

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5266522号
(P5266522)

(45) 発行日 平成25年8月21日 (2013. 8. 21)

(24) 登録日 平成25年5月17日 (2013. 5. 17)

(51) Int. Cl.

F I

H O 1 F 1/08 (2006. 01)

H O 1 F 1/08 B

H O 1 F 1/057 (2006. 01)

H O 1 F 1/04 H

H O 1 F 41/02 (2006. 01)

H O 1 F 41/02 G

B 2 2 F 1/02 (2006. 01)

B 2 2 F 1/02 E

B 2 2 F 3/22 (2006. 01)

B 2 2 F 3/22

請求項の数 4 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-105759 (P2008-105759)
 (22) 出願日 平成20年4月15日 (2008. 4. 15)
 (65) 公開番号 特開2009-259955 (P2009-259955A)
 (43) 公開日 平成21年11月5日 (2009. 11. 5)
 審査請求日 平成22年11月22日 (2010. 11. 22)

(73) 特許権者 000003964
 日東電工株式会社
 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号
 (74) 代理人 100098431
 弁理士 山中 郁生
 (74) 代理人 100117385
 弁理士 田中 裕人
 (72) 発明者 尾関 出光
 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東
 電工株式会社内
 (72) 発明者 久米 克也
 大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東
 電工株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 永久磁石及び永久磁石の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを磁石原料と共に溶媒中で湿式粉碎し、前記磁石原料を粒径が 3 μ m 以下の微粒子に粉碎するとともに前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、

前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、

前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と、

前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、

前記グリーンシートを焼結する工程と、により製造されることを特徴とする永久磁石。

【請求項 2】

磁石原料を粒径が 3 μ m 以下の微粒子に粉碎する工程と、

高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを前記粉碎された磁石原料と共に溶媒中で湿式混合し、前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、

前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、

前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と

、
前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、
前記グリーンシートを焼結する工程と、により製造されることを特徴とする永久磁石。

【請求項 3】

高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを磁石原料と共に溶媒中で湿式粉碎し、前記磁石原料を粒径が $3\ \mu\text{m}$ 以下の微粒子に粉碎するとともに前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、

前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、

前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と

10

、
前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、
前記グリーンシートを焼結する工程と、を有することを特徴とする永久磁石の製造方法

【請求項 4】

磁石原料を粒径が $3\ \mu\text{m}$ 以下の微粒子に粉碎する工程と、

高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを前記粉碎された磁石原料と共に溶媒中で湿式混合し、前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、

20

前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、

前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と

、
前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、
前記グリーンシートを焼結する工程と、を有することを特徴とする永久磁石の製造方法

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

30

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を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。特に、特開 2006-286819 号公報に示すようなハードディスクドライブのヘッド駆動に用いられるボイスコイルモータ（以下、VCM と略す）では、近年のハードディスクドライブの小型化要求に伴って、更なる小型化且つ薄型化が要求されている。

そして、上記 VCM において小型化、薄型化を実現するに当たって、VCM 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。

40

【0003】

ここで、永久磁石モータに用いられる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、図 5 に示すように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°C ）で焼結することにより製造する。

50

【特許文献1】特開2006-286819号公報（第2頁、第3頁、図4）

【特許文献2】特開2004-250781号公報（第10～12頁、図2）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、上記した粉末焼結法により永久磁石を製造することとすると、以下の問題点があった。即ち、粉末焼結法では磁場配向させる為にプレス成形した磁石粉末に一定の空隙率を確保する必要がある。そして、一定の空隙率を有する磁石粉末を焼結すると、焼結の際に生じる収縮を均一に行わせることが難しく、焼結後に反りや凹みなどの変形が生じる。また、磁石粉末のプレス時に圧力むらが生じることから、焼結後の磁石の疎密ができて磁石表面に歪みが発生する。従って、従来では予め磁石表面に歪みができることを想定し、所望する形状より大きめのサイズで磁石粉末を圧縮成形する必要がある。そして、焼結後にダイヤモンド切削研磨作業を行い、所望の形状へと修正する加工を行っていた。その結果、製造工程が増加するとともに、製造される永久磁石の品質が低下する虞もあった。

