

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第7部門第2区分

【発行日】平成24年7月5日(2012.7.5)

【公開番号】特開2011-124394(P2011-124394A)

【公開日】平成23年6月23日(2011.6.23)

【年通号数】公開・登録公報2011-025

【出願番号】特願2009-281023(P2009-281023)

【国際特許分類】

H 0 1 F 41/02 (2006.01)

H 0 1 F 1/08 (2006.01)

H 0 1 F 1/057 (2006.01)

B 2 2 F 8/00 (2006.01)

C 2 2 B 1/00 (2006.01)

H 0 1 F 41/00 (2006.01)

【F I】

H 0 1 F 41/02 G

H 0 1 F 1/08 A

H 0 1 F 1/04 H

B 2 2 F 8/00

C 2 2 B 1/00 6 0 1

H 0 1 F 41/00 Z

【手続補正書】

【提出日】平成24年5月17日(2012.5.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

希土類合金から成る磁性粉に樹脂バインダを加えて所定形状に固めて成る希土類ボンド磁石から該磁性粉を回収する方法であって、

(a) 前記希土類ボンド磁石を粉砕する粉砕工程と、

(b) 粉砕物を密閉容器内で酸素濃度0.1%以下の非酸化性雰囲気中で前記樹脂バインダの熱分解開始温度以上に加熱して該樹脂バインダを熱分解させ、磁性粉から該樹脂バインダを除去する熱分解工程と、

(c) 該熱分解工程の後に前記容器の内部を冷却する冷却工程と、

(d) 該冷却工程の後に該容器内に酸素供給して該容器内の酸素濃度を前記熱分解工程の酸素濃度よりも高く且つ大気中酸素濃度よりも低い低酸素状態に保持し、前記磁性粉の表層を徐酸化処理する徐酸化工程と、

(e) 該徐酸化工程の後に前記容器を大気開放して内部の磁性粉を容器外に取り出す磁性粉の取出工程と、

を経て磁性粉を回収することを特徴とする希土類ボンド磁石の磁性粉回収方法。

【請求項2】

請求項1において、前記冷却工程で前記容器内部を室温まで冷却し、前記徐酸化工程で酸素供給により該容器内部を酸素濃度0.4~3.0%の低酸素状態とすることを特徴とする希土類ボンド磁石の磁性粉回収方法。

【請求項3】

請求項 1, 2 の何れかの方法で回収した磁性粉に樹脂バインダを加えて成る希土類ボン
ド磁石用の磁石材料。

【請求項 4】

請求項 1, 2 の何れかの方法で回収した磁性粉に樹脂バインダを加えて磁石材料を得る
希土類ボンド磁石用の磁石材料の製造方法。

【請求項 5】

請求項 4 の製造方法で得た磁石材料を固めて着磁することを特徴とする希土類ボンド磁
石の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】希土類ボンド磁石の磁性粉回収方法, 回収した磁性粉を用いた希土類ボン
ド磁石用の磁石材料, その磁石材料及び希土類ボンド磁石の製造方法

【技術分野】

【0001】

この発明は希土類ボンド磁石の磁性粉回収方法, 回収した磁性粉を用いた希土類ボン
ド磁石用の磁石材料, その磁石材料及び希土類ボンド磁石の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

強磁性の磁性粉に樹脂バインダを加え、所定形状に固めて成るボンド磁石は様々な形状
に容易に成形でき、製造性が良いことから各種分野に広く用いられている。

特に磁性粉として希土類合金を用いた希土類ボンド磁石、とりわけNd-Fe-B系合金, Sm-
Fe-N系合金で代表される希土類鉄系合金を磁性粉として用いた希土類ボンド磁石は、その
高い磁気特性により携帯電話用振動モータ、カメラレンズフォーカス用ステッピングモ
ータ、HDD用モータ、車載用モータ等の磁石として幅広く用いられている。

【0003】

この希土類ボンド磁石は、希土類合金の磁性粉にエポキシ樹脂, フェノール樹脂等の熱
硬化性樹脂をバインダとして加えたものを圧縮成形及び樹脂の熱硬化を行って所定形状に
固めて成る圧縮成形ボンド磁石と、磁性粉にポリアミド(PA)樹脂, ポリフェニレンサ
ルファイド(PPS)樹脂等の熱可塑性樹脂を加えて、これを射出成形して成る射出成形
ボンド磁石とがあるが、何れの場合にも製造過程で生じる成形不良や割れ, 欠けその他傷
、更には寸法不良などが原因で不良品となるものがあり、このような不良品は従来スクラ
ップとして廃棄されていた。

