前記成形体を研削加工するとともに、研削加工により生ずる切粉を回収し、そのまま前記原料として再利用し、

焼結後までの各工程を非酸化雰囲気中で行うことを特徴とする希土類焼結磁石の製造装置。

【請求項 9】

前記研削加工機が密閉構造とされていることを特徴とする請求項 8 記載の希土類焼結磁石の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、希土類元素を含む希土類焼結磁石の製造方法及び製造装置に関する。

【背景技術】

【0002】

希土類焼結磁石、例えば希土類鉄硼素系焼結磁石は、磁気特性に優れること等の利点を有することから、近年、その需要は益々拡大する傾向にある。このような状況から、希土類鉄硼素系焼結磁石の磁気特性を向上するための研究開発や、品質の高い希土類焼結磁石を製造するための製造方法の改良等が各方面において進められている。

【0003】

希土類焼結磁石の製造方法としては、粉末冶金法が知られており、低コストでの製造が可能なることから広く用いられている。粉末冶金法による希土類焼結磁石の製造方法は、基本的には、先ず、原料合金インゴットを粗粉碎及び微粉碎し、粒径が数  $\mu\text{m}$  程度の原料合金微粉を得る。このようにして得られた原料合金微粉を静磁場中で磁場配向させ、磁場を印加した状態で成形を行う。磁場中成形後、成形体を真空中、または非酸化性ガス雰囲気中で焼結を行う。

【0004】

前述の粉末冶金法による希土類焼結磁石の製造においては、得られる希土類焼結磁石を所定の形状とするための輪郭加工が必要である。そして、具体的な加工方法として、原料合金微粉をプレスしてブロックを成形し、成形体を焼結した後に、ダイヤモンド砥石やカッター等を用いて輪郭加工や切断加工を行い、1つのブロック状の焼結体から複数個の製品を切り出す方法が知られている。

【0005】

しかしながら、前記加工方法を採用した場合、製造コストの点で問題が多い。例えば、輪郭加工により焼結体から多量の切粉が生じるが、この切粉は既に焼結されているため、再利用することは極めて困難であり、加工の仕方によっては焼結体のロスが多くなり、材料歩留まりの低下を招く。希土類焼結磁石を構成する材料は高価であるため、材料歩留まりの低下は、コストに対して致命的な欠陥となる。また、希土類焼結磁石の焼結体は、極

10

20

30

40

50

めて硬く脆いうえに、加工負荷が大きいいため、高精度な加工が困難であり、加工時間を長時間要するという問題もある。このように、焼結体の加工に要するコストが、製造コスト増加の大きな原因となっている。

【0006】

一方で、焼結体の製造プロセスにおいて、成形体の段階で何らかの加工を行うことも検討されている。例えば特許文献1には、焼成前の弓形フェライト磁石用成形体の段階で、弓形フェライト磁石用成形体の外周又は内周の端縁に回転砥石又は回転ブラシにより面取り部を形成する技術が開示されている。特許文献2は、グリーン加工時における成形体の酸化を防止するために、希土類焼結磁石用微粉を成形してなる成形体を鉱物油、合成油、又は植物油中に浸漬し、その状態の成形体を回転する加工刃で切断加工する技術が開示されている。特許文献3には、焼結磁石の製造に際し、磁石粉末の成形体を作製する工程と、ワイヤソーを用いて前記成形体を加工する工程と、前記成形体を焼結する工程とを包含する技術が開示されている。

10

【特許文献1】特開平8-64451号公報

【特許文献2】特開平8-181028号公報

【特許文献3】特開2003-303728号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、例えば特許文献1に記載された技術を酸化反応性の高い希土類鉄硼素系磁石用の粉末成形体に適用すると、回転砥石や回転ブラシと成形体との間で摩擦熱が発生するため、成形体中の希土類元素や鉄が大気雰囲気中の酸素や水分と急激に反応し、最悪の場合、成形体が発火するおそれがある。また、そのような事態に陥らない場合でも、得られる磁石の磁気特性が劣化してしまう。

20

【0008】

また、特許文献2記載の技術によれば、切断後、焼結前に成形体から鉱物油等を除去する脱脂工程が不可欠であり、脱脂が不十分な場合には油に含まれる炭素が焼結過程で不純物として機能し、磁石特性を劣化させてしまう。また、上記のブレードソーを用いた加工方法では、成形体の切断代を大きめに確保する必要があり、材料歩留まりが悪いという問題もある。さらに、特許文献3記載のワイヤソーを用いて成形体を加工する方法では、従来の回転刃による場合に比べて切断代を低減できるものの、低減量としては不十分であり、さらなる歩留まりの向上技術が求められている。

