



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102510782 A

(43) 申请公布日 2012. 06. 20

(21) 申请号 201180003841. 2

(22) 申请日 2011. 04. 13

(30) 优先权数据

2010-093875 2010. 04. 15 JP

2011-036281 2011. 02. 22 JP

(85) PCT申请进入国家阶段日

2012. 03. 15

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2011/059183 2011. 04. 13

(87) PCT申请的公布数据

W02011/129366 JA 2011. 10. 20

(71) 申请人 住友电气工业株式会社

地址 日本大阪府

(72) 发明人 前田徹 渡边麻子

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理有限公司 11112

代理人 丁业平 张天舒

(51) Int. Cl.

B22F 1/00 (2006. 01)

B22F 3/00 (2006. 01)

B22F 3/02 (2006. 01)

B22F 3/10 (2006. 01)

C22C 33/02 (2006. 01)

H01F 1/053 (2006. 01)

H01F 1/06 (2006. 01)

H01F 1/08 (2006. 01)

H01F 41/02 (2006. 01)

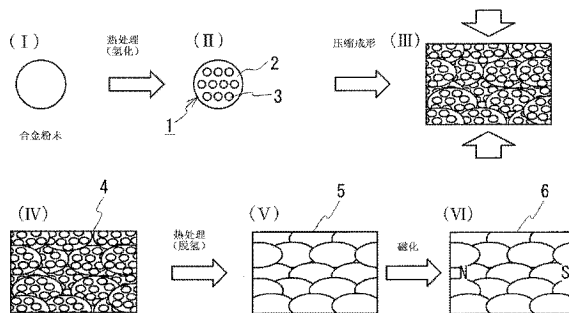
权利要求书 2 页 说明书 14 页 附图 1 页

(54) 发明名称

磁体用粉末

(57) 摘要

本发明提供一种磁体用粉末、制造该粉末的方法、粉末成形体和稀土 / 铁 / 硼合金材料, 所述磁体用粉末能够形成具有优异磁特性的稀土磁体并且具有优异的压缩成形性。所述磁体用粉末由磁性颗粒 (1) 构成, 磁性颗粒 (1) 具有这样的结构, 该结构包含由含铁物质构成的相 (2) 以及分散于该相 (2) 中的由稀土元素的氢化合物构成的相 (3) 的颗粒。由含铁物质构成的相 (2) 均一地存在于各磁性颗粒 (1) 中。因此, 所述粉末具有优异的压缩成形性并且容易由其获得密度增加的粉末成形体 (4)。通过这样的方法获得磁体用粉末: 将稀土 / 铁 / 硼合金 (R-Fe-B 合金) 的粉末在氢气气氛中, 在不低于该 R-Fe-B 基合金的歧化温度的温度下进行热处理, 从而使稀土元素和含铁物质分离, 并且产生稀土元素的氢化合物。将所述磁体用粉末压缩成形以获得粉末成形体 (4)。将粉末成形体 (4) 在真空中热处理以获得 R-Fe-B 合金材料 (5)。将 R-Fe-B 合金材料 (5) 磁化以获得 R-Fe-B 合金磁体 (6)。



1. 一种用于稀土磁体的磁体用粉末，  
其中构成所述磁体用粉末的每个磁性颗粒均由小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物、以及余物构成，所述余物由含铁材料构成；  
所述含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁 - 硼合金；  
所述稀土元素的氢化合物的相和所述含铁材料的相彼此相邻存在；并且  
中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下。
2. 根据权利要求 1 所述的磁体用粉末，其中所述稀土元素是选自 Nd、Pr、Ce、Dy 和 Y 中的至少一种元素。
3. 根据权利要求 1 或 2 所述的磁体用粉末，  
其中所述氢化合物的相是颗粒状，并且  
颗粒状的所述稀土元素的氢化合物分散于所述含铁材料的相中。
4. 根据权利要求 1 至 3 中任一项所述的磁体用粉末，其中所述磁性颗粒的平均粒径大于或等于  $10\mu\text{m}$  且小于或等于  $500\mu\text{m}$ 。
5. 一种粉末成形体，其是通过将根据权利要求 1 至 4 中任一项所述的磁体用粉末压缩成形而制造的，  
其中所述粉末成形体的相对密度为 85% 以上。
6. 一种稀土 - 铁 - 硼基合金材料，其是通过在惰性气氛或减压气氛中对根据权利要求 5 所述的粉末成形体进行热处理而制造的。
7. 一种稀土 - 铁 - 硼基合金材料，其是通过在惰性气氛或减压气氛中对根据权利要求 5 所述的粉末成形体进行热处理而制造的，所述合金材料包含混合相材料，该混合相材料包括稀土 - 铁 - 硼合金相以及选自铁相、铁 - 硼合金相和稀土 - 铁合金相中的至少一种相。
8. 一种稀土 - 铁 - 硼基合金材料，其是通过在施加 4T 以上的磁场的同时，在惰性气氛或减压气氛中对根据权利要求 5 所述的粉末成形体进行热处理而制造的，其中，在从具有与所述磁场的施加方向平行的法向的表面测得的 X 射线衍射图谱中，在 0.202nm 至 0.204nm 之间的晶面间距离处出现的衍射峰的相对强度是 70 以上。
9. 一种制造用于稀土磁体的磁体用粉末的方法，该方法包括：  
制备由稀土 - 铁 - 硼基合金构成的合金粉末的制备步骤；和  
在含有氢元素的气氛中，在等于或高于所述稀土 - 铁 - 硼基合金的歧化温度的温度下对所述合金粉末进行热处理以制造所述磁体用粉末的氢化步骤，  
其中构成所述磁体用粉末的每个磁性颗粒均由小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物、以及余物构成，所述余物由含铁材料构成；所述含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁 - 硼合金；所述稀土元素的氢化合物的相和所述含铁材料的相彼此相邻存在；并且中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下。
10. 一种制造用于稀土磁体的稀土 - 铁 - 硼基合金材料的方法，该方法包括：  
制备由稀土 - 铁 - 硼基合金构成的合金粉末的制备步骤；  
在含有氢元素的气氛中，在等于或高于所述稀土 - 铁 - 硼基合金的歧化温度的温度下对所述合金粉末进行热处理以制造磁体用粉末的氢化步骤，所述磁体用粉末包括磁性颗粒，每个所述磁性颗粒均由小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物、以及余物构成，所述余

物由含铁材料构成；所述含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁-硼合金；所述稀土元素的氢化化合物的相和所述含铁材料的相彼此相邻存在；并且中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下；

将所述磁体用粉末压缩成形以形成相对密度为 85% 以上的粉末成形体的成形步骤；  
和

在惰性气氛或减压气氛中，在等于或高于所述粉末成形体的再结合温度的温度下对所述粉末成形体进行热处理以形成稀土-铁-硼合金相的解吸附步骤。

11. 一种制造用于稀土磁体的稀土-铁-硼基合金材料的方法，该方法包括：

制备由稀土-铁-硼基合金构成的合金粉末的制备步骤；

在含有氢元素的气氛中，在等于或高于所述稀土-铁-硼基合金的歧化温度的温度下对所述合金粉末进行热处理以制造磁体用粉末的氢化步骤，所述磁体用粉末包括磁性颗粒，每个所述磁性颗粒均由小于 40 体积% 的稀土元素的氢化合物、以及余物构成，所述余物由含铁材料构成；所述含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁-硼合金；所述稀土元素的氢化化合物的相和所述含铁材料的相彼此相邻存在；并且中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下；

将所述磁体用粉末压缩成形以形成相对密度为 85% 以上的粉末成形体的成形步骤；  
和

在惰性气氛或减压气氛中，在等于或高于所述粉末成形体的再结合温度的温度下对所述粉末成形体进行热处理以形成混合相的解吸附步骤，其中所述混合相含有稀土-铁-硼合金相以及选自铁相、铁-硼合金相和稀土-铁合金相中的至少一种相。

