

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0133552 (43) 공개일자 2014년11월19일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) H01F 1/08 (2006.01) H01F 1/057 (2006.01) H01F 41/02 (2006.01)		(71) 출원인 제이엑스 닛코 닛세키 킨조쿠 가부시카이가이사 일본국 도쿄도 치요다쿠 오테마치 2초메 6반 3고
(21) 출원번호 10-2014-7024940		(72) 발명자 신도 유이치로 일본 이바라키켄 기타이바라키시 하나카와쵸 우스바 187반치 4 제이엑스 닛코 닛세키 킨조쿠 가부시카이가이사 이소하라고쵸 나이
(22) 출원일자(국제) 2012년08월31일 심사청구일자 2014년09월04일		(74) 대리인 특허법인코리아나
(85) 번역문제출일자 2014년09월04일		
(86) 국제출원번호 PCT/JP2012/072102		
(87) 국제공개번호 WO 2013/125075 국제공개일자 2013년08월29일		
(30) 우선권주장 JP-P-2012-037546 2012년02월23일 일본(JP)		

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 네오디뮴계 희토류 영구 자석 및 그 제조 방법

(57) 요약

가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.9 wt% 이상인 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석.
본 발명은, 네오디뮴계 희토류 영구 자석에 있어서, 자성 재료를 고순도화함으로써, 자기 특성을 각별히 향상시킬 수 있고, 나아가서는, 자성 재료 특유의 약점인 내열성, 내식성을 개선한 고성능의 네오디뮴계 희토류 영구 자석을 제공하는 것을 과제로 한다.

특허청구의 범위

청구항 1

가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.9 wt % 이상인 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.99 wt % 이상인 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.999 wt % 이상인 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

동일 조성의 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석에 비해, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 의 증가율이 10 % 이상인 것을 특징으로 하는 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

동일 조성의 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석에 비해, 내열 온도의 상승률이 10 % 이상인 것을 특징으로 하는 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석.

청구항 6

네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.9 % 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.99 % 이상으로 하고, 다음으로, 이 정제한 네오디뮴, 정제한 철, 보론을 배합한 배합물을 진공 용해하여 잉곳으로 하고, 이 잉곳을 분쇄하여 분말화한 후, 이것을 프레스에 의해 성형하고, 그 후, 이 성형체를 소결, 열처리를 실시한 후, 이 소결체를 표면 가공하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 보론 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.9 % 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 8

제 6 항에 있어서,

네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.99 % 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.99 % 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 9

제 6 항에 있어서,

네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.999 % 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.999 % 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 10

제 6 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

디스프로슘 원료를 진공 증류에 의해 순도 99.9 % 이상으로 하고, 이 정제한 디스프로슘을 상기 배합물에 첨가한 것을 진공 용해하여 잉곳으로 하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 11

제 6 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

표면 가공 후에, 금속 도금을 실시하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은, 자석 재료를 고순도화함으로써, 종래에 비해 자기 특성을 각별히 향상시킨 고순도 네오디뮴계 희토류 영구 자석 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근, 영구 자석은 비약적인 진보에서 발단되어 다양한 분야로 응용되고, 그 성능의 향상과 새로운 기기의 개발이 나날이 이루어지고 있다. 특히, 에너지 절약이나 환경 대책의 관점에서, IT, 자동차, 가전, FA 분야 등에 대한 보급이 급격히 증가하고 있다.

[0003] 영구 자석의 용도로서, PC 에서는, 하드 디스크 드라이브용 보이스 코일 모터나 DVD/CD 드라이브용 광픽업, 휴대 전화에서는, 마이크로 스피커나 바이브레이션 모터, 가전이나 산업 기기 관련에서는, 서보 모터나 리니어 모터 등의 각종 모터가 있다. 또한, HEV 등의 전기 자동차에는, 1 대당 100 개 이상의 영구 자석이 사용되고 있다.