30

【0009】

焼結体や成形体を加工することによる問題を解消する手法としては、焼き上がり形状が最終製品に近い形状及び寸法になるようにプレス金型を設計し、これを用いて成形体を成形し、これを焼結する方法も考えられる。この場合、僅かな表面研削により最終製品の形状及び寸法に上げることができ、切粉の発生が僅かなもので済み、成形体の加工も不要である。

【0010】

しかしながら、例えば弓形状等の異形状の成形体を作製する場合、焼き上がり形状が最終製品に近い形状及び寸法になるように成形体を作製すると、部分的に圧縮比が高い部分が成形体内部における材料密度にばらつきを生じさせ、成形体にクラックが入るといった問題がある。クラックが入ると、その方向によっては焼結体の大部分が不良品となり、歩留まりを大きく低下させる原因となる。

40

【0011】

本発明は、このような従来の実情に鑑みて提案されたものであり、成形体加工の最適化や切粉の再利用により材料歩留まりを向上することが可能な希土類焼結磁石の製造方法及び製造装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

50

前述の課題を解決するために、本発明に係る希土類永久磁石の製造方法は、希土類元素を含む原料を成形してなる成形体を焼結し、希土類焼結磁石を得る希土類焼結磁石の製造方法であって、焼結前に前記成形体を研削加工するとともに、研削加工により生ずる切粉を回収し、そのまま前記原料として再利用し、焼結後までの各工程を非酸化雰囲気中で行うことを特徴とする。また、本発明に係る希土類焼結磁石の製造装置は、希土類元素を含む原料を成形してなる成形体を焼結し、所定形状の焼結体を得る希土類焼結磁石の製造装置であって、前記成形体を研削加工する研削加工機と、前記研削加工機に取り付けられ、研削加工によって前記成形体から生じる切粉を回収する研削粉回収容器とを有し、焼結前に前記成形体を研削加工するとともに、研削加工により生ずる切粉を回収し、そのまま前記原料として再利用し、焼結後までの各工程を非酸化雰囲気中で行うことを特徴とする。

10

**【 0 0 1 3 】**

本発明では、先ず、希土類焼結磁石の原料粉末を成形して成形体を作製し、焼結後の最終製品に形状や寸法が略一致するように成形体の輪郭を研削加工する。その後、成形体を焼結して希土類焼結磁石とする。成形体を研削加工をしたときに生じる切粉は、焼結後の焼結体を研削加工したときに生じる切粉と異なり、未焼結であるため、特別な処理を必要とすることなく希土類焼結磁石の原料として容易に再利用できる。このため、焼結体を加工する際に問題となる材料歩留まりの低下が抑制される。

**【 0 0 1 4 】**

また、本発明では、焼結前の成形体の輪郭を研削加工して、例えば焼結後の最終製品に形状や寸法が略一致するように仕上げるので、プレス成形で得られる成形体、すなわち、研削加工前の成形体は、例えば略長形状や蒲鉾型等、単純な形状でよい。単純な形状でプレス成形することで、原料合金微粉の圧縮比の差が小さく抑えられ、クラックの発生が抑制される。

20

**【 0 0 1 5 】**

なお、本明細書における研削加工とは、例えば成形体を刃物で切削する切削加工や、砥石やフライスによる研磨加工等を含む概念であり、成形体に対して物理的な力を加えた加工の全般を表す用語である。

**【 発明の効果 】****【 0 0 1 6 】**

本発明の希土類焼結磁石の製造方法によれば、焼結前の成形体の段階で、成形体の輪郭を研削加工しているので、加工時に生じる切粉の再利用が可能となり、材料歩留まりが向上する。また、成形体の段階で加工を施しているので、焼結後の加工がほとんど不要であるため、焼結後に加工する場合に比べて治具等への加工負荷が小さくて済み、治具等の長寿命化が可能である。また、加工負荷が小さいので、加工時間が短縮され、加工サイクルを短縮することができる。これらの点からも製造コストを削減することができる。したがって、本発明によれば、低コストでの希土類焼結磁石の製造が可能である。

30

**【 0 0 1 7 】**

また、本発明の希土類焼結磁石の製造装置によれば、成形体の輪郭を研削加工する研削加工機と、研削加工機で成形体から生じる切粉を回収する研削粉回収容器とを有するので、製造時に生じる切粉を効率的に回収して再利用することが可能であり、材料歩留まりの高い希土類焼結磁石の製造を実現することができる。

40

**【 発明を実施するための最良の形態 】****【 0 0 1 8 】**

以下、本発明を適用した希土類焼結磁石の製造方法及び製造装置について、図面を参照しながら説明する。

**【 0 0 1 9 】**

先ず、本発明で製造される希土類焼結磁石について説明する。希土類焼結磁石、中でも希土類鉄硼素系焼結磁石は、希土類元素、遷移金属元素及びホウ素を主成分とするものである。磁石組成は、目的に応じて任意に選択すればよい。

