

## 明 細 書

発明の名称： N d 系焼結磁石及びその製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、焼結磁石体の残留磁束密度の低減を抑制しながら保磁力を増大させたN d 系焼結磁石及びその製造方法に関し、特に、高速回転を行う電気自動車用モータや発電機、F A モータ等に最適な永久磁石回転機に使用されるN d 系焼結磁石及びその製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] N d 系焼結磁石は、その優れた磁気特性のために、ますます用途が広がってきている。近年、モータや発電機などの回転機の分野においても、機器の軽薄短小化、高性能化、省エネルギー化に伴い、N d 系焼結磁石を利用した永久磁石回転機が開発されている。

[0003] 回転機中の永久磁石は、巻き線や鉄心の発熱により高温に曝され、更に巻き線からの反磁界により極めて減磁しやすい状況下にある。このため、耐熱性、耐減磁性の指標となる保磁力が一定以上あり、磁力の大きさの指標となる残留磁束密度ができるだけ高いN d 系焼結磁石が要求されている。

[0004] 保磁力を向上させるには、いくつかの方法がある。

N d 系焼結磁石の残留磁束密度増大は、 $Nd_2Fe_{14}B$ 化合物の体積率増大と結晶配向度向上により達成され、これまでに種々のプロセスの改善が行われてきている。保磁力の増大に関しては、結晶粒の微細化を図る、N d 量を増やした組成合金を用いる、あるいは効果のある元素を添加する等、様々なアプローチがある中で、現在最も一般的な手法はD y やT b でN d の一部を置換した組成合金を用いることである。 $Nd_2Fe_{14}B$ 化合物のN d をこれらの元素で置換することで、化合物の異方性磁界が増大し、保磁力も増大する。一方で、D y やT b による置換は化合物の飽和磁気分極を減少させる。従って、上記手法で保磁力の増大を図る限りでは残留磁束密度の低下は避けられない。

[0005] Nd系焼結磁石は、結晶粒界面で逆磁区の核が生成する外部磁界の大きさが保磁力となる。逆磁区の核生成には結晶粒界面の構造が強く影響しており、界面近傍における結晶構造の乱れが磁氣的な構造の乱れを招き、逆磁区の生成を助長する。一般的には、結晶界面から5 nm程度の深さまでの磁氣的構造が保磁力の増大に寄与していると考えられている（非特許文献1：K.

D. Durst and H. Kronmüller, "THE COERCIVE FIELD OF SINTERED AND MELT-SPUN NdFeB MAGNETS", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 68 (1987) 63-75)。

[0006] 本発明者らは、結晶粒の界面近傍のみに僅かなDyやTbを濃化させ、界面近傍のみの異方性磁界を増大させることで、残留磁束密度の低下を抑制しつつ保磁力を増大できることを見出している（特許文献1：特公平5-31807号公報）。更に、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B化合物組成合金と、DyあるいはTbに富む合金を別に作製した後に混合して焼結する製造方法を確立している（特許文献2：特開平5-21218号公報）。この方法では、DyあるいはTbに富む合金は焼結時に液相となり、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B化合物を取り囲むように分布する。その結果、化合物の粒界近傍でのみNdとDyあるいはTbが置換され、残留磁束密度の低下を抑制しつつ効果的に保磁力を増大できる。

[0007] しかし、上記方法では2種の合金微粉末を混合した状態で1,000~1,100℃という高温で焼結するために、DyあるいはTbがNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B結晶粒の界面のみでなく内部まで拡散しやすい。実際に得られる磁石の組織観察からは結晶粒界表層部で界面から深さ1~2 μm程度まで拡散しており、拡散した領域を体積分率に換算すると60%以上となる。また、結晶粒内への拡散距離が長くなるほど界面近傍におけるDyあるいはTbの濃度は低下してしまう。結晶粒内への過度な拡散を極力抑えるには焼結温度を低下させることが有効であるが、これは同時に焼結による緻密化を阻害するため現実的な手法となり得ない。ホットプレスなどで応力を印加しながら低温で焼結

