

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014年5月30日(30.05.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/080852 A1

- (51) 国際特許分類:
H01F 41/02 (2006.01) *H01F 1/055* (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01) *H01F 1/08* (2006.01)
B22F 3/24 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/080974
- (22) 国際出願日: 2013年11月18日(18.11.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-254302 2012年11月20日(20.11.2012) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): トヨタ自動車株式会社 (TOYOTA JIDOSHA KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町1番地 Aichi (JP).
- (72) 発明者; および
- (71) 出願人(米国についてのみ): 小淵 大(KOBUCHI Dai) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内 Aichi (JP). 西ヶ谷

伸也(NISHIGAYA Shinya) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内 Aichi (JP). 横田 祐介(YOKOTA Yusuke) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内 Aichi (JP). 加納 彰(KANO Akira) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内 Aichi (JP).

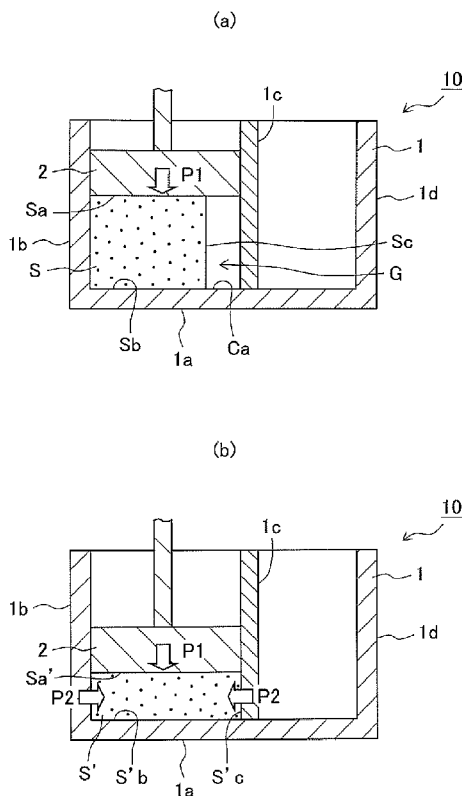
(74) 代理人: 平木 祐輔, 外(HIRAKI Yusuke et al.); 〒1056232 東京都港区愛宕2丁目5番1号 愛宕グリーンヒルズMORIタワー32階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING RARE-EARTH MAGNET

(54) 発明の名称: 希土類磁石の製造方法



(57) Abstract: Provided is a method for manufacturing a rare-earth magnet, which is an orientation magnet, by subjecting a compact to hot plastic working, in which cracks do not form in the compact and there is no orientation disruption due to the shear friction force applied by a punch or the like during lateral deformation of the compact. The method comprises: a first step for manufacturing a compact (S); and a second step for manufacturing a rare-earth magnet (C), which is an orientation magnet, by preparing a plastic working mold (10) comprising a die (1) and a punch (2), placing the compact (S) in a cavity (Ca) of the mold (10), and subjecting the compact (S) to hot plastic working. The second step comprises steps (A) and (B). Step (A) comprises: causing a side surface of the compact (S), which is a free end-face, to project laterally due to the pressure from the punch (2); applying pressure to the side surface from a side-surface mold (1c); and continuing the application of pressure up to a prior stage where the working rate required to impart anisotropic properties is reached, to manufacture an orientation magnet precursor (S'). Step (B) comprises returning the side surface of the orientation magnet precursor (S') to the free end-face and continuing the application of pressure until the working rate required to impart anisotropic properties is reached, to manufacture the orientation magnet (C).

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2014/080852 A1



SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

成形体に熱間塑性加工を施して配向磁石である希土類磁石を製造するに当たり、成形体に割れが生じることなく、成形体の側方変形の際にパンチ等から作用するせん断摩擦力による配向乱れが生じない希土類磁石の製造方法を提供する。成形体Sを製造する第1のステップ、ダイス1とパンチ2からなる塑性加工型10を用意し、そのキャビティCaに成形体Sを収容して熱間塑性加工を施して配向磁石である希土類磁石Cを製造する第2のステップからなり、第2のステップはステップA、Bからなり、ステップAではパンチ2による押圧にて自由端面である成形体Sの側面が側方に張り出して側面型1cから加圧され、異方性の付与に必要な加工率に達する前段階まで押圧して配向磁石前駆体S'を製造し、ステップBでは配向磁石前駆体S'の側面を自由端面に戻し、異方性の付与に必要な加工率に達するまで押圧して配向磁石Cを製造する。

明 細 書

発明の名称：希土類磁石の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、熱間塑性加工によって配向磁石となっている希土類磁石の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] ランタノイド等の希土類元素を用いた希土類磁石は永久磁石とも称され、その用途は、ハードディスクやMRIを構成するモータのほか、ハイブリッド車や電気自動車等の駆動用モータなどに用いられている。

[0003] この希土類磁石の磁石性能の指標として残留磁化（残留磁束密度）と保磁力を挙げることができるが、モータの小型化や高電流密度化による発熱量の増大に対し、使用される希土類磁石にも耐熱性に対する要求は一層高まっており、高温使用下で磁石の磁気特性を如何に保持できるかが当該技術分野での重要な研究課題の一つとなっている。

[0004] 希土類磁石の製造方法の一例を概説すると、たとえばNd-Fe-B系の金属溶湯を急冷凝固して得られた微粉末を加圧成形しながら成形体とし、この成形体に磁氣的異方性を付与するべく熱間塑性加工を施して希土類磁石（配向磁石）を製造する方法が一般に適用されている。

[0005] 上記熱間塑性加工は、塑性加工型を構成する下型とパンチ（ポンチとも言う）間に成形体を配し、加熱しながら下型とパンチでたとえば1秒程度かそれ以下の短時間押圧し、所定の加工率となるまで押圧する据え込み加工が一般に適用されている。この熱間塑性加工によって成形体に磁氣的異方性を付与できる一方で、熱間塑性加工の際の下型とパンチによる押圧によって成形体が塑性変形しながら潰される過程で、塑性変形した成形体の側面に割れ（微細割れを含む）が生じ易いという問題があった。

[0006] これは、下型およびパンチと接触している部分が変形し過ぎ、その分だけ側面中央部が過度に膨らむ、いわゆる太鼓状に変形することが一因である。

この割れが生じてしまうと、配向度を高めるために形成された加工歪が割れた箇所で開放されてしまい、歪エネルギーを結晶配向に十分に向けることができなくなり、結果として高い配向度（これによって高い磁化が齎される）の配向磁石が得られ難くなってしまう。

[0007] また、このように外周部に割れが生じてしまうことから、熱間塑性加工によって成形された配向磁石においては、割れのない中央部分から所定寸法の配向磁石を切り出して製品化を図っており、材料歩留まりが低いという問題もあった。

[0008] そこで、このような熱間塑性加工時の割れの問題を解消できる従来技術として特許文献1に開示の製造方法を挙げることができる。この製造方法は、上記成形体の全体を金属カプセル内に封入した後に、この金属カプセルを下型とパンチで押圧しながら熱間塑性加工をおこなうものであり、この製造方法によれば、希土類磁石の磁氣的異方性が一層向上するとしている。なお、このように金属カプセル内に成形体を封入した状態で熱間塑性加工をおこなう技術はそのほかにも、特許文献2～5に開示されている。

[0009] しかしながら、成形体の全体が金属カプセルで完全に包囲されていると、上下からの押圧による成形体の側方への塑性変形が極端に拘束されてしまい、塑性変形後の成形体の側面に割れが生じない代わりに十分な塑性変形がおこなわれ難く、結果として高い配向度が得られ難いという別の問題が生じ得る。これは、たとえば上面、下面と円周側面を有する円柱状の成形体を例に取り上げるに、金属カプセルのうち、成形体の側面に対応する側面領域が側方に塑性変形しようとした際に、この側面領域と一体となっている成形体の上面および下面に対応する上面領域および下面領域が側面領域の広がり拘束することによって齎されるものである。

[0010] 実際に上記各特許文献には歪速度についての言及は無く、仮に0.1/sec以上の歪速度、加工率50%以上（たとえば70%かそれ以上）で熱間塑性加工をおこなった場合を想定すると、割れを完全に防止することはできない。その理由は、一定以上の厚みの鋼系材料で溶接して全面を覆った状態で0.1/sec以上の

歪速度で加工した場合、磁石組織の受ける衝撃が強すぎ、あるいは冷却される場合に熱膨張差の違いによって熱間塑性加工された成形体が既述するように金属カプセルによって強い拘束を受けるからである。

