



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 107533908 B

(45) 授权公告日 2021.03.12

(21) 申请号 201680023908.1
 (22) 申请日 2016.04.18
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 107533908 A
 (43) 申请公布日 2018.01.02
 (30) 优先权数据
 2015-091993 2015.04.28 JP
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2017.10.25
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/JP2016/062194 2016.04.18
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02016/175061 JA 2016.11.03
 (73) 专利权人 信越化学工业株式会社
 地址 日本东京
 (72) 发明人 栗林幸弘 神谷尚吾 前川治和
 田中慎太郎

(74) 专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所
有限公司 11038

代理人 何杨

(51) Int.Cl.
 H01F 1/057 (2006.01)
 H01F 1/08 (2006.01)
 H01F 41/02 (2006.01)
 B22F 3/24 (2006.01)
 C22C 38/00 (2006.01)
 B05D 3/02 (2006.01)
 B05B 13/02 (2006.01)
 B05D 1/02 (2006.01)

(56) 对比文件
 US 3523040 A, 1970.08.04
 CN 103205142 A, 2013.07.17
 CN 102483980 A, 2012.05.30
 CN 101145424 A, 2008.03.19

审查员 胡晓英

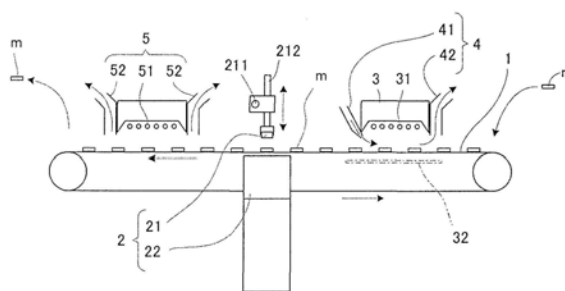
权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

稀土类磁铁的制造方法和稀土类化合物的涂布装置

(57) 摘要

将稀土类化合物的粉末分散于溶剂而成的浆料s涂布于烧结磁铁体m,通过使其干燥而将浆料的溶剂除去,从而使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面,对其进行热处理而使烧结磁铁体吸收稀土类元素时,在上述浆料s的涂布前将上述烧结磁铁体m加温或者加热。由此能够有效率地将稀土类化合物的粉末均匀地涂布于烧结磁铁体表面。



1. 稀土类磁铁的制造方法,是通过将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物中的1种或2种以上的粉末分散于溶剂中而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成的烧结磁铁体,使其干燥而将浆料的溶剂除去,从而使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面,对其进行热处理而使烧结磁铁体吸收上述 R^2 的稀土类磁铁的制造方法,上述 R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,上述 R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,其特征在于,在上述浆料的涂布前,对上述烧结磁铁体照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的近红外线而将该烧结磁铁体加温或者加热,上述烧结磁铁体的加温或者加热的温度为低于或等于从上述浆料的溶剂的沸点减去 20°C 所得的温度。

2. 根据权利要求1所述的稀土类磁铁的制造方法,其中,上述浆料的溶剂为水,将上述烧结磁铁体加温或者加热到 $40\sim 80^\circ\text{C}$ 后涂布浆料。

3. 根据权利要求1或2所述的稀土类磁铁的制造方法,其中,浆料的涂布为辊式涂布。

4. 根据权利要求1或2所述的稀土类磁铁的制造方法,其中,反复进行多次加温或者加热上述烧结磁铁体、涂布上述浆料、使其干燥的涂布工序,进行反复涂布。

5. 根据权利要求1或2所述的稀土类磁铁的制造方法,其中,对于涂着了上述粉末的烧结磁铁体,在该烧结磁铁体的烧结温度以下的温度下、在真空或非活性气体中实施热处理。

6. 根据权利要求1或2所述的稀土类磁铁的制造方法,其中,在上述热处理后进一步在低温下实施时效处理。

7. 稀土类化合物的涂布装置,是在将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物中的1种或2种以上的粉末分散于溶剂中而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成的方形板状或方形块状的烧结磁铁体、使其干燥、使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面、对其进行热处理使烧结磁铁体吸收上述 R^2 而制造稀土类永久磁铁时将上述粉末涂布于上述烧结磁铁体的稀土类化合物的涂布装置,上述 R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,上述 R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,其特征在于,具备:

搬运输送机,其放置上述烧结磁铁体并进行搬运,

浆料涂布单元,其将上述浆料涂布于该搬运输送机上的烧结磁铁体,

预先加热单元,其设置在采用该涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向上游侧,具备对上述搬运输送机上的烧结磁铁体照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的近红外线而将该烧结磁铁体加温或者加热至规定温度的红外线加热器,和

干燥单元,其设置在采用上述涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向下游侧,将上述搬运输送机上的烧结磁铁体加温而使其干燥;

从上述搬运输送机的上游侧将上述烧结磁铁体供给并搬运,采用上述预先加热单元将该烧结磁铁体加温或者加热至规定温度,采用上述浆料涂布单元将上述浆料涂布于该加温或者加热至规定温度的烧结磁铁体,通过采用上述干燥单元将该涂布了浆料的烧结磁铁体加热,使其干燥而将浆料的溶剂除去,从而使上述粉末涂着于烧结磁铁体表面,将该烧结磁铁体从上述搬运输送机的下游侧回收。

8. 根据权利要求7所述的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述干燥单元具备:向烧结磁铁体照射红外线而进行加热的红外线加热器、和从烧结磁铁体周围将通过红外线照射而气化的溶剂除去的排气单元。

9. 根据权利要求7所述的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述干燥单元具备照射波长

0.8~5 μm 的近红外线的红外线加热器。

10. 根据权利要求7所述的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述浆料涂布单元采用涂布辊将上述浆料涂布于上述烧结磁铁体表面。

11. 根据权利要求7所述的稀土类化合物的涂布装置,其具备清洁单元,该清洁单元设置于采用上述浆料涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向上游侧,从气刀喷射片状薄层气流而将上述烧结磁铁体表面清洁。

