

(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
2009年10月22日(22.10.2009)

PCT

(10) 国際公開番号

WO 2009/128460 A1

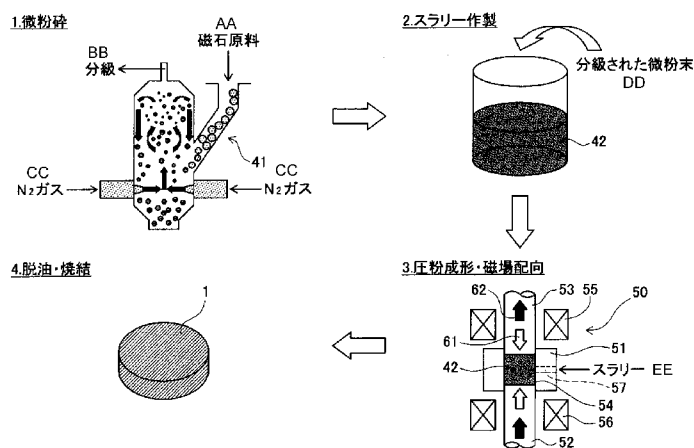
- (51) 国際特許分類:
H01F 1/06 (2006.01) H01F 7/02 (2006.01)
H01F 1/053 (2006.01) H01F 41/02 (2006.01)
H01F 1/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/057532
- (22) 国際出願日: 2009年4月14日(14.04.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-105761 2008年4月15日(15.04.2008) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 日東電工株式会社(NITTO DENKO CORPORATION) [JP/JP]; 〒5678680 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 尾関 出光(OZEKI, Izumi). 久米 克也(KUME, Katsuya). 中山 純一(NAKAYAMA, Junichi). 福田 佑紀(FUKUDA, Yuuki). 星野 利信(HOSHINO, Toshinobu). 堀尾 友和(HORIO, Tomokazu).
- (74) 代理人: 橋本 公秀, 外(HASHIMOTO, Kimihide et al.); 〒1050003 東京都港区西新橋一丁目7番13号 栄光特許事務所 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, 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, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,

[続葉有]

(54) Title: PERMANENT MAGNET AND PROCESS FOR PRODUCING PERMANENT MAGNET

(54) 発明の名称: 永久磁石及び永久磁石の製造方法

[図5]



(57) Abstract: A permanent magnet produced through: a step in which a raw magnet material is pulverized; a step in which the raw magnet material pulverized is mixed with an anticorrosive oil containing a dysprosium compound or terbium compound dissolved therein to produce a slurry; a step in which the slurry is compression-molded to form a molded object; and a step in which the molded object is sintered.

(57) 要約: 本発明は、磁石原料を粉碎する工程と、前記粉碎された磁石原料と、Dy化合物又はTb化合物が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、前記成形体を焼結する工程と、により製造される永久磁石に関する。

- 1... PULVERIZATION
- 2... SLURRY PRODUCTION
- 3... COMPACTION/MAGNETIC ORIENTATION
- 4... DEOILING/SINTERING
- AA... RAW MAGNET MATERIAL
- BB... CLASSIFICATION
- CC... N₂ GAS
- DD... FINE POWDER CLASSIFIED
- EE... SLURRY

WO 2009/128460 A1

GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). 添付公開書類:
— 國際調查報告 (條約第 21 條(3))

明 細 書

発明の名称：永久磁石及び永久磁石の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、永久磁石及び永久磁石の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、ハイブリッドカーやハードディスクドライブ等に使用される永久磁石モータでは、小型軽量化、高出力化、高効率化が要求されている。そして、上記永久磁石モータにおいて小型軽量化、高出力化、高効率化を実現するに当たって、永久磁石モータに埋設される永久磁石について、薄膜化と更なる磁気特性の向上が求められている。尚、永久磁石としてはフェライト磁石、Sm-Co系磁石、Nd-Fe-B系磁石、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 系磁石等があるが、特に保磁力の高いNd-Fe-B系磁石が永久磁石モータ用の永久磁石として用いられる。

[0003] ここで、永久磁石の製造方法としては、一般的に粉末焼結法が用いられる。ここで、粉末焼結法は、先ず原材料をジェットミル（乾式粉碎）により粉碎した磁石粉末を製造する。その後、その磁石粉末を型に入れて、外部から磁場を印加しながら所望の形状にプレス成形する。そして、所望形状に成形された固形状の磁石粉末を所定温度（例えばNd-Fe-B系磁石では1100℃～1150℃）で焼結することにより製造する。

[0004] 更に、粉末焼結法では通常、原材料をジェットミルで微粉碎する際に、ジェットミル内に微量の酸素を導入し、粉碎媒体である窒素ガスやArガス中の酸素濃度を所望の範囲に制御する。これは、磁石粉末表面を強制的に酸化させるためであり、この酸化処理なしに微粉碎した磁石粉末は、大気に触れると同時に発火してしまうからである。しかしながら、酸化処理した磁石粉末を焼結した焼結体中の酸素の大部分は、Nd等の希土類元素と結合し、粒界に酸化物として存在する。従って、酸化された希土類元素の分を補充するため、焼結体中の希土類元素の総量を増加させる必要があるが、焼結体中の