10

【0005】

また、上記したように特にVCMで用いられる永久磁石では、薄膜化（例えば厚さ1mm以下）が要求されている。そして、薄膜化された磁石は、厚みのある磁石と比較して、表面を加工した場合に生じる表面の加工劣化層の比率が大きい。従って、上記した粉末焼結法により薄膜状の永久磁石を製造することとすると、磁気特性が更に低下する問題も生じていた。

20

【0006】

一方、永久磁石の磁気特性は、磁石の磁気特性が単磁区微粒子理論により導かれるために、焼結体の結晶粒径を微細にすれば磁気性能が基本的に向上することが知られている。一般的には、焼結体の結晶粒径を3μm以下とすれば、磁気性能を十分に向上させることが可能となる。

【0007】

ここで、焼結体の結晶粒径を微細にするためには、焼結前の磁石原料の粒径も微細にする必要がある。しかし、3μm以下の粒径に微粉碎された磁石原料を成形し、焼結したとしても、焼結する際に磁石粒子の粒成長が発生するので、焼結後の焼結体の結晶粒径を3μm以下とすることができなかった。

30

【0008】

そこで、磁石粒子の粒成長を抑える材料（以下、粒成長抑制剤という）を焼結前の磁石原料に添加する方法が考えられる。この方法によれば、焼結前の磁石粒子の表面を、例えば焼結温度より高い融点を備える金属化合物等の粒成長抑制剤で被覆することによって、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑えることが可能となる。例えば、特許文献2では磷（P）を粒成長抑制剤として磁石粉末に添加している。しかし、前記特許文献2のように予め粒成長抑制剤を予め磁石原料のインゴット内に含有させることによって磁石粉末に添加することとすると、焼結後において粒成長抑制剤は磁石粒子の表面に位置せずに、磁石粒子内に拡散する。その結果、焼結時における粒成長の抑制を十分に図ることができず、また、磁石の残留磁化が低下する原因にもなっていた。

40

【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、グリーンシート化することにより焼結による収縮が均一となるので、焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、また、プレス時の圧力むらが無くなることから、焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができるとともに、磁石原料の表面に高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサを被覆することによって、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができるので、焼結体の結晶粒径を3μm以下とし、磁気性能を向上させ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。

50

【課題を解決するための手段】

【0010】

前記目的を達成するため本願の請求項1に係る永久磁石は、高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを磁石原料と共に溶媒中で湿式粉碎し、前記磁石原料を粒径が3 μm以下の微粒子に粉碎するとともに前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と、前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、前記グリーンシートを焼結する工程と、により製造されることを特徴とする。

10

【0011】

また、請求項2に係る永久磁石は、磁石原料を粒径が3 μm以下の微粒子に粉碎する工程と、高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを前記粉碎された磁石原料と共に溶媒中で湿式混合し、前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と、前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、前記グリーンシートを焼結する工程と、により製造されることを特徴とする。

20

【0012】

【0013】

また、請求項3に係る永久磁石の製造方法は、高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを磁石原料と共に溶媒中で湿式粉碎し、前記磁石原料を粒径が3 μm以下の微粒子に粉碎するとともに前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と、前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、前記グリーンシートを焼結する工程と、を有することを特徴とする。

30

【0014】

更に、請求項4に係る永久磁石の製造方法は、磁石原料を粒径が3 μm以下の微粒子に粉碎する工程と、高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを前記粉碎された磁石原料と共に溶媒中で湿式混合し、前記粉碎された磁石原料の表面に前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサを被覆する工程と、前記高融点金属元素を含む金属アルコキシド又は高融点セラミックのプリカーサが被覆された磁石原料に樹脂バインダーを添加する工程と、前記磁石原料と前記樹脂バインダーとを混練することによりスラリーを生成する工程と、前記スラリーをシート状に成形し、グリーンシートを作製する工程と、前記グリーンシートを焼結する工程と、を有することを特徴とする。