稀土类磁铁的制造方法和稀土类化合物的涂布装置

技术领域

[0001] 本发明涉及在将含有稀土类化合物的粉末涂布于烧结磁铁体,进行热处理使烧结磁铁体吸收稀土类元素,制造稀土类永久磁铁时,能够将上述稀土类化合物的粉末均匀且有效率地涂布,有效率地得到磁特性优异的稀土类磁铁的稀土类磁铁的制造方法和该稀土类磁铁的制造方法中优选使用的稀土类化合物的涂布装置。

背景技术

[0002] Nd-Fe-B系等的稀土类永久磁铁由于其优异的磁特性,因此用途在不断地扩展。以往,作为使该稀土类磁铁的矫顽力进一步提高的方法,已知如下方法:在烧结磁铁体的表面涂布稀土类化合物的粉末,进行热处理,使稀土类元素在烧结磁铁体中吸收扩散,得到稀土类永久磁铁(专利文献1:日本特开2007-53351号公报、专利文献2:国际公开第2006/043348号),采用该方法,可以在抑制残留磁通量密度的减少的同时增大矫顽力。

[0003] 但是,该方法留有进一步改善的余地。即,以往在上述稀土类化合物的涂布中一般采用如下方法:将烧结磁铁体浸渍于使包含该稀土类化合物的粉末分散于水、有机溶剂而成的浆料,或者对烧结磁铁体喷射该浆料而涂布,使其干燥。但是,对于这些方法而言,难以对烧结磁铁体进行均匀的涂布,涂膜的膜厚容易产生波动。进而,由于膜的致密性也不高,因此,为了将矫顽力增大提高直至饱和,需要过剩的涂着量。

[0004] 因此,希望开发能够将稀土类化合物的粉末均匀且有效率地涂布的涂布方法。

[0005] 现有技术文献

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:日本特开2007-53351号公报

[0008] 专利文献2:国际公开第2006/043348号

发明内容

[0009] 发明要解决的课题

[0010] 本发明鉴于上述实际情况而完成,目的在于提供稀土类磁铁的制造方法和在该稀土类磁铁的制造方法中优选使用的稀土类化合物的涂布装置,就稀土类磁铁的制造方法而言,在将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物(R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)中的1种或2种以上的粉末分散于溶剂而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成(或者由 R^1 -Fe-B系组成构成)(R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)的烧结磁铁体、使其干燥、使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面、对其进行热处理使烧结磁铁体吸收上述 R^2 而制造稀土类永久磁铁时,能够均匀且有效率地涂布粉末,并且能够控制涂着量而密合性良好地形成致密的粉末的涂膜,能够有效率地得到磁特性更为优异的稀土类磁铁。

[0011] 用于解决课题的手段

[0012] 本发明为了实现上述目的,提供下述[1]~[9]的稀土类磁铁的制造方法。

[0013] [1] 稀土类磁铁的制造方法, 是通过将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物(R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)中的1种或2种以上的粉末分散于溶剂中而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成(或者由 R^1 -Fe-B系组成构成)(R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)的烧结磁铁体, 使其干燥而将浆料的溶剂除去, 从而使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面, 对其进行热处理而使烧结磁铁体吸收上述 R^2 的稀土类磁铁的制造方法, 其特征在于, 在上述浆料的涂布前将上述烧结磁铁体加温或者加热。

[0014] [2] [1]的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 上述烧结磁铁体的加温或者加热的温度为低于或等于从上述浆料的溶剂的沸点减去 20°C 所得的温度。

[0015] [3] [2]的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 上述浆料的溶剂为水, 将上述烧结磁铁体加温或者加热到 $40\sim 80^{\circ}\text{C}$ 后涂布浆料。

[0016] [4] [1]~[3]的任一项的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 通过对上述烧结磁铁体照射红外线, 从而进行上述加温或者加热。

[0017] [5] [4]的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 上述红外线为波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的近红外线。

[0018] [6] [1]~[5]的任一项的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 浆料的涂布为辊式涂布。

[0019] [7] [1]~[6]的任一项的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 反复进行多次加温或者加热上述烧结磁铁体、涂布上述浆料、使其干燥的涂布工序, 进行反复涂布。

[0020] [8] [1]~[7]的任一项的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 对于涂着了上述粉末的烧结磁铁体, 在该烧结磁铁体的烧结温度以下的温度下、在真空或非活性气体中实施热处理。

[0021] [9] [1]~[8]的任一项的稀土类磁铁的制造方法, 其中, 在上述热处理后进一步在低温下实施时效处理。

[0022] 另外, 本发明为了实现上述目的, 提供下述[10]~[15]的稀土类化合物的涂布装置。

[0023] [10] 稀土类化合物的涂布装置, 是在将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物(R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)中的1种或2种以上的粉末分散于溶剂中而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成(或者由 R^1 -Fe-B系组成构成)(R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)的方形板状或方形块状的烧结磁铁体、使其干燥、使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面、对其进行热处理使烧结磁铁体吸收上述 R^2 而制造稀土类永久磁铁时将上述粉末涂布于上述烧结磁铁体的稀土类化合物的涂布装置, 其特征在于, 具备:

[0024] 搬运输送机, 其放置上述烧结磁铁体并进行搬运,

[0025] 浆料涂布单元, 其将上述浆料涂布于该搬运输送机上的烧结磁铁体,

[0026] 预先加热单元, 其设置在采用该涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向上游侧, 将上述搬运输送机上的烧结磁铁体加温或者加热至规定温度, 和

[0027] 干燥单元, 其设置在采用上述涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向下游侧, 将上述搬运输送机上的烧结磁铁体加温而使其干燥;

[0028] 从上述搬运输送机的上游侧将上述烧结磁铁体供给并搬运, 采用上述预先加热单元将该烧结磁铁体加温或者加热至规定温度, 采用上述浆料涂布单元将上述浆料涂布于该加温或者加热至规定温度的烧结磁铁体, 通过采用上述干燥单元将该涂布了浆料的烧结磁