12. 根据权利要求 10 或 11 所述的制造稀土-铁-硼基合金材料的方法，其中所述解吸附步骤中的所述热处理是在对所述粉末成形体施加 4T 以上的磁场的情况下进行的。

## 磁体用粉末

### 技术领域

[0001] 本发明涉及用作稀土-铁-硼基磁体的原料的磁体用粉末、用于制造该磁体用粉末的方法、由该粉末形成的粉末成形体、稀土-铁-硼基合金材料和用于制造该合金材料的方法。尤其是,本发明涉及这样的磁体用粉末,其具有优异的成形性、并且能够形成具有高相对密度的粉末成形体。

### 背景技术

[0002] 稀土磁体被广泛用作电机和发电机的永磁体。稀土磁体的典型例子包括烧结磁体和粘结磁体,它们均由 R-Fe-B 基合金(R:稀土元素,Fe:铁,B:硼,例如 Nd(钕)-Fe-B 基合金)构成。

[0003] 烧结磁体均通过将由 R-Fe-B 基合金构成的粉末压缩成形并随后烧结成形的产物来制造;粘结磁体均通过将由 R-Fe-B 基合金构成的合金粉末与粘结剂树脂混合并随后将所得到的混合物压缩成形或注射成形来制造。尤其是,对于用于粘结磁体的粉末,为了增强矫顽力,对其进行氢化-歧化-解吸附-再结合处理(HDDR 处理,HD:氢化和歧化,DR:解吸附和再结合)。

[0004] 烧结磁体由于高比率的磁相而具有优异的磁体特性,但是其形状自由度小,因而难以形成复杂的形状,如圆筒形、柱形和罐形(带底部的圆筒形)。在复杂形状的情况下,需要切削烧结的材料。另一方面,粘结磁体具有高的形状自由度,但是其磁体特性劣于烧结磁体的磁体特性。对应于此,专利文献 1 公开了将由 Nd-Fe-B 基合金构成的细合金粉末压缩成形以形成生压粉体(粉末成形体),并且对所述生压粉体进行 HDDR 处理以提高形状自由度并制造具有优异磁体特性的磁体。

[0005] 引用列表

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献 1:日本未审查专利申请公开 No. 2009-123968

### 发明内容

[0008] 技术问题

[0009] 如上文描述,烧结磁体具有优异的磁体特性,但是其形状自由度低;而粘结磁体具有高的形状自由度,但是因存在粘结剂树脂而具有最多约 80 体积%的磁相比率,因而在增加磁相比率方面有困难。因此,希望开发用于稀土磁体的材料,利用该材料能够容易地制造具有高磁相比率和复杂形状的稀土磁体。

[0010] 由 PTL1 中公开的由 Nd-Fe-B 基合金构成的合金粉末和通过 HDDR 处理该合金粉末所制造的粉末含有具有高刚度、因而几乎不变形的组成颗粒。因此,为了在不烧结的情况下制造具有高磁相比率的稀土磁体,需要相对高的压力以通过压缩成形制造具有高相对密度的粉末成形体。尤其是,当合金粉末由粗颗粒构成时,需要更高的压力。因此,需要开发可以容易地成形为具有高相对密度的粉末成形体的原料。

[0011] 此外,对如 PTL1 中所述的压粉体进行 HDDR 处理可以引起所得的磁体用多孔体破裂,原因是生压粉体在该处理期间膨胀-收缩。因此,需要开发可以制造稀土磁体的原料和用于制造该原料的方法,其中所述的稀土磁体在制造期间引起少的破裂并且具有令人满意的强度和优异的磁体特性。

[0012] 因此,本发明的目的是提供一种磁体用粉末,该磁体用粉末具有优异的成形性并且可以形成相对密度高的粉末成形体。本发明的另一个目的是提供用于制造所述磁体用粉末的方法。

[0013] 本发明的又一个目的是提供适合作为稀土磁体用原料的粉末成形体、稀土-铁-硼基合金材料和用于制造该合金材料的方法,其中所述稀土磁体具有优异的磁特性并且由稀土-铁-硼基合金构成。

[0014] 解决问题的方案

[0015] 为了增加稀土磁体中的磁相比率并且为了在不烧结的情况下制造具有优异磁体特性的磁体,本发明人研究了粉末成形法的用途,而不是使用粘结剂树脂形成粘结磁体的成形法。如上文描述,通常的原料粉末(即,由 Nd-Fe-B 基合金构成的合金粉末和通过 HDDR 处理该合金粉末制造的处理粉末)是坚硬的并且几乎不变形,因而具有低的压缩成形性并难以改善粉末成形体的密度。因此,作为增强成形性的各种研究的结果,本发明人发现,当粉末不具有其中稀土元素和铁结合在一起的化合物状态(如,稀土-铁-硼基合金),而具有其中稀土元素和铁不结合(即,铁组分和铁-硼合金组分独立于稀土元素而存在)的结构时,该粉末具有高的可变形性和优异的成形性,由此制得具有高相对密度的粉末成形体。还发现通过对由稀土-铁-硼基合金构成的合金粉末进行特定的热处理可以制造具有特定结构的粉末。此外,对将得到的粉末压缩成形而制造的粉末成形体进行特定热处理,从而制得这样的稀土-铁-硼基合金材料,该合金材料与由经受 HDDR 处理的生压粉体和使用经受 HDDR 处理的处理粉末所制造的成形体制造的材料类似。尤其是,可以使用由具有高相对密度的粉末成形体制造的稀土-铁-硼基合金材料制造具有高磁相比率和优异磁特性的稀土磁体(具体而言,稀土-铁-硼基合金磁体)。本发明基于这些发现。

[0016] 本发明的磁体用粉末是用于稀土磁体的粉末,并且包括这样的磁性颗粒,该磁性颗粒构成所述磁体用粉末并且均由小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物以及余物构成,其中所述余物由含铁材料构成。该含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁-硼合金。在每个磁性颗粒中,稀土元素的氢化合物的相和含铁材料的相彼此相邻存在;并且中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下。

[0017] 本发明的磁体用粉末可以通过下文所述的本发明的用于制造磁体用粉末的方法制造。所述制造方法是制造用于稀土磁体的磁体用粉末的方法,并且包括下文描述的制备步骤和氢化步骤,其中构成所述磁体用粉末的每个磁性颗粒由小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物以及余物构成,其中所述余物由含铁材料构成,所述含铁材料含有铁、以及含铁和硼的铁-硼合金。此外,稀土元素的氢化合物的相和含铁材料的相彼此相邻存在;并且中间夹着所述含铁材料相的彼此相邻的所述稀土元素的氢化合物相之间的距离为  $3\mu\text{m}$  以下。

[0018] 制备步骤:制备由稀土-铁-硼基合金构成的合金粉末的步骤

[0019] 氢化步骤:在含有氢元素的气氛中,在等于或高于所述稀土-铁-硼基合金的歧化

温度的温度下对所述合金粉末进行热处理以制造磁体用粉末的步骤。

[0020] 构成本发明的磁体用粉末的每个磁性颗粒包括多个相,这些相包括含铁材料的相和稀土元素的氢化物的相,但是不包括单层稀土合金(如,R-Fe-B基合金或R-Fe-N基合金)。与R-Fe-B基合金和R-Fe-N基合金及稀土元素的氢化物的相比,含铁材料的相柔软并且富有成形性。此外,构成本发明磁体用粉末的每个磁性颗粒包含含有铁的含铁材料作为主要组分(60体积%以上),从而可以通过将本发明的磁体用粉末压缩成形使磁性颗粒中的含铁材料的相充分变形。另外,如上文所述,含铁材料的相存在于稀土元素的氢化物的相之间。即,含铁材料的相均一地存在,而不局限于构成粉末的每个磁性颗粒中,因而通过压缩成形使每个磁性颗粒均一地变形。因此,通过使用本发明的磁体用粉末,可以制造具有高相对密度的粉末成形体(本发明的粉末成形体)。此外,通过使用具有高相对密度的粉末成形体,可以在不烧结的情况下制造具有高磁相比率的稀土-铁-硼基合金材料(本发明的稀土-铁-硼基合金材料),并且使用所述稀土-铁-硼基合金材料,可以制造具有高磁相比率的稀土磁体。另外,由于磁性颗粒因含铁材料的充分变形而啮合并且结合在一起,故不同于粘结磁体,可以在不包含粘结剂树脂的情况下制造磁相比率为80体积%以上、优选90体积%以上的稀土磁体。

