

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3611107号
(P3611107)

(45) 発行日 平成17年1月19日(2005.1.19)

(24) 登録日 平成16年10月29日(2004.10.29)

(51) Int. Cl.⁷

F I

B 2 2 D 11/06

B 2 2 D 11/06 3 6 0 B

H O 1 F 1/08

B 2 2 D 11/06 3 7 0 B

H O 1 F 1/08 A

請求項の数 8 (全 25 頁)

(21) 出願番号	特願2000-399876 (P2000-399876)	(73) 特許権者	000002369 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(22) 出願日	平成12年12月28日(2000.12.28)	(74) 代理人	100091292 弁理士 増田 達哉
(65) 公開番号	特開2001-353560 (P2001-353560A)	(74) 代理人	100091627 弁理士 朝比 一夫
(43) 公開日	平成13年12月25日(2001.12.25)	(72) 発明者	新井 聖 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
審査請求日	平成13年5月15日(2001.5.15)	(72) 発明者	加藤 洋 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2000-110584 (P2000-110584)	審査官	中澤 登
(32) 優先日	平成12年4月12日(2000.4.12)		最終頁に続く
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

(54) 【発明の名称】 冷却ロール

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

磁石材料の溶湯をその周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状磁石材料を製造するための冷却ロールであって、

ロール基材と、該ロール基材の外周に設けられ、冷却ロールの周面を構成する表面層とを有し、

前記表面層は、セラミックスで構成されたものであり、

前記周面上に、前記周面と前記溶湯のパドルとの間に侵入したガスを排出するガス抜き手段を有し、

前記ガス抜き手段は、前記表面層の表面に機械加工を行わないで形成されたものであり、

前記ガス抜き手段は、冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成された少なくとも1本の溝であることを特徴とする冷却ロール。

【請求項2】

前記表面層は、前記ロール基材の構成材料の室温付近における熱伝導率より低い熱伝導率を有する材料で構成されたものである請求項1に記載の冷却ロール。

【請求項3】

前記表面層は、室温付近における熱伝導率が $80 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 以下の材料で構成されたものである請求項1または2に記載の冷却ロール。

【請求項4】

前記表面層は、室温付近における熱膨張率が $3.5 \sim 18 [\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}]$ の材料で構成

10

20

されたものである請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項 5】

前記表面層の平均厚さは、 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項 6】

前記周面の前記ガス抜き手段を除く部分の表面粗さ R_a は、 $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の冷却ロール。

【請求項 7】

前記溝の長手方向と、冷却ロールの回転方向とのなす角は、 30° 以下である請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の冷却ロール。

10

【請求項 8】

前記周面上における前記溝の占める投影面積の割合が $10 \sim 99.5\%$ である請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の冷却ロール。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、冷却ロールに関するものである。

【0002】

【従来の技術】

磁石材料として、希土類元素を含む合金で構成される希土類磁石材料は、高い磁気特性を有するため、モータ等に用いられた場合に、高性能を発揮する。

20

【0003】

このような磁石材料は、例えば急冷薄帯製造装置を用いた急冷法により製造される。以下、この製造方法を説明する。

【0004】

図 17 は、従来の磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【0005】

同図に示すように、所定の合金組成の磁石材料（以下「合金」と言う）を溶融し、その溶湯 60 を図示しないノズルから射出し、ノズルに対して図 17 中矢印 A 方向に回転している冷却ロール 500 の周面 530 に衝突させ、この周面 530 と接触させることにより合金を急冷、凝固し、薄帯状（リボン状）の合金を連続的に形成する。この薄帯状の合金は、急冷薄帯と呼ばれ、速い冷却速度で凝固された結果、そのミクロ組織は、非晶質相や微細結晶相からなる組織となっており、そのまま、または熱処理を施すことにより、優れた磁気特性を発揮する。なお、図 17 中、溶湯 60 の凝固界面 710 を点線で示す。

30

【0006】

ここで、希土類元素は、酸化され易く、酸化されると磁気特性が低下するため、前記急冷薄帯 80 の製造は、主として不活性ガス中で行われていた。

【0007】

そのため、周面 530 と溶湯 60 のパドル（湯溜り）70 との間にガスが侵入し、急冷薄帯 80 のロール面（冷却ロール 500 の周面 530 と接触する面）810 にディンプル（凹部）9 を生じることがあった。この傾向は、冷却ロール 500 の周速度が大きくなるほど顕著となり、生じるディンプルの面積も大きくなる。

40

【0008】

このディンプル 9（特に、巨大ディンプル）が生じると、ディンプル部分においては、ガスの介在により冷却ロール 500 の周面 530 との接触不良が生じ、冷却速度が低下して、急速な凝固が妨げられる。そのため、ディンプル 9 が生じた部位では、合金の結晶粒径が粗大化し、磁気特性が低下する。

【0009】

このような低磁気特性の部分を含む急冷薄帯を粉砕して得られる磁石粉末は、磁気特性の

50

バラツキが大きくなる。したがって、このような磁石粉末を用いて製造されたボンド磁石は、低い磁気特性しか得られず、また、耐食性も低下する。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、磁気特性が優れ、信頼性に優れた磁石を提供することができる冷却ロールを提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

このような目的は、下記(1)～(8)の本発明により達成される。

【0012】

(1) 磁石材料の溶湯をその周面に衝突させ、冷却固化して、薄帯状磁石材料を製造するための冷却ロールであって、

ロール基材と、該ロール基材の外周に設けられ、冷却ロールの周面を構成する表面層とを有し、

前記表面層は、セラミックスで構成されたものであり、

前記周面上に、前記周面と前記溶湯のパドルとの間に侵入したガスを排出するガス抜き手段を有し、

前記ガス抜き手段は、前記表面層の表面に機械加工を行わないで形成されたものであり、

前記ガス抜き手段は、冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成された少なくとも1本の溝であることを特徴とする冷却ロール。

【0013】

(2) 前記表面層は、前記ロール基材の構成材料の室温付近における熱伝導率より低い熱伝導率を有する材料で構成されたものである上記(1)に記載の冷却ロール。

【0014】

(3) 前記表面層は、室温付近における熱伝導率が $80 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 以下の材料で構成されたものである上記(1)または(2)に記載の冷却ロール。

【0015】

(4) 前記表面層は、室温付近における熱膨張率が $3.5 \sim 18 [\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}]$ の材料で構成されたものである上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の冷却ロール。

【0016】

(5) 前記表面層の平均厚さは、 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$ である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の冷却ロール。

【0017】

(6) 前記周面の前記ガス抜き手段を除く部分の表面粗さ R_a は、 $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$ である上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の冷却ロール。

【0018】

(7) 前記溝の長手方向と、冷却ロールの回転方向とのなす角は、 30° 以下である上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の冷却ロール。

【0019】

(8) 前記周面上における前記溝の占める投影面積の割合が $10 \sim 99.5\%$ である上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の冷却ロール。

【0037】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の冷却ロールの実施の形態について、詳細に説明する。

【0038】

[冷却ロールの構造]

図1は、薄帯状磁石材料を製造する本発明の装置(急冷薄帯製造装置)の構成例を模式的に示す斜視図、図2は、本発明の冷却ロールの第1実施形態を模式的に示す正面図、図3は、図2に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【0039】

10

20

30

40

50

冷却ロール5の周面53には、周面53と溶湯6のパドル(湯溜り)7との間に侵入したガスを排出するガス抜き手段が設けられている。

【0040】

ガス抜き手段により、周面53とパドル7との間からガスが排出されると、周面53とパドル7との密着性が向上する(巨大ディンプルの発生が防止される)。これにより、パドル7の各部位における冷却速度の差は小さくなる。このため、得られる急冷薄帯(薄带状磁石材料)8における結晶粒径のバラツキが小さくなり、結果として、磁気特性のバラツキが小さい急冷薄帯8が得られる。

