



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103493159 A

(43) 申请公布日 2014. 01. 01

(21) 申请号 201180065428. 9

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2011. 02. 21

H01F 41/02(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2013. 07. 15

H01F 1/053(2006. 01)

H01F 1/08(2006. 01)

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2011/054410 2011. 02. 21

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/114530 JA 2012. 08. 30

(71) 申请人 丰田自动车株式会社

地址 日本爱知县

(72) 发明人 宫本典孝 庄司哲也 大村真也

一期崎大辅 真锅明

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限

公司 11227

代理人 苗堃 金世煜

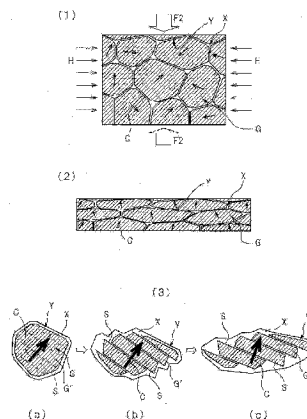
权利要求书1页 说明书9页 附图5页

(54) 发明名称

稀土类磁铁的制造方法

(57) 摘要

本发明提供利用热塑性加工达成高磁化的同时也确保了高的顽磁力的稀土类磁铁的制造方法。本发明的制造方法是将R-T-B系稀土类合金(R:稀土类元素、T:Fe 或用Co 置换一部分Fe)的粉末成型后进行热塑性加工来制造R-T-B系稀土类磁铁的方法,其特征在于,在所述成型前,将在低于热塑性加工温度的温度下与R共存而生成液相的金属、或者将在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金混合到所述R-T-B系稀土类合金的粉末中。



1. 一种 R-T-B 系稀土类磁铁的制造方法,将 R-T-B 系稀土类合金的粉末成型后进行热塑性加工而制造 R-T-B 系稀土类磁铁,其中,R 表示稀土类元素,T 表示 Fe 或用 Co 置换一部分 Fe,该制造方法的特征在于,

在所述成型前,将在低于热塑性加工温度的温度下与 R 共存而生成液相的金属、或者将在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金混合到所述 R-T-B 系稀土类合金的粉末中。

2. 如权利要求 1 所述的制造方法,其特征在于,

所述 R-T-B 系稀土类合金是 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$,

所述在低于热塑性加工温度的温度下与 R 一起生成液相的金属是 Cu 或 Al。

3. 如权利要求 2 所述的制造方法,其特征在于,所述 Cu 和 Al 为粉末状,且粉末粒径为 $100\ \mu\text{m}$ 以下。

4. 如权利要求 1 所述的制造方法,其特征在于,所述在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金是 NdCu、NdAl、PrCu、DyCu、DyAl、DyCuAl 中的任 1 种。

5. 如权利要求 4 所述的制造方法,其特征在于,所述 NdCu、NdAl、NdMn、PrCu、DyCu、DyAl、DyCuAl 为粉末状,且粉末粒径为 $80\ \mu\text{m}$ 以上。

6. 如权利要求 1、2 或 4 所述的制造方法,其特征在于,以对所述 R-T-B 系稀土类合金的粉末覆盖所述在低于热塑性加工温度的温度下与 R 共存而生成液相的金属、或者覆盖所述在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金的状态进行所述混合。

稀土类磁铁的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及使用热塑性加工来制造稀土类磁铁的方法。

背景技术

[0002] 以钕磁铁($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$)为代表的稀土类磁铁的磁通密度极高,作为强效的永久磁铁而用于各种用途。

[0003] 对于钕磁铁而言,已知晶粒尺寸小的钕磁铁的顽磁力高。因此,将晶粒尺寸为50~100nm左右的作为纳米多晶体的磁粉(粉末粒径100 μm 左右)装入模中,进行热压加工,从而在维持纳米多晶体的同时形成块体。但是,这样的话各个纳米晶粒的方位松散得不到大的磁化。因此,为了进行结晶取向,已知通过进行热塑性加工利用晶体滑动使各晶粒的方位一致,从而得到具有1T以上的高磁化的磁铁。

[0004] 但是,为了结晶取向而进行热塑性加工时,虽然因取向而磁化变大,但存在顽磁力下降的问题。

[0005] 作为其对策,例如在化学工业日报(2010年8月31日版)中提出通过对利用HDDR(氢化/相分离-脱氢/再结合)法制作的钕磁铁粉末混合NdCu合金粉末来进行热处理,从而将晶界磁去耦而提高顽磁力。但是,即使要利用该HDDR法或者骤冷凝固法使NdCu合金等改性成分扩散到纳米晶体磁铁的晶界,也由于晶粒越来越小晶粒的表面积变大,所以难以仅通过热处理而达到充分渗透。为了使改性成分充分地渗透,需要在高温进行长时间的热处理,结果发生晶粒生长,不仅顽磁力下降,而且使用Dy系的改性元素时由于进行体积扩散,所以磁化显著下降。

[0006] 在日本特开2010-114200号公报中,提出了通过在使含有Dy、Tb的合金与纳米晶体磁铁接触的状态下进行热处理来对晶界进行改性。但是,对于该方法,块磁铁的表面的顽磁力提高,但其效果无法到达磁铁内部。另外,此时,也由于使用Dy所以表面附近的磁化下降。

[0007] 在日本特开2010-103346号公报中,公开了在将Nd-Fe-B等合金粉末、 DyF_3 和Ca等单质或氢化物的混合粉末成型后,进行热塑性加工的磁铁的制造方法。由于固体状的 DyF_3 能容易地在部分液相化的晶界相中扩散并富集,所以能够利用 DyF_3 的磁去耦效果来提高顽磁力。但是,因为是固体成分的扩散,所以 DyF_3 无法扩散到热塑性加工时的滑动面,顽磁力的提高存在极限。