[0021] 此外,不同于烧结磁体,通过将本发明的磁体用粉末压缩成形而制造的粉末成形体不经历烧结,因而没有因由烧结引起的收缩各向异性所致的形状限制并具有高的形状自由度。因此,通过使用本发明的磁体用粉末,可以在基本上不进行切削等的情况下,容易地形成复杂形状,例如,圆筒形、柱形或罐形。另外,由于不需要切削,因而可以显著改善原料产率,并且可以改善稀土磁体的生产性。

[0022] 另外,如上文所述,可以通过在含有氢元素的气氛中,在指定温度下对稀土-铁-硼基合金粉末进行热处理,从而容易地制造本发明的磁体用粉末。

[0023] 另外,如上文所述,本发明的磁体用粉末具有优异的成形性,因而可以制成相对粗糙的粉末,并且可以使用约100 $\mu\text{m}$ 的粗糙粉末作为原料粉末。因此,在制造本发明的磁体用粉末中,可以使用通过将熔融铸锭粗磨至平均粒径为约100 $\mu\text{m}$ 所制造的粉末或通过雾化法(例如,熔融金属雾化法)所制造的粉末作为原料粉末。在烧结磁体和粘结磁体中,使用10 $\mu\text{m}$ 以下的细粉末作为用于形成烧结前成形产物的原料粉末或待与树脂混合的原料。使用上述的粗糙粉末作为原料,制造了本发明的磁体用粉末,并且不需要将原料粉末精细研磨成10 $\mu\text{m}$ 以下的细粉末的研磨步骤,因而允许尝试通过缩短制造工艺来降低成本。

[0024] 发明的有益效果

[0025] 本发明的磁体用粉末具有高成形性并且能够制造本发明的具有高相对密度的粉末成形体。此外,使用本发明的粉末成形体或本发明的稀土-铁-硼基合金材料,能够制造具有高磁相比率的稀土磁体。用于制造发明的磁体用粉末的方法和用于制造本发明的稀土-铁-硼基合金材料的方法分别能够以高生产性制造本发明的磁体用粉末和本发明的稀土-铁-硼基合金材料。

[0026] 附图简要说明

[0027] [图1] 图1为示出使用本发明的磁体用粉末制造磁体的工艺实例的示意性流程图。

## 具体实施方式

[0028] 以下进一步对本发明进行详细描述。

[0029] [磁体用粉末]

[0030] 构成本发明磁体用粉末的磁性颗粒均含有含量为 60 体积%以上的含铁材料作为主要组分。当含铁材料的含量小于 60 体积%时,作为硬质组分的稀土元素的氢化物的量相对地增加,因而在压缩成形期间含铁组分难以充分变形,而当含铁材料的含量过高时,磁特性降低。因此,该含量优选为 90 体积%以下。

[0031] 该含铁材料含有铁以及铁-硼合金。该铁-硼合金例如为  $\text{Fe}_3\text{B}$ 。除铁-硼合金之外,还添加纯铁(Fe)以改善成形性。相对于 100%含铁材料而言,铁-硼合金的含量优选为 10%至 40%(质量比率)。当铁-硼合金的含量为 10 质量%以上时,铁单相很少析出,因而容易抑制因大量铁单相所致的磁特性降低。当该含量为 40 质量%以下时,成形性优异。可以(例如)通过测量 X 射线衍射峰强度(峰面积)并且比较所测量的峰强度来测定含铁材料中铁与铁-硼合金的比率。此外,该含铁材料可以具有其中铁被选自 Co、Ga、Cu、Al、Si 和 Nb 的至少一种元素部分替换的形式。在含有这种元素的含铁材料的形式下,可以改善稀土磁体的磁特性和耐腐蚀性。

[0032] 另一方面,如果磁性颗粒不含稀土元素的氢化物,则不能制造稀土磁体。稀土元素的氢化物的含量高于 0 体积%,并且优选为大于或等于 10 体积%且小于 40 体积%。可以通过适当地改变作为该粉末的原料使用的稀土-铁-硼基合金的组成和用于制造该粉末的热处理条件(主要是温度),来调节含铁材料或稀土元素的氢化物的含量以及铁与铁-硼合金的比率。构成磁体用粉末的每个磁性颗粒允许含有不可避免的杂质。

[0033] 构成本发明的磁体用粉末的每个磁性颗粒中所含有的稀土元素为选自 Sc(钪)、Y(钇)、镧系元素和铷系元素中的至少一种元素。尤其是,优选含有选自 Nd、Pr、Ce、Dy 和 Y 中的至少一种元素,并且 Nd(钕)是特别优选的,原因是可以制造具有优异磁特性的 R-Fe-B 基合金磁体。稀土元素的氢化物的例子包括  $\text{NdH}_2$  和  $\text{DyH}_2$ 。

[0034] 构成本发明磁体用粉末的每个磁性颗粒具有这样的结构,其中稀土元素的氢化物的相和含铁材料的相以它们之间具有如上所述的指定距离存在,简而言之,具有这样的结构,其中两个相均一地离散存在。所述结构的常见例子包括其中两个相存在于分层结构中的分层形式和其中稀土元素的氢化物的相是颗粒状并且颗粒状的稀土元素的氢化物分散于充当母相的含铁材料的相中的分散形式。

[0035] 根据用于制造本发明的磁体用粉末的热处理条件(主要是温度),两种相的存在形式倾向于在增加的温度下变成分散形式并且在接近于歧化温度的温度下变成分层形式。

[0036] 通过使用具有分层形式的粉末,可以在不使用粘结剂树脂的情况下形成(例如)磁相比率与粘结磁体的磁相比率(约 80 体积%)相等的稀土磁体。在分层形式的情况下,表述“稀土元素的氢化物的相和含铁材料的相彼此相邻”表示其中两个相在构成磁体用粉末的每个磁性颗粒的剖面中基本上交替层叠的状况。此外,在分层形式的情况下,表述“相邻的稀土元素的氢化物相之间的距离”是指在剖面中,中间夹着含铁材料相的彼此相邻的稀土元素的氢化物相之间的中心至中心的距离。

[0037] 在分散形式下,含铁材料组分均一地存在于由稀土元素的氢化物构成的颗粒周围,因而含铁材料组分可以比分层形式下更容易地变形。例如,可以容易地形成具有复杂形

状（如圆筒形、柱形或罐形）的粉末成形体和相对密度为 85% 以上、尤其是 90% 以上的高密度粉末成形体。在分散形式的情况下，表述“稀土元素的氢化物的相和含铁材料的相彼此相邻”一般表示这样的状况，其中，在构成磁体用粉末的每个磁性颗粒的剖面中，含铁材料存在以覆盖稀土元素的氢化物颗粒的外周，并且含铁材料存在于相邻的稀土元素的氢化物颗粒之间。此外，在分散形式的情况下，表述“相邻的稀土元素的氢化物相之间的距离”是指在剖面中，相邻的稀土元素的氢化物颗粒之间的中心至中心距离。