する方法では、緻密化は可能であるが生産性が極端に低くなるという問題がある。

- [0008] 一方、焼結磁石を小型に加工した後、磁石表面にDyやTbをスパッタによって被着させ、磁石を焼結温度より低い温度で熱処理することにより粒界部にのみDyやTbを拡散させて保磁力を増大させる方法が報告されている（非特許文献2：K. T. Park, K. Hiraga and M. Sagawa, “Effect of Metal-Coating and Consecutive Heat Treatment on Coercivity of Thin Nd-Fe-B Sintered Magnets”, Proceedings of the Sixteen International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Sendai, p. 257 (2000)、非特許文献3：町田憲一、川崎尚志、鈴木俊治、伊東正浩、堀川高志、“Nd-Fe-B系焼結磁石の粒界改質と磁気特性”、粉体粉末冶金協会講演概要集、平成16年度春季大会、p. 202参照）。この方法では、更に効率的にDyやTbを粒界に濃化できるため、残留磁束密度の低下をほとんど伴わずに保磁力を増大させることが可能である。また、磁石の比表面積が大きい、即ち磁石体が小さいほど供給されるDyやTbの量が多くなるので、この方法は小型あるいは薄型の磁石へのみ適用可能である。しかし、スパッタ等による金属膜の被着には生産性が悪いという問題があった。
- [0009] これらの問題点を解決し、量産性があり効率よく保磁力を向上することのできる手段として、特許文献3：WO2006/043348A1号公報が示されている。これは、Nd-Fe-B系焼結磁石に代表される $R^1$ -Fe-B系焼結磁石に対し、 $R^2$ の酸化物、 $R^3$ のフッ化物、 $R^4$ の酸フッ化物から選ばれる1種又は2種以上を含有する粉末（なお、 $R^1 \sim R^4$ はY及びScを含む希土類元素から選ばれる1種又は2種以上）を磁石表面に存在させた状態で加熱することで、粉末に含まれていた $R^2$ 、 $R^3$ 又は $R^4$ が磁石体に吸収され、残留

磁束密度の減少を著しく抑制しながら保磁力を増大する。特に $R^3$ のフッ化物又は $R^4$ の酸フッ化物を用いた場合、 $R^3$ 又は $R^4$ がフッ素と共に磁石体に高効率に吸収され、残留磁束密度が高く、保磁力の大きな焼結磁石が得られるものである。特許文献3では、磁石表面から吸収処理を行うために、処理をする磁石体は、焼結磁石ブロックから所定形状に研削されたもので、その大きさは特に限定されていないが、「本発明において、磁石表面に存在させた $R^2$ の酸化物、 $R^3$ のフッ化物、 $R^4$ の酸フッ化物から選ばれる1種又は2種以上を含有する粉末から磁石体に吸収される $R^2$ 、 $R^3$ 又は $R^4$ の量は磁石体の比表面積が大きい、即ち寸法が小さいほど多くなるので、上記形状の最大部の寸法は100mm以下、好ましくは50mm以下、特に好ましくは20mm以下で且つ磁気異方性化した方向の寸法が10mm以下、好ましくは5mm以下、特に好ましくは2mm以下であることが好ましい。より好ましくは磁気異方性化した方向の寸法が1mm以下である。」とある。これは、磁石体の広い領域に吸収処理を狙うためで、実施例でも最終形状に研削したものに吸収処理を行ったものが示されている。しかし、永久磁石回転機において、減磁しやすい部分は、磁石の一部であり、必ずしも磁石体の広い領域に保磁力が高い部分がある必要はない。最終形状まで小さくすると、細かい磁石を扱うことになり、ハンドリングし難くなって工程能力が上げられないという問題が生じる。

- [0010] 例を用いて永久磁石回転機の減磁しやすい部分が、磁石全面ではなく局部的であることを説明する。例えば、ACサーボモータには、図4に示すようなラジアルエアギャップ形の永久磁石回転機が用いられている。この永久磁石回転機は、ロータコア1の表面に、磁石2を貼り付けた回転子3と、空隙を介して配置された複数のスロットを有するステータコア11とティースに巻かれたコイル12からなる固定子13とで構成されている。図4に示す永久磁石回転機の場合、永久磁石の極数は6、ティースの数は9であり、永久磁石内の矢印は永久磁石の磁化の方向を示している。永久磁石は平行な磁場中で配向が成され、容易磁化方向は磁石の中心線に平行となっている。また

、コイルはティースに集中巻きで巻かれ、U相V相W相の3相のY結線がなされている。コイルの黒丸印はコイルの巻き方向が手前、×印はコイルの巻き方向が奥であることを意味している。

[0011] 高精度のトルク制御を必要とするACサーボモータ等のトルクは、脈動の小さなものでなければならない。従って、永久磁石が回転した時に固定子のスロットと永久磁石との位置関係から、空隙の磁束分布が変化することに起因するコギングトルク（コイルに電流を流さない状態でのトルク）やコイルの電流を流して駆動した時のトルクリップルが発生することは好ましくない。トルクリップルは、制御性を悪くする他に騒音の原因にもなる。コギングトルクを低減する方法として、図4に示すような永久磁石の端部形状が中央部より薄くなるようにする。この方法により、磁束分布の変化が大きな磁極の切り替わり部分である永久磁石端部での磁束分布が滑らかになり、コギングトルクを低減することができる。