铁体加热,使其干燥而将浆料的溶剂除去,从而使上述粉末涂着于烧结磁铁体表面,将该烧结磁铁体从上述搬运输送机的下游侧回收。

[0029] [11][10]的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述预先加热单元采用红外线加热器进行红外线照射来进行加温或者加热。

[0030] [12][10]或[11]的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述干燥单元具备:向烧结磁铁体照射红外线而进行加热的红外线加热器、和从烧结磁铁体周围将通过红外线照射而气化的溶剂除去的排气单元。

[0031] [13][11]或[12]的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述预先加热单元和上述干燥单元的任一者或两者的红外线加热器照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的近红外线。

[0032] [14][10]~[13]的任一项的稀土类化合物的涂布装置,其中,上述浆料涂布单元采用涂布辊将上述浆料涂布于上述烧结磁铁体表面。

[0033] [15][10]~[14]的任一项的稀土类化合物的涂布装置,其具备清洁单元,该清洁单元设置于采用上述浆料涂布单元的浆料涂布位置的搬运方向上游侧,从气刀喷射片状薄层气流而将上述烧结磁铁体表面清洁。

[0034] 上述本发明的制造方法和涂布装置如上述那样,在通过将稀土类化合物的粉末分散而成的浆料涂布于烧结磁铁体,使其干燥而将浆料的溶剂除去,从而使上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面时,在浆料涂布前将烧结磁铁体加温或者加热至规定温度,将浆料涂布于该经加温或者加热的烧结磁铁体,使其干燥而形成稀土类化合物的粉末的涂膜。通过这样在浆料涂布之前使烧结磁铁体变暖,从而在浆料涂布后的加热干燥时能够用极短时间完成干燥,有时能够几乎瞬时地使浆料的溶剂蒸发而使其干燥,因此能够不产生浆料的流挂等地高效率地确实地形成均匀的涂膜。

[0035] 另外,例如如上述权利要求6、权利要求14那样,通过对上述浆料进行辊式涂布,根据磁铁的使用形态只对烧结磁铁体的必要部位部分地进行浆料涂布,在该必要部位部分地形成涂膜,从而能够有效地削减包含贵重的稀土类化合物的上述粉末的处理用量,这种情况下,根据本发明,能够如上述那样用极短时间完成浆料涂布后的干燥,因此例如尽可能地防止在不需要矫顽力增大的侧面部等的浆料的流挂,防止无益地消耗包含贵重的稀土类化合物的粉末,能够极有效率地实现矫顽力的增大。

[0036] 进而,如上述权利要求4、5、权利要求11、13那样,通过采用红外线照射、特别是照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的短波长的近红外线的辐射加热来进行浆料涂布前的预先加热(加温)、涂布后的加热干燥,从而能够短时间有效率地进行预先加热(加温)、加热干燥,并且能够不会产生裂纹等地确实地得到由上述粉末形成的均匀的涂膜,进而也能够实现涂布装置的小型化。

[0037] 即,照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的短波长的近红外线的加热器的起动快,能够用 $1\sim 2$ 秒就开始有效的加热,并且也可在10秒以内加热至 100°C ,能够用极短时间就完成加热、加温。进而,与进行感应加热的情形相比,能够价格低地构成,在电力消耗的方面也有利。因此,能够进一步价格低、高效率地使浆料干燥,进行上述粉体的涂布。另外,采用基于上述近红外线照射的辐射加热,近红外线能够也在浆料涂膜的内部透过·吸收,进行加热、加温,因此能够尽可能地防止如例如从外部吹送热风进行了加热/加温、干燥的情形那样通过从涂膜的外侧开始干而产生裂纹,能够形成均匀且致密的粉体的涂膜。

[0038] 另外,产生上述短波长的近红外线的加热管比较小,能够使干燥器、涂布装置小型化,能够用小规模的设备有效率地制造稀土类磁铁。这种情况下,即使使用中波长的红外线照射,也可实现快速的加热速度,但由于需要长的加热管,因此在节省空间的方面大为不利,另外在电力消耗的方面也容易变差。

[0039] 发明的效果

[0040] 根据本发明,能够将稀土类化合物的粉末分散而成的浆料涂布于烧结磁铁体,高效率地将其干燥,确实地形成由稀土类磁铁的粉末构成的均匀且致密的涂膜。因此,也能够准确地进行涂着量的控制,能够高效率地在烧结磁铁体表面形成无不均的均匀且致密的稀土类化合物粉末的涂膜,并且能够使实施该涂布工序的稀土类化合物的涂布装置小型化。

[0041] 因此,采用本发明的制造方法和涂布装置,能够这样将稀土类化合物的粉末均匀且致密地涂布于烧结磁铁体表面,因此能够有效率地制造使矫顽力良好地增大的磁特性优异的稀土类磁铁。

附图说明

[0042] 图1为表示本发明的一实施例涉及的稀土类化合物的涂布装置的概略平面图。

[0043] 图2为表示该涂布装置的概略侧面图。

[0044] 图3为表示构成该涂布装置的浆料涂布单元的概略图。

[0045] 图4为表示实施例中的稀土类磁铁的测定位置的说明图。

具体实施方式

[0046] 本发明的稀土类磁铁的制造方法如上述那样,将含有选自 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物(R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)中的1种或2种以上的粉末溶解于溶剂而成的浆料涂布于包含 R^1 -Fe-B系组成(R^1 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)的烧结磁铁体,使其干燥,将上述粉末涂着于上述烧结磁铁体表面,对其进行热处理,使烧结磁铁体吸收上述 R^2 ,制造稀土类永久磁铁。

[0047] 上述 R^1 -Fe-B系烧结磁铁体能够使用采用公知的方法得到的产物,例如能够通过按照常规方法使含有 R^1 、Fe、B的母合金粗粉碎、微粉碎、成型、烧结而得到。再有, R^1 如上述那样,为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,具体地,可列举出Y、Sc、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Yb和Lu。