发明内容

[0008] 本发明的目的在于提供利用热塑性加工来实现高的磁化,同时也确保高的顽磁力的稀土类磁铁的制造方法。

[0009] 上述目的可通过如下方法达成,即根据本发明,提供一种R-T-B系稀土类磁铁的制造方法,将R-T-B系稀土类合金(R:稀土类元素,T:Fe或用Co置换一部分Fe)的粉末成型后进行热塑性加工而制造R-T-B系稀土类磁铁,该制造方法的特征在于,

[0010] 在所述成型前,将在低于热塑性加工温度的温度下与 R 共存而生成液相的金属、或者将在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金混合到所述 R-T-B 系稀土类合金的粉末中。

[0011] 根据本发明,将在低于热塑性加工温度的温度下与 R 共存而生成液相的金属、或者将在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金混合到所述 R-T-B 系稀土类合金的粉末中后进行成型,接着进行热塑性加工。所混合的金属与稀土类金属 R 一起、或者所混合的合金其本身在热塑性加工中生成液相(即一部分或全部熔融),该液相不仅渗透到作为多晶体的稀土类合金粉末的晶界,而且进一步也渗透到通过热塑性加工而生成的晶粒内的滑动面。

[0012] 在热塑性加工结束后降温的状态下,来自于液相的凝固相(所混合的金属与稀土类金属 R 的合金或混合物、或者所混合的合金本身)以除覆盖稀土类合金的晶界之外还覆盖晶粒内的滑动面的状态存在。因此,不仅如以往一样在晶粒单元发挥磁去耦效果,而且作为本发明的特征,在晶粒内的滑动区域单元(晶粒的几分之一以下的尺寸)也发挥磁去耦效果,所以既确保以往无法得到的高的顽磁力又达成利用热塑性加工获得的高磁化的本来效果。

[0013] 以下,为了使说明简洁,有时将“所混合的金属”称为“添加金属”,将“所混合的合金”称为“添加合金”,将两者一并称为“添加成分”。

附图说明

[0014] 图 1 示意地表示进行本发明的成型(块化)和热塑性加工的装置及其动作。

[0015] 图 2 示意地表示本发明的热塑性加工所致的稀土类合金的晶粒组织的变化。

[0016] 图 3 表示顽磁力和残留磁通密度相对于 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 稀土类合金中的 Nd 量的变化。

[0017] 图 4 表示添加合金 NdCu 的平均粒径对顽磁力的影响。

[0018] 图 5 表示对于添加合金 NdMn 的情况而言热塑性加工温度的影响。

[0019] 图 6 表示对于添加成分 NdCu 和 NdAl 而言添加量的影响。

[0020] 图 7 示意地表示用于对稀土类合金粉末覆盖添加成分的溅射装置。

具体实施方式

[0021] 本发明的方法的特征是在热塑性加工所致的晶体滑动时,对 NdFeB 等稀土类磁铁合金的粉末添加·混合在热塑性加工温度生成液相的低熔点的金属或合金并成型(块化)后,进行热塑性加工。但是,即使添加金属其本身不是低熔点的物质,只要是以在热塑性加工温度下一部分或全部与稀土类磁铁合金的稀土类元素(Nd 等)发生合金化的状态生成液相的物质即可。

[0022] 例如,对作为稀土类磁铁合金的具有富 Nd 相百分率的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 纳米晶体磁粉混合作为低熔点合金的 NdCu、NdAl 等,将得到的混合粉末成型后,进行热塑性加工。

[0023] 所述金属或合金对稀土类磁铁合金粉末的添加可通过下述方式来进行:(1)将所述金属或合金以粉末的形式与稀土类磁铁合金粉末混合,或者(2)利用溅射等对稀土类磁铁合金粉末的粒子表面覆盖所述金属或合金后进行混炼。

[0024] <基本工艺>

[0025] 参照图 1 进行说明。

[0026] (成型(块化) >

[0027] 首先,利用图 1(1)所示的热压等将上述混合粉末 M' ' 成型,形成块体。即,在热压机的模 D1 内填充混合粉末 M' ' ,一边用加热线圈 K1 加热一边从上下用冲头 P1 负载力 F1,将混合粉末 M' ' 压缩成型。

[0028] 将混合粉末 M' ' 块化的力 F1 是对使作为多晶体的粉末粒子彼此相互密合所必要的大小,但为能够忽略构成粉末粒子的各个晶粒本身的变形的程度。

[0029] 用于块化的成型在减压环境或 Ar 气环境等非氧化性环境中于小于 750℃ 的温度下利用热压等进行。如果成型温度为 750℃ 以上,则容易发生粒生长,成为顽磁力下降的原因。另外,晶粒粗大化的块体在之后的热塑性加工中晶粒旋转所致的取向(各向异性化)难以进行。

[0030] (热塑性加工)

[0031] 利用图 1(2)(a)所示的热锻造机等将由成型得到的块体 M' 进行热塑性加工。此时,在热锻造机中,装入不约束块体 M' 周围的大小的模 D2 内,一边用加热线圈 K2 加热一边从上下用冲头 P2 负载力 F2 进行热塑性加工。即,以加工度 60 ~ 80% 或其以上的大的加工度进行锻造加工,如图 1(b)所示得到最终形状的稀土类磁铁 M。

[0032] 在图 2 中示出(1)热塑性加工前的晶粒组织、(2)热塑性加工中(或热塑性加工后)的晶体组织、(3)热塑性加工中的晶粒的滑动变形和液相的渗透。利用加热 H 保持在热塑性加工温度,通过来自于上下的力 F2 施加锻造加工。在晶粒 G 周围的晶界 Y,添加金属与稀土类金属的合金、或添加合金作为液相 X 而存在。

