

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6288076号  
(P6288076)

(45) 発行日 平成30年3月7日(2018.3.7)

(24) 登録日 平成30年2月16日(2018.2.16)

(51) Int.Cl.		F I		
<b>H O 1 F</b>	<b>1/057</b>	<b>(2006.01)</b>	H O 1 F	1/057 1 7 0
<b>H O 1 F</b>	<b>41/02</b>	<b>(2006.01)</b>	H O 1 F	41/02 G
<b>C 2 2 C</b>	<b>38/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C	38/00 3 0 3 D
<b>B 2 2 F</b>	<b>3/00</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C	38/00 3 0 4
			B 2 2 F	3/00 F

請求項の数 8 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2015-508655 (P2015-508655)  
 (86) (22) 出願日 平成26年3月27日 (2014.3.27)  
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2014/058741  
 (87) 国際公開番号 W02014/157451  
 (87) 国際公開日 平成26年10月2日 (2014.10.2)  
 審査請求日 平成28年10月20日 (2016.10.20)  
 (31) 優先権主張番号 特願2013-71834 (P2013-71834)  
 (32) 優先日 平成25年3月29日 (2013.3.29)  
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000005083  
 日立金属株式会社  
 東京都港区港南一丁目2番70号  
 (74) 代理人 100100158  
 弁理士 鮫島 睦  
 (74) 代理人 100145403  
 弁理士 山尾 憲人  
 (72) 発明者 國吉 太  
 大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社 磁性材料研究所内  
 (72) 発明者 石井 倫太郎  
 大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社 磁性材料研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 R-T-B系焼結磁石

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型化合物を主相とし、前記主相と、二つの主相間に存在する第一の粒界と、三つ以上の主相間に存在する第二の粒界とを有するR-T-B系焼結磁石であって、

R: 29.0質量%以上31.5質量%以下 (RはNdおよび/またはPr)、

B: 0.86質量%以上0.90質量%以下、

Ga: 0.4質量%以上0.6質量%以下、

Al: 0.5質量%以下 (0質量%を含む)、

残部がT (Tは遷移金属元素でありFeを必ず含む) および不可避免的不純物からなることを特徴とするR-T-B系焼結磁石。 10

【請求項2】

Cu: 0.05質量%以上0.20質量%以下、

をさらに含むことを特徴とする請求項1に記載のR-T-B系焼結磁石。

【請求項3】

Cu: 0.08質量%以上0.15質量%以下、

であることを特徴とする請求項1または2に記載のR-T-B系焼結磁石。

【請求項4】

B: 0.87質量%以上0.89質量%以下

であることを特徴とする請求項1~3のいずれか1項に記載のR-T-B系焼結磁石。 20

## 【請求項5】

A1 : 0.3質量%以下(0質量%を含む)

であることを特徴とする請求項1~4のいずれか1項に記載のR-T-B系焼結磁石。

## 【請求項6】

前記第一の粒界に、R : 70質量%以上95質量%以下、Ga : 5質量%以上30質量%以下、Fe : 20質量%以下(0を含む)を含むR-Ga相が存在することを特徴とする請求項1~5のいずれか1項に記載のR-T-B系焼結磁石。

## 【請求項7】

前記第一の粒界に、R : 70質量%以上95質量%以下、Ga : 5質量%以上30質量%以下、Fe : 20質量%以下(0を含む)を含むR-Ga相および前記R-Ga相のGaの一部がCuで置換されたR-Ga-Cu相が存在することを特徴とする請求項2または請求項2を引用する請求項3~5のいずれか1項に記載のR-T-B系焼結磁石。

10

## 【請求項8】

$R_6Fe_{13}Ga_1$ からなるR-T-Ga相が存在しない第一の粒界を含むことを特徴とする請求項1~7のいずれか1項に記載のR-T-B系焼結磁石。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、R-T-B系焼結磁石に関する。

## 【背景技術】

20

## 【0002】

$Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物を主相とするR-T-B系焼結磁石(Rは希土類元素のうち少なくとも一種でありNdを必ず含む、Tは遷移金属元素でありFeを必ず含む)は、永久磁石の中で最も高性能な磁石として知られており、ハイブリッド自動車用、電気自動車用や家電製品用の各種モータ等に使用されている。

## 【0003】

しかし、R-T-B系焼結磁石は、高温で保磁力 $H_c$  (以下、単に「 $H_c$ 」)と記載する場合がある)が低下し、不可逆熱減磁が起こる。そのため、特にハイブリッド自動車用や電気自動車用モータに使用される場合、高温下でも高い $H_c$ を維持することが要求されている。

