



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0069385
(43) 공개일자 2020년06월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 41/02 (2006.01) B22F 3/02 (2006.01)
B22F 3/10 (2006.01) B22F 3/14 (2006.01)
B22F 3/15 (2006.01) B22F 9/04 (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
H01F 1/057 (2006.01) H01F 1/08 (2006.01)
H01F 1/113 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
H01F 41/02 (2013.01)
B22F 3/02 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2020-7016346(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2013년03월08일
심사청구일자 2020년06월08일
- (62) 원출원 특허 10-2019-7009509
원출원일자(국제) 2013년03월08일
심사청구일자 2019년04월30일
- (85) 번역문제출일자 2020년06월08일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2013/056433
- (87) 국제공개번호 WO 2013/137134
국제공개일자 2013년09월19일
- (30) 우선권주장
JP-P-2012-054695 2012년03월12일 일본(JP)
(뒷면에 계속)

- (71) 출원인
닛토덴코 가부시기가이샤
일본국 오사카후 이바라키시 시모호즈미 1-1-2
- (72) 발명자
구메 가츠야
일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
1-1-2 닛토덴코 가부시기가이샤 내
오쿠노 도시아키
일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
1-1-2 닛토덴코 가부시기가이샤 내
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
장수길, 성재동

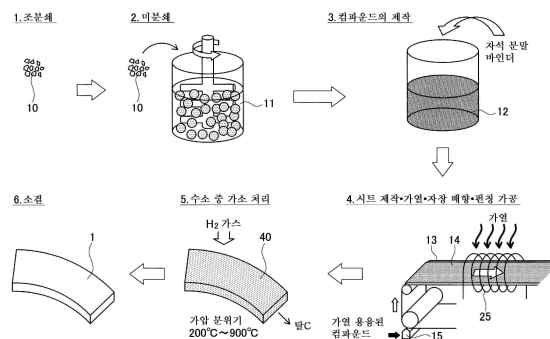
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 희토류 영구 자석의 제조 방법

(57) 요약

자석 특성의 저하를 방지하는 것이 가능하게 된 희토류 영구 자석 및 희토류 영구 자석의 제조 방법을 제공한다. 자석 원료를 자석 분말로 분쇄하고, 분쇄된 자석 분말과 바인더를 혼합함으로써 컴파운드(12)를 생성한다. 그리고, 생성한 컴파운드(12)를 시트 형상으로 성형한 그린 시트(14)를 제작한다. 그 후, 성형한 그린 시트(14)의 자장 배향을 행하고, 또한, 그린 시트(14)를 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 200℃ 내지 900℃에서 수시간 유지함으로써 가소 처리를 행한다. 계속해서, 그린 시트(14)를 소성 온도에서 소결함으로써 영구 자석(1)을 제조한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

B22F 3/10 (2013.01)
B22F 3/14 (2013.01)
B22F 3/15 (2013.01)
B22F 9/04 (2013.01)
C22C 33/02 (2013.01)
C22C 38/00 (2013.01)
H01F 1/057 (2013.01)
H01F 1/08 (2013.01)
H01F 1/113 (2013.01)

(72) 발명자

오제키 이즈미

일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
 1-1-2 닛토텐코 가부시키키가이샤 내

오무레 도모히로

일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
 1-1-2 닛토텐코 가부시키키가이샤 내

오자키 다카시

일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
 1-1-2 닛토텐코 가부시키키가이샤 내

다이하쿠 게이스케

일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
 1-1-2 닛토텐코 가부시키키가이샤 내

야마모토 다카시

일본 5678680 오사카후 이바라키시 시모호즈미
 1-1-2 닛토텐코 가부시키키가이샤 내

(30) 우선권주장

JP-P-2012-054696	2012년03월12일	일본(JP)
JP-P-2012-054697	2012년03월12일	일본(JP)
JP-P-2012-054698	2012년03월12일	일본(JP)

명세서

청구범위

청구항 1

자석 원료를 자석 분말로 분쇄하는 공정과,

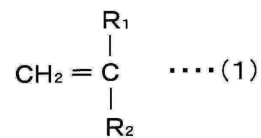
상기 자석 분말과 바인더를 혼합하여 혼합물을 얻는 공정과,

상기 혼합물로부터 성형체를 성형하는 공정과,

소결 후 상기 성형체에 함유된 잔존 산소량이 5000ppm 이하가 되도록 적어도 온도 200℃ 내지 900℃의 범위에서 항상 0.2 MPa 이상의 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 상기 성형체를 가소하는 공정과,

가소된 상기 성형체를 소성 온도에서 유지함으로써 소결시키는 공정을 차례로 포함하고,

상기 바인더는, 하기 화학식 (1)



(단, R1 및 R2는, 수소 원자, 저급 알킬기, 페닐기, 또는 비닐기를 나타냄)

로 표시되는 1종 또는 2종 이상의 단량체를 필수적으로 함유하는 중합체 또는 공중합체로 만들어진 수지로 구성되고,

상기 성형체를 가소하는 공정은 수시간 지속되는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 성형체를 가소하는 공정에서는, 상기 성형체를 0.2 MPa 이상의 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써 상기 바인더를 비산시켜서 제거하는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 성형체를 가소하는 공정에서는, 상기 성형체를 수소 분위기 하 또는 수소와 불활성 가스의 혼합 가스 분위기 하에서 200℃ 내지 900℃에서 일정 시간 유지하는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 성형체를 성형하는 공정에서는, 상기 혼합물을 핫 멜트 성형에 의해 성형하는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 바인더는, 폴리이소부틸렌 또는 스티렌과 이소프렌의 공중합체인 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 자석 원료를 분쇄하는 공정에서는, 상기 자석 원료를 유기 용매 중에서 습식 분쇄하는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 성형체를 성형하는 공정에서는, 상기 분쇄된 자석 분말과 바인더가 혼합된 혼합물을 시트 형상으로 성형하고, 상기 성형체로서 그린 시트를 제작하는 것을 특징으로 하는 희토류 영구 자석의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 희토류 영구 자석 및 희토류 영구 자석의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 들어, 하이브리드카나 하드디스크 드라이브 등에 사용되는 영구 자석 모터에서는, 소형 경량화, 고출력화, 고효율화가 요구되고 있다. 따라서, 상기 영구 자석 모터의 소형 경량화, 고출력화, 고효율화를 실현함에 있어서, 모터에 매설되는 영구 자석에 대해서, 박막화와 더 이상의 자기 특성의 향상이 요구되고 있다.

[0003] 여기서, 영구 자석의 제조 방법으로서, 예를 들어 분말 소결법이 사용된다. 여기서, 분말 소결법은, 우선 원 재료를 조분쇄하고, 제트 밀(건식 분쇄)이나 습식 비즈 밀(습식 분쇄)에 의해 미분쇄한 자석 분말을 제조한다. 그 후, 그 자석 분말을 형에 넣고, 외부로부터 자장을 인가하면서 원하는 형상으로 프레스 성형한다. 그리고, 원하는 형상으로 성형된 고형 형상의 자석 분말을 소정 온도(예를 들어 Nd-Fe-B계 자석에서는 800℃ 내지 1150℃)에서 소결함으로써 제조한다(예를 들어, 일본 특허 공개 평2-266503호 공보).

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 평2-266503호 공보(제5 페이지)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 여기서, 특히 희토류 자석에서는 Nd 등의 희토류 원소와 탄소의 반응성이 매우 높기 때문에, 소결 공정에서 고온까지 탄소 함유물이 남으면, 카바이드를 형성한다. 그 결과, 형성된 카바이드에 의해 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극이 발생하고, 자석 전체를 치밀하게 소결할 수 없어 자기 성능이 현저하게 저하되는 문제가 있었다. 또한, 공극이 발생하지 않은 경우에도, 형성된 카바이드에 의해 소결 후의 자석의 주상 내에 α -Fe가 석출되어, 자석 특성을 크게 저하시키는 문제가 있었다.

[0006] 본 발명은 상기 종래의 문제점을 해소하기 위해 이루어진 것으로, 자석 분말의 성형체 또는 자석 분말을 소결 전에 대기압보다 높은 압력으로 가압한 수소 분위기 하에서 가소함으로써, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있고, 그 결과, 자석 특성의 저하를 방지하는 것이 가능하게 된 희토류 영구 자석 및 희토류 영구 자석의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 자석 원료를 자석 분말로 분쇄하는 공정과, 상기 분쇄된 자석 분말을 성형체로 성형하는 공정과, 상기 성형체를 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 가소하는 공정과, 가소된 상기 성형체를 소성 온도에서 유지함으로써 소결하는 공정을 갖는 것을 특징으로 한다.