[0048] 本发明中,将该 R^1 -Fe-B系烧结磁铁体根据需要通过磨削等成型为规定形状,在表面涂布含有 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物、氢化物的1种或2种以上的粉末,进行热处理,使其于烧结磁铁体吸收扩散(晶界扩散),得到稀土类磁铁。

[0049] 上述 R^2 如上述那样,为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上,与上述 R^1 同样地可例示Y、Sc、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Yb和Lu。这种情况下,虽并无特别限制,但优选在 R^2 中的1种或多种中合计含有10原子%以上、更优选20原子%以上、特别是40原子%以上的Dy或Tb。从本发明的目的出发,更优选这样在 R^2 中含有10原子%以上的Dy和/或Tb并且 R^2 中的Nd和Pr的合计浓度比上述 R^1 中的Nd和Pr的合计浓度低。

[0050] 本发明中上述粉末的涂布通过制备将该粉末分散于溶剂中而成的浆料,将该浆料涂布于烧结磁铁体表面并使其干燥而进行。这种情况下,对粉末的粒径并无特别限制,能够

使其成为作为用于吸收扩散(晶界扩散)的稀土类化合物粉末一般的粒度,具体地,平均粒径优选100 μm 以下,更优选为10 μm 以下。对其下限并无特别限制,但优选1nm以上。该平均粒径例如能够使用采用激光衍射法等粒度分布测定装置等作为质量平均值 D_{50} (即,累计质量成为50%时的粒径或中值径)等求出。再有,使粉末分散的溶剂可以为水,也可以为有机溶剂,作为有机溶剂,并无特别限制,可例示乙醇、丙酮、甲醇、异丙醇等,这些中优选使用乙醇。

[0051] 对上述浆料中的粉末的分散量并无特别限制,在但本发明中,为了良好且有效率地使粉末涂着,优选制成分散量为质量分率1%以上、特别是10%以上、进而20%以上的浆料。应予说明,由于产生即使分散量过多也没有获得均匀的分散液等不利情形,因此上限优选规定为质量分率70%以下、特别是60%以下、进而50%以下。

[0052] 对于将上述浆料涂布于上述烧结磁铁体的方法,并无特别限制,可适当地选择,例如能够优选地采用将烧结磁铁体浸渍于浆料的浸渍法、喷射浆料来涂布的喷射法、使浸渍了浆料的涂布辊在烧结磁铁体表面滚动来涂布浆料的辊式涂布法等。这种情况下,辊式涂布法与浸渍法、喷射法相比,能够容易地进行部分涂布,在要求矫顽力增大的部位为一部分的情况下,优选采用辊式涂布法,采用辊式涂布法可只对必要部位部分地进行均匀的浆料涂布。

[0053] 在本发明中,如上述那样,在该浆料涂布之前将烧结磁铁体加温或者加热至规定温度,预先使烧结磁铁体温暖。这种情况下,对烧结磁铁体的加温或者加热温度并无特别限制,通常规定为不到制备上述浆料的上述溶剂的沸点的温度,特别优选规定为小于或等于从溶剂的沸点减去20 $^{\circ}\text{C}$ 所得的温度,例如将水作为溶剂来制备浆料的情况下,优选加温或者加热至80 $^{\circ}\text{C}$ 以下的温度。再有,对加温或者加热温度的下限值并无特别限制,如果加温或者加热至室温以上,则能够获得上述的本发明的效果,但其效果的程度因浆料的溶剂的种类而变化。例如,如果是室温20~25 $^{\circ}\text{C}$ 的环境下,在将水作为溶剂的情况下,通过30 $^{\circ}\text{C}$ 的加温就能够获得有意义的效果,特别是通过使其成为40 $^{\circ}\text{C}$ 以上,能够获得非常好的效果,虽并无特别限制,但在将水作为溶剂的情况下,优选加温或者加热至40~80 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0054] 本发明对这样预先经加温或者加热的烧结磁铁体进行上述的浆料涂布,使其加热干燥,将浆料的溶剂除去而在烧结磁铁体表面形成上述粉末的涂膜。此时,虽并无特别限制,但该浆料涂布前的加温或者加热、浆料涂布后的加热干燥优选通过红外线照射进行,特别优选照射波长0.8~5 μm 的近红外线来进行。

[0055] 作为照射这样的近红外线的加热器,只要能够产生上述波长的近红外线即可,能够使用市售的红外线加热装置。例如能够使用HeraeusK.K.的Twin Tube透明石英玻璃制短波长红外线加热装置(ZKB系列、ZKC系列)等。再有,就加温或者加热条件、干燥条件而言,可根据烧结磁铁体的大小、形状、浆料的浓度、室温等,适当地设定加热器输出功率、加热时间、冷却时间等。

[0056] 在此,近红外线照射能够非常高效率地将对象物加热,用于浆料的干燥的情况下,由于不能将蒸发份带走,因此优选采用适当的排气单元等从烧结磁铁体的周围将溶剂的蒸发份排除,由此能够更有效率地进行干燥。

[0057] 预先将上述烧结磁铁体加温或者加热、涂布上述浆料、使其干燥的上述粉末涂布工序能够使用例如图1~3中所示的涂布装置进行。

[0058] 即,图1~3为表示本发明的一实施例涉及的稀土类化合物的涂布装置的概略图,该涂布装置只对方形块状的烧结磁铁体的单面将上述浆料进行辊式涂布。图中1为载置上述烧结磁铁体m并进行搬运的搬运输送机,使得利用未图示的驱动源将其间歇驱动,将在上面载置的烧结磁铁体m间歇地水平搬运。于是,将烧结磁铁体m供给搬运至该搬运输送机1的上游侧端部(图1、2的右侧端部),在其搬运中将烧结磁铁体加温或者加热,将上述浆料涂布,使其干燥,将包含上述稀土类化合物的粉末涂布,从该搬运输送机1的下游侧端部(图1、2的右侧端部)将涂布了粉末的烧结磁铁体m回收。