希土類元素の総量を増加させると焼結磁石の飽和磁束密度が低下するという問題がある。

- [0005] そこで、特許文献1（特開2004-250781号公報）には、希土類磁石原料をジェットミルで粉砕する際に、粉砕された磁石原料を鉱物油、合成油等の防錆オイル中に回収しスラリーとし、このスラリーを脱油しながら磁場中で湿式成形し、成形体を真空中で脱油処理を行ない、焼結する製造方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0006] 特許文献1：特開2004-250781号公報（第10～12頁、図2）

発明の概要

- [0007] 一方、Nd-Fe-B等のNd系磁石を永久磁石モータに用いる場合には、モータの出力を向上させるために、Dy（ジスプロシウム）を添加し、磁石の保磁力を更に向上させることが図られている。これは、磁石粒子の中にDyが固溶化することに起因する。しかしながら、従来のNd系磁石の製造方法において、磁石粒子の中にDyを固溶化させ、磁石の保磁力の向上を十分に達成するには多量のDyが必要となる。例えば、必要なDyの添加量は、Ndに対して20～30wt%であった。

- [0008] しかしながら、Dyは希少金属であり、また、産出地も限られていることから、Ndに対するDyの使用量は少しでも抑えることが望ましい。

また、上記のように添加したDyが磁石粒子内に固溶化すると、磁石の残留磁化が低下する原因となっていた。

そこで、微量のDyによって残留磁化を低下させることなく磁石の保磁力を大きく向上させる技術が望まれていた。

- [0009] 本発明は前記従来における問題点を解消するためになされたものであり、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉砕された磁石原料の酸化を防止できるとともに、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy又はTbを磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を

減少させつつもDyやTbによる残留磁化と保磁力の向上を十分に図ることが可能な永久磁石及び永久磁石の製造方法を提供することを目的とする。

[0010] すなわち、本発明は以下の(1)～(10)に関する。

(1) 磁石原料を粉砕する工程と、

前記粉砕された磁石原料と、Dy化合物又はTb化合物が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、

前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、

前記成形体を焼結する工程と、により製造される永久磁石。

(2) 前記Dy化合物又はTb化合物が、焼結後に前記磁石原料の粒界に偏在している(1)に記載の永久磁石。

(3) 前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が、0.01～8wt%である(1)または(2)に記載の永久磁石。

(4) 磁石原料を粉砕する工程と、

前記粉砕された磁石原料と、Dy微粒子又はTb微粒子が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、

前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、

前記成形体を焼結する工程と、により製造される永久磁石。

(5) 前記Dy微粒子又はTb微粒子が、焼結後に前記磁石原料の粒界に偏在している(4)に記載の永久磁石。

(6) 前記Dy微粒子又はTb微粒子の含有量が、0.01～8wt%である(4)または(5)に記載の永久磁石。

(7) 磁石原料を粉砕する工程と、

前記粉砕された磁石原料と、Dy化合物又はTb化合物が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、

前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、

前記成形体を焼結する工程と、を含む永久磁石の製造方法。

(8) 前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が、0.01～8wt%である(7)に記載の永久磁石の製造方法。

(9) 磁石原料を粉砕する工程と、

前記粉砕された磁石原料と、Dy 微粒子又は Tb 微粒子が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、

前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、

前記成形体を焼結する工程と、を含む永久磁石の製造方法。

(10) 前記Dy 微粒子又は Tb 微粒子の含有量が、0.01~8wt%である(9)に記載の永久磁石の製造方法。

[0011] 前記(1)の構成を有する永久磁石によれば、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉砕された磁石原料の酸化を防止できる。また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy化合物やTb化合物を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。また、Dy又はTbが磁石粒子内に固溶化し、残留磁化が低下することを防止できる。

[0012] また、前記(2)に記載の永久磁石によれば、Dy化合物又はTb化合物が、焼結後に磁石原料の粒界に偏在しているので、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

[0013] また、前記(3)に記載の永久磁石によれば、前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が0.01~8wt%であるため、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる残留磁化と保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

[0014] また、前記(4)に記載の永久磁石によれば、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉砕された磁石原料の酸化を防止できる。また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy微粒子やTb微粒子を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。また、Dy又はTbが磁石粒子内に固溶化し、残留磁化が低下することを防止できる。

[0015] また、前記(5)に記載の永久磁石によれば、Dy微粒子又はTb微粒子

が、焼結後に磁石原料の粒界に偏在しているので、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

[0016] また、前記（6）に記載の永久磁石によれば、前記Dy微粒子又はTb微粒子の含有量が0.01～8wt%であるため、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる残留磁化と保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

[0017] また、前記（7）に記載の永久磁石の製造方法によれば、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉碎された磁石原料の酸化を防止できる。また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy化合物やTb化合物を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力を向上させた永久磁石を製造することが可能となる。また、Dy又はTbが磁石粒子内に固溶化し、残留磁化が低下することを防止できる。

