

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2018-85388
(P2018-85388A)

(43) 公開日 平成30年5月31日(2018.5.31)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)
H01F	1/055	(2006.01)	H01F	1/055	170	3D202
H02K	1/27	(2006.01)	H02K	1/27	501M	4K018
H02K	1/17	(2006.01)	H02K	1/17		5E040
H02K	7/18	(2006.01)	H02K	7/18	Z	5H607
B60K	6/40	(2007.10)	B60K	6/40		5H622

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 22 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2016-226294 (P2016-226294)
(22) 出願日 平成28年11月21日(2016.11.21)

(71) 出願人 000003078
株式会社東芝
東京都港区芝浦一丁目1番1号
(74) 代理人 110001092
特許業務法人サクラ国際特許事務所
(72) 発明者 岡本 佳子
東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内
(72) 発明者 堀内 陽介
東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内
(72) 発明者 桜田 新哉
東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内

最終頁に続く

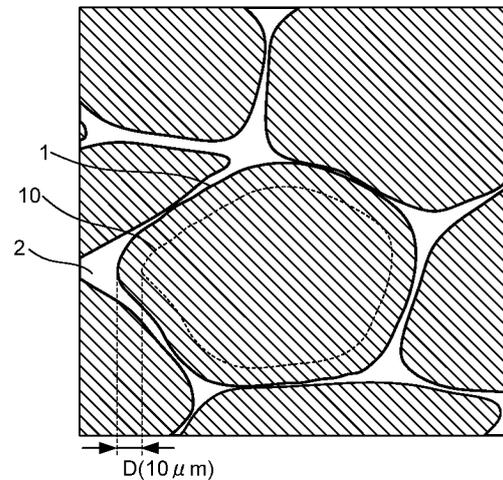
(54) 【発明の名称】 永久磁石、回転電機、及び車両

(57) 【要約】

【課題】 低速回転から高速回転までの可変速駆動を行う回転電機において、高速回転域での効率の低下を抑制する。

【解決手段】 永久磁石は、組成式： $R_p Fe_q M_r Cu_t Co_{100-p-q-r-t}$ で表され、マトリクスを含む結晶粒と、粒界相と、を具備する。マトリクスは、 $Th_2 Zn_{17}$ 型結晶相を有するセル相と、セル相を分断するセル壁相と、複数のCu高濃度相と、を有する。マトリクスに対する複数のCu高濃度相の面積割合は、0.2%以上5.0%以下である。複数のCu高濃度相のうちの少なくとも一つのCu高濃度相の重心を中心とする半径3μmの円内に平均3個以上15個以下の他のCu高濃度相が分布している。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

組成式： $R_p Fe_q M_r Cu_t Co_{100-p-q-r-t}$
 (式中、Rは一種以上の希土類元素であり、MはTi、Zr、及びHfから選ばれる少なくとも一つの元素であり、pは10.8 ≤ p ≤ 11.6原子%を満足する数であり、qは2.4 ≤ q ≤ 4.0原子%を満足する数であり、rは0.88 ≤ r ≤ 4.5原子%を満足する数であり、tは0.88 ≤ t ≤ 13.5原子%を満足する数である)で表される永久磁石であって、

マトリクスを含む結晶粒と、
 粒界相と、を具備し、

前記マトリクスは、 Th_2Zn_{17} 型結晶相を有するセル相と、前記セル相を分断するセル壁相と、前記マトリクスの平均Cu濃度よりも高く前記粒界相のCu濃度よりも低いCu濃度を有する複数のCu高濃度相と、を有し、

前記 Th_2Zn_{17} 型結晶相のc軸を含む断面において、前記マトリクスに対する前記複数のCu高濃度相の面積割合は、0.2%以上5.0%以下であり、

前記複数のCu高濃度相のうちの一つのCu高濃度相の重心を中心とする半径3μmの円内に平均3個以上15個以下の他のCu高濃度相が分布している、永久磁石。

【請求項 2】

残留磁化Brは、1.16T以上であり、

M-H曲線上の保磁力Hcjは、1600kA/m以上であり、

B-H曲線上の保磁力HcBは、700kA/m以上であり、

角型比は、90%以下であり、

リコイル透磁率は、1.15以上1.90以下である、請求項1に記載の永久磁石。

【請求項 3】

前記組成式における元素Rの50原子%以上がSmであり、

前記組成式における元素Mの50原子%以上がZrである、請求項1又は請求項2に記載の永久磁石。

【請求項 4】

前記組成式におけるCoの20原子%以下が、Ni、V、Cr、Mn、Al、Ga、Nb、Ta、及びWから選ばれる少なくとも一つの元素で置換されている、請求項1ないし請求項3のいずれか一項に記載の永久磁石。

【請求項 5】

請求項1ないし請求項4のいずれか一項に記載の永久磁石からなる第1の永久磁石と、
 残留磁化Brが1.16T以上であり、M-H曲線上の保磁力Hcjが800kA/m以上かつ前記第1の永久磁石の前記保磁力Hcj以下であり、リコイル透磁率が1.1以下である第2の永久磁石と、を備え、

前記第1の永久磁石及び前記第2の永久磁石は、磁気回路上で互いに並列又は直列に配置されている、永久磁石。

【請求項 6】

ステータと、

ロータと、を具備し、

前記ステータ又は前記ロータは、請求項1ないし請求項5のいずれか一項に記載の永久磁石を備える、回転電機。

【請求項 7】

前記ロータは、シャフトを介してタービンに接続されている、請求項6に記載の回転電機。

【請求項 8】

請求項6に記載の回転電機を具備する、車両。

【請求項 9】

10

20

30

40

50

請求項6に記載の回転電機を具備し、
前記ロータは、シャフトに接続されており、
前記シャフトに回転が伝達される、車両。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

実施形態の発明は、永久磁石、回転電機、及び車両に関する。

【背景技術】

【0002】

一般的に、高性能希土類磁石としてNd - Fe - B系磁石、Sm - Co系磁石が広く知られている。これらの磁石は多元素により構成されている。FeやCoは飽和磁化増大の役割を担っている。NdやSm等の希土類元素は、それらの4f軌道にて大きな磁気異方性が誘起され、これにより大きな保磁力を発現する。このように、各構成元素の特性を引き出すことにより、高性能磁石を実現することができる。

10

【0003】

このような高性能磁石は、主としてモータ、発電機、スピーカ、計測器等の電気機器に搭載、使用されている。近年、産業用及び民生用電気機器では、省エネルギー、小型軽量化の要求が高まり、これに応じた磁気特性を有する永久磁石の開発が進められている。さらに、モータの高効率化促進の一環として、可変速磁束型モータなどのメモリモータに適用可能な永久磁石の開発は、大変重要な課題の一つである。

20

【0004】

Sm - Co系磁石は、キュリー温度が高いため、耐熱性に優れた磁気特性を有する。このため、温度の変動が大きい環境で使用するモータに適用することが可能である。従来のSm - Co系磁石では、高い耐熱性と耐減磁性を有しつつ、高温域でのモータ特性の向上を促している。

【0005】

モータの特性は、回転速度に対するトルク値にて効率、損失などの可変速特性などで表される。モータを回転させるためには、インバータなどの補機が設けられる。補機の制御電圧を超えるモータ端子電圧が発生すると、急激なトルク減少や故障を招く。低速回転域でのトルクは、永久磁石の磁化が主に支配的であるため、Nd - Fe - B系磁石のように、高い磁化を有する磁石が適している。一方、高速回転域では、回転速度に比例した鎖交磁束が発生し、端子電圧が増加する。このため、鎖交磁束を抑えるための電流（弱め界磁電流）を流し、端子電圧が制御電圧以下になるようにする。弱め界磁電流を加えるため、銅損が上昇し、その結果効率が低下してしまう。

30

【0006】

これに対し、外場に応答して磁化を変化させることが可能な、高いリコイル透磁率を有するSm - Co系永久磁石と、Nd - Fe - B系磁石とを組み合わせ、新規コンセプト磁石の起用によって、低速回転域での効率を維持しつつ、高速回転域での効率を向上させることができると考えられる。Sm - Co系磁石のリコイル透磁率を高めるためには、製造条件、組成、分析による構造制御や再現性の向上などの技術開発が必要である。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2012 - 175738号公報

【特許文献2】特開2015 - 159691号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明で解決しようとするべき課題は、低速回転から高速回転までの可変速駆動を行う回転電機において、高速回転域での効率の低下を抑制することである。

50

【課題を解決するための手段】

【0009】

実施形態の永久磁石は、組成式： $R_p Fe_q M_r Cu_t Co_{100-p-q-r-t}$ （式中、Rは一種以上の希土類元素であり、MはTi、Zr、及びHfから選ばれる少なくとも一つの元素であり、pは10.8 ≤ p ≤ 11.6原子%を満足する数であり、qは24 ≤ q ≤ 40原子%を満足する数であり、rは0.88 ≤ r ≤ 4.5原子%を満足する数であり、tは0.88 ≤ t ≤ 13.5原子%を満足する数である）で表される永久磁石であって、マトリクスを含む結晶粒と、粒界相と、を具備する。マトリクスは、 Th_2Zn_{17} 型結晶相を有するセル相と、セル相を分断するセル壁相と、マトリクスの平均Cu濃度よりも高く粒界相のCu濃度よりも低いCu濃度を有する複数のCu高濃度相と、を有する。 Th_2Zn_{17} 型結晶相のc軸を含む断面において、マトリクスに対する複数のCu高濃度相の面積割合は、0.2%以上5.0%以下である。複数のCu高濃度相のうち少なくとも一つのCu高濃度相の重心を中心とする半径3μmの円内に平均3個以上15個以下の他のCu高濃度相が分布している。