[0059] 图中2为存在于上述搬运输送机1的搬运方向中间部、在该搬运输送机1上载置的上述烧结磁铁体m的上面涂布上述浆料的浆料涂布单元,该浆料涂布单元2具备涂布辊21和使该涂布辊21随时浸渍浆料的浆料供给机构部22。

[0060] 将上述涂布辊21悬架于水平轴211和铅直轴212,如图中用箭头所示那样,成为可在搬运方向中间部在上述搬运输送机1的上方在水平方向和铅直方向上移动。

[0061] 上述浆料供给机构部22将浆料流出槽221和浆料接纳槽222用浅底的浆料供给盘223连结,存在于上述涂布辊21的配设位置,与上述搬运输送机1的一侧方近接地配设。将上述浆料流出槽221的上端开口面配置于比浆料接纳槽222的上端开口面高的位置,从该浆料流出槽221溢出的浆料s经由上述浆料供给盘223流入上述浆料接纳槽222,利用泵224和回送管225使浆料s从浆料接纳槽222返回至上游侧浆料流出槽221,使得浆料s循环。此时,使得在上述浆料供给盘223中以层状形成缓慢地流动的浆料积存处。

[0062] 而且,通过上述涂布辊21水平和上下地移动,从而将辊部浸渍于上述浆料供给盘223,使涂布辊21浸渍浆料s,涂布辊21再次上下和水平地移动,返回到上述搬运输送机1上,使得将浆料辊式涂布于该搬运输送机1上的烧结磁铁体m。再有,图中23为存在于上述涂布辊21的配设位置、与上述搬运输送机1的另一侧方近接地配设的超声波清洗器,随时用该超声波清洗器对上述辊21进行清洗,以致防止由于粉末的固着等而使浆料涂布变得不均匀。该辊清洗通常在涂布操作的休止时进行。

[0063] 在此,对上述涂布辊21并无特别限制,能够从将多种多彩的毛植毛而成的所谓涂布用辊、海绵辊、橡胶辊、树脂辊、金属辊等公知的辊中选择。应予说明,本例中采用了容易浸渍浆料、定期的清洗也容易的海绵辊。另外,辊的宽度可根据烧结磁铁体m的大小、形状适当地设定,为了更确实地进行均匀的浆料涂布,优选规定为10mm~300mm,更优选为30mm~100mm。

[0064] 图中3为相对于上述浆料涂布单元2存在于搬运方向上游侧、在上述搬运输送机1上配设的预先加热单元,该预先加热单元3利用红外线加热器31对搬运输送机1上的烧结磁铁体m照射红外线,以致将该烧结磁铁体m加温或者加热至上述的规定温度。

[0065] 在该预先加热单元3的下游侧附近配设有对在上述预先加热单元3下搬运的烧结磁铁体m喷射片状薄层气流、将在烧结磁铁体m表面附着的粉尘等除去的气刀41,并且在预先加热单元3的下游侧附近配设有抽吸包含除去的粉尘等的气流而从搬运输送机1上排除的集尘管路42,由这些气刀41和集尘管路42构成了将烧结磁铁体m表面清洁的清洁单元4。

[0066] 图中5为相对于上述浆料涂布单元2存在于搬运方向下游侧、在上述搬运输送机1上配设的干燥单元,由红外线加热器51和在其上下游两侧配设的排气管路52、52构成。该干燥单元5由上述红外线加热器51对搬运输送机1上的烧结磁铁体m照射红外线进行加热,使

涂布于该烧结磁铁体m的上述浆料的溶剂蒸发而除去,使包含稀土类化合物的粉末涂着,通过用上述排气管路52、52对此时蒸发的溶剂进行排气,从而将气化的溶剂从烧结磁铁体m的周围除去,有效地进行干燥。

[0067] 在此,作为构成上述预先加热单元3、干燥单元5的红外线加热器31、51,并无特别限制,优选照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的近红外线的红外线加热器,在本例的装置中,对于红外线加热器31、51,都使用了Heraeus K.K.的Twin Tube的透明石英玻璃制短波长红外线加热装置(ZKB1500/200G带有冷却风扇、输出功率1500W、加热长度200mm)。

[0068] 该照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的短波长的红外线的加热器的起动力快,用1~2秒就能够开始有效的加热,并且也可在10秒以内加热至 100°C ,能够用极短时间就将烧结磁铁体加温或者加热。进而,与进行感应加热的情形相比,能够低价地构成,在电力消耗的方面也有利。另外,采用基于上述近红外线照射的辐射加热,在加热干燥时近红外线能够也在浆料涂膜的内部透过·吸收来进行加热干燥,因此能够尽可能地防止例如如从外部吹送热风来进行了干燥的情形那样因从涂膜的外侧开始干而产生裂纹,能够形成均匀且致密的粉体的涂膜。进而,产生上述短波长的近红外线的加热管比较小,也有助于涂布装置的小型化。

[0069] 使用该涂布装置,在上述烧结磁铁体m的表面涂布含有选自上述 R^2 的氧化物、氟化物、氧氟化物、氢氧化物或氢化物(R^2 为选自包含Y和Sc的稀土类元素中的1种或2种以上)中的1种或2种以上的粉末(稀土类化合物的粉末)的情况下,将烧结磁铁体m供给至上述搬运输送机1的上游侧端部,利用该搬运输送机1间歇地在水平方向上搬运。

[0070] 在搬运输送机1上载置、间歇地被水平搬运的烧结磁铁体m在上述预先加热单元3下间歇地停止时,利用该预先加热单元3的上述红外线加热器31照射红外线,将其加温或者加热至上述的规定温度。另外,此时采用上述清洁单元4,如上述那样将烧结磁铁体m表面的粉尘等除去,在烧结磁铁体m被加温或者加热的同时其表面被清洁。

