

(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2013-207134
(P2013-207134A)

(43) 公開日 平成25年10月7日(2013.10.7)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01F 41/02 (2006.01)	H01F 41/02 G	4K018
H01F 1/057 (2006.01)	H01F 1/04 H	5E040
C22C 28/00 (2006.01)	C22C 28/00 A	5E062
C22C 38/00 (2006.01)	C22C 38/00 303D	
C22C 33/02 (2006.01)	C22C 38/00 304	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 31 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2012-75617 (P2012-75617)
(22) 出願日 平成24年3月29日 (2012. 3. 29)

(71) 出願人 000005083
日立金属株式会社
東京都港区芝浦一丁目2番1号
(72) 発明者 森本 英幸
大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社磁性材料研究所内
(72) 発明者 瀬戸 亨
大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社磁性材料研究所内
Fターム(参考) 4K018 AA27 AA40 BA18 BA20 BB04
CA02 DA00 KA45
5E040 AA04 BD01 CA01 HB15 NN01
NN06
5E062 CD04 CG07

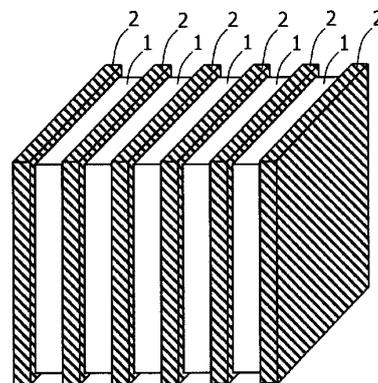
(54) 【発明の名称】 バルクRH拡散源

(57) 【要約】

【課題】重希土類元素RHの供給、拡散によりR-T-B系焼結磁石のH_{cj}を向上させる製造方法において、加熱時における単位体積当たりの処理量を増加させ、重希土類元素RHの使用量を削減し、大がかりな設備や新たな設備を用いることなく、重希土類元素RHを繰り返し再利用することにより、量産規模の実施において製造コストの低減を図ることができるバルクRH拡散源の提供。

【解決手段】 質量%表記による組成式がRH_{a-b}RL_bFe_{c-d}M_dにより表わされ、RHはDy、RLはNdおよび/またはPr、MはCoおよび/またはAlであり、4.5質量% a 7.5質量%、0質量% b 2.0質量%、2.5質量% c 5.5質量%、0質量% d 1.5質量%、および不可避免的不純物からなる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

R - T - B系焼結磁石（Rは希土類元素のうち少なくとも一種でありNdを必ず含む、Tは遷移金属元素のうち少なくとも一種でありFeを必ず含む）製造用のバルクRH拡散源であって、

質量%表記による組成式が $RH_{a-b}RL_bFe_{c-d}M_d$ により表わされ、

RHはDy、RLはNdおよび/またはPr、MはCoおよび/またはAlであり、

45質量% a 75質量%、

0質量% b 20質量%、

25質量% c 55質量%、

0質量% d 15質量%、

および不可避免的不純物からなるバルクRH拡散源。

【請求項 2】

焼結合金、鑄造合金およびロール急冷合金のいずれかである請求項1に記載のバルクRH拡散源。

【請求項 3】

焼結合金である請求項2に記載のバルクRH拡散源。

【請求項 4】

焼結合金が鑄造合金および/またはロール急冷合金を、粉碎、成形、焼結したものである請求項3に記載のバルクRH拡散源。

【請求項 5】

5質量% b 20質量%である請求項1から4のいずれかに記載のバルクRH拡散源。

【請求項 6】

RLがNdである請求項1から5のいずれかに記載のバルクRH拡散源。

【請求項 7】

5質量% d 15質量%である請求項1から6のいずれかに記載のバルクRH拡散源。

【請求項 8】

RLがNd、MがCoであり、 $(DyNd)_3Co$ 化合物相と $(DyNd)(FeCo)_2$ 化合物相（前記化学式はいずれもモル比表記）を含有する請求項7に記載のバルクRH拡散源。

【請求項 9】

RLがNd、MがAlであり、 $(DyNd)_3Al$ 化合物相および/または $(DyNd)_2Al$ と、 $(DyNd)FeAl$ 化合物相（前記化学式はいずれもモル比表記）を含有する請求項7に記載のバルク拡散源。

【請求項 10】

厚みが0.3mm以上5mm以下である請求項1から9のいずれかに記載のバルクRH拡散源。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、重希土類元素RHの供給、拡散によりR - T - B系焼結磁石の $H_{c,j}$ を向上させる製造方法において、重希土類元素RHの供給、拡散に用いられるバルクRH拡散源に関する。

【背景技術】

【0002】

R - T - B系焼結磁石（Rは希土類元素のうち少なくとも一種でありNdを必ず含む、Tは遷移金属元素のうち少なくとも一種でありFeを必ず含む）は、永久磁石の中で最も高性能な磁石として知られており、ハードディスクドライブのボイスコイルモータ（VC

10

20

30

40

50

M) や、電気自動車用モータ、ハイブリッド自動車用モータ等の各種モータ、家電製品等に使用されている。

【0003】

R - T - B系焼結磁石は、 $R_2T_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物からなる主相と、この主相の粒界部分に位置する粒界相とから構成されている。主相である $R_2T_{14}B$ 相は強磁性相であり、主としてR - T - B系焼結磁石の磁化作用に寄与している。

【0004】

R - T - B系焼結磁石において、主相である $R_2T_{14}B$ 相中のRに含まれる軽希土類元素RL (主としてNdおよび/またはPr)の一部を重希土類元素RH (主としてDyおよび/またはTb)で置換すると、保磁力 H_c (以下、単に「 H_c 」という)が向上することが知られている。つまり、 H_c を向上させるためには、重希土類元素RHを多く使用する必要がある。

10

【0005】

しかし、R - T - B系焼結磁石において、 $R_2T_{14}B$ 相中の軽希土類元素RLを重希土類元素RHで置換すると、 H_c が向上する一方、残留磁束密度 B_r (以下、単に「 B_r 」という)が低下する。そのため、より少ない重希土類元素RHの使用で、 B_r を低下させずに H_c を向上させることが求められている。また、重希土類元素RHは希少金属であるため、使用量削減が望まれている。

【0006】

R - T - B系焼結磁石の H_c 向上手段として、焼結磁石に重希土類元素RHを含む金属、合金、化合物等を特定手段により磁石表面に供給した後、熱処理で重希土類元素RHを磁石内部に拡散させ、 $R_2T_{14}B$ 相外殻部の軽希土類元素RLを重希土類元素RHで置換することにより、 B_r の低下を抑制しつつ H_c を向上させる方法が種々提案されている。

20

【0007】

特許文献1は、R - T - B系焼結磁石体と重希土類元素RH (Dy、HoおよびTb)からなる群から選択された少なくとも1種)を含有するRHバルク体とを間隔をあけて配置し、これらを加熱することにより、バルク体から重希土類元素RHを焼結磁石体の表面に供給しつつ、重希土類元素RHを焼結磁石体の内部に拡散させる方法を開示している。

【0008】

特許文献2は、DyまたはTbの鉄化合物の粒子を分散させたスラリーに希土類磁石の焼結体を浸漬してスラリーを塗布した後、熱処理を行うことにより、焼結体にDyまたはTbを拡散させる方法を開示している。

30

【0009】

特許文献3は、R - T - B系焼結磁石体とRH拡散源を相対的に移動可能かつ近接または接触可能に処理室内に装入し、処理室内にて連続的または断続的に移動させながら熱処理を行うことにより、重希土類元素RHの供給と焼結磁石体への拡散を同時に行う方法を開示している。

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0010】

【特許文献1】国際公開第2007/102391号

【特許文献2】特開2009-289994号公報

【特許文献3】国際公開第2011/007758号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

特許文献1の方法は、R - T - B系焼結磁石体表面に形成されるRH膜の成長レートを低く抑えた状態で、重希土類元素RHを焼結磁石体の表面に供給しながら、焼結磁石体の温度を拡散に適したレベルに保持しているため、焼結磁石体表面に飛来した重希土類元素

50

RHが粒界拡散によってすみやかに焼結磁石体内部に浸透していく。従って、 $R_2T_{14}B$ 結晶粒内への拡散(粒内拡散)よりも優先的に粒界拡散が生じ、残留磁束密度の低下を抑制しつつ保磁力を向上させることができる。

【0012】

しかし、特許文献1の方法は、RHバルク体として、R-T-B系焼結磁石体と溶着し易いDyメタル(純度99.9%のDy)を用いており、R-T-B系焼結磁石体とRHバルク体との溶着を防止するために、R-T-B系焼結磁石体とRHバルク体とを間隔をあけて配置している。従って、加熱時に単位体積当たりの処理量を多くできない。つまり、多量のR-T-B系焼結磁石体を一度に熱処理できないという問題がある。

【0013】

また、特許文献1の方法では以下のような問題がある。図7は、特許文献1の方法における、RHバルク体と焼結磁石体との配置形態を示す説明図である。特許文献1の方法では、処理室13内において、R-T-B系焼結磁石体11とRHバルク体12とを間隔をあけて配置するために、保持部材(例えばNb製の網)14やスペーサ15が必要である。RHバルク体12からR-T-B系焼結磁石体11表面に供給される重希土類元素RHは保持部材14やスペーサ15にも付着するため、その分R-T-B系焼結磁石体11表面への重希土類元素RHの供給量が減少する。従って、保持部材14やスペーサ15に付着する分だけ余計に重希土類元素RHを供給しなければならず、希少金属である重希土類元素RHの使用量が増加するという問題がある。

【0014】

なお、特許文献1の方法では、RHバルク体は再利用可能である。しかし、上記の通り、重希土類元素RHの供給量を多くする必要があるので、数回の利用でRHバルク体の体積が小さくなり、それに伴い重希土類元素RHの供給量が変動し、得られるR-T-B系焼結磁石の H_c にばらつきが生じる。繰り返し再利用するにはRHバルク体の体積を大きくすればよいが、益々単位体積当たりの処理量が少なくなるという問題がある。

【0015】

特許文献2の方法は、DyFeやTbFeなどの粒子状の化合物を分散させたスラリーを焼結体に塗布することが必要であるため、塗布装置、乾燥装置などの新たな設備が必要になり、製造コストの増加を招くという問題がある。なお、特許文献2の方法においては、DyFeやTbFeなどの化合物そのものを焼結体中に拡散させるため、前記化合物を再利用するという思想はない。

【0016】

また、特許文献2の方法では、塗布後の熱処理により、塗布されたDyFeやTbFeが一気に焼結体内部に拡散するため、粒界拡散とともに磁石体表層領域において粒内拡散が生じることとなる。R-T-B系焼結磁石において B_r の低下を抑制しつつ H_c を向上させるには、粒界拡散によって $R_2T_{14}B$ 相外殻部の軽希土類元素をDyやTbで置換すればよく、 $R_2T_{14}B$ 相の中心部まで置換する必要はない。 $R_2T_{14}B$ 相の中心部まで置換すると B_r が低下する。従って、粒内拡散が生じているということは、DyやTbを無駄に消費していることとなる。つまり、特許文献2においては、粒内拡散に消費される分だけ余計にDyやTbを使用していることになる。

【0017】

特許文献3の方法は、処理室内に装入したR-T-B系焼結磁石体とDyのカットワイヤや小片からなるRH拡散源を連続的または断続的に移動させる必要があるため、大がかりな設備が必要となり、製造コストの増加を招くという問題がある。特許文献3において、RH拡散源は処理室内で絶えず移動しているため、焼結磁石体との溶着が抑制されている。従って、RH拡散源は再利用することが可能である。しかし、RH拡散源を再利用するには、焼結磁石体とRH拡散源とを分離させなければならず、当該分離回収工程に、新たな設備あるいは新たな工程が必要となり、製造コストの増加を招くという問題がある。

【0018】

本発明は、前記先行技術文献などに開示される、重希土類元素RHの供給、拡散により

10

20

30

40

50

R - T - B系焼結磁石の H_{cJ} を向上させる製造方法において、加熱時における単位体積当たりの処理量を増加させ、 B_r の低下を抑制するとともに重希土類元素RHの使用量を削減し、大がかりな設備や新たな設備を用いることなく、重希土類元素RHを繰り返し再利用することにより、量産規模の実施において製造コストの低減を図ることができるバルクRH拡散源の提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0019】