50

## 【0020】

例えば、R - T - B ( R = Yを含む希土類元素の1種または2種以上、T = FeまたはFe及びCoを必須とする遷移金属元素の1種または2種以上、B = ホウ素 ) 系希土類焼結磁石とする場合、磁気特性に優れた希土類焼結磁石を得るためには、焼結後の磁石組成において、希土類元素Rが27.0 ~ 35.0重量%、ホウ素Bが0.5 ~ 2.0重量%、残部が実質的に遷移金属元素T (例えばFe) となるような配合組成とすることが好ましい。希土類元素Rの量が27.0重量%未満であると、軟磁性である - Fe等が析出し、保磁力が低下する。逆に、希土類元素Rが35.0重量%を越えると、Rリッチ相の量が多くなって耐食性が劣化するとともに、主相である $R_2T_{14}B$ 結晶粒の体積比率が低下し、残留磁束密度が低下する。また、ホウ素Bが0.5重量%未満の場合には、高い保磁力を得ることができない。逆に、ホウ素Bが2.0重量%を越えると、残留磁束密度が低下する傾向がある。

10

## 【0021】

ここで、希土類元素Rは、Yを含む希土類元素、すなわちY、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Yb及びLuから選ばれる1種、または2種以上である。中でも、NdやPrは、磁気特性のバランスが良いこと、資源的に豊富で比較的安価であることから、主成分をNdやPrとすることが好ましい。また、 $Dy_2Fe_{14}B$ や $Tb_2Fe_{14}B$ 化合物は、異方性磁界が大きく、保磁力Hcjを向上させる上で有効である。

## 【0022】

さらに、希土類焼結磁石は、添加元素Mを加えて、R - T - B - M系希土類焼結磁石とすることも可能である。この場合、添加元素Mとしては、Al、Cr、Mn、Mg、Si、Cu、C、Nb、Sn、W、V、Zr、Ti、Mo等を挙げることができ、これらの1種または2種以上を選択して添加することができる。例えば、高融点金属であるNb、Zr、W等の添加は、結晶粒成長を抑制する効果がある。勿論、これら組成に限らず、希土類焼結磁石の組成として従来公知の組成全般に適用可能であることは言うまでもない。

20

## 【0023】

また、本発明の希土類焼結磁石では、酸素の含有量を5000ppm以下とすることが好ましい。酸素含有量が5000ppmを越えると、希土類元素が酸化物として存在する量が増加し、主相及び副相に存在すべき磁氣的に有効な希土類元素が減少して保磁力が低下するという問題が生ずる。さらに、生成した酸化物は非磁性であり、焼結体の磁化の低下も招く。酸素量と酸化物の生成量の関係は、化合物の化学量論比に従って直線的関係を有するが、近年の磁石応用製品において高性能希土類磁石に要求される保磁力や磁化を満足させるためには、6000ppm以下であることが要求され、特に5000ppm以下であることが好ましい。

30

## 【0024】

さらに、希土類焼結磁石は、炭素(C)の含有量が1500ppm以下、窒素(N)の含有量が50 ~ 500ppmであることが好ましい。炭素の含有量が1500ppmを越えると、炭素は希土類元素の一部と炭化物を形成し、磁氣的に有効な希土類元素が減少して保磁力が低下する。また、窒素量を前記範囲とすることによって、優れた耐食性と高い磁気特性を両立させることができる。

40

## 【0025】

次に、本発明の希土類焼結磁石の製造方法について説明する。図1は、粉末冶金法による希土類焼結磁石の製造プロセスの一例を示すものである。この製造プロセスは、基本的には、合金化工程1、粗粉碎工程2、微粉碎工程3、磁場中成形工程4、輪郭加工工程5、焼結工程6、時効工程7、加工工程8、及び表面処理工程9とにより構成される。なお、酸化防止のために、焼結後までの各工程は、ほとんどの工程を真空中、あるいは非酸化性ガス雰囲気中(窒素ガス雰囲気中、Arガス雰囲気中等)で行う。

## 【0026】

合金化工程1では、原料となる金属、あるいは合金を磁石組成に応じて配合し、非酸化

50

性ガス、例えばAr雰囲気中で溶解し、鑄造することにより合金化する。鑄造法としては、溶融した高温の液体金属を回転ロール上に供給し、合金薄板を連続的に鑄造するストリップキャスト法（連続鑄造法）が生産性等の観点から好適である。原料金属（合金）としては、純希土類元素、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。インゴットとして鑄造した場合には、凝固偏析を解消すること等を目的に、必要に応じて溶体化処理を行ってもよい。溶体化処理の条件としては、例えば真空またはAr雰囲気下、700～1200領域で1時間以上保持する。