【0041】

図示の構成では、ガス抜き手段として、溝54が形成されている。ガス抜き手段がこのよ 10
うな溝であると、周面53とパドル7との間から溝54に送り込まれたガスが溝54の長手方向に沿って移動するため、周面53とパドル7との間に侵入したガスの排出効率は、特に高く、周面53に対するパドル7の密着性が向上する。

図2に示すように、溝54は、冷却ロール5の回転軸50を中心とする螺旋状に形成されている。溝54がこのような形状であると、比較的容易に、周面53全体にわたり溝54を形成することができる。例えば、冷却ロール5を一定速度で回転させておき、旋盤等の切削工具を回転軸50に対して平行に、一定速度で移動させながら、冷却ロール5の外周部を切削することによりこのような溝54を形成することができる。

【0042】

なお、螺旋状の溝54は、1条(1本)であっても、2条(2本)以上であってもよい。 20

【0043】

溝54の幅(周面53へ開口している部分での幅) L_1 の平均値は、 $0.5 \sim 90 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ であるのがより好ましく、 $3 \sim 25 \mu\text{m}$ であるのがさらに好ましい。溝54の幅 L_1 の平均値が下限値未満であると、周面53とパドル7との間に侵入したガスを十分に排出できない場合がある。一方、溝54の幅 L_1 の平均値が上限値を超えると、溶湯6が溝54に入り込み、溝54がガス抜き手段として機能しない場合がある。

【0044】

溝54の深さ(最大深さ) L_2 の平均値は、 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。溝54の深さ L_2 の平均値が下限値未満であると、周 30
面53とパドル7との間に侵入したガスを十分に排出できない場合がある。一方、溝54の深さ L_2 の平均値が上限値を超えると、溝部分を通るガス流の流速が増大するとともに、渦を伴う乱流となり易くなり、急冷薄帯8の表面に巨大ディンプルが発生し易くなる。

【0045】

並設されている溝54のピッチ L_3 の平均値は、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $3 \sim 50 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。溝54の平均ピッチがこのような範囲の値であると、溝54がガス抜き手段として十分に機能し、かつパドル7との接触部分 - 非接触部分の間隔が十分小さくなる。その結果、パドル7において、周面53と接触している部分と接触していない部分との冷却速度の差は、十分小さくなり、得られる急冷薄帯8の結晶 40
粒径、磁気特性のバラツキは小さくなる。

【0046】

溝54の長手方向と、冷却ロール5の回転方向とのなす角(絶対値)は、 30° 以下であるのが好ましく、 20° 以下であるのがより好ましい。が 30° 以下であると、冷却ロール5のあらゆる周速度において、周面53とパドル7との間に侵入したガスを効率よく排出することができる。

【0047】

周面53上の各部位において、 θ の値は、一定であっても、一定でなくてもよい。また、溝54を2条以上有する場合、それぞれの溝54について、 θ は、同一であっても、異な 50
っていてもよい。

10

20

30

40

50

【0048】

溝54は、周面53の縁部55において、開口部56で開口している。これにより、周面53とパドル7との間から溝54に排出されたガスがこの開口部56から冷却ロール5の側方へ排出されるため、排出されたガスが再び周面53とパドル7との間に侵入するのを効果的に防止することができる。図示の構成では、溝54は、両縁部に開口しているが、一方の縁部にのみ開口していてもよい。

【0049】

周面53上における溝54の占める投影面積（周面に投影したときの面積）の割合は、10～99.5%であるのが好ましく、30～95%であるのがより好ましい。周面53上における溝54の占める投影面積の割合が下限値未満であると、急冷薄帯8のロール面81付近では、冷却速度が大きくなり非晶質化しやすくなるのに対し、フリー面82付近ではロール面81付近に比べて冷却速度が遅いため結晶粒径の粗大化を招き、結果として磁気特性が低下する場合がある。一方、周面53上における溝54の占める投影面積の割合が上限値を超えると、冷却速度が小さくなり、結晶粒径の粗大化を招き、結果として磁気特性が低下する場合がある。

10

【0050】

溝54の形成方法は、特に限定されないが、例えば、切削、転写（圧転）、研削、ブラスト処理等の各種機械加工、レーザー加工、放電加工、化学エッチング等が挙げられる。その中でも、溝の幅、深さ、並設された溝のピッチ等の精度を高くすることが比較的容易である点で、機械加工、特に、切削であるのが好ましい。

20

【0051】

〔表面粗さ〕

周面53の溝54を除く部分の表面粗さ R_a は、特に限定されないが、 $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $0.07 \sim 2 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。表面粗さ R_a が下限値未満であると、冷却ロール5とパドル7との密着性が低下し、巨大ディンプルの発生を十分に抑制できない可能性がある。一方、表面粗さ R_a が上限値を超えると、急冷薄帯8の厚さのバラツキが顕著となり、結晶粒径のバラツキ、磁気特性のバラツキが大きくなる可能性がある。

【0052】

〔冷却ロールの材質〕

冷却ロール5は、ロール基材51と、冷却ロール5の周面53を形成する表面層52とで構成されている。

30

【0053】

表面層52は、ロール基材51と同じ材質で一体構成されていてもよいが、ロール基材51の構成材料より熱伝導率の小さい材質で構成されているのが好ましい。

【0054】

ロール基材51の構成材料は、特に限定されないが、表面層52の熱をより速く放散できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の大きい金属材料で構成されているのが好ましい。

【0055】

表面層52の構成材料の室温付近における熱伝導率は、特に限定されないが、例えば、 $80 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 以下であるのが好ましく、 $3 \sim 60 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であるのがより好ましく、 $5 \sim 40 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であるのがさらに好ましい。

40

【0056】

冷却ロール5が、このような熱伝導率を有する表面層52とロール基材51とで構成されることにより、適度な冷却速度で溶湯6を急冷することが可能となる。また、ロール面81（冷却ロールの周面と接触する側の面）付近とフリー面82（ロール面と反対側の面）付近とでの冷却速度の差が小さくなる。したがって、得られる急冷薄帯8は、各部位における結晶粒径のバラツキが小さく、磁気特性に優れたものとなる。

【0057】

50

表面層52は、セラミックスで構成されている。上記のような熱伝導率を有するセラミックスとしては、例えば、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 ZrO_2 、 Y_2O_3 、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウム等の酸化物系セラミックス、 AlN 、 Si_3N_4 、 TiN 、 BN 、 ZrN 、 HfN 、 VN 、 TaN 、 NbN 、 CrN 、 Cr_2N 等の窒化物系セラミックス、グラファイト、 SiC 、 ZrC 、 Al_4C_3 、 CaC_2 、 WC 、 TiC 、 HfC 、 VC 、 TaC 、 NbC 等の炭化物系のセラミックス、あるいは、これらのうちの2以上を任意に組合せた複合セラミックスが挙げられる。この中でも特に、窒化物系セラミックスを含むものであるのが好ましい。

【0058】

また、従来、冷却ロールの周面を構成する材料として用いられてきたもの（ Cu 、 Cr など）に比べ、このようなセラミックスは、高い硬度を有し、耐久性（耐摩耗性）に優れている。このため、冷却ロール5を繰り返し使用しても、周面53の形状が維持され、後述するガス抜き手段の効果も劣化しにくい。

【0059】

ところで、前述したロール基材51の構成材料は、通常、比較的高い熱膨張率を有している。そのため、表面層52の構成材料の熱膨張率は、ロール基材51の熱膨張率に近い値であるのが好ましい。表面層52の構成材料の室温付近での熱膨張率（線膨張率）は、例えば、 $3.5 \sim 18 [\times 10^{-6} K^{-1}]$ 程度であるのが好ましく、 $6 \sim 12 [\times 10^{-6} K^{-1}]$ 程度であるのがより好ましい。表面層52の構成材料の室温付近における熱膨張率（以下、単に「熱膨張率」とも言う）がこのような範囲の値であると、ロール基材51と表面層52との高い密着性を維持することができ、表面層52の剥離をより効果的に防止することができる。