[0011] この問題を解消するべく、特許文献6では多段階で鍛造することによって金属カプセルを薄くしていく技術が開示されているが、ここで開示の実施例は肉厚が7mm以上の鉄板を用いており、これでは割れを完全に防ぐことができないことに加えて、鍛造後の磁石形状がニアネットシェイプと言えず、仕上げ加工が全面必須となって、材料歩留まりの低下や加工費の増加といった問題が顕著となる。

[0012] なお、特許文献1等で開示されるように、成形体の全面を完全に覆う金属カプセルの肉厚を薄くしていくと、1/sec以上の歪速度では金属カプセルが破壊され、成形体に不連続な凹凸が生じてしまい、配向乱れの原因となることから好ましい方法とは言えない。

[0013] 以上のことから、熱間塑性加工の際の課題である成形体に割れが生じることを解消する方策として金属カプセル等で成形体を包囲して加圧する方法を適用しても十分な効果が得られ難いことより、熱間塑性加工に際して成形体に割れを生じさせることなく、しかも高い配向度の配向磁石を製造する方法が当該技術分野で切望されている。

[0014] ここで、成形体の側方を金属リング等で拘束する方法ではなく、塑性加工型を構成するダイスの下型とパンチの双方で成形体の上下面を押圧する従来一般の据え込み加工による熱間塑性加工に話を戻すと、この方法では、既述する成形体の側面に割れが生じ易いといった問題の他に、据え込み加工の際にパンチによる押圧によって成形体が側方に変形しようとした際に、成形体がパンチと下型から該変形の方角と逆向きのせん断摩擦力を受けるといった問題もある。このことを図11を参照して説明する。

[0015] 図11aは据え込み加工前のパンチと下型で挟まれた成形体の解析モデルを示しており（モデルは、コンピュータにて有限要素解析を実行するに当たり、成形体を多数の要素セルの集合体としたもの）、図11bは加工率50%の

据え込み加工後の解析モデルの変形の状態を示している。なお、図示する解析モデルは、成形体の左右で解析結果が同じになることから右側断面のみをモデル化したものである。

- [0016] 図 1 1 a で示すようにパンチにて成形体を押圧すると、図 1 1 b で示すように何等の拘束も受けていない成形体の自由端面が側方へ変形する。この側方への変形の際に、成形体の上面と下面はそれぞれ、パンチと下型から側方への変形方向とは逆方向のせん断摩擦力を受ける。その結果、成形体の中心領域がその周囲の領域に比して塑性変形が進行して高歪み領域となり、これに起因して結晶組織の配向乱れが生じ、残留磁化の低下を齎すとともに、材料歩留まりの悪化による製造コスト増といった問題に繋がる。

先行技術文献

特許文献

- [0017] 特許文献1：特開平 2－2 5 0 9 2 0 号公報
特許文献2：特開平 2－2 5 0 9 2 2 号公報
特許文献3：特開平 2－2 5 0 9 1 9 号公報
特許文献4：特開平 2－2 5 0 9 1 8 号公報
特許文献5：特開平 4－0 4 4 3 0 1 号公報
特許文献6：特開平 4－1 3 4 8 0 4 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0018] 本発明は上記する問題に鑑みてなされたものであり、成形体に据え込み加工である熱間塑性加工を施して配向磁石である希土類磁石を製造するに当たり、成形体に割れが生じることなく、しかも成形体の側方変形の際にパンチや下型から作用するせん断摩擦力による結晶組織の配向乱れが生じない希土類磁石の製造方法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

- [0019] 前記目的を達成すべく、本発明による希土類磁石の製造方法は、希土類磁

石材料となる粉末を加圧成形して、柱状の成形体を製造する第1のステップ、前記成形体が収容されるキャビティを備えたダイスと該キャビティ内で摺動自在なパンチとからなる塑性加工型を用意し、前記キャビティは、前記成形体のパンチによる加圧方向と直交する断面よりも断面寸法の大きな断面を有しており、前記キャビティに成形体を収容してダイスの下型とパンチで挟み、該パンチと下型で成形体の上面と下面を直接押圧しながら異方性を与える熱間塑性加工を施して配向磁石である希土類磁石を製造する第2のステップからなり、前記第2のステップはさらに2つのステップから構成されており、最初のステップAでは、下型とパンチによる押圧によって、下型とパンチで押圧されていない自由端面である成形体の側面が側方に張り出して成形体の側方にあるダイスの側面型から加圧され、異方性の付与に必要な加工率に達する前の段階までパンチと下型による押圧を実行して配向磁石前駆体を製造するものであり、次のステップBでは、配向磁石前駆体の側面をダイスの側面型からの加圧のない自由端面に戻し、異方性の付与に必要な加工率に達するまで下型とパンチによる押圧を実行して配向磁石を製造するものである。

[0020] 本発明の希土類磁石の製造方法は、据え込み加工に際してパンチによる一度の押圧によって所望の加工率まで熱間塑性加工を実行することに代わり、所望の加工率に達する前に2以上の段階に分けて熱間塑性加工を実行する方法である。そして、最初のステップ（ステップA）では、熱間塑性加工前の段階で成形体の側面がフリーな状態（自由端面）であったものが、所望の加工率に達する前の段階まで成形体を押圧した際に側面をダイスの側面型で加圧するようにしたものである。

[0021] すなわち、成形体が組成変形してその側面が側方に変形し、この変形の過程でダイスの側面型に当接し、さらなるパンチによる押圧によって、成形体の側面はダイスの側面型から加圧されることになる。この成形体の側面の加圧により、成形体がパンチと下型から受ける、側方への変形方向とは逆方向のせん断摩擦力を相殺するような矯正力が付与され、このせん断摩擦力に起

因する結晶組織の配向乱れを解消することができる。

[0022] 一方で、パンチにて押圧される成形体は、所望の加工率となる前段階まで熱間塑性加工されるステップAにおいて、自由に側方へ変形した後にダイスの側面型から拘束されることから、一度の熱間塑性加工にて所望の加工率が得られるとともに成形体の側面が常にフリーな状態である従来の製造方法の場合の割れの発生という問題も効果的に解消される。

[0023] なお、熱間塑性加工を実行して配向磁石を製造する第2のステップに関しては、このステップを構成するステップAを一度実行した後にステップBに移行して配向磁石（希土類磁石）が製造される形態のほか、ステップAを2回以上実行した後にステップBに移行して配向磁石が製造される形態もある。

[0024] また、第2のステップで用いられる塑性加工型の一つの実施の形態として、その構成要素であるダイスの側面型は分離自在もしくは可動自在に構成されており、第2のステップのステップAが終了した段階で該側面型が分離もしくは可動して配向磁石前駆体の側面から離れ、該側面の側方に空間を形成するように構成されている形態を挙げることができる。

[0025] たとえばステップAを5回繰り返した後にステップBに移行して配向磁石を製造する場合には、各回のステップAが終了した段階でダイスの側面型を徐々に側方にスライドさせて固定し、次のステップAを実行すればよい。

[0026] ここで、本発明の製造方法が製造対象とする希土類磁石には、組織を構成する主相（結晶）の粒径が200nm以下程度のナノ結晶磁石は勿論のこと、粒径が300nm以上のもの、さらには粒径が1 μ m以上の焼結磁石や樹脂バインダーで結晶粒が結合されたボンド磁石などが包含される。

[0027] 第1のステップでは、液体急冷にて微細な結晶粒である急冷薄帯（急冷リボン）を製作し、これを粗粉碎等して希土類磁石用の磁粉を製作し、この磁粉をたとえばダイス内に充填してパンチで加圧しながら焼結してバルク化を図ることで等方性の成形体を得られる。

[0028] この成形体は、たとえばナノ結晶組織のRE-Fe-B系の主相（RE:Nd、Prの少

なくとも一種で、より具体的にはNd、Pr、Nd-Prのいずれか一種もしくは二種以上）と、該主相の周りにあるRE-X合金（X:金属元素）の粒界相からなる金属組織を有している。

[0029] なお、第2のステップにて製造された配向磁石に対し、Nd-Cu合金、Nd-Al合金、Pr-Cu合金、Pr-Al合金等の改質合金を粒界拡散し、保磁力が一層高められた希土類磁石としてもよい。Nd-Cu合金の共晶点は520℃程度、Pr-Cu合金の共晶点は480℃程度、Nd-Al合金の共晶点は640℃程度、Pr-Al合金の共晶点は650℃程度であり、いずれもナノ結晶磁石を構成する結晶粒の粗大化を齎す700℃～1000℃を大きく下回っていることから、希土類磁石がナノ結晶磁石の場合に特に好適である。