[0038] 可以通过这样的方式测量所述距离：例如，通过蚀刻断面除去含铁材料的相以提取稀土元素的氢化物、根据所用溶液的类型通过除去稀土元素的氢化物以提取含铁材料，或通过用 EDX（能量色散 X 射线光谱学）装置分析断面的构成。在距离为  $3\ \mu\text{m}$  以下的情况下，为适当地热处理使用所述粉末的粉末成形体以将含有含铁材料和稀土元素的氢化物的混合结构转化成稀土-铁-硼基合金，从而形成稀土-铁-硼基合金材料，不需要过多能量的输入。此外，可以抑制因稀土-铁-硼基合金晶体的粗糙化所致的特性降低。为了允许含铁材料充分地存在于稀土元素的氢化物的相之间，该距离优选为  $0.5\ \mu\text{m}$  以上，特别是  $1\ \mu\text{m}$  以上。可以通过控制用作原料的稀土-铁-硼基合金粉末的组成或在规定的范围内控制用于制造磁体用粉末的热处理法的热处理条件（尤其温度），来调节该距离。例如，通过增加稀土-铁-硼基合金粉末中铁或硼的比率（原子比）或在规定的范围内增加热处理（氢化）的温度，该距离倾向于增加。

[0039] 构成本发明的磁体用粉末的磁性颗粒的平均粒径特别优选为大于或等于  $10\ \mu\text{m}$  且小于或等于  $500\ \mu\text{m}$ 。在  $10\ \mu\text{m}$  以上的相对大的粒径情况下，可以相对地降低稀土元素的氢化物在每个磁性颗粒表面中的比率（下文称作“占有率”）。在这种情况下，稀土元素通常易于氧化。然而，满足所述平均粒径的粉末因占有率低而很少氧化，因而可以在空气中处置。因此，例如，可以在空气中形成粉末成形体，从而改善粉末成形体的生产性。此外，本发明的磁体用粉末含有含铁材料的相，因而具有如上所述的优异的成形性，因而甚至可以通过使用具有  $100\ \mu\text{m}$  以上平均粒径的粗糙粉末形成具有低孔隙度和高相对密度的粉末成形体。然而，过大的平均粒径引起粉末成形体的相对密度降低，因而该平均粒径优选为  $500\ \mu\text{m}$  以下。该平均粒径更优选为大于或等于  $50\ \mu\text{m}$  且小于或等于  $200\ \mu\text{m}$ 。

[0040] 另外，本发明的磁体用粉末可以具有其中在每个磁性颗粒的外周提供由绝缘材料构成的绝缘涂层的形式。通过使用设置有绝缘涂层的粉末，形成具有高电阻的稀土磁体，并且（例如）可以通过将这种磁体用于电机来减少涡流损耗。绝缘涂层的例子包括 Si、Al、Ti 等的氧化物的结晶和非结晶玻璃涂层；金属氧化物（如，由 Me-Fe-O（Me = 金属元素，如，Ba、Sr、Ni、Mn 等）表示的铁氧体）涂层、磁体（ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ）和  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ；树脂（如，有机硅树脂）涂层；和有机-无机复合化合物（如，硅倍半氧烷化合物）涂层。结晶涂层、玻璃涂层、氧化物涂层和陶瓷涂层可以具有抗氧化功能。在这种情况下，也可以提供磁性颗粒的氧化。此外，可以提供 SiN 或 Si-C 基陶瓷涂层用于改善导热性。在设置有涂层（如绝缘涂层）的粉末的情况下，构成粉末的每个磁性颗粒的形状优选地接近于球形以抑制压缩成形期间对涂层的损坏。

[0041] 对用于其他稀土磁体（例如，稀土-铁-碳基合金磁体）的磁体用粉末而言，可以使用这样的形式，其中含铁材料含有铁、以及含铁与碳的铁-碳合金。如同含有铁-硼合金的粉末，也可以通过在含有氢元素的气氛中，在等于或高于稀土-铁-碳基合金的歧化温度



的温度下热处理由所述稀土-铁-碳基合金构成的合金粉末,从而制造含有铁-碳合金的粉末。在上文和下文描述的各项中,术语“铁-硼合金”和“稀土-铁-硼基合金”可以由术语“铁-碳合金”和“稀土-铁-碳基合金”替换。稀土-铁-碳基合金的常见例子包括  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{C}$ 。

[0042] [用于制造磁体用粉末的方法]

[0043] 可以通过下列步骤制备所述磁体用粉末:制备由稀土-铁-硼基合金构成的合金粉末(例如,  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ )并且在含有氢元素的气氛中热处理该合金粉末以将该合金中的稀土元素、铁和铁-硼合金彼此分离,同时使稀土元素和氢化合。可以(例如)通过采用研磨机(如颚式破碎机、喷射磨机或球磨机)研磨由稀土-铁-硼基合金或箔形材料(其通过快速凝固方法获得)构成的熔融铸锭制造所述合金粉末,或通过使用雾化法(如气体雾化法)制造所述合金粉末。尤其是,气体雾化法的使用可以通过在非氧化环境中形成粉末而形成基本上不含氧的粉末(氧浓度:1000 质量 ppm 以下,优选 500 质量 ppm 以下)。即,在构成合金粉末的磁性颗粒中,可以用 1000 质量 ppm 以下的氧浓度作为表示在非氧化气氛中通过气体雾化法制造的粉末的指标。此外,作为由稀土-铁-硼基合金构成的合金粉末,可以使用这样的粉末,该粉末通过已知的粉末制造方法或雾化方法制造并且进一步研磨。可以通过适当地改变研磨条件或制造条件调节磁体用粉末的磁性颗粒的粒度分布和形状。例如,可以通过雾化方法容易地制造成形期间具有高球度和优异填充性能的粉末。构成磁体用粉末的磁性颗粒可以均由多晶或单晶构成。可以通过适当热处理由多晶构成的磁性颗粒来形成由单晶构成的颗粒。

[0044] 当进行后续步骤中用于氢化的热处理,从而基本上不改变粒度时,在制备步骤中制备的合金粉末的粒度基本上与本发明的磁体用粉末相同。由于本发明的粉末如上文所述在成形性方面优异,因此(例如)可以使得粉末相对粗糙从而具有约  $100\ \mu\text{m}$  的平均粒径。因此,在制备步骤中,可以使用平均粒径为约  $100\ \mu\text{m}$  的合金粉末。

[0045] 作为含有氢元素的气氛,可以使用仅含有氢 ( $\text{H}_2$ ) 的单一气氛或含有氢 ( $\text{H}_2$ ) 和惰性气体(如, Ar 或  $\text{N}_2$ ) 的混合气氛。氢化步骤中的热处理温度等于或高于稀土-铁-硼基合金进行歧化反应的温度,即,歧化温度。歧化反应是通过优先氢化稀土元素而使稀土元素的氢化合物、铁和铁-硼合金彼此分离的反应,并且将该反应发生的下限温度称作歧化温度。歧化温度随合金的组成和稀土元素的类型而变化。例如,当稀土-铁-硼基合金是  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  时,热处理温度为(例如)  $650^\circ\text{C}$  以上。在热处理温度接近歧化温度的情况下,产生上述的分层形式,而在热处理温度比歧化温度高  $100^\circ\text{C}$  以上的情况下,产生上述的分散形式。氢化步骤中的热处理温度越高,则铁相和铁-硼合金相越容易出现,并且同时析出的硬质稀土元素的氢化合物更少地变成变形的抑制因素,因而增强了成形性。然而,在过高热处理温度的情况下,出现诸如熔融固着(melt fixing)之类的问题,因而热处理温度优选为  $1100^\circ\text{C}$  以下。尤其是,当稀土-铁-硼基合金是  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  时,在氢化步骤中使用大于或等于  $750^\circ\text{C}$  且小于或等于  $900^\circ\text{C}$  的相对低的热处理温度的情况下,获得了具有小距离的微细结构,并且可以通过使用这种粉末容易地形成具有高矫顽力的稀土磁体。保持时间为(例如)大于或等于 0.5 小时且小于或等于 5 小时。所述热处理对应于直到上述 HDDR 处理中歧化步骤的处理,并且可以使用已知的歧化条件。