【0060】

また、表面層52は、単層のみならず、例えば組成の異なる複数の層の積層体であってもよい。例えば、表面層52は、前述した金属材料、セラミックス等で構成された層が2層以上積層されたものであってもよい。このような表面層52としては、例えば、ロール基材51側から金属層（下地層）/セラミックス層が積層された2層積層体で構成されたものが挙げられる。このような積層体の場合、隣接する層同士は、密着性の高いものが好ましく、その例としては、隣接する層同士に同一の元素が含まれているものが挙げられる。

【0061】

また、表面層52が複数の層の積層体である場合、少なくとも、その最外層が前述した範囲の熱伝導率を有する材料で構成されたものであるのが好ましい。

【0062】

また、表面層52が単層で構成されている場合でも、その組成は、厚さ方向に均一なものに限らず、例えば、含有成分が厚さ方向に順次変化するもの（傾斜材料）であってもよい。

【0063】

表面層52の平均厚さ（前記積層体の場合はその合計厚さ）は、特に限定されないが、 $0.5 \sim 50 \mu m$ であることが好ましく、 $1 \sim 20 \mu m$ であることがより好ましい。

【0064】

表面層52の平均厚さが下限値未満であると、次のような問題を生じる場合がある。すなわち、表面層52の材質によっては、冷却能が大きすぎて、厚さがかなり大きい急冷薄帯8でもロール面81付近では冷却速度が大きく、非晶質になり易くなる。一方、フリー面82付近では急冷薄帯8の熱伝導率が比較的小さいので急冷薄帯8の厚さが大きいほど冷却速度が小さくなり、その結果、結晶粒径の粗大化が起こり易くなる。すなわち、フリー面82付近では粗大粒、ロール面81付近では非晶質といった急冷薄帯となり易くなり、満足な磁気特性が得られない場合がある。また、フリー面82付近での結晶粒径を小さくするために、例えば、冷却ロール5の周速度を大きくして、急冷薄帯8の厚さを小さくしたとしても、ロール面81付近での非晶質がよりランダムなものとなり、急冷薄帯8の作成後に、熱処理を施したとしても、十分な磁気特性が得られない場合がある。

10

20

30

40

50

【0065】

また、表面層52の平均厚さが上限値を超えると、急冷速度が遅く、結晶粒径の粗大化が起り、結果として磁気特性が低下する場合がある。

【0066】

ロール基材51の外周面上に表面層52が設けられる場合（表面層52がロール基材51と一体形成されていない場合）、溝54は、表面層に直接、前述した方法により形成されたものに比べ、そうでないものが好ましい。すなわち、図4に示すように、表面層52を設けた後、その表面層に前述した方法により溝54を形成したものに比べ、図5に示すように、ロール基材51の外周面上に、前述した方法により溝を形成した後、表面層52を形成したものが好ましい。この場合、表面層52の厚さをロール基材51に形成された溝の深さに比べて小さくすることにより、結果として、表面層52の表面に機械加工を施すことなく、周面53上にガス抜き手段である溝54が形成される。この場合、表面層52の表面に機械加工等が施されないため、その後、研磨等が施されなくても周面53の表面粗さRaを比較的小さくすることができる。

10

【0067】

なお、図3（後述する図10、図12、図14、図15、図16も同様）は、冷却ロールの周面付近の断面形状を説明するための図であり、ロール基材と表面層との境界は、省略して示した。

【0068】

表面層52の形成方法は、特に限定されないが、熱CVD、プラズマCVD、レーザーCVDなどの化学蒸着法（CVD）または真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティングなどの物理蒸着法（PVD）が好ましい。これらの方法を用いた場合、比較的容易に、表面層の厚さを均一にすることができるため、表面層52の形成後、その表面に機械加工を行わなくてよい。なお、表面層52は、その他、電解メッキ、浸漬メッキ、無電解メッキ、溶射等の方法で形成されてもよい。この中でも、溶射により表面層52を形成した場合、ロール基材51と表面層52との密着性（接着強度）は、特に優れたものとなる。

20

【0069】

また、表面層52をロール基材51の外周に形成するのに先立ち、ロール基材51の外表面に対して、アルカリ洗浄、酸洗浄、有機溶剤洗浄等の洗浄処理や、ブラスト処理、エッチング、メッキ層の形成等の下地処理を施してもよい。これにより、表面層52の形成後におけるロール基材51と表面層52との密着性が向上する。また、前述したような下地処理を施すことにより、均一かつ緻密な表面層52を形成することができるため、得られる冷却ロール5は、各部位における熱伝導率のバラツキが特に小さいものとなる。

30

【0070】

[磁石材料の合金組成]

本発明における薄帯状磁石材料や磁石粉末としては、優れた磁気特性を有するものが好ましく、このようなものとしては、R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうち少なくとも1種）を含む合金、特にR（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうち少なくとも1種）とTM（ただし、TMは、遷移金属のうち少なくとも1種）とB（ボロン）とを含む合金が挙げられ、次の[1]～[5]の組成のものが好ましい。

40

【0071】

[1] Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするもの（以下、Sm-Co系合金と言う）。

【0072】

[2] R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうち少なくとも1種）と、Feを主とする遷移金属（TM）と、Bとを基本成分とするもの（以下、R-TM-B系合金と言う）。

【0073】

[3] Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするもの（以下、Sm-Fe-N系合金と言う）。

50

【0074】

[4] R(ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうち少なくとも1種)とFe等の遷移金属とを基本成分とし、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して(粒界相を介して隣接する場合も含む)存在する複合組織(特に、ナノコンポジット組織と呼ばれるものがある)を有するもの。

【0075】

[5] 前記[1]~[4]の組成のもののうち、少なくとも2種を混合したもの。この場合、混合する各磁石粉末の利点を併有することができ、より優れた磁気特性を容易に得ることができる。

【0076】

Sm-Co系合金の代表的なものとしては、 $SmCo_5$ 、 Sm_2TM_{17} (ただしTMは、遷移金属)が挙げられる。

10

【0077】

R-Fe-B系合金の代表的なものとしては、Nd-Fe-B系合金、Pr-Fe-B系合金、Nd-Pr-Fe-B系合金、Nd-Dy-Fe-B系合金、Ce-Nd-Fe-B系合金、Ce-Pr-Nd-Fe-B系合金、これらにおけるFeの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したもの等が挙げられる。

【0078】

Sm-Fe-N系合金の代表的なものとしては、 Sm_2Fe_{17} 合金を窒化して作製した $Sm_2Fe_{17}N_3$ 、 $TbCu_7$ 型相を主相とするSm-Zr-Fe-Co-N系合金が挙げられる。ただし、これらSm-Fe-N系合金の場合、Nは、急冷薄帯を作製した後、得られた急冷薄帯に適切な熱処理を施し、窒化することにより格子間原子として導入されるのが一般的である。

20

【0079】

前記希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、前記遷移金属としては、Fe、Co、Ni等が挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

【0080】

また、保磁力、最大磁気エネルギー積等の磁気特性を向上させるため、あるいは、耐熱性、耐食性を向上させるために、磁石材料中には、必要に応じ、Al、Cu、Ga、Si、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Cr、W等を含有することもできる。

30

【0081】

前記複合組織(ナノコンポジット組織)は、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが、例えば、図6、図7または図8に示すようなパターン(モデル)で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメートルレベルで存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し(粒界相を介して隣接する場合も含む)、磁気的な交換相互作用を生じる。

【0082】

ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、ハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線はB-H図(J-H図)の第二象現で段のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性体の磁化が周囲のハード磁性体の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性体として振舞うようになる。

40

【0083】

このような複合組織(ナノコンポジット組織)を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1)~5)を有している。

【0084】

1) B-H図(J-H図)の第二象現で、磁化が可逆的にスプリングバックする(この意

50

味で「スプリング磁石」とも言う)。

- 2) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。
- 3) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合に比べて小さい。
- 4) 磁気特性の経時変化が小さい。
- 5) 微粉碎しても磁気特性が劣化しない。

