

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 7 月 5 日(05.07.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/090765 A1

- (51) 国際特許分類:
H01F 1/053 (2006.01) B22F 3/00 (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01) C22C 33/02 (2006.01)
H01F 1/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/079401
- (22) 国際出願日: 2011 年 12 月 19 日(19.12.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2010-290821 2010 年 12 月 27 日(27.12.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): T D K 株式会社(TDK Corporation) [JP/JP]; 〒1038272 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 鈴木 健一 (SUZUKI Kenichi) [JP/JP]; 〒1038272 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 T D K 株式会社内 Tokyo (JP). 藤川 佳則 (FUJIKAWA Yoshinori)

[JP/JP]; 〒1038272 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 T D K 株式会社内 Tokyo (JP).

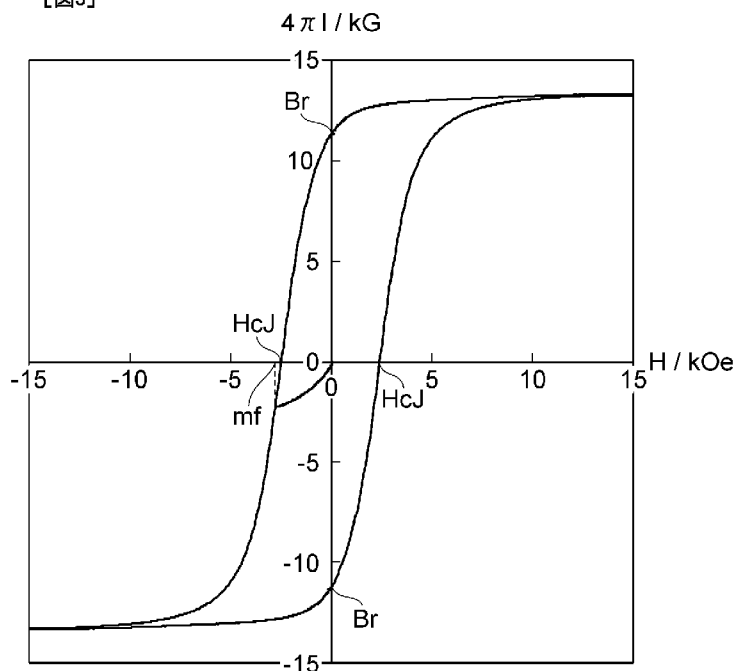
- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目 1 番 1 号丸の内 M Y P L A Z A (明治安田生命ビル) 9 階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシ

[続葉有]

(54) Title: MAGNETIC BODY

(54) 発明の名称: 磁性体

【図3】



(57) Abstract: Provided is a magnetic body provided with high remanent magnetic flux density and capable of having the magnetic force thereof reversibly changed by a small external magnetic field. This magnetic body has a remanent magnetic flux density (Br) of 11 kG or greater and a coercive field strength (HcJ) of 5 kOe or less. The external magnetic field required for making the remanent magnetic flux density (Br) 0 is 1.10HcJ or less.

(57) 要約: 高い残留磁束密度を具備し、且つ小さな外部磁界により磁力を可逆的に変化させることが可能な磁性体を提供すること。本発明の磁性体は、残留磁束密度 B_r が 11 kG 以上であり、保磁力 H_{cJ} が 5 kOe 以下であり、残留磁束密度 B_r を 0 にするために要する外部磁界が 1.10 H_{cJ} 以下である。

WO 2012/090765 A1



ア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨー 添付公開書類:

ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

明 細 書

発明の名称： 磁性体

技術分野

[0001] 本発明は、磁性体に関する。

背景技術

[0002] 洗濯機又は衣類乾燥機等の家電機器、ハイブリッド自動車、電車又はエレベータ等の動力装置として、従来、永久磁石モータが用いられてきた。しかし、永久磁石モータの可変速駆動を行う場合、永久磁石の磁束が一定であるため、回転速度に比例して誘導電圧が高くなる。そして、誘導電圧が電源電圧以上となるような高い回転速度では、駆動が困難になる。そのため、従来の永久磁石モータでは、中・高速域や軽負荷時において、電機子電流による磁束で永久磁石の磁束を相殺させる弱め磁束制御を行う必要があり、モータの効率が低下してしまう。

[0003] このような問題を解決するために、近年、外部から磁界を作用させることにより磁力が可逆的に変化する磁石（可変磁力磁石）を用いた可変磁束モータが開発されている。可変磁束モータでは、中・高速域や軽負荷時において、可変磁力磁石の磁力を小さくすることによって、従来のようなモータの効率低下を抑制できる。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2010-34522号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 従来の可変磁束モータでは、例えば、Nd-F e-B系希土類磁石（例えば、Nd₂F e₁₄B）等の磁力が一定である固定磁石と、Sm₂Co₁₇等のような可変磁力磁石とが併用される。固定磁石であるNd₂F e₁₄Bの残留磁束密度B_rは13kG程度であり、可変磁力磁石であるSm₂Co₁₇のB_rは1

0 k G程度である。このように、固定磁石と可変磁力磁石との磁力の差は、モータの出力及び効率の低下の原因となる。

[0006] 可変磁束モータの出力及び効率を向上させる方法としては、可変磁力磁石から固定磁石と同等の磁束を取り出すことが考えられる。しかし、 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ の飽和磁化 I_s は12.5 k G程度であり、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の I_s は16.0 k G程度であるため、 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ で $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ と同等の B_r を実現するのは困難である。

[0007] 可変磁束モータの出力及び効率を向上させる他の方法としては、従来固定磁石として用いられてきたNd-F e-B系希土類磁石を可変磁力磁石として用いることが考えられる。しかし、Nd-F e-B系希土類磁石の磁化（保磁力）機構はニュークリエーション型であるため、その磁力変化又は磁化反転には、 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ の場合よりも大きな外部磁界が必要となる。しかし、大きな外部磁界は、大きな磁化電流を要するため、モータの効率を低下させ、また磁気回路による制御が容易ではない。これらの問題のため、Nd-F e-B系希土類磁石を可変磁力磁石として実用化することは容易ではない。

[0008] したがって、Nd-F e-B系希土類磁石を可変磁力磁石として実用するためには、磁化機構が $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ のようなピンニング型の磁化機構、又はフェライト磁石のような単磁区粒子型の磁化機構を、Nd-F e-B系希土類磁石において実現しなければならない。

[0009] 本発明は、このような従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、高い残留磁束密度を具備し、且つ小さな外部磁界により磁力を可逆的に変化させることが可能な磁性体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 上記課題を解決するために、本発明に係る磁性体は、残留磁束密度 B_r が11 k G以上であり、保磁力 $H_c J$ が5 k O e以下であり、残留磁束密度 B_r を0にするために要する外部磁界が1.10 $H_c J$ 以下である。

[0011] 上記本発明に係る磁性体は、高い残留磁束密度を具備し、且つ小さな外部磁界によりその磁力（磁束密度）が可逆的に変化するため、可変磁束モータ

用の可変磁力磁石として好適である。

[0012] 上記本発明に係る磁性体は、希土類元素R、遷移金属元素T及びホウ素Bを含むことが好ましい。すなわち、上記本発明に係る磁性体は、R-T-B系希土類磁石の組成を有することが好ましい。このような組成を具備する磁性体においては、上記本発明の効果が顕著になると共に、SmCo系磁石のように高価で供給量が不安定なCoを要しないため、低価格化が可能となる。

[0013] 上記本発明に係る磁性体の結晶粒子径が1 μ m以下であることが好ましい。これにより、上記本発明の効果が顕著になる。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、高い残留磁束密度を具備し、且つ小さな外部磁界により磁力を可逆的に変化させることが可能な磁性体を提供することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]図1 aは、本発明の実施例4の磁性体の破断面を走査型電子顕微鏡（SEM）で撮影した写真であり、図1 bは、本発明の実施例4の磁性体の断面を走査透過型電子顕微鏡（STEM）で撮影した写真である。

[図2]図2は、比較例7の磁性体の破断面をSEMで撮影した写真である。

[図3]図3は、本発明の実施例4の磁化-磁界曲線である。

[図4]図4は、比較例3の磁化-磁界曲線である。

[図5]図5は、比較例7の磁化-磁界曲線である。

[図6]図6 a及び図6 bは、本発明の実施例3の磁性体の断面の一部をSEMで撮影した反射電子像である。

[図7]図7は、電子線マイクロアナライザー（EPMA）による分析に基づく、図6 aの領域7の二次電子像（SL）、反射電子像（CP）及び元素分布を示す図である。

[図8]図8は、EPMAによる分析に基づく、図6 bの領域8の二次電子像（SL）、反射電子像（CP）及び元素分布を示す図である。

[図9]図9 a 及び図9 b は、比較例5の磁性体の断面の一部をSEMで撮影した反射電子像である。

[図10]図10は、EPMAによる分析に基づく、図9 aの領域10の二次電子像(SL)、反射電子像(CP)及び元素分布を示す図である。

[図11]図11は、EPMAによる分析に基づく、図9 bの領域11の二次電子像(SL)、反射電子像(CP)及び元素分布を示す図である。

[図12]図12 (a) は、本発明の実施例3の磁性体の断面をSTEMで撮影した写真であり、図12 (b) は、図12 (a) 中の線分LG2上の各分析箇所における各元素の含有率を示す表である。

[図13]図13 (a) は、比較例5の磁性体の断面をSTEMで撮影した写真であり、図13 (b) は、図13 (a) 中の線分LG5上の各分析箇所における各元素の含有率を示す表である。

[図14]図14 (a) 及び図14 (b) は、本発明の実施例3の磁性体の断面をSTEMで撮影した写真であり、図14 (c) は、図14 (a) 及び図14 (b) 中の各測定箇所における各元素の含有率を示す表である。

[図15]図15 (a) 及び図15 (b) は、比較例5の磁性体の断面をSTEMで撮影した写真であり、図15 (c) は、図15 (a) 及び図15 (b) 中の各測定箇所における各元素の含有率を示す表である。

発明を実施するための形態

[0016] 以下、図面を参照しながら、本発明の好適な一実施形態について詳細に説明する。ただし、本発明は下記の実施形態に限定されるものではない。

[0017] (磁性体)

本実施形態に係る磁性体は、希土類元素R、遷移金属元素T及びホウ素Bを含むことが好ましい。希土類元素Rは、La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb及びLuからなる群より選ばれる少なくとも一種であればよい。特に、希土類元素RがNd及びPrのうち少なくともいずれか一種であることが好ましい。遷移金属元素Tとしては、Fe又はCoが挙げられる。遷移金属元素Tとしては、Feが

好ましいが、磁性体がTとしてFeとCoの両元素を含有してもよい。磁性体が上記の組成を有することにより、磁性体の飽和磁束密度及び残留磁束密度が顕著に向上する。なお、磁性体は、不純物又は添加物として、Ca、Ni、Mn、Al、Cu、Nb、Zr、Ti、W、Mo、V、Ga、Zn、Si、及びBi等の他の元素を更に含んでもよい。

[0018] 図3に示すように、本実施形態に係る磁性体の残留磁束密度 B_r は11kG以上(1.1T以上)である。好ましくは、磁性体の B_r は12.5kG以上(1.25T以上)である。磁性体の B_r の上限值は特に限定されないが、14kG(1.4T)程度である。本実施形態に係る磁性体の B_r は、従来可変磁力磁石として使用されてきた $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 焼結磁石の B_r (10kG)よりも高い。したがって、本実施形態に係る磁性体を可変磁力磁石として用いた可変磁束モータでは、可変磁力磁石が固定磁石と同程度の磁力を有することが可能となり、従来よりも高い出力及び効率が達成される。