[0012] コイルに電流を流すと、ステータコア部分に書いた矢印の方向に界磁され、回転子を反時計回りに回転させる。このとき、永久磁石セグメントの回転方向の後方（図4の○で囲った部分）に当たる磁石端部は界磁が永久磁石の磁化と逆方向になるので減磁しやすい状況になっている。減磁すると駆動トルクを下げるばかりか、部分的な磁場不均一によってコギングトルクを増大するという問題が生ずる。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0013] 特許文献1：特公平5-31807号公報

特許文献2：特開平5-21218号公報

特許文献3：WO2006/043348A1号公報

### 非特許文献

[0014] 非特許文献1：K. —D. Durst and H. Kronmüller, “THE COERCIVE FIELD OF SINTERED AND MELT-SPUN NdFeB MAGNETS”, Jo

urnal of Magnetism and Magnetic Materials 68 (1987) 63-75

非特許文献2: K. T. Park, K. Hiraga and M. Sagawa, "Effect of Metal-Coating and Consecutive Heat Treatment on Coercivity of Thin Nd-Fe-B Sintered Magnets", Proceedings of the Sixteen International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Applications, Sendai, p. 257 (2000)

非特許文献3: 町田憲一、川寄尚志、鈴木俊治、伊東正浩、堀川高志、"Nd-Fe-B系焼結磁石の粒界改質と磁気特性"、粉体粉末冶金協会講演概要集、平成16年度春季大会、p. 202

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0015] 本発明は、上述した従来の問題点に鑑みなされたもので、永久磁石回転機に適した磁石として、減磁しやすい部分の保磁力が高く、しかも生産性が高いNd系焼結磁石及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

### 課題を解決するための手段

[0016] 上述したように、永久磁石回転機の永久磁石においては、減磁しやすい部分は局部的であり、従って永久磁石回転機の永久磁石は、この減磁しやすい部分の保磁力を向上することが望まれる。

[0017] 本発明者らは、磁化方向に十分厚いNd系焼結磁石(Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B系を基本とする希土類焼結磁石)の磁化方向に垂直な面以外の面から内部に向かってのDy又はTbの拡散反応を行い、表面近傍における保磁力が磁石体内部の保磁力より大きくなっているNd系焼結磁石を製作した後で、磁化方向に対し垂直方向から切削刃、ワイヤーソー等を用いて切断加工して、1つのブロ

ックから所定の大きさの磁石を複数個得ること、この場合、拡散処理する際の磁石ブロックの大きさは、好ましくはD y 又はT b の拡散反応する磁化方向に垂直な方向の最大寸法を100mm以下、より好ましくは50mm以下、特に好ましくは10mm以下、拡散反応しない磁化方向の最大長さを30mm以上、より好ましくは100mm以上とすることにより、このように大きな磁石体の状態でD y 又はT b を吸収処理できるので、この工程の処理能力が向上したことを知見したものである。

[0018] 即ち、本発明は、以下のNd焼結磁石、その製造方法を提供する。

請求項1：

Nd系焼結磁石ブロックに対し、磁化方向に垂直な面を除いた表面にD y 又はT b 酸化物粉末あるいはD y 又はT b フッ化物の粉末あるいはD y 又はT b を含む合金粉末を被覆し、その後高温処理してD y 又はT b をブロック内部に拡散させ、次いで磁石体の磁化方向に垂直な面でブロックを切断して、切断面の保磁力が外周部で高く内周部ほど低くなる分布をもち、磁化方向には一定の保磁力分布をもつNd系焼結磁石を得ることを特徴とするNd系焼結磁石の製造方法。

請求項2：

ブロックを切断して得られた磁石片の磁化方向に垂直な面を研削加工し、上記磁石片をC型又はD型の形状にしたことを特徴とする請求項1記載のNd系焼結磁石の製造方法。

請求項3：

上記磁石ブロックの大きさが、D y 又はT b が拡散する磁化方向に垂直な方向の最大寸法が100mm以下、磁化方向の最大長さが30mm以上である請求項1又は2記載のNd系焼結磁石の製造方法。

請求項4：

請求項1記載の製造方法によって得られた、切断面の保磁力が外周部で高く内周部ほど低くなる分布をもち、磁化方向には一定の保磁力分布をもつことを特徴とするNd系焼結磁石。