[0018] また、前記（8）に記載の永久磁石の製造方法によれば、前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が0.01～8wt%であるため、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる残留磁化と保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

[0019] また、前記（9）に記載の永久磁石の製造方法によれば、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉碎された磁石原料の酸化を防止できる。また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy微粒子やTb微粒子を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力を向上させた永久磁石を製造することが可能となる。また、Dy又はTbが磁石粒子内に固溶化し、残留磁化が低下することを防止できる。

[0020] また、前記（10）に記載の永久磁石の製造方法によれば、前記Dy微粒子又はTb微粒子の含有量が0.01～8wt%であるため、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる残留磁化と保磁力の向上を十分

に図ることが可能となる。

図面の簡単な説明

- [0021] [図1]本実施形態に係る永久磁石を示した全体図である。
[図2]永久磁石を構成するNd磁石粒子を拡大して示した図である。
[図3]強磁性体のヒステリシス曲線を示した図である。
[図4]強磁性体の磁区構造を示した模式図である。
[図5]本実施形態に係る永久磁石の製造工程を示した説明図である。

発明を実施するための形態

- [0022] 以下、本発明に係る永久磁石及び永久磁石の製造方法について具体化した一実施形態について以下に図面を参照しつつ詳細に説明する。

- [0023] [永久磁石の構成]

先ず、図1～図4を用いて永久磁石1の構成について説明する。

本実施形態に係る永久磁石1はNd-Fe-B系磁石である。また、永久磁石1の保磁力を高める為のDy（ジスプロシウム）が添加されている。尚、各成分の含有量はNd：27～30wt%、Dy化合物に含まれるDy成分（又はTb化合物に含まれるTb成分）：0.01～8wt%、B：1～2wt%、Fe（電解鉄）：60～70wt%とする。また、本実施形態に係る永久磁石1は、図1に示すように円柱形状を備えるが、永久磁石1の形状は成形に用いるキャビティの形状によって変化する。図1は本実施形態に係る永久磁石1を示した全体図である。

- [0024] そして、永久磁石1は、後述のように防錆オイルと混合されてスラリー状態としたNd磁石粉末を、成形すべき成形体の外形形状に応じた形状を有するキャビティに抽入し、圧縮成形された成形体を焼結することによって作製される。

- [0025] また、本実施形態に係る永久磁石1は、図2に示すように永久磁石1を構成するNd磁石粒子35の表面にDy層36をコーティングすることにより、永久磁石1の保磁力を向上させている。図2は永久磁石1を構成するNd磁石粒子を拡大して示した図である。

[0026] 以下に、Dy層36による永久磁石1の保磁力向上の機構について図3及び図4を用いて説明する。図3は強磁性体のヒステリシス曲線を示した図、図4は強磁性体の磁区構造を示した模式図である。

図3に示すように永久磁石の保磁力は、磁化された状態から逆方向への磁場を加えていった際に、磁気分極を0にする（即ち、磁化反転する）のに必要な磁場の強さである。従って、磁化反転を抑制することができれば、高い保磁力を得ることができる。尚、磁性体の磁化過程には、磁気モーメントの回転に基づく回転磁化と、磁区の境界である磁壁（90°磁壁と180°磁壁からなる）が移動する磁壁移動がある。

[0027] ここで、本実施形態では後述のように磁石粉末を乾式粉碎により微粉碎する際に、微量（例えば、磁石粉末に対して0.01～8wt%（Ndに対するDyの添加量であり、特にDy化合物を添加する場合にはDy配分の重量換算とする））のDy化合物が溶解された防錆オイルを微粉碎された磁石粉末に混合する。それにより、その後において防錆オイルと混合した磁石粉末を焼結する際に、Nd磁石粒子35の粒子表面にDy化合物が均一付着され、図2に示すDy層36を形成する。その結果、図4に示すように磁石粒子の界面にDyが偏在化され、永久磁石1の保磁力を向上させることができる。

また、本実施形態では圧縮成形により成形された成形体を適切な焼成条件で焼成すれば、Dyが磁石粒子35内へと拡散浸透（固溶化）することを防止できる。ここで、Dyが磁石粒子35内へと拡散浸透すると、その磁石の残留磁化（磁場の強さを0にしたときの磁化）が低下することが知られている。従って、本実施形態では、永久磁石1の残留磁化が低下することを防止できる。

尚、Dy層36はDy化合物のみから構成される層である必要はなく、Dy化合物とNd化合物との混合体からなる層であっても良い。その場合には、Nd化合物を添加することによって、Dy化合物とNd化合物との混合体からなる層を形成する。その結果、Nd磁石粉末の焼結時の液相焼結を助長