- [0008] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 성형체를 성형하는 공정에서는, 상기 분쇄된 자석 분말과 바인더가 혼합된 혼합물을 시트 형상으로 성형하여, 상기 성형체로서 그린 시트를 제작하는 것을 특징으로 한다.
- [0009] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 성형체를 가소하는 공정에서는, 상기 그린 시트를 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써 상기 바인더를 비산시켜서 제거하는 것을 특징으로 한다.
- [0010] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 성형체를 가소하는 공정에서는, 상기 그린 시트를 수소 분위기 하 또는 수소와 불활성 가스의 혼합 가스 분위기 하에서 200℃ 내지 900℃에서 일정 시간 유지하는 것을 특징으로 한다.
- [0011] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 성형체를 성형하는 공정에서는, 상기 혼합물을 핫멜트 성형에 의해 시트 형상으로 성형하는 것을 특징으로 한다.
- [0012] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 바인더는, 산소 원자를 포함하지 않는 단량체의 중합체 또는 공중합체를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 바인더는, 폴리이소부틸렌 또는 스티렌과 이소프렌의 공중합체인 것을 특징으로 한다.
- [0014] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 자석 원료를 분쇄하는 공정에서는, 상기 자석 원료를 유기 용매 중에서 습식 분쇄하는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법은, 상기 성형체를 가소하는 공정에서는, 상기 그린 시트를, 상기 유기 용매를 구성하는 유기 화합물의 분해 온도이고 또한 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써, 상기 유기 화합물을 열분해시켜서 탄소를 제거함과 함께 상기 바인더를 비산시켜서 제거하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석은, 자석 원료를 자석 분말로 분쇄하는 공정과, 상기 분쇄된 자석 분말을 성형체로 성형하는 공정과, 상기 성형체를 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 가소하는 공정과, 가소된 상기 성형체를 소성 온도에서 유지함으로써 소결하는 공정에 의해 제조되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0017] 상기 구성을 갖는 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 자석 분말의 성형체를 소결 전에 대기압보다 높은 압력으로 가압한 수소 분위기 하에서 가소함으로써, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있다. 그 결과, 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극을 발생시키지 않고, 또한, 자석 전체를 치밀하게 소결하는 것이 가능하게 되어, 보자력이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 또한, 소결 후의 자석의 주상 내에 αFe 가 다수 석출되지 않아, 자석 특성을 크게 저하시키지 않는다.
- [0018] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 자석 분말과 바인더를 혼합하여, 성형한 그린 시트를 소결함으로써 영구 자석을 제조하므로, 소결에 의한 수축이 균일해짐으로써 소결 후의 휨이나 오목부 등의 변형이 발생하지 않고, 또한, 프레스 시의 압력 불균일이 없어지는 점에서, 종래 행하고 있었던 소결 후의 수정 가공을 할 필요가 없어, 제조 공정을 간략화할 수 있다. 그에 의해, 높은 치수 정밀도로 영구 자석을 성형 가능하게 된다. 또한, 영구 자석을 박형화한 경우라도, 재료 수율을 저하시키지 않고, 가공 공정수가 증가하는 것도 방지할 수 있다.
- [0019] 또한, 그린 시트를 소결하기 전에, 그린 시트를 비산화성 분위기 하에서 가소하므로, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있다. 그 결과, 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극을 발생시키지 않고, 또한, 자석 전체를 치밀하게 소결하는 것이 가능하게 되어, 보자력이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 또한, 소결 후의 자석의 주상 내에 αFe 가 다수 석출되지 않아, 자석 특성을 크게 저하시키지 않는다. 특히, 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 가소 처리를 행함으로써, 바인더의 분해 및 제거를 촉진하여, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 보다 저감시킬 수 있다.
- [0020] 또한, 본 발명에 따른 희토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 그린 시트를 소결하기 전에, 그린 시트를 비산화성 분위기 하에서 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써 바인더를 비산시켜서 제거하므로, 자석 분말에

바인더를 혼합한 경우라도 자석이 함유하는 탄소량을 저감시킬 수 있다.

[0021] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 바인더가 혼련된 그린 시트를 수소 분위기 하 또는 수소와 불활성 가스의 혼합 가스 분위기 하에서 가소함으로써, 자석 내에 함유하는 탄소를 메탄으로서 배출하는 것이 가능하게 되고, 자석 내에 함유하는 탄소량을 보다 확실하게 저감시킬 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 핫 멜트 성형에 의해 그린 시트를 성형하므로, 슬러리 성형을 행하는 경우 등과 비교하여 자장 배향 시에 있어서 액 치우침, 즉, 그린 시트의 두께의 치우침이 발생할 우려가 없다. 또한, 바인더가 충분히 서로 얹힌 상태가 되므로, 탈 바인더 공정에서의 층간 박리가 발생할 우려가 없다.

[0023] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 바인더로서 산소 원자를 포함하지 않는 단량체의 중합체 또는 공중합체를 포함하는 수지를 사용함으로써, 자석 내에 함유하는 산소량을 저감시킬 수 있다.

[0024] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 바인더로서 특히 폴리이소부틸렌이나 스티렌과 이소프렌의 공중합체를 사용함으로써, 자석 내에 함유하는 산소량을 저감시킬 수 있다.

[0025] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 습식 분쇄에 있어서 유기 용매가 혼입된 자석 분말을 성형한 그린 시트를 소결하기 전에, 그린 시트를 비산화성 분위기 하에서 가소하므로, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있다. 그 결과, 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극을 발생시키지 않고, 또한, 자석 전체를 치밀하게 소결하는 것이 가능하게 되어, 보자력이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 또한, 소결 후의 자석의 주상 내에 αFe 가 다수 석출되지 않아, 자석 특성을 크게 저하시키지 않는다. 특히, 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 가소 처리를 행함으로써, 유기 용매를 구성하는 유기 화합물이나 바인더의 분해 및 제거를 촉진하여, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 보다 저감시킬 수 있다.

[0026] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석의 제조 방법에 의하면, 그린 시트를 소결하기 전에, 그린 시트를 비산화성 분위기 하에서 유기 용매를 구성하는 유기 화합물의 분해 온도이고 또한 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써, 유기 화합물을 열분해시켜서 탄소를 제거할 수 있음과 함께, 바인더를 비산시켜서 제거하는 것이 가능하게 된다. 그 결과, 유기 용매나 바인더를 자석 분말에 첨가한 경우라도 자석 내의 탄소량이 크게 증가할 우려가 없다.

[0027] 또한, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석에 의하면, 자석 분말의 성형체를 소결 전에 대기압보다 높은 압력으로 가압한 수소 분위기 하에서 가소함으로써, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있다. 그 결과, 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극을 발생시키지 않고, 또한, 자석 전체를 치밀하게 소결하는 것이 가능하게 되어, 보자력이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 또한, 소결 후의 자석의 주상 내에 αFe 가 다수 석출되지 않아, 자석 특성을 크게 저하시키지 않는다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명에 따른 영구 자석을 도시한 전체도이다.

도 2는 본 발명에 따른 영구 자석의 제조 공정을 나타낸 설명도이다.

도 3은 본 발명에 따른 영구 자석의 제조 공정 중, 특히 그린 시트의 성형 공정을 나타낸 설명도이다.

도 4는 본 발명에 따른 영구 자석의 제조 공정 중, 특히 그린 시트의 가열 공정 및 자장 배향 공정을 나타낸 설명도이다.

도 5는 그린 시트의 면 내 수직 방향으로 자장을 배향하는 예에 대하여 도시한 도면이다.

도 6은 열 매체(실리콘 오일)를 사용한 가열 장치에 대하여 설명한 도이다.

도 7은 본 발명에 따른 영구 자석의 제조 공정 중, 특히 그린 시트의 가압 소결 공정을 나타낸 설명도이다.

도 8은 실시예의 그린 시트의 외관 형상을 나타낸 사진이다.

도 9는 실시예와 비교예의 각 자석에 대한 각종 측정 결과를 도시한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 이하, 본 발명에 따른 회토류 영구 자석 및 회토류 영구 자석의 제조 방법에 대하여 구체화한 일 실시 형태에

대해 이하에 도면을 참조하면서 상세하게 설명한다.

[0030] [영구 자석의 구성]

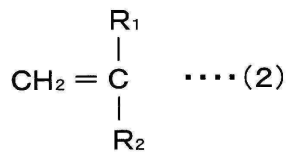
[0031] 우선, 본 발명에 따른 영구 자석(1)의 구성에 대하여 설명한다. 도 1은 본 발명에 따른 영구 자석(1)을 도시한 전체도이다. 또한, 도 1에 도시하는 영구 자석(1)은 부채형 형상을 구비하는데, 영구 자석(1)의 형상은 편칭 형상에 따라 변화한다.

[0032] 본 발명에 따른 영구 자석(1)은, Nd-Fe-B계의 이방성 자석이다. 또한, 각 성분의 함유량은 Nd: 27 내지 40wt%, B: 0.8 내지 2wt%, Fe(전해철): 60 내지 70wt%로 한다. 또한, 자기 특성 향상을 위해, Dy, Tb, Co, Cu, Al, Si, Ga, Nb, V, Pr, Mo, Zr, Ta, Ti, W, Ag, Bi, Zn, Mg 등의 타 원소를 소량 포함해도 된다. 도 1은 본 실시 형태에 따른 영구 자석(1)을 도시한 전체도이다.

[0033] 여기서, 영구 자석(1)은 예를 들어 0.05mm 내지 10mm(예를 들어 1mm)의 두께를 구비한 박막 형상의 영구 자석이다. 그리고, 후술하는 바와 같이 압분 성형에 의해 성형된 성형체나 자석 분말과 바인더가 혼합된 혼합물(슬러리나 컴파운드)로부터 시트 형상으로 성형된 성형체(그린 시트)를 소결함으로써 제작된다.

[0034] 또한, 본 발명에서는 특히 그린 시트 성형에 의해 영구 자석(1)을 제조하는 경우에 있어서, 자석 분말에 혼합되는 바인더는, 수지나 장쇄 탄화수소나 지방산 메틸에스테르나 그들의 혼합물 등이 사용된다.

[0035] 또한, 바인더에 수지를 사용하는 경우에는, 구조 중에 산소 원자를 포함하지 않고, 또한 해중합성이 있는 중합체를 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 후술하는 바와 같이 핫 멜트 성형에 의해 그린 시트를 성형할 경우에는, 성형된 그린 시트를 가열하여 연화된 상태에서 자장 배향을 행하기 위해서, 열가소성 수지가 사용된다. 구체적으로는 이하의 화학식 (2)로 표시되는 단량체에서 선택되는 1종 또는 2종 이상의 중합체 또는 공중합체를 포함하는 중합체가 해당한다.



[0036]

[0037] (단, R1 및 R2는, 수소 원자, 저급 알킬기, 페닐기 또는 비닐기를 나타냄)

[0038] 상기 조건에 해당하는 중합체로서는, 예를 들어 이소부틸렌의 중합체인 폴리이소부틸렌(PIB), 이소프렌의 중합체인 폴리이소프렌(이소프렌 고무, IR), 1,3-부타디엔의 중합체인 폴리부타디엔(부타디엔 고무, BR), 스티렌의 중합체인 폴리스티렌, 스티렌과 이소프렌의 공중합체인 스티렌-이소프렌 블록 공중합체(SIS), 이소부틸렌과 이소프렌의 공중합체인 부틸 고무(IIR), 스티렌과 부타디엔의 공중합체인 스티렌-부타디엔 블록 공중합체(SBS), 2-메틸-1-펜텐의 중합체인 2-메틸-1-펜텐 중합 수지, 2-메틸-1-부텐의 중합체인 2-메틸-1-부텐 중합 수지, α-메틸스티렌의 중합체인 α-메틸스티렌 중합 수지 등이 있다. 또한, α-메틸스티렌 중합 수지는 유연성을 부여하기 위하여 저분자량의 폴리이소부틸렌을 첨가하는 것이 바람직하다. 또한, 바인더에 사용하는 수지로서는, 산소 원자를 포함하는 단량체의 중합체 또는 공중합체(예를 들어, 폴리부틸메타크릴레이트나 폴리메틸메타크릴레이트 등)를 소량 포함하는 구성으로 해도 된다. 또한, 상기 화학식 (2)에 해당하지 않는 단량체가 일부 공중합하고 있어도 된다. 그 경우에도, 본원 발명의 목적을 달성하는 것이 가능하다.