[0019] 本実施形態に係る磁性体の保磁力 $H_c J$ は5.0kOe以下(400A/m以下)である。好ましくは、磁性体の $H_c J$ は4.0kOe以下(320A/m以下)である。なお、磁性体の $H_c J$ の下限值は特に限定されないが、1.0kOe(80A/m)程度である。

[0020] 本実施形態に係る磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界の大きさは1.10HcJ以下である。つまり、本実施形態に係る磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界の大きさは $H_c J$ の110%以下である。好ましくは、磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界が1.05HcJ以下である。磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界の下限值は、1.00HcJ程度である。以下では、場合により、磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界(の大きさ)を「mf」(magnetic field)と記す。

[0021] 本実施形態では、 $H_c J$ が5kOe以下であり、磁性体の B_r を0にするために要する外部磁界の大きさmfが1.10HcJ以下であるため、小さい外部磁界により磁性体の磁力変化又は磁化反転を可逆的に繰り返すことが

可能である。また、本実施形態の磁性体では、磁力変化又は磁化反転が繰り返された場合であっても、磁化曲線の対称性が維持され、安定した磁束密度の制御が可能となる。本実施形態の磁性体を可変磁力磁石として用いた可変磁束モータでは、磁性体の磁力変化又は磁化反転に要する外部磁界が小さいため、磁気回路による外部磁界及び磁性体の磁力の制御が容易となるとともに、磁化電流を減少させ、モータの効率を向上させることが可能となる。そのため、本実施形態の磁性体は、洗濯機又は衣類乾燥機等の家電機器、ハイブリッド自動車、電車又はエレベータ等に装備される可変磁束モータ用の可変磁力磁石として好適である。

[0022] 磁性体を構成する結晶の粒径は $1\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.5\ \mu\text{m}$ であることがより好ましい。磁性体を構成する結晶の粒径が微細であることにより、磁性体の磁化機構がピンニング型（又は単磁区型）となり易く、外部磁界 m_f に係る上記磁気特性が発現し易くなる。一方、従来の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 系焼結磁石を構成する結晶の粒径は $5\ \mu\text{m}$ 程度であるため、その磁化機構はニュークリエーション型である。

[0023] 磁性体は Cu を含有することが好ましい。

[0024] 結晶の粒径が微細である磁性体は一般に高い保磁力を有していることが知られている。高い保磁力を有する磁性体は、その磁化の状態を変化させるために大きい外部磁界を必要とし、可変磁束モータ用の可変磁力磁石には適さない。しかしながら、磁性体に適量の Cu を含有させることにより、磁性体の高い残留磁束密度とピンニング型の磁化機構を維持したままに保磁力を低減させ易くなる。これにより、上述した残留磁束密度、保磁力、及び外部磁界に係る磁気特性を顕著に発現させることが可能となる。

[0025] 磁性体中の Cu の含有率は磁性体の全質量に対して $1.0 \sim 1.25$ 質量%であることが好ましい。 Cu の含有率が増加するほど、 B_r 及び $H_c J$ が減少する傾向がある。 Cu の含有率が減少するほど、 B_r 及び $H_c J$ が増加する傾向がある。また、磁性体を構成する主相粒子内での Cu の含有率は、主相粒子内の全元素に対して、 $0.5 \sim 0.6$ 原子%であることが好ましい。

。なお、主相粒子とは、磁性体の主成分からなる結晶粒子である。主成分とは、例えば、希土類元素R、遷移金属元素T及びホウ素B ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) である。磁性体が、主相粒子から構成される微細構造を有し、その磁化機構がピンニング型である場合、主相粒子内でのCuの含有率が上記の範囲内であることによって、所望の低い保磁力が得られやすい、と本発明者らは考える。

[0026] 磁性体は粉末であってもよい。磁性体は、粉末を押し固めた圧粉体であってもよい。磁性体は、磁性体の粉末又は圧粉体を樹脂で固めたボンド磁石であってもよい。磁性体は、磁性粒子の焼結体であってもよい。

[0027] (磁性体の製造方法)

磁性体の製造では、まず原料合金を鑄造する。原料合金としては、上述した希土類元素R、遷移金属元素T及びBを含むものを用いればよい。原料合金は、必要に応じて、添加物又は不純物として上述した元素を更に含んでもよい。原料合金の化学組成は、最終的に得たい磁性体の化学組成に応じて調整すればよい。原料合金は鑄塊であっても粉末であってもよい。

[0028] HDDR (Hydrogenation-Disproportionation-Desorption-Recombination) 処理により、原料合金から合金粉末を形成する。HDDR処理とは、原料合金の水素化 (Hydrogenation)、不均化 (Disproportionation)、脱水素化 (Desorption)、および再結合 (Recombination) を順次実行するプロセスである。

[0029] HDDR処理では、原料合金を、 H_2 ガス雰囲気または H_2 ガスと不活性ガスとの混合雰囲気中で $500^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ に保持し、それによって原料合金を水素化させた後、雰囲気における H_2 ガスの分圧が 1.3 Pa 以下になるまで、 $500^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ で原料合金を脱水素処理し、次いで冷却する。これにより、Nd-T-B系希土類磁石の組成を有する微細な結晶粒子 (Nd-T-B系磁性粉) が得られる。

[0030] 主原料であるNd-T-B系磁性粉に対して、Cu粉末を添加したものを

不活性ガス雰囲気下で混合して、原料混合物を調製する。原料混合物中のCu粉末の含有率は、原料混合物の全質量に対して1.0～1.25質量%であることが好ましい。これにより上記磁気特性を有する磁性体を得やすくなる。Cu粉末の含有率が増加するほど、得られる磁性体のBr及びHcJが減少する傾向がある。Cu粉末の含有率が減少するほど、得られる磁性体のBr及びHcJが増加する傾向がある。

[0031] 原料混合物を700～950℃の不活性雰囲気下で熱処理することにより、粉末状の磁性体が完成する。この熱処理により、Cuが熱拡散し、Nd-T-B系磁性粉がピンニング型の磁化機構を維持したまま、低保磁力化する。なお、Cuを添加したNd-T-B系磁性粉は、700～950℃での熱処理ではほぼ粒成長せず、熱処理前の微細構造を維持する。

[0032] なお、粉末状の磁性体ではなく、焼結した磁性体を得る場合、原料混合物を磁界中で加圧成形して成形体を形成する。成形時に原料混合物に印加する磁界の強度は800kA/m以上であることが好ましい。成形時に原料混合物に加える圧力は10～500MPa程度であることが好ましい。成形方法としては、一軸加圧法またはCIPなどの等方加圧法のいずれを用いてもよい。得られた成形体を焼成して焼結体を形成する。焼成温度は700～1200℃程度であればよい。焼成時間は0.1～100時間程度であればよい。焼成工程は、複数回行ってよい。焼成工程は、真空中またはArガス等の不活性ガス雰囲気中で行うことが好ましい。焼成後の焼結体に対して時効処理を施してもよい。焼結体から所望の寸法の磁性体を切り出す加工を行っても良い。焼結体の表面に保護層を形成してもよい。保護層としては、通常希土類磁石の表面を保護する層として形成されるものであれば特に制限なく適用できる。保護層としては、たとえば、塗装や蒸着重合法により形成した樹脂層、めっきや気相法により形成した金属層、塗布法や気相法により形成した無機層、酸化層、化成処理層等が挙げられる。

[0033] 上記の方法で得た粉末状の磁性体とプラスチック又はゴム等の樹脂とを混合した後に樹脂を硬化することにより、ボンド磁石を作製してもよい。また

は、磁性体の粉末を押し固めた圧粉体に樹脂を含浸させた後に樹脂を硬化することにより、ボンド磁石を作製してもよい。

実施例

[0034] 以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0035] (実施例4)

遠心鑄造法により、表1に示す元素を含有するNd-Fe-B系合金の鑄塊を作製した。鑄塊中の各元素の含有率は表1に示す値に調整した。なお、表1から明らかなように、鑄塊の組成はNd₂Fe₁₄Bにほぼ等しい。鑄塊に不可避免的に含まれる不純物元素の有無を分析した。各不純物元素の種類及び鑄塊における各不純物元素の含有率を表2に示す。なお、鑄塊の組成は蛍光X線分析(XRF)で分析した。

[0036] [表1]

表1	Nd	Fe	B	Co	Ga	Nb
原子%	12.51	76.50	6.36	3.79	0.32	0.20
質量%	28.08	66.48	1.07	3.48	0.35	0.29

[0037] [表2]

表2	Cu	Al	Dy	La	Ce	Pr	Sm	Ni	Mn	Ca	Si	Mg	Sn
原子%	0.03	0.10	0.0079	0.0000	0.0000	0.0319	0.0009	0.0164	0.0386	0.0016	0.0869	0.0000	0.0000
質量%	0.03	0.04	0.0200	0.0000	0.0000	0.0700	0.0020	0.0150	0.0330	0.0010	0.0380	0.0000	0.0000

[0038] HDDR処理により、鑄塊から合金粉末を形成した。HDDR処理では、鑄塊をH₂ガス雰囲気中で800℃に保持することにより、鑄塊を水素化させた後、雰囲気におけるH₂ガスの分圧が1Pa以下になるまで、850℃で鑄塊を脱水素処理し、次いで冷却した。これらの工程を経た鑄塊をArガス雰囲気中で粉砕し、ふるい分けすることにより、粒径が212μm以下であるNd-Fe-B系磁性粉を得た。

[0039] Nd-Fe-B系磁性粉に対して、Cu粉末を添加したものをArガス雰囲気下で混合して、原料混合物を調製した。原料混合物中のCu粉末の含有率（以下、「Cu添加量」という。）は、原料混合物の全質量に対して1.25質量%に調整した。Cu粉末の純度は99.9質量%であり、Cu粉末

の粒径は $10\mu\text{m}$ 以下であった。混合にはコーヒーマルを用いた。混合時間は1分であった。混合はArガス雰囲気中で行った。

[0040] 加熱炉を用いて、原料混合物をArガス雰囲気中で 700°C に熱処理することにより、実施例4の磁性体を得た。なお、熱処理では、4時間にわたり原料混合物を 700°C で加熱した。

[0041] 実施例4の磁性体の破断面を走査型電子顕微鏡（SEM）で撮影した写真を図1aに示す。実施例4の磁性体の断面を走査透過型電子顕微鏡（STEM）で撮影した写真を図1bに示す。図1a及び図1bに示すように、実施例4の磁性体は、粒径が $1\mu\text{m}$ 以下である微細な磁性粒子の集合体であることが確認された。

[0042] [磁気特性の評価]

実施例4の磁性体を、Arガス雰囲気中で乳鉢を用いて粉砕し、篩い分けを行って、粒径が $212\mu\text{m}$ 以下である磁性体の粉末を得た。この粉末とパラフィンとをケースに詰めて、パラフィンを融解させた状態で1テスラの磁界を印加して磁性体の粉末を配向させ、振動試料型磁力計（VSM）を用いて、磁化－磁界曲線を測定して磁気特性を求めた。磁性体の粉末に印加した磁界の大きさは $-25\sim 25\text{ kOe}$ の範囲内に制御した。実施例4の磁性体の残留磁束密度（ B_r ）及び保磁力（ H_{cJ} ）の測定結果を表5に示す。実施例4の磁化－磁界曲線を図3に示す。

[0043] また、磁化－磁界曲線を測定した後に正方向に飽和するまで磁化した磁性体に対して、逆方向の磁界を印加し、その磁界を取り除いた際に残留磁束密度 B_r が0となる逆方向の磁界の大きさを求めた。 B_r が0となる逆方向の磁界の絶対値（ m_f ）及び保磁力 H_{cJ} に対する比（ m_f/H_{cJ} ）を表5に示す。