発明の効果

[0030] 以上の説明から理解できるように、本発明の希土類磁石の製造方法によれば、成形体を塑性加工型に收容して熱間塑性加工をおこなうに当たり、この熱間塑性加工を少なくとも2つのステップから実行し、最初のステップAにおいて下型とパンチによる押圧によって下型とパンチで押圧されていない自由端面である成形体の側面をダイスの側面型から加圧し、異方性の付与に必要な加工率に達する前の段階までパンチと下型による押圧を実行して配向磁石前駆体を製造し、次のステップBにおいて配向磁石前駆体の側面をダイスの側面型からの加圧のない自由端面に戻し、異方性の付与に必要な加工率に達するまで下型とパンチによる押圧を実行して配向磁石を製造するものである。この製造方法により、成形体がパンチと下型から受ける、側方への変形方向とは逆方向のせん断摩擦力を相殺するような矯正力を成形体に付与することができ、このせん断摩擦力に起因する結晶組織の配向乱れを解消するとともに熱間塑性加工の際の割れの発生も抑止することができ、高い配向度に起因した残留磁化の高い希土類磁石を高い材料歩留まりの下で製造することができる。

図面の簡単な説明

[0031] [図1] (a)、(b)の順で本発明の希土類磁石の製造方法の第1のステップ

を説明した模式図である。

[図2]第1のステップで製造された成形体のマイクロ構造を説明した図である。

[図3]製造方法の第2のステップで使用する塑性加工型を説明した模式図である。

[図4](a)、(b)の順で第2のステップのステップAを説明したフロー図である。

[図5](a)、(b)の順で第2のステップのステップBを説明したフロー図である。

[図6]製造された本発明の配向磁石（希土類磁石）のマイクロ構造を説明した図である。

[図7]配向磁石の歪み分布を特定した解析結果を示した図である。

[図8]図7の実施例1におけるVIII部において、熱間塑性加工前から熱間塑性加工終了までの金属組織の変化状況を模擬したフロー図である。

[図9]摩擦係数と材料歩留まりの関係に関する解析結果を示した図である。

[図10]第2のステップのステップAにおける加工率と材料歩留まりの関係に関する解析結果を示した図である。

[図11](a)は従来の据え込み加工による熱間塑性加工法において、加工前のパンチと下型で挟まれた成形体の解析モデルを示した図であり、(b)は加工率50%の据え込み加工後の解析モデルの変形の状態と歪み分布（解析結果）を示した図である。

発明を実施するための形態

[0032] 以下、図面を参照して本発明の希土類磁石の製造方法の実施の形態を説明する。なお、図示する製造方法は、その第2のステップにおいて、一度のステップAの後にステップBに移行して配向磁石を製造するものであるが、ステップAを2回以上実行した後にステップBに移行して配向磁石を製造する方法であってもよい。また、図示する配向磁石はナノ結晶磁石（粒径が300nm程度かそれ以下）からなる場合を説明したものであるが、本発明の製造方法が対象とする配向磁石はナノ結晶磁石に限定されるものではなく、粒径が300

nm以上のものや、1 μ m以上の焼結磁石、さらには樹脂バインダーで結晶粒がバインドされたボンド磁石などを包含するものである。

[0033] (希土類磁石の製造方法の実施の形態)

図1 a、bはその順で本発明の希土類磁石の製造方法の第1のステップを説明した模式図であり、図2は第1のステップで製造された成形体のミクロ構造を説明した図である。また、図3は本発明の製造方法の第2のステップで使用する塑性加工型を説明した模式図であり、図4は図4 a、図4 bの順で第2のステップのステップAを説明したフロー図であり、図5は図5 a、図5 bの順で第2のステップのステップBを説明したフロー図である。さらに、図6は製造された本発明の配向磁石（希土類磁石）のミクロ構造を説明した図である。

[0034] 図1 aで示すように、たとえば50kPa以下に減圧したArガス雰囲気の不図示の炉中で、単ロールによるメルトスピニング法により、合金インゴットを高周波溶解し、希土類磁石を与える組成の溶湯を銅ロールRに噴射して急冷薄帯B（急冷リボン）を製作し、これを粗粉碎する。

[0035] 粗粉碎された急冷薄帯のうち、最大寸法が200nm程度かそれ以下の寸法の急冷薄帯Bを選別し、これを図1 bで示すように超硬ダイスDとこの中空内を摺動する超硬パンチPで画成されたキャビティ内に充填する。そして、超硬パンチPで加圧しながら（X方向）加圧方向に電流を流して通電加熱することにより、ナノ結晶組織のNd-Fe-B系の主相（50nm～200nm程度の結晶粒径）と、主相の周りにあるNd-X合金（X:金属元素）の粒界相からなる柱状の成形体Sを製作する（第1のステップ）。

[0036] ここで、粒界相を構成するNd-X合金は、Ndと、Co、Fe、Ga等のうちの少なくとも1種以上の合金からなり、たとえば、Nd-Co、Nd-Fe、Nd-Ga、Nd-Co-Fe、Nd-Co-Fe-Gaのうちのいずれか一種、もしくはこれらの二種以上が混在したものであって、Ndリッチな状態となっている。

[0037] 図2で示すように、成形体Sはナノ結晶粒MP（主相）間を粒界相BPが充満する等方性の結晶組織を呈している。

- [0038] 第1のステップで柱状の成形体Sが製造されたら、図3で示す塑性加工型10のキャビティCaに成形体Sを移載し、ここで据え込み加工である熱間塑性加工をおこなう。
- [0039] 塑性加工型10は、ダイス1と成形体Sを直接押圧するパンチ2から構成され、ダイス1は、箱状を呈し、下型1aと側面型1b、1dから構成され、この下型1aと側面型1b、1dで画成されたキャビティCaを2分する側面型1c（仕切り型）が収容された構成となっている。
- [0040] キャビティCa内において、側面型1cは側方にスライド自在となっており、所望位置までスライドして位置決めされ、仮固定されるようになっている。
- [0041] 図示する塑性加工型10を適用した製造方法の第2のステップを図4、5を参照して説明する。より具体的には、図4は第2のステップのステップAを説明した図であり、図5は図4に次いで第2のステップのステップBを説明した図である。
- [0042] 図4で示す第2のステップのステップAでは、異方性の付与に必要な所望の加工率（たとえば80%）のうち、その前段階の加工率（たとえば40%）まで据え込み加工（熱間塑性加工）が実行され、次のステップBにおいて所望の加工率となるまで熱間塑性加工が実行される。まず、図4aで示すように、ダイス1を構成する側面型1b、1cと下型1aで画成されたキャビティCa内に第1のステップで成形された成形体Sを収容し（成形体Sの下面Sbが下型1aに当接）、その上面Saの上にパンチPを載置する。
- [0043] このキャビティCa内における成形体Sの収容姿勢において、成形体Sの一方の側面Scと側面型1cの間には空間Gが形成されており、したがって成形体Sの側面Scは自由端面となっている。なお、空間Gに存在している空気は不図示の空気抜き孔を介して脱気できるようになっている。
- [0044] 次に、パンチ2にて成形体Sを押圧力P1で鉛直方向に押圧する。
- [0045] パンチ2で成形体Sを鉛直方向に押圧すると、図4bで示すように成形体Sは側方に変形して配向磁石前駆体S'となり、側面Scの側方にあった空間

Gが配向磁石前駆体S'で満たされた状態となる。

[0046] この状態でさらに成形体Sを押圧すると、塑性変形している配向磁石前駆体S'は、その上面S' a、下面S' bがパンチ2および下型1 aで押圧され、さらに側面S' cが側面型1 cから加圧力P 2を受けて押し込まれ、したがって側面S' cはもはや自由端面ではなくなっている。

[0047] このように所望の加工率の前段階の加工率まで押圧を終了するとともに、この段階で塑性変形する成形体Sの自由端面であった側面S cを拘束し、さらに加圧力を付与することにより、図11で説明したパンチや下型から成形体に作用するせん断摩擦力を相殺する方向に強制力が成形体に付与されることになり、据え込み加工の際に成形体の結晶組織に配向乱れが生じるといった問題が解消される。また、成形体の塑性変形の際に適度に側面が拘束されることから、熱間塑性加工の際に成形体に割れが生じるといった問題も効果的に解消される。なお、このせん断摩擦力の解消に関しては、その詳細を後述する。