[0004] 영구 자석으로서, 알니코 (Alnico) 자석, 페라이트 (Ferrite) 자석, 사마륨 코발트 (SmCo) 자석, 네오디뮴 (NdFeB) 자석 등이 알려져 있다. 최근에는, 특히 네오디뮴 자석의 연구 개발이 활발하고, 고성능화를 위해 다양한 대책이 실시되고 있다. 네오디뮴 자석은 통상, 강자성의 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_4$ 금속간 화합물 (주상), 상자성의 B 리치상, 비자성의 Nd 리치상, 또한 불순물로서의 산화물 등으로 구성되어 있다. 이것에 추가로 여러 가지 원소를 첨가하는 등, 자기 특성을 개선시키는 대책이 실시되고 있다.

[0005] 예를 들어, 특허문헌 1 에는, R-Fe-B 계 희토류 영구 자석 (R 은, Nd, Pr, Dy, Tb, Ho 중의 1 종 또는 2 종 이상) 에, Co, Al, Cu 및 Ti 를 동시에 첨가함으로써, 자기 특성을 현저히 개량하는 것이 개시되어 있고, 또한, 특허문헌 2 에는, 조성을 조정하면서 Ga 를 첨가함으로써, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 를 42 MGOe 이상으로 하는 것이 개시되어 있다.

[0006] 자기 특성을 향상시키기 위해, 그 외에도, 자기 특성을 저하시키는 요인인 불순물의 산소를 적당한 양 도입하는 방법 (특허문헌 3), 적당량 첨가한 불소가 자석의 입계 부분에 편재함으로써 주상 결정립의 성장을 억제하여 보자력을 상승시키는 방법 (특허문헌 4), 자기 특성을 저하시키는 B 리치상이나 R 리치상을 저감시키고, 주상의 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 상을 증가시킴으로써 자석의 성능을 향상시키는 방법 (특허문헌 5) 등이 알려져 있다.

[0007] 이와 같이, 자기 특성을 향상시키기 위해, 새로운 종류의 성분 원소 (희토류 원소, 천이 금속 원소, 불순물 원소 등) 를 첨가하거나, R-Fe-B 계 희토류 영구 자석의 조성을 조정하거나, 그 외에도 결정 배향을 조정하는 등, 자기 특성을 개선하는 시도가 실시되고 있는데, 이러한 방법은 모두 제조 공정을 번잡하게 하므로, 안정적인 양산에 적합하다고는 할 수 없다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 2000-331810호

(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 평6-231921호

(특허문헌 0003) 일본 공개특허공보 2005-51002호

(특허문헌 0004) 국제공개공보 W02005/123974호

(특허문헌 0005) 일본 공개특허공보 평7-45413호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은, 네오디뮴계 희토류 영구 자석에 있어서, 자석 재료를 고순도화함으로써, 자기 특성을 각별히 향상시킬 수 있고, 나아가서는, 자성 재료 특유의 약점인 내열성, 내식성을 개선한 고성능의 네오디뮴계 희토류 영구 자석을 제공하는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명자들은 예의 연구를 실시한 결과, 고순도의 Nd, Fe, B 등을 사용함으로써, 제조 공정을 번잡하게 하지 않고, 종래의 네오디뮴계 희토류 영구 자석에 비해, 자기 특성을 각별히 향상시킬 수 있고, 또, 내열성이나 내식성 등을 개선할 수 있는 것을 알아냈다.

[0011] 이러한 지견에 기초하여, 본 발명은,

[0012] 1) 가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.9 wt% 이상인 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석,

[0013] 2) 가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.99 wt% 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석,

[0014] 3) 가스 성분 및 성분 원소를 제외한 순도가 99.999 wt% 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석,

[0015] 4) 동일 조성의 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석에 비해, 최대 에너지곱 (BH)_{max}의 증가율이 10% 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1) ~ 3) 중 어느 하나에 기재된 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석,

[0016] 5) 동일 조성의 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석에 비해, 내열 온도의 상승률이 10% 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1) ~ 4) 중 어느 하나에 기재된 Nd-Fe-B 계 희토류 영구 자석을 제공한다.