請求項 5 :

磁化方向に垂直な面が研削加工され、C型又はD型の形状に形成された請

求項 4 記載の N d 系焼結磁石。

請求項 6 :

永久磁石回転機の永久磁石用である請求項 4 又は 5 記載の N d 系焼結磁石

## 発明の効果

[0019] 本発明は、永久磁石回転機に適した、永久磁石の残留磁束密度の低下がな

く、保磁力が大きく、特に永久磁石端部の保磁力が大きくなり、高温でも減

磁しにくい永久磁石回転機用の N d 系焼結磁石を提供することができる。

## 図面の簡単な説明

[0020] [図1]本発明の磁石ブロックを説明する斜視図で、(A)は拡散処理した状態

、(B)はブロックを切断した状態を示す。

[図2]本発明の磁石の保磁力の分布状態を説明する図で、(A)は磁化方向に

垂直な面、(B)は磁化方向に沿って中央部で切断した状態を示す。

[図3]本発明の磁石の形状を説明する図で、(A)は長方形状、(B)はD字

状、(C)はC字状の磁石を示す。

[図4]6極9スロットの表面磁石構造型モータの一例を説明する断面図である

[図5]4極6スロットの埋込磁石構造型モータの一例を説明する断面図である

[図6]6極9スロットの表面磁石構造型モータの一例を説明する断面図である

## 発明を実施するための形態

[0021] 本発明に係る N d 系焼結磁石は、N d 系焼結磁石ブロックに対し、磁化方

向に垂直な面を除いた表面に D y 又は T b 酸化物粉末あるいは D y 又は T b

フッ化物の粉末あるいは D y 又は T b を含む合金粉末を被覆し、その後高温

処理して D y 又は T b をブロック内部に拡散させ、次いで磁石体の磁化方向

に垂直な面でブロックを切断することによって得られ、切断面の保磁力が外周部で高く内周部ほど低くなる分布をもち、磁化方向には一定の保磁力分布をもつものであり、このNd系焼結磁石は、永久磁石回転機に適した永久磁石の残留磁束密度の低下がなく、保磁力が大きく、特に永久磁石端部の保磁力が大きくなり高温でも減磁しにくく、永久磁石回転機の磁石として有効に用いられるものである。

[0022] ここで、上記Dy又はTbが拡散処理されるNd系焼結磁石ブロックの磁石合金組成としては、公知のNd系磁石合金組成でよく、具体的には、原子%として、Nd、Pr、Dyが10～15原子%、Bが3～15原子%、その他のAl、Cu、Zn、In、Si、P、S、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Ga、Ge、Zr、Nb、Mo、Pd、Ag、Cd、Sn、Sb、Hf、Ta、Wの1種以上が0～11原子%であり、残部はFeで50原子%以上である。なお、Feの一部0原子%を超えて40原子%以下をCoにしてもよい。

このようなNd系焼結磁石ブロックを得る方法としては、公知の方法が採用し得る。

[0023] Dy又はTbの吸収処理の方法としては、非特許文献3のスパッタ膜による方法や、特許文献3の磁石の表面にDy又はTb酸化物粉末あるいはDy又はTbフッ化物の粉末あるいはDy又はTbを含む合金粉末を塗布し、その後高温で拡散させる方法が採用される。これらの方法は、残留磁束密度の低減がなく、磁石の表面近傍における保磁力を高めることができるので、回転機用の磁石に用いた場合、高出力で耐熱性に優れた回転機になることが期待できる。

[0024] この場合、本発明のNd系焼結磁石ブロックは、直方体形状が好ましく、図1（図中、100はNd系焼結磁石ブロックを示す）に示すようなDy又はTbの拡散する磁化方向に垂直な方向の寸法 $L_1$ 、 $L_2$ のうち最大寸法 $L_1$ が100mm以下、好ましくは50mm以下、特に好ましくは20mm以下、拡散反応しない磁化方向の最大長さ $L_3$ が30mm以上で、好ましくは100mm

m以上のNd系焼結磁石体の磁化方向に垂直な面 $S_1$ 以外の面 $S_2$ からDy又はTbを内部に向かって主に結晶粒界を経由して拡散させ、磁石表面近傍の保磁力を向上させる。なお、図1においては、垂直な面 $S_1$ 以外の面 $S_2$ 全面からDy又はTbを拡散処理している。また、上記磁化方向に垂直な方向の寸法は、少なくとも1mm以上、特に3mm以上であることが好ましく、磁化方向の長さの上限は必ずしも制限されないが、200mm以下、特に150mm以下であることが好ましい。