[0044] （実施例1～3、5～6、比較例1～8）

各実施例及び比較例では、Cu添加量を表5に示す値に調整した。各実施例及び比較例では、原料混合物の熱処理温度を表5に示す値に調整した。これらの事項以外は、実施例4と同様の方法で、各実施例及び比較例の粉末状

の磁性体を作製した。比較例 7 の磁性体の破断面を SEM で撮影した写真を図 2 に示す。比較例 7 では、実施例 4 とは対照的に、磁性粒子が粒成長しており、実施例 4 のような微細な組織構造は見られなかった。

[0045] 各実施例及び比較例の B_r 、 $H_c J$ 、 $m f$ 、及び $H_c J$ に対する $m f$ の比を、実施例 4 と同様の方法で求めた。結果を表 5 に示す。比較例 3 の磁化－磁界曲線を図 4 に示す。比較例 7 の磁化－磁界曲線を図 5 に示す。

[0046] [SEM－EPM A 分析]

実施例 3 で得られた磁性体の断面を走査電子顕微鏡が備える電子線マイクロアナライザー (SEM－EPM A) を用いて分析した。実施例 3 の分析結果を図 6～8 示す。比較例 5 で得られた磁性体の断面を SEM－EPM A を用いて分析した。比較例 5 の分析結果を図 9～11 に示す。

[0047] 図 6 a 及び図 6 b は実施例 3 の磁性体断面の反射電子像である。図 6 a 中の領域 7 及び図 6 b 中の領域 8 は、元素マッピングのためのデータを EPM A 分析によって収集した位置 (測定領域) である。領域 7 の大きさは $20 \times 20 \mu m$ である。領域 8 の大きさは $51.2 \times 51.2 \mu m$ である。図 7 は EPM A 分析に基づく領域 7 内の元素分布マップである。図 8 は EPM A 分析に基づく領域 8 内の元素分布マップである。

[0048] 図 9 a 及び図 9 b は比較例 5 の磁性体断面の一部の反射電子像である。図 9 a 中の領域 10 及び図 9 b 中の領域 11 は、元素マッピングのためのデータを EPM A 分析によって収集した位置 (測定領域) である。領域 10 の大きさは $20 \times 20 \mu m$ である。領域 11 の大きさは $51.2 \times 51.2 \mu m$ の領域である。図 10 は EPM A 分析に基づく領域 10 内の元素分布マップである。図 11 は EPM A 分析に基づく領域 11 内の元素分布マップである。

[0049] EPM A 分析に基づく元素分布マップに拠ると、実施例 3 において添加された Cu は、磁性体内に均一に分散せず偏析しているように見受けられた。

[0050] [STEM－EDS 分析／線分析]

実施例 3 及び比較例 5 で得られた磁性体の断面を、走査透過電子顕微鏡が

備えるエネルギー分散型X線分光（STEM-EDS）を用いて分析した。実施例3の結果を図12（a）及び12（b）に示す。比較例5の分析結果を図13（a）及び13（b）に示す。図12（b）中のLG20000～LG20029は、STEM-EDSによって各元素の含有率を測定した箇所（分析箇所）であり、図12（a）中の線分LG2上に略等間隔で配列した各点に対応する。図13（b）中のLG50000～LG50029は、STEM-EDSによって各元素の含有量を測定した箇所（分析箇所）であり、図13（a）中の線分LG5上に略等間隔で配列した各点に対応する。図12（b）及び図13（b）に示す各分析箇所における元素の含有率の単位は「原子%」である。図12（a）及び図13（a）中の各矢印は線分析を行った方向を示す。図12（b）のLG20000は、線分析の開始点であり、図12（a）の矢印の始点側に位置する。図12（b）のLG20029は線分析の終点であり、図12（a）の矢印の先端側に位置する。図13（b）のLG50000は、線分析の開始点であり、図13（a）の矢印の始点側に位置する。図13（b）のLG50029は線分析の終点であり、図13（a）の矢印の先端側に位置する。図12（b）中のLG20000～LG20029に付された長さ（単位： μm ）は、各分析箇所のLG20000からの距離である。図13（b）中のLG50000～LG50029に付された長さ（単位： μm ）は、各分析箇所のLG50000からの距離である。

[0051] 図12（b）に示すように、Cuを添加した原料混合物の熱処理した実施例3の磁性体では、主相粒子内のCuの含有率が、粒界におけるCuの含有率と同程度であることが確認された。一方、図13（b）に示すように、原料混合物にCuを添加していない比較例5では、原料混合物を熱処理しても、主相粒子内にCuはほぼ存在せず、粒界に比較的多量のCuが存在することが確認された。

[0052] [STEM-EDS分析／点分析]

実施例3及び比較例5で得られた各磁性体の断面をSTEM-EDSを用

いて分析した。実施例3の分析結果を図14(a)、14(b)及び14(c)に示す。比較例5の分析結果を図15(a)、15(b)及び15(c)に示す。図14(a)及び14(b)に示す各測定箇所「+」における各元素の含有率をSTEM-EDSによって測定した。図14(c)は、図14(a)及び14(b)中の各測定箇所における各元素の含有率を示す。図15(a)及び15(b)に示す各測定箇所「+」における各元素の含有率をSTEM-EDSによって測定した。図15(c)は、図15(a)及び15(b)中の各測定箇所における各元素の含有率を示す。なお、図14(c)及び図15(c)に記載の「粒界」とは、磁性体を構成する2つの結晶粒子（主相粒子）の境界領域を意味する。「粒界三重点」とは、磁性体を構成する3つ以上の結晶粒子に囲まれた相を意味する。

[0053] 図14(c)に示す点分析の結果に基づき、実施例3の磁性体の粒界における各元素の含有率の平均値、主相粒子内における各元素の含有率の平均値、及び粒界三重点における各元素の含有率の平均値を求めた。その結果を表3に示す。図15(c)に示す点分析の結果に基づき、比較例5の磁性体の粒界における各元素の含有率の平均値、主相粒子内における各元素の含有率の平均値、及び粒界三重点における各元素の含有率の平均値を求めた。その結果を表4に示す。

[0054] [表3]

表3	実施例3	含有率(原子%)							
		O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd
	粒界	3.0	0.2	78.4	5.2	0.8	0.8	0.0	11.7
	主相粒子	2.6	0.1	80.6	4.9	0.5	0.6	0.0	10.7
	粒界三重点	4.6	0.2	45.6	4.6	14.3	2.4	0.0	28.3

[0055] [表4]

表4	比較例5	含有率(原子%)							
		O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd
	粒界	7.8	0.1	74.0	4.7	0.2	0.8	0.0	12.4
	主相粒子	7.3	0.2	76.0	4.7	0.0	0.5	0.0	11.4
	粒界三重点	10.2	0.2	57.5	6.8	0.6	2.0	0.0	22.7

[0056] 表3及び表4の比較から、実施例3の主相粒子内のCuの含有率は、比較

例 5 の主相粒子内の C u の含有率に比べて高いことが確認された。また、実施例 3 では、C u が粒界三重点に偏析していることが確認された。実施例 3 及び比較例 5 と同様に、他の実施例及び比較例について S T E M－E D S による点分析を行った。点分析の結果から求めた各実施例及び比較例の主相粒子内の C u の含有率を表 5 に示す。表 5 に記載された残留磁束密度と C u 添加量及び熱処理温度との関係を表 6 に示す。表 5 に記載された保磁力と C u 添加量及び熱処理温度との関係を表 7 に示す。表 5 に記載された $m f / H c J$ と C u 添加量と熱処理温度との関係を表 8 に示す。表 5 に記載された主相粒子内における C u の含有率と C u 添加量及び熱処理温度との関係を表 9 に示す。表 6～9 において「*」が付された数値は実施例の数値である。

[0057] [表5]

表5	Cu添加量	熱処理温度	残留磁束密度 Br	保磁力 HcJ	外部磁界mf		主相粒子内 Cu含有率
	質量%	℃	kG	kOe	絶対値 kOe	mf/HcJ —	原子%
実施例1	1.00	700	12.25	4.33	4.76	1.099	0.6
実施例2	1.00	800	12.53	3.82	3.98	1.042	0.5
実施例3	1.00	900	12.44	4.10	4.30	1.049	0.5
実施例4	1.25	900	11.31	2.45	2.54	1.035	0.5
実施例5	1.00	950	12.50	3.78	4.11	1.088	0.6
実施例6	1.25	950	11.32	2.25	2.47	1.097	0.6
比較例1	0.00	700	13.10	14.11	14.91	1.057	0.1
比較例2	1.25	700	9.26	1.31	1.68	1.285	0.7
比較例3	0.00	800	12.91	13.50	13.51	1.001	0.0
比較例4	1.25	800	7.27	0.79	0.96	1.217	0.8
比較例5	0.00	900	12.75	13.33	13.71	1.029	0.0
比較例6	1.50	900	9.61	1.35	1.58	1.170	0.6
比較例7	0.00	950	12.85	2.80	6.27	2.243	0.0
比較例8	1.50	950	10.00	1.41	1.74	1.237	0.7

[0058] [表6]

表6 (Br)		熱処理温度			
Cu添加量	0質量%	700℃	800℃	900℃	950℃
	1質量%	* 12.25 kG	* 12.53 kG	* 12.44 kG	* 12.50 kG
	1.25質量%	9.26 kG	7.27 kG	* 11.31 kG	* 11.32 kG
	1.5質量%	—	—	9.61 kG	10.00 kG
	0質量%	13.10 kG	12.91 kG	12.75 kG	12.85 kG

[0059]

[表7]

表7 (HcJ)		熱処理温度			
		700℃	800℃	900℃	950℃
Cu添加量	0質量%	14.11 kOe	13.50 kOe	13.33 kOe	2.80 kOe
	1質量%	* 4.33 kOe	* 3.82 kOe	* 4.10 kOe	* 3.78 kOe
	1.25質量%	1.31 kOe	0.79 kOe	* 2.45 kOe	* 2.25 kOe
	1.5質量%	—	—	1.35 kOe	1.41 kOe

[0060] [表8]

表8 (mf/HcJ)		熱処理温度			
		700℃	800℃	900℃	950℃
Cu添加量	0質量%	1.057	1.001	1.029	2.243
	1質量%	* 1.099	* 1.042	* 1.049	* 1.088
	1.25質量%	1.285	1.217	* 1.035	* 1.097
	1.5質量%	—	—	1.170	1.237

[0061] [表9]

表9 (主相粒子内のCu含有率)		熱処理温度			
		700℃	800℃	900℃	950℃
Cu添加量	0質量%	0.1 原子%	0.0 原子%	0.0 原子%	0.0 原子%
	1質量%	* 0.6 原子%	* 0.5 原子%	* 0.5 原子%	* 0.6 原子%
	1.25質量%	0.7 原子%	0.8 原子%	* 0.5 原子%	* 0.6 原子%
	1.5質量%	—	—	0.6 原子%	0.7 原子%

[0062] Cu添加量が1質量%であり、熱処理温度が700～950℃である実施例1～3及び5では、CuがNd—Fe—B型主相粒子内に均一に拡散しており、保磁力が低いことが確認された。Cu添加量が1.25質量%であり、熱処理温度が900～950℃である実施例4及び6においても、CuがNd—Fe—B型主相粒子内も均一に拡散しており、保磁力が低いことが確認された。実施例1～6の低い保磁力は、主相粒子中のNd₂Fe₁₄Bの異方性磁界HAが低下したことに起因すると推察される。

