

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6595542号
(P6595542)

(45) 発行日 令和1年10月23日(2019.10.23)

(24) 登録日 令和1年10月4日(2019.10.4)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 F 41/02 (2006.01)
H O 1 F 1/057 (2006.01)
B 2 2 F 1/00 (2006.01)
B 2 2 F 3/00 (2006.01)
B 2 2 F 3/24 (2006.01)

H O 1 F 41/02 G
H O 1 F 1/057 1 7 O
B 2 2 F 1/00 Y
B 2 2 F 3/00 F
B 2 2 F 3/24 L

請求項の数 6 外国語出願 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2017-163156 (P2017-163156)
(22) 出願日 平成29年8月28日 (2017.8.28)
(65) 公開番号 特開2018-82146 (P2018-82146A)
(43) 公開日 平成30年5月24日 (2018.5.24)
審査請求日 平成29年11月14日 (2017.11.14)
(31) 優先権主張番号 201610776183.5
(32) 優先日 平成28年8月31日 (2016.8.31)
(33) 優先権主張国・地域又は機関
中国 (CN)

前置審査

(73) 特許権者 514130644
▲煙▼台正海磁性材料股▲ふん▼有限公司
中華人民共和国山▲東▼省▲煙▼海市▲開
発▼区珠江路22号
(74) 代理人 100126000
弁理士 岩池 満
(74) 代理人 100185269
弁理士 小菅 一弘
(72) 発明者 ワン チンカイ
中華人民共和国山▲東▼省▲煙▼海市▲開
発▼区珠江路22号
(72) 発明者 リー ドンドン
中華人民共和国山▲東▼省▲煙▼海市▲開
発▼区珠江路22号

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 R - F e - B系焼結磁石を製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

R F e B系焼結磁石を製造する方法であって、

1) R₁ F e B M焼結磁石を製造し、ただし、R₁が、希土類元素Nd、Pr、Tb、Dy、La、Gd、Hoのうちいずれか1種類又は数種類から選ばれ、R₁の含有量が27~34wt%であり、Bの含有量が0.8~1.3wt%であり、Mが、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ga、Cu、Si、Al、Zr、Nb、W、Moのうちいずれか1種類又は数種類から選ばれて含有量が0~5wt%であり、残りの量が、Feであることと、

2) 前記焼結磁石を順に酸溶液、脱イオン水を用いて洗浄して、乾燥処理をし、処理された磁石を得ることと、

3) 重希土類元素の粉末RX、有機固体の粉末EP、有機溶剤ETを用いてRXEスラリーを調製して、RXEスラリーを、処理された磁石の表面にしつらえ、熱で乾燥させて処理してからRXE層を形成し、RXE層のある処理された磁石を、処理されたユニットと称し、ただし、RXが、金属ジスプロシウム、金属テルビウム、水素化ジスプロシウム、水素化テルビウム、フッ化ジスプロシウム、フッ化テルビウムの少なくとも1種類の重希土類の粉末を含み、EPが、ロジン変性アルキド樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、ポリビニルブチラールの少なくとも1種類であり、ETが、エチルアルコール、エチルエーテル、ベンゼン、グリセリン、グリコールのうち少なくとも1種類であることと、

4) 3)において、前記処理されたユニットを容器内に置いて真空条件下で熱処理して

10

20

、熱処理温度を850～970、熱処理保温時間を0.5～48時間とし、保温過程が終了してから急冷して、その後、磁石に時効処理をして、時効温度を430～650の範囲内に制御して、時効時間を2～10時間とすることと、

を含み、

ステップ3)において、R X Eスラリー中のR Xの占める重量パーセントが65wt%～90wt%の範囲内である、R F e B系焼結磁石を製造する方法。

【請求項2】

R Xの粒度が100μm未満であることを特徴とする、請求項1に記載のR F e B系焼結磁石を製造する方法。

【請求項3】

ステップ3)において、処理された磁石の表面にしつらえたスラリーを熱で乾燥させた後に形成されるR X E層の厚さが3μm～500μmであることを特徴とする、請求項1に記載のR F e B系焼結磁石を製造する方法。