[0048] 成形体Sに対して所望の加工率の前段階の加工率まで押圧がおこなわれて配向磁石前駆体S'が製造されたら、次に、第2のステップのステップBに移行する。まず、図5 aで示すようにキャビティC a内に存在していた側面型1 cを取り除き、使用するパンチをその平面積がダイス1の下型1 aと同寸法および同形状のパンチ2 Aに代え、このパンチ2 Aで配向磁石前駆体S'を押圧力P 3で鉛直方向に押圧する。

[0049] パンチ2 Aで配向磁石前駆体S'を鉛直方向に押圧すると、図5 bで示すように配向磁石前駆体S'は側方に変形し、所望の加工率となるまでパンチ2 Aで押圧することで配向磁石前駆体S'の側方にあった空間Gが配向磁石Cで満たされて配向磁石Cが製造される。

[0050] ステップA、Bの2段階の熱間塑性加工によって製造された配向磁石Cは、図6で示すようにナノ結晶粒MPが扁平形状をなし、異方軸とほぼ平行な界面は湾曲したり屈曲していて、磁氣的異方性に優れた配向磁石Cとなっている。

[0051] そして、このように所望の加工率になる前段階で熱間塑性加工を一端終了して配向磁石前駆体を製造し、この配向磁石前駆体の製造に当たって塑性変形の途中からその側面を拘束して加圧することにより、割れを生じさせることなく、高い配向度で残留磁化の高い希土類磁石を製造することができる。

[0052] [配向磁石の歪み分布を特定した解析とその結果]

本発明者等は、成形体の側面を拘束することなく一度の熱間塑性加工にて所定の加工率まで熱間塑性加工をおこなった際の配向磁石（比較例1）における歪み分布、本発明の製造方法による配向磁石（実施例1）における歪み分布をそれぞれ解析にて特定した。この解析では、比較例1のモデルを加工率80%で熱間塑性加工し、実施例1のモデルは加工率40%、次いで80%と2段階で熱間塑性加工している。解析の結果を図7に示す。

[0053] 同図より、比較例1では、塑性変形したモデルの側方が自由端面のままであることから、塑性変形している成形体の上下面がパンチと下型からせん断摩擦 force を受けている。

[0054] 一方、実施例1では、比較例1と同様に塑性変形している成形体の上下面がパンチと下型からせん断摩擦 force を受けるものの、成形体の側面が側面型から加圧され、この加圧力によってせん断摩擦 force を相殺する矯正力が付与される。

[0055] 実施例1において、せん断摩擦 force による影響が大きな領域としてVIII部を取り上げ、このVIII部における熱間塑性加工途中の主相の変形や動き、配向の変化を図8にフロー図として示している。

[0056] 熱間塑性加工の途中で主相が側方に変形して扁平状を呈し、パンチから作用するせん断摩擦 force によって主相が回転し、このせん断摩擦 force の方向に主相の配向もひきずられるものの、側面型からの加圧によって矯正力が付与されてせん断摩擦 force が相殺され、主相が回転しながらその配向が鉛直方向に戻る。最終的に所望の加工率まで熱間塑性加工が実行された段階で、磁化容易方向に歪みが矯正され、配向度が鉛直方向にほぼ揃った配向磁石となる。

[0057] [摩擦係数と材料歩留まりの関係に関する解析とその結果]

本発明者等はさらに、成形体の側面を拘束することなく一度の熱間塑性加工にて所定の加工率まで熱間塑性加工をおこなった際の配向磁石（比較例2）、第2のステップがステップA、Bの2段成形からなる本発明の製造方法による配向磁石（実施例2）、第2のステップが6回のステップAと次のステップBの7段成形からなる本発明の製造方法による配向磁石（実施例3）の各配向磁石に関し、成形体とパンチおよび下型の間の摩擦係数を変化させた際の材料歩留まりを特定するCAE解析を実施した。

[0058] 本解析では、摩擦係数を0.1、0.2、0.3の3ケースで実施した。なお、摩擦係数0.2のケースはBN潤滑剤を使用している。解析結果を図9に示す。

[0059] 同図より、摩擦係数の増加に伴って材料歩留まりが低くなる傾向を示すことは比較例2、実施例2、3ともに同じであるものの、比較例2に比して2段成形の実施例2の材料歩留まりは5%も向上し、比較例2に比して7段成形の実施例3の材料歩留まりは10%も向上することが特定されている。

[0060] [本発明の製造方法において第2のステップのステップAにおける加工率と材料歩留まりの関係に関する解析とその結果]

本発明者等はさらに、第2のステップがステップA、Bの2段成形からなり、成形体とパンチおよび下型の間の摩擦係数を変化させた際の本発明の製造方法による配向磁石に関し、ステップAにおける加工率を変化させた際の材料歩留まりを特定するCAE解析を実施した。

[0061] 本解析においても、摩擦係数を0.1、0.2、0.3の3ケースで実施した。なお、摩擦係数0.2のケースはBN潤滑剤を使用している。解析結果を図10に示す。

[0062] 同図より、摩擦係数が0.2、0.3のケースでは加工率30%で材料歩留まりの最適値が得られ、摩擦係数が0.4のケースでは加工率40%で材料歩留まりの最適値が得られることが特定されている。この結果より、摩擦係数に応じてステップAにおける加工率を適宜変化させることにより、材料歩留まりの高い製造を実現できることが分った。

[0063] 以上、本発明の実施の形態を図面を用いて詳述してきたが、具体的な構成

はこの実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲における設計変更等があっても、それらは本発明に含まれるものである。

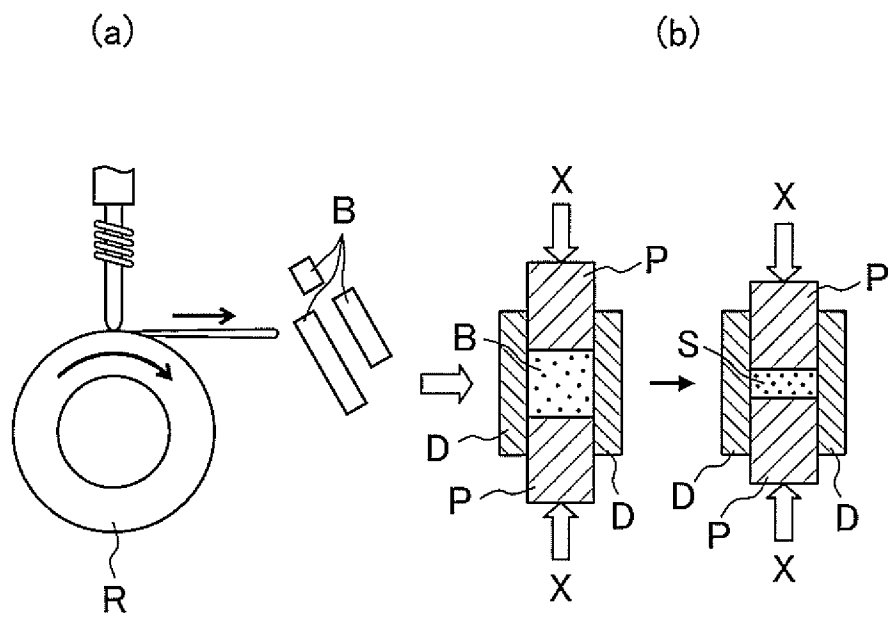
符号の説明

[0064] 1…ダイス、1 a…下型、1 b、1 d…側面型、1 c…側面型（仕切り型）、2、2 A…パンチ、1 O…塑性加工型、R…銅ロール、B…急冷薄帯（急冷リボン）、D…超硬ダイス、P…超硬パンチ、C a…キャビティ、G…空間、S…成形体、S'…配向磁石前駆体、C…配向磁石（希土類磁石）、MP…主相（ナノ結晶粒、結晶粒、結晶）、BP…粒界相