[0063] Cu添加量が0であり、熱処理温度が700～900℃である比較例1，3及び5では、熱処理温度の変化に伴う磁性の変化は見られなかった。つまり、比較例1，3及び5の磁性体と、その原料混合物との間に顕著な差異は確認されなかった。また、Cu添加量が0であり、熱処理温度が950℃である比較例7では、粒成長とmf/HcJの増加が見られた。比較例7の粒成長は、熱処理温度が高すぎたことに起因すると考えられる。また、比較例7のmf/HcJの増加は、磁性体の磁化機構がニュークリエーション型になったことに起因すると考えられる。

[0064] Cu添加量が1.25質量%であり、熱処理温度が700～800℃である比較例2及び4では、熱処理温度が低いためにCuがNd-F e-B型主相粒子内に均一に拡散できず、その結果、Cu濃度が高い部分が生じた、と考えられる。そして、Cu濃度が高い部分において、Cu-希土類化合物（例えばNdCu₅）が形成され、Nd-F e-Bの一部のNdが奪われたと推察される。その結果、比較例2及び4の残留磁束密度Brが低くなったと考えられる。

[0065] Cu添加量が1.5質量%であり、熱処理温度が900～950℃である比較例6及び8では、Cu添加量が多すぎた。その結果、Nd-F e-B型主相粒子内にCuが均一に拡散しても、まだ主相粒子外に余剰のCuが存在していたものと考えられる。そして、この余剰のCuによりCu-希土類化合物（例えばNdCu₅）が形成され、Nd-F e-Bの一部のNdが奪われたと推察される。その結果、比較例6及び8の残留磁束密度Brが低くなったと考えられる。

産業上の利用可能性

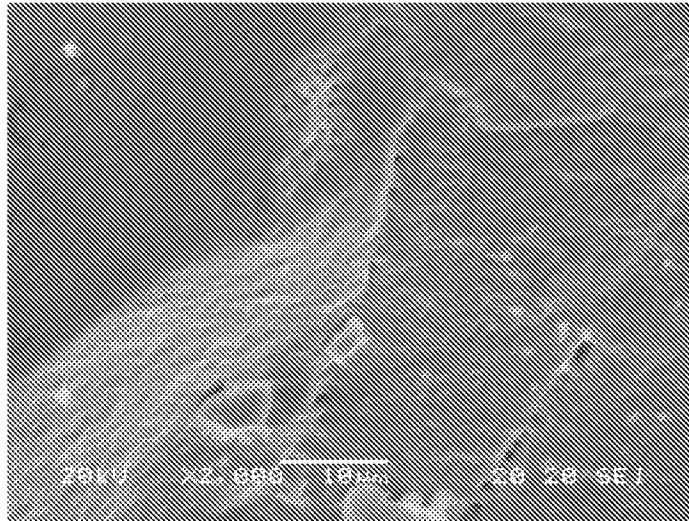
[0066] 本発明は、高い残留磁束密度を具備し、且つ小さな外部磁界により磁力を可逆的に変化させることが可能であるため、家電機器、ハイブリッド自動車、電車又はエレベータ等に装備される可変磁束モータ用の可変磁力磁石として好適である。

請求の範囲

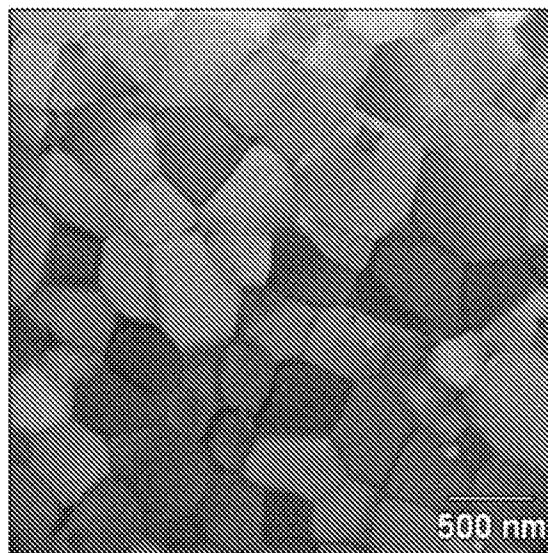
- [請求項1] 残留磁束密度 B_r が 1.1 kG 以上であり、
保磁力 $H_c J$ が 5 kOe 以下であり、
前記残留磁束密度 B_r を 0 にするために要する外部磁界が 1.1 Oe $H_c J$ 以下である、
磁性体。
- [請求項2] 希土類元素 R、遷移金属元素 T 及びホウ素 B を含む、
請求項 1 に記載の磁性体。
- [請求項3] 結晶粒子径が $1 \mu\text{m}$ 以下である、
請求項 1 又は 2 に記載の磁性体。

[図1]

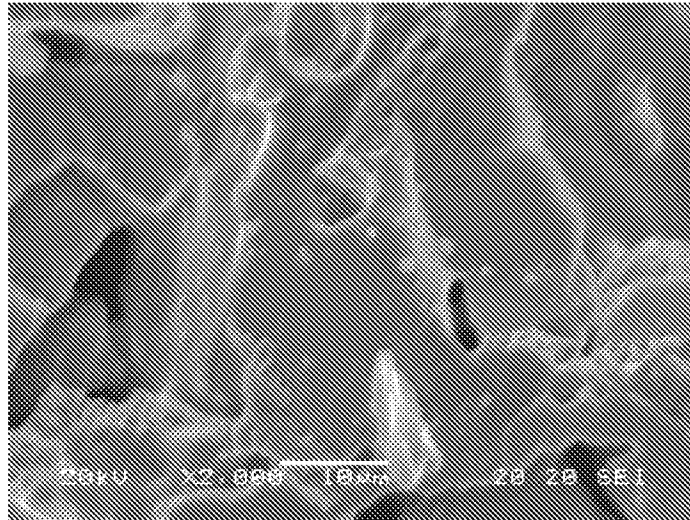
(a)



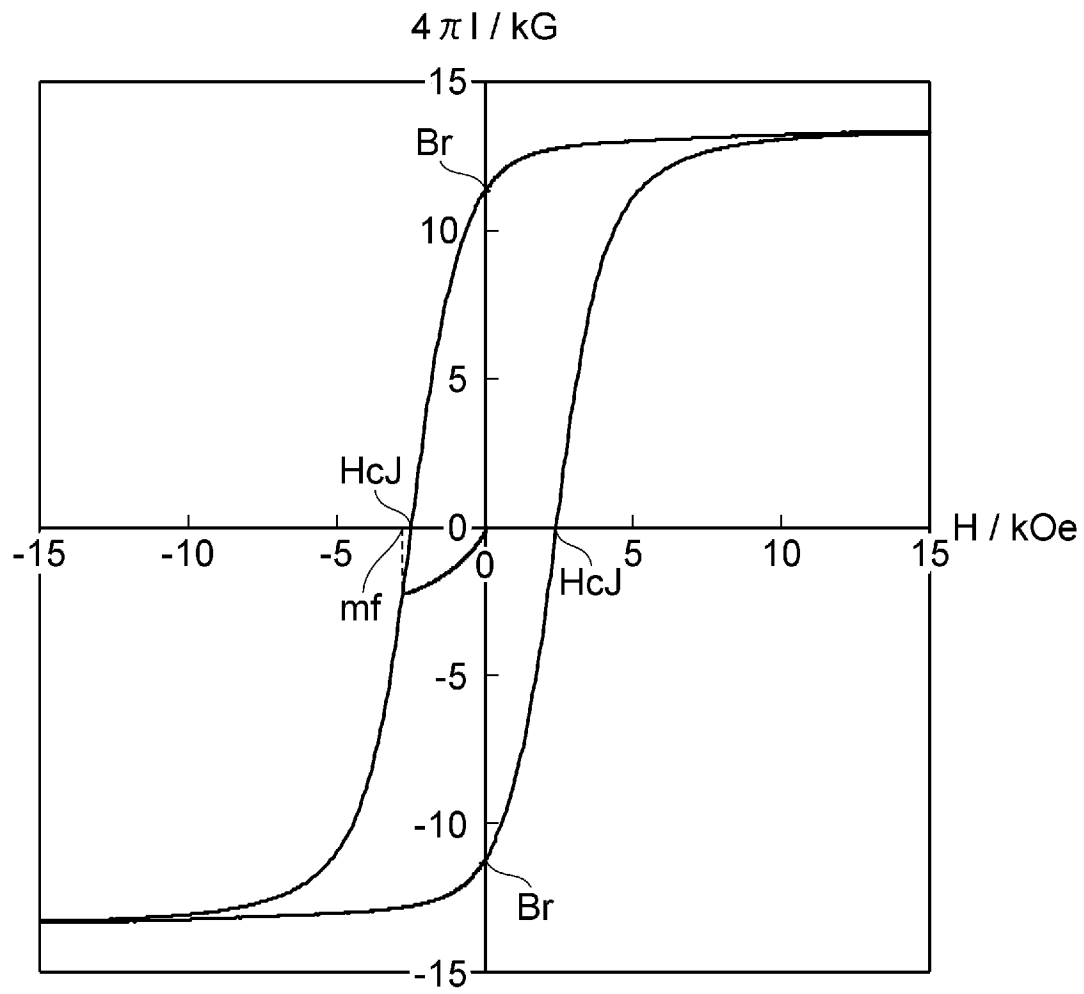
(b)



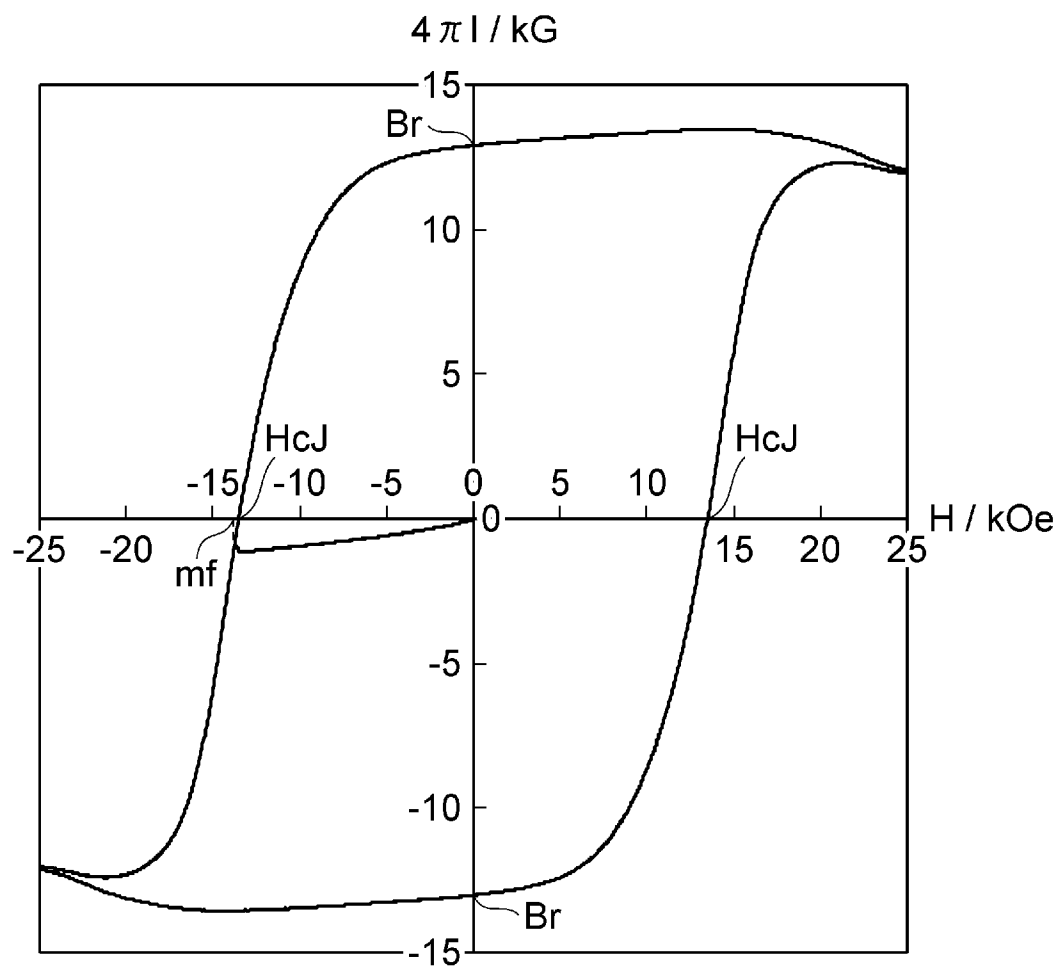
[図2]