[0033] 在该热塑性加工中,生成添加金属与稀土类金属的合金或者添加合金的液相 X,渗透到多晶体的晶界 Y 和各个晶粒内的滑动面 S,利用晶体 G 的旋转和变形促进 C 轴(磁化容易轴)的取向(沿锻造方向的取向)(图 2(3)(a) → (c)) 而达成高的磁化,同时不仅在晶界 Y 而且在各个晶粒内的滑动面 S 也发挥磁去耦效果而确保高顽磁力。特别地,如图 2(3)所示,单一晶粒 G 伴随着热塑性加工的进行由滑动面 S 分离成多个滑动区域 G' ,渗透于各滑动区域 G' 之间的滑动面 S 的液相 X 将滑动区域 G' 之间磁性地分离。即,不仅可以实现晶粒间的磁去耦,进一步还可以实现各个晶粒内的滑动区域之间的磁去耦。以往即使通过热塑性加工使取向提高而得到大的磁化,也得不到高的顽磁力,但通过本发明,能够在得到大的磁化的同时确保高的顽磁力。

[0034] 热塑性加工是在减压下或 Ar 等非活性环境中、优选在 600℃ ~ 800℃ 的温度下进行的。变形速度没有必要特别限定,但为 0.1 / sec 以上,优选为 1 / sec 以上。

[0035] 如果小于 600℃,则块体易发生破裂。

[0036] 另一方面,如果大于 800℃,则稀土类元素 R 富集的晶界相的软化变得显著,晶界的变形、晶粒的旋转所致的变形优先发生,滑动变形难以发生,难以得到对滑动面的液相渗透所致的磁去耦效果。另外,粒生长也变得显著,取向无法进行而得不到磁化的提高。

[0037] (后处理:任意)

[0038] 热塑性加工结束后由于残留有加工变形,所以有时发生顽磁力下降所致的波动。这种情况下,为了使品质稳定,可进行释放变形的热处理。热处理温度在晶界和滑动面的低熔点相(主要是添加成分的液相的凝固相)再熔融的温度以上、发生晶粒的粗大化的温度以下的范围。通过在晶界和滑动面使低熔点相再熔融,从而释放变形的同时,也提高磁去耦效

果,所以稳定地得到高的顽磁力。优选在 550 ~ 700℃ 的温度下为 3hr 以内的时间。

[0039] 但是,根据本发明,不需要像以往那样对于液相的渗透进行长时间的热处理,所以无需担心晶粒生长所致的顽磁力下降。

[0040] <材料组成>

[0041] (稀土类合金)

[0042] 作为本发明对象的组成是 R-T-B 系稀土类磁铁。

[0043] R 是稀土类元素,典型地为 Nd、Pr、Dy、Tb、Ho 中的一种以上,特别是 Nd 或用 Pr、Dy、Tb、Ho 中的至少一种置换一部分 Nd。作为稀土类元素,也包含作为 Nd 和 Pr 的中间产物的 Di,也包含 Dy 等稀土类重金属。

[0044] 在本发明中,从兼得顽磁力和磁化(残留磁通密度)的观点出发,优选稀土类合金中的稀土类元素 R 的含量是 27 ~ 33wt%。

[0045] 图 3 表示顽磁力和残留磁通密度相对于作为典型例的 Nd₂Fe₁₄B 稀土类合金中的 Nd 量的变化。

[0046] 如果 Nd 量小于 27wt%,则磁去耦效果不充分,作为基础的顽磁力下降。另外,在热塑性加工中易发生破裂。

[0047] 另一方面,如果 Nd 量大于 33wt%,则主相率下降,磁化不充分。

[0048] 在本发明中使用的稀土类合金粉末的粒度在 2mm 以下程度为宜,但优选为 200 μm 以下。为了防止氧化,粉碎在 Ar、N₂ 等非活性气体环境中进行。

[0049] (添加的金属和合金)

[0050] 本发明的方法是,在成型工序前,将添加金属(即在低于热塑性加工温度的温度下与 R 共存而生成液相的金属)和添加合金(即在低于热塑性加工温度的温度下生成液相的合金)添加·混合到上述的稀土类磁铁合金粉末中。

[0051] (添加金属)

[0052] 添加的金属是在与稀土类元素 R 共存下(一部分或全部发生了合金化的状态)在热塑性加工温度、优选在 700℃ 以下生成液相的金属。添加金属是选自 Cu、Al、Ni、Co、Mn、Zn、Al、Ga、In、Mg 中的 1 种以上。

[0053] 将添加金属以粉末形式添加时,为了易于与稀土类磁铁合金粉末混合,优选添加金属粉末的平均粒径为 100 μm 以下。

[0054] (添加合金)

[0055] 是稀土类元素 R 与上述添加金属的合金,是在热塑性加工温度、优选在 670℃ 以下生成液相的金属。此处,添加合金的稀土类元素 R 可以是与稀土类合金磁铁的稀土类元素 R 相同种类,也可以是不同种类,可以是单一元素,也可以是多种元素。对于稀土类磁铁合金的稀土类元素 R,可从上述的元素种类的范围中选择。

[0056] 将添加合金以粉末形式添加时,为了不易被氧化,优选添加合金粉末的平均粒径为 80 μm 以上。其中,如果粒径过大,则混合时容易不均匀,所以优选为 1mm 以下。

[0057] (添加金属或添加合金的添加量)

[0058] 添加金属或添加合金对稀土类磁铁合金的添加量可以在可得到本发明的液相渗透的效果、对磁铁的磁性没有不良影响的范围选定,优选是 0.3 ~ 5wt%、进一步优选是 0.5 ~ 5wt%。对于添加量,在实施例 2 中详细说明。

实施例

[0059] (实施例 1)