【請求項4】

ステップ3)において、前記処理された磁石は、少なくとも一方向の厚さが10mm未満であることを特徴とする、請求項1に記載のR F e B系焼結磁石を製造する方法。

【請求項5】

R Xの粒度が30μm未満であることを特徴とする、請求項2に記載のR F e B系焼結磁石を製造する方法。

【請求項6】

R X E層の厚さが10μm～200μmであることを特徴とする、請求項3に記載のR F e B系焼結磁石を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、R F e B系焼結磁石を製造する方法に関し、希土類永久磁石材料の分野に属するものである。

【背景技術】

【0002】

N d F e B系磁石は、その優れた性能ゆえに幅広く応用されているが、自動車分野や電子応用分野での省エネモータに対する需要によって、焼結ネオジム・鉄・ホウ素の市場応用はさらに拡大すると思われる。ネオジム・鉄・ホウ素材料の残留磁気と保磁力が向上したことは、そのモーター市場における急速な増加に寄与しているが、従来のプロセスによる保磁力の向上は、どうしても残留磁気を犠牲にすることを代償としていた上、保磁力を高めるためには必ず比重の大きな重希土類元素D y / T bを使用しなければならず、磁石のコストを激増させてしまっていたので、重希土類元素の使用量を低減することが希土類永久磁石の分野における研究の焦点となっていた。磁石のミクロ組織を分析することで、重希土類元素を粒界拡散することによって結晶粒境界のフリンジ電界を効果的に減少させられて、磁気交換結合作用を弱め、結晶粒境界を磁気硬化させることができ、磁石の残留磁気をほぼ低下させないという前提で、保磁力を大幅に向上させられることが確認されているが、かかる方法によっても磁石の性能を向上させて磁石のコストを効果的に制御することができる。

【0003】

粒界拡散法とは、N d F e B系焼結磁石の保磁力を高めるため、主に磁石の表面からD y又はT bの元素を粒界に沿って磁石の内部まで拡散させるものである。粒界の拡散を実現する複数種の方法が既に関開されているが、概ね次の2種類にまとめられる。一つは、蒸発法で、加熱することで重希土類元素に蒸気を形成させた後、磁石の内部までゆっくりと拡散するというものである(特許C N 1 0 1 6 5 1 0 3 8 B 2 0 0 7 . 3 . 0 1、C N 1 0 1 3 7 5 3 5 2 A 2 0 0 7 . 1 . 1 2を参照)。もう一つは、接触法で、磁石の表面に重希土類元素を配置した後、長時間低温焼結することで重希土類元素を粒界に

10

20

30

40

50

沿って浸入させることによって粒界の拡散を実現するというものである（特許CN100565719C 2006.2.28、CN101404195B 2007.11.16を参照）。これらの2通りの方法では、いずれも粒界を拡散するという効果を達成することができるが、これらのうち、蒸発法は、支持台等の部材で磁石と重希土類元素を隔離して、加熱することで重希土類元素に蒸気を形成させ、蒸気を磁石の周囲に拡散して磁石の内部までゆっくりと拡散するというものである。かかる方法を用いれば、炉体内で、高温で蒸発しにくい材料を用いて支持台を形成して磁石と重希土類元素が直接接触しないようにする必要があり、実際の取扱過程で支持台の配置が複雑となって、配置の際の困難さを大きく高める上、ラック等の部品が大きなスペースを占めるようになって装荷量が大幅に低下してしまう。また、蒸発環境が確実に清潔になるように、一般的にラック等の部品は飽和蒸気圧の低い材料で作られるので、処理設備のコストが大幅に増大することになる。また、蒸発法における蒸気の濃度は制御が困難で、温度が低すぎると、重希土類の蒸気が磁石の表面から磁石の内部まで拡散しにくくなって処理時間が大幅に延びることになる。温度が高すぎる場合、高濃度の重希土類の蒸気が形成される速度が、蒸気が拡散されて磁石に入る速度を超えることで、磁石の表面に重希土類元素の層が形成され、粒界拡散効果が達成されなくなる。接触法では、実際の生産過程で重希土類元素と磁石を直接接触させる方法が用いられて、埋込法が常用する方法とされ、重希土類元素を含む粒に磁石を埋め込んで熱処理装置において加熱処理をすることで重希土類元素が磁石の表面から磁石の内部まで拡散される。かかる方法では、過大な量の重希土類の粒が磁石と接触することにより、磁石の表面の状態が損なわれる一方で、磁石の表面に厚い重希土類の層が形成されるので、その後で機械で加工することによって大量の表皮をすり減らさなければ、磁石の性能、平行性、粗さなどの指標が保障されない。もう一つの方法は、スパッタリング、蒸着などの方法で磁石の表面に重希土類の金属膜を設けた後、熱処理装置において加熱処理をすることで重希土類を磁石の内部まで拡散させるものであるが、かかる方法では、処理量が小さく、処理コストが高いので、量産には不都合である。