[0046] [粉末成形体]

[0047] 可以通过压缩成形本发明的磁体用粉末从而将粉末成形体成形的成形步骤制造本发明的粉末成形体。由于本发明的磁体用粉末具有如上文所述的优异的成形性,故可以形成具有高相对密度(相对于粉末成形体的真密度而言的实际密度)的粉末成形体。例如,本发明的一种形式的粉末成形体的相对密度为85%以上,更为90%以上。通过使用具有这种高密度的粉末成形体,可以制造具有高磁相比率的稀土磁体。由于磁相比率随相对密度的提高而增加,故不特别提供相对密度的上限。

[0048] 此外,由于本发明的磁体用粉末具有优异的成形性,故可以将压缩成形的压力降低至相对低的值,例如,大于或等于8吨/cm<sup>2</sup>且小于或等于15吨/cm<sup>2</sup>。此外,由于本发明的磁体用粉末具有优异的成形性,故甚至可以容易地形成具有复杂形状的粉末成形体。此外,由于本发明的磁体用粉末包括均可以充分变形的磁性颗粒,故可以制造这样的粉末成形体,其在磁性颗粒间具有优异的粘结性(通过磁性颗粒的表面凹凸不平之间的啮合所产生的强度(所谓的颈缩强度)发展),具有高强度并且在制造期间很少破裂。

[0049] 此外,通过压缩成形期间适当地加热成形用模具可以促进变形,从而可以容易地制造具有高密度的粉末成形体。另外,用于压缩成形的非氧化气氛可以有利地防止本发明的磁体用粉末的氧化。

[0050] [稀土-铁-硼基合金材料和制造该方法]

[0051] 本发明的稀土-铁-硼基合金材料可以通过以下方法制造:通过解吸附步骤(其在非氢气气氛中对粉末成形体进行热处理(脱氢)以避免与磁性颗粒反应并充分除去氢)从稀土元素的氢化合物中除去氢,同时将铁、铁-硼合金和除去了氢的稀土元素化合。本发明的稀土-铁-硼基合金材料具有基本上包括稀土-铁-硼基合金相的单一形式,或混合形式(包括混合相的形式),所述混合形式包括稀土-铁-硼基合金相和选自铁相、铁-硼合金相和稀土-铁合金相中的至少一种相的组合。混合形式的例子包括:包含铁相及稀土-铁-硼基合金相的形式、包含铁-硼合金相及稀土-铁-硼基合金相的形式或者包含稀土-铁合金相及稀土-铁-硼基合金相的形式。单一形式的例子是与用作本发明磁体用粉末的原料的稀土-铁-硼基合金具有基本上相同组成的形式。所述混合形式通常根据用作原料的稀土-铁-硼基合金的组成而改变,并且(例如)可以通过使用具有高铁比率(原子比)的原料形成包含铁相和稀土-铁-硼合金相的形式。

[0052] 非氢气气氛是惰性气氛(例如,Ar或N<sub>2</sub>的惰性气体气氛)或减压气氛(在低于标准大气压的压力下的真空气氛)。尤其优选减压气氛,原因是稀土-铁-硼合金彻底形成,几乎不剩下稀土元素的氢化合物,从而制得具有优异磁特性的本发明的稀土-铁-硼基合金材料。在真空气氛的情况下,最终真空度优选为10Pa以下。

[0053] 解吸附的温度等于或高于粉末成形体的再结合温度(分离的含铁材料和稀土元素的化合温度)。再结合温度根据粉末成形体(构成成形产物的磁性颗粒)的组成而改变,但通常是700°C以上。温度越高,可以越充分地除去氢。然而,当解吸附温度过高时,具有高蒸气压的稀土元素的量可能因蒸发而减少,或稀土磁体的矫顽力可能因稀土-铁-硼基合金晶体的粗糙化而降低。因此,温度优选为1000°C以下。保持时间例如为大于或等于10分钟且小于或等于600分钟(10小时)。解吸附对应于HDDR处理法的DR处理,并且可以应用已知的DR处理条件。

[0054] 解吸附步骤中的热处理可以在向所述粉末成形体施加4T以上的磁场的情况下进

行。

[0055] 本发明人发现通过在向粉末成形体施加强磁场的同时,在解吸附步骤中热处理可以制造具有更优异磁特性的稀土磁体。认为其原因如下。在粉末成形体的单纯解吸附中,由稀土-铁-硼基合金(例如, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ )构成并在构成粉末成形体的磁性颗粒的结构中生成的初始晶核呈现这样的状态,其中电子方向因热扰动的影响而容易无序(容易变得无规律),其中所述热扰动由于解吸附期间高于居里温度的加热温度所致。因此,认为制造了具有无规晶体取向的稀土-铁-硼基合金材料。然而,当解吸附期间施加高磁场时,初始晶核中的电子方向被磁场改变以形成在恒定方向上取向的晶体,从而制得包括具有恒定取向的晶体的稀土-铁-硼基合金材料。还认为,包括在一个方向上取向的晶体的稀土-铁-硼基合金材料具有优异的磁特性,因为与无规取向相比,所述晶体的磁性很少彼此抵消。

[0056] 在这种情况下,用于磁化稀土磁体的磁场通常是约 2T。如下文描述的试验例子中所示,在施加这种程度磁场的情况下的解吸附引起的磁特性改善程度较小或基本上无改善。另一方面,可以通过施加有规定强磁场的解吸附,制造具有优异磁特性的稀土-铁-硼基合金材料。施加的磁场优选尽可能地高并且是 4T 以上。

[0057] 通过在惰性气氛或减压气氛中,在施加 4T 以上磁场的情况下热处理粉末成形体所制造的稀土-铁-硼基合金材料表现出如上所述的恒定取向。表述“具有恒定取向”表示,(例如)在从具有与磁场的施加方向平行的法向的表面(下文称作“法向表面”)测量稀土-铁-硼基合金材料的 X 射线衍射图谱时,在 0.202nm 至 0.204nm 之间的晶面间距离处出现的衍射峰的相对强度满足 70 以上。

[0058] 主要具有规定间距的取向面的稀土-铁-硼基合金材料具有更优异的磁特性。此外,随着相对强度增加,磁特性倾向于变得更优异。例如,相对强度是 75 以上。相对强度由测量的强度  $I_x$  与参考强度  $I_{\text{max}}$  之比 ( $(I_x/I_{\text{max}}) \times 100$ ) 确定,其中  $I_{\text{max}}$  代表从法向表面获得的峰强度当中作为参考强度的最高峰强度,并且  $I_x$  代表在 0.202nm 至 0.204nm 之间的晶面间距离处出现的衍射峰的测量强度。

[0059] [稀土磁体]

[0060] 可以通过适当地磁化本发明的稀土-铁-硼基合金材料制造稀土磁体。尤其是,通过使用上述具有高相对强度的粉末成形体,可以制造磁相比率为 80 体积%以上、更为 90 体积%以上的稀土磁体。

[0061] 以下通过试验例子并参考附图对本发明的实施方案进一步详细描述。在附图中,放大稀土元素的氢化合物以易于理解。

[0062] [试验例 1]