[0071] 接下来,在上述浆料涂布单元2的涂布辊21下移动、停止时,通过该涂布辊21的上下移动和水平移动,涂布于预先利用上述预先加热单元3加温或者加热至规定温度的烧结磁铁体m的表面。此时,对于涂布辊21,利用上述浆料供给机构部22根据上述的程序随时将浆料s供给浸渍,总是可靠地涂布一定量的浆料s。

[0072] 涂布了浆料s的烧结磁铁体m接下来被搬运至上述干燥单元5下,间歇地停止,利用上述干燥单元5的红外线加热器51照射红外线来加热干燥,浆料s的溶剂蒸发,上述粉末涂着,在烧结磁铁体m的表面形成该粉末的涂膜。此时利用上述排气管路52对蒸发而气化的溶剂进行排气,从烧结磁铁体m的周围除去,有效率地进行上述干燥处理。

[0073] 然后,进一步对干燥后的烧结磁铁体m进行水平搬运,在上述搬运输送机1的下游侧端部由操作员、机器人手臂等将其回收。

[0074] 在此,通过将从上述搬运输送机1的下游侧端部回收的烧结磁铁体m再次供给至搬运输送机1的上游侧端部,反复进行多次上述稀土类化合物的涂布操作,将稀土类化合物的粉末反复涂布,从而能够得到更厚的涂膜,并且也能够进一步提高涂膜的均匀性。就涂布操作的反复而言,可使用同一涂布装置进行多次的涂布处理,另外也可并列设置多台涂布装置来反复进行涂布操作。由此能够薄地进行反复涂布,制成所需厚度的涂膜,能够良好地调节粉末的涂布量。另外,通过薄地反复涂布,从而也可以缩短干燥时间,提高时间的效率。这种情况下,对于涂布操作的反复而言,未必每次都进行预先加热处理,可在进行了预先加热

处理后反复进行多次的浆料涂布/干燥。

[0075] 进而,在烧结磁铁体m的表背两面进行粉末的涂布的情况下,可通过操作员、机器人手臂等将在上述搬运输送机1的下游端部回收的烧结磁铁体m翻过来,再次供给至搬运输送机1的上游侧端部,同样地进行粉末的涂布。这种情况下,也可使用同一涂布装置进行表背两面的涂布处理,另外也可将表面用的涂布装置和背面用的涂布装置并接来进行表背两面的涂布操作。当然,对于表背两面,可分别进行上述反复涂布。

[0076] 根据这样使用上述涂布装置进行稀土类化合物的粉末的涂布的本发明的制造方法,在浆料涂布前将烧结磁铁体m加温或者加热至规定温度,对该加温或者加热的烧结磁铁体m涂布浆料s,使其干燥,形成稀土类化合物的粉末的涂膜。而且,通过预先使烧结磁铁体m温热,在浆料涂布后的加热干燥时能够用极短时间就完成干燥,采用基于红外线照射的本例装置的干燥单元5,能够几乎瞬时地使浆料的溶剂蒸发而使其干燥,因此能够在浆料s不会在不需要的侧面部发生流挂地高效率且确实地形成均匀的涂膜。

[0077] 即,在本例的装置中,通过对上述浆料s进行辊式涂布,从而能够只对烧结磁铁体m表面的必要部位部分地进行浆料涂布,在该必要部位部分地形成涂膜,因此能够有效地削减包含贵重的稀土类化合物的上述粉末的处理用量,在这种情况下,根据本发明,能够如上述那样用极短时间就完成浆料涂布后的干燥,因此能够尽可能地防止在不需矫顽力增大的侧面部等的浆料的流挂,防止无益地消耗包含贵重的稀土类化合物的粉末,极有效率地实现矫顽力的增大。

[0078] 另外,在本例中,通过照射波长 $0.8\sim 5\mu\text{m}$ 的短波长的近红外线的辐射加热来进行浆料涂布前的预先加热(加温)、涂布后的加热干燥,从而能够短时间有效率地进行预先加热(加温)、加热干燥,并且能够不会产生裂纹等地确实地得到由上述粉末形成的均匀的涂膜,进而也能够实现涂布装置的小型化。

[0079] 即,照射上述短波长的近红外线的红外线加热器31、51的起动快,能够用极短时间就完成加热、加温。进而,与进行感应加热的情形相比,能够价格低地构成,在电力消耗的方面也有利。因此,能够更低价地、高效率地将烧结磁铁体s加温或者加热,另外使浆料s干燥,进行上述粉末的涂布。进而,通过采用基于上述近红外线照射的辐射加热的干燥处理,近红外线能够也在浆料涂膜的内部透过·吸收,进行加热、加温,因此能够尽可能地防止如例如从外部吹送热风进行了加热/加温、干燥的情形那样因从涂膜的外侧开始干而产生裂纹,能够形成均匀且致密的粉末的涂膜。另外,产生上述短波长的近红外线的加热管比较小,能够使干燥器、涂布装置小型化,能够用小规模的设备有效率地制造稀土类磁铁。

[0080] 应予说明,本发明的涂布装置并不限定于上述图1~3的装置,例如在图中作为搬运输送机1示出了带式输送机,但也能够使用辊式输送机,另外也可以如图2中用点划线表示那样,在传送带的背侧设置反射片32而使红外线反射,以致更高效率地将烧结磁铁体m加温或者加热。进而,在图1~3的装置中以使用涂布辊21进行辊式涂布的方式构成,但有时也可以使其进行喷射涂布、浸渍涂布,对于预先加热单元3、干燥单元5、浆料供给机构部22等其他构成,在不脱离本发明的要点的范围内可适当地变形。

[0081] 本发明的稀土类磁铁的制造方法中,这样对涂布了上述粉末的烧结磁铁体进行热处理,使粉末中的上述 R^2 所示的稀土类元素吸收扩散。使由上述 R^2 表示的稀土类元素吸收扩散的上述热处理可按照公知的方法进行。另外,也能够对上述热处理后、在适当的条件下实