また希土類ボンド磁石を内蔵した機器が寿命等によって使用済みとなった場合にも、こ
れに含まれた希土類ボンド磁石はスクラップ扱いとなる。

【0004】

しかしながらこの希土類ボンド磁石の磁性粉に含まれているNd, Sm, Co, Dy等の希土
類元素は価格が高く、また産出国も限定されており、磁石の原価抑制及び資源の有効活用
の観点から、スクラップ扱いとなった希土類ボンド磁石から磁性粉を回収し、再利用する
ことができれば望ましい。

【0005】

ところが希土類ボンド磁石に用いられている樹脂バインダ、例えば希土類圧縮成形ボン
ド磁石で用いられるエポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂, 希土類射出成形ボンド磁石に用いら
れているポリアミド樹脂, PPS樹脂等の熱可塑性樹脂等は強度的にも、また熱的、化学
的にも安定であって、しかも磁性粉に強固に固着しているために、希土類ボンド磁石から
磁性粉を樹脂バインダと分離して取り出すといったことは容易なことではない。

【0006】

そうした中で、希土類ボンド磁石のスクラップから磁性粉を分離して取り出し、回収する試みもなされている。

例えば下記特許文献 1 には、熱硬化性樹脂を含有した希土類ボンド磁石を粉砕し、そしてその粉砕した粉に熱可塑性樹脂の樹脂バインダを加えて混合し、その混合材料（磁石材料）を射出成形して希土類射出成形ボンド磁石を製造する点が開示されている。

【0007】

この方法は簡易的であるものの、スクラップ中の樹脂バインダが除去されずにそのまま磁性粉とともに、新たに加えられた樹脂バインダと混合されるため、更には磁石表面に防錆等のために電着塗装等にて塗着されたエポキシ樹脂等の塗装材が同じく新たな樹脂バインダとともに混合されて磁石材料中に入り込んで来ることとなるため、必然的に新たに製造された希土類射出成形ボンド磁石の磁石特性が、回収材を用いないフレッシュな材料のみを用いて製造したボンド磁石に比べて大きく低下してしまう。

従ってスクラップから回収した磁性粉を新たな磁石用の材料として用いるに際しても、限られた範囲内で一部添加するのに留めざるを得ず、回収した磁性粉を再利用する際の使用量が限られてしまうといった問題がある。

【0008】

他の方法として、下記特許文献 2 には、磁石スクラップを 2 mm 以下の粒子に粉砕して、900 ~ 1200 の温度範囲で加熱し樹脂を分解して除去する工程と、樹脂分が除去された粒子を還元剤の金属Ca又は水素化Caと一緒に不活性ガス雰囲気中で加熱して還元した後、純水洗浄してCa分を除去し還元された磁石合金を回収する工程と、残留したCa分を完全に除去するためAr等の不活性ガス雰囲気中で溶解してから凝固しCaを除去する工程とを経て、新品の原料から作製したインゴットと同レベルの品質の磁石合金の再生インゴットを得る点が開示されている。

しかしながらこの特許文献 2 に開示の方法はプロセスが複雑で、大規模であり、コスト的にも高コストとなる問題がある。

【0009】

特許文献 1 に開示の方法を利用して、磁石スクラップを粉砕し、その粉砕した粉をそのまま新規の磁石材料の一部として用いる方法は、磁石スクラップ中の磁性粉を再利用する最も簡便で端的な方法であるが、この場合、スクラップから得た磁性粉の表面に、同じくスクラップから取り出した樹脂バインダが固着したままである点が問題となる。

【0010】

例えば希土類圧縮成形ボンド磁石のスクラップから得た磁性粉には熱硬化性樹脂、代表的には 3 次元架橋反応によりすでに硬化済みのエポキシ樹脂が固着したまま残っており、これを希土類射出成形ボンド磁石の新規材料に加えて射出成形を行ったとき、新規材料中のポリアミド樹脂等の熱可塑性樹脂に対して、硬化済みのエポキシ樹脂が親和性を有しないため、成形性や成形体の強度が悪化し、磁石特性も不十分なものになってしまう。