[0063] 形成均含有稀土元素、铁和硼的多种粉末,并且通过压缩成形所得粉末来检验每种粉末的成形性。

[0064] 根据包括制备合金粉末的制备步骤和在氢气气氛中热处理的氢化步骤的方法制备每种粉末。此外,使用包覆粉末来检验成形性,其中所述包覆粉末是通过在根据所述方法形成的每个粉末颗粒上形成绝缘涂层而制得的。

[0065] 首先,制备具有表 I 中所示的每种组成(四舍五入至有效数字)的稀土-铁-硼合金( $\text{Nd}_x\text{Fe}_y\text{B}_z$ )铸锭,随后在 Ar 气氛中使用硬质合金研钵研磨铸锭以制造平均粒径为 100  $\mu\text{m}$  的合金粉末(图 1(I))。使用激光衍射型粒度分布分析仪测量累计重量百分比为 50%时的

粒径(50%下的粒径)作为平均粒径。此外,在非氧化气氛(如,Ar)中研磨可以有效地防止粉末的氧化。

[0066] 将合金粉末在氢(H<sub>2</sub>)气氛中在850℃下热处理3小时。热处理(氢化)后制造的粉末(磁体用粉末)用环氧树脂固定以制备用于结构观察的样品。将该样品在所需位置处切削或抛光,从而防止样品中所含粉末的氧化,并且使用能量色散X射线衍射(EDX)装置,测量构成磁体用粉末并存在于切削表面(或抛光表面)中的每个颗粒的组成。此外,用光学显微镜或电子散射显微镜(100倍至10,000倍)观察切削表面(或抛光表面)以检查构成磁体用粉末的每个磁性颗粒的形态。结果,证实了,如图1(II)中所示,构成磁体用粉末的每个磁性颗粒包括充当母相的含铁材料的相2(通常为铁(Fe)和铁-硼合金(Fe<sub>3</sub>B)的相)和分散于母相中的多个颗粒状的稀土元素的氢化合物相3(通常是NdH<sub>2</sub>),并且含铁材料的相2夹在相邻的稀土元素的氢化合物颗粒之间。

[0067] 使用通过与环氧树脂结合所形成的样品,测定每个磁性颗粒的稀土元素的氢化合物NdH<sub>2</sub>和含铁材料Fe、Fe-B的含量(体积%)。结果在表I中示出。假设以下所述的有机硅树脂以某体积比(0.75体积%)存在,通过利用作为原料所用的合金粉末的组成和NdH<sub>2</sub>、Fe和Fe<sub>3</sub>B的原子重量计算体积比,从而分别测定所述含量。或者,可以通过下列方法测定各含量:例如,从由NdH<sub>2</sub>、Fe和Fe<sub>3</sub>B在使用磁体用粉末制造的成形产物的切削表面(或抛光表面)的面积中的面积比率所确定的面积比计算出体积比,或者通过使用根据X射线分析所得的峰强度比测定各含量。

[0068] 此外,通过使用EDX装置对每种粉末的组成进行表面分析(映射数据)来测量相邻的稀土元素的氢化合物颗粒之间的距离。在这种情况下,在切削表面(或抛光表面)的表面分析中提取NdH<sub>2</sub>的峰位置,并且测量相邻的NdH<sub>2</sub>峰位置之间的距离并平均化,以确定平均距离值。结果在表I中示出。

[0069] 用作为Si-O涂膜(作为绝缘涂膜)的前体使用的有机硅树脂包覆磁体用粉末,从而制备粉末,并且用水压机在10吨/cm<sup>2</sup>的表面压力下将具有绝缘涂膜的粉末压缩成形(图1(III))。结果,可以在10吨/cm<sup>2</sup>的表面压力下将除样品No. 1-15之外的每种粉末充分地压缩成形,从而形成外径为10mm、高度为10mm的柱状粉末成形体4(图1(IV))。据认为,样品No. 1-15含有过少量的含铁材料的相并且难以充分地压缩成形,因而不能形成粉末成形体。

[0070] 测定每种所制造的粉末成形体的实际密度(成形密度)和相对密度(相对于真密度的实际密度)。结果在表I中示出。通过使用市售密度测量装置测量实际密度。使用NdH<sub>2</sub>密度(5.96g/cm<sup>3</sup>)、Fe密度(7.874g/cm<sup>3</sup>)、Fe<sub>3</sub>B密度(7.474g/cm<sup>3</sup>)、有机硅树脂密度(1.1g/cm<sup>3</sup>)和表I中所示的体积比,通过计算测定真密度。

[0071] [表I]

[0072]

样品 No.	组成 (原子%)			估测的体积比 (%)			真密度	成形密 度	相对密 度	距离
	Nd	Fe	B	NdH <sub>2</sub>	Fe Fe-B	有机硅 树脂	g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>	%	μm
1-1	3.0	89.8	3.4	10.2	89.1	0.75	7.58	7.29	96.2	9.8
1-2	5.0	86.8	4.4	16.3	82.9	0.75	7.45	7.11	95.4	6.7
1-3	6.1	85.7	4.8	19.2	80.1	0.75	7.40	6.88	93.0	2.8
1-4	7.6	84.5	5.2	23.1	76.1	0.75	7.32	6.69	91.4	2.4
1-5	9.5	83.3	5.6	27.6	71.6	0.75	7.23	6.54	90.5	1.9
1-6	3.0	76.9	20.1	10.9	88.3	0.75	7.33	6.94	94.7	10.2
1-7	3.8	77.4	18.9	13.3	85.9	0.75	7.31	6.78	92.8	6.3
1-8	6.1	78.8	15.2	19.8	79.5	0.75	7.25	6.66	91.8	2.9
1-9	7.6	79.7	12.7	23.6	75.7	0.75	7.22	6.52	90.3	2.5
1-10	9.5	81.0	9.5	27.9	71.4	0.75	7.18	6.44	89.7	2.2
1-11	11.8	82.4	5.9	32.2	67.0	0.75	7.14	6.32	88.5	1.7
1-12	13.3	76.7	5.0	36.7	62.5	0.75	7.07	6.11	86.5	1.3
1-13	17.3	74.7	4.0	43.7	55.5	0.75	6.95	4.92	70.8	0.9
1-14	24.4	71.1	2.2	53.6	45.6	0.75	6.78	4.69	69.2	0.7
1-15	28.0	69.3	1.3	57.6	41.6	0.75	6.71	不可 成形	-	-

[0073] 表 I 示出,通过使用下列粉末可以制得具有复杂形状的粉末成形体或相对密度为 85%以上的高密度粉末成形体,其中所述粉末含有小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物、以及余物,所述余物基本上由含有 Fe 和 Fe<sub>3</sub>B 的含铁材料构成,并且所述粉末具有其中稀土元素的氢化合物分散于含铁材料中的结构(相距离:3 μm 以下)。尤其是,发现通过使用含有小于 25 体积%的稀土元素的氢化合物的粉末可以容易地制造相对密度为 90%以上的更高密度的粉末成形体。

[0074] 将每种所制造的粉末成形体在 H<sub>2</sub> 气氛中加热至 800°C,并且随后将气氛改变成真空(VAC)(最终真空度:5Pa),在其中将粉末成形体在 800°C 下热处理 10 分钟。由于加热在氢气气氛中进行,故在温度变得充分高后,可以启动解吸附,从而抑制反应斑点(reaction spot)。通过 EDX 装置检查热处理后制造的每个圆柱件的构成。结果在表 II 中示出。表 II 示出,每个圆柱件包含基本上由稀土-铁-硼合金构成的稀土-铁-硼基合金材料 5(图 1(V)),或基本上由多个铁与稀土-铁-硼合金的相、铁-硼合金与稀土-铁-硼合金的相或者稀土-铁合金与稀土-铁-硼合金的相构成的稀土-铁-硼基合金材料 5,因而通过热处理除去氢。