[0060] 将稀土类磁铁原料与合金组成(质量%):31Nd-3Co-1B-0.4Ga- 余量 Fe 对应地配合规定量,在 Ar 气环境中熔化,将熔液从喷口注射到旋转辊(镀铬铜制辊)而骤冷,制造合金薄片。在 Ar 气环境中将该合金薄片用铣削机粉碎和筛分,得到粒径 2mm 以下的稀土类合金粉末(平均粒径 100 μ m)。该粉末粒子的晶粒径为 100nm 左右,氧量为 800ppm。

[0061] 在上述的稀土类合金粉末中,如表 1 所示,以表 1 所示的添加量混合平均粒径约 10 μ m 以下的金属粉末和平均粒径 80 μ m 以上的各合金粉末,准备混合粉末。

[0062] 添加合金的组成如下所述。

[0063] NdCu :Nd-15wt% Cu

[0064] NdAl :Nd-3wt% Al

[0065] NdMn :Nd-15wt% Mn

[0066] PrCu :Pr-18wt% Cu

[0067] DyCu :Dy-14wt% Cu

[0068] DyAl :Dy-4wt% Al

[0069] DyCuAl :Dy-14wt% Cu-4wt% Al

[0070] 表 1

添加成分	添加量 (wt%)	块体		热塑性加工后	
		顽磁力	磁化	顽磁力	磁化
无	—	17.0	0.80	16.0	1.43
Cu	3	17.8	0.78	18.2	1.43
Al	3	17.9	0.77	18.5	1.40
NdCu	3	18.2	0.78	22.5	1.39
NdAl	3	17.2	0.79	22.7	1.38
NdMn	3	15.8	0.79	20.2	1.40
PrCu	3	18.3	0.77	22.7	1.36
DyCu	0.4	20.2	0.76	21.2	1.35
DyAl	0.4	20.4	0.75	22.2	1.35
DyCuAl	0.4	20.5	0.75	23.1	1.35

[0071] 顽磁力:kOe。磁化(残留磁通密度):T。

[0072] 将混合粉末填充于具有 ϕ 10mm、高 17mm 容积的超合金制模中,用超合金冲头密封上下。

[0073] 将该模/冲头·装配置于真空腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 600°C 立刻用 100MPa 进行加压加工。加压加工后保持 30 秒后,从模/冲头·装配中取出块体。该块体的高度是 10mm (直径是 ϕ 10mm)。

[0074] 接着,装入另一 ϕ 20mm 的超合金模中,将模/冲头·装配置于腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 720°C 立刻以加工率 60% 进行热锻加工。

[0075] 热塑性加工后,添加成分含有 Cu 的样品在 580°C 进行释放变形热处理 10 分钟,添加成分含有 Al 的样品在 650°C 进行释放变形热处理 10 分钟。

[0077] 在块化后和热塑性加工后,将测定顽磁力和磁化(残留磁通密度)的结果一并示于表 1。

[0078] 均是通过热塑性加工磁化和顽磁力比块体大大提高。该顽磁力提高认为是由于晶界和滑动面的添加成分液相的凝固层所致的主相($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$)的磁去耦效果有效发挥。

[0079] <添加成分的粒度的影响>

[0080] 对于添加合金 NdCu,使平均粒径变为 30、50、80、1000、3000 μm ,研究对顽磁力的影响。将结果示于图 4。从该结果可知,添加合金粉末的平均粒径需要在 80 μm 以上。像 NdCu 这样与稀土类金属的合金如果过细,则即使在非活性气体环境中粉碎,也认为与气体中微量的氧结合而氧化。另一方面,为了易于与晶界相合金化,Cu、Al 尽可能细,需要事先设为优选数 μm ~ 数十 μm (例如 37 μm 左右)。

[0081] <热塑性加工温度的影响>

[0082] 对于使用添加合金 NdMn 的情况,研究热塑性加工温度对热塑性加工后的顽磁力的影响。将结果示于表 2 和图 5。

[0083] 表 2

[0084]

热塑性加工温度(°C)	Hc(kOe)	Δ Hc(kOe)
660	15.8	0
680	15.9	0.1
700	16.7	0.9
720	20.2	4.4
740	20.4	4.6

[0085] 在图 5 中表示相对于块体的顽磁力 15.8kOe 的热塑性加工后的顽磁力的增量 ΔH 。

[0086] NdMn(Nd-15wt% Mn)是共晶合金,熔点是 700°C。如上述结果所示,在 NdMn 的熔点附近, ΔHc 急剧变大。认为这是因为通过 NdMn 的熔融,覆盖晶界和滑动面,在晶粒单元和滑动区域单元中的磁去耦效果变得显著。

[0087] <添加成分的形态带来的影响>

[0088] 除表 1 所示的添加成分 Cu、NdCu 以外,使用 Nd、Nd + Cu 研究添加成分的形态对顽磁力的影响。将结果示于表 3。

[0089] 表 3

[0090]

添加成分(形态)	H _c (kOe)	ΔH _c (kOe)	(参考:熔点℃)
Cu	18.2	2.2	1083
Nd	16.4	0.4	1021
NdCu	22.5	6.5	520
Nd + Cu (*)	16.6	0.6	—

[0091] (*) 添加量: 纯 Nd2.55wt%+ 纯 Cu0.45wt%(合计 3wt%)。

[0092] 单独添加 Cu 时,相对于无添加时(表 1 的“添加成分”一栏“无”时)的顽磁力提高值 ΔH_c 是 2.2kOe。其小于添加 NdCu 时的 ΔH_c6.5 (表 1 的单独 Al 相对于 NdAl 的情况也一样)。另一方面,单独添加 Nd(3wt%)时,ΔH_c 更小,为 0.4,添加的效果极其有限。另外,以与 NdCu 合金相同的添加量(合计 3wt%)单独混合 Nd 粉末和 Cu 粉末时,ΔH_c 同样小,为 0.6。