また希土類圧縮成形ボンド磁石用の新規の材料に加えて用いたとしても、既に硬化済みのエポキシ樹脂と新規材料の未硬化のエポキシ樹脂との親和性が得られず、同様に圧縮成形ボンド磁石の成形性や成形体の強度、磁石特性が不十分なものになってしまう。

【0011】

希土類射出成形ボンド磁石のスクラップから粉砕により得た磁性粉を、希土類圧縮成形ボンド磁石用の新規材料に加えた場合、又は希土類射出成形ボンド磁石用の新規材料に加えて用いた場合においても同様の問題を生ずる。

【0012】

更に、スクラップを単に粉砕しただけの磁性粉を新規の磁石用の材料として用いた場合、磁性粉の個々の粒子が互いに独立しておらずに複数の磁性粉の粒子が樹脂バインダで繋がったままの場合があり、これもまた磁石の成形性や強度、磁石特性に悪影響を及ぼしてしまう。

【0013】

即ち回収した磁性粉を用いて新規に希土類圧縮成形ボンド磁石や希土類射出成形ボンド

磁石を製造するためには、またその際に磁性粉に固着したままの樹脂バインダが悪影響を及ぼすのを防ぐためには、スクラップより得た磁性粉から樹脂バインダを完全に除去しておくことが必要である。

【0014】

この場合、磁石スクラップから粉砕により回収した磁性粉に残った樹脂バインダを酸化燃焼させて磁性粉から除去することもできるが、そのようにすると磁性粉を構成する合金元素が粉末粒子内部に到るまで強く酸化されてしまう。

例えばNd-Fe-B系希土類ボンド磁石の場合、Feが Fe_2O_3 に、Ndが Nd_2O_3 に酸化されてしまう。

またSm-Fe-N系希土類ボンド磁石の場合、Smが Sm_2O_3 に酸化されてしまう。そのようになると最早磁性粉とは言えなくなってしまう。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0015】

【特許文献1】特開平6-260314号公報

【特許文献2】特開2002-217052号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

本発明は以上のような事情を背景とし、安価な方法で磁石スクラップから磁性粉を、本来の磁性を維持したまま良好に取り出すことのできる希土類ボンド磁石の磁性粉回収方法及び回収した磁性粉を用いた希土類ボンド磁石用の磁石材料とその製造方法、更に希土類ボンド磁石の製造方法を提供することを目的としてなされたものである。

【課題を解決するための手段】

【0017】

而して請求項1のものは、希土類合金から成る磁性粉に樹脂バインダを加えて所定形状に固めて成る希土類ボンド磁石から該磁性粉を回収する方法であって、(a)前記希土類ボンド磁石を粉砕する粉砕工程と、(b)粉砕物を密閉容器内で酸素濃度0.1%以下の非酸化性雰囲気中で前記樹脂バインダの熱分解開始温度以上に加熱して該樹脂バインダを熱分解させ、磁性粉から該樹脂バインダを除去する熱分解工程と、(c)該熱分解工程の後に前記容器の内部を冷却する冷却工程と、(d)該冷却工程の後に該容器内に酸素供給して該容器内の酸素濃度を前記熱分解工程の酸素濃度よりも高く且つ大気中酸素濃度よりも低い酸素状態に保持し、前記磁性粉の表層を徐酸化処理する徐酸化工程と、(e)該徐酸化工程の後に前記容器を大気開放して内部の磁性粉を容器外に取り出す磁性粉の取出工程と、を経て磁性粉を回収することを特徴とする。

【0018】

請求項2のものは、請求項1において、前記冷却工程で前記容器内部を室温まで冷却し、前記徐酸化工程で酸素供給により該容器内部を酸素濃度0.4~3.0%の低酸素状態とすることを特徴とする。

【0019】

請求項3は磁石材料に関するもので、請求項1, 2の何れかの方法で回収した磁性粉に樹脂バインダを加えて希土類ボンド磁石用の磁石材料を構成することを特徴とする。

【0020】

請求項4は希土類ボンド磁石用の磁石材料の製造方法に関するもので、請求項1, 2の何れかの方法で回収した磁性粉に樹脂バインダを加えて磁石材料を得ることを特徴とする。