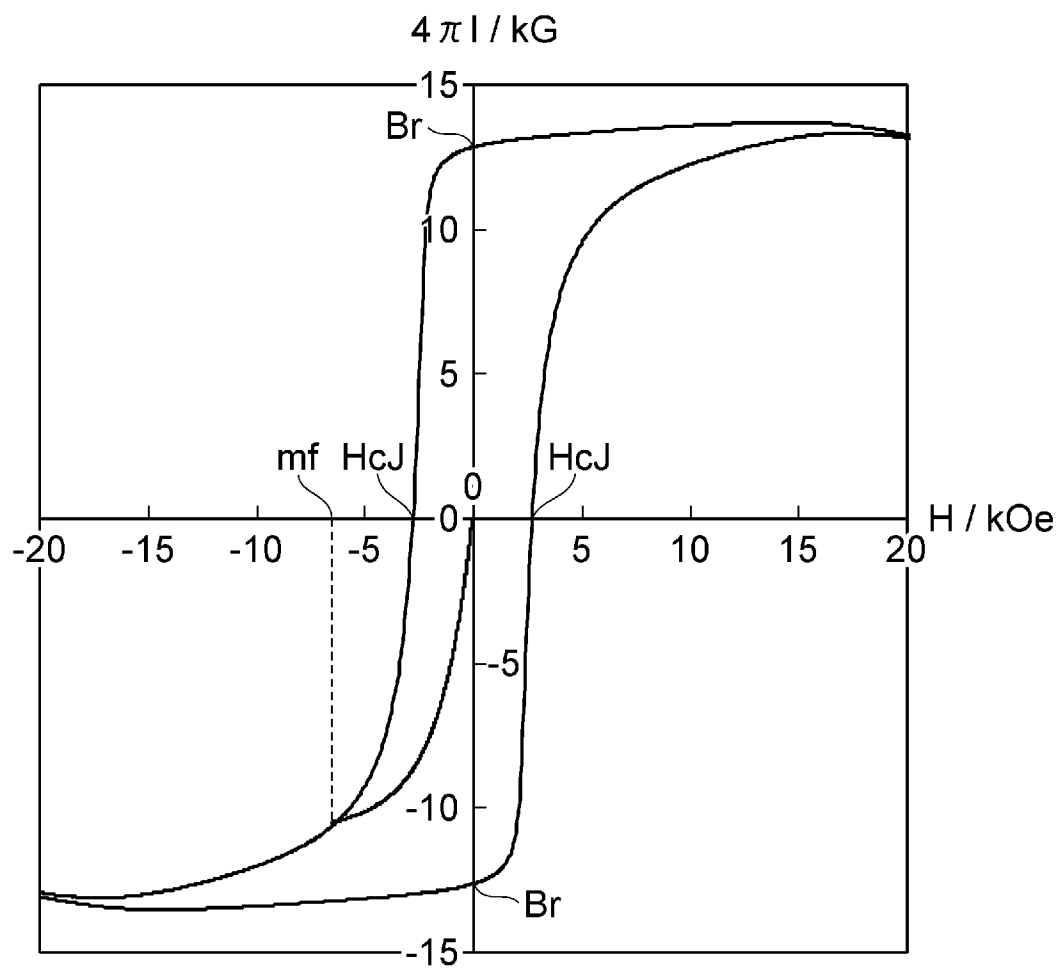
[図3]



[図4]

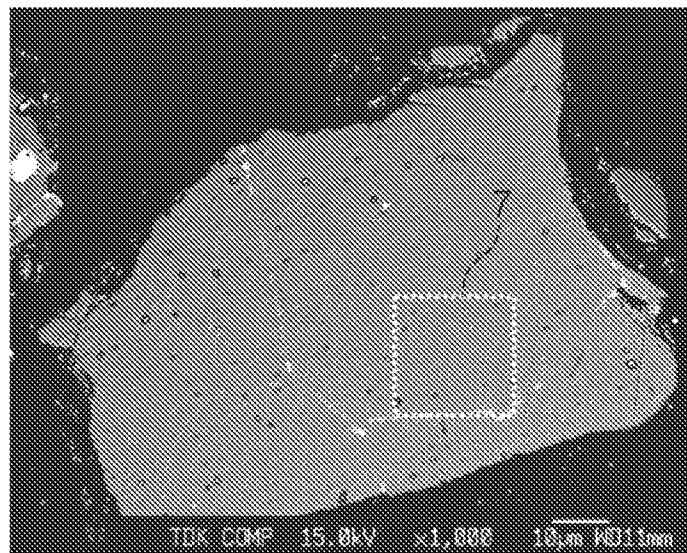


[図5]

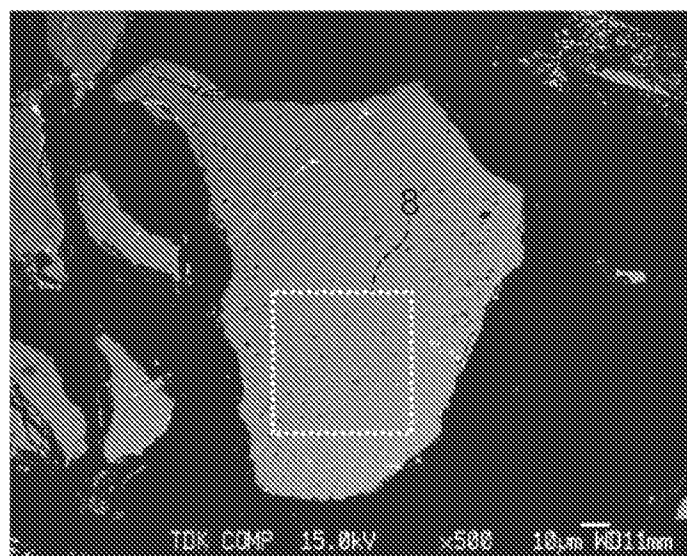


[図6]

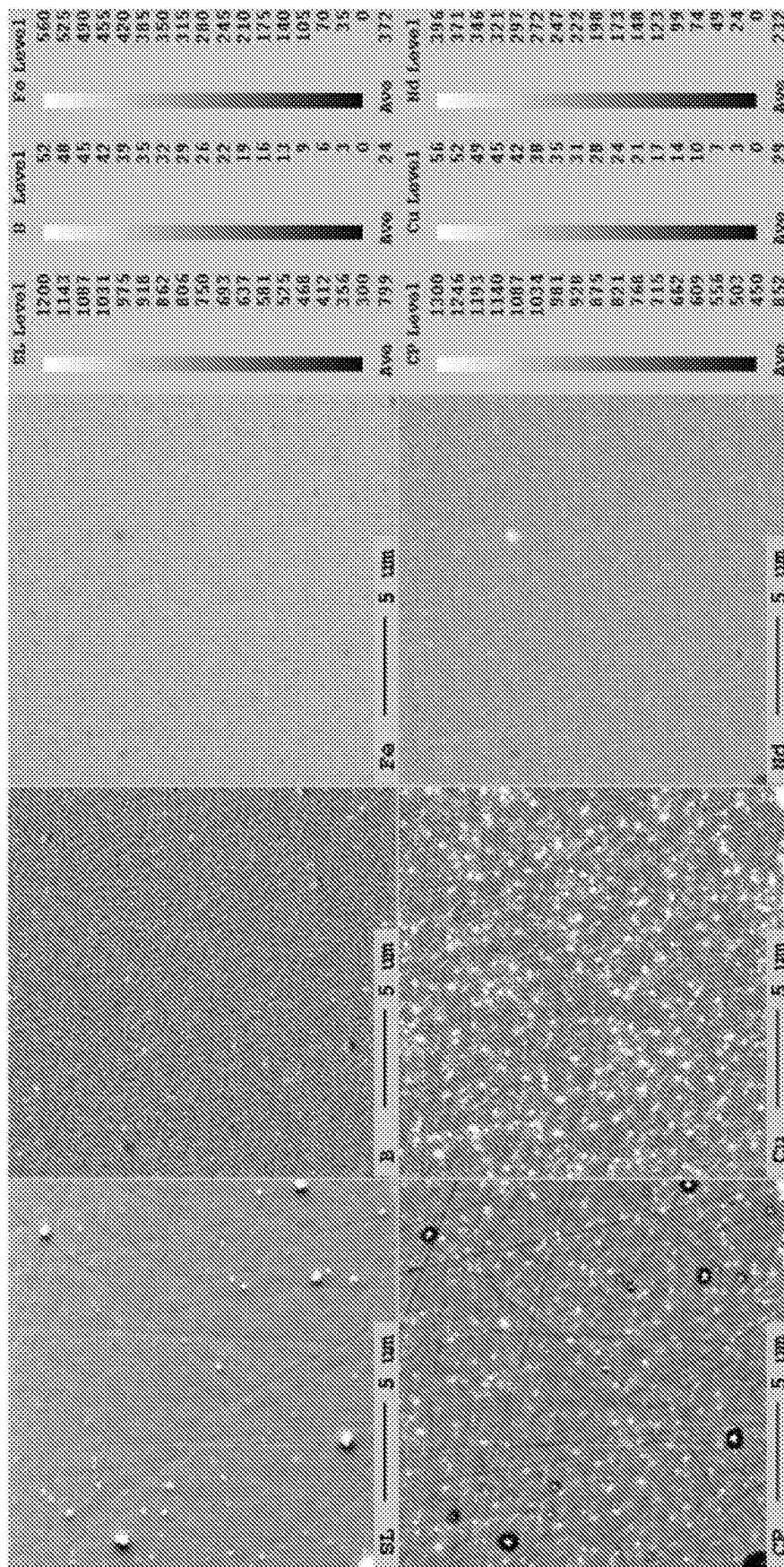
(a)