40

【発明の効果】

【0015】

前記構成を有する請求項1に記載の永久磁石によれば、磁石原料と樹脂バインダーとを混合、成形したグリーンシートを焼結した磁石により永久磁石を構成するので、焼結による収縮が均一となることにより焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、また、プレス時の圧力むらが無くなることから、従来行っていた焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができる。それにより、高い寸法精度で永久磁石を成形可能となる。また、永久磁石を薄膜化した場合であっても、表面の加工劣化層により磁気特性が低

50

下することがない。

また、湿式混合を行うことにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックスのプリカーサが粉碎された磁石粒子の表面に被覆するので、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。従って、焼結体の結晶粒径を3 μm 以下とし、磁気性能を向上させることが可能となる。

【0016】

また、請求項2に記載の永久磁石によれば、磁石原料と樹脂バインダーとを混合、成形したグリーンシートを焼結した磁石により永久磁石を構成するので、焼結による収縮が均一となることにより焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、また、プレス時の圧力むらが無くなることから、従来行っていた焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができる。それにより、高い寸法精度で永久磁石を成形可能となる。また、永久磁石を薄膜化した場合であっても、表面の加工劣化層により磁気特性が低下することがない。

10

また、湿式混合を行うことにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックスのプリカーサが粉碎された磁石粒子の表面に被覆するので、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。従って、焼結体の結晶粒径を3 μm 以下とし、磁気性能を向上させることが可能となる。

【0017】

【0018】

また、請求項3に記載の永久磁石の製造方法によれば、磁石原料と樹脂バインダーとを混合、成形したグリーンシートを焼結することにより永久磁石を製造するので、焼結による収縮が均一となることにより焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、また、プレス時の圧力むらが無くなることから、従来行っていた焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができる。それにより、高い寸法精度で永久磁石を成形可能となる。また、永久磁石を薄膜化した場合であっても、表面の加工劣化層により磁気特性が低下することがない。

20

また、湿式混合を行うことにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックスのプリカーサが粉碎された磁石粒子の表面に被覆するので、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。従って、焼結体の結晶粒径を3 μm 以下とし、磁気性能を向上させた永久磁石を製造することが可能となる。

30

【0019】

更に、請求項4に記載の永久磁石の製造方法によれば、磁石原料と樹脂バインダーとを混合、成形したグリーンシートを焼結することにより永久磁石を製造するので、焼結による収縮が均一となることにより焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、また、プレス時の圧力むらが無くなることから、従来行っていた焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができる。それにより、高い寸法精度で永久磁石を成形可能となる。また、永久磁石を薄膜化した場合であっても、表面の加工劣化層により磁気特性が低下することがない。

また、湿式混合を行うことにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックスのプリカーサが粉碎された磁石粒子の表面に被覆するので、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。従って、焼結体の結晶粒径を3 μm 以下とし、磁気性能を向上させた永久磁石を製造することが可能となる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

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。

【0021】

[永久磁石の構成]

先ず、図1～図3を用いて永久磁石1の構成について説明する。尚、本実施形態では特にVCMに埋設される永久磁石1を例に挙げて説明する。

50

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 の焼結時における粒成長を抑制する為の高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが添加されている。尚、各成分の含有量は Nd : 27 ~ 30 wt %、高融点金属元素を含む有機化合物に含まれる金属成分（又は高融点セラミックのプリカーサに含まれるセラミック成分） : 0.01 ~ 8 wt %、B : 1 ~ 2 wt %、Fe（電解鉄） : 60 ~ 70 wt % とする。また、永久磁石 1 は、図 1 に示すように扇形で且つ薄膜状の磁石から構成される。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。