【発明の概要】

【0004】

上記の技術的課題を解決するため、本発明では、次の事項を含むR Fe B系焼結磁石の製造方法を提供する。

すなわち、R Fe B系焼結磁石を製造する方法であって、

1) R_1 Fe B M焼結磁石を製造し、ただし、 R_1 が、希土類元素Nd、Pr、Tb、Dy、Gd、Hoのうちいずれか1種類又は数種類から選ばれ、 R_1 の含有量が27～34wt%であり、Bの含有量が0.8～1.3wt%であり、Mが、Ti、V、Cr、Mn、Co、Ga、Cu、Si、Al、Zr、Nb、W、Moのうちいずれか1種類又は数種類から選ばれて含有量が0～5wt%であり、残りの量が、Feであることと、

2) 前記焼結磁石を順に酸溶液、脱イオン水を用いて洗浄して、乾燥処理をし、処理された磁石を得ることと、

3) 重希土類元素の粉末RX、有機固体の粉末EP、有機溶剤ETを用いてRXEスラリーを備えて、RXEスラリーを、処理された磁石の表面にしつらえ、熱で乾燥させて処理してからRXE層を形成し、RXE層のある処理された磁石を、処理されたユニットと称し、ただし、RXが、金属ジスプロシウム、金属テルビウム、水素化ジスプロシウム、水素化テルビウム、フッ化ジスプロシウム、フッ化テルビウムの少なくとも1種類の重希土類の粉末を含み、EPが、ロジン変性アルキド樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、ポリビニルブチラルの少なくとも1種類であり、ETが、エチルアルコール、エチルエーテル、ベンゼン、グリセリン、グリコールのうち少なくとも1種類であることと、

4) 3)において表面にRXE層を設けた磁石に加熱処理をして、熱処理温度を850～970の範囲、処理時間を0.5～48hとし、最高温度の保温段階が終了してから急冷して、その後、磁石に時効処理をして、時効温度を430～650の範囲、時効時間を2～10時間とすることと、

を含むものである。

【0005】

本発明の創作点は、重希土類元素の粉末RX、有機固体の粉末EP、有機溶剤ETを用いてRXEスラリーとして備えて、均一に攪拌してから、処理された磁石の表面にしつらえ、熱で乾燥させて処理してから磁石の表面にRXE層を形成することで、磁石の表面に重希土類元素が配置されるという効果を実現する点にある。RXE層は、ハケ塗り、ディッピング、ローラー塗り、スプレー塗りなどの方法によって磁石の表面に設けてよく、RXE層の厚さ、均一性の制御可能性が高くて、脱落しにくく、量産化もしやすい。磁石の表面に設けたRXE層を熱で乾燥させて処理した後、粉末RXがEPに包まれて酸化しにくくなるので、長時間空気中に安定的に置くことができる。熱処理中にEP、ETが磁石から離れるので、磁石の炭素元素含有量が目立って高くなってしまいうこともない。

10

【0006】

好ましくは、前記ステップ3)において、RXEスラリーに使用中に攪拌処理をすることを要する。粉末RXの密度はEP、ETよりも遥かに大きいため、スラリー中に用いられる有機固体EPによって粉末RXの沈殿が明らかに防止されるものの、RXEスラリーは、やはり長時間安定、均一を保つことができないので、使用中のRXEスラリーに好ましくは同時に攪拌処理をする。

【0007】

好ましくは、前記ステップ3)において、RXEスラリー中のRXの占める重量パーセントを30wt%~90wt%の範囲内とする。RXEスラリー中のRXの占める重量パーセントが低すぎると、粉末RXの密度が大きいため、攪拌処理をしても、RXのRXEスラリー中における分布の均一性が劣化することになり、処理された磁石の表面に置かれるRXの分布も不均一になってしまう。逆に、RXEスラリー中のRXの占める重量パーセントが高すぎると、スラリーの流動性が悪くなって粘度が大きくなり、処理された磁石の表面に厚さが均一なRXE層を設けにくくなる。