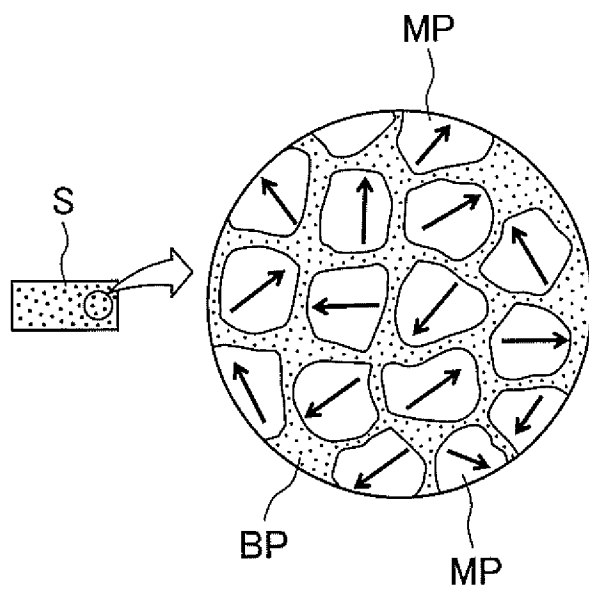
請求の範囲

- [請求項1] 希土類磁石材料となる粉末を加圧成形して、柱状の成形体を製造する第1のステップ、
- 前記成形体が収容されるキャビティを備えたダイスと該キャビティ内で摺動自在なパンチとからなる塑性加工型を用意し、前記キャビティは、前記成形体のパンチによる加圧方向と直交する断面よりも断面寸法の大きな断面を有しており、
- 前記キャビティに成形体を収容してダイスの下型とパンチで挟み、該パンチと下型で成形体の上面と下面を直接押圧しながら異方性を与える熱間塑性加工を施して配向磁石である希土類磁石を製造する第2のステップからなり、
- 前記第2のステップはさらに2つのステップから構成されており、
- 最初のステップAでは、下型とパンチによる押圧によって、下型とパンチで押圧されていない自由端面である成形体の側面が側方に張り出して成形体の側方にあるダイスの側面型から加圧され、異方性の付与に必要な加工率に達する前の段階までパンチと下型による押圧を実行して配向磁石前駆体を製造するものであり、
- 次のステップBでは、配向磁石前駆体の側面をダイスの側面型からの加圧のない自由端面に戻し、異方性の付与に必要な加工率に達するまで下型とパンチによる押圧を実行して配向磁石を製造するものである希土類磁石の製造方法。
- [請求項2] 前記ステップAを2回以上繰り返した後にステップBに移行して配向磁石を製造する請求項1に記載の希土類磁石の製造方法。
- [請求項3] 前記ダイスの側面型は分離自在もしくは可動自在に構成されており、第2のステップのステップAが終了した段階で該側面型が分離もしくは可動して配向磁石前駆体の側面から離れ、該側面の側方に空間を形成する請求項1または2に記載の希土類磁石の製造方法。

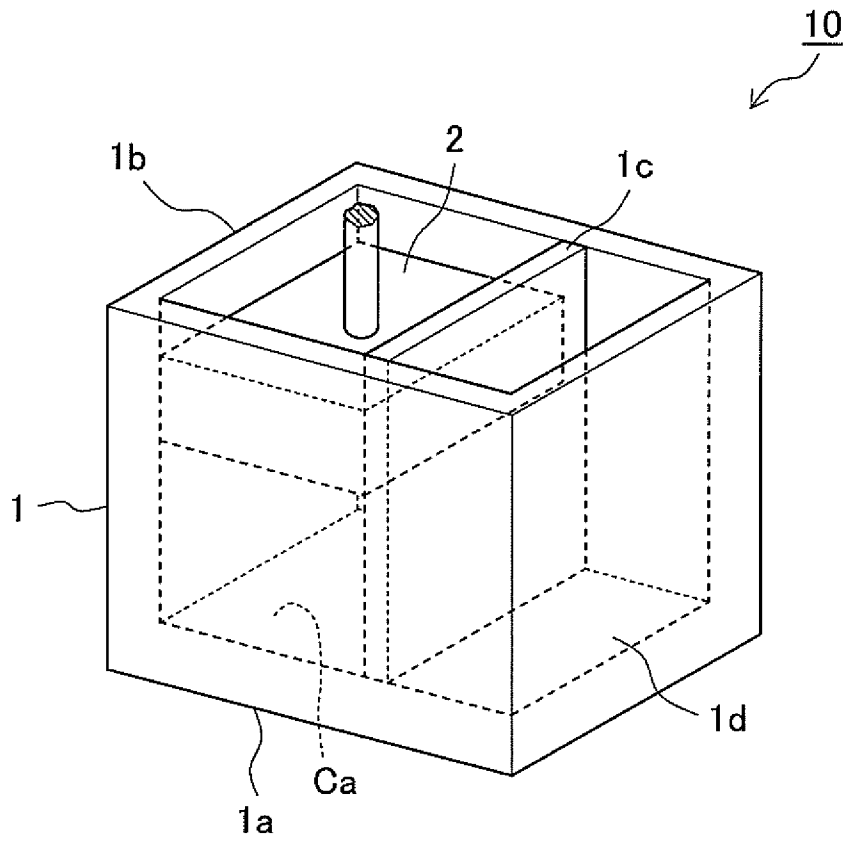
[図1]



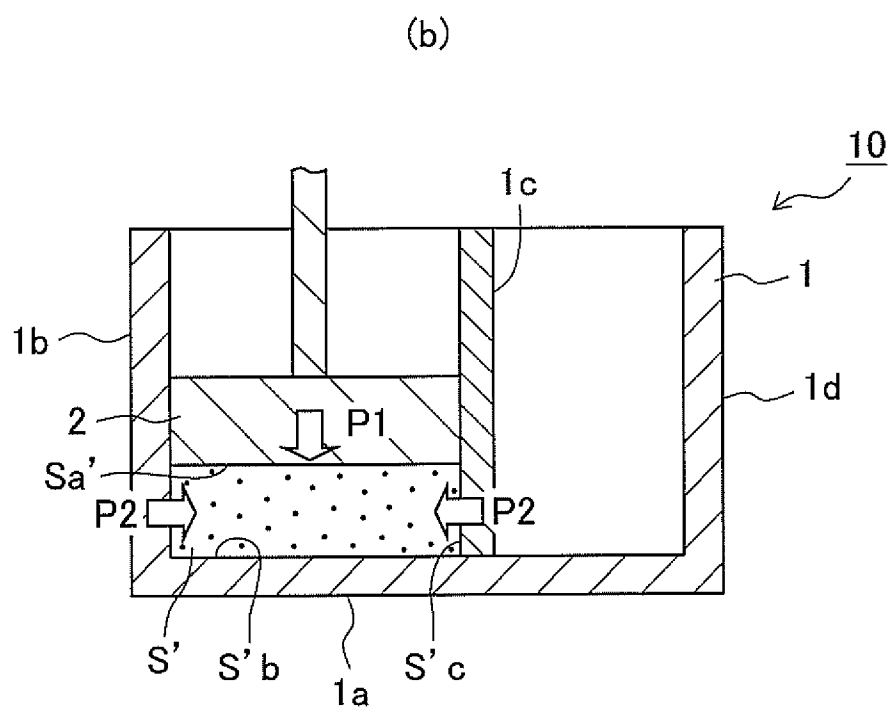
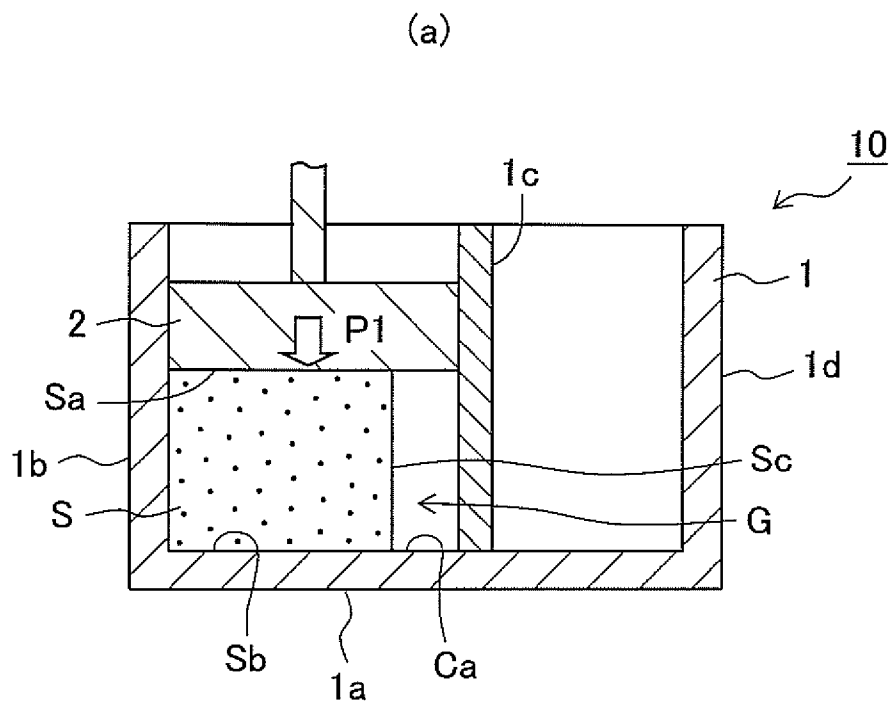
[図2]