請求項1に記載の本発明のR - T - B系焼結磁石（Rは希土類元素のうち少なくとも一種でありNdを必ず含む、Tは遷移金属元素のうち少なくとも一種でありFeを必ず含む）製造用のバルクRH拡散源は、

質量%表記による組成式が $RH_{a-b}RL_bFe_{c-d}M_d$ により表わされ、
RHはDy、RLはNdおよび/またはPr、MはCoおよび/またはAlであり、
45質量% a 75質量%、
0質量% b 20質量%、
25質量% c 55質量%、
0質量% d 15質量%、
および不可避的不純物からなることを特徴とする。

【0020】

請求項2に記載の本発明は、請求項1に記載のバルクRH拡散源において、焼結合金、
鑄造合金およびロール急冷合金のいずれかであることを特徴とする。

請求項3に記載の本発明は、請求項2に記載のバルクRH拡散源において、焼結合金である
ことを特徴とする。

請求項4に記載の本発明は、請求項3に記載のバルクRH拡散源において、焼結合金が
鑄造合金またはロール急冷合金を、粉碎、成形、焼結したものであることを特徴とする。

請求項5に記載の本発明は、請求項1から4のいずれかに記載のバルクRH拡散源にお
いて、5質量% b 20質量%であることを特徴とする。

請求項6に記載の本発明は、請求項1から5のいずれかに記載のバルクRH拡散源にお
いて、RLがNdであることを特徴とする。

請求項7に記載の本発明は、請求項1から6のいずれかに記載のバルクRH拡散源にお
いて、5質量% d 15質量%であることを特徴とする。

請求項8に記載の本発明は、請求項7に記載のバルクRH拡散源において、RLがNd
、MがCoであり、 $(DyNd)_3Co$ 化合物相と $(DyNd)(FeCo)_2$ 化合物相
(前記化学式はいずれもモル比表記)を含有することを特徴とする。

請求項9に記載の本発明は、請求項7に記載のバルクRH拡散源において、RLがNd
、MがAlであり、 $(DyNd)_3Al$ 化合物相および/または $(DyNd)_2Al$ と、
 $(DyNd)FeAl$ 化合物相(前記化学式はいずれもモル比表記)を含有することを特
徴とする。

請求項10に記載の本発明は、請求項1から9のいずれかに記載のバルクRH拡散源に
おいて、厚み0.3mm以上5mm以下であることを特徴とする。

【発明の効果】

【0021】

請求項1に記載の本発明によれば、RH拡散源がバルクであることおよびRHとFeの
含有量が特定範囲となっているため、R - T - B系焼結磁石と溶着し難くなっている。そ
のため、重希土類元素RHの供給、拡散によりR - T - B系焼結磁石の H_{cJ} を向上させ
る製造方法において、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを間隔をあけず
隣接配置することが可能となり、加熱時における単位体積当たりの処理量を増加させる
ことができる。

【0022】

また、バルクRH拡散源は、前記特許文献などに開示される重希土類元素RHよりもR
Hの含有量が少なく、間隔をあけずに隣接配置しても、バルクRH拡散源からR - T - B

10

20

30

40

50

系焼結磁石素材にRHが過剰供給されない。そのため、R-T-B系焼結磁石素材の表層領域で粒内拡散が生じることを防止することができる。これにより、 B_r の低下を抑制することができるとともに希少金属であるRHの使用量を削減することができる。

【0023】

また、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを間隔をあけずに隣接配置することが可能であるため、保持部材やスペーサなどが不要となる。その結果、保持部材やスペーサに付着する分だけ余計にRHを供給する必要がなくなり、バルクRH拡散源からR-T-B系焼結磁石素材にRHを効率的に供給することができ、希少金属であるRHの使用量を削減することができる。

【0024】

また、隣接配置したR-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を特定雰囲気下で加熱するだけでRHの供給、拡散を同時に行うことができるため、大がかりな設備や新たな設備を用いる必要がなくなるとともに、製造工程の簡素化や製造工数を削減することができる。また、バルクRH拡散源は、R-T-B系焼結磁石との溶着が防止されているので再利用が可能である。従って、請求項1に記載の本発明によるバルクRH拡散源を用いることにより、量産規模の実施において製造コストの低減を図ることができる。

【0025】

請求項2に記載の本発明によれば、バルクRH拡散源を準備する工程を既存設備で実施することができるため、製造コストをさらに低減することができる。

請求項3に記載の本発明によれば、研削加工を施す必要がなく、加工屑も発生しないので、加工コストを低減できるとともに加工屑に含まれるRHを無駄にすることがなく、RHの使用量削減を図ることができる。また、既存設備で準備することができるので、製造コストをさらに低減することができる。また、成形時の金型としてRH供給拡散処理を行うR-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で使用する金型を用いることにより、製造コストをさらに低減することができる。また、厚みの調整が容易であり、比較的厚みが薄いものも容易に準備することができる。また、同じ形状、同じ厚みの寸法精度に優れるバルクRH拡散源を容易に複数個準備することができる。

請求項4に記載の本発明によれば、バルクRH拡散源としてそのままでは使用できない寸法や形状の鑄造合金またはロール急冷合金を活用することができ、製造コストをさらに低減することができる。

請求項5に記載の本発明によれば、バルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、RH供給拡散処理後のR-T-B焼結磁石において、安定した H_c 向上効果を得ることができる。

請求項6に記載の本発明によれば、R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で使用する原料を流用できるので、原料の調達コストなどを低減することができる。

請求項7に記載の本発明によれば、バルクRH拡散源を繰り返し再利用する回数を増加させても、 H_c の変化がほとんどない安定した品質のR-T-B系焼結磁石を製造することができる。

請求項8および請求項9に記載の本発明によれば、バルクRH拡散源の表面近傍のRH含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルクRH拡散源の内部組織が均質化される。これにより、バルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量のRHをR-T-B系焼結磁石素材に供給することができ、安定した H_c 向上効果を得ることができる。

請求項10に記載の本発明によれば、加熱時における単位体積当たりの処理量をさらに増加させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0026】

【図1】R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源の配置形態の一例を示す説明図である。

【図2】処理ケースの一例を示す説明図である。

10

20

30

40

50

【図3】処理ケースを用いたR-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源の配置形態の一例を示す説明図である。

【図4】処理ケース内のバルクRH拡散源の配置形態の一例を示す説明図である。

【図5】バルクRH拡散源のX線回折パターンを示す図である。

【図6】バルクRH拡散源のFE-SEMによる反射電子像を示す写真である。

【図7】特許文献1の方法におけるRHバルク体と焼結磁石体との配置形態を示す説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0027】

本発明のバルクRH拡散源は、前記先行技術文献などに開示される、重希土類元素RHの供給、拡散によりR-T-B系焼結磁石の H_c を向上させる製造方法に用いられる。例えば、一般的な熱処理炉などの炉内に、R-T-B系焼結磁石素材と、本発明によるバルクRH拡散源とを隣接配置した後、圧力50Pa以下の減圧雰囲気下、800以上1000以下の温度に加熱することにより、バルクRH拡散源中のRHを気化させ、該RHをR-T-B系焼結磁石素材の表面に供給しつつ、RHをR-T-B系焼結磁石素材の内部に拡散させることができ、R-T-B系焼結磁石の B_r の低下を抑制しつつ H_c を向上させることができる。

10

【0028】

本発明の説明において、バルクRH拡散源中のRHを気化させ、該RHをR-T-B系焼結磁石素材の表面に供給しつつ、RHをR-T-B系焼結磁石素材の内部に拡散させることを「RH供給拡散処理」という。また、RH供給拡散処理を実施した後、RHの供給を行わずに、RHをR-T-B系焼結磁石素材の内部に拡散させることを「RH拡散処理」という。さらに、RH供給拡散処理後またはRH拡散処理後に、R-T-B系焼結磁石の磁石特性向上を目的として行う熱処理を単に「熱処理」という。

20

【0029】

また、本発明の説明において、RH供給拡散処理前のR-T-B系焼結磁石を「R-T-B系焼結磁石素材」といい、RH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石を「R-T-B系焼結磁石」という。

【0030】

本発明のバルクRH拡散源は、質量%表記による組成式が $RH_{a-b}RL_bFe_{c-d}M_d$ により表わされ、RHはDy、RLはNdおよび/またはPr、MはCoおよび/またはAlであり、45質量% a 75質量%、0質量% b 20質量%、25質量% c 55質量%、0質量% d 15質量%、および不可避的不純物からなる。

30

【0031】

なお、以下の説明においては、質量%表記による組成式を示す場合は組成式の後に「(質量%)」と表示し、モル比表記による化学式を示す場合は化学式の後に「(モル比)」と表示する。

40

【0032】

RHはDyである。前記組成式(質量%)において、RHの含有量はa-bで表され、aの値は45質量%以上75質量%以下である。bの値はRL(RLはNdおよび/またはPr)の含有量であり0質量%以上20質量%以下である。つまり、RH(Dy)の一部はRL(Ndおよび/またはPr)で置換することができる。以下にRHの含有量であるaの限定理由を説明するが、説明をわかりやすくするためbの値が0質量%(RLの置換なし)の場合を説明し、bの限定理由は後述する。また、Feの含有量をcとした場合(dの値が0質量%=Mの置換なし)、aの下限とcの上限およびaの上限とcの下限の限定理由は同様であるため、cを括弧書きにて併記し、cの限定理由の説明は省略する。

50

また、以下の限定理由の説明に限って、RHをDyと表記する場合がある。

【0033】

aの値(RHの含有量)が45質量%未満では(cの値(Feの含有量)が55質量%を超えると)R-T-B系焼結磁石素材に供給されるRH量が少なくなりRH供給拡散処理に時間を要するため好ましくない。一方、aの値が75質量%を超えると(cの値が25質量%未満では)R-T-B系焼結磁石と溶着する可能性が高くなるとともに、R-T-B系焼結磁石素材表面にRHが過剰供給され、粒内拡散が生じる恐れがあるため好ましくない。また、aの値が45質量%以上(cの値が55質量%未満)であれば、RH供給拡散処理の条件(雰囲気、温度)を調整することにより、R-T-B系焼結磁石素材へのRH供給量をコントロールすることができる。なお、aが45質量%未満であっても(c

10

【0034】

さらに説明すると、バルクRH拡散源がDyFe合金の場合、Dy含有量が59.26質量%(DyFe₂化合物相(モル比)におけるDyの質量含有比率)よりも多いと、バルクRH拡散源は、DyFe₂化合物相(モル比)とDy相あるいはDyFe₂化合物相(モル比)とDyに富む相から構成されることとなる。DyFe合金は、890に共晶点を有するため、前記バルクRH拡散源を890よりも高い温度に加熱すると液相が生成する。この液相の生成がバルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石との溶着に関係しているものと考えられる。例えば、組成がDy₈₈Fe₁₂(質量%)のバルクRH拡散源

20

【0035】

従って、前記aの値が75質量%以下(cの値が25質量%以上)であれば、バルクRH拡散源中に高融点のDyFe₂化合物相(モル比)が多く存在するため、RH供給拡散処理時に液相が多少存在していても、実質的にはR-T-B系焼結磁石とほとんど溶着は起こらない。

【0036】

このように、aの値を45質量%以上75質量%以下(cの値を25質量%以上55質量%以下)とすることにより、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石との溶着を防止することができる。そのため、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石素材とを間隔をあけずに隣接配置することが可能となり、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量を増加させることができる。また、バルクRH拡散源は、R-T-B系焼結磁石素材との溶着が防止されているので再利用が可能となり、量産規模の実施において製造コストの低減を図ることができる。

30

【0037】

前記の通り、RHの一部はRL(Ndおよび/またはPr)で置換することができる。例えば、aの値が70質量%、bの値が10質量%の場合、RH₇₀₋₁₀RL₁₀Fe₃₀(質量%)となる(dが0質量%の場合)。すなわち、RH₆₀RL₁₀Fe₃₀(

40

【0038】

RHの含有量は、RH供給拡散処理を繰り返し行うことにより減少することが避けられない。前記の通り、バルクRH拡散源がDyFe合金の場合、Dy含有量が59.26質量%よりも多いと、バルクRH拡散源は、DyFe₂化合物(モル比)とDy相あるいはDyFe₂化合物相(モル比)とDyに富む相から構成されるが、Dy含有量が59.26質量%以下になると、前記Dy相あるいはDyに富む相など、RH供給拡散処理時に液相となる相が少なくなり、RH供給拡散処理時に固相しか存在しない状態となる。この状態でRH供給拡散処理を行うと、バルクRH拡散源の表面近傍のDy含有量が徐々に減少していくため不均質な組織となり、このバルクRH拡散源を繰り返し再利用すると、繰り