#### 【0027】

粗粉碎工程2では、先に鑄造した原料合金の薄板、あるいはインゴット等を、粒径数百μm程度になるまで粉碎する。粉碎手段としては、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ることができる。粗粉碎性を向上させるために、水素を吸蔵させて脆化させた後、粗粉碎を行うことが効果的である。

10

#### 【0028】

前述の粗粉碎工程2が終了した後、通常、粗粉碎した原料合金粉に粉碎助剤を添加する。粉碎助剤としては、例えば脂肪酸系化合物等を使用することができるが、特に、脂肪酸アミドや脂肪酸の金属石けん（ステアリン酸亜鉛など）を粉碎助剤として用いることで、良好な磁気特性、特に高配向度で高い磁化を有する希土類焼結磁石を得ることができる。粉碎助剤の添加量としては、0.03～0.4重量%とすることが好ましい。粉碎助剤の添加量が0.03重量%未満であると、粉碎助剤の磁気特性に与える効果が十分に得られず、0.4重量%以下の添加量であれば、焼結後の残留炭素の量を効果的に低減することができ、希土類焼結磁石の磁気特性を向上させる上で有効である。

20

#### 【0029】

粗粉碎工程2の後、微粉碎工程3を行うが、この微粉碎工程3は、例えば気流式粉碎機等を使用して行われる。微粉碎の際の条件は、用いる気流式粉碎機に応じて適宜設定すればよく、原料合金粉を平均粒径が1～10μm程度、例えば3～6μmとなるまで微粉碎する。気流式粉碎機としては、ジェットミル等が好適である。ジェットミルは、高圧の非酸化性ガス（例えば窒素ガス）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粉体の粒子を加速し、粉体の粒子同士の衝突や、衝突板あるいは容器壁との衝突を発生させて粉碎する方法である。ジェットミルは、一般的に、流動層を利用するジェットミル、渦流を利用するジェットミル、衝突板を用いるジェットミル等に分類される。これらのジェットミルのうちでは、流動層を利用するジェットミル、及び渦流を利用するジェットミルが好ましく、特に流動層を利用するジェットミルが好ましい。例えば原料合金粉と粉碎助剤とは比重が大きく異なるが、流動層中及び渦流中では比重の違いに殆ど関係なく良好に粉碎及び混合が行なわれ、特に流動層中では比重の違いは殆ど問題とならないからである。

30

#### 【0030】

微粉碎工程3の後、磁場中成形工程4において、原料合金微粉を磁場中にて成形する。具体的には、微粉碎工程3にて得られた原料合金微粉を電磁石を配置した金型内に充填し、磁場印加によって結晶軸を配向させた状態で磁場中成形する。磁場中成形は、成形圧力と磁界方向が平行な縦磁場成形、成形圧力と磁界方向が直交する横磁場成形のいずれであってもよい。さらに、磁界印加手段として、パルス電源と空芯コイルも採用することができる。この磁場中成形は、例えば700～1400kA/mの磁場中で、50～200MPa前後の圧力で行えばよい。

40

#### 【0031】

本発明では、この磁場中成形工程4において、所定の形状及び寸法の成形体を得られるように設計された金型を用いて、プレス成形を行う。なお、本発明においては、後述する輪郭加工工程5において成形体の輪郭の加工を行うので、この磁場中成形工程4においては、焼き上がり形状が最終製品にほぼ一致するような形状及び寸法とする必要はない。例えば、扇型の希土類焼結磁石の製造を考えた場合、成形体は扇型に成形する必要はなく、例えば片側のみ曲面とした蒲鉾型、さらにはより単純化した直方体形状とする。

50

## 【 0 0 3 2 】

磁場中成形工程 4 においては、成形体又は焼結後の焼結体にクラックが出ないように条件で原料の圧縮を行うことが重要である。具体的には、同一成形体内部における圧縮比の差が小さくなるように、すなわち、成形体内部の場所によらず圧縮比が極力均等になるように、金型内部に充填した原料合金微粉を圧縮成形することが好ましい。また、成形体の部分的な最大圧縮比が 5 以下であることが好ましい。成形体内での最大圧縮比が前記範囲を超えると、成形体にクラックが発生するおそれがある。なお、ここで圧縮比とは、圧縮成型後の厚みに対する成型前の原料合金微粉の充填深さの比とする。

## 【 0 0 3 3 】

次に、輪郭加工工程 5 において、成形体の輪郭に研削加工を施す。成形体の研削加工は、例えば回転している砥石やフライス刃等の刃物に成形体を接触させるとともに相対運動させることにより行うことができる。成形体の形状及び寸法は、焼結後の焼結体の形状及び寸法が、例えば弓形磁石等の最終製品の形状及び寸法と略一致するようにする。