【0085】

このように、複合組織で構成される磁石は、優れた磁気特性を有する。したがって、磁石粉末は、このような複合組織を有するものであるのが特に好ましい。

【0086】

なお、図6～図8に示すパターンは、一例であって、これらに限られるものではない。

10

【0087】

[薄帯状磁石材料の製造]

次に、前述した冷却ロール5を用いた薄帯状磁石材料(急冷薄帯)の製造について説明する。

【0088】

薄帯状磁石材料は、磁石材料の溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化することにより製造される。以下、その一例について説明する。

【0089】

図1に示すように、急冷薄帯製造装置1は、磁石材料を収納し得る筒体2と、該筒体2に対し図中矢印A方向に回転する冷却ロール5とを備えている。筒体2の下端には、磁石材料(合金)の溶湯6を射出するノズル(オリフィス)3が形成されている。

20

【0090】

筒体2のノズル3近傍の外周には、筒体2内の磁石材料を加熱(誘導加熱)するための加熱用のコイル4が配置されている。

【0091】

このような急冷薄帯製造装置1は、チャンバー(図示せず)内に設置され、該チャンバー内に不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、不活性ガスであるのが好ましい。不活性ガスとしては、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等が挙げられる。

【0092】

雰囲気ガスの圧力は、特に限定されないが、1～760 Torrであるのが好ましい。

30

【0093】

筒体2内の溶湯6の液面には、チャンバーの内圧より高い所定の圧力がかけられている。溶湯6は、この筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧により、ノズル3から射出する。

【0094】

溶湯噴射圧(筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧)は、特に限定されないが、10～100 kPaであるのが好ましい。

40

【0095】

急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出すると、図1に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル(湯溜り)7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このとき、パドル7と周面53との間に侵入したガスは、溝54(ガス抜き手段)を介して外部に排出される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図1中の矢印B方向に進行する。

【0096】

このように、周面53上にガス抜き手段が設けられることにより、周面53とパドル7と

50

の密着性が向上し（巨大ディンプルの発生が防止され）、パドル7の不均一な冷却が防止される。その結果、結晶粒径のパラツキの小さい、高い磁気特性を有する急冷薄帯8が得られる。

【0097】

また、急冷薄帯8を実際に製造するに際しては、必ずしもノズル3を冷却ロール5の回転軸50の真上に設置しなくてもよい。

【0098】

冷却ロール5の周速度は、合金溶湯の組成、表面層52の構成材料（組成）、周面53の表面性状（特に、周面53の溶湯6に対する濡れ性）等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、5～60m/秒であるのが好ましく、10～40m/秒であるのがより好ましい。冷却ロール5の周速度が下限値未満であると、溶湯6の冷却速度が低下し、結晶粒径が増大する傾向を示し、磁気特性が低下する場合がある。一方、冷却ロール5の周速度が上限値を超えると、逆に冷却速度が大きくなり、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後、後述する熱処理を施したとしても、磁気特性が十分に向上しない場合がある。

10

【0099】

以上のようにして得られた急冷薄帯8は、その幅wおよび厚さができるだけ均一であるものが好ましい。この場合、急冷薄帯8の平均厚さtは、8～50μm程度であるのが好ましく、10～40μm程度であるのがより好ましい。平均厚さtが下限値未満であると、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後、後述する熱処理を施したとしても磁気特性が十分に向上しない場合がある。単位時間当たりの生産性も低下する。一方、平均厚さtが上限値を超えると、フリー面82側の結晶粒径が粗大化する傾向を示すため、磁気特性が低下する場合がある。

20

【0100】

なお、得られた急冷薄帯8に対しては、例えば、非晶質組織（アモルファス組織）の再結晶化の促進、組織の均質化等を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、400～900で、0.5～300分程度とすることができる。

【0101】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

30

【0102】

以上のようにして得られた急冷薄帯（薄带状磁石材料）8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶が非晶質組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。

【0103】

なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を採用してもよい。このような急冷法は、金属組織（結晶粒）を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

【0104】

[磁石粉末の製造]

40

以上のようにして製造された急冷薄帯8を粉砕することにより、本発明の磁石粉末が得られる。

【0105】

粉砕の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉砕装置、破砕装置を用いて行うことができる。この場合、粉砕は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

【0106】

磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述するボンド磁石（希土類ボンド磁石）

50

を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉碎による磁気特性劣化の防止とを考慮して、1 ~ 300 μm であるのが好ましく、5 ~ 150 μm であるのがより好ましい。

【0107】

また、ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

【0108】

なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉碎により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、350 ~ 850 で、0.5 ~ 300分程度とすることができる。

【0109】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0110】

このような磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、該磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、ボンド磁石の製造に適しており、製造されたボンド磁石は、信頼性の高いものとなる。

【0111】

以上のような磁石粉末は、平均結晶粒径が500 nm以下であるのが好ましく、200 nm以下であるのがより好ましく、10 ~ 120 nm程度がさらに好ましい。平均結晶粒径が500 nmを超えると、磁気特性、特に保磁力および角型性の向上が十分に図れない場合がある。

【0112】

特に、磁石材料が前記[4]のような複合組織を有するものである場合、平均結晶粒径は、1 ~ 100 nmであるのが好ましく、5 ~ 50 nmであるのがより好ましい。平均結晶粒径がこのような範囲の大きさであると、ソフト磁性相10とハード磁性相11との間で、より効果的に磁気的な交換相互作用を生じることとなり、顕著な磁気特性の向上が認められる。

【0113】

[ボンド磁石およびその製造]

次に、本発明のボンド磁石について説明する。

【0114】

本発明のボンド磁石は、好ましくは、前述の磁石粉末を結合樹脂で結合してなるものである。

【0115】

結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

【0116】

熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーア

10

20

30

40

50

ロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0117】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0118】

このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0119】

一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0120】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0121】

なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のものでも、固形（粉末状）のものでもよい。

【0122】

このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）とを混合、混練（例えば、温間混練）してボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形（プレス成形）、押出成形、射出成形等の成形方法により、無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0123】

ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形（特に、射出成形）は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を享受することができる。

【0124】

ボンド磁石中の磁石粉末の含有量（含有率）は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75～99.5wt%程度であるのが好ましく、85～97.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0125】

特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、90～99.5wt%程度であるのが好ましく、93～98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0126】

また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、75～98wt%程度であるのが好ましく、85～97wt%程度であるのがより好ましい。

10

20

30

40

50

【0127】

ボンド磁石の密度は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度は特に限定されないが、 $4.5 \sim 6.6 \text{ Mg/m}^3$ 程度であるのが好ましく、 $5.5 \sim 6.4 \text{ Mg/m}^3$ 程度であるのがより好ましい。

【0128】

本発明では、磁石粉末の残留磁束密度、保磁力が大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこと、含有量が比較的少ない場合でも、優れた磁気特性（特に、高い最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ ）が得られる。

【0129】

本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。特に、小型化、超小型化された磁石に有利であることは、本明細書中で度々述べている通りである。

10

【0130】

本発明のボンド磁石は、保磁力（室温での固有保磁力） H_{cJ} が $320 \sim 1200 \text{ kA/m}$ であるのが好ましく、 $400 \sim 800 \text{ kA/m}$ がより好ましい。保磁力が前記下限値未満では、逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。また、保磁力が前記上限値を超えると、着磁性が低下する。従って、保磁力 H_{cJ} を上記範囲とすることにより、ボンド磁石（特に、円筒状磁石）に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石を提供することができる。

20

【0131】

本発明のボンド磁石は、最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が 40 kJ/m^3 以上であるのが好ましく、 50 kJ/m^3 以上であるのがより好ましく、 $70 \sim 120 \text{ kJ/m}^3$ であるのがさらに好ましい。最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ が 40 kJ/m^3 未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