[0093] 对各添加成分的形态,在以下进行考察。

[0094] 《Cu 单独: ΔH_c = 2.2kOe》

[0095] 添加的 Cu 在富 Nd 成分为多晶体的磁粉的晶界与磁铁合金的 Nd 进行反应而形成一部分为低熔点的 NdCu 合金,可形成液相。在该 NdCu 合金形成的晶界的部位,仅该部分 Nd 浓度下降,通过低熔点化而熔融,从而释放晶界附近的变形,易发挥主相的磁性质。这里,相对于添加的 Cu 的量,存在于晶界的 Nd 成分的绝对量少,所以 ΔH_c 是上述的程度。

[0096] 《Nd 单独: ΔH_c = 0.4kOe》

[0097] Nd 的熔点为 1021℃,远高于热塑性加工温度。另外,因为能与添加的 Nd 合金化而形成低熔点相的元素也有限(这里,晶界部分的 Co 和 Fe 属于该元素),所以 Nd 单独的效果非常有限。

[0098] 《NdCu 合金: ΔH_c = 6.5kOe》

[0099] Nd-15wt% Cu 合金是共晶合金,熔点是 520℃,在热塑性加工温度 720℃以下全体液相化。形成的液相在热塑性加工时充分润湿晶界和滑动面,从而磁去耦效果显著,可得到大的效果。

[0100] 《Nd+Cu: ΔH_c = 0.6kOe》

[0101] 由于与上述的 Cu 单独和 Nd 单独的情况相同的理由,效果非常有限,即使与 NdCu 合金等量的添加也几乎没有意义。

[0102] (实施例 2)

[0103] 本实施例中,对添加成分的添加量的影响进行研究。

[0104] 将稀土类磁铁原料与合金组成(质量%):31Nd-3Co-1B-0.4Ga- 余量 Fe 对应地配合规定量,在 Ar 气环境中熔化,将熔液从喷口注射到旋转辊(镀铬铜制辊)而骤冷,制造合金薄片。将该合金薄片在 Ar 气环境中用铣削机粉碎并筛分,得到粒径 2mm 以下的稀土类合金粉末(平均粒径 100 μm)。该粉末粒子的晶粒径是 100nm 左右,氧量是 800ppm。

[0105] 在上述的稀土类合金粉末中,以添加量 0 ~ 10wt% 混合平均粒径 80 μm 的 Nd-15wt% Cu 粉末或 Nd-96wt% Al 粉末,准备混合粉末。具体而言,添加量是 0.2、0.3、0.5、1、2、3、5、10wt%。

[0106] 将混合粉末填充到具有 φ10mm、高 17mm 的容积的超硬合金制模中,将上下用超硬

合金冲头密封。

[0107] 将该模 / 冲头·装配置于真空腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 600°C 立刻用 100MPa 进行加压加工。加压加工后保持 30 秒后,从模 / 冲头·装配中取出块体。该块体的高度是 10mm (直径是 $\phi 10\text{mm}$)。

[0108] 接着,装入另一 $\phi 20\text{mm}$ 的超硬合金模中,将模 / 冲头·装配置于腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 680°C 立刻以加工率 60% 进行热锻加工。

[0109] 热塑性加工后,添加成分含有 Cu 的样品在 580°C 进行释放变形热处理 10 分钟,添加成分含有 Al 的样品在 650°C 进行释放变形热处理 10 分钟。

[0110] 对于得到的各样品,测定顽磁力和磁化(残留磁通密度)。将结果示于图 6。

[0111] 对于顽磁力 H_c ,添加量 0.2wt% 时几乎未看到效果,添加量 0.3wt% 以上时明显看到效果,添加量 0.5wt% 以上时更明显地看到效果。 H_c 伴随着添加量的增加慢慢增加,直至添加量 5wt% 都可看到显著的添加效果。

[0112] 另一方面,磁化(残留磁通密度) B_r 伴随着添加量的增加单调下降,添加量 10wt% 时下降显著。

[0113] 这是由于对于磁去耦所致的顽磁力提高来说添加量越多越好,但另一方面,添加量过多时磁铁的主相率下降而磁化下降。

[0114] 因此,添加量优选 0.3wt% ~ 5wt%。

[0115] (实施例 3)

[0116] 本实施例中,将对稀土类磁铁合金的粉末粒子覆盖添加成分作为添加例进行说明。

[0117] 将稀土类磁铁原料与合金组成(质量%):31Nd-3Co-1B-0.4Ga-余量 Fe 对应地配合规定量,在 Ar 气环境中熔化,将熔液从喷口注射到旋转辊(镀铬铜制辊)而骤冷,制造合金薄片。将该合金薄片在 Ar 气环境中用铣削机粉碎并筛分,得到粒径 2mm 以下的稀土类合金粉末(平均粒径 $100\mu\text{m}$)。该粉末粒子的晶粒径是 100nm 左右,氧量是 800ppm。

[0118] 以纯 Cu 或 Nd-15wt% Cu 合金为靶对上述的稀土类合金粉末进行溅射并使得平均膜厚为 $0.5\mu\text{m}$ 。图 7 示出使用的装置的示意图。

[0119] 将利用上述溅射在粒子表面覆盖添加成分而得的覆盖稀土类合金粉末填充于具有 $\phi 10\text{mm}$ 、高 17mm 的容积的超硬合金制模中,将上下用超硬合金冲头密封。

[0120] 将该模 / 冲头·装配置于真空腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 600°C 立刻用 100MPa 进行加压加工。加压加工后保持 30 秒后,从模 / 冲头·装配中取出块体。该块体的高度是 10mm (直径是 $\phi 10\text{mm}$)。

[0121] 接着,装入另一 $\phi 20\text{mm}$ 的超硬合金模中,将模 / 冲头·装配置于腔内,减压至 10^{-2} Pa,用高频线圈加热,达到 680°C 立刻以加工率 60% 进行热锻加工。