## 【 0 0 3 4 】

輪郭加工工程 5 において、焼結前の成形体に研削加工を行うことにより焼結後に最終製品にほぼ一致する形状や寸法に仕上げるので、磁場中成形工程 4 で得られる成形体、すなわち、研削加工前の成形体は、比較的単純な形状でよい。単純な形状でプレス成形することで、原料合金微粉の圧縮比の差が小さく、クラックが発生し難い成形体を得ることができる。

## 【 0 0 3 5 】

輪郭加工工程 5 で用いる刃物としては、例えば砥石、電着砥石、ダイヤモンドソー、ボラゾン、総型砥石、フライス等を用いることができる。焼結体の製品毎の寸法ばらつきを抑える観点から、刃物の輪郭度は 0 . 0 1 m m ~ 0 . 0 5 m m であることが好ましい。刃物の輪郭度が前記範囲を外れると、成形体の焼結後の形状が所望の規格からはずれてしまうおそれがある。なお、輪郭度の定義は図面の表記で日本工業規格 J I S に規定されている。

## 【 0 0 3 6 】

輪郭加工工程 5 においては、希土類焼結磁石の原料合金粉末の酸化を防ぐため、雰囲気制御を行う。研削加工時の雰囲気を例えば窒素ガス等の非酸化性雰囲気とし、例えば酸素濃度を 3 0 0 0 0 p p m 以下とする。研削加工時の雰囲気の酸素濃度が 3 0 0 0 0 p p m を上回ると、回収後の切粉が酸化してしまい、この切粉を再利用して作製した希土類焼結磁石の特性に悪影響を与えるおそれがある。また、研削加工時の雰囲気の酸素濃度は、5 0 p p m 以上であることが好ましい。研削加工時の雰囲気の酸素濃度を 5 0 p p m 未満とするためには、脱気、非酸化性ガスのフロー等で長時間を要したり、また、酸素濃度を 5 0 p p m 以下に保つためには、気密性の高い特殊な設備が必要となるおそれがあるからである。

## 【 0 0 3 7 】

また、輪郭加工工程 5 において、焼結前の成形体に研削加工を施す際には、研削加工で用いる刃物の周速及び成形体の送り速度の規定も重要である。例えば、刃物の周速は、2 0 0 m / 分 ~ 1 7 0 0 m / 分であることが好ましい。刃物の周速が前記範囲を下回ると、成形体が破損する等、研削加工が困難となるおそれがあり、逆に刃物の周速が前記範囲を上回ると、詳細は後述するが、回収後の切粉の特性が悪化するおそれがある。刃物の周速のより好ましい範囲は 3 0 0 m / 分 ~ 1 2 0 0 m / 分になる。

## 【 0 0 3 8 】

また、成形体の送り速度は、3 0 0 m m / 分 ~ 4 2 0 0 m m / 分であることが好ましい。成形体の送り速度が前記範囲を下回ると、加工時間がかかりすぎるおそれがあり、逆に成形体の送り速度が前記範囲を上回ると、成形体が、破損するおそれがある。成形体の送り速度のより好ましい範囲は、4 5 0 m m / 分 ~ 1 8 0 0 m m / 分である。

## 【 0 0 3 9 】

成形体を研削加工することによって成形体から生じる切粉は、回収し、再利用する。こ

10

20

30

40

50

ここで、成形体から生じる切粉は未焼結であるため、特殊な処理を必要とすることなく、そのまま希土類焼結磁石の原料として容易に再利用できる。回収した切粉は、希土類焼結磁石の製造工程における焼結前の段階の原料として使用することができ、例えば粉碎工程前、より具体的には微粉碎工程3の前、磁場中成形工程4の前等の原料として使用できる。また、回収した切粉を再利用する際には、単独での利用に限らず、他の原料と混合して利用することもできる。

#### 【0040】

次に焼結工程6において、焼結処理を実施する。すなわち、前述のように研削加工を施した成形体を、真空又は非酸化性ガス雰囲気中（窒素ガス雰囲気中、Arガス雰囲気中等）で焼結する。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1000～1150 で2～5時間程度焼結すればよく、焼結後、急冷することが好ましい。

10

#### 【0041】

焼結後、時効工程7において、得られた焼結体に時効処理を施すことが好ましい。この時効処理は、得られる希土類焼結磁石の保磁力 $H_c j$ を制御する上で重要な工程であり、例えば非酸化性ガス雰囲気中あるいは真空中で時効処理を施す。時効処理としては、2段時効処理が好ましく、1段目の時効処理工程では、800 前後の温度で1～3時間保持する。次いで、室温～200 の範囲にまで急冷する第1急冷工程を設ける。2段目の時効処理工程では、550 前後の温度で1～3時間保持する。次いで、室温まで急冷する第2急冷工程を設ける。600 近傍の熱処理で保磁力 $H_c j$ が大きく増加するため、時効処理を一段で行う場合には、600 近傍の時効処理を施すとよい。