【0021】

請求項5は希土類ボンド磁石の製造方法に関するもので、請求項4の製造方法で得た磁石材料を固めて着磁することを特徴とする。

【発明の作用・効果】

【0022】

以上のような本発明の回収方法のプロセスに従って磁石スクラップから回収した磁性粉は、これを新たなボンド磁石の磁性粉として、例えば希土類圧縮成形ボンド磁石の磁性粉として、或いは希土類射出成形ボンド磁石の磁性粉として再利用することができる。

【0023】

詳しくは、回収した磁性粉にエポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂の樹脂バインダを加えて磁石材料とし、これを所定形状に固めてその後着磁することで、希土類圧縮成形ボンド磁石を製造することができる。

或いは回収した磁性粉にポリアミド樹脂やPPS樹脂等の熱可塑性樹脂を加えて磁石材料とし、これを射出成形し所定形状に固めた上で着磁を施すことで、希土類射出成形ボンド磁石を製造することができる。

【0024】

この場合、上記のプロセスに従って磁石スクラップから回収した磁性粉からは樹脂バインダが良好に除去されており、従って回収した磁性粉を用いて希土類圧縮成形ボンド磁石や希土類射出成形ボンド磁石を製造したとき、成形性が良好で成形体の強度も強く、良好な磁石特性が得られる。

【0025】

加えて上記方法に従って回収した磁性粉を用いボンド磁石を製造した場合、極めて優れた高温不可逆減磁特性を発揮するとの知見が得られた。

ここで高温不可逆減磁特性とは、磁化された永久磁石を大気中で高温環境下に長時間さらしたときに磁気特性が低下する性質、詳しくは磁気特性の低下が抑制される特性を意味する。

【0026】

永久磁石は、高温下で大気中にさらしておくことと磁性粉が酸化されることによって、磁気特性が次第に低下するのを避けられない。特に希土類磁石の磁性粉は酸化され易く、このような磁気特性の低下が問題となる。

【0027】

ボンド磁石をモータ用の磁石として用いた場合、モータは運転により120 程度の温度に昇温して、そのような高温条件の下でモータ運転が継続されることが多く、その場合、磁石の磁気特性が高温によって低下すると、これに連動してモータのトルクが経時的に低下してしまう。即ちモータ特性が低下してしまう。

【0028】

この場合、高温下且つ大気中でボンド磁石の磁気特性の低下の度合いが小さく抑制されれば、モータ特性の低下を良好に抑制することができる。この意味においてボンド磁石における高温不可逆減磁特性は重要な特性である。

【0029】

磁石スクラップから回収した磁性粉を用いたボンド磁石は、特有の優れた高温不可逆減磁特性を示すことが確認された。

磁石スクラップから上記のプロセスで回収された希土類合金の磁性粉は、粉末粒子の表面に薄い酸化層が形成されていることが確認されており、この粒子表面の酸化層が不働態膜となって、粒子内部への酸素の浸入即ち粒子内部の合金元素の酸化を防ぎ、磁性粉の酸化による磁気特性の低下を抑制する働きをなすことで、優れた高温不可逆減磁特性を発揮するに到ったものと考えられる。

【0030】

この薄い酸化層は、密閉容器内でのバインダ樹脂の熱分解の工程で、容器内に微量に存在する酸素が磁性粉の粒子表面と反応して形成されたものとも考えられるし、また冷却工程の後における微量酸素の供給による徐酸化の工程で形成されたものとも考えられるが、現段階ではその何れであるかは確認できていない。

何れにしてもこの薄い酸化層の形成が優れた高温不可逆減磁特性に対して寄与しているものと考えられる。

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図1】実施例におけるクレゾールノボラック型エポキシ樹脂のTG-DTA測定結果を示した図である。

【図2】実施例における高温不可逆減磁率曲線を表した図である。

【図3】圧環強度の測定方法の説明図である。

【図4】実施例における回収磁性粉の電子顕微鏡写真である。

【図5】ボンド磁石の製造プロセスの説明図である。

【図6】樹脂バインダのTG-DTA測定により得られる結果を模式的に表した説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0032】