[0039] 또한, 바인더에 사용하는 수지로서는, 자장 배향을 적절하게 행하기 위해서 250℃ 이하에서 연화되는 열가소성 수지, 보다 구체적으로는 유리 전이점 또는 용점이 250℃ 이하의 열가소성 수지를 사용하는 것이 바람직하다.

[0040] 한편, 바인더에 장쇄 탄화수소를 사용하는 경우에는, 실온에서 고체, 실온 이상에서 액체인 장쇄 포화 탄화수소(장쇄 알칸)를 사용하는 것이 바람직하다. 구체적으로는 탄소수가 18 이상인 장쇄 포화 탄화수소를 사용하는 것이 바람직하다. 그리고, 후술하는 바와 같이 핫 멜트 성형에 의해 성형된 그린 시트를 자장 배향할 때에는, 그린 시트를 장쇄 탄화수소의 용점 이상에서 가열하여 연화된 상태에서 자장 배향을 행한다.

[0041] 또한, 바인더에 지방산 메틸에스테르를 사용하는 경우에도 마찬가지로, 실온에서 고체, 실온 이상에서 액체인 스테아르산메틸이나 도코산산메틸 등을 사용하는 것이 바람직하다. 그리고, 후술하는 바와 같이 핫 멜트 성형에 의해 성형된 그린 시트를 자장 배향할 때에는, 그린 시트를 지방산 메틸에스테르의 용점 이상에서 가열하여 연화된 상태에서 자장 배향을 행한다.

[0042] 그린 시트를 제작할 때에 자석 분말에 혼합되는 바인더로서 상기 조건을 만족하는 바인더를 사용함으로써, 자석

내에 함유하는 탄소량 및 산소량을 저감시키는 것이 가능하게 된다. 구체적으로는, 소결 후에 자석에 잔존하는 탄소량을 2000ppm 이하, 보다 바람직하게는 1000ppm 이하로 한다. 또한, 소결 후에 자석에 잔존하는 산소량을 5000ppm 이하, 보다 바람직하게는 2000ppm 이하로 한다.

[0043] 또한, 바인더의 첨가량은, 슬러리나 가열 용융한 컴파운드를 시트 형상으로 성형할 때에 시트의 두께 정밀도를 향상시키기 위해서, 자석 입자간의 공극을 적절하게 충전하는 양으로 한다. 예를 들어, 자석 분말과 바인더의 합계량에 대한 바인더의 비율이, 1wt% 내지 40wt%, 보다 바람직하게는 2wt% 내지 30wt%, 더욱 바람직하게는 3wt% 내지 20wt%로 한다.

[0044] [영구 자석의 제조 방법]

[0045] 이어서, 본 발명에 따른 영구 자석(1)의 제조 방법에 대하여 도 2를 사용하여 설명한다. 도 2는 본 실시 형태에 따른 영구 자석(1)의 제조 공정을 나타낸 설명도이다.

[0046] 우선, 소정 분율의 Nd-Fe-B(예를 들어 Nd: 32.7wt%, Fe(전해철): 65.96wt%, B: 1.34wt%)를 포함하는 잉곳을 제조한다. 그 후, 잉곳을 스탬프 밀이나 크러셔 등에 의해 200 μ m 정도의 크기로 조분쇄한다. 또는, 잉곳을 용해하여, 스트립 캐스트법으로 플레이크를 제작하고, 수소 해쇄법으로 조분화한다. 그에 의해, 조분쇄 자석 분말(10)을 얻는다.

[0047] 계속해서, 조분쇄 자석 분말(10)을 비즈 밀(11)에 의한 습식법 또는 제트 밀을 사용한 건식법 등에 의해 미분쇄한다. 예를 들어, 비즈 밀(11)에 의한 습식법을 사용한 미분쇄에서는, 유기 용매 중에서 조분쇄 자석 분말(10)을 소정 범위의 입경(예를 들어 0.1 μ m 내지 5.0 μ m)으로 미분쇄함과 함께 유기 용매 중에 자석 분말을 분산시킨다. 그 후, 습식 분쇄 후의 유기 용매에 포함되는 자석 분말을 진공 건조 등으로 건조시켜, 건조한 자석 분말을 취출한다. 또한, 분쇄에 사용하는 용매는 유기 용매이지만, 용매의 종류에 특별히 제한은 없고, 이소프로필알코올, 에탄올, 메탄올 등의 알코올류, 아세트산에틸 등의 에스테르류, 펜탄, 헥산 등의 저급 탄화수소류, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등 방향족류, 케톤류, 그들의 혼합물 등을 사용할 수 있다. 또한, 바람직하게는 용매 중에 산소 원자를 포함하지 않는 탄화수소계 용매가 사용된다.

[0048] 한편, 제트 밀에 의한 건식법을 사용한 미분쇄에서는, 조분쇄한 자석 분말을, (a) 산소 함유량이 실질적으로 0%인 질소 가스, Ar 가스, He 가스 등 불활성 가스를 포함하는 분위기 중, 또는 (b) 산소 함유량이 0.0001 내지 0.5%의 질소 가스, Ar 가스, He 가스 등 불활성 가스를 포함하는 분위기 중에서, 제트 밀에 의해 미분쇄하여, 소정 범위의 입경(예를 들어 1.0 μ m 내지 5.0 μ m)의 평균 입경을 갖는 미분말로 한다. 또한, 산소 농도가 실질적으로 0%인, 산소 농도가 완전히 0%일 경우에 한정되지 않고, 미분의 표면에 지극히 약간 산화 피막을 형성하는 정도의 양의 산소를 함유해도 되는 것을 의미한다.

[0049] 이어서, 비즈 밀(11) 등으로 미분쇄된 자석 분말을 원하는 형상으로 성형한다. 또한, 자석 분말의 성형에는, 예를 들어 금형을 사용하여 원하는 형상으로 성형하는 압분 성형이나, 자석 분말을 일단 시트 형상으로 성형한 후에 원하는 형상으로 편칭하는 그린 시트 성형이 있다. 또한, 압분 성형에는, 건조한 미분말을 캐비티에 충전하는 건식법과, 자석 분말을 포함하는 슬러리를 건조시키지 않고 캐비티에 충전하는 습식법이 있다. 한편, 그린 시트 성형은, 예를 들어 자석 분말과 바인더가 혼합한 컴파운드를 시트 형상으로 성형하는 핫 펠트 도포 시공이나, 자석 분말과 바인더와 유기 용매를 포함하는 슬러리를 기재 위에 도포 시공함으로써 시트 형상으로 성형하는 슬러리 도포 시공 등에 의한 성형이 있다.

[0050] 이하에서는, 특히 핫 펠트 도포 시공을 사용한 그린 시트 성형에 대하여 설명한다.

[0051] 우선, 비즈 밀(11) 등으로 미분쇄된 자석 분말에 바인더를 혼합함으로써, 자석 분말과 바인더를 포함하는 분말 상태의 혼합물(컴파운드)(12)을 제작한다. 여기서, 바인더로서는, 상술한 바와 같이 수지나 장쇄 탄화수소나 지방산 메틸에스테르나 그들의 혼합물 등이 사용된다. 예를 들어, 수지를 사용하는 경우에는 구조 중에 산소 원자를 포함하지 않고, 또한 해중합성이 있는 중합체를 포함하는 열가소성 수지를 사용하고, 한편, 장쇄 탄화수소를 사용하는 경우에는, 실온에서 고체, 실온 이상에서 액체인 장쇄 포화 탄화수소(장쇄 알칸)를 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 지방산 메틸에스테르를 사용하는 경우에는, 스테아르산메틸이나 도코산산메틸 등을 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 바인더의 첨가량은, 상술한 바와 같이 첨가 후의 컴파운드(12)에서의 자석 분말과 바인더의 합계량에 대한 바인더의 비율이, 1wt% 내지 40wt%, 보다 바람직하게는 2wt% 내지 30wt%, 더욱 바람직하게는 3wt% 내지 20wt%가 되는 양으로 한다. 또한, 바인더의 첨가는, 질소 가스, Ar 가스, He 가스 등 불활성 가스를 포함하는 분위기에서 행한다. 또한, 자석 분말과 바인더의 혼합은, 예를 들어 유기 용매에 자석 분말과 바인더를 각각 투입하여, 교반기로 교반함으로써 행한다. 그리고, 교반 후에 자석 분말과 바인더를 포함

하는 유기 용매를 가열하여 유기 용매를 기화시킴으로써, 컴파운드(12)를 추출한다. 또한, 자석 분말과 바인더의 혼합은, 질소 가스, Ar 가스, He 가스 등 불활성 가스를 포함하는 분위기에서 행하는 것이 바람직하다. 또한, 특히 자석 분말을 습식법으로 분쇄했을 경우에는, 분쇄에 사용한 유기 용매로부터 자석 분말을 추출하지 않고 바인더를 유기 용매 중에 첨가하여 혼련하고, 그 후에 유기 용매를 휘발시켜서 후술하는 컴파운드(12)를 얻는 구성으로 해도 된다.

[0052] 계속해서, 컴파운드(12)를 시트 형상으로 성형함으로써 그린 시트를 제작한다. 특히, 핫 멜트 도포 시공에서는, 컴파운드(12)를 가열함으로써 컴파운드(12)를 용융하여, 유체 형상으로 하고나서 세퍼레이터 등의 지지 기재(13) 위에 도포 시공한다. 그 후, 방열하여 응고시킴으로써, 지지 기재(13) 위에 긴 시트 형상의 그린 시트(14)를 형성한다. 또한, 컴파운드(12)를 가열 용융할 때의 온도는, 사용하는 바인더의 종류나 양에 따라 다르지만, 50 내지 300℃로 한다. 단, 사용하는 바인더의 용점보다 높은 온도로 할 필요가 있다. 또한, 슬러리 도포 시공을 사용하는 경우에는, 톨루엔 등의 유기 용매 중에 자석 분말과 바인더를 분산시키고, 슬러리를 세퍼레이터 등의 지지 기재(13) 위에 도포 시공한다. 그 후, 건조하여 유기 용매를 휘발시킴으로써, 지지 기재(13) 위에 긴 시트 형상의 그린 시트(14)를 형성한다.