[0017] 또, 본 발명은,

[0018] 6) 네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.9% 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.99% 이상으로 하고, 다음으로, 이 정제한 네오디뮴, 정제한 철, 보론을 배합한 배합물을 진공 용해하여 잉곳으로 하고, 이 잉곳을 분쇄하여 분말화한 후, 이것을 프레스에 의해 성형하고, 그 후, 이 성형체를 소결, 열처리를 실시한 후, 이 소결체를 표면 가공하는 것을 특징으로 하는 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법,

[0019] 7) 상기 보론 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.9% 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 상기 6)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법,

[0020] 8) 네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.99% 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.99% 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 상기 6)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법,

[0021] 9) 네오디뮴 원료를 용융염 전해에 의해 순도 99.999% 이상, 철 원료를 수용액 전해에 의해 99.999% 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 상기 6)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법,

[0022] 10) 디스프로슘 원료를 진공 증류에 의해 순도 99.9% 이상으로 하고, 이 정제한 디스프로슘을 상기 배합물에 첨가한 것을 진공 용해하여 잉곳으로 하는 것을 특징으로 하는 상기 6) ~ 9)에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법,

[0023] 11) 표면 가공 후에, 금속 도금을 실시하는 것을 특징으로 하는 상기 6) ~ 10) 중 어느 하나에 기재된 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제조 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0024] 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 제조 프로세스를 번잡하게 하지 않고, 자기 특성을 각별히 향상시키는 것을 가능하게 하고, 나아가서는, 자성 재료 특유의 약점인 내열성, 내식성을 개선할 수 있다는, 우수한 효과를 갖는다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0025] 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 가스 성분을 제외한 순도가 99.9 wt % 이상이다. 바람직하게는 99.99 wt % 이상, 더욱 바람직하게는 99.999 wt % 이상이다.

[0026] 일반적으로, 어느 정도의 산소, 질소, 수소, 카본 등의 가스 성분은 다른 불순물 원소에 비해 많이 혼입된다. 이들 가스 성분의 혼입량은 적은 것이 바람직한데, 통상 혼입되는 정도의 양이면, 본 발명의 목적을 달성하기 위해서는, 특별히 유해해지지 않는다.

[0027] 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, Nd, Fe, B 가 전형적인 성분이지만, 추가적인 자기 특성의 향상이나 내식성 등의 개선을 위해, 첨가 성분으로서, Dy, Pr, Tb, Ho 등의 희토류 원소나, Co, Ni, Al 등의 천이 금속 원소를 함유해도 된다. 단, 이들 첨가 성분은, 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도로부터 제외된다. 즉, 불순물에는 카운트하지 않는 것은 말할 필요도 없다.

[0028] 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 고순도의 Nd, Fe, B 를 원료로서 사용함으로써, 특별히 번잡한 프로세스를 거치지 않고, 자기 특성 등을 각별히 향상시키는 것이다. 따라서, 종래와 같이 희토류 영구 자석의 성분 조성을 조정함으로써, 자기 특성을 향상시키는 것은 아니기 때문에, 영구 자석으로서 통상의 자기 특성을 갖는 것이면, 성분 조성에 특별히 제한은 없다.

[0029] 본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 지금까지 알려져 있는, 동일한 조성의 희토류 영구 자석과 비교하여 우수한 자기 특성을 갖는다. 희토류 영구 자석으로서, 31Nd-68Fe-1B (용도 : MRI), 26Nd-5Dy-68Fe-1B (용도 : OA 기기 서보 모터), 21Nd-10Dy-68Fe-1B (용도 : 하이브리드카용 모터) 등이 알려져 있지만, 이들 모두에 있어서, 성분 원소를 고순도화함으로써, 종래의 것보다 자기 특성이나 내열 특성을 향상시킬 수 있다.

[0030] 본 발명의 고순도 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 동일 조성의 네오디뮴계 희토류 영구 자석에 비해, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 의 증가율이 10 % 이상인 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는 20 % 이상, 더욱 바람직하게는 30 % 이상이다. 또, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 는, 잔류 자속 밀도 (B) 와 보자력 (H) 의 곱이다.