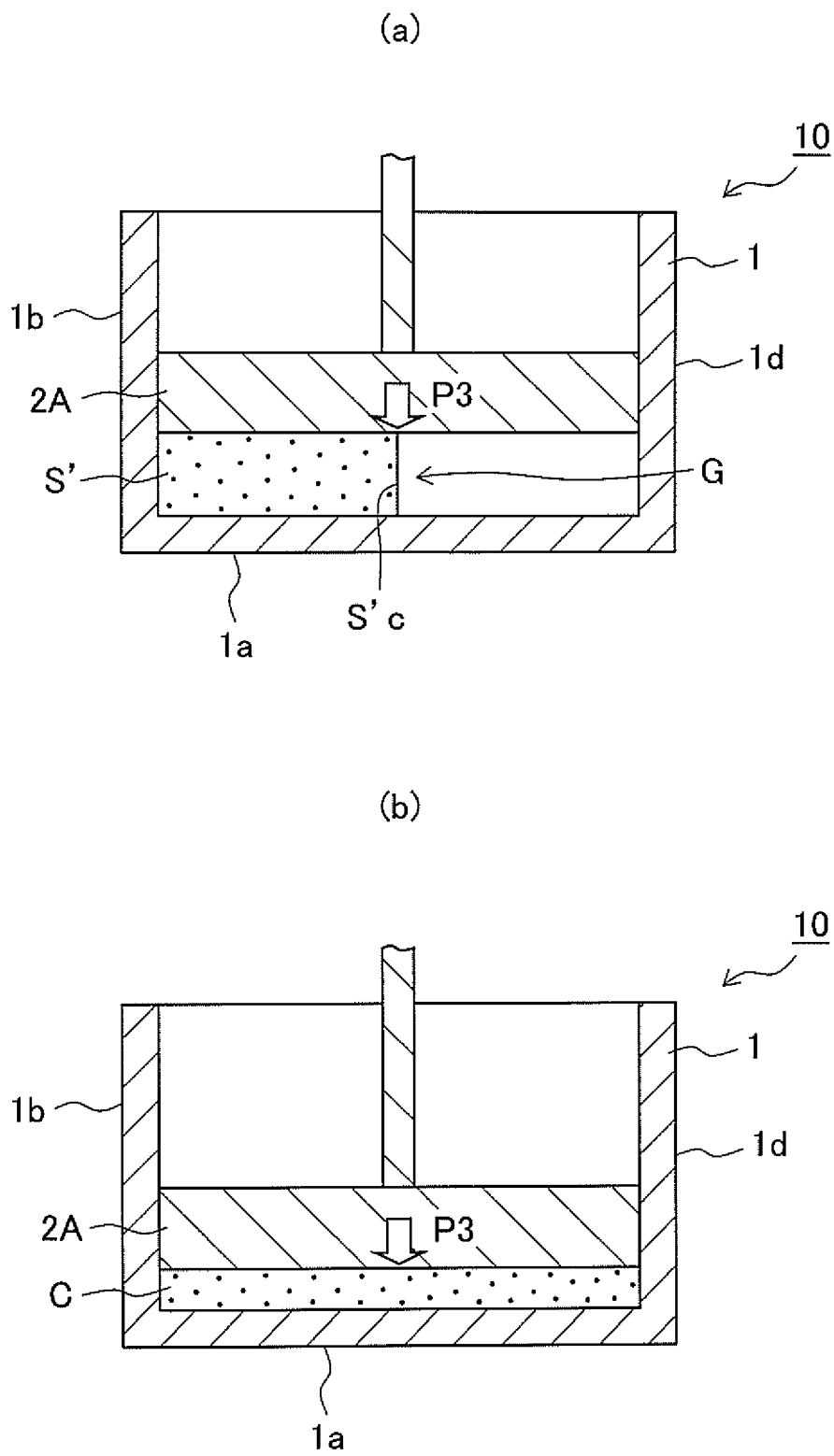
[図3]



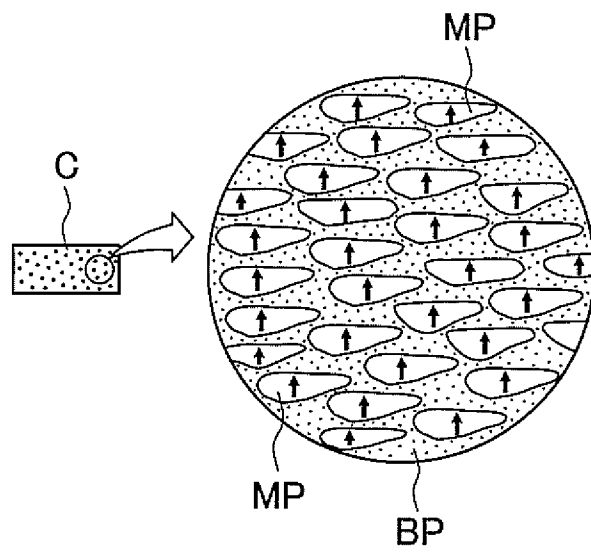
[図4]



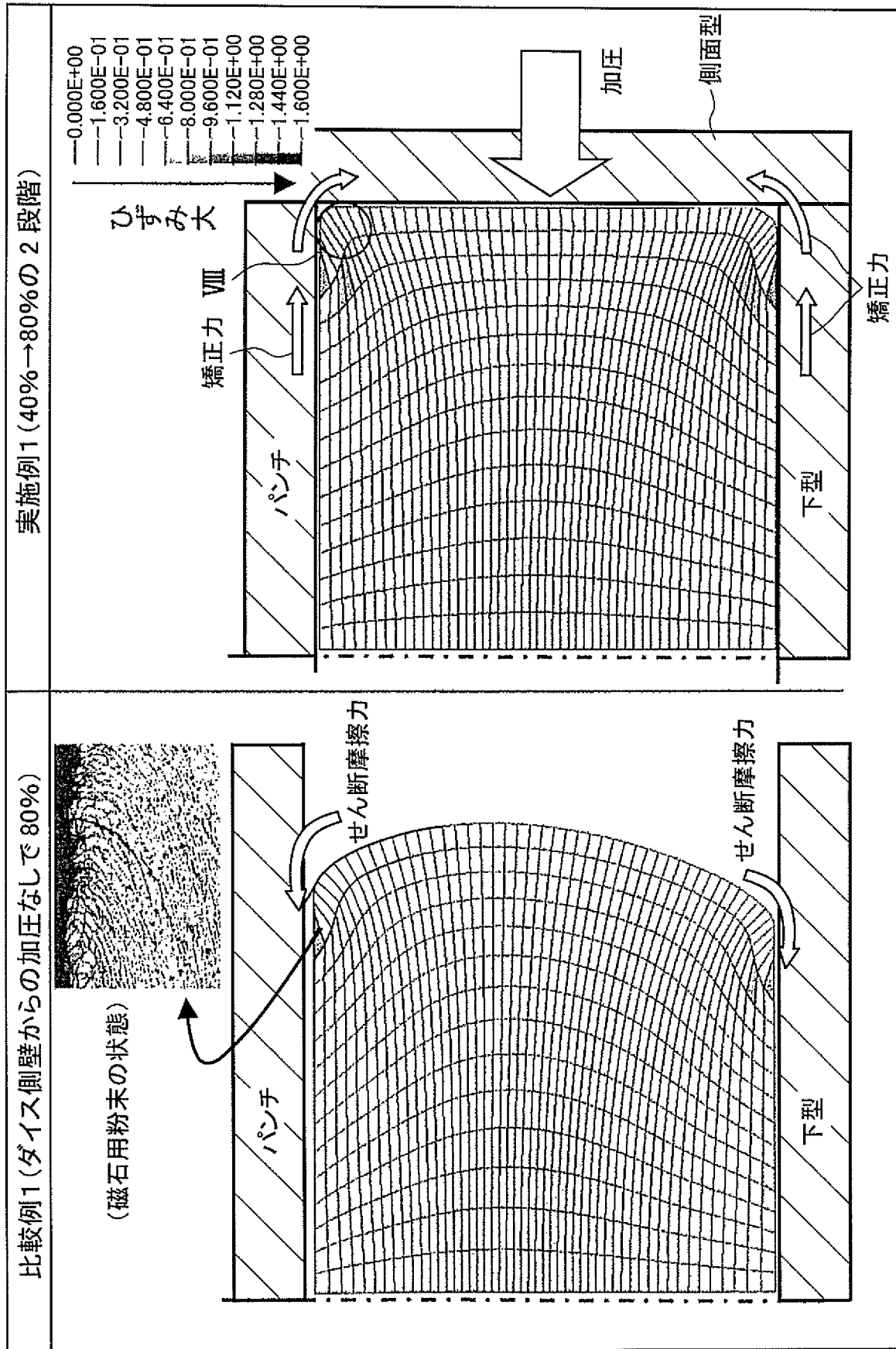
[図5]