50

返し回数が増えるにつれDyの供給量が低下していく。つまり、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用すると、繰り返し回数が増えるにつれRH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石のH_{cj}向上効果が低下することとなる。

【0039】

RHの一部をRLで置換することにより、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、RH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石において、安定したH_{cj}向上効果を得ることができる。これは、以下の理由によるものと考えられる。なお、以下の説明においては、RLがNdの場合について説明するが、RLがPrおよびNdとPrの場合も基本的に同じ理由による。

【0040】

NdとFeは化合物を形成し難く、例えば、NdFe₂（モル比）やNdFe₃（モル比）などの化合物相は形成されない。また、DyとFeの合金よりも低い温度で液相が生成する。従って、RH供給拡散処理時に液相が得られやすく、この液相が適量存在することにより、RH供給拡散処理時に、バルクRH拡散源の表面近傍のDy含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルクRH拡散源の内部組織が均質化される。これにより、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量のRHをR-T-B系焼結磁石素材に供給することができ、安定したH_{cj}向上効果を得ることができる。また、これにより、バルクRH拡散源中のRHを無駄なく使用することができる。

【0041】

また、例えば、焼結合金からなるバルクRH拡散源を準備する場合、RHの含有量が少なくなると（Feの含有量が増えると）、焼結時における液相の生成量が少なくなり焼結し難くなるが、RHをRLで置換することにより、液相の生成量が増え、焼結し易くなるという利点もある。

【0042】

bの値（RLの含有量）が20質量%を超えると、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石とが溶着する可能性が高くなるため好ましくない。従って、bの値は20質量%以下が好ましく、5質量%以上20質量%以下であることがより好ましい。RLはNdおよび/またはPrであるが、特にNdはR-T-B系焼結磁石素材を準備する工程において原料として使用するため、その原料を流用することによって、原料の調達コストなどを低減することができる。

【0043】

前記組成式において、Feの含有量はc-dで表され、cの値は25質量%以上55質量%以下である。dの値はMの含有量であり0質量%以上15質量%以下である。つまり、Feの一部はM（Coおよび/またはAl）で置換することができる。なお、dの値が0質量%（Mの置換なし）の場合のcの限定理由は前記aの限定理由で述べた通りである。

【0044】

Feの一部をMで置換することにより、RH供給拡散処理時におけるバルクRH拡散源中の液相量が増えるため、バルクRH拡散源の表面近傍のDy含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルクRH拡散源の内部組織が均質化される。これにより、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量のRHをR-T-B系焼結磁石素材に供給することができ、安定したH_{cj}向上効果を得ることができる。また、バルクRH拡散源中のRHを無駄なく使用することができる。さらに、Co、Alは、R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程において原料として使用するため、その原料を流用することによって、原料の調達コストなどを低減することができる。

【0045】

Mとして、Coおよび/またはAlとともに、B、C、Mg、Si、P、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、Zr、Nb、Mo、Ag、In、Sn、Sb

10

20

30

40

50

、T e、H f、T a、W、A u、B i から選択される少なくとも一種が含有されてもよい。

【0046】

dの値(Mの含有量)が15質量%を超えると、MがC oの場合はバルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石が溶着する可能性が高くなり、MがA lの場合はRHの供給量が減少するため好ましくない。従って、dの値は15質量%以下が好ましく、5質量%以上15質量%以下であることがより好ましい。なお、例えば、aの値が70質量%、bの値が10質量%、cの値が30質量%、dの値が15質量%の場合、 $RH_{70-10}RL_{10}Fe_{30-15}M_{15}$ (質量%)となる。すなわち、 $RH_{60}RL_{10}Fe_{15}M_{15}$ (質量%)となる。

10

【0047】

前記の通り、バルクRH拡散源がDyFe合金の場合、Dy含有量が59.26質量%よりも多いと、バルクRH拡散源は、DyFe₂化合物(モル比)とDy相あるいはDyFe₂化合物相(モル比)とDyに富む相から構成されるが、RH(Dy)の一部をRL(例えばNd)で置換するとともに、Feの一部をCoで置換した場合は、バルクRH拡散源の構成相は、主として(DyNd)₃Co化合物相(モル比)と(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)となる。また、RH(Dy)の一部をRL(例えばNd)で置換するとともに、Feの一部をAlで置換した場合は、バルクRH拡散源の構成相は、主として(DyNd)₃Al化合物相(モル比)および/または(DyNd)₂Al化合物相(モル比)と、(DyNd)FeAl化合物相(モル比)となる。

20

【0048】

バルクRH拡散源には、製造上不可避に混入する不純物を許容することができる。

【0049】

本発明のバルクRH拡散源において、バルクとは、「塊状の結晶・固体など、3次元的な広がりを持ち、かさばった状態の物質。薄膜、粒体、粉末に対して用いられ、表面、界面、端の効果が無視できる状態にあるものをさす。」(岩波理化学辞典第5版)である。具体的には、圧粉体、鑄造合金、ロール急冷合金、焼結合金などである。以下、それぞれについて詳述する。

【0050】

圧粉体とは、粉末を圧縮して固めたものである。例えば、上述した組成のRHとFeの合金を所要粒度に粉砕した後、成形することによって準備することができる。比較的容易に準備することができるという長所はあるものの、強度が低いため取扱いを慎重に行う必要があり、また、圧粉体表面の粉末がR-T-B系焼結磁石と溶着することがあるという短所もある。

30

【0051】

鑄造合金とは、鑄型に溶湯を鑄造した合金であり、いわゆるインゴットである。所要形状の鑄型に鑄造したインゴットをそのまま加工せずにバルクRH拡散源として用いるという長所はあるものの、厚みを薄くするとひびや割れあるいは反りが発生するため、比較的厚みが厚いものしか準備できないという短所がある。厚みを薄くするには研削加工などを施せばよいが、加工に要するコストの増加などを招くとともに、加工屑に含まれるRHが無駄になり、RHの使用量削減を図ることができない。

40

【0052】

ロール急冷合金とは、溶湯を回転するロールに接触させて急冷し、薄板状の合金としたものである。合金を鑄造するという点では鑄造合金であるが、鑄型を用いずロールに接触させて凝固させるという点から、本発明では鑄造合金とロール急冷合金を区別している。ロール急冷合金によれば、比較的厚みが薄い板状の合金が直接得られるという長所がある。但し、インゴットのように鑄造のみで特定形状(例えば、矩形や円形)を形成することができない。従って、厚み以外の寸法調整には研削加工などが必要となり、コストの増加を招くとともに、加工屑に含まれるRHが無駄になり、RHの使用量削減を図ることができないという短所がある。また、ロール急冷合金は比較的厚みが薄いためひびや割れが

50

生じ易い。従って、大きな板状のバルクRH拡散源を準備することが困難であるという短所もある。

【0053】

焼結合金とは、粉末を成形、焼結したものであり、上述した組成のRHとFeの合金を所要粒度に粉砕した後、成形、焼結するか、あるいは上述した組成になるように所要粒度のRH粉末とFe粉末を混合し、混合粉末を成形、焼結することなどによって準備することができる。また、焼結合金の原料として、前記鑄造合金やロール急冷合金を用い、それらを粉砕、成形、焼結することによっても準備することができる。この場合、バルクRH拡散源としてそのままでは使用できない寸法や形状の鑄造合金またはロール急冷合金を焼結合金として活用することができ、製造コストを低減することができる。さらに、鑄造合金やロール急冷合金に、R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で使用する原料合金および/またはR-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で発生した自家発生屑を混合することにより、製造コストをさらに低減することができる。特に、R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で発生した自家発生屑を用いることにより、自家発生屑のリサイクルが可能となり、希少金属であるRHを再利用することができ、RHの使用量を削減することができる。なお、前記混合は、粉砕前の各合金、自家発生屑を混合した後粉砕してもよいし、粉砕後の各合金、自家発生屑を混合してもよい。

10

【0054】

焼結合金は加工せずにそのまま使用できるので、研削加工などを施す必要がなく、加工屑も発生しない。従って、加工コストを低減できるとともに加工屑に含まれるRHを無駄にすることがなく、RHの使用量削減を図ることができる。また、粉砕、成形、焼結に用いる設備は、R-T-B系焼結磁石素材の製造に用いる既存の設備をそのまま使用することができるので、新たな設備を用意する必要がなく、製造コストの増加なしで比較的容易に準備することができる。また、成形時の金型についても、RH供給拡散処理を行うR-T-B系焼結磁石素材を準備する工程で使用する金型を用いることにより、製造コストの低減を図ることができるなどの長所がある。また、厚みの調整が容易であり、比較的厚みが薄いものも容易に準備することができる。また、同じ形状、同じ厚みの寸法精度に優れたバルクRH拡散源を複数準備することが容易であるという長所もある。

20

【0055】

本発明のバルクRH拡散源としては、前記のいずれの状態のものも使用することができるが、R-T-B系焼結磁石との溶着の防止、バルクRH拡散源の繰り返し再利用を考慮した場合は、焼結合金、鑄造合金およびロール急冷合金のいずれかが好ましく、さらにRHの使用量削減および製造コストの低減などを考慮した場合は焼結合金が特に好ましい。

30

【0056】

バルクRH拡散源の大きさ(幅と長さ)は特に問わないが、RH供給拡散処理に際して隣接配置するR-T-B系焼結磁石素材と幅と長さが同じあるいはそれ以上であることが好ましい。

【0057】

バルクRH拡散源の厚みは特に問わないが、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量をさらに増加させるには、厚みは極力薄い方が望ましい。但し、繰り返し再利用する場合、厚みが厚いほど再利用できる回数も多くなる。これらを考慮すると、バルクRH拡散源の厚みは0.3mm以上5mm以下であることが好ましい。

40

【0058】

以下に、本発明のバルクRH拡散源を用いて、重希土類元素RHを供給、拡散することにより、R-T-B系焼結磁石の H_c を向上させる製造方法について説明する。

製造方法は、大まかに、

R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程、

バルクRH拡散源を準備する工程、

R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置する工程、

RH供給拡散処理する工程、

50

からなる。

バルクRH拡散源を準備する工程は前記の通りであるため、以下、それ以外の工程について説明する。

【0059】

[R - T - B系焼結磁石素材を準備する工程]

本発明において、R - T - B系焼結磁石素材（Rは希土類元素のうち少なくとも一種でありNdを必ず含む、Tは遷移金属元素のうち少なくとも一種でありFeを必ず含む）には、公知の組成、製造方法によって製造されたR - T - B系焼結磁石素材を用いることができる。

【0060】

[R - T - B系焼結磁石素材と前記バルクRH拡散源を隣接配置する工程]

前記R - T - B系焼結磁石素材と前記バルクRH拡散源をそれぞれ準備し、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置する。「隣接配置」とは、となり合っ

10

【0061】

て配置されていればよく、接触している必要はない。もちろん、本発明のバルクRH拡散源は、バルクであることならびにRHとFeの含有量を特定範囲とすることによって、R - T - B系焼結磁石と溶着し難くなっているため、接触していてもかまわない。

20

【0062】

例えば、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量増加に重点をおく場合は、バルクRH拡散源とR - T - B系焼結磁石素材とを間隔をあけずに接触させて隣接配置することが好ましい。また、後述するような処理ケースなどを用いて隣接配置工程における作業性向上などに重点をおく場合は、バルクRH拡散源やR - T - B系焼結磁石素材の装入、回収を容易にするために、接触しない程度に若干間隔をあけて隣接配置することが好ましい。

【0063】

いずれにしても、本発明のバルクRH拡散源は、R - T - B系焼結磁石と溶着し難く、溶着防止のために間隔をあけて配置する必要はないので、保持部材やスペーサなどは不要である。従って、前記特許文献1に比べ、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量を大幅に増加させることができ、量産規模の実施において製造コストの低減を図ることができる。