[0031] 또한, 본 발명의 고순도 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 동일 조성의 네오디뮴계 희토류 영구 자석에 비해, 내열 온도의 상승률이 10 % 이상인 것이 바람직하다. 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 용도에 따라서는 내열성이 요구된다. 일반적으로 디스프로슘 등을 첨가함으로써, 내열 온도를 상승시키는 것이 실시되고 있지만, 본 발명에서는 이러한 원소를 첨가하지 않고, 내열성을 향상시킬 수 있다는 우수한 효과를 갖는다.

[0032] 네오디뮴계 희토류 영구 자석은 일반적으로, 물러서 갈라지기 쉽고, 내식성이 열등하여 쉽게 녹스는 것이 알려져 있다. 또한, 내열성이 열등하여 고온 영역에서 감자 (減磁) 하는 것이 알려져 있다. 본 발명에 있어서, 자성 재료를 고순도화함으로써, 번잡한 프로세스를 거치지 않고 저비용으로, 이들 범용 자성 재료의 약점인 가공성, 내식성, 내열성 등을 비약적으로 향상시킬 수 있는 것이 판명되었다.

[0033] 또한, 내식성이나 취성을 저감시키기 위해, 일반적으로 희토류 영구 자석을 니켈 등의 금속으로 도금하는 것이 알려져 있지만, 본 발명은 이들 도금 처리를 실시하는 공정을 생략할 수 있다. 한편, 이들 기술을 조합함으로써, 내식성이나 가공성 등을 더욱 향상시킬 수 있다.

[0034] 이하에 제조 방법의 상세를 설명하지만, 이 제조 방법은, 대표적이고 또한 바람직한 예를 나타내는 것이다. 즉, 본 발명은 이하의 제조 방법에 제한되는 것이 아니라, 다른 제조 방법이어도, 본원 발명의 목적과 조건을 달성할 수 있는 것이면, 그들 제조법을 임의로 채용할 수 있는 것은 용이하게 이해된다.

[0035] 먼저, 시판되는 Nd 원료 (순도 2N 레벨), 시판되는 Fe 원료 (순도 2 ~ 3N 레벨), 시판되는 B 원료 (순도 2N 레벨) 를 준비한다. 또한 경우에 따라, 첨가 성분으로서의, 시판되는 Dy 원료 (순도 2N 레벨) 등을 준비한다.

[0036] 이어서, Nd 원료, B 원료를 용융염 전해함으로써, 모두 순도 3N ~ 5N 레벨의 Nd, 순도 3N ~ 5N 레벨의 B 가 얻어진다. 또한, Fe 원료를 수용액 전해함으로써, 순도 4N ~ 5N 레벨의 Fe 가 얻어진다.

[0037] 또, 함유량이 적은 성분, 예를 들어 B 등에 대해서는 고순도화하지 않고 그대로 사용하는 것도 가능하다.

[0038] 이들 고순도의 원료를 원하는 조성이 되도록 칭량한다. 이 때, 조성은 용도에 따라 적절히 결정할 수 있다.

일례로서, Nd 27 ~ 30 wt%, Dy 2 ~ 8 wt%, B 1 ~ 2 wt%, Fe 60 ~ 70 wt% 가 되도록, 원료를 배합할 수 있다.

[0039] 이어서, 이들 원료를 고주파 용해로에서, 가열 용해하여 잉곳을 형성한다. 또, 가열 온도는 1250 °C ~ 1500 °C 정도로 하는 것이 바람직하다. 그 후, 이 잉곳을 제트 밀 등의 공지된 수법을 사용하여 분쇄한다.

이 때, 혼합 중의 산화 문제를 고려하면, 불활성 가스 분위기 중 또는 진공 중에서 혼합하는 것이 바람직하다. 분쇄 분말의 평균 입경은 3 ~ 5 μm 정도로 하는 것이 바람직하다.

[0040] 이어서, 합금화한 분쇄 분말을 자장 프레스기에 의해 성형한다. 이 때, 자장 강도 10 ~ 40 KOe, 성형 밀도 3 ~ 6 g/cc 로 하는 것이 바람직하다. 또한, 고성능의 영구 자석의 경우에는, 질소 분위기에서 성형하는 것이 바람직하다.