することができる。尚、添加するNd化合物としては、酢酸ネオジム水和物、ネオジム（III）アセチルアセトナート三水和物、2-エチルヘキサン酸ネオジム（III）、ネオジム（III）ヘキサフルオロアセチルアセトナート二水和物、ネオジムイソプロポキシド、リン酸ネオジニウム（III）n水和物、ネオジムトリフルオロアセチルアセトナート、トリフルオロメタンスルホン酸ネオジム等が望ましい。また、添加するTb化合物としては、酢酸テルビウム（III）n水和物、酢酸テルビウム（III）四水和物、テルビウム（III）アセチルアセトナート三水和物、シュウ酸テルビウム（III）六水和物、臭化テルビウム（III）、炭酸テルビウム（III）n水和物、塩化テルビウム（III）無水、塩化テルビウム（III）六水和物、ふっ化テルビウム（III）、ふっ化酸化テルビウム、水素化テルビウム（III）、硝酸テルビウム（III）六水和物、硫化テルビウムが望ましい。

[0028] また、Dy化合物の代わりにTb（テルビウム）化合物が溶解された防錆オイルを微粉碎された磁石粉末に混合することによっても、同様に永久磁石1の保磁力を向上させることが可能である。Tb化合物を溶解した場合には、Nd磁石粒子35の表面にTb化合物の層が同様に形成される。そして、Tb層を形成することにより、永久磁石1の保磁力を更に向上させることができる。

更に、Dy化合物の代わりにDy微粒子やTb微粒子が溶解された防錆オイルを微粉碎された磁石粉末に混合することによっても、同様に永久磁石1の保磁力を向上させることが可能である。Dy微粒子を溶解した場合には、Nd磁石粒子35の表面にDy微粒子が付着し、Dyの層が形成される。一方、Tb微粒子を溶解した場合には、Nd磁石粒子35の表面にTb微粒子が付着し、Tbの層が形成される。

[0029] [永久磁石の製造方法]

次に、本実施形態に係る永久磁石1の製造方法について図5を用いて説明する。図5は本実施形態に係る永久磁石1の製造工程を示した説明図である

- 。
- [0030] まず、wt%でNd 27～30%—Fe 60～70%—B 1～2%からなる、インゴットを製造する。その後、インゴットをスタンプミルやクラッシャー等によって200μm程度の大きさに粗粉碎する。
- [0031] 次いで、粗粉碎した磁石粉末を、(a)酸素含有量が実質的に0%のN₂ガス及び/又はArガスからなる雰囲気中、又は(b)酸素含有量が0.005～0.5%のN₂ガス及び/又はArガスからなる雰囲気中で、ジェットミル41により0.3～5μm程度の粒径に微粉碎する。尚、酸素濃度が実質的に0%とは、酸素濃度が完全に0%である場合に限定されず、微粉の表面にごく僅かに酸化被膜を形成する程度の量の酸素を含有しても良いことを意味する。
- [0032] また、ジェットミル41の微粉回収口に、防錆オイルの入った容器を設置する。ここで、防錆オイルとしては鉱物油、合成油又はこれらの混合油を用いる。また、防錆オイルには予めDy化合物を添加し、溶解させる。ここで、溶解させるDy化合物としては、例えば、Dy含有有機物、より詳細にはジスプロシウムカチオン含有有機酸塩（脂肪族カルボン酸塩、芳香族カルボン酸塩、脂環族カルボン酸塩、アルキル芳香族カルボン酸塩等）、ジスプロシウムカチオン含有有機錯体（アセチルアセトネート、フタロシアン錯体、メロシアン錯体等）の内、防錆オイルに溶解するものを適宜選択して用いる。
- 。
- また、溶媒に非可溶でも、微粒子に粉碎したDy又はDy化合物を湿式分散時に添加し、均一分散する事でNd磁石粒子表面に均一付着させることが可能となる。
- また、溶解させるDy化合物の量は特に制限されないが、磁石粉末に対してDy化合物に含まれるDy成分が0.01～8wt%となる量とするのが好ましい。
- 尚、Dy化合物の代わりにTb化合物、Dy微粒子、Tb微粒子を防錆オイルに溶解させることとしても良い。

[0033] 続いて、ジェットミル41にて分級された微粉末を大気に触れさせずに防錆オイル中に回収し、磁石原料の微粉末と防錆オイルとを混合してスラリー42を生成する。尚、防錆オイルの入った容器内はN₂ガス及び/又はArガスからなる雰囲気とする。

[0034] その後、生成したスラリー42を成形装置50により所定形状に圧粉成形する。尚、圧粉成形には、乾燥した微粉末をキャビティに充填する乾式法と、溶媒などでスラリー状にしてからキャビティに充填する湿式法があるが、本実施形態では湿式法を用いることとする。

[0035] 図5に示すように、成形装置50は円筒状のモールド51と、モールド51に対して上下方向に摺動する下パンチ52と、同じくモールド51に対して上下方向に摺動する上パンチ53とを有し、これらに囲まれた空間がキャビティ54を構成する。

また、成形装置50には一対の磁界発生コイル55、56がキャビティ54の上下位置に配置されており、磁力線をキャビティ54に充填されたスラリー42に印加する。また、モールド51にはキャビティ54に開口するスラリー注入孔57が設けられている。