20

【0008】

好ましくは、前記ステップ3)において、形状が規則的な方片形の磁石に対しては、RXEスラリーをハケ塗り、ローラー塗りによって磁石の表面にしつらえることが好ましく、形状が不規則な異型磁石に対しては、RXEスラリーをディッピング、スプレー塗りによって磁石の表面にしつらえることが好ましい。

【0009】

形状が規則的な方片形の磁石に対しては、RXEスラリーにハケ塗り、ローラー塗り、ディッピング、スプレー塗りをを用いても磁石の表面に厚さが均一なRXE層を形成することができ、磁石の表面の重希土類元素の粉末RXが磁石の表面に均一に分布する。一方、形状が不規則な異型磁石に対しては、ディッピング、スプレー塗りの方法を用いるとRXE層の均一な配置がより容易に実現される。

30

【0010】

好ましくは、前記ステップ3)において、重希土類元素の粉末RXの粒度を30 μ m未満に制御し、RXE層の厚さを10~200 μ mの範囲内とする。RXの粒度が30 μ m超だと、RXが沈殿しやすくなって、均一性の高いRXEスラリーが形成されにくくなり、磁石の表面にRXE層を設ける困難さも高まる上、コーティング層の厚さに対する制御が小さいと、コーティング層の表面に粒状の凸起が容易に形成されて、最終的に磁石の拡散均一性に影響する。RXE層の厚さを一定の範囲に制御するのは、次のためである。すなわち、RXE層の厚さが薄すぎると、RXE層中のRXの粒の粒度がコーティング層の厚さに近くなって、RXの粒の均一な分布を実現することが難しくなり、磁石全体で磁石に拡散される重希土類元素量の分布が不均一になってしまい、最終的に磁石の均一性が劣化してしまう。RXE層の厚さが厚すぎると、一方で、含まれるRXが過大な量となって、過大な量のRXが熱処理中に磁石の内部に完全には拡散されなくなり、磁石の表面に団粒を形成して磁石の表面を侵食し、磁石の表面の状態に影響する。他方では、含まれる有機物質EP、ETが過大な量となって、これによって、熱処理中に大量の有機物質が抜けてしまうことになり、熱処理装置に影響を及ぼす雰囲気が速やかに排出されなければ、磁

40

50

石の炭素元素、酸素元素が高くなって、最終的に磁石の性能に影響を及ぼしてしまう。

【0011】

前記ステップ3)において、ETは、エチルアルコール、ベンゼン、グリセリン、グリコールのうち少なくとも1種類であるが、エチルアルコールが好ましい。ベンゼン、グリセリン、グリコールは、エチルアルコールと比較して人体への危険性がより大きく、固化、熱処理の過程で大量のETが高温下で脱けてしまうので、ベンゼン、グリセリン、グリコールを用いて有機溶剤ETとすると、設備の密閉、排気能力、安全などについての要求もより高くなり、設備のコストが増大することになる。

【0012】

好ましくは、前記ステップ3)において、前記処理された磁石は、少なくとも一方向の厚さが10mm未満である。

10

【0013】

熱処理中に重希土類元素RXは、液相となった粒界によって磁石に拡散されるので、拡散過程では主に濃度差が駆動力となって、濃度差が低いと駆動力が小さくなってしまい、拡散もゆっくりになってしまう。磁石の厚さが10mm超だと、完全な拡散の実現が難しくなって、磁石の直角度等の磁気性能が劣化して、最終的には磁石の耐温性にも影響を及ぼしてしまう。

【0014】

本発明は、磁石の表面に重希土類元素の粉末RX、有機固体の粉末EP、有機溶剤ETをしつらえてRXEスラリーとして備え、熱で乾燥させて処理してから磁石の表面にRXE層を形成することを採用することで、磁石の表面に重希土類元素が配置されることを実現している。また、空気中に長時間安定的に置くことができ、熱処理中にEP、ETが磁石から離れるので、磁石の炭素含有量が目立って高くなってしまいうこともない。RX中の重希土類元素が磁石の内部に拡散されて、粒界の拡散が実現され、磁石の性能が向上するという効果が達成される。量産化の過程でRXEスラリーは、ハケ塗り、ディッピング、ローラー塗り、スプレー塗りなどの方法を用いて、処理された磁石の表面に設けてもよく、RXE層の厚さも制御可能で、自動化生産を実現しやすい上、磁石の形状による影響も小さい。