[0122] 热塑性加工后,在 580°C 进行释放变形热处理 10 分钟。

[0123] 对于得到的稀土类磁铁样品,测定顽磁力和磁化(残留磁通密度)。将结果示于表 4。

[0124] 表 4

[0125]

添加成分	添加量 (wt%)	块体		热塑性加工后	
		顽磁力	磁化	顽磁力	磁化
无	—	17.0	0.80	16.0	1.43
Cu	2.5	17.0	0.78	18.3	1.42
NdCu	2.5	18.3	0.77	23.0	1.40

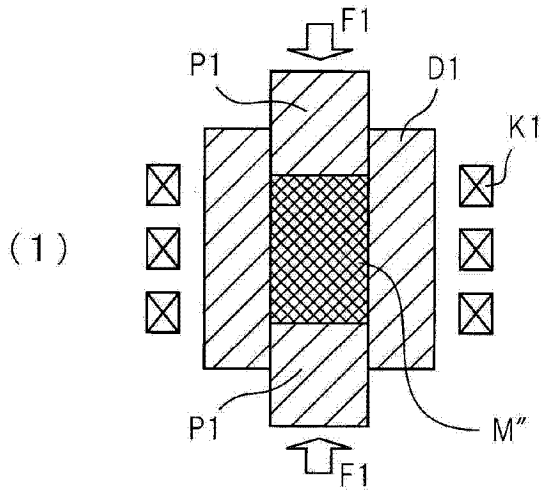
[0126] 顽磁力 :kOe。磁化 (残留磁通密度):T.

[0127] 单独添加 Cu 和添加 NdCu 合金均可得到与实施例 1 中的以粉末状态混合时几乎相等的结果。但是,虽然该结果无法表现,但与以粉末状态混合时相比,以覆盖于粉末粒子的形态添加时能均匀添加,所以品质波动能被抑制得较小。另一方面,溅射在真空中可进行分批处理,所以从生产率和成本方面考虑,粉末混合有利。

[0128] 产业上的可利用性

[0129] 根据本发明,提供利用热塑性加工来实现高的磁化,同时也确保高的顽磁力的稀土类磁铁的制造方法。

[成型块化]



[热塑性加工]