10

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】永久磁石の構造例を示す断面模式図である。

【図2】マトリクスの構造例を示す断面模式図である。

【図3】Cu高濃度相の分布状態を説明するための模式図である。

【図4】モータの構造例を示す模式図である。

20

【図5】モータの構造例を示す模式図である。

【図6】発電機の構造例を示す模式図である。

【図7】永久磁石の断面のSTEM像を示す図である。

【図8】STEM-EDXによるCuマッピング像を示す図である。

【図9】永久磁石の断面のSTEM像を示す図である。

【図10】STEM-EDXによるCuマッピング像を示す図である。

【図11】永久磁石の断面のSTEM像を示す図である。

【図12】STEM-EDXによるCuマッピング像を示す図である。

【図13】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

【図14】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

30

【図15】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

【図16】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

【図17】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

【図18】永久磁石の断面のSEM像を示す図である。

【図19】永久磁石のB-H曲線を示す図である。

【図20】モータの汎用モデルを示す模式図である。

【図21】モータのトルクと回転速度との関係を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、実施形態について、図面を参照して説明する。なお、図面は模式的なものであり、例えば厚さと平面寸法との関係、各層の厚さの比率等は現実のものとは異なる場合がある。また、実施形態において、実質的に同一の構成要素には同一の符号を付し説明を省略する。

40

【0012】

(第1の実施形態)

本実施形態の永久磁石は、組成式： $R_p Fe_q M_r Cu_t Co_{100-p-q-r-t}$ （式中、Rは一種以上の希土類元素であり、MはTi、Zr、及びHfから選ばれる少なくとも一つの元素であり、pは10.8 ≤ p ≤ 11.6原子%を満足する数であり、qは24 ≤ q ≤ 40原子%を満足する数であり、rは0.88 ≤ r ≤ 4.5原子%を満足する数であり、tは0.88 ≤ t ≤ 13.5原子%を満足する数である）で表される。上記

50

組成式の原子比は、R、Fe、M、Cu、及びCoの合計を100原子%としたときの原子比であり、永久磁石は微量の酸素及び炭素を含んでいてもよい。

【0013】

上記組成式におけるRは、磁石材料の磁気異方性を高める元素である。元素Rの例としては、例えばイットリウム(Y)を含む希土類元素から選ばれる1つ又は複数の元素などを用いることができ、例えばサマリウム(Sm)、セリウム(Ce)、ネオジム(Nd)、プラセオジム(Pr)等を用いることができ、特に、Smを用いることが好ましい。例えば、元素RとしてSmを含む複数の元素を用いる場合、Sm濃度を元素Rとして適用可能な元素全体の50原子%以上とすることにより、磁石材料の性能、例えば保磁力を高めることができる。なお、元素Rとして適用可能な元素の70原子%以上、さらには90%以上をSmとするとさらに好ましい。

10

【0014】

元素Rとして適用可能な元素の濃度を、例えば10.8原子%以上11.6原子%以下とすることにより保磁力を大きくすることができる。元素Rとして適用可能な元素の濃度が10.8原子%未満の場合、多量のFeが析出するため、十分な保磁力を得ることができなくなり、11.6原子%を超える場合、飽和磁化が低下する。元素Rとして適用可能な元素の濃度は、10.9原子%以上11.6原子%以下、さらには11.0原子%以上11.6原子%以下であることがより好ましい。

【0015】

上記組成式におけるMは、高いFe濃度の組成で大きな保磁力を発現させることができる元素である。元素Mとしては、例えばチタン(Ti)、ジルコニウム(Zr)、及びハフニウム(Hf)からなる群より選ばれる1つ又は複数の元素が用いられる。元素Mの含有量rが4.5原子%を超えると、元素Mを過剰に含有する異相が生成しやすくなり、保磁力、磁化ともに低下しやすくなる。また、元素Mの含有量rが0.88原子%未満であるとFe濃度を高める効果が小さくなりやすい。元素Mの含有量rは、1.15原子%以上3.57原子%以下、さらには1.49原子%よりも大きく2.24原子%以下、さらには1.55原子%以上2.23原子%以下であることがより好ましい。

20

【0016】

元素Mは、少なくともZrを含むことが好ましい。特に、元素Mの50原子%以上をZrとすることによって、永久磁石の保磁力を高めることができる。一方、元素Mの中でHfはとりわけ高価であるため、Hfを使用する場合においても、その使用量は少ないことが好ましい。例えば、Hfの含有量は、元素Mの20原子%未満であることが好ましい。

30

【0017】

Cuは、磁石材料において高い保磁力を発現させることができる元素である。Cuの含有量は、例えば0.88原子%以上13.5原子%以下であることが好ましい。これよりも多量に配合すると磁化の低下が著しく、またこれよりも少量であると高い保磁力と良好な角型比を得ることが困難となる。Cuの含有量tは、3.9原子%以上9.0原子%以下であることがより好ましく、さらに4.4原子%以上5.7原子%以下であることが好ましい。

【0018】

Feは、主として磁石材料の磁化を担う元素である。Feを多量に配合することにより磁石材料の飽和磁化を高めることができるが、過剰に配合するとFeの析出や相分離により所望の結晶相が得られにくくなり、保磁力を低下させるおそれがある。よって、Feの含有量qは、24原子%以上40原子%以下であることが好ましい。Feの含有量qは、28原子%以上36原子%以下であることがより好ましく、さらに30原子%以上33原子%以下であることが好ましい。

40

【0019】

Coは、磁石材料の磁化を担うとともに高い保磁力を発現させることができる元素である。また、Coを多く配合すると高いキュリー温度が得られ、磁石特性の熱安定性を高めることができる。Coの配合量が少ないとこれらの効果が小さくなる。しかしながら、C

50

oを過剰に添加すると、相対的にFeの割合が減り、磁化の低下を招くおそれがある。また、Coの20原子%以下をNi、V、Cr、Mn、Al、Si、Ga、Nb、Ta、Wからなる群より選ばれる1つ又は複数の元素で置換することにより磁石特性、例えば保磁力を高めることができる。

【0020】

図1は、本実施形態の永久磁石の構造例を示す断面模式図である。図1では、永久磁石の断面の一部を示している。図1に示す永久磁石は、六方晶系の $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相(2-17型結晶相)を有する結晶粒1と、結晶粒1の間に設けられた粒界相2と、を含む二次元の金属組織を具備する。結晶粒1及び粒界相2の形状は、図1に示す形状に限定されない。

10

【0021】

結晶粒1は永久磁石の主相(永久磁石中の各結晶相及び非晶質相のうち、最も体積占有率が高い相)を構成する。結晶粒1は、マトリクス10を有する。マトリクス10は、粒界相2から $10\mu\text{m}$ 以上離れた結晶粒1の粒内領域により定義される。すなわち、マトリクス10と粒界相2との間隔Dは、 $10\mu\text{m}$ 以上である。

【0022】

図2は、マトリクス10の構造例を示す断面模式図である。図2では、 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相のc軸を含む断面の一部を示している。 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相のc軸は磁化容易軸と平行に存在していることが好ましい。なお、平行とは、平行方向から ± 10 度以内の状態(略平行)を含んでいてもよい。

20

【0023】

図2に示すマトリクス10は、 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相を有するセル相11と、セル壁相12と、を含む。セル相11とセル壁相12とを有する上記構造をセル構造ともいう。セル相11及びセル壁相12の断面形状は図2に示す形状に限定されない。

【0024】

セル壁相12は、セル相11を分断するように形成されている。セル壁相12のCu濃度は、 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相のCu濃度の1.2倍以上であることが好ましい。セル壁相12は、例えば $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相におけるc軸を含む断面において、線状又は板状に存在する。セル壁相12の構造としては、特に限定されないが、例えば六方晶系の CaCu_5 型結晶相(1-5型結晶相)等が挙げられる。

30

【0025】

セル壁相12の磁壁エネルギーは、 $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型結晶相の磁壁エネルギーよりも高く、この磁壁エネルギーの差が磁壁移動の障壁となる。つまり、セル壁相12がピンングサイトとして機能することにより、複数のセル相11間での磁壁移動を抑制することができる。これをピンング効果ともいう。よって、セル相11を囲むようにセル壁相12が形成されることがより好ましい。

【0026】

24原子%以上のFeを含むSm-Co系磁石において、セル壁相12のCu濃度は、10原子%以上60原子%以下であることが好ましい。セル壁相12のCu濃度を高めることにより磁気特性を良好にすることができる。Fe濃度が高い領域においてはセル壁相12のCu濃度にばらつきが発生しやすくなり、ピンング効果を得ることが困難になり、磁気特性を良好に保てなくなる。

40

【0027】

ピンングサイトを外れた磁壁が移動すると、移動した分だけ磁化が反転してしまうため、磁化が低下する。外磁場を印加した際に、その磁石の保磁力よりも低い磁場で磁壁移動が生じると磁化が低下し、磁石特性が低下する。

【0028】

セル構造は、保磁力の大きさを決定する主要因であり、且つリコイル透磁率を決める要因のひとつでもある。リコイル透磁率は以下のように定義される。着磁機やパルス磁界により焼結体磁石を着磁させる。この磁石に対し磁化測定を行い、B-H曲線を得る。この

50

B - H 曲線に対して線形フィットを行うことにより傾きを求める。この傾きをリコイル透磁率とする。

【0029】

リコイル透磁率が高いとは、印加される外場、例えば磁場や電流に応答して磁化が容易に変化することを指す。外場に対して磁化が可逆的に応答する条件として、減磁曲線の変曲点（クニック）を動作点が超えない範囲であること挙げられる。動作点とは、磁束密度 B と磁場 H の関数で表され、ある外場に対して磁性材料が応答した際の磁気特性を指す。外場により動作点がクニックを超えた場合、磁化は不可逆的となる。すなわち減磁し、これまでとは異なる減磁曲線を形成し、その上を動作点が動くことになる。