[0025] 該磁石ブロックは、DyやTbの酸化物又はフッ化物あるいは上記合金の粉末を水、エタノール等の有機溶媒に分散させ、所望の磁石部分にスプレーや塗布により部分被膜又は塗布不要の部分（磁化方向の底面）にテーピング、フィルム化等を施し、分散液に浸漬して磁石に酸化物又はフッ化物あるいは上記合金の被膜を所望の位置に形成させる。

[0026] 塗膜形成させた後、350℃～磁石の焼結温度以下の温度で30秒～100時間、好ましくは1分～8時間吸収熱処理させる。更には、好ましくは200℃～焼結温度以下で1分～10時間程度時効処理を施す。

[0027] このように処理されたブロックの磁石を、本発明では、図1（B）に示すように、磁化方向に対し垂直方向から切削刃、ワイヤーソー等を用いて切断加工して、それぞれ積層させて用いることができ、モータや発電機に用いられる磁石の磁化方向寸法である1mmから20mmの寸法に複数個の磁石片100aを得るもので、大きなブロックをDyやTbの拡散、吸収処理できるので、この工程の処理能力が向上したものである。この方法で得られた磁石の保磁力分布の様子を図2に示す。磁石表面近傍で保磁力が高まっている。

[0028] 図2（A）は、磁化方向に垂直な面 $S_1$ における保磁力の分布を示し、この場合、上記面 $S_1$ 以外の面 $S_2$ の全面よりDyやTbを拡散処理させた状態を示し、上記面 $S_1$ の外周部Pが保磁力が向上した部分、中央部Cが保磁力が向上していない部分である。また、図2（B）は、磁化方向に沿って中央部で切断した状態を示す。

[0029] 図4に示す表面磁石構造回転機に用いられる磁石は、減磁しやすい部分が局部的であり、しかも、磁化方向に平行な面周辺になっていることを説明しているが、図5に示す埋込磁石構造回転機でも同様である。図5のロータは、電磁鋼板を積層したロータヨーク10に永久磁石2が埋め込まれた4極構造である。ステータは、電磁鋼板を積層した6スロット構造で、各ティースには集中巻きでコイルが巻かれており、コイル12はU相、V相、W相の3相Y結線となっている。図5に示すU、V、Wの添え字の+と-はコイルの巻き方向を示すもので、+は紙面に対し出る方向、-は入る方向を意味する。ロータとステータの位置関係が図5の状態、U相に余弦波の交流電流、V相にU相より $120^\circ$ 位相の進んだ交流電流、W相にU相より $240^\circ$ 位相の進んだ交流電流を流すことで、永久磁石の磁束とコイルの磁束の相互作用でロータは反時計回りに回転する。なお、図5中、14はステータヨークである。

[0030] 永久磁石回転機に使われる永久磁石の断面形状は、図3に示すような製造しやすい長方形[図3(A)]や、回転機の誘起電圧波形を滑らかにしたり、コギングトルクを低減したりしてトルクの脈動を抑えるために磁石端部を薄くしたD型[図3(B)]やC型[図3(C)](文字DやCの形に類似)などが選ばれる。長方形の場合は、切断したまま、あるいは、切断面を滑らかにする程度に研削することで得られる。また、C型又はD型の場合は、切断した磁石の磁化方向に垂直な面を所定の形状に研削加工する。所定の形状に加工して得られた磁石の保磁力の分布状態は、保磁力を上げた面からの加工を行わないので、図2の分布と基本的に変わりはない。即ち、永久磁石回転機で減磁しやすい磁化方向に平行な面の表面近傍で、保磁力が高くなっている。特にD型やC型の磁石は、磁化方向に平行な面の表面近傍にあたる磁石端部が薄くなり反磁界が大きくなって減磁しやすくなっている。この部分の保磁力が大きくなると耐減磁特性を向上できるので本発明は特にD型やC型の磁石に有効である。

## 実施例

[0031] 以下、本発明の具体的態様について実施例をもって詳述するが、本発明の内容はこれに限定されるものではない。

[0032] [実施例 1, 2 及び比較例 1]