[0041] 다음으로, 얻어진 성형체를 소결로에서 소결하고, 그 후, 이 소결체를 열처리로에서 열처리한다. 이 때, 소결로의 온도를 1000 °C ~ 1300 °C 정도로 하고, 또한 열처리로의 온도를 500 °C ~ 1000 °C 정도로 하는 것이 바람직하다. 각각의 노 내의 분위기는, 진공 중에서 실시하는 것이 바람직하다. 또, 소결과 열처리를 동일한 노 내에서 실시하는 것도 가능하다.

[0042] 다음으로, 얻어진 소결체를 슬라이싱 머신 등 공지된 수법을 사용하여 절단 가공한 후, 표면이나 외주 부분을 연마기나 연삭반을 사용하여 최종 표면 처리를 실시한다. 그 후, 필요에 따라, 표면에 니켈이나 구리 등에 의해 금속 도금을 실시할 수 있다. 도금 방법은, 공지된 수법을 사용할 수 있다. 도금 두께는 10 ~ 20 μm 로 하는 것이 바람직하다.

[0043] 이상에 의해, 가스 성분을 제외한 순도가 99.9 wt% 이상의 네오디뮴계 희토류 영구 자석을 얻을 수 있다. 또 상기에서는, 잉곳을 분쇄하고, 그 분쇄 분말을 소결하여, 희토류 영구 자석을 제조하는 예를 나타냈지만, 잉곳을 분쇄하지 않고, 성형한 잉곳을, 그대로 희토류 영구 자석으로 하는 것도 가능하다.

[0044] 이러한 고순도의 희토류 영구 자석은 종래의, 동일 조성을 갖는 희토류 영구 자석에 비해, 자기 특성을 향상시킬 수 있고, 또한, 내열성, 내식성 등을 개선할 수 있다. 본 발명의 고순도의 희토류 영구 자석은, Nd, Fe, B 를 성분으로서 함유하는 모든 영구 자석에 적용할 수 있다. 따라서, 다른 성분, 함유량에 대해서는, 특별히 제한이 없는 것은 용이하게 이해할 수 있을 것이다. 요컨대, 이미 공지된 성분으로 이루어지는 희토류 영구 자석에 특히 유용하다.

[0045] 실시예

[0046] 다음으로, 본 발명의 실시예에 대해서 설명한다. 또, 본 실시예는 어디까지나 일례이며, 이 예에 제한되는 것은 아니다. 즉, 본 발명의 기술 사상의 범위에 포함되는 실시예 이외의 양태 또는 변형을 모두 포함하는 것이다.

[0047] [조성 : 31Nd-68Fe-1B]

[0048] (실시예 1)

[0049] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 3N 레벨로 하고, 그것을 31 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 보론 원료에 대해서는, 시판되는 순도 2N 레벨을 1 kg 준비하였다.

[0050] 다음으로, 상기 원료를 고주파 용해로에 있어서, 가열 온도를 1250 °C 정도에서, 가열 용해하여 잉곳을 제조하였다. 그 후, 제조한 잉곳을, 불활성 가스 아르곤 분위기 중, 제트 밀을 사용하여 분쇄하였다. 이 때, 분쇄 분말의 평균 입경을 4 μm 정도로 하였다.

[0051] 다음으로, 이와 같이 합금화시킨 분쇄 분말을, 질소 분위기 중, 자장 강도 20 KOe, 성형 밀도 4.5 g/cc 로 하여, 자장 프레스기를 사용하여 성형하였다. 그 후, 이 성형체를 소결로에서 소결한 후, 이 소결체를 열처리로에서 열처리하였다. 이 때, 소결로의 온도를 1150 °C, 열처리로의 온도를 700 °C 로 하였다. 또한, 각각의 노 내의 분위기를 진공으로 하였다.