【0030】

高いリコイル透磁率を有する磁石は、横軸が磁場 H、縦軸が磁束密度 B である座標の第 2 象限に上記クニックが現れず、高い保磁力を有し、且つ外場に対する磁化応答性が優れていることが好ましい。例えば、残留磁化 B_r が 1.16 T 以上、M - H 曲線上の保磁力 H_{c_j} が 1600 kA/m 以上、B - H 曲線上の保磁力 H_{c_B} が 700 kA/m 以上、角型比が 90% 以下、リコイル透磁率が 1.15 以上 1.90 以下、さらには 1.20 以上 1.50 以下であることが好ましい。

【0031】

回転電機に使用するための永久磁石は、保磁力を維持したままリコイル透磁率を高めて磁化の応答性を高めることを必要とする。保磁力の発現には、セル構造を必要とするが、角型比が高いままでは、外場に対する磁化の応答性が損なわれる。

【0032】

保磁力を維持したまま磁化の応答性を高めるためには結晶粒内に Cu リッチな異相を形成することが重要である。本実施形態の永久磁石は、マトリクス 10 に粒内異相として複数の Cu 高濃度相を有する。

【0033】

Cu 高濃度相は、マトリクスの平均 Cu 濃度よりも高く粒界相の Cu 濃度よりも低い Cu 濃度を有する。Cu 高濃度相は、例えば Cu を含む異相や Cu 及び元素 M を含む異相（Cu - M リッチ相）を含む。また、Cu 高濃度相は、粒界相 2 に重ならない又は粒界相 2 の端部に接していない異相を指す。

【0034】

Th_2Zn_{17} 型結晶相の c 軸を含む断面において、マトリクス 10 に対する複数の Cu 高濃度相の面積割合は、0.2% 以上 5.0% 以下であることが好ましい。また、複数の Cu 高濃度相は、 Th_2Zn_{17} 型結晶相の c 軸を含む断面において、マトリクス 10 内に均等に分布しているのではなく、一部の領域内に密集して分布していることが好ましい。

【0035】

図 3 は、Cu 高濃度相の分布状態を説明するための模式図である。図 3 に示すように、複数の Cu 高濃度相 13 のうちの少なくとも一つの Cu 高濃度相 13 の周囲において、少なくとも一つの Cu 高濃度相 13 の重心 13c を中心とする半径 R が 3 μ m の円 4 内に平均 3 個以上 15 個以下の Cu 高濃度相 13 が分布していることが好ましい。なお、計数する Cu 高濃度相は、外周 l が 1.0 μ m 以上の大きさを有する（ $l \geq 1.0 \mu$ m）ものとする。なお、少なくとも一部が円 4 内であれば円 4 内の Cu 高濃度相 13 であるとみなされる。また、任意に選んだ粒内 10 か所の個数の平均値を平均個数と定義する。

【0036】

Cu 高濃度相の重心 13c は、以下のように定義される。走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope: SEM）で観察された任意の一つの Cu 高濃度相に対し、Cu 高濃度相の外周上の 2 点を結ぶ直線が最長となる直線 L1 を引く。この直線 L1 の中点を Cu 高濃度相の重心と定義する。

【0037】

以上のように、本実施形態の永久磁石では、これまで粒界相 2 に多く分布していた Cu

10

20

30

40

50

高濃度相を粒内にある濃度内で分布させることで、保磁力を維持したまま角型比を一定の範囲に抑えてリコイル透磁率を高め、磁化の応答性を高めることができる。

【0038】

Cu高濃度相の有無、各元素の濃度、及び分布状態は、焼結体の断面において、SEMによる観察、走査型電子顕微鏡 - エネルギー分散型X線分光法 (SEM - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: SEM - EDX) による測定により調べられる。Cu高濃度相をSEMで確認できた場合、その濃度を面積比により定量化する。

【0039】

永久磁石の組成は、例えば高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法 (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy: ICP - AES)、SEM - EDX、走査透過電子顕微鏡 - エネルギー分散型X線分光法 (Scanning Transmission Electron Microscope - EDX: STEM - EDX) 等により測定される。各相の体積比率は、電子顕微鏡や光学顕微鏡による観察とX線回折等とを併用して総合的に判断されるが、永久磁石の断面を撮影した電子顕微鏡写真の面積分析法により求めることができる。永久磁石の断面は、試料の最大面積を有する表面の実質的に中央部の断面を用いるものとする。

10

【0040】

セル相、セル壁相等の金属組織は、例えば以下のように認定される。まず、STEMによるサンプルの観察を行う。このとき、STEMによりサンプルを観察することにより、粒界相の場所を特定し、収束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) を用いて粒界相が視野に入るようにサンプルを加工することにより観察効率を高めることができる。上記サンプルは、時効処理後のサンプルである。この際、サンプルは未着磁品であることが好ましい。

20

【0041】

次に、セル相、セル壁相等の各元素の濃度を例えばSTEM - EDXを用いて測定する。

【0042】

STEM - EDXにより各元素の濃度を測定する際、サンプルの表面の1mm以上内部から測定用の試料を切り出す。また、磁化容易軸 (c軸) に平行な面に対し、100k倍の観察倍率で観察する。

30

【0043】

なお、各相の元素の濃度測定には、三次元アトムプローブ (3 - Dimension Atom Probe: 3DAP) を用いてもよい。3DAPを用いた分析法とは、電圧を印加することにより観察試料を電界蒸発させ、電界蒸発されたイオンを二次元検出器により検出することにより原子配列を特定する分析法である。二次元検出器に到達するまでの飛行時間からイオン種が同定され、個々に検出されたイオンを深さ方向に連続的に検出し、検出された順番にイオンを並べる (再構築する) ことにより、三次元の原子分布が得られる。STEM - EDXの濃度測定と比べて、各結晶相内の各元素濃度をより正確に測定することができる。

40

【0044】

3DAPによる各相内の元素濃度の測定は、以下に示す手順にしたがって実施する。まず、試料をダイシングにより薄片化し、そこからFIBによりピックアップ・アトムプローブ (AP) 用針状試料を作製する。

【0045】

3DAPによる測定は、焼結体の内部に対して行う。焼結体内部の測定とは、以下の通りである。まず、最大の面積を有する面における最長の辺の中央部において、辺に垂直 (曲線の場合は中央部の接線と垂直) に切断した断面の表面部と内部とで組成を測定する。測定箇所は、上記断面において各辺の1/2の位置を始点として、辺に対し垂直に内側に

50

向けて端部まで引いた第1の基準線と、各角部の中央を始点として角部の内角の角度の1/2の位置で内側に向けて端部まで引いた第2の基準線を設け、これら第1の基準線及び第2の基準線の始点から基準線の長さの1%の位置を表面部、40%の位置を内部と定義する。なお、角部が面取り等で曲率を有する場合、隣り合う辺を延長した交点を辺の端部(角部の中央)とする。この場合、測定箇所は交点からではなく、基準線と接した部分からの位置とする。

【0046】

測定箇所を以上のようにすることによって、例えば断面が四角形の場合、基準線は第1の基準線及び第2の基準線でそれぞれ4本の合計8本となり、測定箇所は表面部及び内部でそれぞれ8箇所となる。本実施形態において、表面部及び内部でそれぞれ8箇所全てが上記した組成範囲内であることが好ましいが、少なくとも表面部及び内部でそれぞれ4箇所以上が上記した組成範囲内となればよい。この場合、1本の基準線での表面部及び内部の関係を規定するものではない。このように規定される焼結体内部の観察面を研磨して平滑にした後に観察を行う。例えば、濃度測定におけるSTEM-EDXの観察箇所は、各相内の任意の20点とし、これら各点での測定値から最大値と最小値を除いた測定値の平均値を求め、この平均値を各元素の濃度とする。3DAPの測定もこれに準ずる。

10

【0047】

上述した3DAPを用いたセル壁相内の濃度の測定結果において、セル壁相におけるCuの濃度プロファイルは、よりシャープであることが好ましい。具体的には、Cuの濃度プロファイルの半値幅(FWHM: Full Width at Half Maximum)が5nm以下であることが好ましく、このような場合により高い保磁力を得ることができる。これはセル壁相内のCuの分布がシャープな場合、セル相とセル壁相との間の磁壁エネルギー差が急激に生じ、磁壁がよりピンングされやすくなるためである。

20

【0048】

セル壁相におけるCuの濃度プロファイルの半値幅(FWHM)は、以下のようにして求められる。上述した方法に基づいて3DAPのCuプロファイルからCu濃度が最も高い値(PCu)を求め、この値の半分の値(PCu/2)となるところのピークの幅、すなわち半値幅(FWHM)を求める。このような測定を10個のピークに対して行い、それらの値の平均値をCuプロファイルの半値幅(FWHM)と定義する。Cuプロファイルの半値幅(FWHM)が3nm以下である場合に、さらに保磁力を高める効果が向上し、2nm以下の場合により一層優れた保磁力の向上効果を得ることができる。