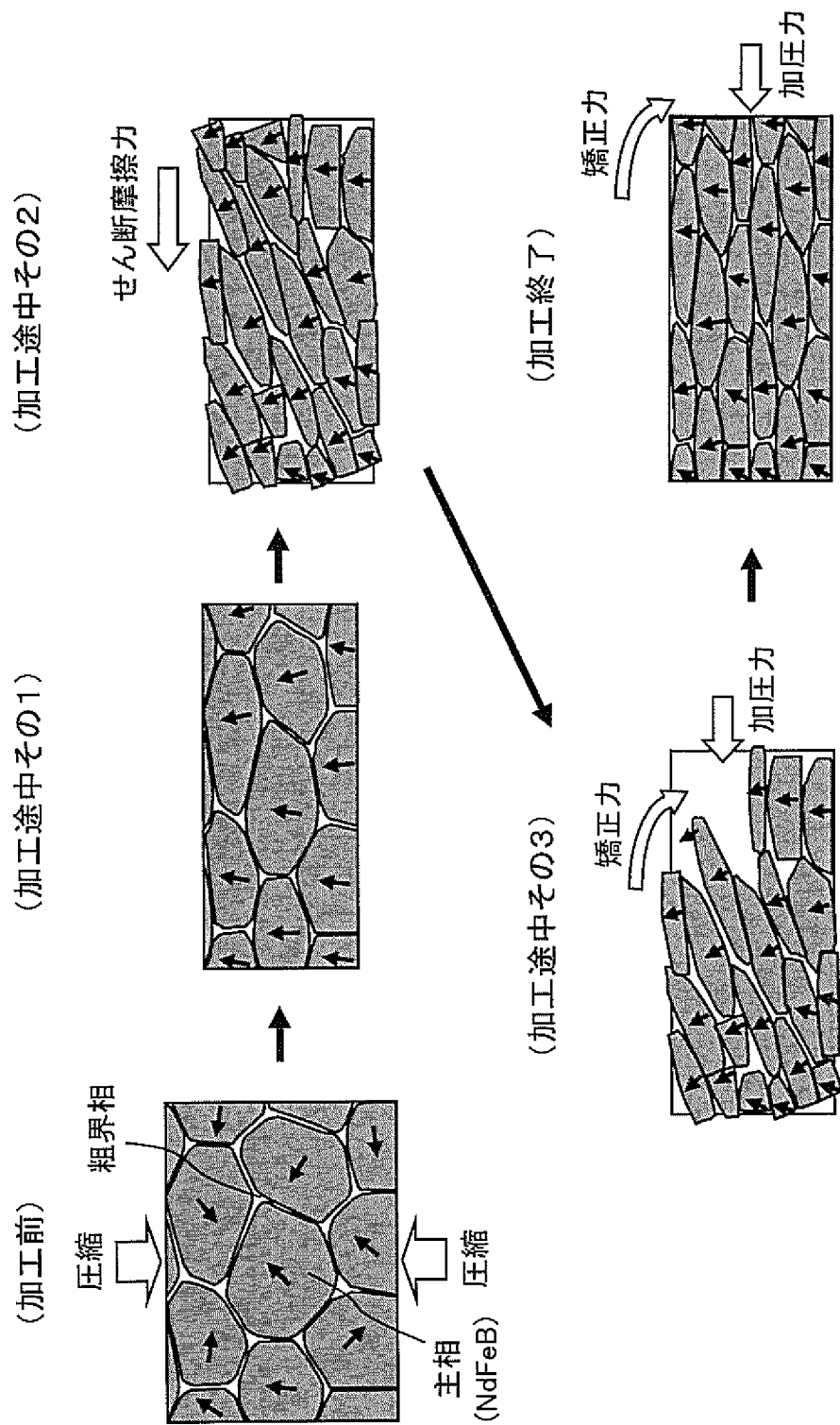
[図6]



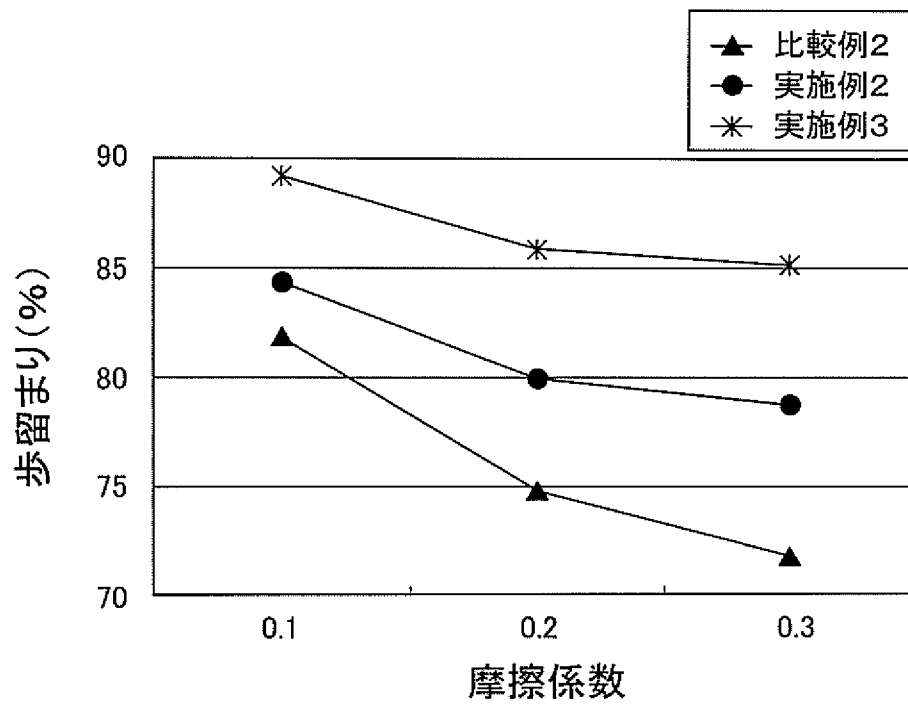
[図7]



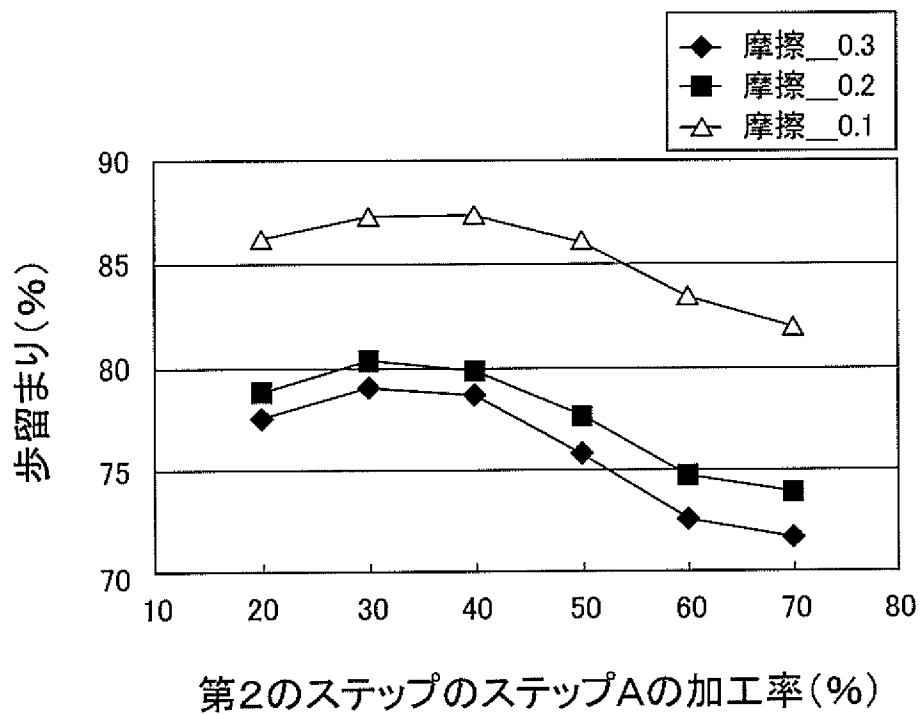
[図8]