【0132】

以上説明したように、本実施形態の冷却ロール5によれば、ガス抜き手段として溝54が設けられているため、周面53とパドル7との間に侵入したガスを排出することができる。これにより、パドル7の浮き上がりが防止され、周面53とパドル7との密着性が向上する。その結果、冷却速度のパラツキが小さくなり、得られる急冷薄帯8においては、高い磁気特性が安定して得られる。

30

【0133】

したがって、前記急冷薄帯8から得られるボンド磁石は、優れた磁気特性を有している。また、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても高い磁気特性を得ることができるため、成形性、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性等の向上を図ることができる。

40

【0134】

次に、本発明の冷却ロール5の第2実施形態について、説明する。

図9は、本発明の冷却ロールの第2実施形態を示す正面図、図10は、図9に示す冷却ロールの拡大断面図である。以下、第2実施形態の冷却ロールについて、前記第1実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

【0135】

図9に示すように、周面53上には、螺旋の回転方向が互いに逆向きである少なくとも2本の溝54が形成されている。これらの溝54は、多点で交差している。

【0136】

このように、螺旋の回転方向が逆向きである溝54が形成されることにより、製造された

50

急冷薄帯 8 が右巻きの溝から受ける横方向の力と左巻きの溝から受ける横方向の力とが相殺され、急冷薄帯 8 の図 9 中の横方向の移動が抑制され、進行方向が安定する。

【0137】

また、図 9 中、 θ_1 、 θ_2 で示すそれぞれの回転方向の溝 5 4 の長手方向と冷却ロール 5 の回転方向とのなす角（絶対値）は、前述したと同様な範囲の値であるのが好ましい。

【0138】

次に、本発明の冷却ロール 5 の第 3 実施形態について、説明する。

図 1 1 は、本発明の冷却ロールの第 3 実施形態を示す正面図、図 1 2 は、図 1 1 に示す冷却ロールの拡大断面図である。以下、第 3 実施形態の冷却ロールについて、前記第 1 実施形態、第 2 実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

10

【0139】

図 1 1 に示すように、複数の溝 5 4 が、冷却ロール 5 の周面の幅方向のほぼ中央から両縁部 5 5 方向に、ハの字状に形成されている。

【0140】

このような溝 5 4 が形成された冷却ロール 5 を用いた場合、その回転方向との組み合わせにより、周面 5 3 とパドル 7 との間に侵入したガスをより一層高い効率で排出することができる。

【0141】

また、このようなパターンの溝が形成された場合、冷却ロール 5 の回転に伴って生じる、図 1 1 中、左右の両溝 5 4 からの力がつりあうことにより、冷却ロール 5 の幅方向のほぼ中央に急冷薄帯 8 がよせられるため、急冷薄帯 8 の進行方向が安定する。

20

【0142】

なお、本発明では、ガス抜き手段の形状等の諸条件は、前述した第 1 実施形態～第 3 実施形態に限定されるものではない。

【0143】

例えば、溝 5 4 は、図 1 3 に示すように間欠的に形成されたものであってもよい。また、溝 5 4 の断面形状は、特に限定されず、例えば、図 1 4、図 1 5、図 1 6 に示すようなものであってもよい。

【0144】

これらの図に示す冷却ロール 5 でも、前述した第 1 実施形態～第 3 実施形態の冷却ロール 5 と同様の効果が得られる。

30

【0145】

【実施例】

以下、本発明の具体的実施例について説明する。

【0146】

（実施例 1）

図 2～図 3 に示す周面にガス抜き手段を有する冷却ロールを製造し、この冷却ロールを備えた図 1 に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意した。

【0147】

冷却ロールは、以下のようにして製造した。

40

まず、銅（20における熱伝導率： $395 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、20における熱膨張率： $16.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）製のロール基材（直径 200 mm、幅 30 mm）を用意し、その周面に切削加工を施し、ほぼ鏡面（表面粗さ $Ra 0.07 \mu\text{m}$ ）とした。

【0148】

その後、さらに、切削加工を施し、溝を形成した。なお、本実施例では、3本の切削工具を等間隔に設置した旋盤を用いて、併設された溝のピッチが周面上の各部位において、ほぼ一定となるように3条の溝を形成した。

【0149】

このロール基材の外周面に、セラミックスである ZrC（20における熱伝導率： $20.6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、20における熱膨張率： $7.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）の表面層

50

をイオンプレーティングにより形成し、図2、図3に示す冷却ロールを得た。

【0150】

このようにして得られた冷却ロール5を備えた急冷薄帯製造装置1を用いて、以下に述べるような方法で合金組成が $(Nd_{0.75}Pr_{0.20}Dy_{0.05})_{9.1}Fe_{6.1}Co_{8.5}B_{5.5}$ で表される急冷薄帯を製造した。

【0151】

まず、Nd、Pr、Dy、Fe、Co、Bの各原料を秤量して母合金インゴットを鑄造した。

【0152】

急冷薄帯製造装置1において、底部にノズル(円孔オリフィス)3を設けた石英管内に前記母合金インゴットを入れた。急冷薄帯製造装置1が収納されているチャンパー内を脱気した後、不活性ガス(ヘリウムガス)を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0153】

その後、石英管内の母合金インゴットを高周波誘導加熱により溶解し、さらに、冷却ロール5の周速度を27m/秒とし、溶湯6の噴射圧(石英管の内圧と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力の和と、雰囲気圧との差圧)を40kPa、雰囲気ガスの圧力を60kPaとしたうえで、溶湯6を冷却ロール5の回転軸50のほぼ真上から冷却ロール5の頂部の周面53に向けて噴射し、急冷薄帯8を連続的に作製した。

【0154】

(実施例2~6)

溝の平均幅、平均深さ、並設された溝の平均ピッチ、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角を変化させた以外は実施例1と同様にして5種の冷却ロールを製造した。なお、いずれも、3本の切削工具を等間隔に設置した旋盤を用いて、併設された溝のピッチが周面上の各部位において、ほぼ一定となるように3条の溝を形成した。実施例1で用いた急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこれらの冷却ロールに順次交換し、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

【0155】

(実施例7)

溝の形状を図9、図10に示すようなものとした以外は実施例1と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

【0156】

(実施例8)

溝の形状を図11、図12に示すようなものとした以外は実施例1と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

【0157】

(比較例)

ロール基材の外周を切削加工によりほぼ鏡面とした後、溝を設けずに、そのまま表面層を形成したものを製造した以外は、実施例1と同様にして冷却ロールを製造し、急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールに交換して、実施例1と同様にして急冷薄帯を製造した。

【0158】

前記実施例1~8および比較例の各冷却ロールの表面層の厚さは、いずれも、7 μ mであった。なお、表面層の形成後、該表面層に対し、機械加工は施さなかった。各冷却ロールについて、溝の幅 L_1 (平均値)、深さ L_2 (平均値)、並設された溝のピッチ L_3 (平均値)、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角、冷却ロールの周面上における溝の占める投影面積の割合、周面の溝を除く部分の表面粗さRaの測定値を表1に示す。

【0159】

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1 冷却ロールの周面および溝の条件

	平均幅 L_1 (μm)	平均深さ L_2 (μm)	平均ピッチ L_3 (μm)	θ	溝の占める 面積の割合 (%)	表面粗さ R a (μm)
実施例 1	5.0	5.0	12.5	3°	40	1.12
実施例 2	9.2	1.5	10.0	5°	92	0.50
実施例 3	27.0	8.0	90.0	10°	30	2.10
実施例 4	30.0	2.0	50.0	15°	60	0.55
実施例 5	15.0	1.8	20.0	20°	75	0.60
実施例 6	6.4	4.0	8.0	28°	80	0.95
実施例 7	9.5	2.5	15.0	$\theta_1 = 15^\circ$ $\theta_2 = 15^\circ$	58	0.63
実施例 8	20	1.5	30.0	$\theta_1 = 10^\circ$ $\theta_2 = 20^\circ$	63	0.45
比較例	-	-	-	-	-	0.08