30

【0049】

角型比は、以下のように定義される。まず、直流B-Hトレーサーにより室温における直流磁化特性を測定する。次に、測定結果から得られたB-H曲線より磁石の基本特性である残留磁化 M_r と保磁力 H_{cj} 及び最大エネルギー積 $(BH)_{max}$ を求める。このとき、 M_r を用いて理論最大値 $(BH)_{max}$ が下記式(1)により求められる。

$$(BH)_{max}(\text{理論値}) = M_r^2 / 4\mu_0 \cdots (1)$$

【0050】

角型比は、測定で得られる $(BH)_{max}$ と $(BH)_{max}$ (理論値)の比により評価され、下記式(2)により求められる。

40

$$(BH)_{max}(\text{実測値}) / (BH)_{max}(\text{理論値}) \times 100 \cdots (2)$$

【0051】

次に、永久磁石の製造方法例について説明する。まず、永久磁石の合成に必要な所定の元素を含む合金粉末を調製する。次に、電磁石の中に設置した金型内に合金粉末を充填し、磁場を印加しながら加圧成形することにより結晶軸を配向させた圧粉体を製造する。

【0052】

例えば、アーク溶解法や高周波溶解法による溶湯を鑄造して得られた合金インゴットを粉砕することにより合金粉末を調製することができる。合金粉末は、組成が異なる複数の粉末を混ぜ合わせて所望の組成としてもよい。また、メカニカルアロイング法、メカニカルグラインディング法、ガスアトマイズ法、還元拡散法などを用いて合金粉末を調製して

50

もよい。ストリップキャスト法を用いた合金薄帯の作製では、フレーク状の合金薄帯を作製し、その後合金薄帯を粉砕することにより合金粉末を調製する。例えば、周速0.1 m / 秒以上20 m / 秒以下で回転する冷却ロールに合金溶湯を傾注することにより、厚さ1 mm以下に連続的に凝固させた薄帯を作製することができる。周速が0.1 m / 秒未満の場合、薄帯において組成のばらつきが生じやすい。また、周速が20 m / 秒を超える場合、結晶粒が微細化しすぎてしまう等、磁気特性が低下する場合がある。冷却ロールの周速は0.3 m / 秒以上15 m / 秒以下、さらに好ましくは0.5 m / 秒以上12 m / 秒以下である。

【0053】

上記合金粉末又は粉砕前の合金の材料に対して熱処理を施すことにより該材料を均質化することが可能である。例えば、ジェットミル、ボールミルなどを用いて材料を粉砕することができる。なお、不活性ガス雰囲気若しくは有機溶媒中で材料を粉砕することにより粉末の酸化を防止することができる。

10

【0054】

粉砕後の粉末において、平均粒径が2 μm以上5 μm以下であり、かつ粒径が2 μm以上10 μm以下の粉末の割合が粉末全体の80%以上であると配向度が高くなり、また、保磁力が大きくなる。これを実現するためにはジェットミルによる粉砕が好ましい。

【0055】

例えば、ボールミルで粉砕する場合、粉末の平均粒径が2 μm以上5 μm以下であったとしても、粒径がサブミクロンレベルの微粉末が多量に含まれる。この微粉末が凝集するとプレス時の磁場配向中に磁化容易軸方向にT b C u₇相における結晶のc軸が揃いにくくなり、配向度が悪くなりやすい。また、このような微粉末は、焼結体中の酸化物の量を増大させ、保磁力を低下させるおそれがある。特に、Fe濃度が24原子%以上の場合、粉砕後の粉末において、10 μm以上の粒径の粉末の割合が粉末全体の10%以下であることが望ましい。Fe濃度が24原子%以上の場合、原材料となるインゴット中における異相の量が増大する。この異相では、粉末の量が増大するだけでなく、粒径も大きくなる傾向にあり、粒径が20 μm以上になることがある。

20

【0056】

このようなインゴットを粉砕した際に例えば15 μm以上の粒径の粉末がそのまま異相の粉末となることがある。このような異相粗粉末を含んだ粉砕粉を磁場中でプレスし、焼結体とすると、異相が残存し、保磁力の低下、磁化の低下、角型性の低下等を引き起こす。角型性が低下すると着磁が難しくなる。特に、ロータなどへのアセンブリ後の着磁が困難となる。このように、10 μm以上の粒径の粉末を全体の10%以下とすることにより24原子%以上のFeを含む高いFe濃度組成において角型比の低下を抑制しつつ保磁力を大きくすることができる。

30

【0057】

次に、焼結を行う。焼結は、例えばArガスなどの不活性ガス雰囲気や真空下で行われる。不活性ガス雰囲気中で焼結した場合、蒸気圧が高いSm等の元素Rの蒸発の抑制を促すことができる。これによって、組成のずれが生じにくくなる効果がある。しかし、不活性ガス雰囲気中では、異相生成や圧粉体中に存在する空孔へ不活性ガスが残存し、緻密化されず密度を高めることができない可能性がある。一方、真空下で焼結した場合、異相生成の抑制や焼結体の高密度化は実現されるが、蒸気圧の高い元素Rの蒸散量が多くなり、組成ずれが生じ、永久磁石として適切な合金組成制御が困難となる。

40

【0058】

焼結炉内の水分量や、圧粉体若しくは合金粉末に付着、混入している水分によって、熱処理により分解され、酸素分子及び水素分子が生じる。酸素分子は元素Rと結合し、元素Rの酸化物を生成される。元素Rの酸化物は、磁石特性全般を低下させる要因となる。一方、水素分子は、微量混入した炭素と結合し、炭化水素を生成する。この炭化水素が、元素Mと反応し、元素Mの炭化物が生成される。よって、炉内水分量、及び合金粉末や圧粉体に付着、若しくは含有している水分は可能な限り制御することが重要である。

50

【0059】

以上の点に対し、真空下で前処理工程（仮焼結工程）を実施後、Arガス等の不活性ガス雰囲気中で焼結工程（本焼結工程）を行うことが有効である。このような真空下での前処理工程と不活性ガス雰囲気中での本焼結工程とを有する焼結工程を行うことによって、圧粉体に付着、若しくは含有している水分を減らし、酸化物及び炭化物の生成を低減する。また、蒸気圧の高いSm等の元素Rの蒸発を抑制することができる。また、圧粉体内に存在する空孔が低減し、緻密化されて高い密度を有する焼結体を得ることができる。

【0060】

24原子%以上のFe濃度を有する磁性粉末（合金粉末）を焼結する場合には、本焼結工程温度に至るまでは、真空下にて維持することが好ましい。本焼結温度に達すると同時に不活性ガス雰囲気へ切り替えることで、焼結中のSm等の元素Rの蒸散を極力抑えることが可能となる。

10

【0061】

真空下から不活性ガスへ切り替える温度を温度 T_{v-g} とし、本焼結工程の保持温度を温度 T_s としたとき、 $T_{v-g} > T_s - 61$ を満たすことが好ましい。 $T_s - 61$ 以下では、異相が焼結体中に残存し、磁石特性低下を引き起こす。さらに十分緻密化することができず、高密度化が困難となる。また、 $T_{v-g} > T_s - 50$ 、さらには $T_{v-g} > T_s - 40$ 、さらには $T_{v-g} > T_s - 30$ を満たすことが好ましい。

【0062】

真空下での焼結（仮焼結工程）時の真空度は、 9×10^{-2} Pa以下であることが好ましい。 9×10^{-2} Paを超える場合、元素Rの酸化物が過剰に形成し、磁気特性劣化の要因となる。また、元素Mの炭化物相が過剰に生成されやすくなる。仮焼結工程の真空度は、 5×10^{-2} Pa以下とすることがより好ましく、 1×10^{-2} Pa以下ではより好ましい。

20

【0063】

本焼結工程における保持温度は、1230 以下であることが好ましい。これは、Fe濃度が高くなると、融点降下が起こるため、焼結時の元素Rの蒸散を最小限にするためである。より好ましくは、1215 以下、さらに1205 以下、さらには1195 以下が好ましい。

【0064】

本焼結工程における保持時間は、30分以上15時間以下であることが好ましい。これにより、高密度な焼結体を得ることが可能となる。保持時間が30分未満の場合、十分に緻密化されず、焼結体の密度が十分高めることが困難となる。保持時間が15時間を超える場合、Smが著しく蒸発してしまうため、良好な磁気特性を得るのが困難となる。保持時間は、1時間以上10時間以下、さらには1時間以上4時間以下であることがより好ましい。

30

【0065】

次に溶体化処理を行う。溶体化処理は、相分離組織の前駆体となる $TbCu_7$ 型結晶相（1-7型結晶相）を形成する熱処理である。溶体化処理では、1100 以上1190 以下の温度で、30分以上24時間以下保持することにより熱処理を行う。溶体化処理の保持温度が1100 未満の場合、及び1190 を超える場合、溶体化処理後の焼結体の $TbCu_7$ 型結晶相の割合が小さく、磁気特性が低下する可能性が高くなる。保持温度は、1120 以上1180 以下であることが好ましく、さらには1120 以上1170 以下であることが好ましい。

40

【0066】

溶体化処理の保持時間が30分未満の場合、構成相の不均一化が起こり、保磁力が低下する。また、溶体化処理の保持時間が24時間を超える場合、焼結体中の元素Rの蒸発量が多くなり、良好な磁気特性を得ることが困難となる。このため、溶体化処理の保持時間は、1時間以降12時間以下であることが好ましく、さらには1時間以上8時間以下であることが好ましい。なお、真空下やArガス等の不活性ガス雰囲気中での溶体化処理を行

50

うことも、粉末中の元素 R の酸化抑制を促すことになる。

【 0 0 6 7 】

先述した焼結工程と溶体化処理との間に、両熱処理の保持温度の間の温度にて、一定時間保持する熱処理を行ってもよい。この工程を高質化処理、又は中間熱処理という。高質化処理は、金属組織、特にマクロ組織を制御することを目的とした処理である。高質化処理では、例えば本焼結工程における保持温度より 10 以上の低温、且つ溶体化処理における保持温度より 10 以上の高温で、2 時間以上 12 時間以下の保持することにより熱処理を行うことが好ましい。元素の拡散速度の観点から、溶体化処理だけでは、焼結中に生成した異相を完全に除去するのは不可能である。また、十分な粒成長を行うためには溶体化処理だけでは不十分な可能性がある。そこで、高質化処理を施し、異相の除去及び粒成長をより助長することができる。