30

【0064】

図1は、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置した一例を示す説明図である。図1においては、R - T - B系焼結磁石素材1よりも若干大きな寸法のバルクRH拡散源2を用いている。図1に示すように、R - T - B系焼結磁石素材1とバルクRH拡散源2を隣接配置する。このとき、隣接配置後の両端はバルクRH拡散源2とすることが好ましい。すなわち、バルクRH拡散源2、R - T - B系焼結磁石素材1の順で交互に隣接配置し、最後はバルクRH拡散源2で終わることが好ましい。これによって、全てのR - T - B系焼結磁石素材1の両面からRHを供給することができる。なお、図1では図中左右方向（横方向）に隣接配置する例を示したが、同様な構成で図中上下方向（縦方法）に隣接配置してもかまわない。

40

【0065】

図2は、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置するための処理ケースの一例を示す説明図である。処理ケース3は一方に開口部（図2では手前側）を有し、天板の内側および底板の内側に同じ間隔で凹凸部が設けられている。図中、上下が凹部で形成される空間にバルクRH拡散源が、上下が凸部で形成される空間にR - T - B系焼結磁石素材が装入される。すなわち、凹部の幅（図中横方向の寸法）、凹部の長さ（図中奥

50

行方向の寸法)および凹部の高さ(図中縦方向の寸法)は、バルクRH拡散源の寸法(厚み、幅、長さ)とほぼ同じ寸法に設計されており、同様に、凸部の幅、凸部の長さおよび凸部の高さは、R-T-B系焼結磁石素材の寸法とほぼ同じ寸法に設計されている。

【0066】

図3は、処理ケース3の上下が凹部で形成される空間にバルクRH拡散源2を、上下が凸部で形成される空間にR-T-B系焼結磁石素材1を隣接配置した一例を示す説明図である。R-T-B系焼結磁石素材1とバルクRH拡散源2との間は、処理ケース3内への装入を容易にするために、接触しない程度に若干間隔があげられている。処理ケース3を用いることにより、容易にR-T-B系焼結磁石素材1とバルクRH拡散源2を隣接配置することができ、配置工程の作業性が大幅に向上し、生産効率を向上させることができる。また、R-T-B系焼結磁石素材1とバルクRH拡散源2を隣接配置後も持ち運びが容易であるため、処理ケース3を熱処理炉などの炉内に配置する作業も非常に容易になる。

10

【0067】

処理ケース3はMoなど、R-T-B系焼結磁石素材の製造方法で用いられている公知の焼結ケースや熱処理ケースと同様の材質を選定すればよい。また、処理ケース3の開口部は開放したままでよいし、蓋部材によって閉じてもよい。

【0068】

図2および図3においては、R-T-B系焼結磁石素材1よりも若干大きな寸法のバルクRH拡散源2を用いたが、双方が同じ寸法であってもかまわない。また、図2および図3においては、天板の内側および底板の内側に同じ間隔で凹凸部が設けられている処理ケース3を用いたが、凹凸部のないケースを用いて、同じ寸法のR-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を装入してもよい。

20

【0069】

[RH供給拡散処理する工程]

前記によって隣接配置されたR-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源は、圧力50Pa以下の減圧雰囲気下、800以上1000以下の温度に加熱する。この加熱によって、バルクRH拡散源中のRHを気化させ、該RHをR-T-B系焼結磁石素材の表面に供給しつつ、R-T-B系焼結磁石素材の内部に拡散させる。本発明では、これをRH供給拡散処理という。

【0070】

RH供給拡散処理において、処理中の雰囲気は減圧雰囲気とし、圧力は50Pa以下が好ましい。圧力が50Paを超えるとR-T-B系焼結磁石素材に供給されるRH量が少なくなりRH供給拡散処理に時間を要するため好ましくない。圧力の下限は特に限定されないが、バルクRH拡散源から極微量気化するRLやMを極力抑制するために、0.001Pa以上にすることが好ましい。また、RHの含有量が多く温度が高いとき、圧力が低いとRHの供給が過多となり、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石が溶着し易い状態となる場合があるが、その際は、処理中の温度を低めに設定し、RHの供給を少なくすればよい。

30

【0071】

RH供給拡散処理において、処理中の温度は800以上1000以下であることが好ましい。800未満ではR-T-B系焼結磁石素材に供給されるRH量が少なくなりRH供給拡散処理に時間を要するため好ましくない。一方、1000を超えると粒内拡散を生じ易い状態となるため好ましくない。より好ましい温度は900以上950以下であり、前記圧力条件との組み合わせにより、粒内拡散を生じずに短時間でRH供給拡散処理を行うことができる。

40

【0072】

RH供給拡散処理において、処理時間は特に問わない。R-T-B系焼結磁石素材およびバルクRH拡散源の装入量、形状、処理圧力、処理温度などによって変化するためである。但し、処理時間が長すぎると製造コストの増加を招くため、好ましくは10分から24時間程度、さらに好ましくは1時間から6時間程度で処理できるように、前記条件を設

50

定することが望ましい。

【0073】

RH供給拡散処理を行う熱処理炉は、R-T-B系焼結磁石素材の製造に用いる既存の熱処理炉などを使用することができる。従って、大がかりな設備や新たな設備を用いる必要がない。

【0074】

[RH拡散処理]

前記RH供給拡散処理によって、バルクRH拡散源中のRHを気化させ、気化したRHをR-T-B系焼結磁石素材の表面に供給しつつ、R-T-B系焼結磁石素材の内部に拡散させることができ、R-T-B系焼結磁石の B_r の低下を抑制しつつ H_c を向上させることができるが、前記RH供給拡散処理によってR-T-B系焼結磁石内部に供給されたRHをさらに内部へ拡散させる目的で、以下に説明するRH拡散処理を行ってもよい。

10

【0075】

RH拡散処理は、RH供給拡散処理を実施した後、バルクRH拡散源からRHの供給を行わずに加熱を行うことをいう。例えば、RH供給拡散処理を実施した後、引き続きRH拡散処理を行う場合は、バルクRH供給源からRHが供給されない圧力（例えば50Paを超える圧力）とし、好ましくは700以上1000以下、より好ましくは800以上950以下で実施する。あるいは、RH供給拡散処理を実施した後、R-T-B系焼結磁石のみを回収した場合は、当該R-T-B系焼結磁石に対して、大気圧以下の真空または不活性ガス雰囲気中で、好ましくは700以上1000以下、より好ましくは800以上950以下でRH拡散処理を実施する。RH拡散処理の処理時間は、例えば10分から24時間程度、より好ましくは1時間から6時間程度である。RH拡散処理により、R-T-B系焼結磁石内においてRHの拡散が生じ、表層付近に供給されたRHがさらに奥深くに拡散し、磁石全体として H_c を高めることが可能になる。

20

【0076】

[熱処理]

前記RH供給拡散処理後あるいはRH拡散処理後に、R-T-B系焼結磁石の磁石特性向上を目的として行う熱処理を施してもよい。この熱処理は、公知のR-T-B系焼結磁石素材の製造方法において、焼結後に実施される熱処理と同様である。熱処理雰囲気、熱処理温度などは、公知の条件を採用すればよい。

30

【0077】

[バルクRH拡散源の繰り返し再利用]

本発明のバルクRH拡散源は、R-T-B系焼結磁石との溶着が防止されているので再利用が可能となる。以下に、バルクRH拡散源を繰り返し再利用する方法の一例を説明する。

【0078】

まず、前記R-T-B系焼結磁石素材を準備する工程、バルクRH拡散源を準備する工程、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置する工程、RH供給拡散処理する工程を実施する。その後、RH供給拡散処理後の既使用バルクRH拡散源を回収する。そして、新たなR-T-B系焼結磁石素材を準備し、その新たなR-T-B系焼結磁石素材と既使用バルクRH拡散源を隣接配置し、次いで、前記RH供給拡散処理する工程を実施する。

40

【0079】

また、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置する工程において処理ケースを用いた場合は、前記RH供給拡散処理工程を実施した後、処理ケース内からRH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石のみを回収し、処理ケース内に既使用バルクRH拡散源のみを残した状態とする。図4は、図2に示す処理ケース3を用いて、図3のようにR-T-B系焼結磁石素材1とバルクRH拡散源2を隣接配置し、RH供給拡散処理する工程を実施した後、処理ケース3内からRH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石のみを回収した状態の一例を示す説明図である。図4に示すように、処理ケース3内には、

50

既使用バルクRH拡散源4のみが、RH供給拡散処理前に配置されていた位置のままに残された状態となっている。次に、新たなR-T-B系焼結磁石素材を準備し、先に回収したRH供給拡散処理後のR-T-B系焼結磁石が元々配置されていた処理ケース内の位置に新たなR-T-B系焼結磁石素材を装入し、処理ケース内に新たなR-T-B系焼結磁石素材と加熱後の既使用バルクRH拡散源を隣接配置する。そして、前記RH供給拡散処理する工程を実施する。

【0080】

以上の方法によれば、バルクRH拡散源を繰り返し再利用することが可能となり、製造コストをさらに低減することができる。また、処理ケースを用いることによって、バルクRH拡散源を繰り返し再利用する工程における作業性を向上させることができ、生産効率の向上を図ることができる。

10

【0081】

さらに、本発明のバルクRH拡散源を用いることにより、従来、割れや欠けの発生によりRH供給拡散処理が困難であった大型のR-T-B系焼結磁石を、割れや欠けの発生を防止し、量産規模で製造することができる。すなわち、特許文献3の方法は、大がかりな装置が必要にはなるものの、量産規模での実施には適しており、RH拡散源の再利用も可能である。しかし、特許文献3の方法では、処理室を回転させてR-T-B系焼結磁石素材とRH拡散源を移動させるため、焼結磁石素材同士あるいは処理室内壁との衝突により、焼結磁石素材に割れや欠けが生じる恐れがある。特に、寸法や重量が大きい大型のR-T-B系焼結磁石素材を処理する場合は、衝突エネルギーも大きくなるため、より一層割れや欠けが発生し易くなる。

20

【0082】

これに対して、本発明のバルクRH拡散源を用いると、前記の通り、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石素材とを間隔をあけずに隣接配置することができるので、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量を増加させることができ、量産規模での実施に好適である。また、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源は隣接配置された状態でRH供給拡散処理されるため、処理中に割れや欠けが発生することがない。また、予め隣接配置した状態で運搬することにより、熱処理炉への装入、取り出し時などにおいても割れや欠けの発生を防止することができる。さらに、RH供給拡散処理する工程において処理ケースを用いると、作業性の向上を図りながらR-T-B系焼結磁石素材の割れや欠けを防止することが可能となる。

30

【実施例】

【0083】

本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はそれらに限定されるものではない。

【0084】

実施例1

組成が $\text{Nd}_{30.8}\text{B}_{0.96}\text{Co}_{0.89}\text{Al}_{0.1}\text{Cu}_{0.09}\text{Ga}_{0.1}$ 残部Fe (質量%) からなる、厚み3.5mm×幅100mm×長さ90mmのR-T-B系焼結磁石素材を準備した。磁石特性は、 $B_r = 1.43\text{T}$ 、 $H_{cJ} = 930\text{kA/m}$ であった。なお、前記磁石特性は、磁石特性向上を目的として行う熱処理後の特性値である。

40

【0085】

組成が $\text{Dy}_{70}\text{Fe}_{30}$ (質量%) からなり、表1に示す状態、寸法、個数の記号AからDのバルクRH拡散源を準備した。記号Aの圧粉体は、ストリップキャスト法によって得られた厚み0.3mmの薄板を $425\mu\text{m}$ 以下に粉碎し、 2ton/cm^2 の圧力で成形することによって準備した。記号Bの鑄造合金は、厚み6.5mm×幅107mm×長さ95.5mmの鑄造合金を切断加工および研削加工することによって準備した。記号Cのロール急冷合金は、ストリップキャスト法によって得られた厚み0.5mmの不定形の薄板から、幅および長さが大きいものを選択し切断加工することによって準備した。記号Dの焼結合金は、厚み45mm×幅150mm×長さ220mmの鑄造合金に、水素粉砕

50

を施し $149\ \mu\text{m}$ 以下に粉碎した後、 $2\ \text{ton}/\text{cm}^2$ の圧力で成形し、得られた成形体を 1080 で4時間焼結することによって準備した。なお、水素粉碎は、大気圧 $\sim 500\ \text{kPa}$ の圧力で水素を導入する水素吸蔵を1.5時間行い、水素を放出後、減圧雰囲気中で 550 に加熱する脱水素を4時間行った。