10

【0160】

前記実施例 1 ~ 8 および比較例の急冷薄帯に対し、それぞれ、下記 1 および 2 の評価を行った。

20

【0161】

1 急冷薄帯の磁気特性

それぞれの急冷薄帯について、長さ約 5 cm の急冷薄帯を取り出し、さらにそこから長さ約 7 mm のサンプルを 5 サンプル連続して作製し、それぞれのサンプルについて平均厚さ t および磁気特性を測定した。

【0162】

平均厚さ t は、マイクロメーターにより 1 サンプルにつき 20 箇所 の測定点で測定し、これを平均した値とした。磁気特性は、振動試料型磁力計 (VSM) を用いて保磁力 H_c (kA/m) および最大磁気エネルギー積 $(BH)_{max}$ (kJ/m^3) を測定した。測定に際しては、急冷薄帯の長軸方向を印加磁界方向とした。なお、反磁界補正は行わな

30

【0163】

2 ボンド磁石の磁気特性

それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、675 × 300 秒の熱処理を施した。

【0164】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉砕し、平均粒径 70 μm の磁石粉末を得た。

【0165】

このようにして得られた磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K α を用い回折角 (2θ) が $20^\circ \sim 60^\circ$ の範囲にて X 線回折を行った。回折パターンからハード磁性相である $R_2(\text{Fe} \cdot \text{Co})_{14}$ B 型相と、ソフト磁性相である γ - (Fe, Co) 型相の回折ピークが確認でき、透過型電子顕微鏡 (TEM) による観察結果から、いずれも、複合組織 (ナノコンポジット組織) を形成していることが確認された。また、各磁石粉末について、各相の平均結晶粒径を測定した。

40

【0166】

次に、各磁石粉末とエポキシ樹脂とを混合し、ボンド磁石用組成物 (コンパウンド) を作製した。このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率 (重量比) は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。すなわち、各サンプル中の磁石粉末の含有量 (含有率) は、約 97.5 wt% であった。

【0167】

50

次いで、このコンパウンドを粉砕して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、室温において、圧力700MPaで圧縮成形（無磁場中）して、成形体を得た。離型後、175℃で加熱硬化させて、直径10mm×高さ8mmの円柱状のボンド磁石を得た。

【0168】

これらのボンド磁石について、磁場強度3.2MA/mのパルス着磁を施した後、直流自記磁束計（東英工業（株）製、TRF-5BH）にて最大印加磁場2.0MA/mで磁気特性（残留磁束密度 B_r 、保磁力 H_c ）および最大磁気エネルギー積（ BH ） $_{max}$ ）を測定した。測定時の温度は、23℃（室温）であった。

【0169】

これらの結果を表2～表4に示す。

【0170】

【表2】

表 2 急冷薄帯の平均厚さと磁気特性（実施例1～6）

	サンプル No.	平均厚さ (μm)	H_{cJ} (kA/m)	B_r (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m^3)
実施例1	1	20	560	1.04	152
	2	19	555	1.05	155
	3	19	553	1.05	153
	4	20	561	1.05	154
	5	19	556	1.04	150
実施例2	1	22	570	1.02	150
	2	21	562	1.03	149
	3	20	558	1.02	149
	4	22	569	1.01	152
	5	21	560	1.02	151
実施例3	1	25	554	0.96	138
	2	19	538	0.98	142
	3	24	550	0.96	140
	4	20	542	0.97	143
	5	21	545	0.97	137
実施例4	1	20	562	1.04	155
	2	20	560	1.04	152
	3	21	564	1.03	153
	4	20	560	1.04	151
	5	21	565	1.03	150
実施例5	1	17	528	1.05	159
	2	18	535	1.05	158
	3	18	532	1.05	155
	4	17	529	1.06	157
	5	18	533	1.05	155
実施例6	1	21	559	1.03	156
	2	22	563	1.03	153
	3	20	557	1.04	154
	4	20	556	1.04	151
	5	20	558	1.04	152

【0171】

【表 3】

表 3 急冷薄帯の平均厚さと磁気特性 (実施例 7、8、比較例)

	サンプル No.	平均厚さ (μm)	H_{cJ} (kA/m)	B_r (T)	$(BH)_{\max}$ (kJ/m^3)
実施例 7	1	19	548	1.05	149
	2	20	553	1.03	150
	3	21	545	1.04	152
	4	19	549	1.04	151
	5	21	555	1.02	154
実施例 8	1	21	560	1.02	149
	2	22	562	1.01	148
	3	20	555	1.01	150
	4	19	557	1.03	148
	5	21	563	1.02	147
比較例	1	30	413	0.72	59
	2	18	235	0.90	72
	3	20	370	0.81	75
	4	28	330	0.78	63
	5	17	210	0.65	55

10

20

【0172】

【表 4】

表 4 磁石粉末の平均結晶粒径とボンド磁石の磁気特性

	平均結晶 粒径 (nm)	H_{cJ} (kA/m)	B_r (T)	$(BH)_{\max}$ (kJ/m^3)
実施例 1	29	558	0.87	110
実施例 2	35	565	0.85	104
実施例 3	40	545	0.81	94
実施例 4	33	562	0.86	107
実施例 5	27	532	0.88	112
実施例 6	32	559	0.87	108
実施例 7	30	550	0.87	106
実施例 8	34	560	0.85	103
比較例	65	355	0.68	48

30

【0173】

表 2 および表 3 から明らかなように、実施例 1 ~ 8 の急冷薄帯では、磁気特性のパラツキが小さく、全体として磁気特性が高い。これは、以下のような理由によるものと推定される。

40

【0174】

実施例 1 ~ 8 の冷却ロールは、その周面上に、ガス抜き手段を有している。そのため、周面とパドルとの間に侵入したガスが効率よく排出され、周面とパドルとの密着性が向上し、急冷薄帯のロール面への巨大ディンプルの発生が防止または抑制される。これにより、急冷薄帯の各部位における冷却速度の差が小さくなり、得られる急冷薄帯における結晶粒径のパラツキが小さくなり、その結果、磁気特性のパラツキも小さくなるものと考えられる。

【0175】

50

これに対し、比較例の急冷薄帯では、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは、以下のような理由によるものと推定される。

【0176】

周面とパドルとの間に侵入したガスは、そのまま残留し、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に密着した部位における冷却速度は大きいのに対し、ディンプルが形成された部位における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

【0177】

また、表4から明らかなように、実施例1～8のボンド磁石では、優れた磁気特性が得られているのに対し、比較例のボンド磁石は、低い磁気特性しか有していない。 10

【0178】

これは、実施例1～8では、磁気特性が高く、かつ磁気特性のバラツキの小さい急冷薄帯から得られる磁石粉末を用いているのに対し、比較例では、磁気特性のバラツキの大きい急冷薄帯から得られる磁石粉末を用いているため、全体としての磁気特性が低下しているものと考えられる。

【0179】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0180】

・冷却ロールの周面にガス抜き手段が設けられているため、周面と溶湯のパドルとの密着性が向上し、高い磁気特性が安定して得られる。 20

【0181】

・特に、表面層の形成材料、厚さ、ガス抜き手段の形状等を好適な範囲に設定することにより、さらに優れた磁気特性が得られる。

【0182】

・磁石粉末がソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されることにより、磁化が高く、優れた磁気特性を発揮し、特に固有保磁力と角型性が改善される。

【0183】

・高い磁束密度が得られるので、等方性であっても、高磁気特性を持つボンド磁石が得られる。特に、従来の等方性ボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができるので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。 30

【0184】

・また、高い磁束密度が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に高い磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性（熱的安定性）等のさらなる向上が図れ、信頼性の高いボンド磁石を容易に製造することが可能となる。

【0185】

・着磁性が良好なので、より低い着磁磁場で着磁することができ、特に多極着磁等を容易かつ確実に行うことができ、かつ高い磁束密度を得ることができる。 40

【0186】

・高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、このような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】薄带状磁石材料を製造する本発明の装置（急冷薄帯製造装置）の構成例を模式的に示す斜視図である。