＜実施例及び比較例の磁気特性＞

純度 99 質量%以上の Nd、Co、Al、Fe メタルとフェロボロンを所定量秤量して Ar 雰囲気中で高周波溶解し、この合金溶湯を Ar 雰囲気中で銅製単ロールに注湯するいわゆるストリップキャスト法により薄板状の合金とした。得られた合金の組成は Nd が 13.5 原子%、Co が 1.0 原子%、Al が 0.5 原子%、B が 5.8 原子%、Fe が残部であり、これを合金 A と称する。合金 A に水素を吸蔵させた後、真空排気を行いながら 500℃ まで加熱して部分的に水素を放出させる、いわゆる水素粉砕により 30 メッシュ以下の粗粉とした。更に純度 99 質量%以上の Nd、Tb、Fe、Co、Al、Cu メタルとフェロボロンを所定量秤量し、Ar 雰囲気中で高周波溶解した後、鑄造した。得られた合金の組成は Nd が 20 原子%、Tb が 10 原子%、Fe が 24 原子%、B が 6 原子%、Al が 1 原子%、Cu が 2 原子%、Co が残部であり、これを合金 B と称する。合金 B は窒素雰囲気中、ブラウンミルを用いて 30 メッシュ以下に粗粉砕された。

[0033] 続いて、合金 A 粉末を 90 質量%、合金 B 粉末を 10 質量%秤量して、窒素置換した V ブレンダー中で 30 分間混合した。この混合粉末は高圧窒素ガスを用いたジェットミルにて、粉末の質量中位粒径 4  $\mu\text{m}$  に微粉砕された。得られた混合微粉末を窒素雰囲気下 15 kOe の磁界中で配向させながら、約 1 ton/cm<sup>2</sup> の圧力で成形した。次いで、この成形体を Ar 雰囲気の焼結炉内に投入し、1,060℃ で 2 時間焼結し、51 mm × 17 mm × 厚み 110 mm (110 mm が磁気異方性化した方向) の永久磁石ブロックを作製した。永久磁石ブロックをダイヤモンド砥石により図 3 に示すような直方体磁石に全面研削加工した。その寸法は L = 50 mm、W = 16 mm、T = 109 mm (T は磁気異方性化した方向) である。研削加工された磁石体をアルカリ溶液で洗浄した後、酸洗浄して乾燥させた。各洗浄の前後には純水

による洗浄工程が含まれている。

[0034] 次に、平均粉末粒径（マイクロトラックによる測定）が $5\mu\text{m}$ のフッ化ディスプロシウムを質量分率50%でエタノールと混合し、これに超音波を印加しながら磁化方向の2面をテープで覆った磁石体を1分間浸した。引き上げた磁石は直ちに熱風により乾燥させた。その後2面を覆ったテープを外した。この時のフッ化ディスプロシウムによる磁石表面空間の占有率は45%であった。これにAr雰囲気中900℃で1時間という条件で吸収処理を施し、更に500℃で1時間時効処理して急冷した磁石体を、磁化方向に垂直な面からダイヤモンドカッターで3.6mm厚さのブロックに切断し、磁化方向に垂直な面を曲率のついたダイヤモンド砥石で研削加工を行い、D型に仕上げた。最終形状は、図3において、 $L=50\text{mm}$ 、 $W=16\text{mm}$ 、円弧部の曲率半径12mmで、磁化方向の厚み $T$ は3.5mmとした。このD型磁石体をM1とした。比較のために熱処理のみ施し、同様にD型に加工したものを磁石体P1とした。

[0035] 加工前のM1、P1と同じ形状の磁石体に対し、平均粉末粒径が $5\mu\text{m}$ のフッ化テルビウムを質量分率50%でエタノールと混合し、これに超音波を印加しながら磁化方向の2面をテープで覆った磁石体を1分間浸した。引き上げた磁石は直ちに熱風により乾燥させた。その後2面を覆ったテープを外した。この時のフッ化テルビウムによる磁石表面空間の占有率は45%であった。これにAr雰囲気中900℃で1時間という条件で吸収処理を施し、更に500℃で1時間時効処理して急冷し、M1と同様な切断加工と研削加工を行い、D型の磁石体を得た。これを磁石体M2と称する。

[0036] これらの磁石の磁気特性を表1に示した。一辺1mmの立方体に磁気特性試料を切り出し、磁石各部の磁気特性（VSMによる）を評価した。ディスプロシウムの吸収処理を施していない磁石P1の保磁力に対して、本発明による永久磁石は表面近傍で $500\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ の保磁力増大が認められた。磁石内部は、表面から8mmの距離があるので、ディスプロシウムが吸収されず、保磁力に変化がなかった。詳細に保磁力の分布を調べたところ、表面から6

mmまで保磁力増大が認められた。また、テルビウムの吸収処理を施した磁石M2は、施していない磁石P1の保磁力に対して800 kAm<sup>-1</sup>の保磁力増大が認められた。本発明の永久磁石の残留磁束密度の低下は5 mTと僅かなものであった。比較のために、合金AのNdの一部をDyで置換した組成合金を用いて永久磁石を作製し、500 kAm<sup>-1</sup>の保磁力増大を図ったところ、残留磁束密度は50 mT低下した。