[0053] 여기서, 용융한 컴파운드(12)의 도포 시공 방식은, 슬롯다이 방식이나 캘린더 롤 방식 등의 층 두께 제어성이 우수한 방식을 사용하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 슬롯다이 방식에서는, 가열하여 유체 형상으로 한 컴파운드(12)를 기어 펌프에 의해 압출하여 다이에 삽입함으로써 도포 시공을 행한다. 또한, 캘린더 롤 방식에서는, 가열한 2축 롤의 겹에 컴파운드(12)를 일정량 투입하여, 롤을 회전시키면서 지지 기재(13) 위에 롤의 열로 용융된 컴파운드(12)를 도포 시공한다. 또한, 지지 기재(13)로서는, 예를 들어 실리콘 처리 폴리에스테르 필름을 사용한다. 또한, 소포제를 사용하거나, 가열 진공 탈포를 행하는 것 등에 의해 전개층 중에 기포가 남지 않도록 충분히 탈포 처리하는 것이 바람직하다. 또한, 지지 기재(13) 위에 도포 시공하는 것이 아니라, 압출 성형에 의해 용융된 컴파운드(12)를 시트 형상으로 성형함과 함께 지지 기재(13) 위에 압출함으로써, 지지 기재(13) 위에 그린 시트(14)를 성형하는 구성으로 해도 된다.

[0054] 이하에, 도 3을 사용하여 특히 슬롯다이 방식에 의한 그린 시트(14)의 형성 공정에 대하여 보다 상세하게 설명한다. 도 3은 슬롯다이 방식에 의한 그린 시트(14)의 형성 공정을 도시한 모식도이다.

[0055] 도 3에 도시한 바와 같이 슬롯다이 방식에 사용되는 다이(15)는, 블록(16, 17)을 서로 중첩함으로써 형성되어 있고, 블록(16, 17)과의 사이의 간극에 의해 슬릿(18)이나 캐비티(액체 저장소)(19)를 형성한다. 캐비티(19)는, 블록(17)에 형성된 공급구(20)에 연통된다. 그리고, 공급구(20)는, 기어 펌프(도시하지 않음) 등으로 구성되는 도포액의 공급계에 접속되어 있고, 캐비티(19)에는 공급구(20)를 통해, 계량된 유체 형상의 컴파운드(12)가 정량 펌프 등에 의해 공급된다. 또한, 캐비티(19)에 공급된 유체 형상의 컴파운드(12)는, 슬릿(18)에 송출되어 단위 시간 일정량으로 폭 방향으로 균일한 압력으로 슬릿(18)의 토출구(21)로부터 미리 설정된 도포 폭에 의해 토출된다. 한편으로, 지지 기재(13)는, 코팅 롤(22)의 회전에 따라 미리 설정된 속도로 연속 반송된다. 그 결과, 토출된 유체 형상의 컴파운드(12)가 지지 기재(13)에 대하여 소정 두께로 도포되고, 그 후, 방열하여 응고함으로써 지지 기재(13) 위에 긴 시트 형상의 그린 시트(14)가 성형된다.

[0056] 또한, 슬롯다이 방식에 의한 그린 시트(14)의 형성 공정에서는, 도포 시공 후의 그린 시트(14)의 시트 두께를 실측하고, 실측값에 기초하여 다이(15)와 지지 기재(13) 사이의 겹(D)을 피드백 제어하는 것이 바람직하다. 또한, 다이(15)에 공급하는 유체 형상의 컴파운드(12)의 양의 변동은 최대한 저하시키고(예를 들어 $\pm 0.1\%$ 이하의 변동으로 억제함), 또한 도포 시공 속도의 변동에 대해서도 최대한 저하시키는(예를 들어 $\pm 0.1\%$ 이하의 변동으로 억제함) 것이 바람직하다. 그에 의해, 그린 시트(14)의 두께 정밀도를 더욱 향상시키는 것이 가능하다. 또한, 형성되는 그린 시트(14)의 두께 정밀도는, 설계값(예를 들어 1mm)에 대하여 $\pm 10\%$ 이내, 보다 바람직하게는 $\pm 3\%$ 이내, 더욱 바람직하게는 $\pm 1\%$ 이내로 한다. 또한, 다른 쪽의 캘린더 롤 방식에서는, 캘린더 조건을 마찬가지로 실측값에 기초하여 제어함으로써, 지지 기재(13)에 대한 컴파운드(12)의 전사 막 두께를 제어하는 것이 가능하다.

[0057] 또한, 그린 시트(14)의 설정 두께는, 0.05mm 내지 20mm의 범위에서 설정하는 것이 바람직하다. 두께를 0.05mm 보다 얇게 하면, 다층 적층해야만 하므로 생산성이 저하되게 된다.

[0058] 이어서, 상술한 핫 멜트 도포 시공에 의해 지지 기재(13) 위에 형성된 그린 시트(14)의 자장 배향을 행한다. 구체적으로는, 우선 지지 기재(13)와 함께 연속 반송되는 그린 시트(14)를 가열함으로써 그린 시트(14)를 연화시킨다. 또한, 그린 시트(14)를 가열할 때의 온도 및 시간은, 사용하는 바인더의 종류나 양에 따라 다르지만, 예를 들어 100 내지 250℃에서 0.1 내지 60분으로 한다. 단, 그린 시트(14)를 연화시키기 위해서, 사용하는 바

인더의 유리 전이점 또는 융점 이상의 온도로 할 필요가 있다. 또한, 그린 시트(14)를 가열하는 가열 방식으로서는, 예를 들어 핫 플레이트에 의한 가열 방식이나 열 매체(실리콘 오일)를 열원으로 사용한 가열 방식이 있다. 이어서, 가열에 의해 연화된 그린 시트(14)의 면 내 방향이면서 또한 길이 방향에 대하여 자장을 인가함으로써 자장 배향을 행한다. 인가하는 자장의 강도는 5000[Oe] 내지 150000[Oe], 바람직하게는 10000[Oe] 내지 120000[Oe]으로 한다. 그 결과, 그린 시트(14)에 포함되는 자석 결정의 C축(자화 용이축)이 1 방향으로 배향된다. 또한, 자장을 인가하는 방향으로서는 그린 시트(14)의 면 내 방향이면서 또한 폭 방향에 대하여 자장을 인가하는 것으로 해도 된다. 또한, 복수 장의 그린 시트(14)에 대하여 동시에 자장을 배향시키는 구성으로 해도 된다.

[0059] 또한, 그린 시트(14)에 자장을 인가할 때에는, 가열 공정과 동시에 자장을 인가하는 공정을 행하는 구성으로 해도 되고, 가열 공정을 행한 후로서 그린 시트가 응고하기 전에 자장을 인가하는 공정을 행하는 것으로 해도 된다. 또한, 핫 멜트 도포 시공에 의해 도포 시공된 그린 시트(14)가 응고하기 전에 자장 배향하는 구성으로 해도 된다. 그 경우에는, 가열 공정은 불필요하게 된다.

[0060] 이어서, 도 4를 사용하여 그린 시트(14)의 가열 공정 및 자장 배향 공정에 대하여 보다 상세하게 설명한다. 도 4는 그린 시트(14)의 가열 공정 및 자장 배향 공정을 도시한 모식도이다. 또한, 도 4에 도시하는 예에서는, 가열 공정과 동시에 자장 배향 공정을 행하는 예에 대하여 설명한다.

[0061] 도 4에 도시한 바와 같이, 상술한 슬롯다이 방식에 의해 도포 시공된 그린 시트(14)에 대한 가열 및 자장 배향은, 롤에 의해 연속 반송된 상태의 긴 시트 형상의 그린 시트(14)에 대하여 행한다. 즉, 가열 및 자장 배향을 행하기 위한 장치를 도포 시공 장치(다이 등)의 하류측에 배치하여, 상술한 도포 시공 공정과 연속된 공정에 의해 행한다.

[0062] 구체적으로는, 다이(15)나 코팅 롤(22)의 하류측에 있어서, 반송되는 지지 기재(13) 및 그린 시트(14)가 솔레노이드(25) 내를 통과하도록 솔레노이드(25)를 배치한다. 또한, 핫 플레이트(26)를 솔레노이드(25) 내에서 그린 시트(14)에 대하여 상하 한 쌍으로 배치한다. 그리고, 상하 한 쌍으로 배치된 핫 플레이트(26)에 의해 그린 시트(14)를 가열하는 동시에, 솔레노이드(25)에 전류를 흘림으로써, 긴 시트 형상의 그린 시트(14)의 면 내 방향(즉, 그린 시트(14)의 시트면에 평행한 방향)이면서 또한 길이 방향으로 자장을 발생시킨다. 그에 의해, 연속 반송되는 그린 시트(14)를 가열에 의해 연화시키는 동시에, 연화된 그린 시트(14)의 면 내 방향이면서 또한 길이 방향(도 4의 화살표 27 방향)에 대하여 자장을 인가하여, 그린 시트(14)에 대해 적절하게 균일한 자장을 배향시키는 것이 가능하게 된다. 특히, 자장을 인가하는 방향을 면 내 방향으로 함으로써, 그린 시트(14)의 표면이 곧두서는 것을 방지할 수 있다.

[0063] 또한, 자장 배향한 후에 행하는 그린 시트(14)의 방열 및 응고는, 반송 상태에서 행하는 것이 바람직하다. 그에 의해, 제조 공정을 보다 효율화하는 것이 가능하게 된다.

[0064] 또한, 자장 배향을 그린 시트(14)의 면 내 방향이면서 또한 폭 방향에 대하여 행하는 경우에는, 솔레노이드(25) 대신에 반송되는 그린 시트(14)의 좌우로 한 쌍의 자장 코일을 배치하도록 구성한다. 그리고, 각 자장 코일에 전류를 흘림으로써, 긴 시트 형상의 그린 시트(14)의 면 내 방향이면서 또한 폭 방향으로 자장을 발생시키는 것이 가능하게 된다.