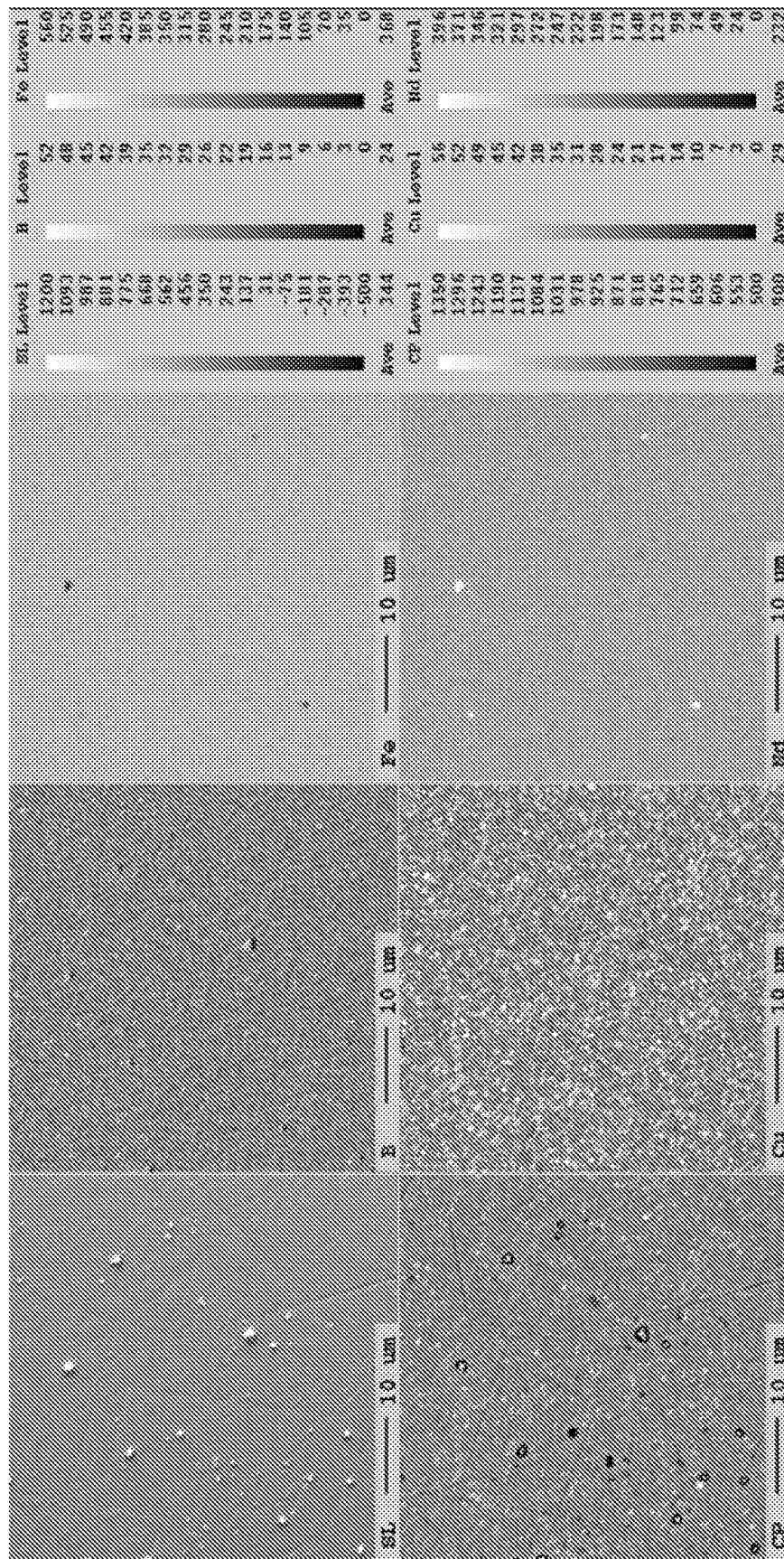
(b)



[図7]

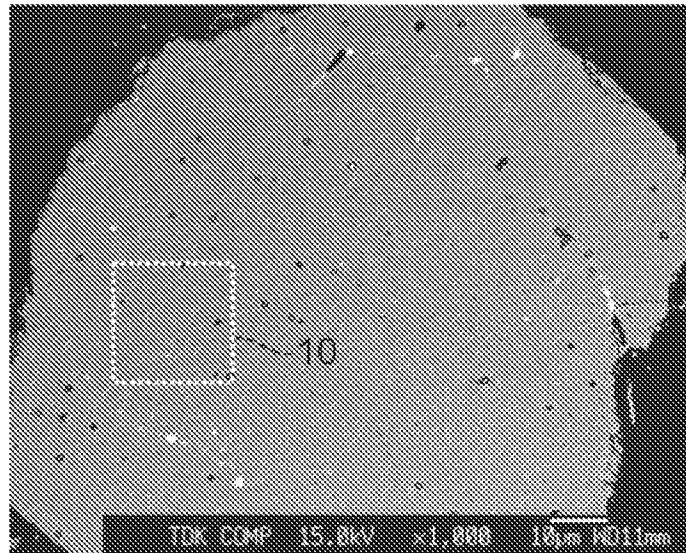


[図8]

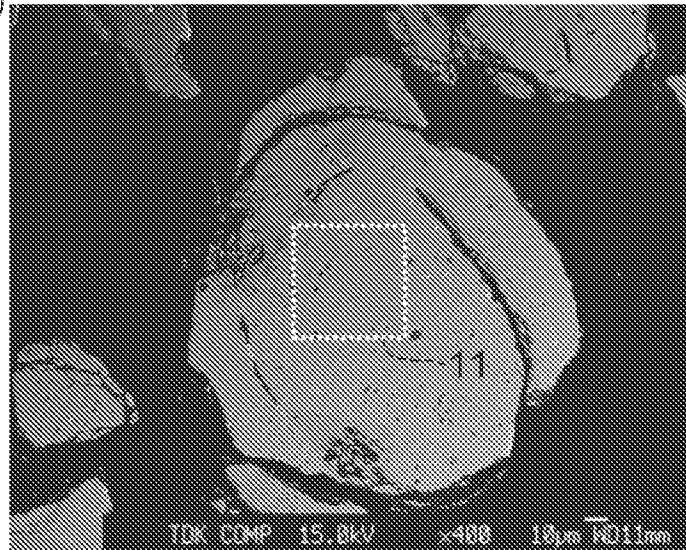


[図9]

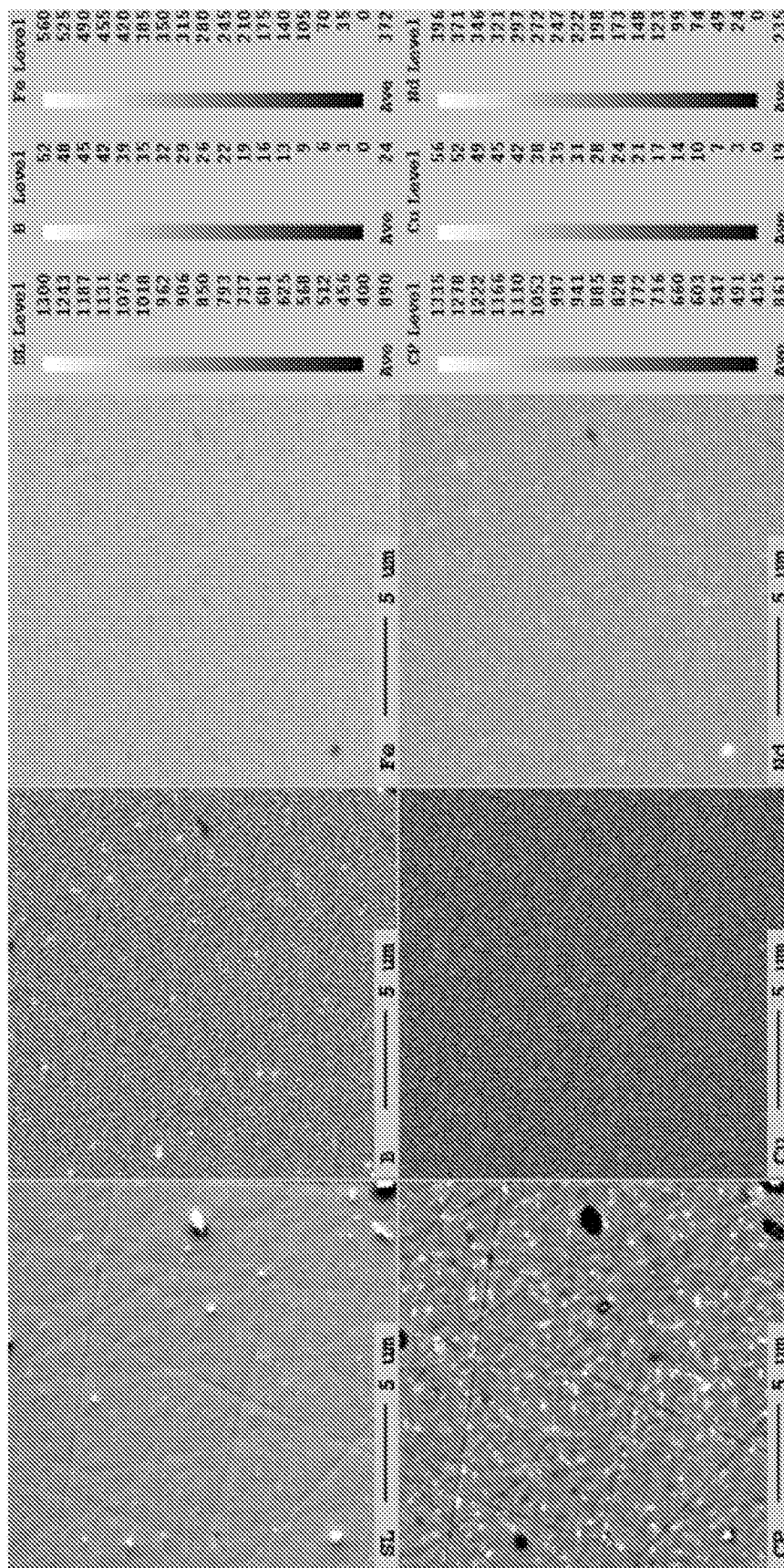
(a)



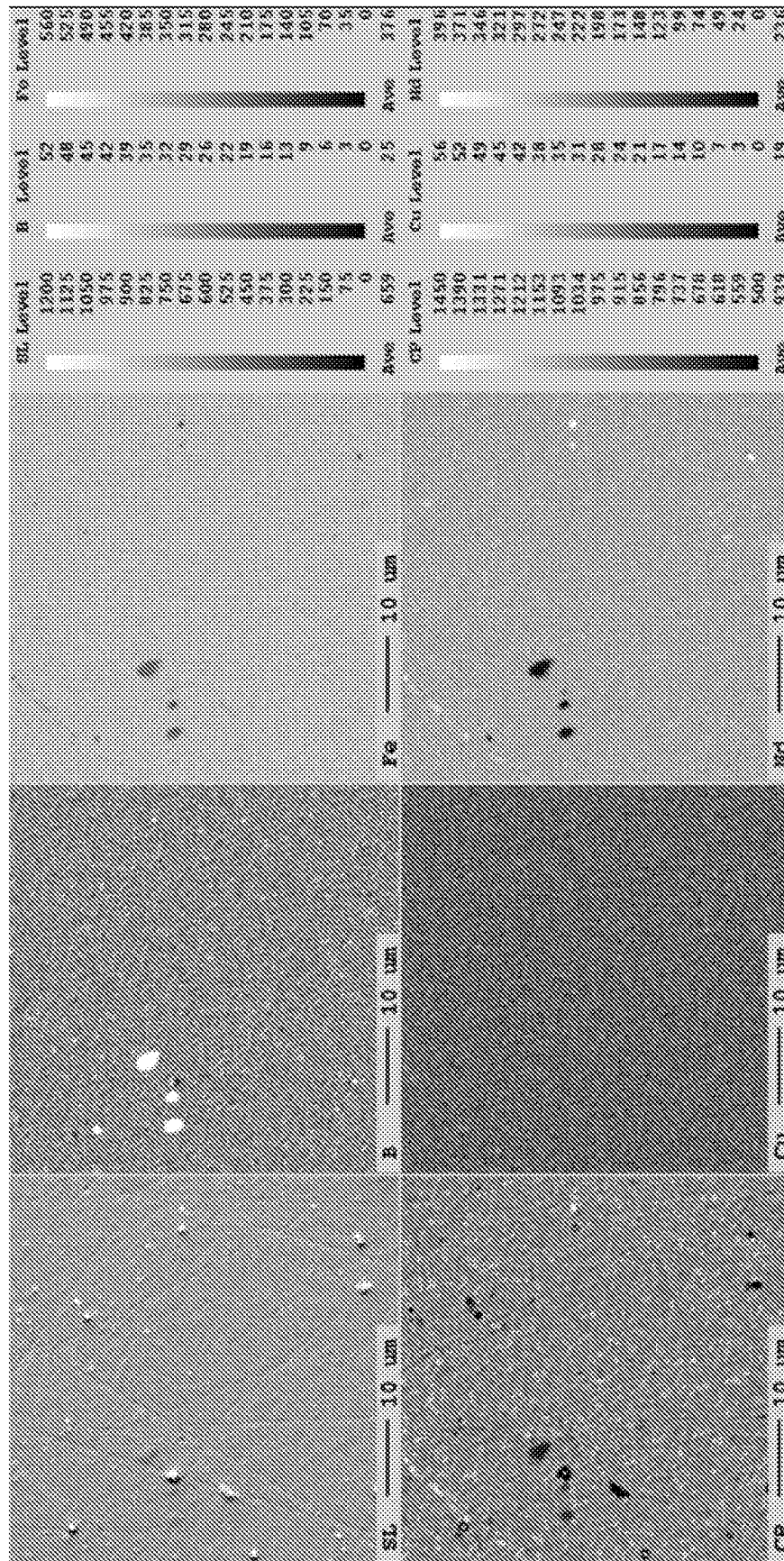
(b)