[0037] 磁石体M1のSEMによる反射電子像とEPMAにより、磁石にはDy及びFが観察された。処理前の磁石にはDy及びFは含まれていないので、磁性体M1におけるDy及びFの存在は、本発明の吸収処理によるものである。吸収されたDyは結晶粒界近傍にのみ濃化している。一方、フッ素（F）も粒界部に存在し、処理前から磁石内に含まれている不可避免の不純物である酸化物と結合して酸フッ化物を形成している。このDyの分布により、残留磁束密度の低下を最小限に抑えながら保磁力を増大させることが可能となった。

[0038] [表1]

磁気特性

|      | 磁石 |      | Br<br>[T] | HcJ<br>[kAm <sup>-1</sup> ] | (BH) <sub>max</sub><br>[kJm <sup>-3</sup> ] |
|------|----|------|-----------|-----------------------------|---------------------------------------------|
| 実施例1 | M1 | 表面近傍 | 1.415     | 1,500                       | 390                                         |
|      |    | 中央部  | 1.420     | 1,000                       | 395                                         |
| 実施例2 | M2 | 表面近傍 | 1.415     | 1,800                       | 390                                         |
|      |    | 中央部  | 1.420     | 1,000                       | 395                                         |
| 比較例1 | P1 | 表面近傍 | 1.420     | 1,000                       | 395                                         |
|      |    | 中央部  | 1.420     | 1,000                       | 395                                         |

[0039] 本発明の特徴は、最終形状に加工する前の大きなブロックで吸収処理できるので、この工程の処理能力が向上することにある。例えば、実施例では、磁化方向109 mmのブロックを切断して25個の磁石が得られる。塗布する磁石体の数を比較すると25倍の違いがあり、その分が塗布時間の差となってあらわれる。

[0040] 磁石体の形状違いの例として、 $L = 50\text{ mm}$ 、 $W = 16\text{ mm}$ 、内側の半径  $19\text{ mm}$ 、外側の半径  $12\text{ mm}$ （外側の半径の中心は内側の半径の中心より  $10.5\text{ mm}$  偏った点にある）、磁化方向の厚み  $T$  は  $3.5\text{ mm}$  の C 型磁石を同様の手法で作製した。形状が異なるだけで、磁気特性は表 1 に示すものと同様になった。

[0041] <実施例及び比較例の D 型磁石を用いたモータ特性>

本発明の磁石 M 1、M 2 及び比較例の磁石 P 1 を永久磁石モータに組み込んだ時のモータ特性について説明する。永久磁石モータは図 4 に示す表面磁石型モータである。ロータは、 $0.5\text{ mm}$  の電磁鋼板を積層したものの表面に永久磁石が貼り付けられており 6 極構造となっている。ロータの外径寸法は  $45\text{ mm}$ 、長さ  $50\text{ mm}$  となっている。ステータは、 $0.5\text{ mm}$  の電磁鋼板を積層した 9 スロット構造で、各ティースには集中巻きでコイルが 15 ターン巻かれており、コイルは U 相、V 相、W 相の 3 相 Y 結線となっている。ロータとステータの空隙は  $1\text{ mm}$  である。図 4 に示すコイルの黒丸印はコイルの巻き方向が手前、×印はコイルの巻き方向が奥であることを意味している。コイルに電流を流すと、ステータコア部分に書いた矢印の方向に界磁され、回転子を反時計回りに回転させる。このとき、永久磁石セグメントの回転方向の後方（図 4 の磁石において○で囲った部分）は界磁が永久磁石の磁化と逆方向になるので減磁しやすい状況になっている。

[0042] 減磁の程度を評価するために、モータを  $120^{\circ}\text{C}$  の温度に 2 時間曝した前後の駆動トルクの差を測定した。まず、室温で各コイルあたり実効値  $50\text{ A}$  の三相電流で回転させた時の駆動トルクを測定し、次にモータをオープン（ $120^{\circ}\text{C}$ ）に入れて同じく  $50\text{ A}$  の電流で回転させた。これを、オープンから出して室温にも戻して同じく  $50\text{ A}$  で回転させた時の駆動トルクを測定した。減磁によるトルク減少率 =  $(\text{オープンに入れた後の室温の駆動トルク} - \text{オープンに入れる前の室温の駆動トルク}) / (\text{オープンに入れる前の室温の駆動トルク})$  とした。