[0065] 또한, 자장 배향을 그린 시트(14)의 면 내 수직 방향으로 하는 것도 가능하다. 자장 배향을 그린 시트(14)의 면 내 수직 방향에 대하여 행하는 경우에는, 예를 들어 폴 피스 등을 사용한 자장 인가 장치에 의해 행한다. 구체적으로는, 도 5에 도시하는 바와 같이 폴 피스 등을 사용한 자장 인가 장치(30)는, 중심축이 동일해지도록 평행 배치된 2개의 링 형상의 코일부(31, 32)와, 코일부(31, 32)의 링 구멍에 각각 배치된 2개의 대략 원기둥 형상의 폴 피스(33, 34)를 갖고, 반송되는 그린 시트(14)에 대하여 소정 간격 이격되어 배치된다. 그리고, 코일부(31, 32)에 전류를 흘림으로써, 그린 시트(14)의 면 내 수직 방향으로 자장을 생성하여, 그린 시트(14)의 자장 배향을 행한다. 또한, 자장 배향 방향을 그린 시트(14)의 면 내 수직 방향으로 할 경우에는, 도 5에 도시하는 바와 같이 그린 시트(14)에 대하여 지지 기재(13)가 적층된 반대측의 면에도 필름(35)을 적층하는 것이 바람직하다. 그에 의해, 그린 시트(14)의 표면이 곧두서는 것을 방지하는 것이 가능하게 된다.

[0066] 또한, 상술한 핫 플레이트(26)에 의한 가열 방식 대신에 열 매체(실리콘 오일)를 열원으로 한 가열 방식을 사용해도 된다. 여기서, 도 6은 열 매체를 사용한 가열 장치(37)의 일례를 나타낸 도이다.

[0067] 도 6에 도시한 바와 같이, 가열 장치(37)는, 발열체가 되는 평판 부재(38)의 내부에 대략 U자형의 공동(39)을 형성하고, 공동(39) 내에 소정 온도(예를 들어 100 내지 300℃)로 가열된 열 매체인 실리콘 오일을 순환시키는

구성으로 한다. 그리고, 도 4에 도시하는 핫 플레이트(26) 대신에 가열 장치(37)를 솔레노이드(25) 내에서 그린 시트(14)에 대하여 상하 한 쌍으로 배치한다. 그에 의해, 연속 반송되는 그린 시트(14)를 열 매체에 의해 발열된 평판 부재(38)를 통해 가열하여, 연화시킨다. 또한, 평판 부재(38)는, 그린 시트(14)에 대하여 접촉시켜도 되고, 소정 간격 이격시켜서 배치해도 된다. 그리고, 연화된 그린 시트(14)의 주위에 배치된 솔레노이드(25)에 의해, 그린 시트(14)의 먼 내 방향이면서 또한 길이 방향(도 4의 화살표 27 방향)에 대하여 자장이 인가되어, 그린 시트(14)에 대하여 적절하게 균일한 자장을 배향시키는 것이 가능하게 된다. 또한, 도 6에 도시한 바와 같은 열 매체를 사용한 가열 장치(37)에서는, 일반적인 핫 플레이트(26)와 같이 내부에 전열선을 갖지 않으므로, 자장 중에 배치한 경우에도 로렌츠력에 의해 전열선이 진동하거나 절단될 우려가 없어, 적절하게 그린 시트(14)의 가열을 행하는 것이 가능하게 된다. 또한, 전류에 의한 제어를 행하는 경우에는, 전원의 ON 또는 OFF로 전열선이 진동함으로써 피로 파괴의 원인이 되는 문제가 있는데, 열 매체를 열원으로 한 가열 장치(37)를 사용함으로써, 그러한 문제를 해소하는 것이 가능하게 된다.

[0068] 여기서, 핫 멜트 성형을 사용하지 않고 일반적인 슬롯다이 방식이나 닥터 블레이드 방식 등에 의해 슬러리 등의 유동성이 높은 액상물에 의해 그린 시트(14)를 성형했을 경우에는, 자장의 구배가 발생되어 있는 곳에 그린 시트(14)가 반입되면, 자장이 강한 쪽으로 그린 시트(14)에 포함되는 자석 분말이 끌어 당겨지게 되어, 그린 시트(14)를 형성하는 슬러리의 액 치우침, 즉, 그린 시트(14)의 두께의 치우침이 발생할 우려가 있다. 그에 반해 본 발명과 같이 컴파운드(12)를 핫 멜트 성형에 의해 그린 시트(14)에 성형할 경우에는, 실온 부근에서의 점도는 수만 Pa·s에 달하여, 자장 구배 통과시의 자성 분말의 치우침이 발생하지 않는다. 또한, 균일 자장 중에 반송되어, 가열됨으로써 바인더의 점도 저하가 발생하여, 균일 자장 중의 회전 토크만으로 균일한 C축 배향이 가능하게 된다.

[0069] 또한, 핫 멜트 성형을 사용하지 않고 일반적인 슬롯다이 방식이나 닥터 블레이드 방식 등에 의해 유기 용매를 포함하는 슬러리 등의 유동성이 높은 액상물에 의해 그린 시트(14)를 성형했을 경우에는, 두께 1mm를 초과하는 시트를 제작하고자 하면, 건조 시에 있어서 슬러리 등에 포함되는 유기 용매가 기화함으로써 인한 발포가 과제로 된다. 또한, 발포를 억제하기 위해 건조 시간을 장시간화하면, 자석 분말의 침강이 발생하고, 그것에 수반하여 중력 방향에 대한 자석 분말의 밀도 분포의 치우침이 발생하여, 소성 후의 힘의 원인이 된다. 따라서, 슬러리로부터의 성형에서는, 두께의 상한값이 실질상 규제되기 때문에, 1mm 이하의 두께로 그린 시트를 성형하고, 그 후에 적층할 필요가 있다. 그러나, 그 경우에는 바인더끼리의 서로 얹힘이 부족해져, 그 후의 탈 바인더 공정(가스 처리)에서 층간 박리를 발생시켜, 그것이 C축(자화 용이축) 배향성의 저하, 즉 잔류 자속 밀도(Br)의 저하 원인이 된다. 그에 반해 본 발명과 같이 컴파운드(12)를 핫 멜트 성형에 의해 그린 시트(14)에 성형할 경우에는, 유기 용매를 포함하지 않으므로, 두께 1mm를 초과하는 시트를 제작했을 경우에도 상술한 바와 같은 발포의 우려가 해소된다. 그리고, 바인더가 충분히 서로 얹힌 상태에 있기 때문에, 탈 바인더 공정에서의 층간 박리가 발생할 우려가 없다.

[0070] 또한, 복수 장의 그린 시트(14)에 대하여 동시에 자장을 인가시킬 경우에는, 예를 들어 그린 시트(14)를 복수 장(예를 들어 6장) 적층된 상태에서 연속 반송하여, 적층된 그린 시트(14)가 솔레노이드(25) 내를 통과하도록 구성한다. 그에 의해 생산성을 향상시키는 것이 가능하게 된다.

[0071] 그 후, 자장 배향을 행한 그린 시트(14)를 원하는 제품 형상(예를 들어, 도 1에 도시하는 부채형 형상)으로 편칭하여, 성형체(40)를 성형한다.

[0072] 계속해서, 성형된 성형체(40)를, 대기압보다 높은 압력(예를 들어 0.2MPa 이상이며, 0.5MPa이나 1.0MPa)으로 가압한 비산화성 분위기(특히 본 발명에서는 수소 분위기 또는 수소와 불활성 가스의 혼합 가스 분위기)에서 바인더 분해 온도에서 수시간(예를 들어 5시간) 유지함으로써 가스 처리를 행한다. 수소 분위기 하에서 행하는 경우에는, 예를 들어 가스 중의 수소의 공급량은 5L/min으로 한다. 가스 처리를 행함으로써, 바인더를 해중합 반응 등에 의해 단량체로 분해해서 비산시켜 제거하는 것이 가능하게 된다. 즉, 성형체(40) 중의 탄소량을 저감시키는 소위 탈 카본이 행해지게 된다. 또한, 가스 처리는, 성형체(40) 중의 탄소량이 2000ppm 이하, 보다 바람직하게는 1000ppm 이하로 하는 조건에서 행하기로 한다. 그에 의해, 그 후의 소결 처리에서 영구 자석(1) 전체를 치밀하게 소결시키는 것이 가능하게 되어, 잔류 자속 밀도나 보자력을 저하시키지 않는다. 또한, 상술한 가스 처리를 행할 때의 가압 조건을 대기압보다 높은 압력으로 행하는 경우에는, 15MPa 이하로 하는 것이 바람직하다. 또한, 가압 조건은 0.2MPa 이상으로 하면 특히 탄소량 감감의 효과를 기대할 수 있다.

[0073] 또한, 바인더 분해 온도는, 바인더 분해 생성물 및 분해 잔사의 분석 결과에 기초하여 결정한다. 구체적으로는 바인더의 분해 생성물을 보집하여, 단량체 이외의 분해 생성물이 생성되지 않고, 또한 잔사의 분석에서도 잔류

하는 바인더 성분의 부반응에 의한 생성물이 검출되지 않는 온도 범위가 선택된다. 바인더의 종류에 따라 상이 하지만 200℃ 내지 900℃, 보다 바람직하게는 400℃ 내지 600℃(예를 들어 600℃)로 한다.

[0074] 또한, 특히 자석 원료를 유기 용매 중에서 습식 분쇄에 의해 분쇄했을 경우에는, 유기 용매를 구성하는 유기 화합물의 열분해 온도이면서 또한 바인더 분해 온도에서 가스 처리를 행한다. 그에 의해, 잔류한 유기 용매에 대해서도 제거하는 것이 가능하게 된다. 유기 화합물의 열분해 온도에 대해서는, 사용하는 유기 용매의 종류에 따라 결정되지만, 상기 바인더 분해 온도이면 기본적으로 유기 화합물의 열분해에 대해서도 행하는 것이 가능하게 된다.

[0075] 또한, 가스 처리에 의해 가소된 성형체(40)를 계속해서 진공 분위기에서 유지함으로써 탈수소 처리를 행해도 된다. 탈수소 처리에서는, 가스 처리에 의해 생성된 성형체(40) 중의 NdH_3 (활성도 대)을 NdH_3 (활성도 대)→ NdH_2 (활성도 소)로 단계적으로 변화시킴으로써, 가스 처리에 의해 활성화된 성형체(40)의 활성도를 저하시킨다. 그에 의해, 가스 처리에 의해 가소된 성형체(40)를 그 후에 대기 중으로 이동시킨 경우에도, Nd가 산소와 결부되는 것을 방지하여, 잔류 자속 밀도나 보자력을 저하시키지 않는다. 또한, 자석 결정의 구조를 NdH_2 등에서 $Nd_2Fe_{14}B$ 구조로 복귀시키는 효과도 기대할 수 있다.