20

#### 【0042】

前記時効工程7の後、加工工程8及び表面処理工程9を行う。加工工程8は、所望の形状に機械的に成形する工程であるが、本発明では予め成形体の輪郭を研削加工してあるため、省略してもよい。表面処理工程9は、得られた希土類焼結磁石の酸化を抑えるために行う工程であり、例えばメッキ被膜や樹脂被膜を希土類焼結磁石の表面に形成する。

#### 【0043】

以上の製造方法において、輪郭加工工程5は、例えば図2に示す研削加工機を用いて行われる。以下、図2の研削加工機について説明する。

#### 【0044】

焼結前の成形体の輪郭を研削加工するための研削装置10は、焼結前の成形体を研削加工するための刃物、成形体を取り付けるテーブル、刃物及び成形体を収容するカバー等を備える研削加工機11と、研削加工機11の下方に設置される研削粉回収容器12とを備える。研削加工機11としては、成形体の輪郭加工を行うことができれば、通常の研削加工機を制限なく使用できる。研削加工機11は、カバー等によって内部の気密性を確保することができる構造であり、内部の酸素濃度を前記範囲内とすることができる。研削加工機11の容量は、200リットル程度である。研削粉回収容器12は、研削加工によって成形体から生じる研削粉のうち、研削加工機11から落下してきた研削粉（切粉）を受けて回収するものであり、例えば金属製の缶等が用いられる。

30

#### 【0045】

研削加工機11には、研削加工機11内の空気を排気し、排気口13に連結する排気用の配管14が接続される。また、研削加工機11には、例えば窒素ガスやアルゴンガス等の非酸化性ガスを研削加工機11に供給する配管15が接続される。配管15は、途中で分岐して、非酸化性ガスを高速流量（例えば100L/分～2000L/分程度）で研削加工機11に供給することが可能な配管15aと、非酸化性ガスを通常の流量（例えば1L/分～50L/分程度）で研削加工機11に供給することが可能な配管15bとが並列に設けられている。配管15a及び配管15bには、それぞれ手動弁16, 17及び可変流量弁18, 19が設置される。配管15のさらに上流には、手動弁20及び仕切弁21が設けられる。

40

#### 【0046】

50

以上のような構成を有する研削加工機 11 により成形体の研削加工を行う際には、研削加工機 11 内部を低酸素量とするために、最初に配管 15 a を利用して、例えば窒素ガスを急速に供給して研削加工機 11 内の雰囲気窒素ガスを置換する。研削加工機 11 内が所定の酸素量（例えば 1000 ppm 程度）に到達したら、配管 15 b に切り替えて、比較的低流量で窒素ガスの供給を継続し、研削工程中、低酸素量を維持するとともに、研削加工機 11 内部を正圧に維持する。研削加工時には、窒素ガスの供給と同時に、排気用の配管 14 から研削加工機 11 内の排気を行う。

【0047】

また、前記研削加工機 11 においては、研削加工によって成形体から切粉が生じるので、これを研削粉回収容器 12 で回収する。研削粉回収容器 12 で回収した切粉は、前述のように、希土類焼結磁石の原料として容易に再利用することができる。

10

【実施例】

【0048】

次に、本発明の具体的な実施例について、実験結果を基に説明する。

< 希土類焼結磁石の作製 >

原料となる金属あるいは合金を所定の組成となるように配合し、アルミナ坩堝中で高周波溶解により溶製された合金を、ストリップキャスト法により 1 mm 以下の厚さの薄板状合金とした。

【0049】

薄板状合金は、十分に排気された炉内において、室温付近で水素を吸蔵させて脆化させ、そのまま昇温させ、Ar フロー若しくは排気によって脱水素を行った。脆化した薄板合金を、窒素雰囲気中で機械的粉碎により数百  $\mu\text{m}$  まで粗粉碎し、さらに窒素気流中のジェットミルにより、平均粒径 4  $\mu\text{m}$  まで微粉碎した。

20

【0050】

粉碎した原料合金微粉を、酸素を遮断したまま成形工程に供した。成形工程では、磁場成形機を用い、磁界によって得られた原料合金微粉の粒子の結晶方向が配向された圧粉体（成形体）を得た。この成形工程において、窒素ガスを用いた非酸化性雰囲気とした。この磁場中成形は、1110 kA/m の磁場中で、成形圧 100 MPa で行った。また、このときの成形体の形状は、いわゆる蒲鉾型である。