【図2】本発明の冷却ロールの第1実施形態を模式的に示す正面図である。 50

【図 3】図 2 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 4】ガス抜き手段の形成方法を説明するための図である。

【図 5】ガス抜き手段の形成方法を説明するための図である。

【図 6】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図 7】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図 8】本発明の磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図 9】本発明の冷却ロールの第 2 実施形態を模式的に示す正面図である。

10

【図 10】図 9 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 11】本発明の冷却ロールの第 3 実施形態を模式的に示す正面図である。

【図 12】図 11 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 13】本発明の冷却ロールの他の実施形態を模式的に示す正面図である。

【図 14】本発明の冷却ロールの他の実施形態の周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 15】本発明の冷却ロールの他の実施形態の周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 16】本発明の冷却ロールの他の実施形態の周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

20

【図 17】従来の薄帯状磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

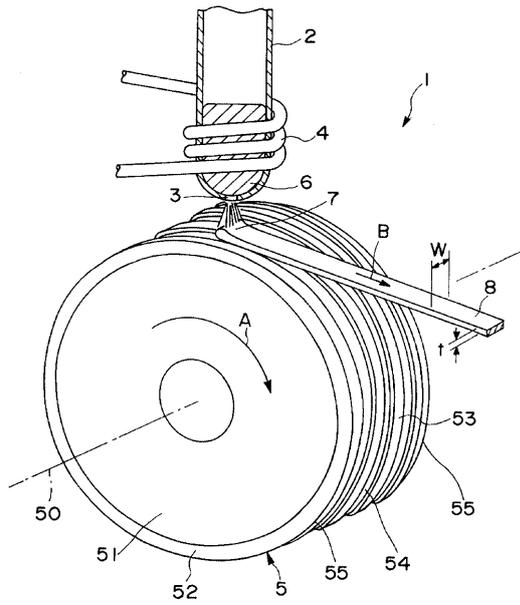
【符号の説明】

1	急冷薄帯製造装置
2	筒体
3	ノズル
4	コイル
5、500	冷却ロール
50	回転軸
51	ロール基材
52	表面層
53、530	周面
54	溝
55	縁部
56	開口部
6、60	溶湯
7、70	パドル
710	凝固界面
8、80	急冷薄帯
81、810	ロール面
82	フリー面
9	ディンプル
10	ソフト磁性相
11	ハード磁性相