【0086】

【表1】

バルクRH拡散源					
記号	状態	厚み (mm)	幅 (mm)	長さ (mm)	準備個数 (個)
A	圧粉体	3	105	93	2
B	鑄造合金	5	105	93	2
C	ロール急冷合金	0.5	52.5	46.5	8
D	焼結合金	2.5	105	93	2

10

【0087】

前記 R - T - B 系焼結磁石素材の両面に前記 A から D のバルク RH 拡散源を間隔をあけずに接触させて隣接配置した。なお、記号 C のロール急冷合金は、片面につき4枚並べて、厚み $0.5\ \text{mm}$ \times 幅 $105\ \text{mm}$ \times 長さ $93\ \text{mm}$ となるようにした。

【0088】

両面に記号 A から D のバルク RH 拡散源が隣接配置された R - T - B 系焼結磁石素材を、熱処理炉内へ装入し、圧力 $0.1\ \text{Pa}$ の真空雰囲気下で 900 の温度で4時間 RH 供給拡散処理を行った。その後炉内を冷却し、R - T - B 系焼結磁石のみを取り出した。RH 供給拡散処理後の R - T - B 系焼結磁石に、前記 R - T - B 系焼結磁石素材に施した磁石特性向上を目的として行う熱処理と同じ熱処理を施した後、それぞれの R - T - B 系焼結磁石の両面を $0.1\ \text{mm}$ ずつ研削した。両面研削後の R - T - B 系焼結磁石から厚み $3.3\ \text{mm}$ \times 幅 $7\ \text{mm}$ \times 長さ $7\ \text{mm}$ の R - T - B 系焼結磁石を切り出し、B - H トレーサによって磁石特性を測定した。測定結果を表2の拡散源1回使用として示す。

20

【0089】

次に、RH 供給拡散処理を行っていない新たな R - T - B 系焼結磁石素材の両面に RH 供給拡散処理を1回行った既使用バルク RH 拡散源を間隔をあけずに接触させて隣接配置した後、熱処理炉内へ装入し、圧力 $0.1\ \text{Pa}$ の真空雰囲気下で 900 の温度で4時間 RH 供給拡散処理を行った。このような RH 供給拡散処理を通算5回繰り返し、同じバルク RH 拡散源を5回繰り返し再利用した。5回目の RH 供給拡散処理後の R - T - B 系焼結磁石に、前記 R - T - B 系焼結磁石素材に施した磁石特性向上を目的として行う熱処理と同じ熱処理を施した後、それぞれの R - T - B 系焼結磁石の両面を $0.1\ \text{mm}$ ずつ研削した。両面研削後の R - T - B 系焼結磁石から厚み $3.3\ \text{mm}$ \times 幅 $7\ \text{mm}$ \times 長さ $7\ \text{mm}$ の R - T - B 系焼結磁石を切り出し、B - H トレーサによって磁石特性を測定した。測定結果を表2の拡散源使用5回目として示す。

30

【0090】

40

【表 2】

試料 No.	バルクRH拡散源		磁石特性			
			拡散源1回使用		拡散源5回使用	
	記号	状態	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)
1	A	圧粉体	1.43	1290	1.43	1040
2	B	鑄造合金	1.43	1310	1.43	1310
3	C	ロール急冷合金	1.43	1300	1.43	1280
4	D	焼結合金	1.43	1310	1.43	1320
(参考)R-T-B系焼結磁石素材			1.43	930	—	—

10

【0091】

表 2 に示すように、いずれのバルク RH 拡散源を使用した場合も、RH 供給拡散処理無し
の R - T - B 系焼結磁石素材に比べ、 B_r の低下を抑制しつつ H_{cJ} が向上している。
但し、試料 No. 1 のバルク RH 拡散源として記号 A の圧粉体を用いた場合は、5 回繰り
返し再利用することにより H_{cJ} の向上効果が若干低下している。

【0092】

このように、バルク RH 拡散源として、圧粉体、鑄造合金、ロール急冷合金および焼結
合金のいずれを使用しても、 B_r の低下を抑制しつつ H_{cJ} が向上するという効果が得ら
れる。但し、圧粉体では 5 回繰り返し再利用により H_{cJ} の向上効果が若干低下してい
ることから、多数回の繰り返し再利用するのは難しいと考えられ、圧粉体の製造方法など
の改良が必要である。また、鑄造合金は、RH 供給拡散処理時における単位体積当たりの処
理量を増加させるには所要形状に加工する必要がある、加工に要するコストの増加などを
招くとともに、加工屑に含まれる RH が無駄になり、RH の使用量削減を図ることができ
ない。ロール急冷合金は、所要寸法に加工する必要があるとともに、大きな寸法を一枚で
準備することができないため、配置工程に手間を要し、また、ひびや割れが生じ易いため
、取扱いが非常に困難である。

20

【0093】

従って、バルク RH 拡散源の繰り返し再利用を考慮した場合は、焼結合金、鑄造合金お
よびロール急冷合金のいずれかが好ましく、さらに製造コストの低減および生産効率の向
上などを考慮した場合は焼結合金が好ましい。特に、焼結合金は、原料合金を粉碎、成形
、焼結するため、原料合金の大きさや形状を問わない。また、研削や切断などの機械加工
が不要となるため、加工屑に含まれる RH を無駄にすることがなく、RH の使用量削減を
図ることができるとともに、製造コストを大幅に低減することができる。

30

【0094】

実施例 2

組成が $Nd_{30.8}B_{0.96}Co_{0.89}Al_{0.1}Cu_{0.09}Ga_{0.1}$ 残部 Fe (質量%) からなる、厚み 3.5 mm × 幅 20 mm × 長さ 30 mm の R - T - B 系焼結
磁石素材を準備した。磁石特性は、 $B_r = 1.43 T$ 、 $H_{cJ} = 930 kA/m$ であった
。なお、前記磁石特性は、磁石特性向上を目的として行う熱処理後の特性値である。

40

【0095】

バルク RH 拡散源として、表 3 に示す組成の記号 E から J の焼結合金をそれぞれ 2 個準
備した。バルク RH 拡散源の寸法はいずれも厚み 2.5 mm × 幅 22 mm × 長さ 32 mm
である。記号 E から J の焼結合金は、厚み 0.3 mm のロール急冷合金に、水素粉砕法を
施し 212 μm 以下に粉砕した後、2 ton/cm² の圧力で成形し、得られた成形体を
、焼結合金の組成に応じて 1020 ~ 1200 で 4 時間焼結することによって準備し
た。水素粉砕は実施例 1 と同様の条件で行った。

【0096】

50

前記 R - T - B 系焼結磁石素材の両面に前記 E から J のバルク R H 拡散源を、間隔をあけずに接触させて隣接配置した。隣接配置後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石素材を、表 3 に示す処理温度にする以外は実施例 1 と同様な条件で R H 供給拡散処理および熱処理を行った。得られた R - T - B 系焼結磁石の磁石特性を実施例 1 と同様な条件で測定した。測定結果を表 3 に示す。また、R H 供給拡散処理後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石との溶着状態を確認した。その結果を表 3 に示す。また、R H 供給拡散処理における Dy 使用量 (バルク R H 拡散源の減少重量 × 100 / R H 供給拡散処理前の R - T - B 系焼結磁石素材重量) を表 3 に示す。

【0097】

【表 3】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理温度 (°C)	磁石特性		溶着有無	Dy 使用量 (質量%)	備考
	記号	組成 (質量%)	状態		B _r (T)	H _{cj} (kA/m)			
5	E	Dy ₃₀ Fe ₇₀	焼結合金	900	1.43	1100	無	0.21	比較例
6	E	Dy ₃₀ Fe ₇₀	焼結合金	930	1.43	1140	無	0.24	比較例
7	F	Dy ₄₅ Fe ₅₅	焼結合金	900	1.43	1200	無	0.29	本発明
8	F	Dy ₄₅ Fe ₅₅	焼結合金	930	1.43	1280	無	0.38	本発明
9	G	Dy ₆₀ Fe ₄₀	焼結合金	900	1.43	1280	無	0.35	本発明
10	H	Dy ₇₀ Fe ₃₀	焼結合金	900	1.43	1310	無	0.43	本発明
11	I	Dy ₇₅ Fe ₂₅	焼結合金	900	1.43	1340	無	0.50	本発明
12	J	Dy ₈₀ Fe ₂₀	焼結合金	900	測定不能		有	—	比較例
(参考) R-T-B系焼結磁石素材					1.43	930			

【0098】

表 3 に示すように、バルク R H 拡散源の Dy 含有量が増加するにつれ R - T - B 系焼結磁石の H_{cj} が向上していることが分かる。また、本発明によれば、バルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石との溶着が無いので、バルク R H 拡散源を再利用することが可能である。一方、記号 E のバルク R H 拡散源を用いた試料 No. 5、6 はバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石との溶着は無いものの、バルク R H 拡散源の Dy 含有量が少ないため、本実施例による R H 供給拡散処理の条件 (900 および 930、4 時間) では、R - T - B 系焼結磁石素材に供給される R H 量が少なく、H_{cj} はあまり向上していない。また、記号 J のバルク R H 拡散源を用いた試料 No. 12 はバルク R H 拡散源の Dy 含有量が多いため、バルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石が強固に溶着していた。そのため、バルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかった。また、バルク R H 拡散源の再利用も不可能であった。

【0099】

比較例 1

実施例 2 と同じ R - T - B 系焼結磁石素材を準備し、バルク R H 拡散源として、表 4 に示す組成の記号 K および L の鑄造合金ならびに記号 M の Dy 箔をそれぞれ 2 個準備した。記号 K および L の鑄造合金の寸法は厚み 2.5 mm × 幅 22 mm × 長さ 32 mm である。記号 M の Dy 箔の寸法は厚み 0.025 mm × 幅 20 mm × 長さ 30 mm とし、R - T - B 系焼結磁石素材と同じ幅と長さにした。記号 K および L の鑄造合金は、実施例 1 の鑄造合金と同様に、厚み 6.5 mm × 幅 107 mm × 長さ 95.5 mm の鑄造合金を切断加工および研削加工することによって準備した。記号 M の Dy 箔は市販品を購入した。なお、表 4 のバルク R H 拡散源の組成において、Dy₁₀₀ (質量%) とは Dy メタル (純 Dy) のことである。

【0100】

10

20

30

40

50

前記 R - T - B 系焼結磁石素材の両面に記号 K、L、M のバルク R H 拡散源を、間隔をあけずに接触させて隣接配置した。隣接配置後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石素材を、表 4 に示す処理温度にする以外は実施例 1 と同様な条件で R H 供給拡散処理および熱処理を行った。得られた R - T - B 系焼結磁石の磁石特性を実施例 1 と同様な条件で測定した。測定結果を表 4 に示す。また、R H 供給拡散処理後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石との溶着状態の確認結果を表 4 に示す。また、R H 供給拡散処理における Dy 使用量を表 4 に示す。

【 0 1 0 1 】

【 表 4 】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理温度 (°C)	磁石特性		溶着有無	Dy 使用量 (質量%)
	記号	組成 (質量%)	状態		B _r (T)	H _{cj} (kA/m)		
13	K	Dy ₉₅ Fe ₅	鑄造合金	900	測定不能		有	—
14	L	Dy ₁₀₀	鑄造合金	900	測定不能		有	—
15	M	Dy ₁₀₀	箔	900	1.40	1320	有	1.63
(参考)R・T・B系焼結磁石素材					1.43	930		

10

【 0 1 0 2 】

表 4 から明らかなように、試料 No. 13 から 15 のように Dy の含有量が多い場合、バルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石が溶着する。試料 No. 13、14 はバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかった。試料 No. 15 については、実施例 1 と同様に R - T - B 系焼結磁石の両面を 0.1 mm ずつ研削した後、磁石特性を測定した。なお、試料 No. 15 の Dy 使用量 (バルク R H 拡散源の減少重量 × 100 / R H 供給拡散処理前の R - T - B 系焼結磁石素材重量) は、「R H 供給拡散処理前の箔の重量 = 減少重量」とした値である。すなわち、全ての箔が R - T - B 系焼結磁石素材の表面に供給されたとみなした。