[0076] 계속해서, 가스 처리에 의해 가소된 성형체(40)를 소결하는 소결 처리를 행한다. 또한, 성형체(40)의 소결 방법으로서, 일반적인 진공 소결 이외에 성형체(40)를 가압한 상태에서 소결하는 가압 소결 등도 사용하는 것이 가능하다. 예를 들어, 진공 소결로 소결을 행하는 경우에는, 소결의 승온 속도로 800℃ 내지 1080℃ 정도의 소결 온도까지 승온하여, 0.1 내지 2시간 정도 유지한다. 그 동안에는 진공 소성이 되는데, 진공도로서는 5Pa 이하, 바람직하게는 10^{-2} Pa 이하로 하는 것이 바람직하다. 그 후 냉각하고, 다시 300℃ 내지 1000℃에서 2시간 열처리를 행한다. 그리고, 소결의 결과, 영구 자석(1)이 제조된다.

[0077] 한편, 가압 소결로서는, 예를 들어 핫 프레스 소결, 열간 정수압 가압(HIP) 소결, 초고압 합성 소결, 가스 가압 소결, 방전 플라즈마(SPS) 소결 등이 있다. 단, 소결시의 자석 입자의 성장을 억제함과 함께 소결 후의 자석에 발생하는 힘을 억제하기 위해서, 1 축 방향으로 가압하는 1축 가압 소결이며 또한 통전 소결에 의해 소결하는 SPS 소결을 사용하는 것이 바람직하다. 또한, SPS 소결로 소결을 행하는 경우에는, 가압값을 예를 들어 0.01MPa 내지 100MPa로 하고, 수 Pa 이하의 진공 분위기에서 940℃까지 10℃/분으로 상승시키고, 그 후 5분 유지하는 것이 바람직하다. 그 후 냉각하고, 다시 300℃ 내지 1000℃에서 2시간 열처리를 행한다. 그리고, 소결의 결과, 영구 자석(1)이 제조된다.

[0078] 이하에, 도 7을 사용하여 SPS 소결에 의한 성형체(40)의 가압 소결 공정에 대하여 보다 상세하게 설명한다. 도 7은 SPS 소결에 의한 성형체(40)의 가압 소결 공정을 도시한 모식도이다.

[0079] 도 7에 도시한 바와 같이 SPS 소결을 행하는 경우에는, 우선, 그래파이트제의 소결형(41)에 성형체(40)를 설치한다. 또한, 상술한 가스 처리에 대해서도 성형체(40)를 소결형(41)에 설치한 상태에서 행해도 된다. 그리고, 소결형(41)에 설치된 성형체(40)를 진공 챔버(42) 내에 유지하고, 동일하게 그래파이트제의 상부 펀치(43)와 하부 펀치(44)를 세팅한다. 그리고, 상부 펀치(43)에 접속된 상부 펀치 전극(45)과 하부 펀치(44)에 접속된 하부 펀치 전극(46)을 사용하여, 저전압이면서 또한 고전류의 직류 펄스 전압·전류를 인가한다. 그와 동시에, 상부 펀치(43) 및 하부 펀치(44)에 대하여 가압 기구(도시하지 않음)를 사용하여 각각 상하 방향에서 하중을 부가한다. 그 결과, 소결형(41) 내에 설치된 성형체(40)는, 가압되면서 소결이 행해진다. 또한, 생산성을 향상시키기 위해서, 복수(예를 들어 10개)의 성형체에 대하여 동시에 SPS 소결을 행하는 것이 바람직하다. 또한, 복수의 성형체(40)에 대하여 동시에 SPS 소결을 행하는 경우에는, 하나의 공간에 복수의 성형체(40)를 배치해도 되고, 성형체(40)마다 서로 다른 공간에 배치하도록 해도 된다. 또한, 성형체(40)마다 서로 다른 공간에 배치하는 경우에는, 공간마다 성형체(40)를 가압하는 상부 펀치(43)나 하부 펀치(44)는 각 공간의 사이에서 일체로 하도록(즉 동시에 가압을 할 수 있도록) 구성한다.

[0080] 또한, 구체적인 소결 조건을 이하에 나타내었다.

[0081] 가압값: 1MPa

[0082] 소결 온도: 940℃까지 10℃/분으로 상승시켜서 5분 유지

[0083] 분위기: 수 Pa 이하의 진공 분위기

[0084] 실시예

- [0085] 이하에, 본 발명의 실시예에 대하여 비교예와 비교하면서 설명한다.
- [0086] (실시예 1)
- [0087] 실시예는 Nd-Fe-B계 자석이며, 합금 조성은 wt%로 Nd/Fe/B=32.7/65.96/1.34로 한다. 또한, 바인더로서는 폴리이소부틸렌(PIB)을 사용하였다. 또한, 자석 원료는 톨루엔을 유기 용매에 사용한 습식 분쇄에 의해 분쇄하였다. 또한, 가열 용융한 컴파운드를 슬롯다이 방식에 의해 기재에 도포 시공하여 그린 시트를 성형하였다. 또한, 가소 처리는, 성형 전의 자석 분말을 대기압(또한, 본 실시예에서는 특히 제조 시의 대기압이 표준 대기압(약 0.1MPa)이라고 가정함)보다 높은 0.5MPa로 가압한 수소 분위기 하에서 600℃에서 5시간 유지함으로써 행하였다. 또한, 가소 중의 수소의 공급량은 5L/min으로 한다. 또한, 그린 시트의 소결은 SPS 소결(가압값: 1MPa, 소결 온도: 940℃까지 10℃/분으로 상승시키고, 5분 유지)에 의해 행하였다. 또한, 다른 공정은 상술한 [영구 자석의 제조 방법]과 마찬가지로의 공정으로 한다.
- [0088] (실시예 2)
- [0089] 혼합하는 바인더를 스티렌과 이소프렌의 공중합체인 스티렌-이소프렌 블록 공중합체(SIS)로 하였다. 가소시의 가압은 0.5MPa로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0090] (실시예 3)
- [0091] 혼합하는 바인더를 이소프렌의 중합체인 폴리이소프렌(이소프렌 고무, IR)으로 하였다. 가소시의 가압은 0.5MPa로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0092] (실시예 4)
- [0093] 혼합하는 바인더를 1,3-부타디엔의 중합체인 폴리부타디엔(부타디엔 고무, BR)으로 하였다. 가소시의 가압은 0.5MPa로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0094] (실시예 5)
- [0095] 혼합하는 바인더를 스티렌과 부타디엔의 공중합체인 스티렌-부타디엔 블록 공중합체(SBS)로 하였다. 가소시의 가압은 0.5MPa로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0096] (비교예 1)
- [0097] 혼합하는 바인더를 폴리이소부틸렌(PIB)으로 하였다. 가소시의 가압은 대기압(약 0.1MPa)으로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0098] (비교예 2)
- [0099] 혼합하는 바인더를 스티렌-이소프렌 블록 공중합체(SIS)로 하였다. 가소시의 가압은 대기압(약 0.1MPa)으로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0100] (비교예 3)
- [0101] 혼합하는 바인더를 이소프렌의 중합체인 폴리이소프렌(이소프렌 고무, IR)으로 하였다. 가소시의 가압은 대기압(약 0.1MPa)으로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0102] (비교예 4)
- [0103] 혼합하는 바인더를 1,3-부타디엔의 중합체인 폴리부타디엔(부타디엔 고무, BR)으로 하였다. 가소시의 가압은 대기압(약 0.1MPa)으로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0104] (비교예 5)
- [0105] 혼합하는 바인더를 스티렌과 부타디엔의 공중합체인 스티렌-부타디엔 블록 공중합체(SBS)로 하였다. 가소시의 가압은 대기압(약 0.1MPa)으로 한다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0106] (비교예 6)
- [0107] 가소 처리에 관한 공정은 행하지 않고 제조하였다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0108] (비교예 7)