10

【 0 0 6 8 】

高質化処理時の保持温度は、例えば 1140 以上 1190 以下であることが好ましい。1140 未満の場合、及び 1190 を超える場合は、磁気特性が低下する可能性がある。また、高質化処理の保持時間が 2 時間未満の場合、元素拡散が不十分となり、異相の除去が十分になされず、磁気特性の改善への効果が小さくなる。また、保持時間が 12 時間を超える場合、元素 R の蒸発量が多くなり、良好な磁気特性を得ることが困難となる。

【 0 0 6 9 】

高質化処理における保持時間は 4 時間以上 10 時間以下であることが好ましく、さらには 6 時間以上 8 時間以下であることがより好ましい。また、高質化処理は酸化防止のため、真空下若しくは Ar ガス等の不活性ガス雰囲気中での処理がより好ましい。

20

【 0 0 7 0 】

次に焼結体の時効処理を行う。時効処理は、マイクロスケール及びナノスケールでの金属組織の制御を行い、磁石の保磁力を高めることを目的に行う処理である。よって、時効処理によって、磁石の金属組織を複数相へ相分離させる。

【 0 0 7 1 】

高い保磁力を維持し、且つ高いリコイル透磁率を有する金属組織を形成するためには、例えば、900 以上まで昇温させ、保持温度にて 30 分以上 80 時間以下の熱処理を行う（第 1 保持）。第 1 保持によりこれまでは懸念されていた Cu 高濃度相等の異相を粒内に適度に発生させる。例えば、910 にて 40 時間保持すると、これまで粒内にみられなかった Cu 高濃度相となる異相が生じる。この異相の面積割合及び分布を制御することにより、保磁力を維持しつつ高いリコイル透磁率を有する磁石を得ることができる。930 以上では、保磁力が急激に減少してしまう。保持温度が 900 未満では、角型比が高くなり、リコイル透磁率が小さくなってしまう。よって、時効処理の保持温度は 900 以上 930 未満であることが好ましい。

30

【 0 0 7 2 】

時効処理の第 1 保持での保持温度へ到達させる際の昇温速度は、15 /分以上 35 /分以下、さらには 20 /分以上 35 /分以下であることが好ましい。これは金属組織中の異相濃度、及び分布形態を制御し、磁気特性のばらつきを低減させることで、十分な保磁力とリコイル透磁率を兼ねた磁石を、再現性高く作製するためである。昇温速度は、元素の拡散速度と拡散度に作用するため、形成相の分布へ影響を及ぼす。15 /分未満では、昇温中に異相が生成する頻度が高まり、特性が劣化する。また 35 /分超では焼結体中の温度制御が困難となる。例えば、昇温速度 30 /分では、ばらつきが抑制され一様な特性を有する磁石を作製できる。

40

【 0 0 7 3 】

次に、降温速度 0.2 /分以上 2.0 /分以下で冷却を行い、400 以上 650 以下の温度まで徐冷し、到達温度にて 30 分以上 8 時間以下で保持する（第 2 保持）。第 1 保持での保持温度からの第 2 保持での保持温度までの徐冷時、冷却速度が 0.2 /分未満の場合、セル壁相の厚さが増し、磁化が減少しやすくなる。また、2.0 /分を

50

超える場合、セル相とセル壁相とのCu濃度勾配が十分に形成されず、保磁力の低下が著しくなる。徐冷時の冷却速度は、例えば0.4 /分以上1.5 /分以下、さらには0.5 /分以上1.3 /分以下であることがより好ましい。また、400 未満まで冷却する場合、異相が形成されやすくなる。650 を超える温度まで徐冷する場合、セル壁相でのCu濃度が適当でなくなり、十分な保磁力が得られないことがある。また、第2保持での保持時間が、30分未満、若しくは8時間を超える場合、異相濃度が過剰となり、十分な磁気特性が得られなくなる可能性がある。

【0074】

組織形成及び異相数の制御をより精密に行うことを目的として、時効処理では第1保持及び第2の保持を行う本時効処理前に予備時効処理を行ってもよい。また、より磁気特性を高めるために本時効処理の保持温度を多段階的に設けてもよい。

10

【0075】

以上の工程により永久磁石を製造することができる。上記製造方法では、適度な保磁力を維持したまま、高いリコイル透磁率を有し、外場応答性の高い永久磁石を製造することができる。

【0076】

(第2の実施形態)

第1の実施形態の永久磁石は、自動車や鉄道車両等に具備される各種モータや発電機の回転電機に使用することができる。また、可変磁束モータや可変磁束発電機の固定磁石や可変磁石として使用することも可能である。第1の実施形態の永久磁石を用いることによって、各種のモータや発電機が構成される。第1の実施形態の永久磁石を可変磁束モータに適用する場合、可変磁束モータの構成やドライブシステムには、例えば特開2008-29148号公報や特開2008-43172号公報に開示されている技術を適用することができる。

20

【0077】

次に、上記永久磁石を具備する回転電機について、図面を参照して説明する。図4は本実施形態における埋め込み型永久磁石同期モータ(IPMSM: Interior Permanent Magnet Synchronous Motor、以下IPMモータという)の例を示す図である。図4に示すモータ21では、ステータ(固定子)22内にロータ(回転子)23が配置されている。ロータ23の鉄心24中には、空隙が設けられ、当該空隙に第1の実施形態の永久磁石である永久磁石25が配置されている。これにより、回転時の遠心力による磁石の剥離、変形を抑制することができる。また、複数の磁石を配置することで、各永久磁石のもつ磁気特性に由来した効果によって、モータの効率向上、小型化、低コストを図ることが可能となる。

30

【0078】

図5は本実施形態による可変磁束モータを示す図である。図5に示す可変磁束モータ31において、ステータ(固定子)32内にはロータ(回転子)33が配置されている。ロータ33の鉄心34中には、第1の実施形態の永久磁石が固定磁石35及び可変磁石36として配置されている。可変磁石36の磁束密度(磁束量)は可変することが可能とされている。可変磁石36はその磁化方向がQ軸方向と直交するため、Q軸電流の影響を受けず、D軸電流により磁化することができる。ロータ33には磁化巻線(図示せず)が設けられている。この磁化巻線に磁化回路から電流を流すことによって、その磁界が直接に可変磁石36に作用する構造となっている。

40

【0079】

第1の実施形態の永久磁石によれば、固定磁石35に好適な保磁力を得ることができる。第1の実施形態の永久磁石を可変磁石36に適用する場合には、前述した製造方法の各種条件(時効処理条件等)を変更することによって、例えば保磁力を100kA/m以上500kA/m以下の範囲に制御すればよい。なお、図5に示す可変磁束モータ31においては、固定磁石35及び可変磁石36のいずれにも第1の実施形態の永久磁石を用いることができるが、いずれか一方の磁石に第1の実施形態の永久磁石を用いてもよい。可変

50

磁束モータ 31 は、大きなトルクを小さい装置サイズで出力可能であるため、モータの高出力・小型化が求められるハイブリッド車や電気自動車等の車両用のモータに好適である。

【0080】

永久磁石はモータ特性に要求される省エネルギー化を促進させるキーマテリアルといえる。例えば、近年、トルク可変な回転電機として、弱め磁束制御を伴う IPM モータが挙げられる。希土類元素を含む永久磁石では、大きな磁力を有するため、それらを用いた IPM モータでは高出力、高効率なモータ特性が可能となる。しかし、中速回転から高速回転域では大きな鎖交磁束が生じる。このため、バッテリーや架線電圧のような最大電源電圧が制限される条件まで、弱め磁束制御を行う。

10

【0081】

弱め磁束制御は、インバータ制御を用いて、モータの電機子巻線に負の D 軸電流を流し、永久磁石の鎖交磁束と逆方向の鎖交磁束を生じさせることで、全鎖交磁束を低減させ、高速回転時に発生する過電圧を抑制する。上記制御のため、出力に直接関係無い電流を必要とし、一般的に IPM モータでの高速回転域での効率が低くなってしまふ。

【0082】

高速回転域での効率向上を目的とし、例えば永久磁石の磁化を電流などの外場を印加し、不可逆的に変化させ、高速回転域での鎖交磁束を抑制するモータ（メモリモータ）などが知られている。磁化を不可逆的に制御するため、増磁、減磁、若しくは無磁化するために制御電流が必要とされる。例えば、通常の回転運転時に電機子巻線へ流す電流の 3 倍から 6 倍程度大きい大電流を瞬間的に流し、磁化を変化させる外場を作り出す。ロータに埋め込む永久磁石には、希土類磁石、特に Sm - Co 系永久磁石が適している。Sm - Co 磁石は、Nd 磁石に比べ、温度係数が小さく、熱安定性に優れているためである。

20

【0083】

第 1 の実施形態の永久磁石では、磁石自身が回転数にともない磁化が可逆的に増減するため、増磁、減磁等に要する制御電流が不要となる。また、第 1 の実施形態の永久磁石は、焼結磁石であるため、同組成からなるボンド磁石と比べ磁化が高いため、銅線の巻き数を上げずとも磁石自身の磁力にて十分な鎖交磁束を発生させることができる。

【0084】

上記高速回転域での効率を十分に高める一方、低速回転域での効率も維持し、全回転域での効率を向上させることが求められる。よって、低速回転域で出力が十分になるよう、磁化の高い磁石、例えば Nd - Fe - B 系永久磁石と、第 1 の実施形態の永久磁石とを組み合わせることで、全回転域における高い効率を実現させる。