20

【 0 1 0 3 】

前記実施例 2 の通り、Dy 含有量が増加するにつれ R - T - B 系焼結磁石の H_{cj} は向上している。従って、実施例 2 の試料 No. 11 (バルク R H 拡散源の組成が Dy₇₅Fe₂₅ (質量%)、H_{cj} = 1340 kA/m) の H_{cj} よりも試料 No. 15 (バルク R H 拡散源の組成が Dy₁₀₀ (質量%)) の H_{cj} の方が高くなると考えられる。しかし、表 4 に示す通り、H_{cj} は若干減少しており、B_r も低下している。これは、R - T - B 系焼結磁石素材と Dy 含有量が高いバルク R H 拡散源とが接触して隣接配置された場合、Dy が過剰供給となり、表層領域において粒内拡散が生じるためである。つまり、粒内拡散に消費される Dy 量だけ粒界拡散に消費される Dy が減少することとなり、H_{cj} はあまり向上せず、粒内拡散により B_r が低下している。

30

【 0 1 0 4 】

前記の通り、R - T - B 系焼結磁石において B_r の低下を抑制しつつ H_{cj} を向上させるには、粒界拡散によって R₂T₁₄B 相 (モル比) 外殻部の軽希土類元素を Dy で置換すればよく、R₂T₁₄B 相 (モル比) の中心部まで置換する必要はない。R₂T₁₄B 相 (モル比) の中心部まで置換すると B_r が低下する。従って、試料 No. 15 の R - T - B 系焼結磁石のように、粒内拡散が生じているということは、Dy を無駄に使用していることとなる。これは、表 4 の Dy 使用量からも明らかであり、試料 No. 15 は、Dy 使用量が 0.50 質量% の試料 No. 11 よりも H_{cj} および B_r が低いにもかかわらず、Dy を 1.63 質量% 使用している。つまり、約 3 分の 2 (1.13 質量%) の Dy が無駄に消費されていることになる。

40

【 0 1 0 5 】

このように、Dy 含有量が高いバルク R H 拡散源を R - T - B 系焼結磁石素材と接触さ

50

せて隣接配置すると、R - T - B系焼結磁石素材の表層領域において粒内拡散が生じ、 B_r が低下するとともに、 H_{cJ} もあまり向上しない。また、希少金属であるDyを無駄に消費することになる。本発明によれば、バルクRH拡散源におけるRH含有量が45質量%以上75質量%以下であるため、間隔をあけずに接触させて隣接配置しても、RHが過剰供給されず、R - T - B系焼結磁石素材の表層領域で粒内拡散が生じることを防止できるとともに、希少金属であるRHの使用量を削減することができる。

【0106】

比較例2

実施例2と同じR - T - B系焼結磁石素材を準備し、バルクRH拡散源として、表5に示す組成の記号NおよびLの鑄造合金をそれぞれ2個準備した。記号Lの鑄造合金は比較例1の記号Lの鑄造合金と同じである。寸法はいずれも厚み2.5mm×幅22mm×長さ32mmである。記号Nの鑄造合金は、実施例1の鑄造合金と同様に、厚み6.5mm×幅107mm×長さ95.5mmの鑄造合金を切断加工および研削加工することによって準備した。

10

【0107】

図7に示すように、処理室内に、Nb製の網からなる保持部材上にR - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源をそれぞれ載置し、スペーサによってR - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを5mmの間隔をあけて配置した。次いで、処理室内を表5に示す処理温度にする以外は実施例1と同様な条件でRH供給拡散処理および熱処理を行った。得られたR - T - B系焼結磁石の磁石特性を実施例1と同様な条件で測定した。測定結果を表5に示す。また、RH供給拡散処理後のバルクRH拡散源とR - T - B系焼結磁石との溶着状態の確認結果を表5に示す。また、RH供給拡散処理におけるDy使用量を表5に示す。

20

【0108】

【表5】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理 温度 (°C)	磁石特性		溶着 有無	Dy 使用量 (質量%)
	記号	組成 (質量%)	状態		B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)		
16	N	Dy ₈₀ Fe ₂₀	鑄造合金	900	1.41	1310	無	0.86
17	N	Dy ₈₀ Fe ₂₀	鑄造合金	880	1.42	1230	無	0.62
18	L	Dy ₁₀₀	鑄造合金	880	1.41	1340	無	1.04
(参考)R-T-B系焼結磁石素材					1.43	930		

30

【0109】

本比較例は、特許文献1の方法を再現したものである。特許文献1においては、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを間隔をあけて配置することにより、R - T - B系焼結磁石とバルクRH拡散源との溶着を防止することができる。しかしながら、図7からも明らかのように、間隔をあけて配置するため、単位体積当たりの処理量を多くすることができない。

40

【0110】

但し、比較例2の方法では、表5に示すようにDy使用量が比較的多い。試料No.16と実施例2の試料No.10とを比較すれば明らかのように、同じ H_{cJ} であるにもかかわらず、試料No.10のDy使用量(0.43質量%)よりも試料No.16のDy使用量(0.86質量%)の方が多い。これは、RH供給拡散処理時に用いるNb製からなる保持部材やスペーサなどにもバルクRH拡散源から気化したRHが付着しているためであると考えられる。つまり、約2分の1(0.43質量%)のDyを、保持部材やスペーサなどへの付着によって無駄に消費していることになる。

【0111】

50

このように、R - T - B系焼結磁石素材とDy含有量が高いバルクRH拡散源とを間隔をあけて配置することにより、RH供給拡散処理後におけるR - T - B系焼結磁石とバルクRH拡散源との溶着を防止することができるが、保持部材やスペーサなどへの付着によってDyを無駄に消費することになる。

【0112】

本発明によれば、バルクRH拡散源におけるRH含有量が45質量%以上75質量%以下とすることによってR - T - B系焼結磁石と溶着し難くなっているため、R - T - B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを間隔をあけずに隣接配置することが可能となり、RH供給拡散処理時における単位体積当たりの処理量を増加させることができる。また、保持部材やスペーサなどが不要なため、Dyを無駄に消費することがない。従って、希少金属であるRHの使用量を削減することができる。

10

【0113】

実施例3

実施例2と同じR - T - B系焼結磁石素材を準備し、バルクRH拡散源として、実施例2にて使用した記号Gの焼結合金と、表6に示す組成の記号OからRの焼結合金、ならびに表6に示す組成の記号SからUの鑄造合金をそれぞれ2個準備した。バルクRH拡散源の寸法はいずれも厚み2.5mm×幅22mm×長さ32mmである。記号OからRの焼結合金は、記号Gと同じ方法により準備した。また、記号SからUの鑄造合金は、厚み6.5mm×幅107mm×長さ95.5mmの鑄造合金を切断加工および研削加工することによって準備した。

20

【0114】

前記R - T - B系焼結磁石素材の両面に記号Gおよび記号O～UのバルクRH拡散源を間隔をあけずに接触させて隣接配置した。隣接配置後のバルクRH拡散源とR - T - B系焼結磁石素材を表6に示す処理温度にする以外は実施例1と同様な条件でRH供給拡散処理を通算15回繰り返し、同じバルクRH拡散源を15回繰り返し再利用した。バルクRH拡散源再利用1回目と15回目のR - T - B系焼結磁石に実施例1と同じ熱処理を施した後、実施例1と同様な条件で磁石特性を測定した。測定結果を表6に示す。また、RH供給拡散処理後のバルクRH拡散源とR - T - B系焼結磁石との溶着状態の確認結果を表6に示す。

30

【0115】

【表6】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理 温度 (°C)	磁石特性				溶着 有無	備考
	記号	組成 (質量%)	状態		拡散源1回使用		拡散源15回使用			
					B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)	B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)		
19	G	Dy ₆₀ Fe ₄₀	焼結合金	900	1.43	1280	1.43	1210	無	実施例
20	O	Dy ₆₀ Nd ₅ Fe ₃₅	焼結合金	900	1.43	1320	1.43	1330	無	実施例
21	P	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₃₀	焼結合金	900	1.43	1330	1.43	1330	無	実施例
22	Q	Dy ₄₇ Nd ₁₈ Fe ₃₅	焼結合金	900	1.43	1290	1.43	1280	無	実施例
23	R	Dy ₄₇ Nd ₂₄ Fe ₂₉	焼結合金	900	測定不能		再使用不可		有	比較例
24	S	Dy ₇₀ Nd ₃₀	鑄造合金	850	測定不能		再使用不可		有	比較例
25	T	Dy ₆₀ Nd ₄₀	鑄造合金	850	測定不能		再使用不可		有	比較例
26	U	Dy ₅₀ Nd ₅₀	鑄造合金	850	測定不能		再使用不可		有	比較例
(参考)R-T-B系焼結磁石素材					1.43	930				

40

【0116】

表6に示すように、試料No.19のDyFe合金からなる記号GのバルクRH拡散源

50

を用いた場合、バルクRH拡散源を15回繰り返し再利用すると、 H_c の向上効果が若干低下している。これに対して、試料No. 20から22のようにDyの一部をNdで置換したバルクRH拡散源を用いた場合は、バルクRH拡散源を15回繰り返し再利用しても、 H_c はほとんど変化しない。すなわち、RHの一部をRLで置換することにより、繰り返し回数にかかわらず、RH供給拡散処理後のR-T-B焼結磁石において、安定した H_c 向上効果を得ることができる。

【0117】

但し、試料No. 23のように、RLの含有量が20質量%を超えると、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石とが溶着し、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかった。そのため、バルクRH拡散源を繰り返し再利用することができなかった。これは、RH供給拡散処理時にバルクRH拡散源中の液相生成量が多くなり過ぎたためであると考えられる。

10

【0118】

また、試料No. 24から26のように、バルクRH拡散源にFeを含有しない場合、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石とが溶着し、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかった。そのため、バルクRH拡散源を繰り返し再利用することができなかった。これは、バルクRH拡散源中に、 $DyFe_2$ 化合物(モル比)などの高融点金属間化合物が存在しないためである。従って、このようなバルクRH拡散源では、前記比較例2に示した特許文献1のように、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源とを間隔をあけて配置しなければならず単位体積当たりの処理量を多くすることができない。

20

【0119】

なお、試料No. 19と試料No. 21について、RH供給拡散処理を通算15回繰り返した後(両面0.1mmづつの研削無し)のR-T-B系焼結磁石の成分分析を行った結果、Ndの含有量はいずれも30.5質量%であった。すなわち、RH供給拡散処理時には、バルクRH拡散源中のRH(Dy)のみが気化してR-T-B系焼結磁石素材に供給され、RL(Nd)はバルクRH拡散源中に残ったままとなる。このNdが存在することにより、RH供給拡散処理時に、バルクRH拡散源の表面近傍のDy含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルクRH拡散源の内部組織が均質化される。これにより、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量のRHをR-T-B系焼結磁石素材に供給することができ、安定した H_c 向上効果を得ることができ、また、バルクRH拡散源中のRHを無駄なく使用することができる。

30

【0120】

実施例4

実施例2と同じR-T-B系焼結磁石素材を準備し、バルクRH拡散源として、実施例3にて使用した記号Pの焼結合金と、表7に示す組成の記号VからZおよびイの焼結合金、ならびに表7に示す組成の記号口からニの鑄造合金をそれぞれ2個準備した。バルクRH拡散源の寸法はいずれも厚み2.5mm×幅22mm×長さ32mmである。記号VからZおよびイの焼結合金は、記号Pと同じ方法により準備した。また、記号口からニの鑄造合金は、厚み6.5mm×幅107mm×長さ95.5mmの鑄造合金を切断加工および研削加工することによって準備した。

40

【0121】

前記R-T-B系焼結磁石素材の両面に記号PおよびV~ZならびにイからニのバルクRH拡散源を間隔をあけずに接触させて隣接配置した。隣接配置後のバルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石素材を表7に示す処理温度にする以外は実施例1と同様な条件でRH供給拡散処理を通算25回繰り返し、同じバルクRH拡散源を25回繰り返し再利用した。バルクRH拡散源再利用1回目と25回目のR-T-B系焼結磁石に実施例1と同じ熱処理を施した後、実施例1と同様な条件で磁石特性を測定した。測定結果を表7に示す。また、RH供給拡散処理後のバルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石との溶着状態の