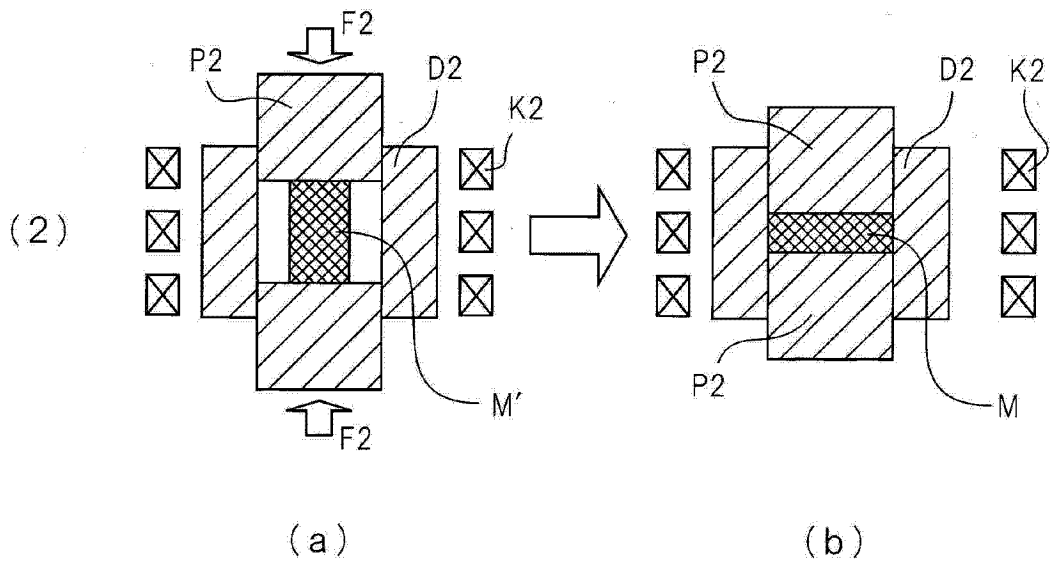


图 1

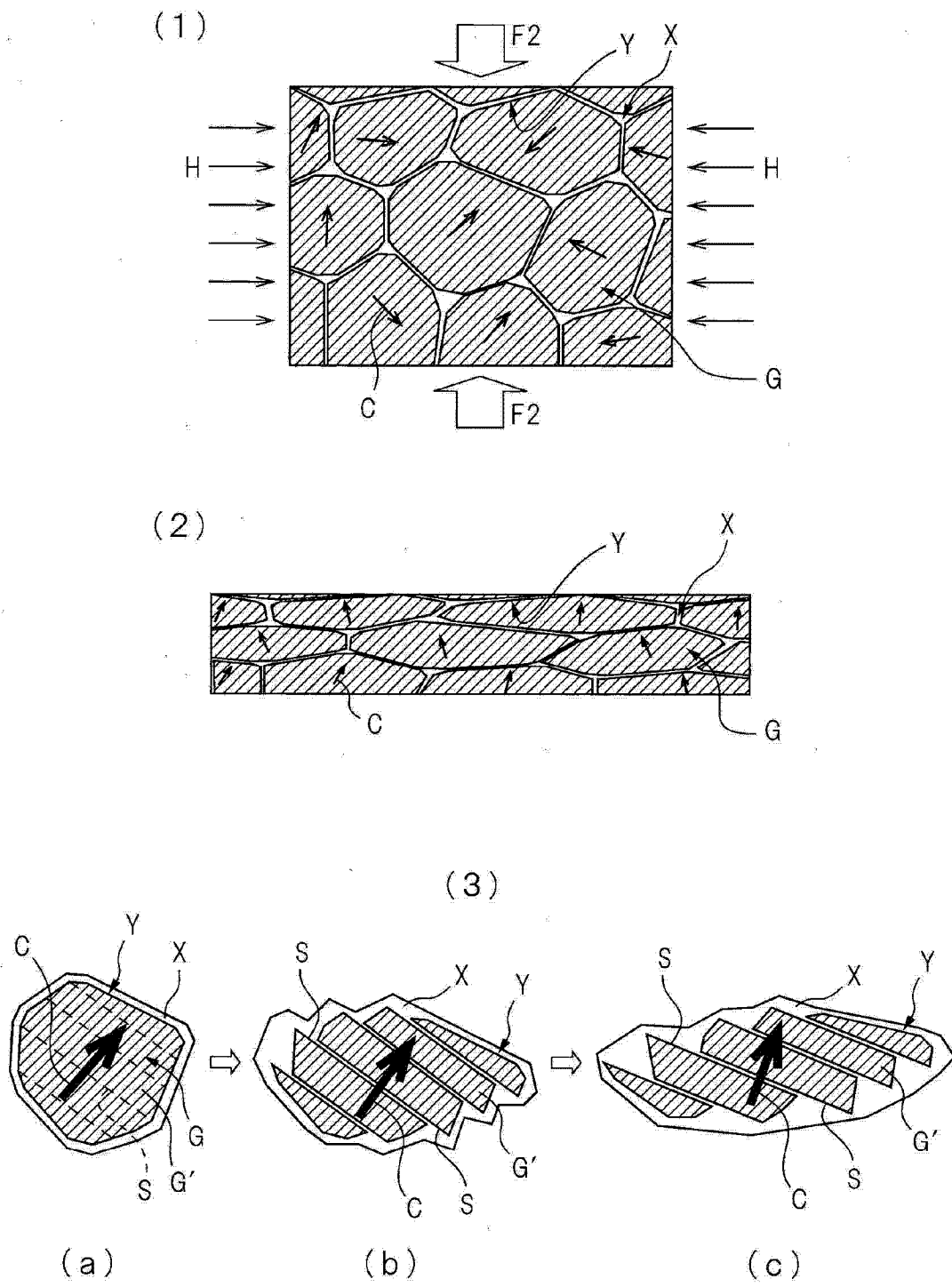


图 2

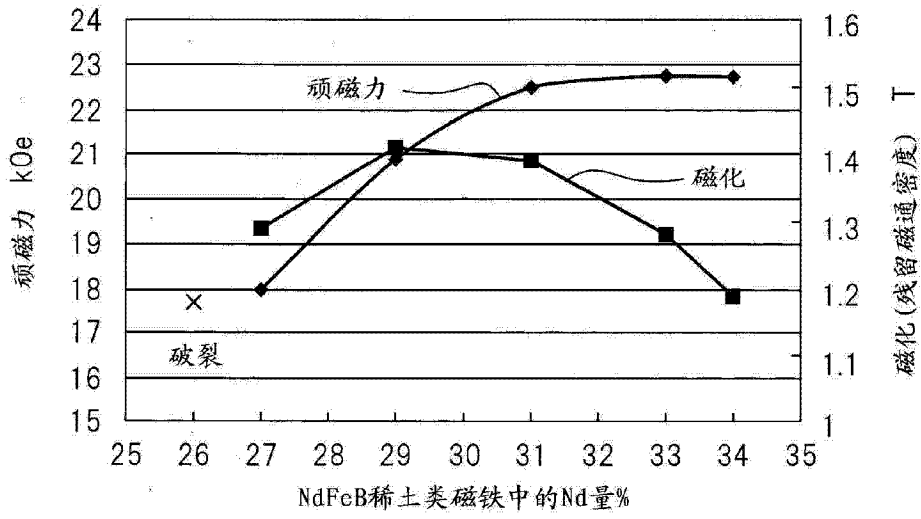


图 3

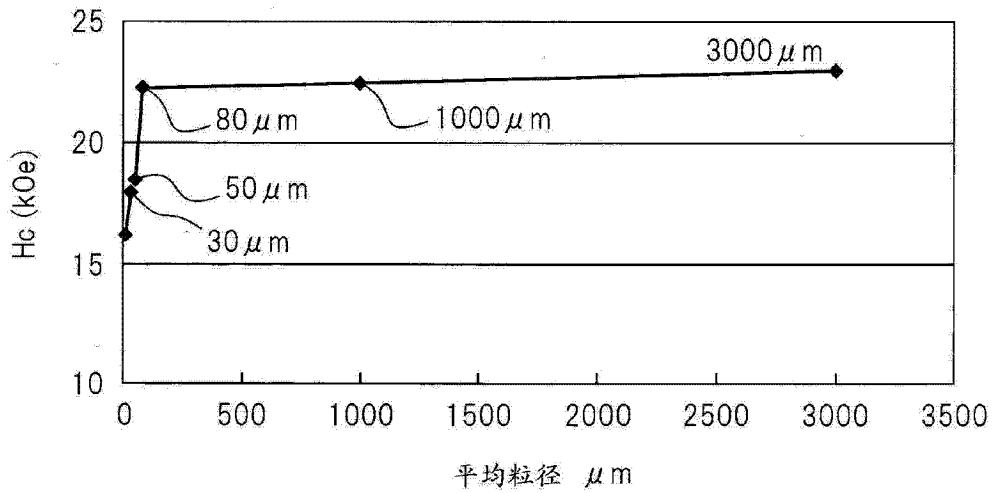