[図10]

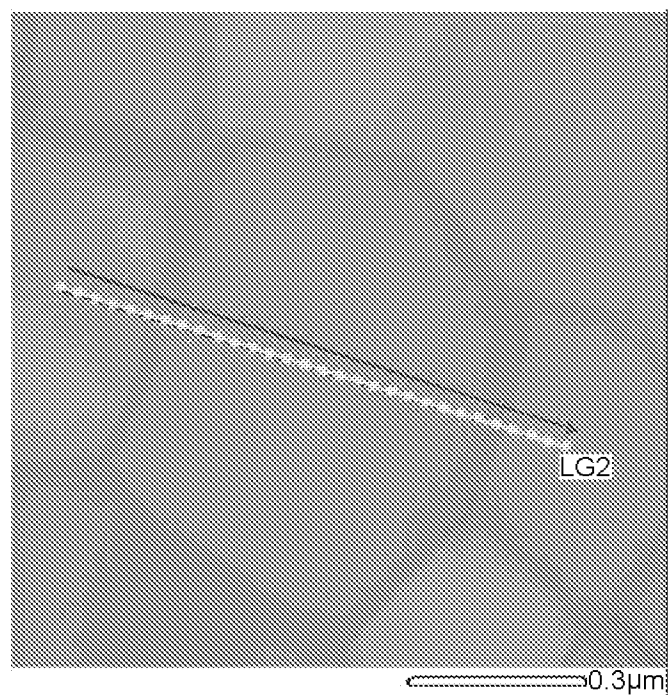


[図11]



[図12]

(a)

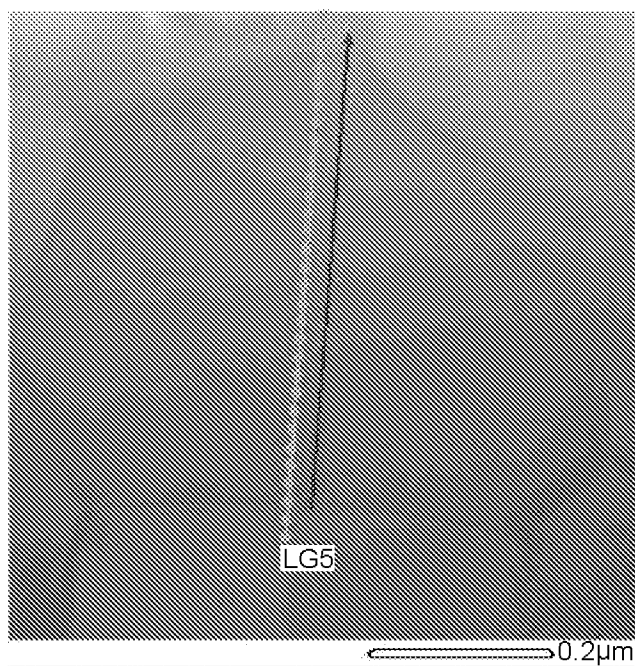


(b)

分析箇所	O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd	合計(原子%)
LG20000 ; 0.000 μm	0.7	0.1	82.2	5	0.5	0.5	0	10.9	100
LG20001 ; 0.027 μm	1.2	0	81.7	4.9	0.6	0.5	0	11.1	100
LG20002 ; 0.054 μm	1.3	0.1	81.2	4.7	0.5	0.6	0	11.5	100
LG20003 ; 0.081 μm	3.1	0	79.4	4.8	0.5	0.5	0	11.7	100
LG20004 ; 0.108 μm	2.2	0.1	80.1	5	0.4	0.5	0	11.7	100
LG20005 ; 0.135 μm	2	0.2	80.8	4.7	0.5	0.7	0	11.2	100 粒界
LG20006 ; 0.162 μm	1.7	0.1	81.2	4.7	0.5	0.5	0	11.3	100
LG20007 ; 0.188 μm	2.5	0.2	80.7	4.8	0.5	0.4	0	11	100
LG20008 ; 0.215 μm	1.4	0	82	4.8	0.5	0.6	0	10.8	100
LG20009 ; 0.242 μm	1.2	0.1	81.6	5.1	0.4	0.5	0	11.1	100
LG20010 ; 0.269 μm	1.8	0	81.2	4.9	0.6	0.7	0	10.8	100
LG20011 ; 0.296 μm	1.3	0.1	82	4.7	0.5	0.6	0	10.7	100
LG20012 ; 0.323 μm	1.7	0.1	81.8	4.8	0.5	0.5	0	10.7	100
LG20013 ; 0.350 μm	1.3	0.1	82.1	4.8	0.5	0.5	0	10.7	100
LG20014 ; 0.377 μm	1.8	0.2	81.2	4.9	0.4	0.5	0	10.9	100
LG20015 ; 0.404 μm	2	0.1	81.2	4.7	0.5	0.5	0	11	100
LG20016 ; 0.431 μm	0.9	0	82.4	4.8	0.5	0.5	0	10.8	100
LG20017 ; 0.458 μm	2.5	0.1	80.5	4.9	0.4	0.5	0	11	100
LG20018 ; 0.485 μm	1.5	0.1	81.2	4.9	0.5	0.6	0	11.1	100
LG20019 ; 0.511 μm	1.4	0.1	81.7	4.7	0.6	0.5	0	11.1	100
LG20020 ; 0.538 μm	2.1	0.2	81	5	0.5	0.5	0	10.8	100
LG20021 ; 0.565 μm	2	0	81.4	4.8	0.5	0.5	0	10.8	100
LG20022 ; 0.592 μm	0.9	0.3	82.2	4.7	0.5	0.5	0	11	100
LG20023 ; 0.619 μm	1.7	0.2	81	5	0.4	0.6	0	11.1	100
LG20024 ; 0.646 μm	0.7	0	82	4.9	0.5	0.6	0	11.2	100
LG20025 ; 0.673 μm	1.9	0.2	80.4	5.2	0.5	0.5	0	11.3	100 粒界
LG20026 ; 0.700 μm	1.9	0	81.3	4.8	0.4	0.5	0	11.1	100
LG20027 ; 0.727 μm	1.9	0.2	81.6	4.3	0.4	0.4	0	11.2	100
LG20028 ; 0.754 μm	3	0	80	4.9	0.5	0.6	0	11	100
LG20029 ; 0.781 μm	1.7	0.2	81.2	5	0.4	0.5	0	10.9	100

[図13]

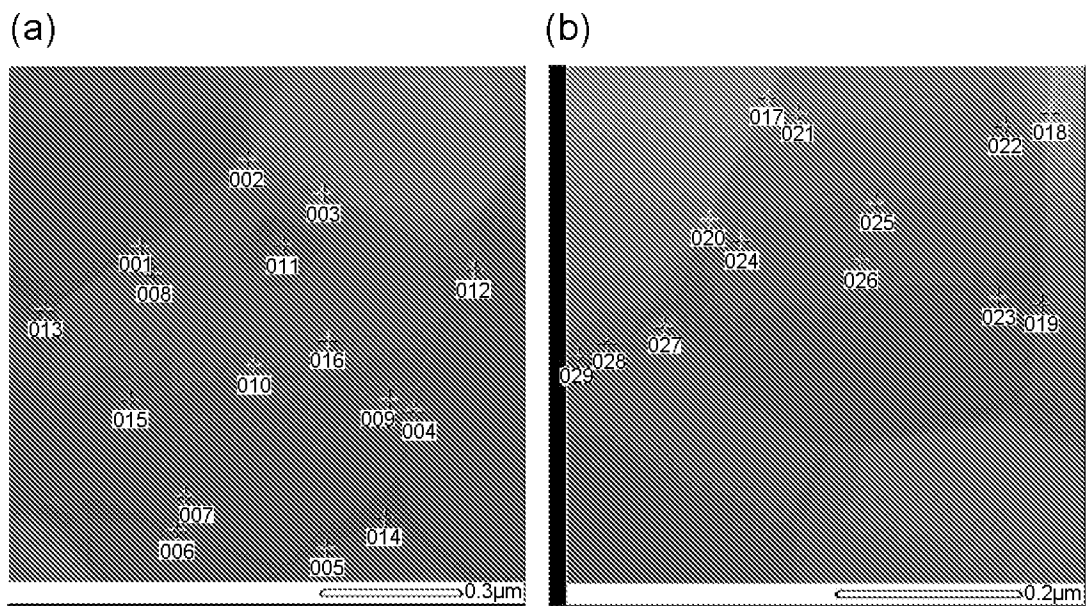
(a)



(b)

分析箇所	O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd	合計(原子%)
LG50000 : 0.000 μm	4.4	0.4	78.3	5.1	0.0	0.6	0.0	11.3	100
LG50001 : 0.021 μm	6.8	0.2	76.6	4.9	0.0	0.5	0.0	10.9	100
LG50002 : 0.042 μm	7.5	0.3	70.9	4.6	0.3	1.4	0.0	15.0	100 粒界
LG50003 : 0.062 μm	5.0	0.2	77.9	4.7	0.0	0.3	0.0	11.9	100
LG50004 : 0.083 μm	5.1	0.1	78.1	4.6	0.0	0.4	0.0	11.7	100
LG50005 : 0.104 μm	6.1	0.0	76.9	4.5	0.1	0.4	0.0	11.9	100
LG50006 : 0.125 μm	7.6	0.1	75.6	4.6	0.0	0.4	0.0	11.7	100
LG50007 : 0.146 μm	6.6	0.0	76.3	4.8	0.0	0.6	0.0	11.8	100
LG50008 : 0.167 μm	6.3	0.3	76.6	4.6	0.1	0.5	0.0	11.6	100
LG50009 : 0.187 μm	6.9	0.0	75.9	4.7	0.0	0.6	0.0	11.8	100
LG50010 : 0.208 μm	6.8	0.1	76.3	4.5	0.0	0.5	0.0	11.7	100
LG50011 : 0.229 μm	6.6	0.1	76.5	5.2	0.0	0.6	0.0	10.9	100
LG50012 : 0.250 μm	5.9	0.1	77.3	4.6	0.1	0.5	0.0	11.6	100
LG50013 : 0.271 μm	5.9	0.2	76.9	5.0	0.1	0.5	0.0	11.5	100
LG50014 : 0.292 μm	7.4	0.2	76.1	4.8	0.1	0.6	0.0	10.9	100
LG50015 : 0.312 μm	5.2	0.1	78.8	4.7	0.0	0.4	0.0	10.9	100
LG50016 : 0.333 μm	5.9	0.3	76.5	5.2	0.1	0.5	0.0	11.6	100
LG50017 : 0.354 μm	8.3	0.1	75.4	4.6	0.0	0.6	0.0	11.0	100
LG50018 : 0.375 μm	6.7	0.3	75.7	4.6	0.1	0.5	0.0	12.0	100
LG50019 : 0.396 μm	7.7	0.0	75.6	4.8	0.1	0.4	0.0	11.4	100
LG50020 : 0.417 μm	9.1	0.3	74.1	4.6	0.0	0.5	0.0	11.3	100
LG50021 : 0.437 μm	8.7	0.1	74.0	4.7	0.1	0.6	0.0	11.8	100
LG50022 : 0.458 μm	6.9	0.2	75.9	4.8	0.2	0.5	0.0	11.6	100
LG50023 : 0.479 μm	7.4	0.0	75.6	4.9	0.0	0.5	0.0	11.7	100
LG50024 : 0.500 μm	8.2	0.0	74.4	4.7	0.1	0.6	0.0	12.0	100
LG50025 : 0.521 μm	11.0	0.1	72.4	4.4	0.0	0.4	0.0	11.6	100
LG50026 : 0.541 μm	10.0	0.1	73.2	4.6	0.1	0.7	0.0	11.4	100
LG50027 : 0.562 μm	12.5	0.2	62.1	4.9	0.6	2.9	0.0	16.7	100 粒界
LG50028 : 0.583 μm	12.0	0.2	70.9	4.6	0.1	0.7	0.0	11.5	100
LG50029 : 0.604 μm	12.5	0.2	70.7	4.6	0.0	1.0	0.0	11.0	100