[0052] 이렇게 하여 제조한 소결체를, 슬라이싱 머신을 사용하여 절단 가공하고, 그 후, 표면이나 외주 부분을 연마기나 연삭반을 사용하여 최종 표면 처리를 실시하였다. 또, 일반적으로, 그 후에 산화 방지를 위해 도금 처리를 실시하는 경우가 있지만, 이번에는 실시하지 않았다.

- [0053] 실시예 1 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 1 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 3N (99.9 wt%) 이상이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 54 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다. 내식성은, 「JIS Z 2371 (염수 분무 시험 방법)」을 사용하고, 후술하는 각종 시료 (실시예, 비교예) 의 상태를 관찰하여 비교 평가하였다.
- [0054] (실시예 2)
- [0055] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 31 kg 제조하였다. 또, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 보론 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 1 kg 제조하였다.
- [0056] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.
- [0057] 실시예 2 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 2 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 4N (99.99 wt%) 이상이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 59 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.
- [0058] (실시예 3)
- [0059] 순도 3N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 31 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 보론 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 1 kg 제조하였다.
- [0060] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.
- [0061] 실시예 3 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 3 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 99.999 wt% 이상이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 62 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 매우 양호한 결과를 나타내고 있었다.
- [0062] [조성 : 26Nd-5Dy-68Fe-1B]
- [0063] (실시예 4)
- [0064] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 3N 레벨로 하고, 그것을 26 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 보론 원료에 대해서는, 시판되는 순도 2N 레벨을 사용하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 5 kg 제조하였다.
- [0065] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.
- [0066] 실시예 4 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 4 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 3N (99.9 wt%) 이상이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 45 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.
- [0067] (실시예 5)
- [0068] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 26 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 보론 원료에 대해서는, 시판되는 순도 4N 레벨을 사용하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 5 kg 제조하였다.
- [0069] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.
- [0070] 실시예 5 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1

에 나타내는 바와 같이, 실시예 5 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 4N (99.99 wt%) 이상이였다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 54 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.

[0071] (실시예 6)

[0072] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 26 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 보론 원료를, 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 1 kg 제조하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 5 kg 제조하였다.

[0073] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

[0074] 실시예 6 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 6 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 5N (99.999 wt%) 이상이였다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 59 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.

[0075] [조성 : 21Nd-10Dy-68Fe-1B]

[0076] (실시예 7)

[0077] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 3N 레벨로 하고, 그것을 21 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 보론 원료에 대해서는, 시판되는 순도 2N 레벨을 사용하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 3N 레벨로 하고, 그것을 10 kg 제조하였다.

[0078] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

[0079] 실시예 7 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 7 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 3N (99.9 wt%) 이상이였다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 40 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.

[0080] (실시예 8)

[0081] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 21 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 보론 원료를, 용융염 전해에 의해 순도 4N 으로 하고, 그것을 1 kg 제조하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 10 kg 제조하였다.

[0082] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

[0083] 실시예 8 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 8 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 4N (99.99 wt%) 이상이였다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 47 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.

[0084] (실시예 9)

[0085] 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를, 염화물의 용융염 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 26 kg 제조하였다. 또한, 순도 3N 레벨의 철 원료를, 염산계의 수용액 전해를 2 회 반복함으로써 순도 5N 레벨로 하고, 그것을 68 kg 제조하였다. 또한, 보론 원료에 대해서는, 시판되는 순도 2N 레벨을, 용융염 전해에 의해 순도 4N 으로 하여 사용하였다. 또한, 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를, 진공 증류에 의해 순도 4N 레벨로 하고, 그것을 10 kg 제조하였다.

[0086] 그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

[0087] 실시예 9 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1

에 나타내는 바와 같이, 실시예 4 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 5N (99.999 wt %) 이상이였다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 52 MGOe 로 양호한 결과를 나타내고 있었다. 또한, 내식성 및 내열성 모두 양호한 결과를 나타내고 있었다.

[조성 : 31Nd-68Fe-1B]

(비교예 1)

시판되는 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를 26 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 3N 레벨의 철을 68 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 보론을 1 kg 준비하였다.