施时效处理,或者进而磨削为实用形状等根据需要实施公知的后处理。

[0082] 实施例

[0083] 以下对于本发明的更具体的方案,用实施例进行详述,但本发明并不限于此。

[0084] [实施例1~4和比较例]

[0085] 对于由Nd 14.5原子%、Cu 0.2原子%、B 6.2原子%、Al 1.0原子%、Si 1.0原子%、Fe余量组成的薄板状的合金,使用纯度99质量%以上的Nd、Al、Fe、Cu金属、纯度99.99质量%的Si、硼铁,在Ar气氛中高频熔化后,采用注入于铜制单辊的所谓薄带连铸法制成了薄板状的合金。将得到的合金在室温下暴露于0.11MPa的氢化而使其吸藏氢后,边进行真空排气边加热到500℃,部分地使氢放出,冷却后上筛,制成了50目以下的粗粉末。

[0086] 对于上述粗粉末,采用使用了高压氮气的喷射磨微粉碎成粉末的重量中位粒径5 μ m。边使得到的该混合微粉末在氮气氛下在15kOe的磁场中取向,边用约1吨/cm²的压力成型为块状。将该成型体投入Ar气氛的烧结炉内,在1060℃下烧结2小时,得到了磁铁块。使用玻璃刀对该磁铁块进行了全面磨削加工后,按碱溶液、纯水、硝酸、纯水的顺序清洗,使其干燥,得到了20mm×45mm×5mm(磁各向异性化的方向)的块状磁铁体。

[0087] 接下来,将氟化镱的粉末以质量分率40%与水混合,使氟化镱的粉末充分地分散,制备浆料,使用图1~3中所示的上述涂布装置,将该浆料涂布于上述磁铁体使其干燥,使氟化镱粉末涂着。此时,如图1中所示那样,使采用预先加热单元3的预先加热(加温)的温度变化进行了粉末涂布处理(实施例1~4)。另外,作为比较例,没有进行采用预先加热单元3的预先加热(加温),进行了同样的粉末涂布处理(比较例)。应予说明,在所有的例子中,都将回收的烧结磁铁体再次供于涂布处理,进行了3次反复涂布。这种情况下,在实施例1~4中反复进行3次浆料涂布处理/干燥处理,将预先加热处理规定为只是最初的1次。

[0088] 从得到的各烧结磁铁体的涂布面整体用刮刀将粉末剥掉,测定了其重量。将矫顽力增大效果成为峰值的涂着量设为1.00时的每单位面积的比率示于表1中。

[0089] [表1]

	涂布前加热	涂布面的涂着量比率
比较例	未加热	0.72
实施例 1	30℃	0.89
实施例 2	40℃	0.97
实施例 3	60℃	1.01
实施例 4	80℃	1.03

[0091] 如表1所示,确认了通过预先将烧结磁铁体事前加温或者加热,从而在涂布面以外浆料没有流挂,溶剂瞬时地干燥,形成涂膜,从而粉末的涂着量增大。而在比较例中,虽然同样地进行了辊式涂布,但涂布量少,其原因在于相应地在烧结体磁铁侧面部浆料流挂。

[0092] [实施例5]

[0093] 另外,将与实施例3同样地形成了氟化镱粉末的薄膜的磁铁体在Ar气氛中、900℃下热处理5小时,实施吸收处理,进而通过在500℃下进行1小时时效处理,进行急冷,从而得到了稀土类磁铁。从图4中所示的9点的部位将磁铁体切出成2mm×2mm×2mm,测定了其矫顽

力。将结果示于表2中。

[0094] [表2]

	矫顽力增大量 单位: kA/m								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
[0095] 实施例 5	480	475	460	480	480	470	480	480	480

[0096] 如表2所示,通过在涂布前使磁铁体温热,从而在没有浆料于涂布面以外流挂的情况下将粉末的涂膜均匀地涂着形成,进而通过辊式涂布使面内均匀化,能够无浪费地有效利用高价的稀土类化合物成分,并且涂布面中的矫顽力增大效果也无不均,非常稳定。