【0051】

さらに、酸素量を制御した雰囲気中で、成形体の輪郭を研削加工した。成形後の成形体の形状は扇型とした。研削加工では、刃物として砥石を用いた。研削加工により成形体から生じた切粉を回収した。研削加工後の成形体は、酸素を遮断したまま、焼結装置に移行し、脱バインダ処理の後、焼結を行い、希土類焼結磁石を得た。

30

また、研削加工時に回収した切粉を原料として用いて、前述の成形工程と同じ条件で成形を行い、同様にサンプルピース（希土類焼結磁石）を作製した。

【0052】

< 評価 >

形状の異なる作製した各成形体について、同一成形体内部における最大圧縮比、研削加工前後における成形体のクラック発生の有無の関係について評価した。

40

【0053】

回収した切粉の特性は、サンプルピースの磁気特性によって評価した。磁気特性の測定は、B-H トレーサーを用いて評価し、各条件下で特に変化が見られた保磁力に着目し、保磁力がある規格内のものを良品として判断した。

【0054】

< 圧縮比の検討 >

まず、表 1 に示す最大圧縮比となるような金型を用いて成形を行い、試料 1 及び 2 を作製し、各項目について評価を行った。評価結果を併せて表 1 に示す。表 1 から明らかなように、同一成形体内部における最大圧縮比を 5 以下の範囲内とすることが、クラックの発生のない成形体を得るうえで効果的であることがわかる。

50

## 【 0 0 5 5 】

【表 1】

| 実験番号 | 最大圧縮比 | 成形後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 輪郭加工雰囲気<br>の酸素量 | 刃物の<br>周速度 | 成形体<br>送り速度 | 輪郭加工後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 回収粉の特性 |
|------|-------|------------------------|-----------------|------------|-------------|--------------------------|--------|
|      |       | ○→無し ×→有り              | ppm             | m/min      | mm/min      | ○→無し ×→有り                |        |
| 1    | 4.5   | ○                      | 50              | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 2    | 6.0   | ×                      | 50              | 1000       | 600         | ○                        | ○      |

## 【 0 0 5 6 】

< 研削加工時の酸素量の検討 >

研削加工時の雰囲気酸素濃度を表 2 に示すように制御し、試料 3 ~ 8 を作製した。得られた試料について評価を行った。試料 3 ~ 8 の評価結果を、試料 1 の結果を併せて表 2 に示す。表 2 から、研削加工時の雰囲気酸素濃度の適切な範囲は、50 ppm ~ 30000 ppm であるとわかる。

## 【 0 0 5 7 】

【表 2】

| 実験番号 | 最大圧縮比 | 成形後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 輪郭加工雰囲気<br>の酸素量 | 刃物の<br>周速度 | 成形体<br>送り速度 | 輪郭加工後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 回収粉の特性 |
|------|-------|------------------------|-----------------|------------|-------------|--------------------------|--------|
|      |       | ○→無し ×→有り              | ppm             | m/min      | mm/min      | ○→無し ×→有り                |        |
| 1    | 4.5   | ○                      | 50              | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 3    | 4.5   | ○                      | 1000            | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 4    | 4.5   | ○                      | 5000            | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 5    | 4.5   | ○                      | 10000           | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 6    | 4.5   | ○                      | 20000           | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 7    | 4.5   | ○                      | 30000           | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 8    | 6.0   | ×                      | 70000           | 1000       | 600         | ○                        | ×      |

## 【 0 0 5 8 】

< 研削加工時の刃物の周速の検討 >

研削加工時の刃物の周速を表 3 に示すように制御し、試料 9 ~ 15 を作製した。得られた試料について評価を行った。試料 9 ~ 15 の評価結果を、表 3 に示す。表 3 から、刃物の周速の適切な範囲は、200 m / 分 ~ 1700 m / 分であるとわかる。

## 【 0 0 5 9 】

【表 3】

| 実験番号 | 最大圧縮比 | 成形後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 輪郭加工雰囲気<br>の酸素量 | 刃物の<br>周速度 | 成形体<br>送り速度 | 輪郭加工後の成形体に<br>クラック 有り 無し | 回収粉の特性 |
|------|-------|------------------------|-----------------|------------|-------------|--------------------------|--------|
|      |       | ○→無し ×→有り              | ppm             | m/min      | mm/min      | ○→無し ×→有り                |        |
| 9    | 4.5   | ○                      | 5000            | 100        | 600         | ×                        | ○      |
| 10   | 4.5   | ○                      | 5000            | 200        | 600         | ○                        | ○      |
| 11   | 4.5   | ○                      | 5000            | 600        | 600         | ○                        | ○      |
| 12   | 4.5   | ○                      | 5000            | 1000       | 600         | ○                        | ○      |
| 13   | 4.5   | ○                      | 5000            | 1300       | 600         | ○                        | ○      |
| 14   | 4.5   | ○                      | 5000            | 1700       | 600         | ○                        | ○      |
| 15   | 4.5   | ○                      | 5000            | 2000       | 600         | ○                        | ×      |