[0036] そして、圧粉成形を行う際には、先ずスラリー注入孔57からスラリー42をキャビティ54に充填する。その後、下パンチ52及び上パンチ53を駆動し、キャビティ54に充填されたスラリー42に対して矢印61方向に圧力を加え、成形する。また、加圧と同時にキャビティ54に充填されたスラリー42に対して、加圧方向と平行な矢印62方向に磁界発生コイル55、56によってパルス磁場を印加する。それによって、所望の方向に磁場を配向させる。尚、磁場を配向させる方向は、スラリー42から成形される永久磁石1に求められる磁場方向を考慮して決定する必要がある。

また、キャビティ54に磁場を印加しながらスラリーを注入し、注入途中又は注入終了後に、当初の磁場より強い磁場を印加して湿式成形しても良い。また、加圧方向に対して印加方向が垂直となるように磁界発生コイル55、56を配置しても良い。

[0037] 次に、圧粉成形により得られた成形体を減圧下で加熱して、成形体中の防錆オイルを除去する。成形体の減圧下での加熱処理の条件は、 $1.3 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ （約 0.1 Torr ）以下、例えば 6.7 Pa （約 $5.0 \times 10^{-2} \text{ Torr}$ ）程度の真空度であって、 100°C 以上、例えば 200°C 前後の加熱温度とする。また、加熱時間は成形体の重量や処理量により異なるが、1時間以上が好ましい。

[0038] その後、脱油された成形体の焼結を行う。尚、焼結は、 0.13 Pa （約 0.001 Torr ）以下、好ましくは $6.7 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ （約 $5.0 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ ）以下の真空度で、 $1100 \sim 1150^\circ\text{C}$ の範囲で約1時間焼結する。そして、焼結の結果、永久磁石1が製造される。

[0039] 以上説明したように、本実施形態に係る永久磁石1及び永久磁石1の製造方法では、wt%でNd 27～30%—Fe 60～70%—B 1～2%からなる磁石原料をジェットミルで乾式粉碎する。そして、粉碎された微粉末と、Dy化合物（又はTb化合物、Dy微粒子、Tb微粒子のいずれか）が溶解された防錆オイルとを混合することによりスラリー42を生成し、生成したスラリー42を湿式成形した後に、脱油並びに焼結することにより永久磁石1を製造するので、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉碎された磁石原料の酸化を防止できる。

また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy化合物（又はTb化合物、Dy微粒子、Tb微粒子のいずれか）を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。

更に、成形体を適切な焼成条件で焼成すれば、DyやTbが磁石粒子内に固溶化することを防止できる。従って、磁石の残留磁化が低下することを防止できる。

[0040] 尚、本発明は前記実施例に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内で種々の改良、変形が可能であることは勿論である。

また、磁石粉末の粉碎条件、混練条件、焼結条件などは上記実施例に記載

した条件に限られるものではない。

[0041] 本発明を特定の態様を参照して詳細に説明したが、本発明の精神と範囲を離れることなく様々な変更および修正が可能であることは、当業者にとって明らかである。

なお、本出願は、2008年4月15日付けで出願された日本特許出願（特願2008-105761）に基づいており、その全体が引用により援用される。

また、ここに引用されるすべての参照は全体として取り込まれる。

産業上の利用可能性

[0042] 本発明の永久磁石によれば、磁石原料を防錆オイルと混合することにより粉砕された磁石原料の酸化を防止できる。また、混合した防錆オイル中に溶解された微量のDy化合物やTb化合物を磁石粒子の粒界に偏在配置することが可能となり、DyやTbの使用量を減少させつつもDy又はTbによる保磁力の向上を十分に図ることが可能となる。また、Dy又はTbが磁石粒子内に固溶化し、残留磁化が低下することを防止できる。