本発明の実施形態において、希土類圧縮成形ボンド磁石のスクラップ、希土類射出成形ボンド磁石のスクラップの何れもが磁性粉回収の対象となる。

ここで希土類圧縮成形ボンド磁石は、通常、以下のプロセスによって製造される。

即ち、図5に示しているように希土類合金から成る磁性粉に、例えばシランカップリング剤等によるカップリング処理を行った後、これをエポキシ樹脂、フェノール樹脂等の熱硬化性樹脂バインダと混合し、その後その混合材料（磁石材料）をプレス機により粉末プレス成形する。

【0033】

次いで加熱により樹脂バインダを硬化反応させ、磁性粉を樹脂バインダとともに所定形状に固化させる。

その後防錆等のために電着塗装等の表面塗装を行い、しかる後着磁を行うことにより希土類圧縮成形ボンド磁石とする。

【0034】

この希土類圧縮成形ボンド磁石の場合、例えば熱硬化性樹脂としてエポキシ樹脂を用いたNd-Fe-B系ボンド磁石の場合、磁性粉の比率が質量%で97%、エポキシ樹脂の比率が2.5%程度で残りが電着塗装等による塗装材等となる。

【0035】

他方希土類射出成形ボンド磁石の場合には、通常、図5に示すように磁性粉に対してカップリング処理した後に、ポリアミド樹脂やPPS樹脂等の熱可塑性樹脂バインダを加えて混合し、そしてその混合材料（磁石材料）を2軸混練機を用いて混練した後、射出成形機から成形金型に射出して射出成形を行う。そしてその後着磁を行って希土類射出成形ボンド磁石とする。

【0036】

この希土類射出成形ボンド磁石の場合、例えばNd-Fe-B系ボンド磁石の場合、Nd-Fe-B磁性粉の量が質量%で93%程度、熱可塑性樹脂の比率が6%程度である。

【0037】

これらの場合において、磁性粉としては従来公知の希土類合金が対象となり得るが、とりわけ本発明は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ を基本組成とするNd-Fe-B系希土類合金、 SmFe_7N 或いは $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ を基本組成とするSm-Fe-N系希土類合金を磁性粉として用いたボンド磁石に適用して好適である。

【0038】

また使用されている樹脂バインダは、通例希土類圧縮成形ボンド磁石の場合エポキシ樹脂、フェノール樹脂等の熱硬化性樹脂で、希土類射出成形ボンド磁石の場合ポリアミド12、ポリアミド6、PPS、PES、軟質PVC等の熱可塑性樹脂で、これら何れの樹脂をバインダとして用いたものも適用対象となり得る。

【0039】

この実施形態では、先ずスクラップ扱いとなった希土類ボンド磁石を振動ボールミルやピンミル等の粉砕機で粉砕する。

その粉碎粒径は平均粒径で30～1000 μm とすることが好ましい。

30 μm 未満では、後の熱分解によって樹脂の分離は可能であるとしても、磁性粉の粉末粒子が小さ過ぎて、回収した磁性粉を用いて磁石製造しても十分な磁石性能を得ることが難しい。

逆に1000 μm 超では、磁性粉の粉末粒子が幾つか固まったまま残ってしまい、回収した磁性粉を用いて磁石製造しても、同じく磁石の強度が不十分となったり、十分な磁石特性を得ることが難しい。

【0040】

本実施形態では、上記粉碎工程で得た粉碎物を密閉容器の中に入れて酸素濃度0.1%以下の非酸化性雰囲気中で粉碎物を樹脂バインダの熱分解開始温度以上に加熱して樹脂バインダを熱分解させ、磁性粉から樹脂バインダを除去する。

ここで樹脂バインダの熱分解温度はTG（熱重量測定）-DTA（示差熱分析）による測定によって知ることができる。

【0041】

図6はこれを模式的に表したもので、図中AはTG（熱重量測定）における重量変化曲線を、またBは示差熱分析における吸・発熱曲線を表している。

この曲線Bにおけるピークの立上り開始温度が分解開始温度となる。

ここでは、この分解開始温度以上の温度に粉碎物を容器内で加熱して、非酸化性雰囲気の下で樹脂バインダを加熱分解させる。

【0042】

この非酸化性雰囲気中での熱分解は、容器内部の雰囲気中の酸素濃度を0.1%以下とする必要がある。

これは、酸素濃度が高いと樹脂バインダが酸素の存在の下で燃焼反応を起してしまう問題の外に、磁性粉が粉末粒子の内部に到るまで合金元素であるNd, Fe, Sm等が酸化されてしまうことによる。具体的にはFeが Fe_2O_3 に、Ndが Nd_2O_3 に、Smが Sm_2O_3 等に酸化され、粉末粒子全体が酸化物となって磁性を失ってしまうことによる。