그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

비교예 1 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 비교예 1 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 2N (99 wt %) 레벨이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 46 MGOe 로, 실시예 1 ~ 3 에 비해 열등한 결과가 되었다. 또한, 내식성 및 내열성은 모두 실시예에 비해 열등한 결과가 되었다.

[조성 : 26Nd-5Dy-68Fe-1B]

(비교예 2)

시판되는 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를 26 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 3N 레벨의 철 원료를 68 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 보론 원료를 1 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를 5 kg 준비하였다.

그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

비교예 2 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 비교예 2 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 2N (99 wt %) 레벨이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 가 약 40 MGOe 로, 실시예 4 ~ 6 에 비해 열등한 결과가 되었다. 또한, 내식성 및 내열성은 모두 실시예에 비해 현저히 열등한 결과가 되었다. 또한, 디스프로슘을 첨가하지 않은 비교예 1 에 비해, 내열성은 향상되었지만, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 는 약간 저하되었다.

[조성 : 21Nd-10Dy-68Fe-1B]

(비교예 3)

시판되는 순도 2N 레벨의 네오디뮴 원료를 21 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 3N 레벨의 철 원료를 68 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 보론 원료를 1 kg 준비하였다. 또한, 시판되는 순도 2N 레벨의 디스프로슘 원료를 10 kg 준비하였다.

그 후의 공정은, 실시예 1 과 동일한 조건으로 하였다.

비교예 3 에서 제조한 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도 및 자기 특성을 각각 표 1 에 나타낸다. 표 1 에 나타내는 바와 같이, 비교예 3 의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 순도는 2N (99 wt %) 레벨이었다. 이 때, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 는, 실시예 7 ~ 9 에 비해 열등한 결과가 되었다. 또한, 내식성 및 내열성은 모두 실시예에 비해 현저히 열등한 결과가 되었다. 또한, 비교예 2 보다 디스프로슘의 첨가량을 증가시킨 결과, 내열성은 더욱 향상되었지만, 최대 에너지곱 (BH)_{max} 는 저하되었다.

표 1

	조성	자석의 순도		주요 불순물(wtppm)							원료의 순도					(B _H) _{max}	내식성	내열 온도(℃)
				Al	W	Mo	Ca	Si	Nd	Fe	B	Dy						
실시예 1	31Nd-68Fe-1B	3N	21	34	18	8	110	3N	4N	2N	—	54	○	160				
실시예 2		4N	8	12	3	6	24	4N	4N	2N	—	59	◎	210				
실시예 3		5N	2	1	<1	1	1	5N	5N	4N	—	82	◎	250				
비교예 4		2N	340	120	80	52	1500	2N	2N	2N	—	45	110	x	110			
실시예 4	28Nd-50Dy-68Fe-1B	3N	34	31	21	19	83	3N	4N	2N	3N	45	○	180				
실시예 5		4N	8	7	3	3	25	4N	4N	4N	4N	54	◎	220				
실시예 6		5N	1	<1	<1	1	1	5N	5N	4N	4N	59	◎	260				
비교예 2		2N	460	140	120	83	2500	2N	2N	2N	2N	40	x	160				
실시예 7	21Nd-100Dy-48Fe-1B	3N	26	52	35	67	150	3N	4N	2N	3N	40	○	250				
실시예 8		4N	12	9	6	11	31	4N	4N	4N	4N	47	◎	280				
실시예 9		5N	2	<1	<1	1	2	5N	5N	4N	4N	52	◎	320				
비교예 3		2N	610	190	150	120	3200	2N	2N	2N	2N	36	x	270				

[0103]

[0104]

산업상 이용가능성

[0105]

본 발명의 네오디뮴계 희토류 영구 자석은, 고순도 기술을 자성 재료에 응용함으로써, 자기 특성을 각별히 향상시킬 수 있고, 또한, 자성 재료 특유의 약점인 내열성, 내식성을 개선할 수 있기 때문에, 제조 프로세스를 번잡하게 하지 않고, 고성능의 네오디뮴계 희토류 영구 자석의 제공에 유용하다.