符号の説明

[0043]	1	永久磁石
	35	Nd磁石粒子
	36	Dy層
	42	スラリー

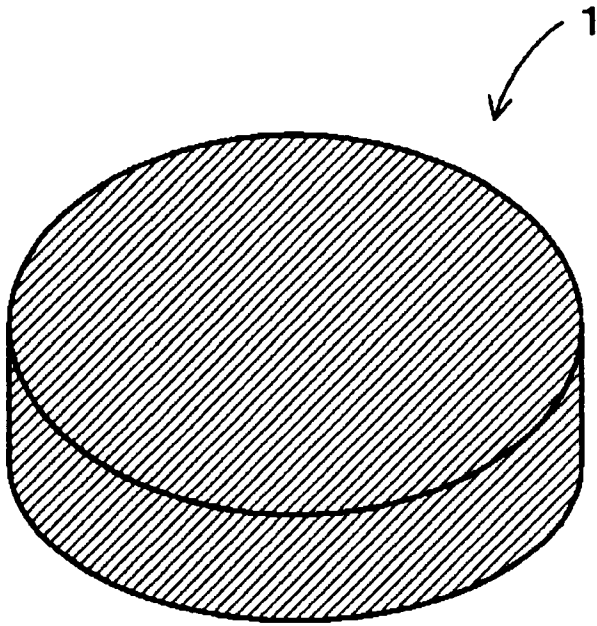
請求の範囲

- [請求項1] 磁石原料を粉砕する工程と、
前記粉砕された磁石原料と、Dy化合物又はTb化合物が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、
前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、
前記成形体を焼結する工程と、により製造される永久磁石。
- [請求項2] 前記Dy化合物又はTb化合物が、焼結後に前記磁石原料の粒界に偏在している請求項1に記載の永久磁石。
- [請求項3] 前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が、0.01～8wt%である請求項1または2に記載の永久磁石。
- [請求項4] 磁石原料を粉砕する工程と、
前記粉砕された磁石原料と、Dy微粒子又はTb微粒子が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、
前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、
前記成形体を焼結する工程と、により製造される永久磁石。
- [請求項5] 前記Dy微粒子又はTb微粒子が、焼結後に前記磁石原料の粒界に偏在している請求項4に記載の永久磁石。
- [請求項6] 前記Dy微粒子又はTb微粒子の含有量が、0.01～8wt%である請求項4または5に記載の永久磁石。
- [請求項7] 磁石原料を粉砕する工程と、
前記粉砕された磁石原料と、Dy化合物又はTb化合物が溶解された防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、
前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、
前記成形体を焼結する工程と、を含む永久磁石の製造方法。
- [請求項8] 前記Dy化合物又はTb化合物の含有量が、0.01～8wt%である請求項7に記載の永久磁石の製造方法。
- [請求項9] 磁石原料を粉砕する工程と、
前記粉砕された磁石原料と、Dy微粒子又はTb微粒子が溶解され

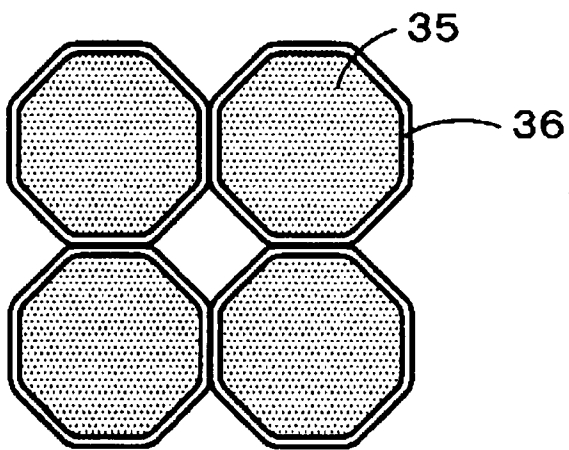
た防錆オイルとを混合してスラリーを生成する工程と、
前記スラリーを圧縮成形することで成形体を形成する工程と、
前記成形体を焼結する工程と、を含む永久磁石の製造方法。

[請求項10] 前記D_y微粒子又はT_b微粒子の含有量が、0.01～8wt%である請求項9に記載の永久磁石の製造方法。

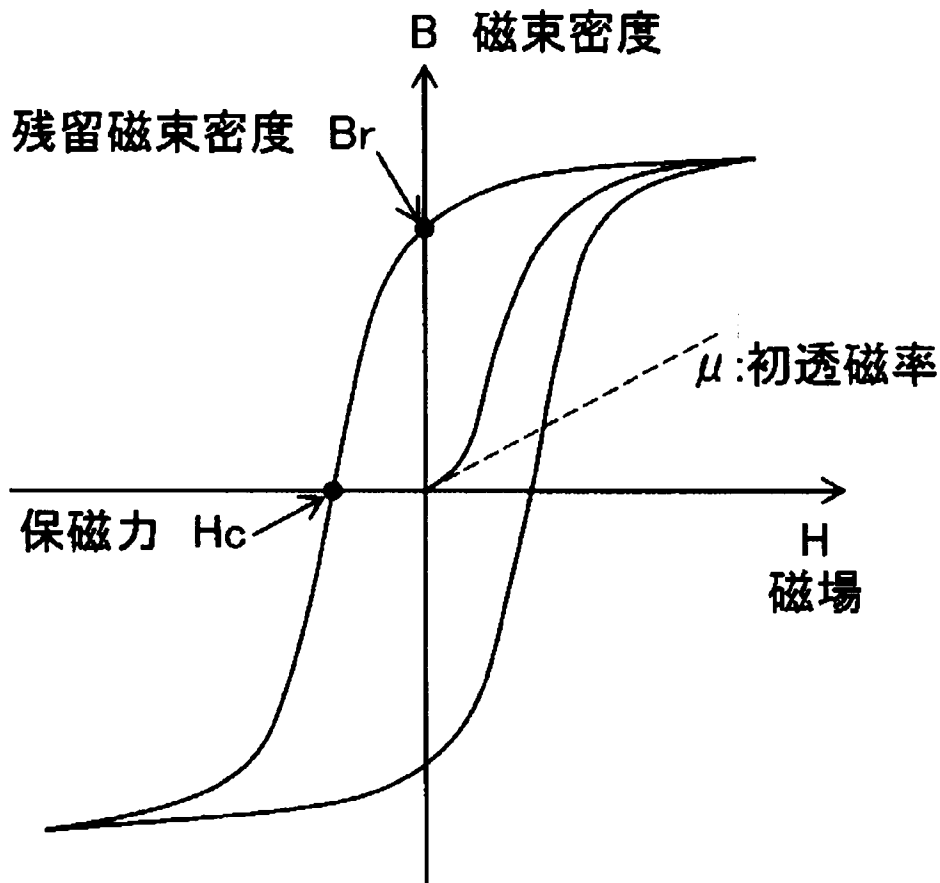
[図1]