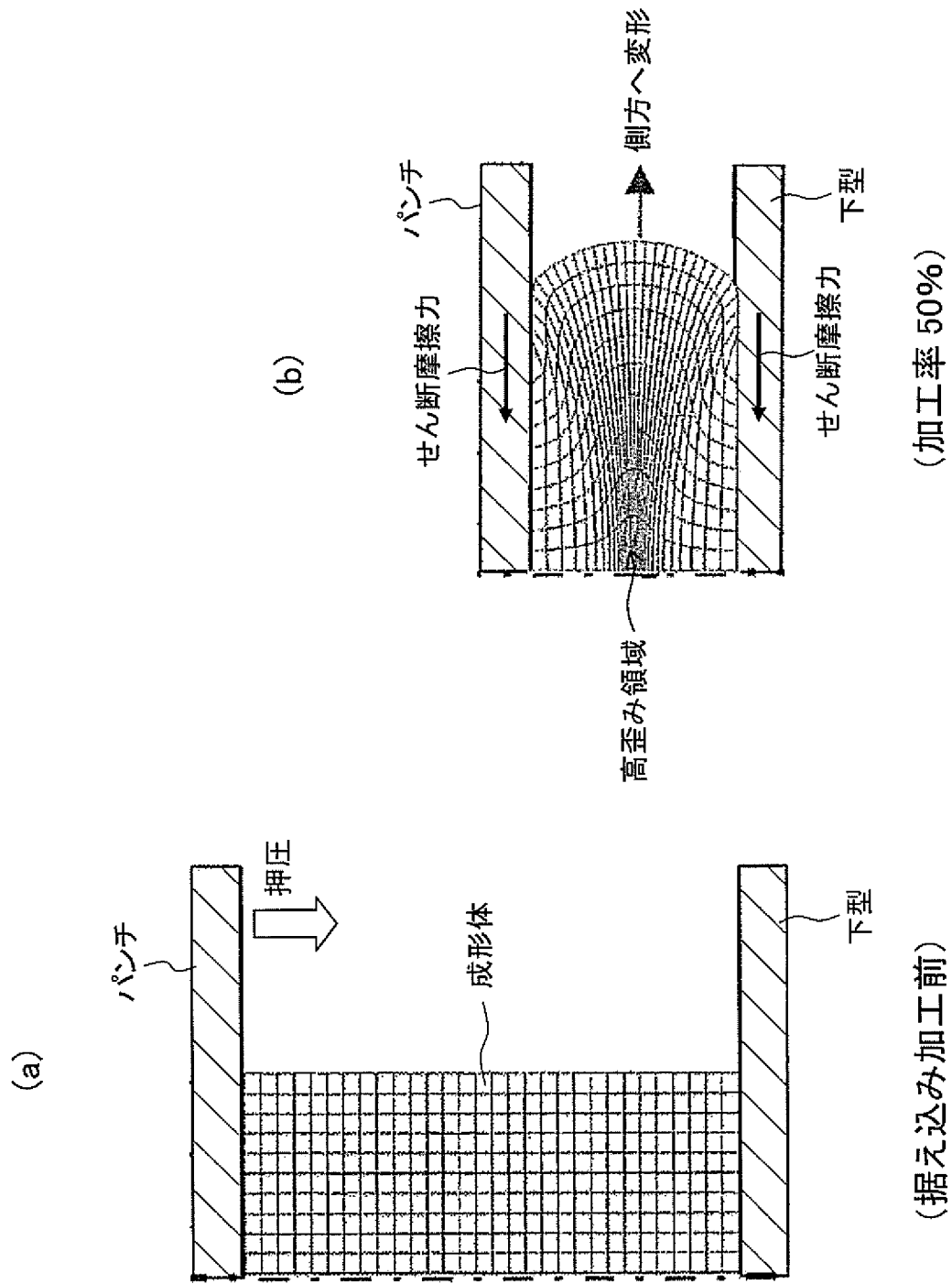
[図9]



[図10]



[図11]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/080974

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F41/02(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, B22F3/24(2006.01)i, H01F1/055(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01F1/00-1/117, H01F1/40, H01F41/00-41/04, H01F41/08-41/10, B22F1/00-9/30, C22C1/04-1/05, C22C5/00-25/00, C22C27/00-28/00, C22C30/00-30/06, C22C33/02, C22C35/00-45/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2008-505500 A (University of Dayton), 21 February 2008 (21.02.2008), paragraphs [0008] to [0031]; fig. 65 & US 2006/0005898 A1 & EP 1766641 A & WO 2006/004998 A2 & CA 2571401 A & CN 1985338 A	1-3
Y	JP 4-6811 A (Hitachi Metals, Ltd.), 10 January 1992 (10.01.1992), page 2, lower left column, line 1 to page 3, upper left column, line 12; fig. 1 to 2 (Family: none)	1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
12 February, 2014 (12.02.14)

Date of mailing of the international search report
25 February, 2014 (25.02.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/080974

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2-238611 A (Nippon Steel Corp.), 20 September 1990 (20.09.1990), page 3, upper left column, line 6 to page 4, upper right column, line 11; fig. 1(b) (Family: none)	1-3
Y	JP 10-284314 A (Masato SAGAWA), 23 October 1998 (23.10.1998), paragraph [0032]; fig. 6 (Family: none)	1-3
A	JP 2012-44021 A (Toyota Motor Corp.), 01 March 2012 (01.03.2012), paragraphs [0014] to [0019]; fig. 1 (Family: none)	1-3
A	JP 2003-86413 A (Sumitomo Special Metals Co., Ltd.), 20 March 2003 (20.03.2003), paragraphs [0088] to [0090]; fig. 5 (Family: none)	1-3
P,A	JP 2013-98486 A (Toyota Motor Corp.), 20 May 2013 (20.05.2013), paragraphs [0025] to [0057]; fig. 1 to 8 (Family: none)	1-3
P,A	JP 2013-98485 A (Toyota Motor Corp.), 20 May 2013 (20.05.2013), paragraphs [0030] to [0058]; fig. 1 to 5 (Family: none)	1-3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01F41/02(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, B22F3/24(2006.01)i, H01F1/055(2006.01)i,
H01F1/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01F1/00-1/117, H01F1/40, H01F41/00-41/04, H01F41/08-41/10, B22F1/00-9/30, C22C1/04-1/05,
C22C5/00-25/00, C22C27/00-28/00, C22C30/00-30/06, C22C33/02, C22C35/00-45/10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2008-505500 A（ユニバーシティ・オブ・デイトン）2008.02.21, 段落【0008】－【0031】、【図65】 & US 2006/0005898 A1 & EP 1766641 A & WO 2006/004998 A2 & CA 2571401 A & CN 1985338 A	1-3
Y	JP 4-6811 A（日立金属株式会社）1992.01.10, 第2頁左下欄第1行 －第3頁左上欄第12行, 第1図－第2図（ファミリーなし）	1-3
Y	JP 2-238611 A（新日本製鐵株式会社）1990.09.20, 第3頁左上欄第 6行－第4頁右上欄第11行, 第1図（b）（ファミリーなし）	1-3

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 2 . 0 2 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

2 5 . 0 2 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

田中 純一

5 D

9 0 7 4

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 5 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 10-284314 A (佐川真人) 1998. 10. 23, 段落【0032】、【図6】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2012-44021 A (トヨタ自動車株式会社) 2012. 03. 01, 段落【0014】－【0019】、【図1】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2003-86413 A (住友特殊金属株式会社) 2003. 03. 20, 段落【0088】－【0090】、【図5】 (ファミリーなし)	1-3
P, A	JP 2013-98486 A (トヨタ自動車株式会社) 2013. 05. 20, 段落【0025】－【0057】、【図1】－【図8】 (ファミリーなし)	1-3
P, A	JP 2013-98485 A (トヨタ自動車株式会社) 2013. 05. 20, 段落【0030】－【0058】、【図1】－【図5】 (ファミリーなし)	1-3