[0043] 減磁による駆動トルク減少率の値を表 2 に示す。比較例 1 の保磁力が小さ

な磁石を用いたモータは減磁を示した。120℃の環境では使えないことが分かった。これに対し、実施例1、2で本発明の処理により保磁力を増加させた磁石を用いたモータは120℃で減磁が観測されなかった。磁石中央部の保磁力は、比較例も実施例も同じであったが、永久磁石モータで減磁しやすい部分が磁石端部であって、本発明の処理は磁石端部の保磁力をより増大できるために、減磁しにくいモータとなった。

[0044] [表2]

D型磁石を用いたモータトルクの減磁特性

|      | 磁石 | 減磁率[%] |
|------|----|--------|
|      |    | 120℃   |
| 実施例1 | M1 | 0      |
| 実施例2 | M2 | 0      |
| 比較例1 | P1 | 12     |

[0045] <実施例及び比較例のC型磁石を用いたモータ特性>

本発明の磁石M1、M2及び比較例の磁石P1を永久磁石モータに組み込んだ時のモータ特性について説明する。永久磁石モータは図6に示すもので、ステータは図4のD型磁石を用いたモータと同じものである。ロータは、0.5mmの電磁鋼板を積層したものの表面にC型の永久磁石が貼り付けられており、6極構造となっている。ロータの外径寸法は45mm、長さ50mmとなっている。

[0046] D型磁石を用いたモータと同じように、120℃での減磁特性を評価した。結果を表3に示す。比較例1の保磁力が小さな磁石を用いたモータは減磁を示した。120℃の環境では使えないことが分かった。なお、D型磁石を用いたモータより減磁が少ない理由は、磁石端部の厚さがC型磁石の方が厚いためである。これに対し、実施例1、2で本発明の処理により保磁力を増加させた磁石を用いたモータは120℃で減磁が観測されなかった。磁石中央部の保磁力は、比較例も実施例も同じであったが、永久磁石モータで減磁しやすい部分が磁石端部であって、本発明の処理は磁石端部の保磁力をより増大できるために、減磁しにくいモータとなった。

[0047] [表3]

C型磁石を用いたモータトルクの減磁特性

|      | 磁石 | 減磁率[%] |
|------|----|--------|
|      |    | 120℃   |
| 実施例1 | M1 | 0      |
| 実施例2 | M2 | 0      |
| 比較例1 | P1 | 6      |

[0048] 実施例は永久磁石モータであるが、永久磁石発電機も同じ構造であり、本発明の磁石を適用でき、本発明の効果は同様である。

### 符号の説明

- [0049]
- 1   ロータコア
  - 2   磁石
  - 3   回転子
  - 10   ロータヨーク
  - 11   ステータコア
  - 12   コイル
  - 13   固定子
  - 14   ステータヨーク
  - 100   Nd系焼結磁石ブロック
  - 100a   磁石片

## 請求の範囲

- [請求項1]       Nd系焼結磁石ブロックに対し、磁化方向に垂直な面を除いた表面にDy又はTb酸化物粉末あるいはDy又はTbフッ化物の粉末あるいはDy又はTbを含む合金粉末を被覆し、その後高温処理してDy又はTbをブロック内部に拡散させ、次いで磁石体の磁化方向に垂直な面でブロックを切断して、切断面の保磁力が外周部で高く内周部ほど低くなる分布をもち、磁化方向には一定の保磁力分布をもつNd系焼結磁石を得ることを特徴とするNd系焼結磁石の製造方法。
- [請求項2]       ブロックを切断して得られた磁石片の磁化方向に垂直な面を研削加工し、上記磁石片をC型又はD型の形状にしたことを特徴とする請求項1記載のNd系焼結磁石の製造方法。
- [請求項3]       上記磁石ブロックの大きさが、Dy又はTbが拡散する磁化方向に垂直な方向の最大寸法が100mm以下、磁化方向の最大長さが30mm以上である請求項1又は2記載のNd系焼結磁石の製造方法。
- [請求項4]       請求項1記載の製造方法によって得られた、切断面の保磁力が外周部で高く内周部ほど低くなる分布をもち、磁化方向には一定の保磁力分布をもつことを特徴とするNd系焼結磁石。
- [請求項5]       磁化方向に垂直な面が研削加工され、C型又はD型の形状に形成された請求項4記載のNd系焼結磁石。
- [請求項6]       永久磁石回転機の永久磁石用である請求項4又は5記載のNd系焼結磁石。