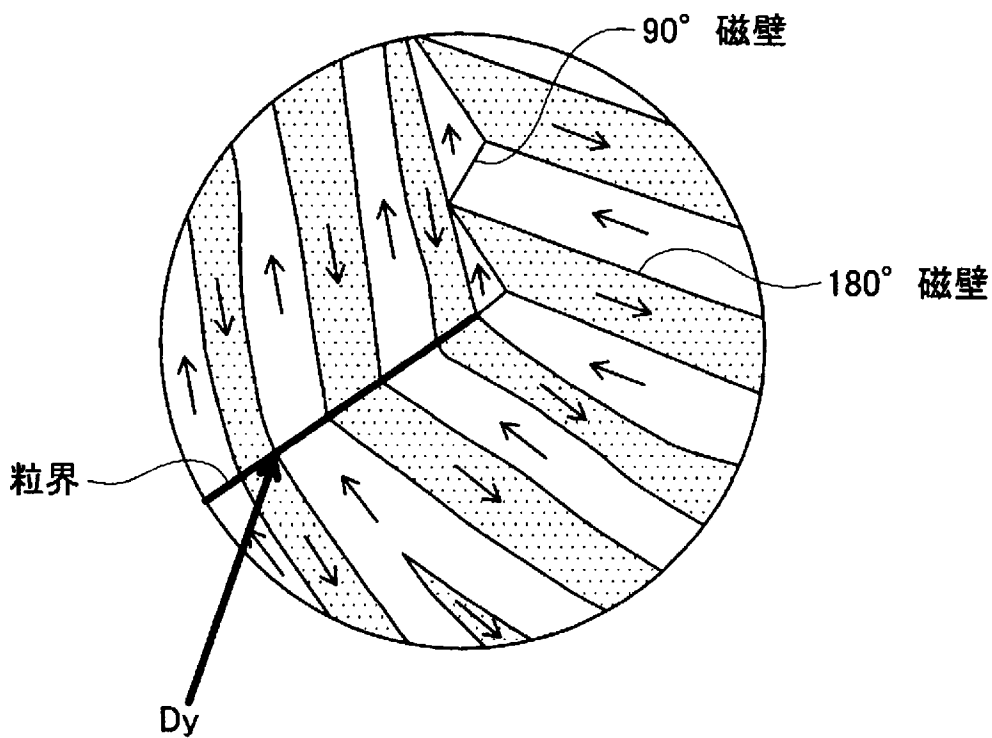
[図2]