50

確認結果を表 7 に示す。

【 0 1 2 2 】

【 表 7 】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理 温度 (°C)	磁石特性				溶着 有無	備考
	記号	組成 (質量%)	状態		拡散源1回使用		拡散源25回使用			
					B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)	B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)		
27	P	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₃₀	焼結合金	900	1.43	1330	1.43	1260	無	実施例
28	V	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₁₅ Co ₁₅	焼結合金	900	1.43	1270	1.43	1300	無	実施例
29	V	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₁₅ Co ₁₅	焼結合金	920	1.43	1340	1.43	1340	無	実施例
30	W	Dy ₆₀ Nd ₁₅ Fe ₁₅ Al ₁₀	焼結合金	900	1.43	1290	1.43	1310	無	実施例
31	W	Dy ₆₀ Nd ₁₅ Fe ₁₅ Al ₁₀	焼結合金	920	1.43	1350	1.43	1360	無	実施例
32	X	Dy ₅₅ Nd ₁₀ Fe ₃₀ Co ₅	焼結合金	910	1.43	1290	1.43	1290	無	実施例
33	Y	Dy ₅₅ Nd ₁₅ Fe ₂₅ Al ₅	焼結合金	910	1.43	1310	1.43	1300	無	実施例
34	Z	Dy ₆₀ Nd ₂₀ Fe ₁₅ Co ₅	焼結合金	900	測定不能		再使用不可		有	比較例
35	イ	Dy ₆₀ Nd ₂₀ Fe ₁₅ Al ₅	焼結合金	900	測定不能		再使用不可		有	比較例
36	ロ	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₈ Co ₂₂	鑄造合金	900	測定不能		再使用不可		有	比較例
37	ハ	Dy ₆₀ Nd ₁₅ Fe ₈ Al ₂₂	鑄造合金	930	1.42	1180	—	—	無	比較例
38	ニ	Dy ₆₇ Al ₃₃	鑄造合金	900	1.43	1150	—	—	無	比較例
(参考)R-T-B系焼結磁石素材					1.43	930				

10

20

【 0 1 2 3 】

表 7 に示すように、試料 No. 27 の Dy の一部を Nd で置換した焼結合金からなる記号 P のバルク RH 拡散源を用いた場合、バルク RH 拡散源を 25 回繰り返し再利用すると、H_{cJ} の向上効果が若干低下している。一方、試料 No. 28 から 33 のように Dy の一部を Nd で置換するとともに Fe の一部を Co または Al で置換したバルク RH 拡散源を用いた場合は、バルク RH 拡散源を 25 回繰り返し再利用しても、H_{cJ} はほとんど変化しない。すなわち、RH の一部を RL で置換するとともに Fe の一部を M で置換することにより、バルク RH 拡散源を繰り返し再利用する回数を増加させても、H_{cJ} の変化がほとんどない安定した品質の R - T - B 系焼結磁石を製造することができる。

30

【 0 1 2 4 】

但し、試料 No. 34 および 35 のように、RH と RL の合計含有量が多すぎると、バルク RH 拡散源と R - T - B 系焼結磁石とが溶着し、バルク RH 拡散源と R - T - B 系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかつた。そのため、バルク RH 拡散源を繰り返し再利用することができなかつた。これは、RH 供給拡散処理時にバルク RH 拡散源中の液相生成量が多くなり過ぎたためであると考えられる。

40

【 0 1 2 5 】

また、試料 No. 36 および 37 のように、M の含有量が 15 質量%を超えると、M が Co の場合は、バルク RH 拡散源と R - T - B 系焼結磁石とが溶着した。そのため、バルク RH 拡散源と R - T - B 系焼結磁石を分離することができず、磁石特性を測定することができなかつた。また、バルク RH 拡散源を繰り返し再利用することができなかつた。一方、M が Al の場合は、R - T - B 系焼結磁石素材に供給される RH 量が少なくなり、H_{cJ} 向上効果が低下する。なお、試料 No. 37 については、バルク RH 拡散源の繰り返し回数にともなって磁石特性が低下したため、25 回目の磁石特性は測定しなかつた。さらに、試料 No. 38 のように、バルク RH 拡散源に Fe を含有しない場合も R - T - B 系焼結磁石素材に供給される RH 量が少なくなり、H_{cJ} 向上効果が低下する。試料 No. 38 もバルク RH 拡散源の繰り返し回数にともなって磁石特性が低下したため、25 回

50

目の磁石特性は測定しなかった。

【0126】

Dyの一部をNdで置換するとともにFeの一部をCoで置換した、記号Vの焼結合金(Dy₆₀Nd₁₀Fe₁₅Co₁₅(質量%))のRH供給拡散処理前と、試料No. 28に用いた25回繰り返し再利用後の焼結合金を、さらに同様な条件で25回繰り返し再利用し、通算50回繰り返し再利用したものについて、X線回折装置(リガク製RINT-2400)によりX線回折測定を行った。得られたX線回折パターンを図5に示す。図5下段のX線回折パターンがRH供給拡散処理前の焼結合金、上段のX線回折パターンが50回繰り返し再利用後の焼結合金を示す。

【0127】

図5下段に示すように、Dyの一部をNdで置換するとともにFeの一部をCoで置換した場合、バルクRH拡散源(焼結合金)の構成相は、主として(DyNd)₃Co化合物相(モル比)と(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)とから構成されていることがわかる。図5上段に示すように、50回繰り返し再利用後は(DyNd)₃Co化合物相(モル比)の量が減少しているものの構成相は変化していない。すなわち、Coは、含有量(質量%)を定義する場合はFeの一部を置換するものとしているが、バルクRH拡散源中の構成相においては、(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)と、基本的にFeを含有しない(DyNd)₃Co化合物相(モル比)にも含まれている。また、前記のバルクRH拡散源は、RH供給拡散処理中はCoの含有により低融点化した(DyNd)₃Co化合物相(モル比)は液相となり、高融点な(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)は基本的に固相状態にあると考えられる。

【0128】

また、記号Vの焼結合金によるRH供給拡散処理を通算25回繰り返しした後(両面0.1mmづつの研削無し)の試料No. 28のR-T-B系焼結磁石におけるCo含有量をICP発光分光分析法により分析した結果、Co含有量は0.89質量%であり、RH供給拡散処理前のR-T-B系焼結磁石素材のCo含有量(0.89質量%)と同じであった。

【0129】

以上の結果から、RH供給拡散処理時においては、バルクRH拡散源中のDyのみが気化してR-T-B系焼結磁石素材の表面に供給されている。バルクRH拡散源中のDyは、(DyNd)₃Co化合物相(モル比)に基づく液相((DyNd)₃Co化合物相(モル比)に由来する液相)と(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)のいずれからも供給されているものと考えられるが、図5上段に示す通り、結果的に、主として(DyNd)₃Co化合物相(モル比)のDyが消費される。すなわち、(DyNd)₃Co化合物相(モル比)に基づく液相は、R-T-B系焼結磁石素材の表面へDyを供給するとともに、(DyNd)(FeCo)₂化合物相(モル比)へDyを補給しているものと考えられる。この(DyNd)₃Co化合物相(モル比)に基づく液相の存在によって、バルクRH拡散源の表面近傍のDy含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルクRH拡散源の内部組織が均質化される。これにより、同じRH供給拡散処理条件でバルクRH拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量のDyをR-T-B系焼結磁石素材に供給することができ、安定したH_{cj}向上効果を得ることができると考えられる。また、バルクRH拡散源は、Dy含有量の減少に伴い重量は減少するが、見かけの体積はほとんど変化しない。従って、体積変化によりDy供給量が減少することは少ないと考えられる。

【0130】

また、試料No. 30に用いた、Dyの一部をNdで置換するとともにFeの一部をAlで置換した記号Wの焼結合金(Dy₆₀Nd₁₅Fe₁₅Al₁₀(質量%))について、25回繰り返し再利用後の焼結合金の組織観察をFE-SEM(電界放射型走査電子顕微鏡)による反射電子像(BSE像)により行った。その結果を図6に示す。また、図中記号aにて示す白色の相と図中記号bにて示す灰色の相について、EPM A(島津製作

10

20

30

40

50

所製E P M A - 1 6 1 0) によるE D X (エネルギー分散型 X 線分光法) によって成分分析を行った。その結果、図中記号 a にて示す白色の相の成分は $Dy_{4.9}Nd_{4.2}Al_9$ (質量 %)、図中記号 b にて示す灰色の相の成分は $Dy_{6.2}Nd_7Fe_{2.0}Al_{1.1}$ (質量 %) であった。

【 0 1 3 1 】

また、記号 W の焼結合金による R H 供給拡散処理を通算 2 5 回繰り返した後 (両面 0 . 1 mm づつの研削無し) の試料 No . 3 0 の R - T - B 系焼結磁石における Al 含有量を I C P 発光分光分析法により分析した結果、Al 含有量は 0 . 1 質量 % であり、R H 供給拡散処理前の R - T - B 系焼結磁石素材の Al 含有量 (0 . 1 質量 %) と同じであった。

【 0 1 3 2 】

以上の結果から、Dy の一部を Nd で置換するとともに Fe の一部を Al で置換した場合、バルク R H 拡散源 (焼結合金) の構成相は、主として $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比、図 6 の記号 a に示す相) と、 $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比、図 6 の記号 b に示す相) とから構成されていると考えられる。すなわち、Al は、含有量 (質量 %) を定義する場合は Fe の一部を置換するものとしているが、バルク R H 拡散源中の構成相においては、 $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比) と、基本的に Fe を含有しない $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) にも含まれている。また、前記のバルク R H 拡散源は、室温では主として $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) と $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比) とから構成されるが、R H 供給拡散処理中は Al の含有により低融点化した $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) は液相となり、高融点な $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比) は基本的に固相状態にあると考えられる。

【 0 1 3 3 】

また、R H 供給拡散処理時においては、バルク R H 拡散源中の Dy のみが気化して R - T - B 系焼結磁石素材の表面に供給されている。バルク R H 拡散源中の Dy は、 $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) に基づく液相 ($(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) に由来する液相) と $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比) のいずれからも供給されているものと考えられるが、結果的に、主として $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) から消費されることが考えられる。すなわち、 $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) に基づく液相は、R - T - B 系焼結磁石素材の表面へ Dy を供給するとともに、 $(DyNd)FeAl$ 化合物相 (モル比) へ Dy を補給しているものと考えられる。この $(DyNd)_3Al$ 化合物相 (モル比) および / または $(DyNd)_2Al$ 化合物相 (モル比) に基づく液相の存在によって、バルク R H 拡散源の表面近傍の Dy 含有量が徐々に減少していくことが抑制され、バルク R H 拡散源の内部組織が均質化される。これにより、同じ R H 供給拡散処理条件でバルク R H 拡散源を繰り返し再利用しても、繰り返し回数にかかわらず、一定量の Dy を R - T - B 系焼結磁石素材に供給することができ、安定した H_c 向上効果を得ることができると考えられる。

【 0 1 3 4 】

以上のように、R H の一部を R L で置換するとともに Fe の一部を M で置換することにより、バルク R H 拡散源を繰り返し再利用する回数を増加させても、一定量の R H を R - T - B 系焼結磁石素材に供給することができ、安定した H_c 向上効果を得ることができ、また、バルク R H 拡散源中の R H を無駄なく使用することができる。特に、M として Co、Al を用いた場合、Co、Al は、R - T - B 系焼結磁石素材を準備する工程において原料として使用するため、その原料を流用することによって、原料の調達コストなどを低減することができる。

【 0 1 3 5 】

10

20

30

40

50

実施例 5

実施例 2 と同じ R - T - B 系焼結磁石素材を準備し、バルク R H 拡散源として、表 8 に示す組成の記号ホからチの焼結合金をそれぞれ 2 個準備した。バルク R H 拡散源の寸法はいずれも厚み 2 . 5 mm × 幅 2 2 mm × 長さ 3 2 mm である。

【 0 1 3 6 】

記号ホおよびへの焼結合金は、 $Dy_{80}Fe_{20}$ (質量%) 鑄造合金と $Nd_{80}Fe_{20}$ (質量%) 鑄造合金を混合し、実施例 1 と同じ条件の水素粉碎にて $212 \mu m$ 以下に粉碎した後、さらにアトマイズ鉄粉、Co 粉末、Fe - Al 粉末を混合して組成調整し、 $2 \text{ ton} / \text{cm}^2$ の圧力で成形し、1080 で 4 時間焼結することによって準備した。