尚この熱分解の処理は、粉碎物を上記の樹脂バインダの熱分解開始温度以上の温度に加熱した後、その加熱温度に所定時間保持することにより行うようになることができる。

【0043】

尚容器内部を非酸化性雰囲気とする手段として、先ず容器内部を真空吸引して容器内部の酸素を含む空気を除去し、その後Arガスや N_2 ガス等の不活性ガスを容器内部に供給して容器内を不活性ガス雰囲気とするか又は真空状態としても良い。

容器内部を不活性ガス雰囲気とする場合には、容器内部を真空吸引した後に不活性ガスを容器内部に充填し、更にその後も不活性ガスを容器に向けて流し続けるようになることができる。

【0044】

具体的には、例えば容器内に不活性ガスを充填した後、不活性ガスを流しながら容器内の粉碎物に対する加熱を開始し、そして樹脂バインダの分解開始温度以上となった辺りから不活性ガスの流量を多くして、容器内部で発生した分解ガスを排出路を通じて容器外へと排出するようになることができる。

このとき分解ガスは不活性ガスの流れに乗って、容器内から排出路を通じて外部へと良好に排出される。

【0045】

尚、非酸化性雰囲気の下でも粉碎物に対する加熱温度が高くなり過ぎると、磁性粉の結晶構造が変化して磁性粉が劣化し、磁性を失う問題を生じることから、加熱温度は600を上限温度として、これ以下の温度で行うことが望ましい。

【0046】

本実施形態では、以上の熱分解工程の後において容器内部を冷却する冷却工程を実施する。

そしてその冷却工程の後において容器内に少量の酸素を供給し、容器内部を低酸素状態

に保持する徐酸化工程を行う。

【0047】

この徐酸化工程は次のような意味を有している。

冷却工程で容器内部の温度を例えば室温まで下げたとしても、そこでいきなり容器を大きく開いて大気開放すると、一挙に大気中の空気が容器内部に入り込み、そこで熱分解処理後の活性を帯びた磁性粉表面が急激に酸化反応してしまう恐れがある。

【0048】

そこでこの実施形態では、容器を大気開放する前に先ず少量の酸素を容器内に供給して容器内部を低酸素状態に保ち、熱分解処理後の磁性粉の表層を緩やかに徐酸化処理し、熱分解処理によって活性化した金属磁性粉を安定化させる。

このときの容器内酸素濃度は、熱分解処理のときの酸素濃度よりも高い酸素濃度、例えば0.5～3%の低酸素状態とすることが望ましい。

【0049】

以上のような徐酸化工程を行った後において、そこで初めて容器を大きく開いて容器内を大気開放し、内部の処理後の磁性粉を容器外に取り出す。

【実施例】

【0050】

次に本発明の実施例を以下に説明する。

超急冷Nd-Fe-B系磁性粉（組成は質量%で27%Nd-67%Fe-1%B-5%Co）を平均粒径100 μ mに粉碎し、シラン系カップリング剤にて表面処理した後に、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂（DIC（社）製 N-655-EPS-S）を磁性粉比率が97質量%となるような比率で混合した。

これを圧縮成形機にて外径21mm、内径19mm、高さ7mmの成形体を成形し、続いて175 $^{\circ}$ C、5hrの条件で樹脂バインダを架橋反応させ、硬化させた。

尚、このクレゾールノボラック型エポキシ樹脂のTG（熱重量測定）-DTA（示差熱分析）を行ったところ図1に示す通りであった。図中P点が熱分解の開始点を表している。

【0051】

次に、上記のようにして得た磁石成形体（磁石スクラップに相当）1kgをピンミルにて粉碎して平均粒径250 μ mの粉碎物を得た。

この粉碎物を光洋サーモシステム（株）社製イナートオープン（密閉容器）に入れ、そして容器内部を真空吸引した後、容器内にArガスを充填し、容器内を酸素濃度350ppmのArガス雰囲気とした。