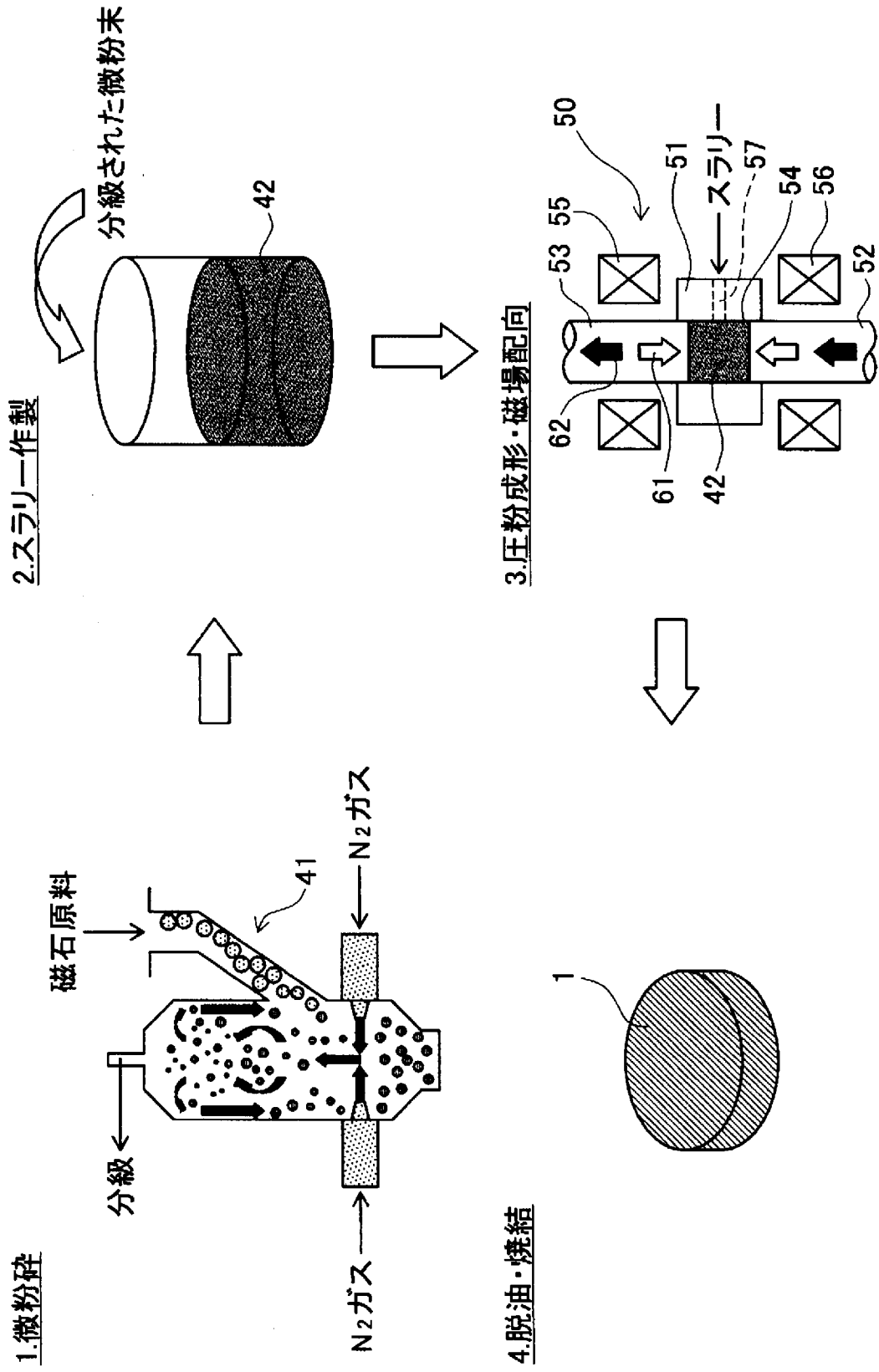
[图3]



[图4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2009/057532

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01F1/06 (2006.01) i, *H01F1/053* (2006.01) i, *H01F1/08* (2006.01) i, *H01F7/02* (2006.01) i, *H01F41/02* (2006.01) i

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)
H01F1/06, *H01F1/053*, *H01F1/08*, *H01F7/02*, *H01F41/02*

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	1996-2009
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2009	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2009

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.
Y	JP 2003-282312 A (Intermetallics Co., Ltd.), 03 October, 2003 (03.10.03), Par. Nos. [0034], [0056], [0060] (Family: none)	1-3, 7, 8
Y	JP 10-270223 A (Hitachi Metals, Ltd.), 09 October, 1998 (09.10.98), Par. No. [0020] (Family: none)	1-3, 7, 8
A	JP 2005-191282 A (Hitachi, Ltd.), 14 July, 2005 (14.07.05), Par. Nos. [0028] to [0035] (Family: none)	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 10 July, 2009 (10.07.09)	Date of mailing of the international search report 21 July, 2009 (21.07.09)
---	--

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/057532

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 2007-191787 A (Nissan Motor Co., Ltd.), 02 August, 2007 (02.08.07), Par. Nos. [0048] to [0053] (Family: none)	1-10
A	JP 2004-250781 A (Neomax Co., Ltd.), 09 September, 2004 (09.09.04), Par. Nos. [0054] to [0056] & US 2005/0067058 A1 & EP 1408518 A2	1-10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01F1/06(2006.01)i, H01F1/053(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i, H01F7/02(2006.01)i, H01F41/02(2006.01)i

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 (IPC))

Int.Cl. H01F1/06, H01F1/053, H01F1/08, H01F7/02, H01F41/02

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	1971-2009年
日本国実用新案登録公報	1996-2009年
日本国登録実用新案公報	1994-2009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
Y	JP 2003-282312 A (インターメタリックス株式会社) 2003.10.03, 段落【0034】、【0056】、【0060】 (ファミリーなし)	1-3, 7, 8
Y	JP 10-270223 A (日立金属株式会社) 1998.10.09, 段落【0020】 (ファミリーなし)	1-3, 7, 8
A	JP 2005-191282 A (株式会社日立製作所) 2005.07.14, 段落【0028】 - 【0035】 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2007-191787 A (日産自動車株式会社) 2007.08.02, 段落【0048】 - 【0053】 (ファミリーなし)	1-10

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、一般的な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

の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

10.07.2009

国際調査報告の発送日

21.07.2009

国際調査機関の名称及びあて先
 日本国特許庁 (ISA/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)	5 R	4443
右田 勝則		
電話番号 03-3581-1101 内線 3565		

C (続き) . 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
A	JP 2004-250781 A (株式会社NEOMAX) 2004.09.09, 段落【0054】 - 【0056】 & US 2005/0067058 A1 & EP 1408518 A2	1-10