[0097] 附图标记的说明

[0098] 1 搬运输送机

[0099] 2 浆料涂布单元

[0100] 21 涂布辊

[0101] 211 水平轴

[0102] 212 铅直轴

[0103] 22 浆料供给机构部

[0104] 221 浆料流出槽

[0105] 222 浆料接纳槽

[0106] 223 浆料供给盘

[0107] 224 泵

[0108] 225 回送管

[0109] 23 超声波清洗器

[0110] 3 预先加热单元

[0111] 31 红外线加热器

[0112] 32 反射片

[0113] 4 清洁单元

[0114] 41 气刀

[0115] 42 集尘管路

[0116] 5 干燥单元

[0117] 51 红外线加热器

[0118] 52 排气管路

[0119] m 烧结磁铁体

[0120] s 浆料

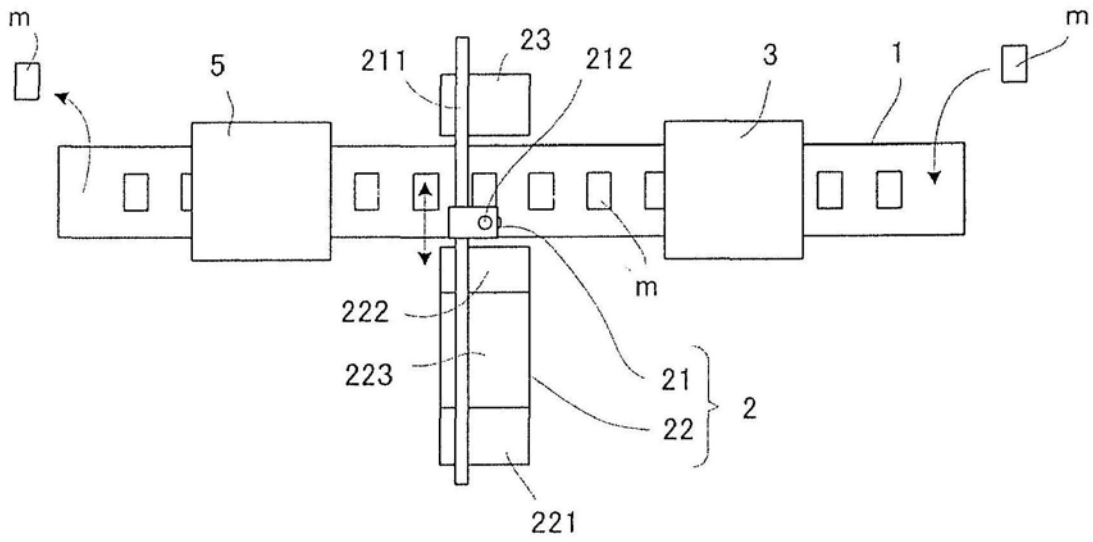


图1

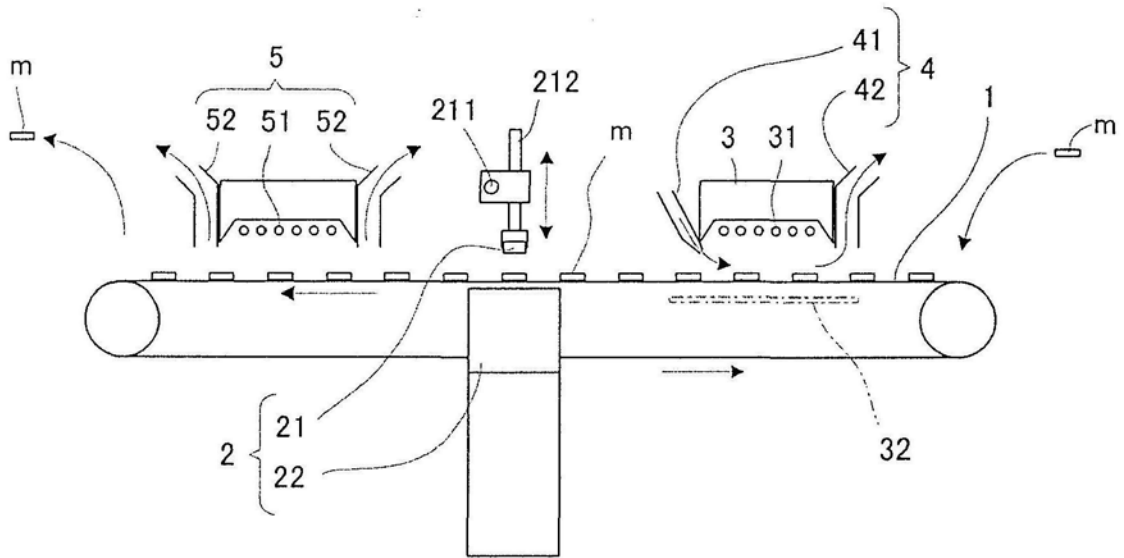


图2

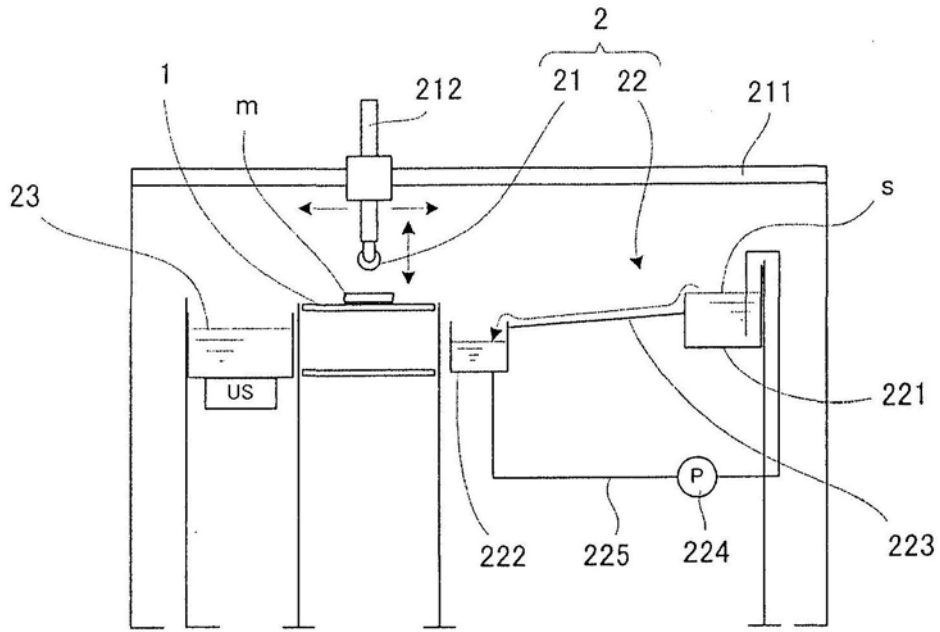


图3

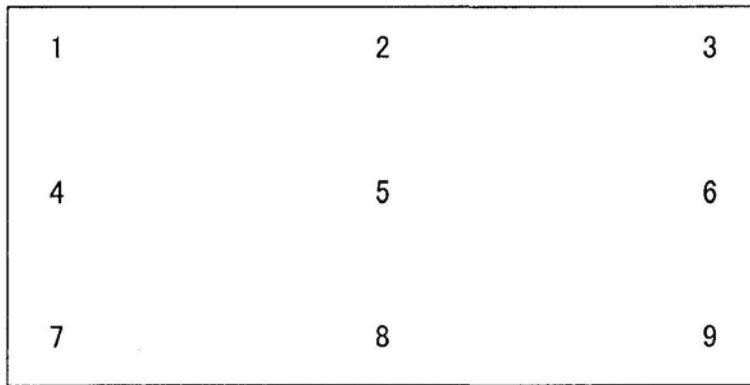


图4