[0075] 将每种所得的稀土-铁-硼合金材料用 2.4MA/m(=30kOe)的脉冲磁场磁化,并且随后使用 BH 示踪器(由 Riken Denshi 株式会社制造的 DCBH 示踪器)检查制造的每种样品(稀土-铁-硼基合金磁体 6(图 1(VI)))的磁特性。结果在表 II 中示出。在这种情况下,作为磁特性,测定饱和磁通量密度 B<sub>s</sub>(T)、残余磁通量密度 B<sub>r</sub>(T)、固有矫顽力 iH<sub>c</sub>(kA/m)和退磁场的磁通量密度 B 与大小 H 的最大积 (BH)<sub>max</sub>(kJ/m<sup>3</sup>)。

[0076] [表 II]

样品 No.	在解吸附时出现的相	磁特性			
		Bs	Br	iHc	(BH) max
		T	T	kA/m	kJ/m <sup>3</sup>
1-1	Fe, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.66	0.23	0.3	<10
1-2	Fe, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.57	0.28	0.9	<10
1-3	Fe, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.51	0.82	443	113
1-4	Fe, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.46	0.77	518	134
1-5	Fe, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.42	0.73	581	138
1-6	Fe <sub>3</sub> B, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	≈	0.18	2.3	<10
1-7	Fe <sub>3</sub> B, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.42	0.24	4.2	<10
1-8	Fe <sub>3</sub> B, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.41	0.62	490	105
1-9	Fe <sub>3</sub> B, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.39	0.73	538	147
1-10	Fe <sub>3</sub> B, Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.39	0.71	607	148
1-11	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.37	0.69	630	141
1-12	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B, Nd-Fe	1.20	0.63	642	128
1-13	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B, Nd-Fe	0.92	0.46	661	63
1-14	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B, Nd-Fe	0.72	0.35	658	39

[0077] 表 II 示出,使用下述粉末(磁体用粉末)制造的稀土磁体具有优异的磁特性,其中所述粉末含有小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物和基本上由含有 Fe 和 Fe<sub>3</sub>B 的含铁材料构成的余物,相邻的所述稀土元素的氢化合物的相之间的距离为 3 μm 以下。尤其是,可以在不烧结的情况下,通过使用含铁材料的含量在 90 体积%以下的粉末或者相对密度在 85%以上的粉末成形体制造具有优异磁特性的稀土磁体。

[0079] [试验例 2]

[0080] 通过与试验例 1 中相同的方法制造稀土磁体,并且检查该磁体的磁特性。

[0081] 在这个试验中,制备了包含以 Nd : Fe : B = 11.8 : 82.4 : 5.9 的原子比含有 Nd、Fe 和 B 的 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 合金作为主要相(95 质量%以上)的铸锭,并且通过与试验例 1 中相同的方法形成平均粒径为 100 μm 的合金粉末。随后,将合金粉末在氢气氛中在表 III 中所示出的各温度下热处理 1 小时。对于热处理后制造的每种粉末(磁体用粉末),通过与试验例 1 中相同的方法测定 NdH<sub>2</sub> 和含铁材料(Fe、Fe-B)的含量(体积)及相邻 NdH<sub>2</sub> 相之间的距离。结果在表 III 中示出。此外,通过与试验例 1 中相同的方法检查构成粉末(其通过热处理所制造)的每种颗粒的形态。结果,在样品 No. 2-3 至 2-6 中,NdH<sub>2</sub> 相是颗粒状相,并且在样品 No. 2-2 中,NdH<sub>2</sub> 相、铁相和铁-硼合金相中的任一相是分层相。样品 No. 2-1 的合金粉末未经受热处理。

[0082] 另外,通过与试验例 1 中相同的方法在热处理后制造的每种粉末上形成绝缘性涂膜,并且随后通过与试验例 1 中相同的方法将该粉末压缩成形,以形成粉末成形体。结果,样品 No. 2-1 不能成形,并且样品 No. 2-2 不能充分地成形。这种情况的可能原因在于,该合金粉末不能充分地歧化,因而不能充分地产生含铁材料的相(Fe, Fe-B)。

[0083] 对于每种所得的粉末成形体,通过与试验例 1 中相同的方法测定真密度、实际密度和相对密度。结果在表 III 中示出。

[0084] [表 III]

样品 No.	热处理温度 (氢化)	估测的体积比 (%)			真密度	成形密度	相对密度	距离
	°C	NdH <sub>2</sub>	Fe Fe-B	有机硅树脂	g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>	%	μm
[0085] 2-1	无	-	-	-	-	不可成形	-	-
2-2	650	-	-	-	-	不可成形	-	-
2-3	750	32.2	67.0	0.75	7.14	6.08	85.1	0.9
2-4	850	32.2	67.0	0.75	7.14	6.32	88.5	1.7
2-5	950	32.2	67.0	0.75	7.14	6.42	89.9	2.3
2-6	1050	32.2	67.0	0.75	7.14	6.59	92.3	5.6

[0086] 表 III 示出,通过提高氢化的温度可以制造具有较高相对密度的粉末成形体。这种情况的可能原因在于,含铁材料 (Fe, Fe-B) 相可以通过升高温度而充分地产生,从而增强了成形性。

[0087] 将每种所得的粉末成形体在 H<sub>2</sub> 气氛中加热至 800°C,并且随后将气氛改变成真空 (VAC) (最终真空度 :5Pa),在其中将产物在 800°C 下热处理 10 分钟。作为随后通过与试验例 1 中相同的方法测量组成的结果,证实样品 No. 2-3 至 2-5 是各自基本上由 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 构成的稀土-铁-硼合金材料。

[0088] 另外,将每种所制造的稀土-铁-硼合金材料用 2.4MA/m (= 30kOe) 的脉冲磁场磁化,并且通过与试验例 1 中相同的方法检查磁特性。结果在表 IV 中示出。

[0089] [表 IV]

样品 No.	在解吸附时出现的相	磁特性			
		B <sub>s</sub>	B <sub>r</sub>	iH <sub>c</sub>	(BH) max
		T	T	kA/m	kJ/m <sup>3</sup>
[0090] 2-3	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.32	0.74	653	147
2-4	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.37	0.69	630	141
2-5	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1.39	0.62	512	118
2-6	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B、Fe <sub>3</sub> B、Fe	1.49	0.36	258	27

[0091] 表 IV 示出,在不烧结的情况下,通过使用下述粉末 (磁体用粉末) 并通过调节氢化温度至相对低的值,可以制造具有高矫顽力和更优异磁特性的稀土磁体,其中所述粉末含有小于 40 体积%的稀土元素的氢化合物和基本上由含有铁和铁-硼合金的含铁材料构成的余物,相邻的所述稀土元素的氢化合物的相之间的距离为 3 μm 以下。

[0092] [试验例 3]

[0093] 通过改变氢化的条件制造稀土磁体,并且检查所述磁体的磁特性。

[0094] 在这个试验中,使用与试验例 2 中样品 No. 2-4 相同的原料,通过与试验例 2 中相同的方法制备粉末成形体。表 V 中示出所制备粉末成形体的规格 (真密度、实际密度和相对密度)。通过与试验例 1 中相同的方法测定真密度等。

[0095] [表 V]

[0096] 样品编号	热处理温度(氢化)	估测的体积比 (%)			真密度	成形密度	相对密度	距离
	°C	NdH <sub>2</sub>	Fe Fe-B	有机硅树脂	g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>	%	μm
3-1-3-9	850	32.2	67.0	0.75	7.14	6.32	88.5	1.7