30

【0085】

例えば、第 1 の実施形態の永久磁石からなる第 1 の永久磁石と、残留磁化 B_r が 1.16 T 以上であり、保磁力 H_{c_j} が 800 kA/m 以上かつ第 1 の永久磁石の保磁力 H_{c_j} 以下であり、リコイル透磁率が 1.1 以下である第 2 の永久磁石と、を組合せた永久磁石を回転電機に用いてもよい。このとき、第 1 の永久磁石及び第 2 の永久磁石は、磁気回路上で互いに並列又は直列に 2 個以上配置されている。

【0086】

図 6 は本実施形態による発電機を示している。図 6 に示す発電機 41 は、上記永久磁石を用いたステータ（固定子）42 を備えている。ステータ（固定子）42 の内側に配置されたロータ（回転子）43 は、発電機 41 の一端に設けられたタービン 44 とシャフト 45 を介して接続されている。タービン 44 は、例えば外部から供給される流体により回転する。なお、流体により回転するタービン 44 に代えて、自動車等の車両の回生エネルギー等の動的な回転を伝達することによって、シャフト 45 を回転させることも可能である。ステータ 42 とロータ 43 には、各種公知の構成を採用することができる。

40

【0087】

シャフト 45 はロータ 43 に対してタービン 44 とは反対側に配置された整流子（図示せず）と接触しており、ロータ 43 の回転により発生した起電力が発電機 41 の出力とし

50

て相分離母線及び主変圧器（図示せず）を介して、系統電圧に昇圧されて送電される。発電機 4 1 は、通常の発電機及び可変磁束発電機のいずれであってもよい。なお、ロータ 4 3 にはタービン 4 4 からの静電気や発電に伴う軸電流による帯電が発生する。このため、発電機 4 1 はロータ 4 3 の帯電を放電させるためのブラシ 4 6 を備えている。

【 0 0 8 8 】

以上のように、上記永久磁石を発電機に適用することにより、高効率化、小型化、低コスト化等の効果が得られる。

【実施例】

【 0 0 8 9 】

本実施例では、永久磁石の具体例について説明する。なお、本実施例では、元素 M として Z r を含む永久磁石について説明する。

【 0 0 9 0 】

（実施例 1 - 3）

各原料を表 1 に示す組成となるように秤量して混合した後、A r ガス雰囲気下にてアーク溶解し、合金インゴットを作製した。作製したインゴットを、石英管中に真空封入し、保持温度 1 1 6 0 で 2 0 時間保持し、均質化を施した。その後、合金を粗粉碎とジェットミルによる粉碎を実施し、磁石の合金粉末を調整した。得られた合金粉末を、磁界を印加しながら加圧成形し、圧粉体を作製した。

【 0 0 9 1 】

次に、圧粉体を焼結炉内に配置し、炉内の真空度を 3.2×10^{-3} Pa にした後、1 1 6 5 まで昇温させ、到達温度にて 4 0 分保持した。その後、炉内へ A r ガスを導入、ガス流量 2.0 L / 分で A r 雰囲気下で 1 2 2 5 まで昇温し、到達温度で 6 時間保持する焼結を施した。

【 0 0 9 2 】

次に、中間熱処理として 1 1 8 5 まで降温し、到達温度にて 4 時間保持した。さらに、5.0 / 分の冷却速度で 1 1 7 0 まで徐冷を行い、溶解化処理として到達温度で 1 6 時間保持し、その後室温まで冷却速度 1 5 0 / 分で冷却した。

【 0 0 9 3 】

次に、時効処理を行った。時効処理としては、表 1 に示すように 9 0 0 まで昇温速度 1 5 / 分にて昇温し、到達温度で 4 0 時間保持（第 1 保持）後、0.5 / 分の冷却速度で 4 0 0 まで徐冷を行い、到達温度で 1 時間保持（第 2 保持）を行った。以上の工程により焼結体を具備する永久磁石を作製した。

【 0 0 9 4 】

得られた磁石において、SEM、SEM-EDX、STEM、STEM-EDX により組織観察と金属組織の元素分布を調べ、マクロスケール及びナノスケールでの異相の有無とその構成元素、及び金属組織形成の有無とその構成元素について調べた。また、Cu 高濃度相が確認された場合、1 視野における面積比率を計算、3 視野にて同作業を行い、その平均値を各磁石体について調べた。さらに、それぞれの残留磁化 B_r [T]、保磁力 $H_{c j}$ [k A / m]、リコイル透磁率 μ_r 、角型比 [%] を測定した。複数の Cu 高濃度相のうち少なくとも一つの Cu 高濃度相の周囲において、少なくとも一つの Cu 高濃度相の重心 1 3 c を中心とする半径が 3 μ m の円内に分布する Cu 高濃度相の数を計数した。この工程を任意に選んだ粒内 1 0 か所に対して行い、その平均値を平均個数と定義する。それぞれの結果を表 2 に示す。

【 0 0 9 5 】

作製した磁石の組成分析は、ICP 発光分光分析法により行った。磁石の一部を採取、乳鉢により粉碎し、粉碎粉を一定量秤量し、石英製ビーカーにて硝酸と塩酸の混酸にて加熱溶解する。溶解後、空冷し、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）製メスフラスコにて純水にて希釈、試験溶液とした。ICP-AES では、物理干渉やイオン干渉による発光強度差をなくするため、内標準法をイットリウム（Y）にて組成分析を行った。各元素の水溶液中の濃度比が 0 : 5 : 1 0 （内標準 Y 濃度比は 0 : 1 : 2 ）となる 3 標準液にて検

10

20

30

40

50

量線を作製し、本試料の組成を求めた。

【0096】

(実施例4)

時効処理以外は、実施例3と同じ条件で永久磁石を作製した。時効処理としては、900まで昇温速度30/分にて昇温し、到達温度で40時間保持(第1保持)後、0.5/分の冷却速度で400まで徐冷を行い、到達温度で1時間保持(第2保持)を行った。

【0097】

得られた磁石において、SEM、SEM-EDX、STEM、STEM-EDXにより組織観察と金属組織の元素分布を調べ、マクロスケール及びナノスケールでの異相の有無とその構成元素、及び金属組織形成の有無とその構成元素について調べた。また、Cu高濃度相が確認された場合、1視野における面積比率を計算、3視野にて同作業を行い、その平均値を各磁石体について調べた。さらに、それぞれの残留磁化 B_r [T]、保磁力 H_{c_j} [kA/m]、リコイル透磁率 μ_r 、角型比 [%]を測定した。複数のCu高濃度相のうち少なくとも一つのCu高濃度相の周囲において、少なくとも一つのCu高濃度相の重心13cを中心とする半径が3 μ mの円内に分布するCu高濃度相の個数を計数した。この工程を任意に選んだ粒内10か所に対して行い、その平均値を平均個数と定義する。それぞれの結果を表2に示す。

10

【0098】

(比較例1、比較例2)

時効処理以外は、実施例3と同じ条件で永久磁石を作製した。時効処理では、840または930まで昇温速度13/分にて昇温して到達温度で40時間保持することにより第1保持を行うこと以外は実施例3と同じ条件で時効処理を行なった。

20

【0099】

時効処理まで行って得られた磁石において、SEM、SEM-EDX、STEM、STEM-EDXにより組織観察と金属組織の元素分布を調べ、マクロスケール及びナノスケールでの異相の有無とその構成元素、及び金属組織形成の有無とその構成元素について調べた。また、Cu高濃度相が確認された場合、1視野における面積比率を計算、3視野にて同作業を行い、その平均値を各磁石体について調べた。さらに、それぞれの残留磁化 B_r [T]、保磁力 H_{c_j} [kA/m]、リコイル透磁率 μ_r 、角型比 [%]を測定した。複数のCu高濃度相のうち少なくとも一つのCu高濃度相の周囲において、少なくとも一つのCu高濃度相の重心13cを中心とする半径が3 μ mの円内に分布するCu高濃度相の数を計数した。それぞれの結果を表2に示す。なお、比較例2のリコイル透磁率 μ_r については保磁力が1000kA/m未満であり、B-H曲線にクニック点が生じたため、測定できなかった。

30

【0100】

(比較例3)

時効処理以外は、実施例3と同じ条件で永久磁石を作製した。時効処理では、溶体化処理後の焼結体を炉内に入れ真空引きした後、Arガスを導入、流量2.0L/分とし、まず700まで昇温速度13/分にて昇温し、到達温度にて2.5時間保持した後、300まで冷却速度2.0/分で徐冷する予備時効を施し、その後本時効処理として、900まで13/分の昇温速度で昇温させ、到達温度にて40時間保持した。

40

【0101】

時効処理まで行って得られた磁石において、SEM、SEM-EDX、STEM、STEM-EDXにより組織観察と金属組織の元素分布を調べ、マクロスケール及びナノスケールでの異相の有無とその構成元素、及び金属組織形成の有無とその構成元素について調べた。また、Cu高濃度相が確認された場合、1視野における面積比率を計算、3視野にて同作業を行い、その平均値を各磁石体について調べた。さらに、それぞれの残留磁化 B_r [T]、保磁力 H_{c_j} [kA/m]、リコイル透磁率 μ_r 、角型比 [%]を測定した。複数のCu高濃度相のうち少なくとも一つのCu高濃度相の周囲において、少なくとも