- [0109] 혼합하는 바인더를 폴리부틸메타크릴레이트로 하였다. 다른 조건은 실시예 1과 마찬가지로이다.
- [0110] (실시예의 그린 시트의 외관 형상)
- [0111] 여기서, 도 8은 실시예 1의 자장 배향 후의 그린 시트의 외관 형상을 나타낸 사진이다. 도 8에 도시한 바와 같이 실시예 1의 자석 배향 후의 그린 시트에서는 자석 표면에 끈두섬은 보이지 않았다. 따라서, 도 8에 나타내는 그린 시트를 편칭하여 원하는 형상으로 하는 실시예 1의 영구 자석에서는, 소결 후의 수정 가공을 할 필요가 없어, 제조 공정을 간략화할 수 있다. 그에 의해, 높은 치수 정밀도로 영구 자석을 성형 가능하게 된다.
- [0112] (실시예와 비교예의 비교 검토)
- [0113] 상기 실시예 1 내지 5 및 비교예 1 내지 7의 각 자석 내에 잔존하는 산소 농도[ppm] 및 탄소 농도[ppm]를 측정하였다. 또한, 실시예 1 내지 5 및 비교예 1 내지 7의 각 자석에 대하여 잔류 자속 밀도[kG]와 보자력[kOe]을 측정하였다. 도 9에 측정 결과의 일람을 나타낸다.
- [0114] 도 9에 도시한 바와 같이, 실시예 1 내지 5와 비교예 1 내지 7을 비교하면, 가소 처리를 행한 경우에는, 가소 처리를 행하지 않는 경우와 비교하여, 자석 입자 중의 탄소량을 크게 저감시킬 수 있는 것을 알 수 있다. 특히, 실시예 1 내지 5에서는, 자석 입자 중에 잔존하는 탄소량을 400ppm 이하로 할 수 있고, 또한 바인더로서 PIB나 SIS를 사용한 경우에는 250ppm 이하로 할 수 있다. 즉, 가소 처리에 의해 바인더를 열분해시켜서, 가소체 내의 탄소량을 저감시키는 소위 탈 카본을 행하는 것이 가능하고, 특히 바인더로서 PIB나 SIS를 사용함으로써, 다른 바인더를 사용하는 경우보다 더 용이하게 열분해 및 탈 카본을 행하는 것이 가능하게 되는 것을 알 수 있다. 그 결과로서, 자석 전체의 치밀 소결이나 보자력의 저하를 방지하는 것이 가능하게 된다.
- [0115] 또한, 실시예 1 내지 5와 비교예 1 내지 5를 비교하면, 동일한 바인더를 첨가하고 있음에도 불구하고, 가소 처리를 대기압보다 높은 가압 분위기 하에서 행한 경우에는, 대기압 하에서 행한 경우와 비교하여, 자석 입자 중의 탄소량을 더욱 저감시킬 수 있는 것을 알 수 있다. 즉, 가소 처리를 행함으로써, 바인더를 열분해시켜서, 가소체 내의 탄소량을 저감시키는 소위 탈 카본을 행하는 것이 가능하게 됨과 함께, 그 가소 처리를 대기압보다 높은 가압 분위기 하에서 행함으로써, 가소 처리에 있어서 탈 카본을 보다 용이하게 행하는 것이 가능하게 되는 것을 알 수 있다. 그 결과로서, 자석 전체의 치밀 소결이나 보자력의 저하를 방지하는 것이 가능하게 된다.
- [0116] 또한, 비교예 7을 참조하면, 바인더로서 산소 원자를 포함하지 않는 PIB나 SIS 등을 사용한 경우에는, 바인더로서 산소 원자를 포함하는 폴리부틸메타크릴레이트 등을 사용한 경우와 비교하여, 자석 내에 함유하는 산소량을 크게 저감시킬 수 있는 것을 알 수 있다. 구체적으로는, 소결 후에 자석에 잔존하는 산소량을 2000ppm 이하로 하는 것이 가능하게 된다. 그 결과, 소결 공정에서 Nd와 산소가 결합해서 Nd 산화물을 형성하지 않고, 또한, α Fe의 석출을 방지할 수 있다. 따라서, 도 9에 도시한 바와 같이, 잔류 자속 밀도나 보자력에 대해서도 바인더로서 폴리이소부틸렌 등을 사용한 것이 더 높은 값을 나타내고 있다.
- [0117] 이상 설명한 바와 같이, 본 실시 형태에 따른 영구 자석(1) 및 영구 자석(1)의 제조 방법에서는, 자석 원료를 자석 분말로 분쇄하고, 분쇄된 자석 분말과 바인더를 혼합함으로써 컴파운드(12)를 생성한다. 그리고, 생성한 컴파운드(12)를 시트 형상으로 성형한 그린 시트(14)를 제작한다. 그 후, 성형한 그린 시트(14)의 자장 배향을 행하고, 또한, 그린 시트(14)를 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 200℃ 내지 900℃에서 수시간 유지함으로써 가소 처리를 행한다. 계속해서, 그린 시트(14)를 소성 온도에서 소결함으로써 영구 자석(1)을 제조한다. 그 결과, 소결에 의한 수축이 균일하게 됨으로써 소결 후의 휨이나 오목부 등의 변형이 발생하지 않고, 또한, 프레스 시의 압력 불균일이 없어지는 점에서, 종래 행하고 있었던 소결 후의 수정 가공을 할 필요가 없어, 제조 공정을 간략화할 수 있다. 그에 의해, 높은 치수 정밀도로 영구 자석을 성형 가능하게 된다. 또한, 영구 자석을 박형화한 경우에도, 재료 수율을 저하시키지 않고, 가공 공정수가 증가하는 것도 방지할 수 있다.
- [0118] 또한, 그린 시트(14)를 소결하기 전에, 그린 시트(14)를 비산화성 분위기 하에서 바인더 분해 온도로 일정 시간 유지함으로써 바인더를 비산시켜서 제거하므로, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 미리 저감시킬 수 있다. 그 결과, 소결 후의 자석의 주상과 입계상의 사이에 공극을 발생시키지 않고, 또한, 자석 전체를 치밀하게 소결하는 것이 가능하게 되어, 보자력이 저하되는 것을 방지할 수 있다. 또한, 소결 후의 자석의 주상 내에 α Fe가 다수 석출되지 않아, 자석 특성을 크게 저하시키지 않는다. 특히, 대기압보다 높은 압력으로 가압한 비산화성 분위기 하에서 가소 처리를 행함으로써, 바인더의 분해 및 제거를 촉진하여, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 보다 저감시킬 수 있다. 또한, 유기 용매를 사용한 습식 분쇄에 의해 자석 분말을 분쇄하거나, 알콕시드나 금속 착체 등의 유기 금속 화합물을 첨가한 경우에도, 소결 전에 잔존하는 유기 화합물을 열 분해시켜서 자석 입자 중

에 함유하는 탄소를 미리 소실(탄소량을 저감)시킬 수 있다.

- [0119] 또한, 가스 처리를 수소 분위기 하 또는 수소와 불활성 가스의 혼합 가스 분위기 하에서 200℃ 내지 900℃에서 일정 시간 유지함으로써 행하기로 하면, 자석 내에 함유하는 탄소를 메탄으로서 배출하는 것이 가능하게 되어, 자석 내에 함유하는 탄소량을 보다 확실하게 저감시킬 수 있다.
- [0120] 또한, 바인더는, 산소 원자를 포함하지 않는 단량체의 중합체 또는 공중합체를 포함하는 수지이므로, 자석 내에 함유하는 산소량을 저감시킬 수 있다. 또한, 특히 바인더로서 열가소성 수지를 사용하면, 가열함으로써 일단 성형된 그린 시트(14)를 연화시킬 수 있어, 자장 배향을 적절하게 행하게 하는 것이 가능하게 된다.
- [0121] 특히 바인더로서 산소 원자를 포함하지 않는 폴리이소부틸렌이나 스티렌과 이소프렌의 공중합체를 사용함으로써, 가스에 의해 바인더를 분해시켜, 자석 입자가 함유하는 탄소량을 저감시킬 수 있음과 함께, 자석 내에 함유하는 산소량에 대해서도 저감시킬 수 있다.
- [0122] 또한, 핫 멜트 성형에 의해 그린 시트(14)를 성형하므로, 슬러리 성형을 행하는 경우 등과 비교하여 자장 배향 시에 있어서 액 치우침, 즉, 그린 시트(14)의 두께의 치우침이 발생할 우려가 없다. 또한, 바인더가 충분히 서로 얹힌 상태가 되므로, 탈 바인더 공정에서의 층간 박리가 발생할 우려가 없다.
- [0123] 또한, 본 발명은 상기 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 요지를 일탈하지 않는 범위 내에서 다양한 개량, 변형이 가능한 것은 물론이다.
- [0124] 예를 들어, 자석 분말의 분쇄 조건, 혼련 조건, 가스 조건, 소결 조건 등은 상기 실시예에 기재한 조건에 한정되는 것은 아니다. 예를 들어, 상기 실시예에서는, 슬롯다이 방식에 의해 그린 시트를 형성하고 있지만, 다른 방식(예를 들어 캘린더 롤 방식, 콤팩트 도포 시공 방식, 압출 성형, 사출 성형, 금형 성형, 닥터 블레이드 방식 등)을 사용하여 그린 시트를 형성해도 된다. 또한, 유기 용매에 자석 분말이나 바인더를 혼합한 슬러리를 생성하고, 그 후에 생성한 슬러리를 시트 형상으로 성형함으로써 그린 시트를 제작하는 것으로 해도 된다. 그 경우에는 바인더로서 열가소성 수지 이외를 사용하는 것도 가능하다. 또한, 가스를 행할 때의 분위기는 비산화성 분위기이면 수소 분위기 이외(예를 들어 질소 분위기, He 분위기 등, Ar 분위기 등)에서 행해도 된다.
- [0125] 또한, 상기 실시예에서는, 바인더로서 수지나 장쇄 탄화수소나 지방산 메틸에스테르를 사용하는 것으로 하고 있지만, 다른 재료를 사용해도 된다.
- [0126] 또한, 영구 자석은 그린 시트 성형 이외의 성형(예를 들어 압분 성형)에 의해 성형한 성형체를 가스 및 소결함으로써 제조해도 된다. 그 경우에도, 바인더 이외의 성형체 중에 잔존하는 C 함유물(예를 들어 습식 분쇄를 행함으로써 잔존한 유기 화합물이나, 자석 분말에 첨가한 유기 금속 화합물 등)에 대하여, 가스에 의한 탈탄 효과를 기대할 수 있다. 또한, 그린 시트 성형 이외의 성형(예를 들어 압분 성형)에 의해 성형한 성형체를 가스 및 소결함으로써 제조하는 경우에는, 성형 전의 자석 분말에 대하여 가스 처리를 행하고, 가스체인 자석 분말을 성형체로 성형하고, 그 후에 소결을 행함으로써 영구 자석을 제조하는 것으로 해도 된다. 이러한 구성으로 하면, 분말 상태의 자석 입자에 대하여 가스를 행하므로, 성형 후의 자석 입자에 대하여 가스를 행하는 경우와 비교하여, 가스 대상이 되는 자석의 표면적을 크게 할 수 있다. 즉, 가스체 내의 탄소량을 보다 확실하게 저감시키는 것이 가능하게 된다.
- [0127] 또한, 상기 실시예에서는, 그린 시트(14)의 가열 공정과 자장 배향 공정을 동시에 행하는 것으로 하고 있지만, 가열 공정을 행한 후이며 그린 시트(14)가 응고하기 전에 자장 배향 공정을 행해도 된다. 또한, 도포 시공된 그린 시트(14)가 응고하기 전(즉, 가열 공정을 행하지 않아도 그린 시트(14)가 이미 연화된 상태)에 자장 배향을 행하는 경우에는, 가열 공정을 생략해도 된다.
- [0128] 또한, 상기 실시예에서는, 슬롯다이 방식에 의한 도포 시공 공정과 가열 공정과 자장 배향 공정을 연속된 일련의 공정에 의해 행하고 있지만, 연속된 공정에 의해 행하지 않도록 구성해도 된다. 또한, 도포 시공 공정까지의 제1 공정과, 가열 공정 이후의 제2 공정으로 나누어, 각각 연속된 공정에 의해 행하는 것으로 해도 된다. 그 경우에는, 도포 시공된 그린 시트(14)를 소정 길이로 절단하고, 정지한 상태의 그린 시트(14)에 대하여 가열 및 자장 인가를 행함으로써 자장 배향을 행하도록 구성하는 것이 가능하다.
- [0129] 또한, 본 발명에서는 Nd-Fe-B계 자석을 예로 들어 설명했지만, 다른 자석(예를 들어 코발트 자석, 알니코 자석, 페라이트 자석 등)을 사용해도 된다. 또한, 자석의 합금 조성은 본 발명에서는 Nd 성분을 양론 조성보다 많게 하고 있지만, 양론 조성으로 해도 된다. 또한, 이방성 자석뿐만 아니라 등방성 자석에 대해서도 본 발명을 적용하는 것이 가능하다. 그 경우에는, 그린 시트(14)에 대한 자장 배향 공정을 생략 가능하다.