[図14]

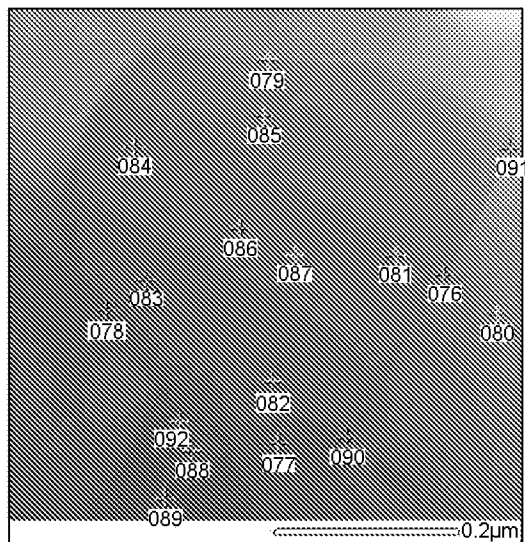


(c)

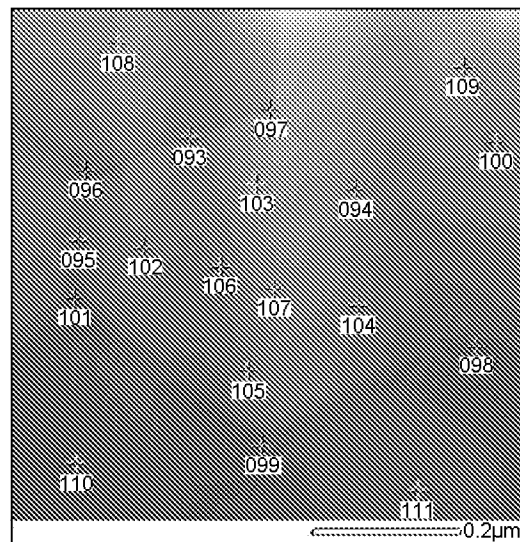
分析箇所		含有量(原子%)								合計
		O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd	
粒界	1	2.0	0.2	80.5	5.0	0.5	0.7	0.0	11.1	100
	2	2.1	0.3	77.6	5.7	1.3	1.0	0.0	12.1	100
	3	0.5	0.1	81.8	4.9	0.6	0.6	0.0	11.5	100
	4	1.4	0.2	81.9	5.2	0.4	0.4	0.0	10.5	100
	5	1.6	0.1	78.5	5.2	1.0	0.7	0.0	12.9	100
	6	2.4	0.2	78.2	5.2	1.3	0.9	0.0	12.0	100
主相 粒子	7	1.9	0.2	81.3	5.1	0.5	0.6	0.0	10.6	100
	8	1.2	0.2	82.3	4.7	0.5	0.5	0.0	10.7	100
	9	2.2	0.3	81.4	4.8	0.4	0.5	0.0	10.4	100
	10	1.7	0.0	81.7	4.9	0.5	0.5	0.0	10.7	100
粒界 三重点	11	3.1	0.3	9.0	4.8	28.7	5.3	0.0	48.8	100
	12	2.4	0.1	80.3	4.9	0.6	0.6	0.0	11.0	100
	13	4.2	0.3	30.4	3.9	23.4	3.0	0.0	34.8	100
	14	3.3	0.1	75.3	5.2	2.2	0.8	0.0	13.1	100
主相 粒子	15	1.2	0.2	82.1	5.0	0.4	0.5	0.0	10.6	100
	16	1.8	0.0	81.8	4.8	0.5	0.5	0.0	10.6	100
粒界	17	4.9	0.2	76.7	5.2	0.6	1.0	0.0	11.4	100
	18	7.2	0.0	73.5	4.8	1.0	1.3	0.0	12.2	100
	19	2.7	0.0	78.4	5.4	0.8	0.7	0.0	11.9	100
	20	5.0	0.4	76.9	5.1	0.5	0.7	0.0	11.4	100
主相 粒子	21	3.4	0.3	79.8	4.8	0.4	0.8	0.0	10.5	100
	22	4.5	0.1	78.2	4.8	0.6	0.8	0.0	11.0	100
	23	2.2	0.1	80.3	4.9	0.5	0.6	0.0	11.5	100
	24	3.1	0.1	80.2	4.9	0.5	0.4	0.0	10.8	100
	25	4.4	0.0	79.2	4.8	0.5	0.7	0.0	10.4	100
	26	3.3	0.1	79.2	5.1	0.5	0.6	0.0	11.1	100
粒界 三重点	27	10.1	0.1	15.2	4.0	22.1	2.9	0.0	45.6	100
	28	3.8	0.0	63.0	4.7	8.7	1.6	0.0	18.1	100
	29	5.4	0.3	46.2	4.6	14.4	2.6	0.0	26.6	100

[図15]

(a)



(b)



(c)

分析箇所		含有量(原子%)								
		O	Al	Fe	Co	Cu	Ga	Nb	Nd	合計
粒界	76	7.7	0.0	72.6	4.8	0.3	0.9	0	13.7	100
	77	6.3	0.2	76	4.4	0.2	0.6	0	12.3	100
	78	5.9	0.0	75.7	4.7	0.1	0.9	0	12.7	100
	79	9.1	0.3	72.3	5	0.2	0.8	0	12.3	100
主相 粒子	80	6.9	0.0	76.8	4.4	0.1	0.6	0	11.3	100
	81	7.1	0.0	76.4	4.6	0	0.5	0	11.3	100
	82	5.2	0.4	77.8	4.6	0.1	0.4	0	11.6	100
	83	6.3	0.0	77.4	4.7	0	0.4	0	11.2	100
	84	6.4	0.2	76.7	4.6	0	0.6	0	11.5	100
	85	7.2	0.2	75.8	4.9	0.1	0.5	0	11.4	100
	86	7.0	0.3	76.5	4.7	0	0.4	0	11	100
	87	8.2	0.0	75.2	4.9	0.1	0.5	0	11.1	100
粒界 三重点	88	7.4	0.0	58.1	6.2	0.7	4.3	0	23.2	100
	89	6.7	0.1	55.7	7.1	1.2	5.2	0	24	100
	90	9.7	0.2	57.8	6.7	0.5	1.2	0	23.9	100
	91	12.2	0.3	67.2	4.2	0.2	1.1	0	14.7	100
粒界	92	8.3	0.4	48.5	7.2	1.4	6.2	0	28	100
	93	8.5	0.1	72.2	4.6	0.2	1.2	0.0	13.1	100
	94	10.2	0.1	72.9	4.5	0.2	0.7	0.0	11.4	100
粒界 三重点	95	7.2	0.0	76.2	4.8	0.0	0.6	0.0	11.1	100
	96	14.9	0.5	41.3	7.8	0.3	0.6	0.0	34.6	100
	97	22.6	0.4	23.0	11.7	1.2	0.8	0.0	40.3	100
	98	7.3	0.1	68.6	6.4	0.2	0.7	0.0	16.6	100
	99	6.0	0.2	62.0	7.9	0.4	0.7	0.0	22.8	100
	100	6.6	0.1	83.7	4.3	0.0	0.3	0.0	4.9	100
	101	10.2	0.0	66.9	4.9	0.3	1.2	0.0	16.4	100
	102	5.9	0.3	77.6	5.0	0.1	0.6	0.0	10.7	100
主相 粒子	103	9.5	0.2	74.6	4.4	0.0	0.4	0.0	10.8	100
	104	8.1	0.0	75.3	4.8	0.0	0.4	0.0	11.4	100
	105	6.5	0.3	76.3	4.7	0.0	0.5	0.0	11.7	100
	106	6.3	0.2	76.6	4.9	0.0	0.5	0.0	11.5	100
	107	8.6	0.1	74.6	4.7	0.1	0.4	0.0	11.5	100
	108	9.8	0.6	71.9	4.7	0.1	0.5	0.0	12.4	100
	109	10.2	0.3	72.7	4.4	0.0	0.6	0.0	11.9	100
	110	4.5	0.0	78.8	4.4	0.0	0.4	0.0	11.8	100
	111	6.8	0.1	76.5	4.6	0.0	0.5	0.0	11.5	100

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079401

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F1/053(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)n, C22C33/02(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01F1/053, C22C38/00, H01F1/08, B22F3/00, C22C33/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2012

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2012 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 10-64710 A (Sumitomo Special Metals Co., Ltd.), 06 March 1998 (06.03.1998), claims; paragraphs [0014], [0031] to [0035]; fig. 1 (Family: none)	1-3
A	JP 2007-77506 A (Santoku Corp.), 29 March 2007 (29.03.2007), paragraphs [0012] to [0019] (Family: none)	1-3
A	JP 10-88295 A (Santoku Metal Industry Co., Ltd.), 07 April 1998 (07.04.1998), paragraphs [0012] to [0031] (Family: none)	1-3



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
16 February, 2012 (16.02.12)

Date of mailing of the international search report
28 February, 2012 (28.02.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079401

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2010-114371 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 20 May 2010 (20.05.2010), paragraphs [0025] to [0036] (Family: none)	1-3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. H01F1/053(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)n, C22C33/02(2006.01)n			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. H01F1/053, C22C38/00, H01F1/08, B22F3/00, C22C33/02			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2012年 日本国実用新案登録公報 1996-2012年 日本国登録実用新案公報 1994-2012年			
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
X	JP 10-64710 A（住友特殊金属株式会社）1998.03.06, 【特許請求の範囲】、段落【0014】、【0031】－【0035】、 【図1】 (ファミリーなし)	1-3	
A	JP 2007-77506 A（株式会社三徳）2007.03.29, 段落【0012】－【0019】 (ファミリーなし)	1-3	
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献			
国際調査を完了した日 16.02.2012		国際調査報告の発送日 28.02.2012	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官（権限のある職員） 酒井 朋広 電話番号 03-3581-1101 内線 3565	5 R 4443

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 10-88295 A (三徳金属工業株式会社) 1998. 04. 07, 段落【0012】－【0031】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2010-114371 A (信越化学工業株式会社) 2010. 05. 20, 段落【0025】－【0036】 (ファミリーなし)	1-3