【 0 1 3 7 】

記号トの焼結合金は、 $Dy_{80}Fe_{20}$ (質量%) 鑄造合金を実施例 1 と同じ条件で水素粉碎にて $212 \mu m$ 以下に粉碎した粉末と、 $Nd_{26.2}Dy_{5.02}Fe_{66.62}B_{0.96}Co_{0.9}Al_{0.1}Cu_{0.1}Ga_{0.1}$ (質量%) からなる R - T - B 系焼結磁石素材用の $5 \mu m$ のジェットミル粉碎粉とを 75 : 25 の割合で混合した後、 $2 \text{ ton} / \text{cm}^2$ の圧力で成形し、1080 で 4 時間焼結することによって準備した。得られた焼結合金の組成は $Dy_{61.3}Nd_{6.6}Fe_{31.5}B_{0.24}Co_{0.23}Al_{0.03}Cu_{0.03}Ga_{0.03}$ (質量%) であった。表 8 中の No. 41 のバルク R H 拡散源組成における M とは、B と Co と Al と Cu と Ga (合計含有量 0 . 5 6 質量%) のことである。

【 0 1 3 8 】

記号チの焼結合金は、 $Dy_{80}Fe_{20}$ (質量%) 鑄造合金を実施例 1 と同じ条件で水素粉碎にて $212 \mu m$ 以下に粉碎した粉末と、 $Nd_{22.2}Dy_{9.02}Fe_{66.62}B_{0.96}Co_{0.9}Al_{0.1}Cu_{0.1}Ga_{0.1}$ (質量%) からなる R - T - B 系焼結磁石素材の自家発生屑を実施例 1 と同じ条件で水素粉碎にて $212 \mu m$ 以下に粉碎した粉末とを 75 : 25 の割合で混合した後、 $2 \text{ ton} / \text{cm}^2$ の圧力で成形し、1080 で 4 時間焼結することによって準備した。得られた焼結合金の組成は $Dy_{62.3}Nd_{5.6}Fe_{31.5}B_{0.24}Co_{0.23}Al_{0.03}Cu_{0.03}Ga_{0.03}$ (質量%) であった。表 8 中 No. 42 のバルク R H 拡散源組成における M とは、B と Co と Al と Cu と Ga (合計含有量 0 . 5 6 質量%) のことである。

【 0 1 3 9 】

前記 R - T - B 系焼結磁石素材の両面に記号ホからチのバルク R H 拡散源を間隔をあけずに接触させて隣接配置した。隣接配置後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石素材を表 8 に示す処理温度にする以外は実施例 1 と同様な条件で R H 供給拡散処理および熱処理を行った。得られた R - T - B 系焼結磁石の磁石特性を実施例 1 と同様な条件で測定した。測定結果を表 8 に示す。また、R H 供給拡散処理後のバルク R H 拡散源と R - T - B 系焼結磁石との溶着状態の確認結果を表 8 に示す。

【 0 1 4 0 】

【表 8】

試料 No.	バルクRH拡散源			処理温度 (°C)	磁石特性		溶着有無
	記号	組成 (質量%)	状態		B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	
39	ホ	$Dy_{60}Nd_{10}Fe_{15}Co_{15}$	焼結合金	900	1.43	1290	無
40	へ	$Dy_{60}Nd_{15}Fe_{15}Al_{10}$	焼結合金	900	1.43	1280	無
41	ト	$Dy_{61.3}Nd_{6.6}Fe_{31.5}M_{0.56}$	焼結合金	900	1.43	1300	無
42	チ	$Dy_{62.3}Nd_{5.6}Fe_{31.5}M_{0.56}$	焼結合金	900	1.43	1310	無
(参考) R-T-B系焼結磁石素材					1.43	930	

【 0 1 4 1 】

表 8 に示すように、いずれのバルク R H 拡散源を用いても、優れた H_{cJ} が得られていることが分かる。すなわち、R - T - B 系焼結磁石素材を準備する工程で使用する原料合金や R - T - B 系焼結磁石素材を準備する工程で発生した自家発生屑など、様々な原料を用いて作製した焼結合金をバルク R H 拡散源として使用することができる。これにより、従来無駄になっていた原料屑や焼結磁石不良品などを再利用することができ、R H の使用量削減ができるとともに、製造コストをさらに低減することができる。

【 0 1 4 2 】

実施例 6

組成が $Nd_{30.8}B_{0.96}Co_{0.89}Al_{0.1}Cu_{0.09}Ga_{0.1}$ 残部 Fe (質量%) からなる、厚み 3.5 mm × 幅 100 mm × 長さ 90 mm の R - T - B 系焼結磁石素材を複数個準備した。磁石特性は、 $B_r = 1.43 T$ 、 $H_{cJ} = 930 kA/m$ であった。なお、前記磁石特性は、磁石特性向上を目的として行う熱処理後の特性値である。

10

【 0 1 4 3 】

バルク R H 拡散源として、表 9 に示す組成の記号りの焼結合金を 11 個準備した。バルク R H 拡散源の寸法は厚み 2.5 mm × 幅 105 mm × 長さ 93 mm である。記号りの焼結合金は、実施例 1 の記号 D の焼結合金と同じ方法により準備した。

【 0 1 4 4 】

図 2 に示す処理ケース内に、前記 R - T - B 系焼結磁石素材と前記バルク R H 拡散源を、図 3 に示すように交互に隣接配置した。R - T - B 系焼結磁石素材とバルク R H 拡散源との間は、処理ケース内への装入を容易にするために、0.5 mm 程度の間隔があげられている。隣接配置後の処理ケースを熱処理炉内へ装入し、圧力 0.1 Pa の真空雰囲気下で 920 の温度で 4 時間 R H 供給拡散処理を行った。その後炉内を冷却し、R - T - B 系焼結磁石のみを取り出し、図 4 に示すように、バルク R H 拡散源はそのままの位置で残された状態とした。R H 供給拡散処理後の R - T - B 系焼結磁石に、前記 R - T - B 系焼結磁石素材に施した磁石特性向上を目的として行う熱処理と同じ熱処理を施した後、それぞれの R - T - B 系焼結磁石の両面を 0.1 mm ずつ研削した。両面研削後の R - T - B 系焼結磁石から厚み 3.3 mm × 幅 7 mm × 長さ 7 mm の R - T - B 系焼結磁石を切り出し、B - H トレーサによって磁石特性を測定した。測定結果を表 9 の拡散源 1 回使用として示す。

20

30

【 0 1 4 5 】

次に、処理ケース内にそのままの位置で残された状態で保持しておいたバルク R H 拡散源の間に、R H 供給拡散処理を行っていない新たな R - T - B 系焼結磁石素材を装入した後、処理ケースを熱処理炉内へ装入し、圧力 0.1 Pa の真空雰囲気下で 920 の温度で 4 時間 R H 供給拡散処理を行った。このような R H 供給拡散処理を通算 25 回繰り返し、同じバルク R H 拡散源を 25 回繰り返し再利用した。25 回目の R H 供給拡散処理後の R - T - B 系焼結磁石に、前記 R - T - B 系焼結磁石素材に施した磁石特性向上を目的として行う熱処理と同じ熱処理を施した後、それぞれの R - T - B 系焼結磁石の両面を 0.1 mm ずつ研削した。両面研削後の R - T - B 系焼結磁石から厚み 3.3 mm × 幅 7 mm × 長さ 7 mm の R - T - B 系焼結磁石を切り出し、B - H トレーサによって磁石特性を測定した。測定結果を表 9 の拡散源使用 25 回目として示す。

40

【 0 1 4 6 】

【表 9】

試料 No.	バルクRH拡散源			磁石特性				溶着 有無
	記号	組成 (質量%)	状態	拡散源1回使用		拡散源25回使用		
				B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)	B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)	
43	リ	Dy ₆₀ Nd ₁₀ Fe ₁₅ Co ₁₅	焼結合金	1.43	1340	1.43	1340	無
(参考)R-T-B系焼結磁石素材				1.43	930			

10

【0147】

表9に示す通り、RH供給拡散処理無しのR-T-B系焼結磁石素材に比べ、B_rの低下を抑制しつつH_{cJ}が向上している。また、バルクRH拡散源を25回繰り返し再利用しても、H_{cJ}およびB_rは変化していない。また、バルクRH拡散源とR-T-B系焼結磁石との溶着も無かった。さらに、処理ケースを用いることにより、容易にR-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置することができ、配置工程の作業性が大幅に向上した。また、R-T-B系焼結磁石素材とバルクRH拡散源を隣接配置後も持ち運びが容易であるため、処理ケースを熱処理炉などの炉内に配置する作業も非常に容易になった。

20

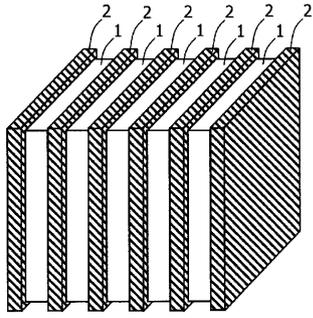
【符号の説明】

【0148】

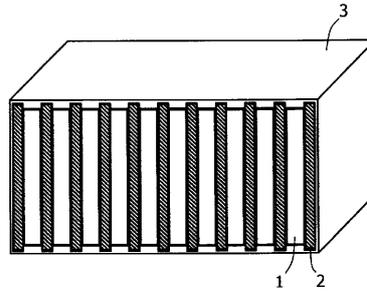
- 1 R-T-B系焼結磁石素材
- 2 バルクRH拡散源
- 3 処理ケース
- 4 既使用バルクRH拡散源
- 11 R-T-B系焼結磁石体
- 12 RHバルク体
- 13 処理室
- 14 保持部材
- 15 スペーサ

30

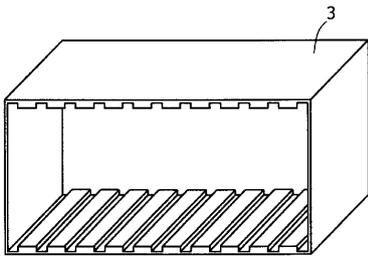
【 図 1 】



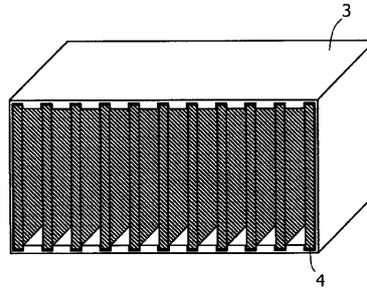
【 図 3 】



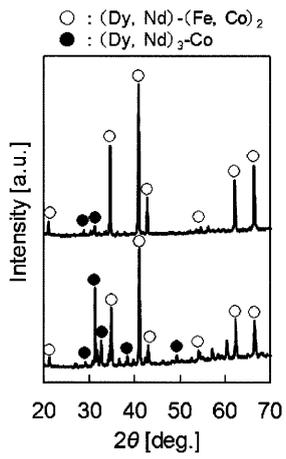
【 図 2 】



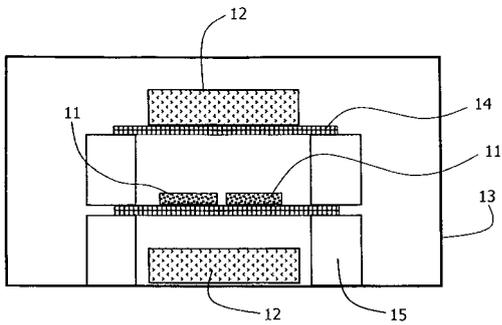
【 図 4 】



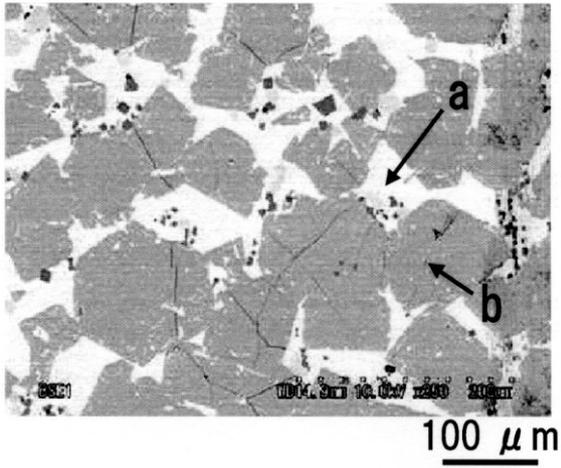
【 図 5 】



【 図 7 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード(参考)
B 2 2 F	3/24	(2006.01)	C 2 2 C	33/02		H
			B 2 2 F	3/24		K