## 【 0 0 6 0 】

< 研削加工時の成形体の送り速度の検討 >

研削加工時の成形体の送り速度を表 4 に示すように制御し、試料 16 ~ 20 を作製した。得られた試料について評価を行った。試料 16 ~ 20 の評価結果を、表 4 に示す。表 4 から、成形体の送り速度が 4200 mm / 分以下であることが好ましいとわかる。なお、

成形体の送り速度が300 mm / 分より遅くなると、加工時間がかかり、あまり実用的ではないので、成形体の送り速度は300 mm / 分以上であることが適切と考えられる。

【0061】

【表4】

| 実験番号 | 最大圧縮比 | 成形後の成形体にクラック有り無し | 輪郭加工雰囲気酸素量の酸素量 | 刃物の周速度 | 成形体送り速度 | 輪郭加工後の成形体にクラック有り無し | 回収粉の特性 |
|------|-------|------------------|----------------|--------|---------|--------------------|--------|
|      |       | ○→無し ×→有り        | ppm            | m/min  | mm/min  | ○→無し ×→有り          |        |
| 16   | 4.5   | ○                | 5000           | 1000   | 300     | ○                  | ○      |
| 17   | 4.5   | ○                | 5000           | 1000   | 420     | ○                  | ○      |
| 18   | 4.5   | ○                | 5000           | 1000   | 3000    | ○                  | ○      |
| 19   | 4.5   | ○                | 5000           | 1000   | 4200    | ○                  | ○      |
| 20   | 4.5   | ○                | 5000           | 1000   | 4500    | ×                  | ○      |

10

【0062】

なお、以上の検討では、成形体の研削加工において刃物としてダイヤモンドの電着砥石を用いたが、ダイヤモンドの電着砥石に代えてボラゾンの電着砥石、ダイヤモンドまたはボラゾンのレジンボンドあるいはメタルボンドの砥石、または、アルミナ砥石、炭化珪素砥石などを用いた場合でも、前述の砥石と同様の結果であった

【図面の簡単な説明】

【0063】

【図1】本発明の希土類焼結磁石の製造プロセスの一例を示すフローチャートである。

【図2】本発明の希土類焼結磁石の製造装置を示す模式図である。

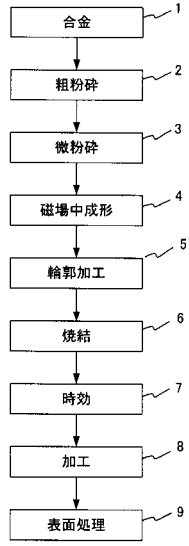
【符号の説明】

【0064】

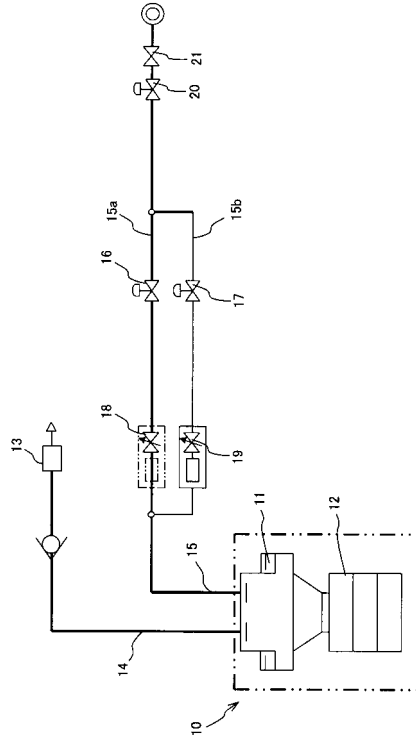
1 合金化工程、2 粗粉碎工程、3 微粉碎工程、4 磁場中成形工程、5 輪郭加工工程、6 焼結工程、7 時効工程、8 加工工程、9 表面処理工程、10 研削装置、11 研削加工機、12 研削粉回収容器、13 排気口、14 配管、15 配管、16、17 手動弁、18、19 可変流量弁、20 手動弁、21 仕切弁

20

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2002-343616(JP,A)  
特開昭61-264106(JP,A)  
特開平08-064451(JP,A)  
特開2001-025967(JP,A)  
特開2003-113429(JP,A)  
特開2005-268433(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01F 1/00 - 1/117  
H01F 1/40  
H01F 41/00 - 41/04  
H01F 41/08 - 41/10