[0097] 将每种所得的粉末成形体在 H<sub>2</sub> 气氛中加热至 800°C, 并且随后将气氛改变成真空 (VAC) (最终真空度 :5Pa), 同时从外部施加 0T 至 8T 的磁场, 从而在施加有表 VI 中所示的磁场的同时, 将每个成形的产物在真空 (VAC) (最终真空度 :5Pa) 中在 800°C 下热处理 (解吸附) 10 分钟。使用超导线圈施加磁场。作为测定热处理后制造的每个样品的组成的结果, 证实如同样品 No. 2-4 一样, 样品 No. 3-1 至 3-9 的任一样品是基本上由 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 构成的稀土-铁-硼合金材料。

[0098] 将每种所得的稀土-铁-硼合金材料用 2.4MA/m (= 30kOe) 的脉冲磁场磁化, 并且随后通过与试验例 1 中相同的方法检查材料的磁特性。结果在表 VI 中示出。

[0099] 此外, 在每种稀土-铁-硼合金材料中, 将具有与解吸附期间磁场的施加方向平行的法向的表面切开作为观察表面并且在醇中浸没的同时抛光, 使得观察的表层不被氧化, 从而形成没有因切削所致加工变形的观察样品。根据 JIS K 0131(1996), 相对于 Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 晶体的 X 射线衍射图谱测量每个上述形成的观察样品的抛光表面 (观察表面), 并且确定每个观察样品的最大峰强度, 即参比强度 I<sub>max</sub>。此外, 测量每个观察样品的与 (006) 面 (晶面间距 :约 0.203nm) 对应的峰的强度, 并且确定每个观察样品的测量强度 I<sub>x</sub> 与每个观察样品的参比强度 I<sub>max</sub> 的比率 (相对强度), 即 (I<sub>x</sub>/I<sub>max</sub>) × 100, 其中 I<sub>x</sub> 是所测量的与 (006) 面对应的峰强度。结果在表 VI 中示出。

[0100] [表 VI]

[0101]

样品 No.	磁场 T	磁特性				X 射线强度 (006) 相对强度
		Bs	Br	iHc	(BH) max	
		T	T	kA/ra	kJ/m <sup>3</sup>	
3-1	0	1.37	0.69	630	141	19
3-2	1	1.37	0.70	620	143	19
3-3	2	1.36	0.68	640	140	23
3-4	3	1.37	0.74	650	147	29
3-5	4	1.37	0.86	640	178	71
3-6	5	1.37	0.89	660	182	72
3-7	6	1.38	0.88	650	180	74
3-8	7	1.38	0.92	670	186	76
3-9	8	1.38	0.95	670	193	79

[0102] 表 VI 示出, 在施加 4T 以上磁场的同时, 通过解吸附可以制造具有更优异磁特性 (此处具体是 Br 和 (BH)max) 的稀土磁体。另外, 发现施加的磁场越高, 越可以更明显地改善磁特性。还发现所述稀土磁体具有 70 以上的相对强度和恒定取向 (此处主要是 (006) 面取向), 并且施加的磁场越高, 相对强度越高。

[0103] 此外, 可以在不偏离本发明的精神的条件适当地改变上述的实施方案, 并且本



发明不限于上述的构造。例如,可以适当地改变稀土元素的类型、磁体用粉末的平均粒径、粉末成形体的相对密度和各种热处理条件(加热温度和保持时间)。

[0104] 工业实用性

[0105] 本发明的磁体用粉末和使用该粉末制造的粉末成形体及稀土-铁-硼基合金材料可以优选地用作永磁体的原料,所述永磁体用于各种电机,尤其在混合动力车辆(HEV)和硬盘驱动器(HDD)中配备的高速电机。制造本发明的磁体用粉末的方法和制造本发明的稀土-铁-硼基合金材料的方法可以优选地用于制造本发明的磁体用粉末和本发明的稀土-铁-硼基合金材料。

[0106] 参考符号说明

[0107] 1 磁性颗粒

[0108] 2 含铁材料的相

[0109] 3 稀土元素的氢化合物的相

[0110] 4 粉末成形体

[0111] 5 稀土-铁-硼基合金材料

[0112] 6 稀土-铁-硼基合金磁体

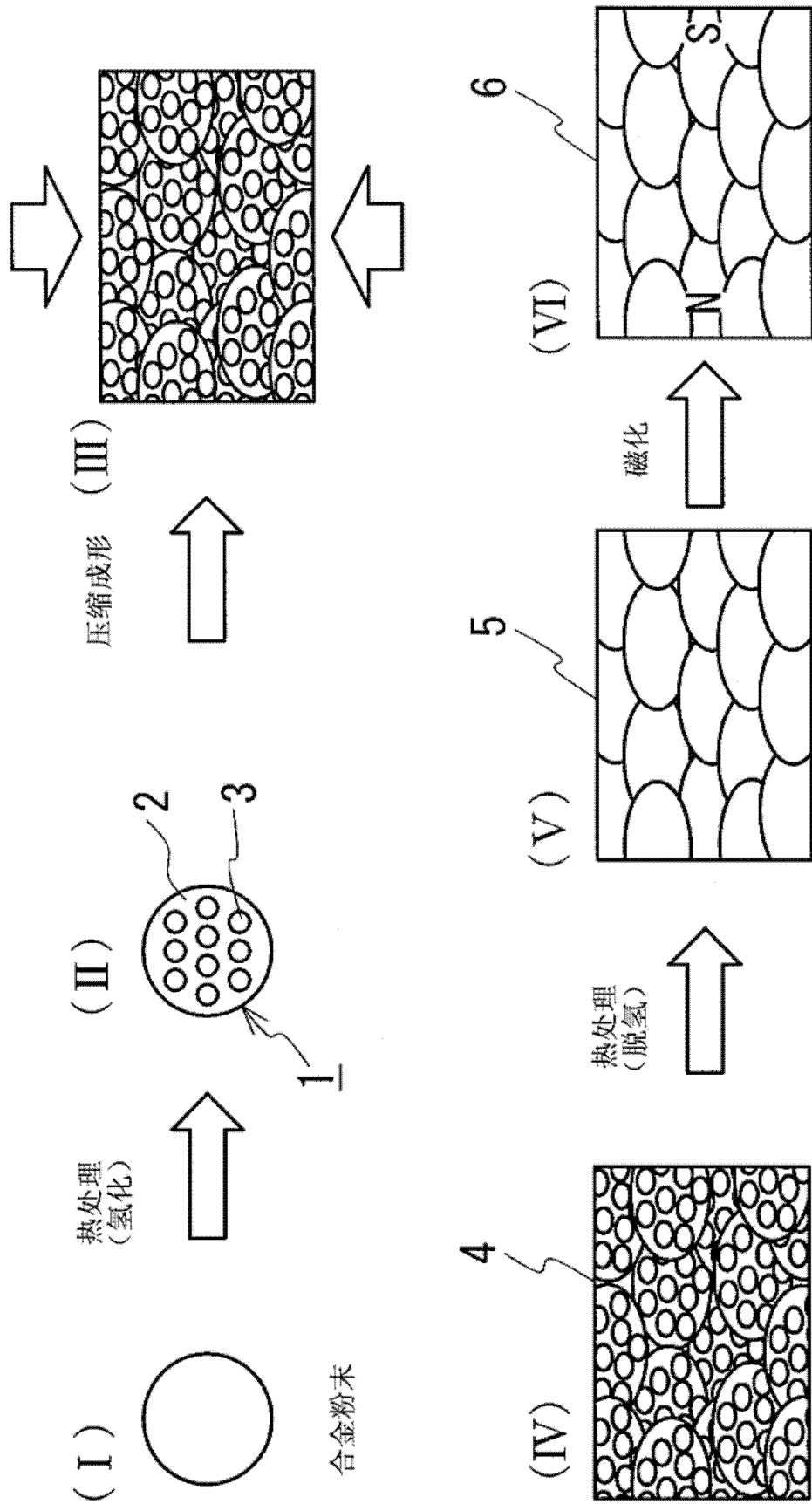


图 1