20

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明の原理及び特徴について説明するが、挙げられた事例は、本発明を解釈するためのものにすぎず、本発明の範囲を限定するためのものではない。

30

【0016】

実施例1

真空溶解炉を用いて不活性ガス保護下で配置した原材料を溶解し、厚さが0.1~0.5mmの範囲のRFeB合金の鱗片を形成して鱗片の金相粒界を明瞭にする。合金の鱗片は、機械で粉碎して水素化処理をしてから、窒素ジェットミルを用いてSMDが3.2μmまで破碎する。15kOeの磁場を用いて配向し、圧縮成形をして、コンパクトにして、コンパクト密度を3.95g/cm³にする。コンパクトにしたものを焼結炉中で真空焼結して、最高温度1080℃で330min焼結し、圧粉体を得る。圧粉体をマルチワイヤーで最終製品寸法の磁石にカットして、磁石の寸法を40mm*30mm*2.1mm、寸法公差を±0.03mmとする。磁石は、酸溶液、脱イオン水で表面を洗浄して乾燥処理をすると、処理された磁石M1を得られる。M1の成分については、下表を見られたい。

40

【0017】

重希土類元素の粉末TbH、ロジン変性アルキド樹脂、エチルアルコールを用いてRXEスラリーとして備え、その重量パーセントをそれぞれ60wt%、5wt%、35wt%とする。これらのスラリーを約60min攪拌してから、処理された磁石M1をその中にディッピングして約3秒後に取り出し、乾燥箱内に置いて70℃で約15min熱で乾燥させると、表面にRXE層が配置された処理された磁石を得られる。

50

【 0 0 1 8 】

表面に R X E 層が配置された処理された磁石を容器中に置き、熱処理装置において加熱処理をして 9 2 0 まで昇温した後、9 2 0 で 1 8 h 保温してから急冷し、急冷が終了してから 5 0 0 まで昇温して時効処理（時効処理とは、合金加工物に固溶化処理、冷間塑性変形又は鑄造、鍛造をした後で、高い温度に置くか又は室温を保ってその性能、形状、寸法を時間とともに変化させる熱処理プロセスをいう）をして、4 時間保温してから常温まで急冷すると、磁石 M 2 を得られる。

【 0 0 1 9 】

【表 1】

表1 磁石M2と拡散処理前の処理された磁石M1との性能比較

項目	密度	Br	Hc j	(BH) max	Hk/Hc j
単位	(g/cm ³)	kGs	kOe	MG0e	—
M2	7.56	13.87	22.79	46.35	0.95
M1	7.56	14.06	13.46	47.09	0.97

【 0 0 2 0 】

【表 2】

表2 磁石M2と拡散処理前の処理された磁石M1との主要成分比較

分析項目	B	Al	Co	Dy	Tb	Pr	Nd
M2 実測値%	0.97	0.1	0.89	0.51	0.48	4.71	25.65
M1 実測値%	0.97	0.1	0.9	0.52	0	4.72	25.67

【 0 0 2 1 】

表 1 と表 2 には、かかる方法を用いた M 2 を M 1 と比較したところ、残留磁気 B r が約 1 9 0 G s 低下して、H c j が約 9 . 3 3 K O e 増加しており、成分測定をしたところ、M 2 が M 1 より T b が約 0 . 4 8 w t % 増加していることが示されている。

【 0 0 2 2 】

10

20

30

40

【表 3】

表3 磁石M2と拡散処理前の処理された磁石M1とのCSON元素含有量の分析比較

項目	C	S%	O%	N%
M2実測値wt%	0.0742	0.0011	0.0999	0.0304
M1実測値wt%	0.0721	0.0009	0.0980	0.0321

10

【0023】

表3には、磁石の拡散前後のCSON元素含有量を比較分析したところ、C、Oの含有量にはいずれも明らかな上昇が見られないことが示されており、拡散中に殆どのロジン変性アルキド樹脂が拡散されて磁石に入ることがなかったことが示されている。