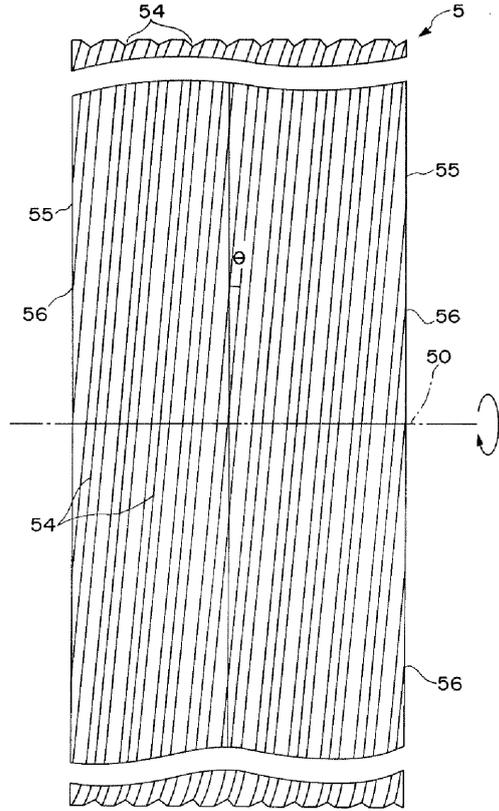
30

40

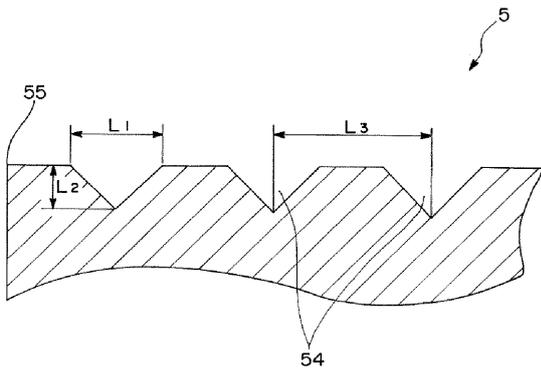
【 図 1 】



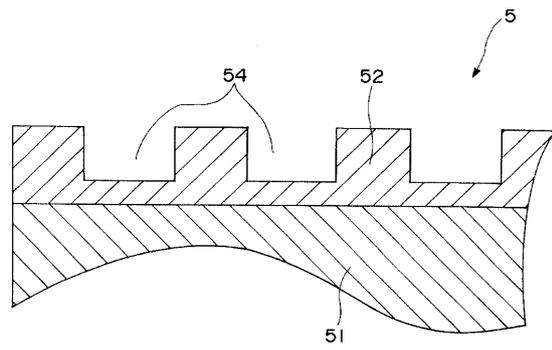
【 図 2 】



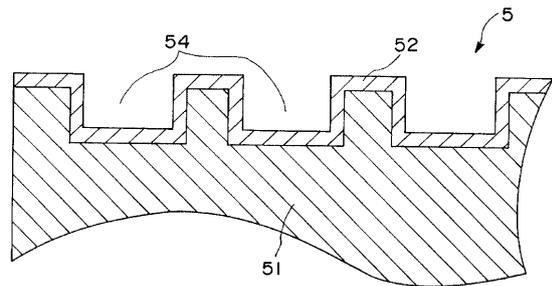
【 図 3 】



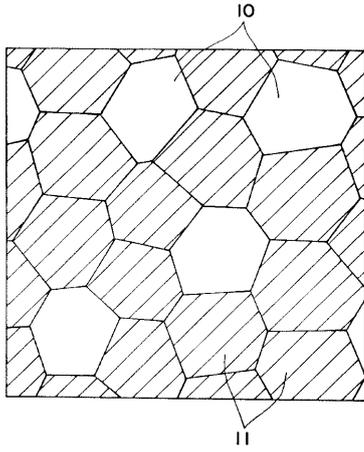
【 図 4 】



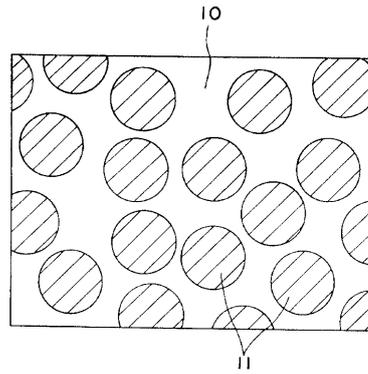
【 図 5 】



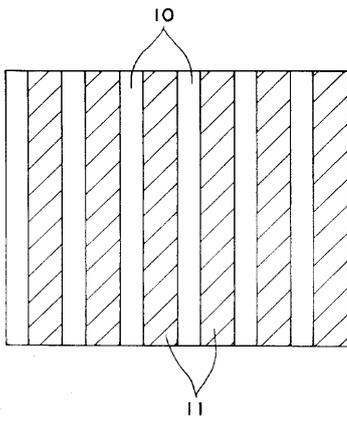
【 図 6 】



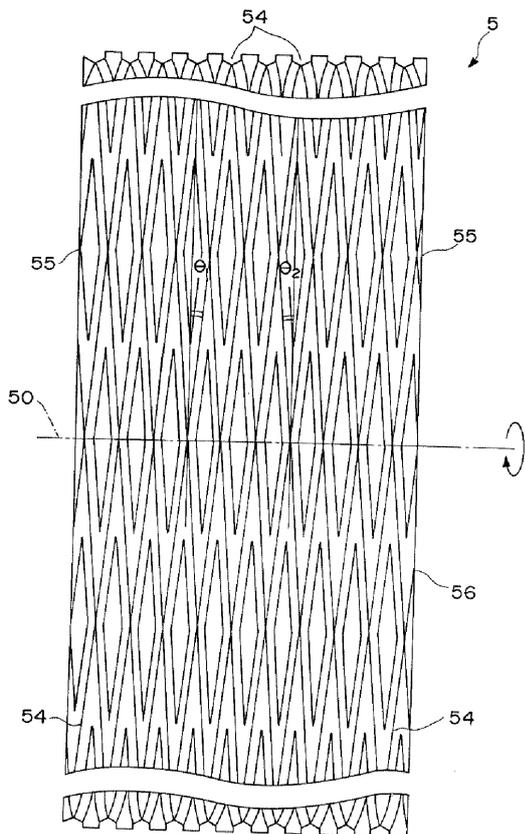
【 図 7 】



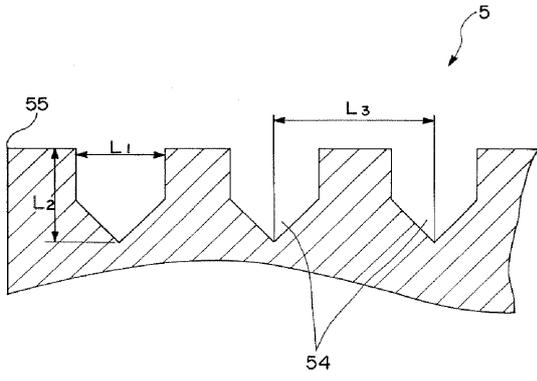
【 図 8 】



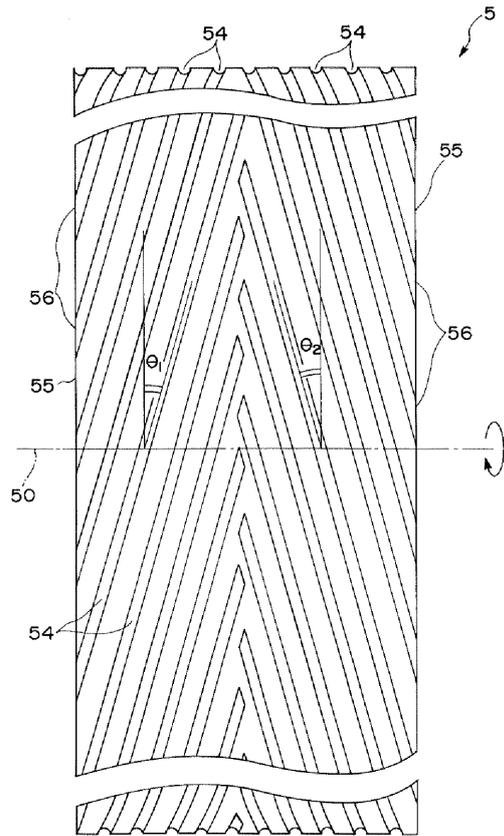
【 図 9 】



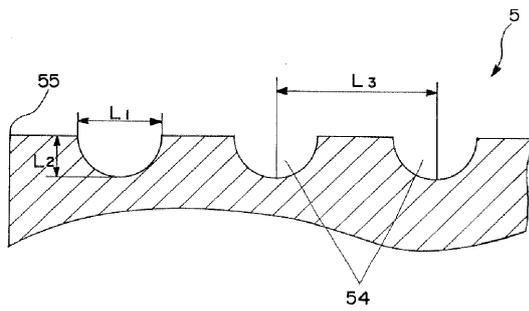
【図10】



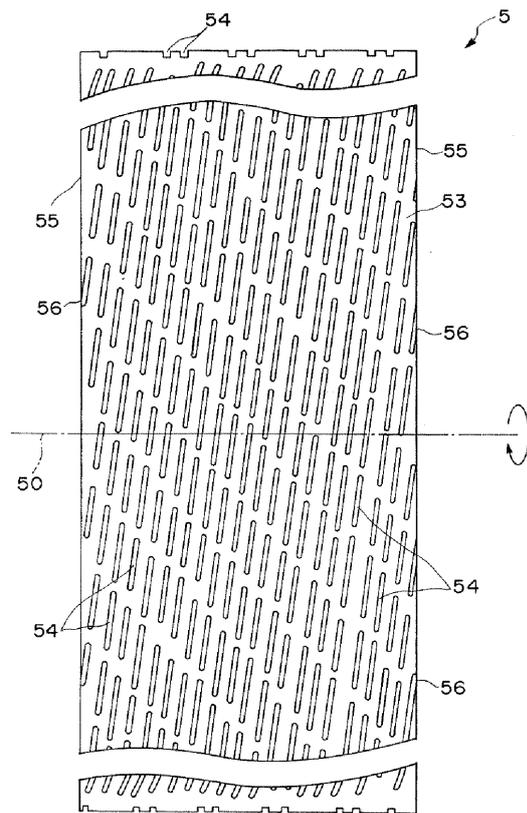
【図11】



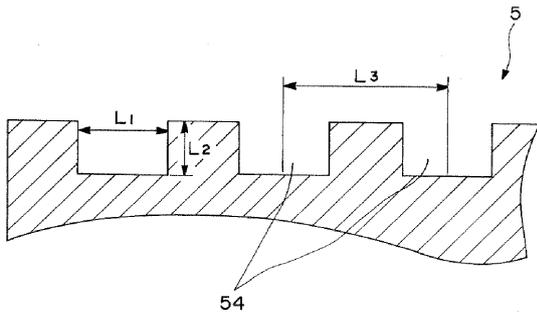
【図12】



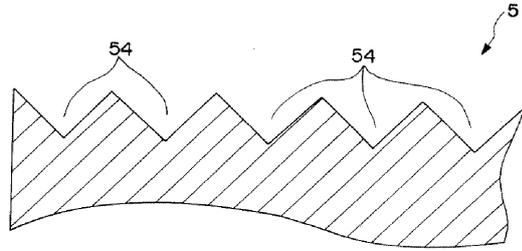
【図13】



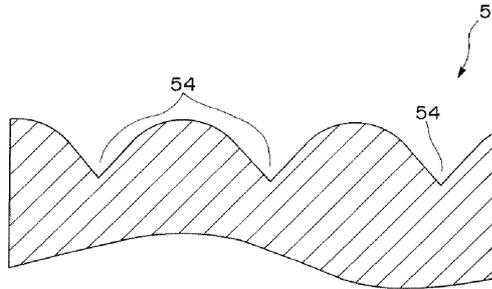
【 図 1 4 】



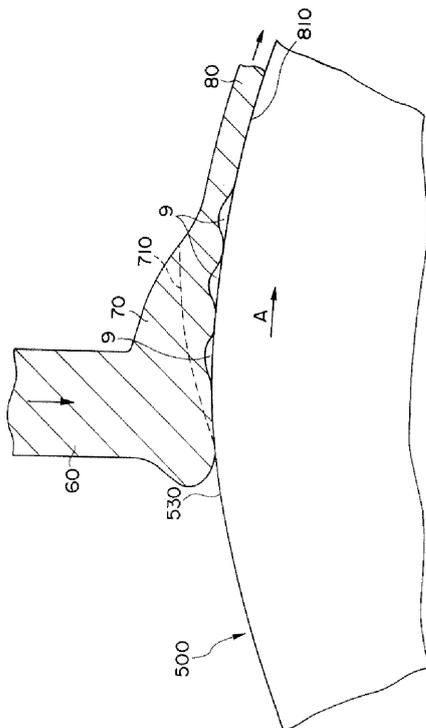
【 図 1 5 】



【 図 1 6 】



【 図 1 7 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平08 - 215801 (JP, A)
特開平09 - 271909 (JP, A)
特開平04 - 055042 (JP, A)
特開平11 - 309549 (JP, A)
特開昭59 - 163056 (JP, A)
特開平08 - 335506 (JP, A)
特開平14 - 059246 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

B22D 11/06 360
B22D 11/06 370
H01F 1/08