【0022】

ここで、永久磁石 1 は 0.1 mm ~ 2 mm の厚さ（図 1 では 2 mm）を備えた薄膜状の永久磁石である。そして、後述のようにスラリー状態とした Nd 磁石粉末から成形されたグリーンシートを焼結することによって作製される。

10

【0023】

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、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサの層 36（以下、粒成長抑制層 36 という）がコーティングされている。また、Nd 磁石粒子 35 の粒径は 3 μm 以下である。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。

【0024】

そして、Nd 磁石粒子 35 の表面にコーティングされた粒成長抑制層 36 は、焼結時における Nd 磁石粒子 35 の粒成長を抑制する。以下に、粒成長抑制層 36 による永久磁石 1 の粒成長抑制の機構について図 3 を用いて説明する。図 3 は強磁性体の磁区構造を示した模式図である。

20

【0025】

一般的に、結晶と別の結晶との間に残された不連続な境界面である粒界は過剰なエネルギーをもつため、高温ではエネルギーを低下させようとする粒界移動が起こる。従って、高温（例えば Nd - Fe - B 系磁石では 1100℃ ~ 1150℃）で磁石原料の焼結を行うと、小さな磁石粒子は収縮して消失し、残った磁石粒子の平均粒径が増加する所謂粒成長が発生する。

【0026】

ここで、本実施形態では後述のように磁石粉末を湿式粉碎により微粉碎する際に、微量（例えば、磁石粉末に対して有機化合物に含まれる金属又はセラミック成分が 0.01 ~ 8 wt % となる量）の高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサや分散剤を添加する。それにより、その後において高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサを添加した磁石粉末を焼結する際に、湿式分散により Nd 磁石粒子 35 の粒子表面に高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが均一付着され、図 2 に示す粒成長抑制層 36 を形成する。更に、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサの融点は、磁石原料の焼結温度（例えば Nd - Fe - B 系磁石では 1100℃ ~ 1150℃）より遥かに高温である為、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが焼結時において Nd 磁石粒子 35 内に拡散浸透（固溶化）することを防止できる。

30

40

その結果、図 3 に示すように磁石粒子の界面に高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが偏在化される。そして、この偏在化された高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサにより、高温時に発生する粒界の移動が妨げられ、粒成長を抑制することができる。

【0027】

一方、永久磁石の磁気特性は、磁石の磁気特性が単磁区微粒子理論により導かれるために、焼結体の結晶粒径を微細にすれば磁気性能が基本的に向上することが知られている。一般的には、焼結体の結晶粒径を 3 μm 以下とすれば、磁気性能を十分に向上させることが可能となる。ここで、本実施形態では前記したように粒成長抑制層 36 により焼結時の Nd 磁石粒子 35 の粒成長を抑制することができるので、焼結前の磁石原料の粒径を 3 μ

50

m以下とすれば、焼結後の永久磁石1のNd磁石粒子35の粒径も3 μ m以下とすることができる。

また、本実施形態では湿式成形により成形された磁石粉末を適切な焼成条件で焼成すれば、前記したように高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが磁石粒子35内へと拡散浸透（固溶化）することを防止できる。ここで、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが磁石粒子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、粒成長抑制層36は高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサのみから構成される層である必要はなく、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサとNd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、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサと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。

【0028】

[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4を用いて説明する。図4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。

【0029】

先ず、wt%でNd27～30%－Fe60～70%－B1～2%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200 μ m程度の大きさに粗粉碎する。

【0030】

次いで、粗粉碎した磁石粉末をビーズミルによる湿式法で3 μ m以下の平均粒径に微粉碎するとともに溶液中に磁石粉末を分散させ、スリップを作製する。尚、湿式粉碎は磁石粉末5kgに対してトルエン4kgを溶媒として用い、更に分散剤としてリン酸エステル系分散剤0.05kgを添加する。また、湿式粉碎中に磁石粉末に対して、含まれる金属成分が0.01～8wt%となる高融点金属元素を含む有機化合物、又は含まれるセラミック成分が0.01～8wt%となる高融点セラミックのプリカーサを添加する。それにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサを磁石粉末と共に溶媒中で分散させる。尚、詳細な分散条件は以下の通りである。