图 4

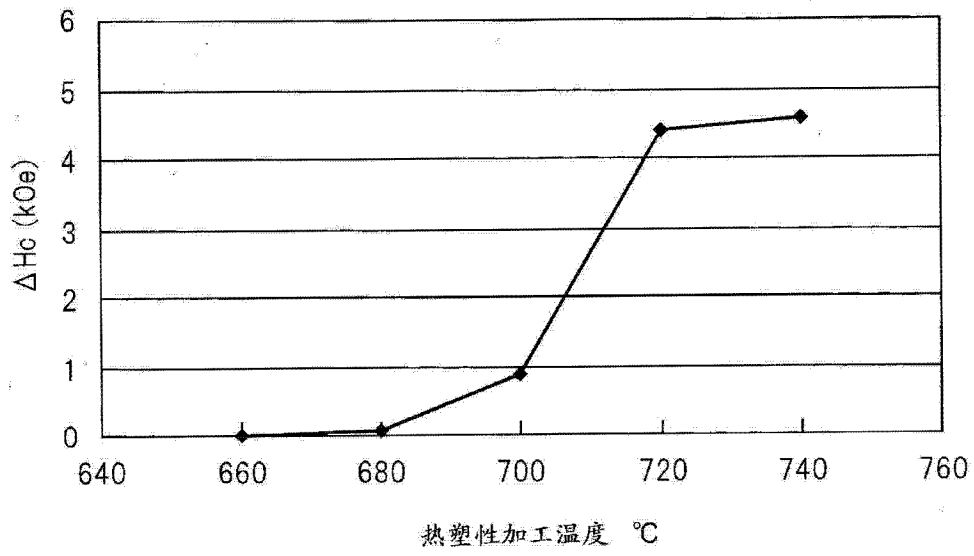


图 5

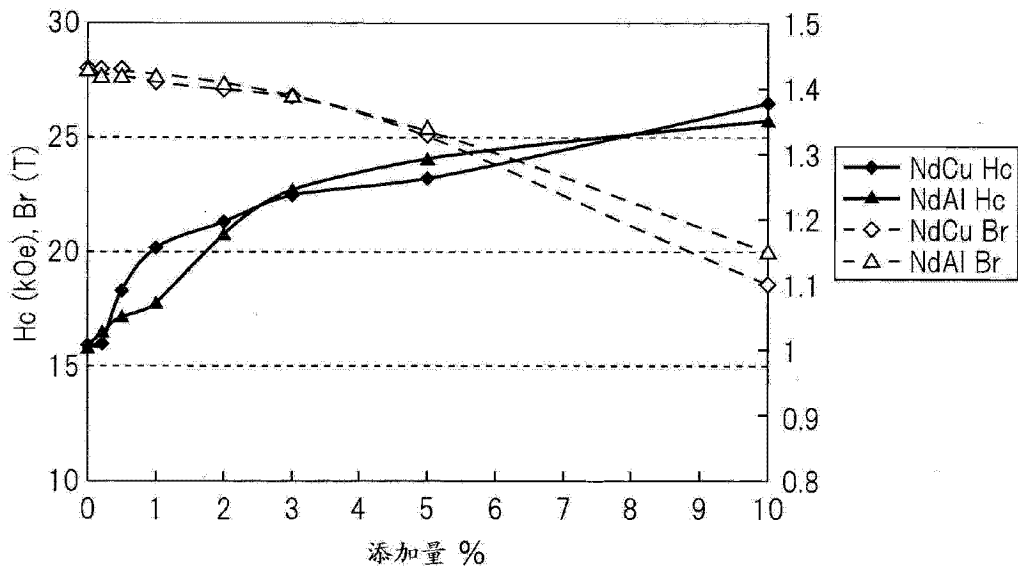


图 6

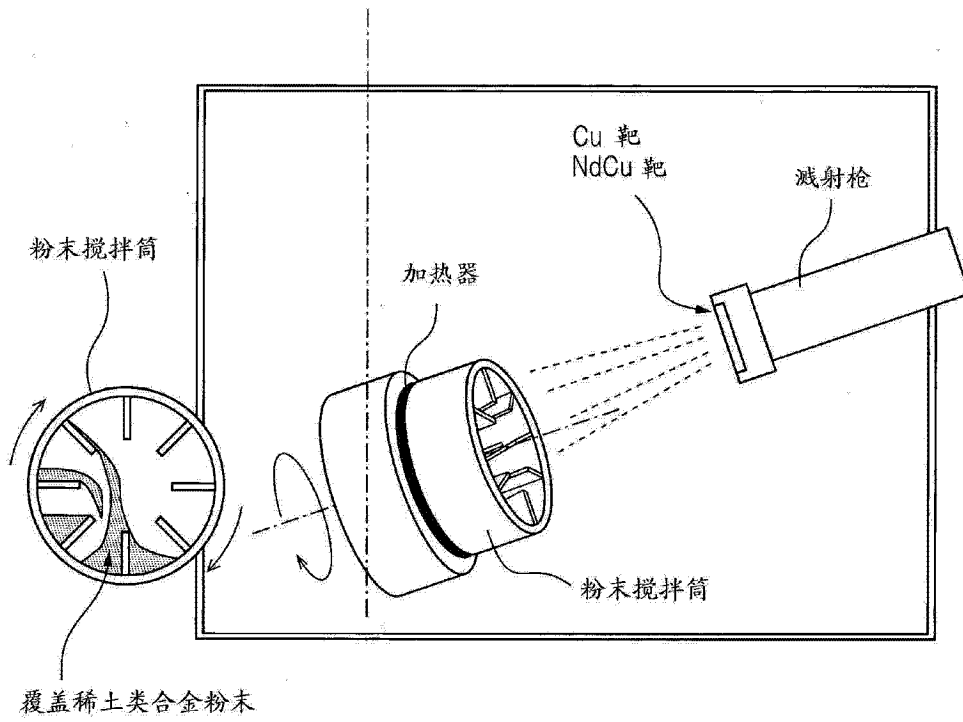


图 7