50

一つのCu高濃度相の重心13cを中心とする半径が3 μ mの円内に分布するCu高濃度相の数を計数した。それぞれの結果を表2に示す。

【0102】

【表1】

	磁石組成 (原子比)	予備時効処理	時効処理の保持温度 ($^{\circ}$ C)	昇温速度 ($^{\circ}$ C/分)
実施例1	Sm _{11.05} Co _{57.84} Fe _{24.08} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	900	15
実施例2	Sm _{11.05} Co _{55.97} Fe _{25.95} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	900	15
実施例3	Sm _{11.05} Co _{53.59} Fe _{28.33} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	900	15
実施例4	Sm _{11.05} Co _{53.59} Fe _{28.33} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	900	30
比較例1	Sm _{11.05} Co _{53.59} Fe _{28.33} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	840	13
比較例2	Sm _{11.05} Co _{53.59} Fe _{28.33} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	無	930	13
比較例3	Sm _{11.05} Co _{53.59} Fe _{28.33} Cu _{5.25} Zr _{1.78}	有	900	13

10

【0103】

【表2】

	Cu高濃度相 の面積割合(%)	Cu高濃度相 の個数(個)	残留磁化Br (T)	保磁力Hcj (kA/m)	リコイル 透磁率 μ_r	角型比 (%)
実施例1	0.74	12	1.176	1680	1.28	89
実施例2	0.78	13	1.185	1780	1.25	87
実施例3	0.8	10	1.189	1700	1.28	89
実施例4	0.8	8	1.188	1840	1.22	88
比較例1	0.1	2	1.197	1810	1.1	95
比較例2	3	17	1.160	100	-	93
比較例3	0.1	4	1.183	1760	1.11	91

20

【0104】

図7は、実施例1の永久磁石の断面のSTEM像であり、図8は、図7に示す断面におけるSTEM-EDXによるCuマッピング像である。図9は、比較例1の永久磁石の断面のSTEM像であり、図10は、図9に示す断面におけるSTEM-EDXによるCuマッピング像である。図11は、比較例2の永久磁石の断面のSTEM像であり、図12は、図11に示す断面におけるSTEM-EDXによるCuマッピング像である。

30

【0105】

実施例及び比較例の永久磁石は、いずれもセル相11とセル壁相12とを有する金属組織を有する。さらに、実施例1の永久磁石は、比較例1、2の永久磁石よりもセル相の径が大きいことがわかる。

【0106】

図13は、実施例1の永久磁石の断面のSEM像(倍率2500倍)であり、図14は、図13に示す断面の一部のSEM像(倍率5000倍)である。図15は、比較例1の永久磁石の断面のSEM像(倍率2500倍)であり、図16は、図15に示す断面の一部のSEM像(倍率5000倍)である。図17は、比較例2の永久磁石の断面のSEM像(倍率2500倍)であり、図18は、図17に示す断面の一部のSEM像(倍率5000倍)である。

40

【0107】

実施例及び比較例の永久磁石は、いずれも結晶粒1と粒界相2とを有する。さらに図13ないし図18から時効処理の第1の保持における保持温度が高いほど、Cu高濃度相13の面積割合が増加することがわかる。また、複数のCu高濃度相13のうち少なくとも一つのCu高濃度相13の周囲において、少なくとも一つのCu高濃度相13の重心13cを中心とする半径Rが3 μ mの円4内に分布するCu高濃度相13の個数を計数した

50

ところ、実施例 1 の永久磁石では平均 3 個以上 15 個以下の範囲内であったのに対し、比較例 1、2 の永久磁石では平均 3 個未満又は 15 個超であった。

【0108】

図 19 は、実施例 1、比較例 1、2 の永久磁石の B - H 曲線を示す図である。曲線 5 1 は実施例 1、曲線 5 2 は比較例 1、曲線 5 3 は比較例 2 の測定結果を示す。図 19 からわかるとおり、実施例 1 の永久磁石は、比較例 1、2 の永久磁石に対し、磁場などの外場に対して磁化の応答性が良好であり、高いリコイル透磁率を有する。このことから高いリコイル透磁率を有するためには、結晶粒内に適度な量の Cu 高濃度相が分布していることが重要であることがわかる。実施例の永久磁石を第 2 の実施形態の回転電機に適用することにより、モータ効率の向上及び高速回転域までの駆動領域拡張が可能となる。

10

【0109】

(実施例 5)

高いリコイル透磁率を有する永久磁石と、高磁化、かつ低保磁力な永久磁石を組み合わせることで、低回転域の効率を維持しつつ、高速回転域での効率向上が可能となる。図 20 は、表面型永久磁石同期モータ (Surface Permanent Magnet Synchronous Motor: SPMSM、以下 SPM モータという) の汎用モデル JAC058IPM を示す図である。図 21 は、図 20 に示す汎用モデルを用いた磁界解析により作成された回転速度とトルクとの関係を示す図である。図 20 に示す SPM モータ 6 1 は、ステータ 6 2 と、ロータ 6 3 と、を具備する。ステータ 6 2 には磁気巻線が巻きつけられるスロット 6 4 が設けられ、ロータ 6 3 には、永久磁石 6 5 が設けられている。永久磁石 6 5 としては、ネオジウム磁石と第 1 の実施形態の永久磁石の体積比が 1 : 1 となる張り合わせ磁石を搭載した場合、低速回転 (30 km / 時) における効率 A (フルトルク)、及び A' (ハーフトルク) は、ネオジウム磁石搭載の場合とほぼ同等であり、かつ高速回転 (110 km / 時) における効率 C (フルトルク) 及び C' (ハーフトルク) がネオジウム磁石搭載の場合よりも、C では 0.2%、C' では 0.6% 向上した。このことから、高いリコイル透磁率を有する永久磁石の応答性によって、高速回転域での効率が向上することがわかる。

20

【0110】

なお、本発明のいくつかの実施形態を説明したが、これらの実施形態は例として提示したものであり、発明の範囲を限定することは意図していない。これら新規な実施形態は、その他の様々な形態で実施し得るものであり、発明の要旨を逸脱しない範囲で、種々の省略、置き換え、変更を行うことができる。これら実施形態やその変形は、発明の範囲や要旨に含まれると共に、特許請求の範囲に記載された発明とその均等の範囲に含まれる。

30

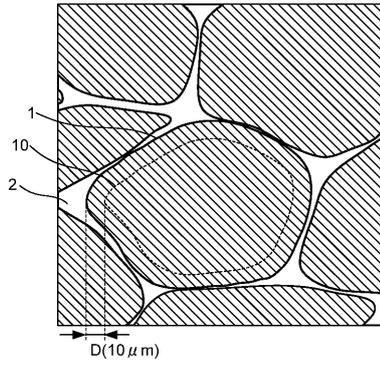
【符号の説明】

【0111】

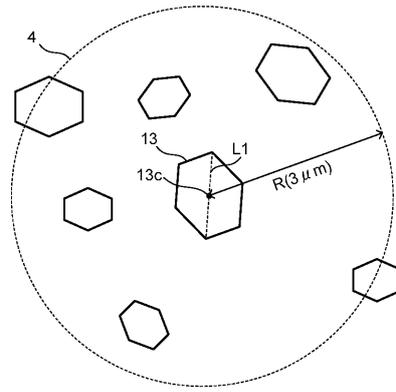
1 ... 結晶粒、2 ... 粒界相、4 ... 円、10 ... マトリクス、11 ... セル相、12 ... セル壁相、13 ... Cu 高濃度相、13c ... 重心、21 ... モータ、23 ... ロータ、24 ... 鉄心、25 ... 永久磁石、31 ... 可変磁束モータ、33 ... ロータ、34 ... 鉄心、35 ... 固定磁石、36 ... 可変磁石、41 ... 発電機、42 ... ステータ、43 ... ロータ、44 ... タービン、45 ... シャフト、46 ... ブラシ、51 ... 曲線、52 ... 曲線、53 ... 曲線、61 ... モータ、62 ... ステータ、63 ... ロータ、64 ... スロット、65 ... 永久磁石。