【0024】

実施例2

真空溶解炉を用いて不活性ガス保護下で配置した原材料を溶解し、厚さが0.1～0.5mmの範囲のRFeB合金の鱗片を形成して鱗片の金相粒界を明瞭にする。合金の鱗片は、機械で粉碎して水素化処理をしてから、窒素ジェットミルを用いてSMDが3.1μmまで破碎する。15kOeの磁場を用いて配向し、圧縮成形をして、コンパクトにして、コンパクト密度を3.95g/cm³にする。コンパクトにしたものを焼結炉中で真空焼結して、最高温度1085℃で330min焼結し、圧粉体を得る。圧粉体をマルチワイヤーで最終製品寸法の磁石にカットして、磁石の寸法を40mm×30mm×3mm、寸法公差を±0.03mmとする。磁石は、酸溶液、脱イオン水で表面を洗浄して乾燥処理をすると、処理された磁石M3を得られる。M3の成分については、下表を見られたい。

20

【0025】

重希土類元素の粉末TbH、ポリビニルブチラール、アルコールを用いてRXEスラリーとして備え、その重量パーセントをそれぞれ65wt%、6wt%、29wt%とする。これらのスラリーを約60min攪拌してから、処理された磁石M3をその中に置いてディッピングして約3秒後に取り出し、乾燥箱内に置いて70℃で約15min熱で乾燥させると、表面にRXE層が配置された処理された磁石を得られる。

30

【0026】

表面にRXE層が配置された処理された磁石を容器中に置き、熱処理装置において加熱処理をして930℃まで昇温した後、930℃で20h保温してから急冷し、急冷が終了してから520℃まで昇温して時効処理をして、4時間保温してから常温まで急冷すると、磁石M4を得られる。

40

【0027】

【表 4】

表4 磁石M4と拡散処理前の処理された磁石M3との性能比較

項目	密度	Br	Hc j	(BH)max	Hk/Hc j
単位	(g/cm ³)	kGs	kOe	MG0e	-
M4	7.56	14.19	24.32	48.25	0.95
M3	7.56	14.36	14.46	49.09	0.97

10

【 0 0 2 8 】

【表 5】

表5 磁石M4と拡散処理前の処理された磁石M3との主要成分比較

分析項目	B	Al	Co	Tb	Pr	Nd
M4 実測値%	0.97	0.15	0.8	0.92	4.72	25.63
M3 実測値%	0.97	0.15	0.8	0.5	4.72	25.67

20

30

【 0 0 2 9 】

表4と表5には、かかる方法を用いたM4をM3と比較したところ、残留磁気Brが約170Gs低下して、Hc jが約9.86KOe増加しており、成分測定をしたところ、M3がM4よりTbが約0.42wt%増加していることが示されている。

【 0 0 3 0 】

【表 6】

表6 磁石M4と拡散処理前の処理された磁石M3とのCSON元素含有量の分析比較

項目	C	S%	O%	N%
M4実測値 wt%	0.0721	0.0014	0.0673	0.0312
M3実測値 wt%	0.0678	0.0012	0.0636	0.0298

40

【 0 0 3 1 】

50

表 6 には、磁石の拡散前後の C S O N 元素含有量を比較分析したところ、C、O の含有量にはいずれも明らかな上昇が見られないことが示されており、拡散中に殆どのポリビニルブチラールが拡散されて磁石に入ることがなかったことが示されている。

【 0 0 3 2 】

実施例 3

真空溶解炉を用いて不活性ガス保護下で配置した原材料を溶解し、厚さが 0 . 1 ~ 0 . 5 mm の鱗片を形成して、得られた R F e B 合金の鱗片の金相粒界を明瞭にする。合金の鱗片は、H D、ジェットミルをしてから、得られたジェットミル粉末の粒度を S M D = 3 . 2 μ m とする。ジェットミル粉末をミックスしてから 1 5 K O e の磁場を用いて配向し、圧縮成形をして、コンパクトにして、コンパクト密度を 3 . 9 5 g / c m ³ にする。コンパクトにしたものを焼結炉中で真空焼結して、1 0 8 5 で 3 0 0 m i n 焼結し、圧粉体を得る。圧粉体をマルチワイヤーで最終製品寸法の磁石にカットして、磁石の寸法を 4 0 mm * 2 5 mm * 4 . 5 mm、公差を \pm 0 . 0 3 mm とする。磁石は、酸溶液、脱イオン水で表面を洗浄して乾燥処理をすると、処理された磁石 M 5 を得られる。M 5 の成分については、表 6 を見られたい。