・分散装置：ビーズミル

・分散メディア：ジルコニアビーズ

【0031】

ここで、添加される高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサとしては、Ta, Mo, W, Nbの有機化合物、BN, AlNのプリカーサが用いられ、より具体的には、タンタル（V）エトキシド、タンタル（V）メトキシド、タンタル（V）テトラエトキシアセチルアセトナート、タンタル（V）（テトラエトキシ）[BREW]、タンタル（V）トリフルオロエトキシド、タンタル（V）2, 2, 2-トリフルオロエトキシド、タンタルトリス（ジエチルアミド）-t-ブチルイミド、タングステン（VI）エトキシド、ヘキサカルボニルタングステン、12タングスト（VI）りん酸n水和物、タングストけい酸n水和物、12タングスト（VI）けい酸26水、ニオブn-ブトキシド、塩化ニオブ（IV）テトラヒドロフラン錯体、ニオブ（V）エトキシド、2-エチルヘキサ酸ニオブ（IV）、ニオブフェノキシド、酢酸モリブデン（II）ダイマー、ビス（アセチルアセトナート）モリブデン（VI）ジオキシド、ビス（2, 2, 6,

10

20

30

40

50

6-テトラメチルー3,5-ヘプタンジオナト)二酸化モリブデン(VI)、2-エチルヘキサン酸モリブデン、ヘキサカルボニルモリブデン、12モリブド(VI)りん酸n水和物、ビス(アセチルアセトナート)モリブデン(VI)ジオキサイド、12モリブドけい酸n水和物等の内、スラリーの溶媒に可溶なものを適宜選択して用いる。

また、溶媒に非可溶でも、微粒子に粉碎した高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサ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。

【0032】

また、粉碎に用いる溶媒としては、特に制限はなく、イソプロピルアルコール、エタノール、メタノールなどのアルコール類、ペンタン、ヘキサンなどの低級炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレンなど芳香族類、ケトン類、それらの混合物等が使用できるが、特にイソプロピルアルコール等が好ましい。

【0033】

磁石粉末の分散後、樹脂バインダーを作製したスリップ中に添加混合する。続いて、磁石粉末と樹脂バインダーを混練し、スラリー41を生成する。尚、樹脂バインダーとして用いる材料は、特に限定されることはなく、各種熱可塑性樹脂単体または混合物、あるいは各種熱硬化性樹脂単体あるいは混合物であり、それぞれの物性、性状等も所望の特性が得られる範囲のものであれば良い。例えば、メタクリル樹脂がある。

【0034】

続いて、生成したスラリー41からグリーンシート42を形成する。グリーンシート42の形成する方法としては、例えば、生成したスラリー41を適宜な方式で必要に応じセパレータ等の支持基材上に塗工して乾燥させる方法などにより行うことができる。尚、塗工方式は、ドクターブレード法等の層厚制御性に優れる方式が好ましい。また、消泡剤を併用するなどして展開層中に気泡が残らないよう充分に脱泡処理することが好ましい。尚、詳細な塗工条件は以下の通りである。

- ・塗工方式：ドクターブレード
- ・ギャップ：1mm
- ・支持基材：シリコーン処理ポリエステルフィルム
- ・乾燥条件：90℃×10分の後、130℃×30分

【0035】

また、支持基材に塗工したグリーンシート42には、搬送方向に対して交差する方向にパルス磁場をかける。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、グリーンシート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。

【0036】

次に、スラリー41から形成したグリーンシート42を所望の製品形状（例えば、本実施形態では図1に示す扇形状）に分割する。その後、1100～1150℃で約1時間焼結する。尚、焼結は、Ar又は真空雰囲気下で行われる。そして、焼結の結果、シート状磁石からなる永久磁石1が製造される。