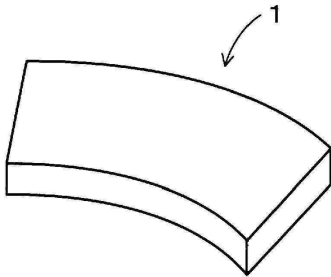
부호의 설명

[0130]

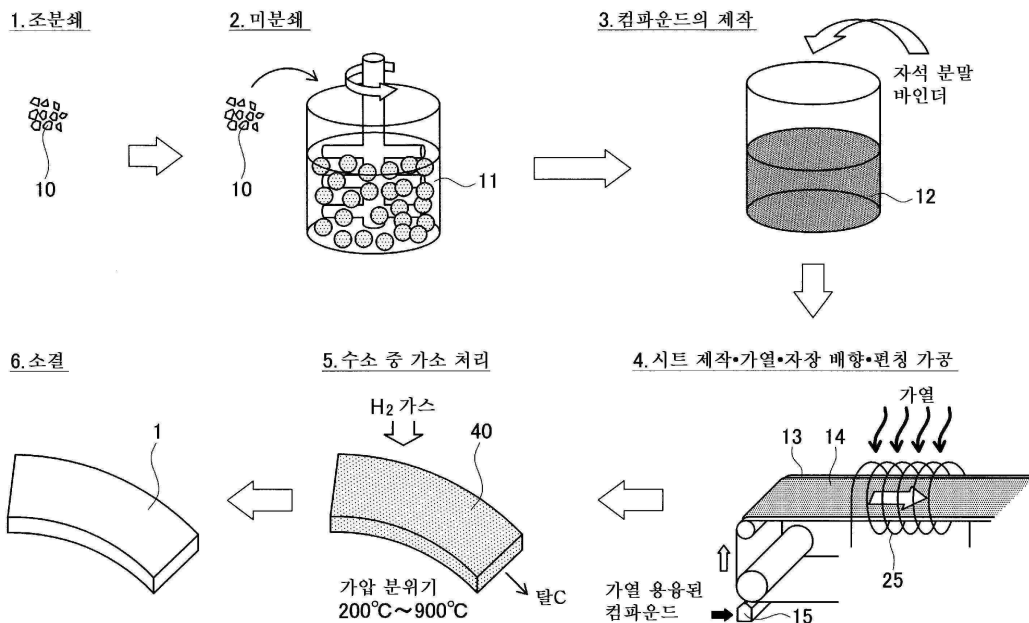
- 1 : 영구 자석 11 : 비즈 밀
12 : 컴파운드 13 : 지지 기재
14 : 그린 시트 15 : 다이
25 : 솔레노이드 26 : 핫 플레이트
37 : 가열 장치 40 : 성형체

도면

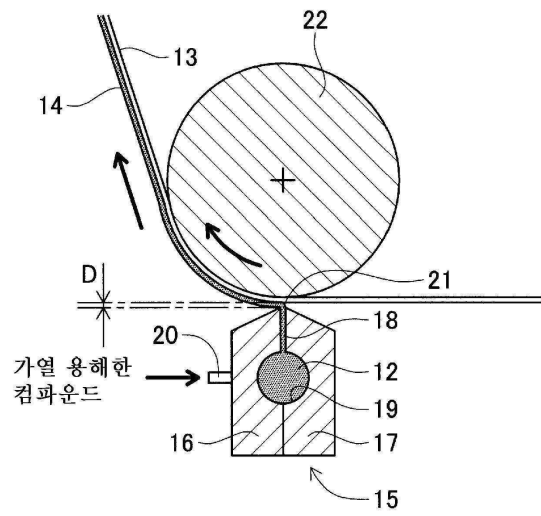
도면1



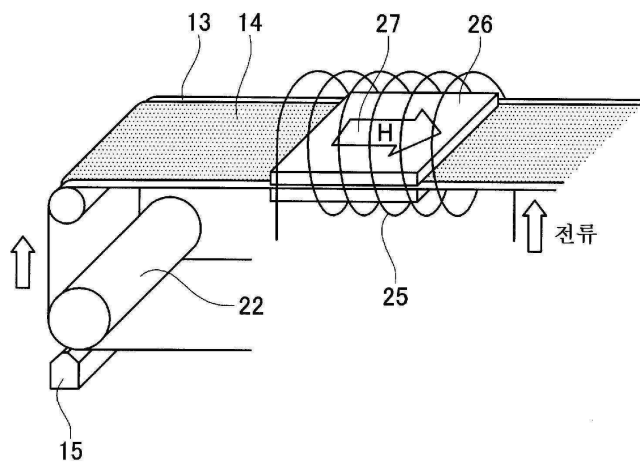
도면2



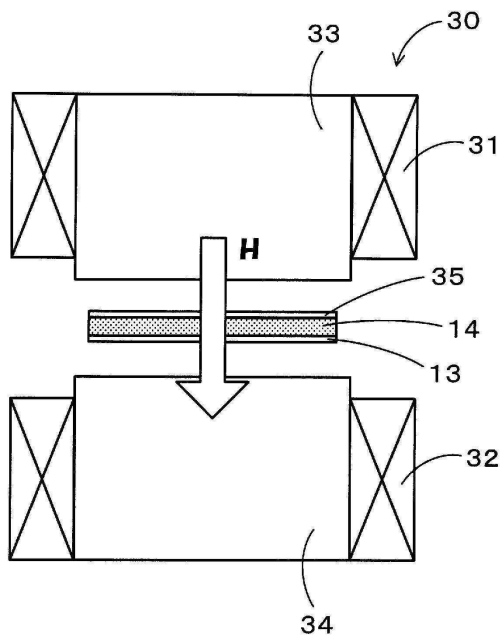
도면3



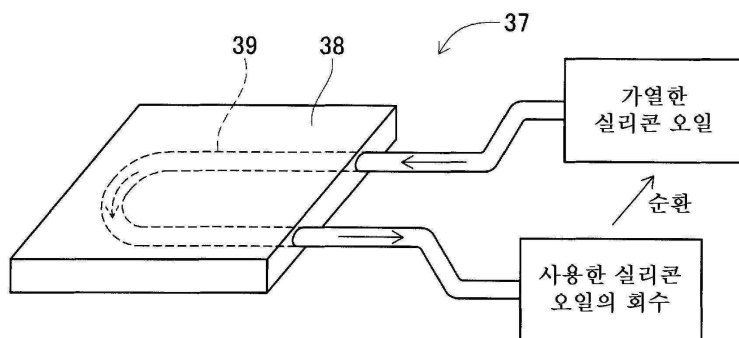
도면4



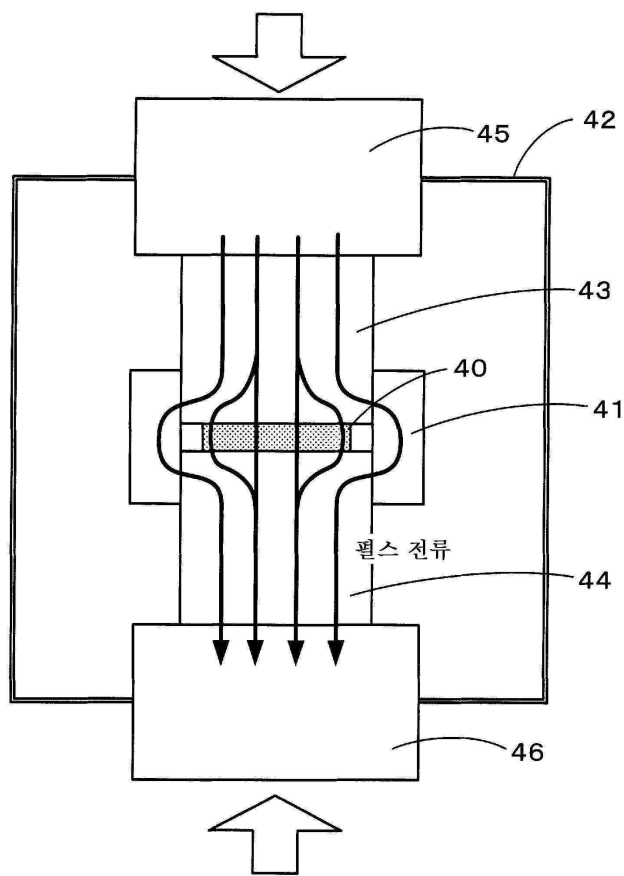
도면5



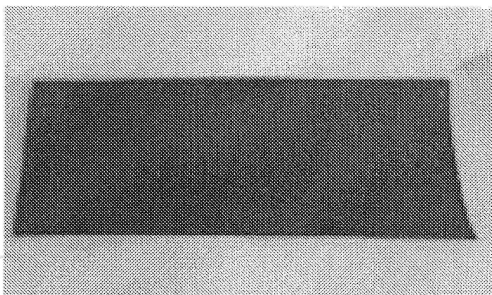
도면6



도면7



도면8



도면9

	바인더 수지	가소제의 압력	산소 농도 [ppm]	탄소 농도 [ppm]	관류 자속 밀도 Br[kG]	보자력 HcJ[kOe]
실시예 1	폴리이소부틸렌 (PIB)	0. 5MPa	1200	210	12.0	13.0
실시예 2	스티렌과 이소프렌의 공중합체 (SIS)	0. 5MPa	1250	250	11.7	12.5
실시예 3	폴리이소프렌 (IR)	0. 5MPa	1200	360	11.8	13.2
실시예 4	폴리부타디엔 (BR)	0. 5MPa	1180	360	12.2	13.3
실시예 5	스티렌과 부타디엔의 공중합체 (SBS)	0. 5MPa	1300	360	11.7	11.5
비교예 1	폴리이소부틸렌 (PIB)	대기압	1150	400	10.0	6.5
비교예 2	스티렌과 이소프렌의 공중합체 (SIS)	대기압	1170	300	9.8	7.0
비교예 3	폴리이소프렌 (IR)	대기압	1150	1500	10.0	5.0
비교예 4	폴리부타디엔 (BR)	대기압	1100	800	9.5	5.5
비교예 5	스티렌과 부타디엔의 공중합체 (SBS)	대기압	1130	500	9.8	6.0
비교예 6	폴리이소부틸렌 (PIB)	가소 없음	1150	3950	7.0	1.0
비교예 7	폴리부틸메타크릴레이트	대기압	9000	500	5.5	3.0