【0052】

更にArガス5リットル/分を流しながら容器内を400 $^{\circ}$ Cまで加熱して、その400 $^{\circ}$ Cの温度にそれぞれ30min、60min、180min保持し、樹脂バインダを不活性ガス雰囲気中で分解処理した。

その後容器内を室温まで冷却し、そして冷却後0.05リットル/分の流量で容器内に酸素を通気し、容器内の酸素濃度を0.50%に30min保持した。

【0053】

その後、容器を大気開放して内部の磁性粉を容器外に取り出し回収した。

そしてその回収粉を用いて上記と同一の方法で希土類圧縮成形ポンド磁石を製造し、120 $^{\circ}$ C（大気中）における高温不可逆減磁特性を測定した。結果が図2及び表1に示してある。

尚表1中のFLUX値は、着磁した磁石が発生している有効な総磁束量（オープンフラックス）で、フラックスメータとサーチコイルを用いて測定することができる。

【0054】

また高温不可逆減磁特性の測定とは別に、図3に示す方法にて圧環強度の測定試験を行った。ここで圧環強度の測定試験は円筒形状の成形体をベース板1で受けた状態で、反対側から加圧板2を介し成形体の中心に向け圧縮力を加えてこれを圧壊し、そのときの圧壊

に必要な力を測定することにより行った。

結果が表 1 に併せて示してある。

【 0 0 5 5 】

【 表 1 】

表 1

		試験温度・時間	FLUX値 (kMx)	圧縮成形体 減磁率 (%)	圧環強度 (MPa)
			1000hr後		
実施例	a	400°C×30min	157	5.42	54
	b	400°C×60min	157	4.96	56
	c	400°C×180min	154	5.32	59
比較例	d	非処理粉	135	12.93	18
	e	フレッシュ粉	155	14.20	53

【 0 0 5 6 】

更に表 1 中、400 x 30 min の条件で樹脂バインダを熱分解処理したものについて、磁性粉の粒子の断面の顕微鏡観察を行ったところ、図 4 (イ) に示しているように粒子表面に薄い酸化層の存在することが認められた。尚この顕微鏡観察は、磁性粉の粉末粒子をエポキシ樹脂で固めてこれを切断し、且つ切断面を精密研磨して表面仕上げしたものについて顕微鏡観察している。

図 4 (ロ) は、その酸化層における酸素原子の E P M A によるマッピングを行った結果を示している。

【 0 0 5 7 】

尚図 4 (ロ) については、色付きのものを参考写真として添付してある。そこにおいて色の明るい部分、つまり赤っぽい部分が酸素濃度が高いことを示し、また色が冷色になるに従って、即ち青色の部分ほど酸素濃度が低いことを表している。

【 0 0 5 8 】

以上の外に比較例として、上記の磁石成形体 (磁石スクラップに相当) から得た上記の粉砕物を熱分解処理することなくそのまま用い、またその磁石成形体から得たものではなく、新規のフレッシュな磁性粉を用いて、それぞれ上記と同様の製造方法で希土類圧縮成形ポンド磁石を製造し、そしてそれぞれについて上記と同様にして 120 における高温不可逆減磁特性の測定試験を行ったものについて、その結果を表 1 に併せて示してある。

表 1 中 d が、磁石成形体の粉砕物をそのまま非処理で用いた比較例を、また e が磁石成形体から得たものではなく、新規なフレッシュな磁性粉を用いた比較例をそれぞれ示している。

【 0 0 5 9 】

図 2 及び表 1 の結果から分るように、磁石スクラップを粉砕して得た粉砕物に対し、本発明に従って樹脂バインダを熱分解により除去した各実施例 a ~ c のものは、時間の経過に伴う減磁率の低下の程度が低く、特有の優れた高い高温不可逆減磁特性を有している。

ここでは 1000 時間経過までの減磁率を見ているが、磁石をモータに組み込んだとき的高温不可逆減磁特性としてより正確な評価が可能 5000 時間経過後においては、本実施例 a ~ c のものと比較例 d , e のものとの差はより一層広がることが明らかである。

【 0 0 6 0 】

以上本発明の実施形態、実施例について詳述したが、本発明はその趣旨を逸脱しない範囲において種々変更を加えた態様で実施可能である。