【 0 0 3 3 】

T b F と T b を混合した重希土類元素の粉末、ポリビニルブチラール、アルコールを用いて R X E スラリーとして備え、その重量パーセントをそれぞれ 6 0 w t %、6 w t %、3 4 w t % とし、T b F と T b を混合した重希土類元素の粉末の最大粉末粒径を 1 8 μ m 未満とする。これらのスラリーを約 6 0 m i n 攪拌してから、処理された磁石 M 5 にスプレー塗り装置を用いて R X E スラリーの層をスプレー塗りし、乾燥箱内に置いて 9 0 で約 1 5 m i n 熱で乾燥させると、表面に R X E 層が配置された処理された磁石を得られる。ただし、M 5 は、スプレー塗り前と比較して 1 . 0 2 w t % 重量が増加する。

【 0 0 3 4 】

熱で乾燥させた後の処理された磁石を熱処理装置中に置いて 9 3 0 まで昇温した後、9 3 0 で 2 5 h 保温してから急冷し、急冷が終了してから 5 4 0 まで昇温して時効処理をして、4 時間時効処理をしてから常温まで急冷すると、磁石 M 6 を得られる。

【 0 0 3 5 】

【表 7】

表 7 磁石 M 6 と拡散処理前の処理された磁石 M 5 との性能比較

項目	密度	Br	Hc j	(BH) max	Hk/Hc j
単位	(g/cm ³)	kGs	kOe	MG0e	—
M6	7.58	14.16	25.22	47.87	0.94
M5	7.57	14.31	15.42	48.73	0.98

【 0 0 3 6 】

【表 8】

表8 磁石M6と拡散処理前の処理された磁石M5との主要成分比較

分析項目	B	Al	Co	Dy	Tb	Pr	Nd
M6 実測値 %	0.98	0.1	0.6	0.68	0.91	5.87	22.37
M5 実測値 %	0.99	0.1	0.6	0.70	0.5	5.88	22.40

10

【0037】

表7と表8には、かかる方法を用いたM6をM5と比較したところ、残留磁気Brが約150Gs低下して、Hcjが約9.8KOe増加しており、成分測定をしたところ、M6がM5よりTbが約0.41wt%増加していることが示されている。磁石が厚いため、今回の930の熱処理での保温時間25hは、実施例1と実施例2より明らかに長い。

20

【0038】

【表 9】

表9 磁石M6と拡散処理前の処理された磁石M5とのCSON元素含有量の分析比較

項目	C	S%	O%	N%
M6 実測値 wt%	0.0873	0.0017	0.0883	0.0334
M5 実測値 wt%	0.0798	0.0019	0.0857	0.0301

30

【0039】

表9には、磁石の拡散前後のCSON元素含有量を比較分析したところ、C、Oの含有量にはいずれも明らかな上昇が見られないことが示されており、拡散中に殆どのポリビニルブチラルが拡散されて磁石に入ることがなかったことが示されている。

【0040】

以上の記載は、本発明の望ましい実施形態であるにすぎず、本発明を限定するためのものではないので、およそ本発明の趣旨及び原則の中で行われるいかなる修正、均等な置換、改良などもすべて本発明の保護範囲内に含まれるべきものである。

40

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
B 2 2 F	3/02	(2006.01)	B 2 2 F	3/24 B
C 2 2 C	38/00	(2006.01)	B 2 2 F	3/24 K
			B 2 2 F	3/02 M
			C 2 2 C	38/00 3 0 4
			C 2 2 C	38/00 3 0 3 D

(72)発明者 ゲン グオチアン
中華人民共和国山 東 省 煙 台市 開発 区珠江路22号

(72)発明者 チャン ミンジエ
中華人民共和国山 東 省 煙 台市 開発 区珠江路22号

審査官 木下 直哉

(56)参考文献 国際公開第2011/122667(WO, A1)
特開2014-236221(JP, A)
特開2005-344165(JP, A)
特開2015-201546(JP, A)
国際公開第2011/108704(WO, A1)
特開2016-122863(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H 0 1 F 4 1 / 0 2
H 0 1 F 1 / 0 5 7
B 2 2 F 1 / 0 0
B 2 2 F 3 / 0 0
B 2 2 F 3 / 0 2
B 2 2 F 3 / 2 4
C 2 2 C 3 8 / 0 0