【0037】

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Nd27～30%-Fe60～70%-B1～2%からなる磁石原料を粒径が3μm以下の微粉末に湿式粉碎するとともに、湿式粉碎中に磁石粉末に対して含まれる金属成分が0.01～8wt%となる高融点金属元素を含む有機化合物、又は含まれるセラミック成分が0.01～8wt%となる高融点セラミックのプリカーサや分散剤を添加することにより、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサを磁石原料と共に溶媒中で分散させる。その後に溶媒中に樹脂バインダーを添加し、磁石粉末と樹脂バインダーとを混練することによりスラリー41を生成する。そして、生成したスラリーをシート状に成形したグリーンシート42を焼結することにより永久磁石1を製造するので、焼結による収縮が均一となることにより焼結後の反りや凹みなどの変形が生じず、

10

20

30

40

50

また、プレス時の圧力むらが無くなることから、従来行っていた焼結後の修正加工をする必要がなく、製造工程を簡略化することができる。それにより、高い寸法精度で永久磁石1を成形可能となる。また、薄膜化した永久磁石1を製造する場合であっても、表面の加工劣化層により永久磁石1の磁気特性が低下することがない。

また、溶媒中で磁石粉末と共に湿式混合された高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが、粉碎された磁石粒子の表面に被覆することによって、焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。従って、焼結体の結晶粒径を3 μm以下とし、永久磁石の磁気性能を向上させることが可能となる。

また、高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサが、焼結後に磁石原料の粒界に偏在するので、磁石の残留磁化を低下させることなく焼結時の磁石粒子の粒成長を抑制することができる。

10

【0038】

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。

例えば、本実施形態では磁石粉末や高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサを溶媒中に分散させる方法として、図4に示すように粗粉碎した磁石粉末を高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサとともに溶媒中で湿式粉碎することにより溶媒中で分散させているが、以下の方法により行うことも可能である。

(1) 先ず、粗粉碎した磁石粉末をボールミルやジェットミル等を用いて乾式粉碎により平均粒径が3 μm以下の磁石粉末に微粉碎する。

20

(2) 次に、微粉碎した磁石粉末を溶媒に添加し、溶媒中に均一に分散させる。その際、分散剤や高融点金属元素を含む有機化合物又は高融点セラミックのプリカーサについても溶媒中に添加する。

(3) 溶媒中に分散された磁石粉末と樹脂バインダーを混練し、スラリー41を生成する。

以降は、本実施形態と同様の処理を行うことにより、本実施形態と同様の構成を備えた永久磁石を製造することが可能となる。

【0039】

また、本実施形態ではVCMに埋設される永久磁石を例に挙げて説明しているが、携帯電話機に搭載される振動モータ、ハイブリッドカーに搭載される駆動モータ、ハードディスクドライブのディスクを回転させるスピンドルモータ等の永久磁石モータに埋設される永久磁石に対して適用することも当然に可能である。

30

【0040】

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。

【図面の簡単な説明】

【0041】

【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。

40

【図3】強磁性体の磁区構造を示した模式図である。

【図4】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。

【図5】従来の永久磁石の製造工程を示した説明図である。

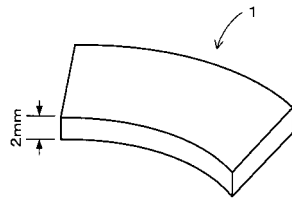
【符号の説明】

【0042】

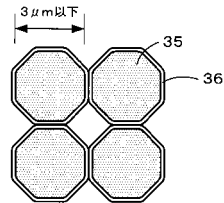
- | | |
|----|---------|
| 1 | 永久磁石 |
| 35 | Nd磁石粒子 |
| 36 | 粒成長抑制層 |
| 41 | スラリー |
| 42 | グリーンシート |