40

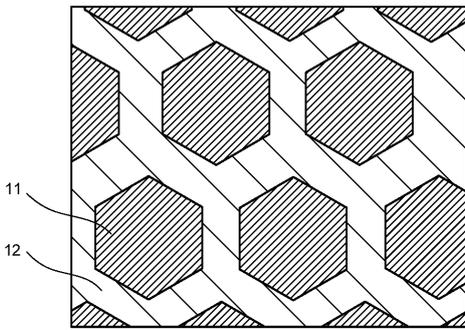
【 図 1 】



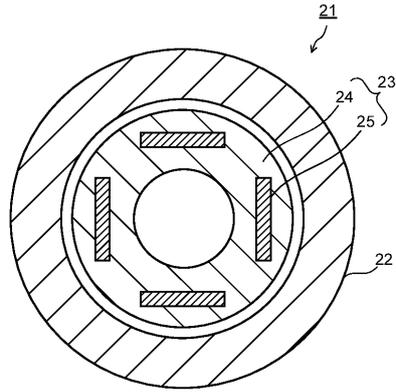
【 図 3 】



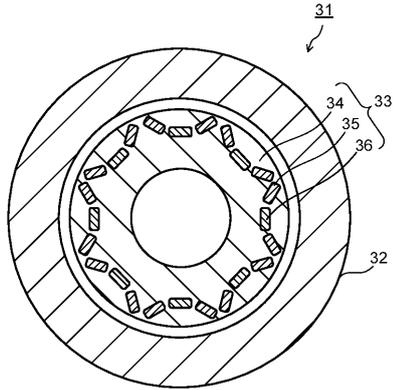
【 図 2 】



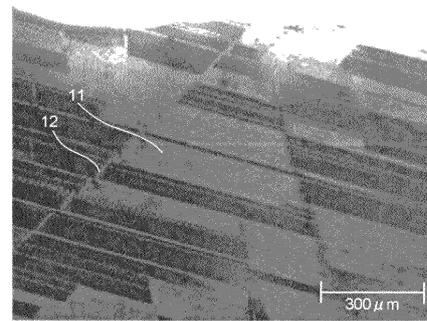
【 図 4 】



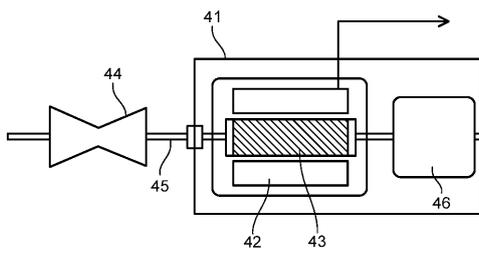
【 図 5 】



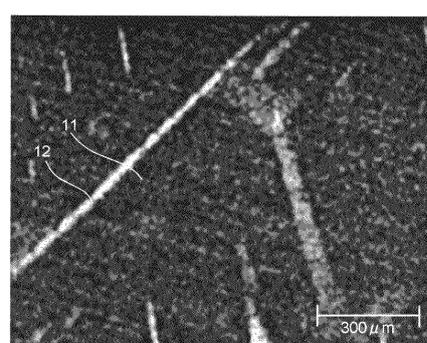
【 図 7 】



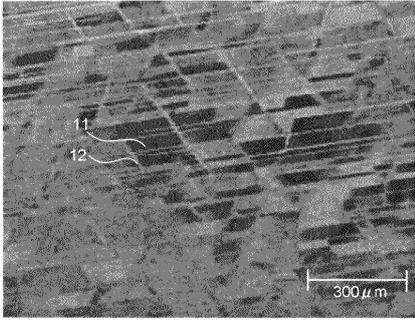
【 図 6 】



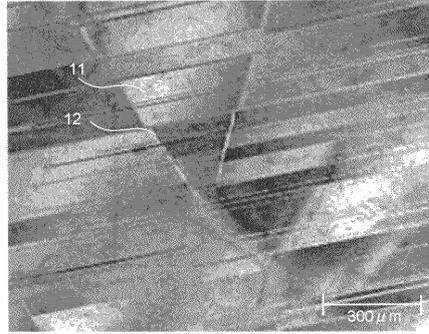
【 図 8 】



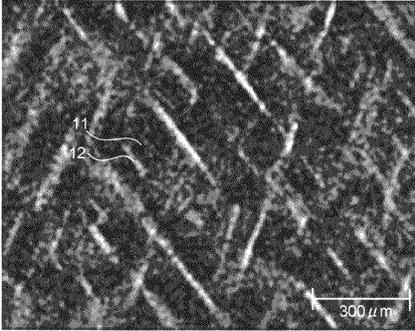
【 図 9 】



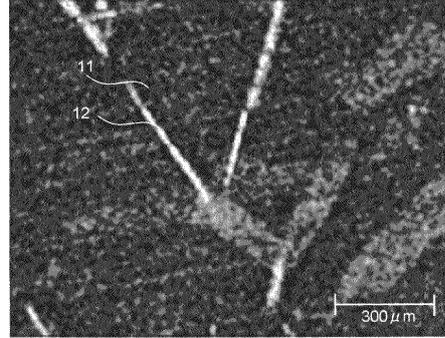
【 図 1 1 】



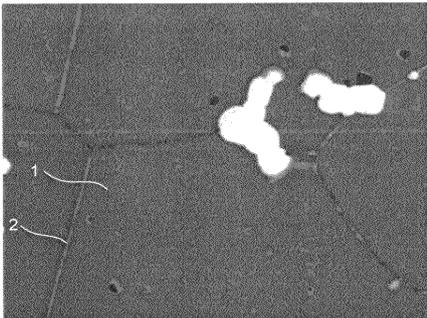
【 図 1 0 】



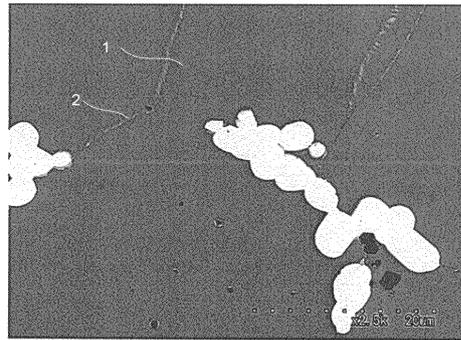
【 図 1 2 】



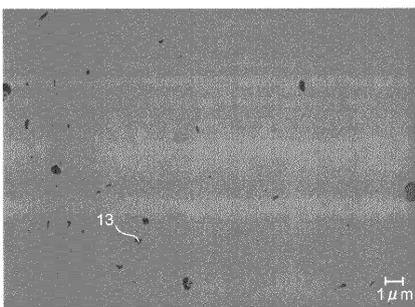
【 図 1 3 】



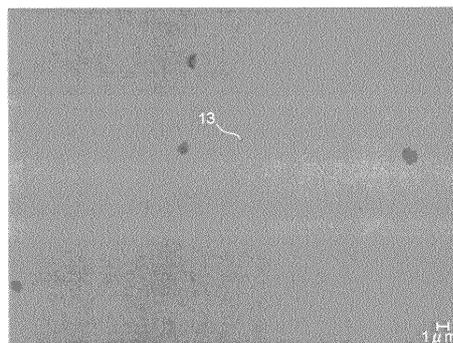
【 図 1 5 】



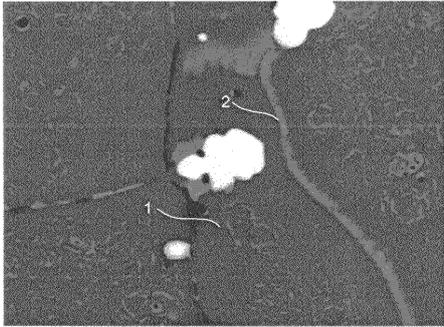
【 図 1 4 】



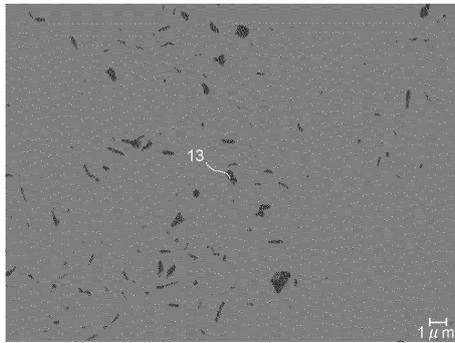
【 図 1 6 】



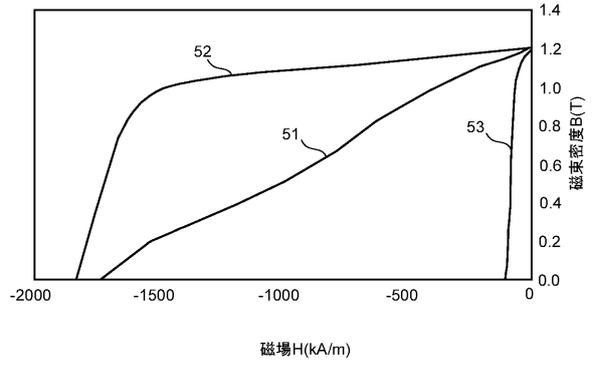
【図 17】



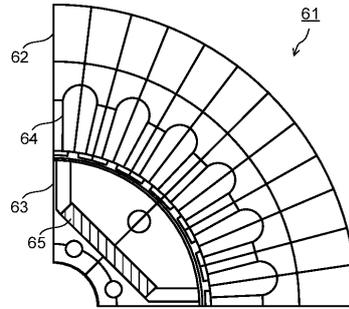
【図 18】



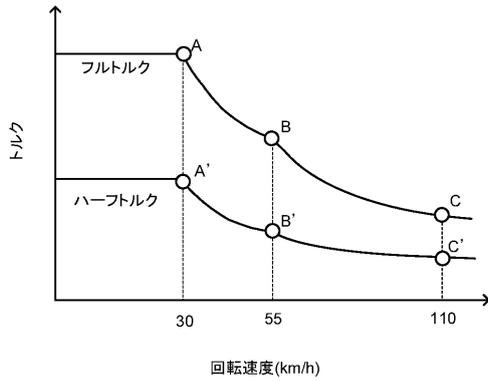
【図 19】



【図 20】



【図 21】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I		テーマコード(参考)
C 2 2 C 19/07 (2006.01)	C 2 2 C	19/07	E
C 2 2 C 30/02 (2006.01)	C 2 2 C	30/02	
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F	1/00	6 2 8
C 2 2 C 1/04 (2006.01)	C 2 2 F	1/00	6 6 0 D
B 2 2 F 3/00 (2006.01)	C 2 2 F	1/00	6 8 7
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 Z
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 A
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
	C 2 2 F	1/00	6 9 2 A
	C 2 2 F	1/00	6 9 2 B
	C 2 2 F	1/00	6 9 3 A
	C 2 2 F	1/00	6 9 3 B
	C 2 2 C	1/04	G
	B 2 2 F	3/00	F

(72)発明者 松下 真琴

東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内

(72)発明者 高橋 則雄

東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内

(72)発明者 長谷部 寿郎

東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社東芝内

(72)発明者 徳増 正

神奈川県川崎市川崎区日進町7番地1 東芝ビジネスアンドライフサービス株式会社内

Fターム(参考) 3D202 EE02 EE22

4K018 AA10 BB04 CA04 DA01 DA32 DA33 FA08 KA45

5E040 AA08 BD01 CA01 HB15 NN01 NN06 NN12

5H607 BB02 BB07 BB09 BB14 BB26 DD03 FF29 FF30

5H622 AA03 CA02 CA07 CA10 DD02 PP03