50

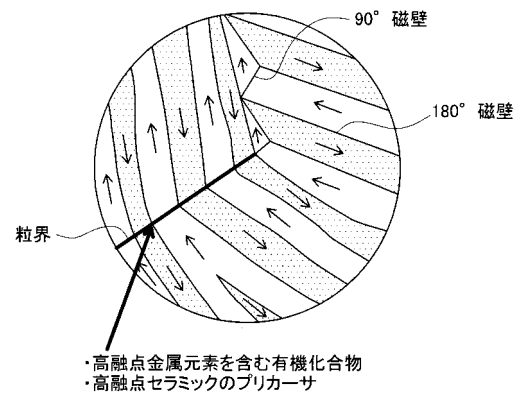
【図 1】



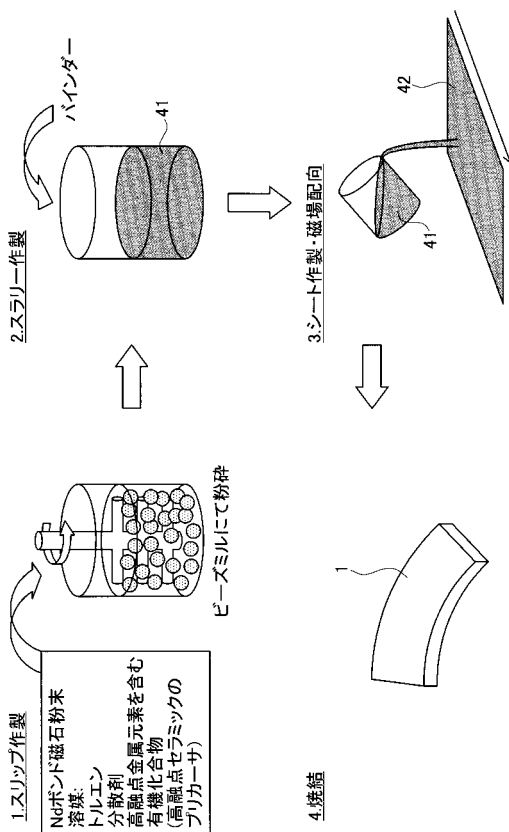
【図 2】



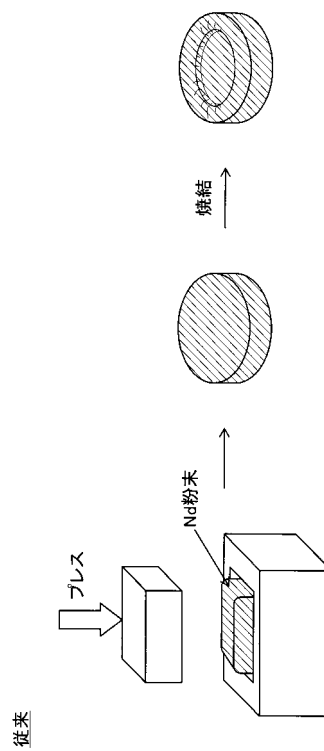
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
B 2 2 F	3/00	(2006.01)	B 2 2 F 3/00 F
H 0 2 K	15/03	(2006.01)	H 0 2 K 15/03 C
C 2 2 C	38/00	(2006.01)	H 0 2 K 15/03 A
			C 2 2 C 38/00 3 0 3 D

(72)発明者 中山 純一
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

(72)発明者 福田 佑紀
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

(72)発明者 星野 利信
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

(72)発明者 堀尾 友和
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

審査官 塩▲崎▼ 義晃

(56)参考文献 特開平03-014204 (JP, A)
特開2002-164239 (JP, A)
特開平01-150303 (JP, A)
特開平11-307330 (JP, A)
特開昭64-068903 (JP, A)
特開2004-253697 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 2 F	1/00-	8/00
C 2 2 C	1/04-	1/05
	33/02	
H 0 1 F	1/00-	1/11
	1/40	
	41/00-	41/04
	41/08-	41/10