30

## 【0004】

従来、 $H_c$ 向上のために、R-T-B系焼結磁石に重希土類元素(主としてDy)が多量に添加されていたが、残留磁束密度 $B_r$  (以下、単に「 $B_r$ 」)と記載する場合がある)が低下するという問題があった。そのため、近年、R-T-B系焼結磁石の表面から内部に重希土類元素を拡散させて主相結晶粒の外殻部に重希土類元素を濃化して $B_r$ の低下を抑制しつつ、高い $H_c$ を得る方法が採られている。

## 【0005】

Dyは、産出地が限定されている等の理由から、供給が不安定であったり、価格が変動するなどの問題を有している。そのため、Dyなどの重希土類元素をできるだけ使用せずにR-T-B系焼結磁石の $H_c$ を向上させる技術が求められている。

40

## 【0006】

特許文献1には、通常のR-T-B系合金よりもB濃度を低くするとともにAl、Ga、Cuのうちから選ばれる1種以上の金属元素Mを含有させることにより $R_2T_{17}$ 相を生成させ、該 $R_2T_{17}$ 相を原料として生成させた遷移金属リッチ相( $R_6T_{13}M$ )の体積率を十分に確保することにより、Dyの含有量を抑制しつつ、保磁力の高いR-T-B系希土類焼結磁石が得られることが記載されている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0007】

【特許文献1】国際公開第2013/008756号

50

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0008】

しかし、特許文献1は、B濃度を従来よりも大幅に低下させているため、主相の存在比率が低くなり、 $B_r$ が大幅に低下するという問題があった。また、 $H_{c_j}$ は向上しているものの、近年の要求を満足するには不十分である。

## 【0009】

本発明は、上記問題を解決するためになされたものであり、Dyを使用せずに、高い $B_r$ と高い $H_{c_j}$ を有するR-T-B系焼結磁石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】

10

## 【0010】

本発明の態様1は、 $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物を主相とし、前記主相と、二つの主相間に存在する第一の粒界と、三つ以上の主相間に存在する第二の粒界とを有するR-T-B系焼結磁石であって、

R：29.0質量%以上31.5質量%以下（RはNdおよび/またはPr）、

B：0.86質量%以上0.90質量%以下、

Ga：0.4質量%以上0.6質量%以下、

Al：0.5質量%以下（0質量%を含む）、

残部がT（Tは遷移金属元素でありFeを必ず含む）および不可避的不純物からなることを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

20

## 【0011】

本発明の態様2は、態様1において、

Cu：0.05質量%以上0.20質量%以下、

をさらに含むことを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

## 【0012】

本発明の態様3は、態様1または2において、

B：0.87質量%以上0.89質量%以下、

であることを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

## 【0013】

本発明の態様4は、態様1～3のいずれかにおいて、前記第一の粒界に、R：70質量%以上95質量%以下、Ga：5質量%以上30質量%以下、Fe：20質量%以下（0を含む）を含むR-Ga相が存在することを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

30

## 【0014】

本発明の態様5は、態様2または態様2を引用する態様3において、前記第一の粒界に、R：70質量%以上95質量%以下、Ga：5質量%以上30質量%以下、Fe：20質量%以下（0を含む）を含むR-Ga相および前記R-Ga相のGaの一部がCuで置換されたR-Ga-Cu相が存在することを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

## 【0015】

本発明の態様6は、態様1～5のいずれかにおいて、 $R_6Fe_{13}Ga_1$ からなるR-T-Ga相が存在しない第一の粒界を含むことを特徴とするR-T-B系焼結磁石である。

40

## 【発明の効果】

## 【0016】

本発明により、Dyを使用せずに、高い $B_r$ と高い $H_{c_j}$ を有するR-T-B系焼結磁石を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0017】

【図1】実施例の試料No.14のFE-TEMによる組織観察結果を示す写真である。

【図2】図1の点線で囲んだ部分を拡大した写真である。

【図3】実施例の試料No.2のFE-TEMによる組織観察結果を示す写真である。

50

【図4】図3の点線で囲んだ部分を拡大した写真である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

本発明者らは、上記問題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、例えば、前記本発明の態様1または態様2に示すように、R、B、Gaの含有量を最適化することにより、Dyを使用しなくても、高い $B_r$ と高い $H_{c_j}$ を有するR-T-B系焼結磁石が得られることを見出した。そして、得られたR-T-B系焼結磁石を解析した結果、二つの主相間に存在する第一の粒界（以下、「二粒子粒界」と記載する場合がある）に、Cuを含有しない場合はR-Ga相が、Cuを含有する場合はR-Ga相およびR-Ga-Cu相が存在することを知見し、さらに、詳細に解析した結果、R-T-Ga相が存在しない第一の粒界が含まれていることを知見した。

10

【0019】

第一の粒界にR-Ga相あるいはR-Ga相およびR-Ga-Cu相が存在すること、さらには、R-T-Ga相が存在しない第一の粒界が含まれていることにより、Dyを使用しなくても、高い $B_r$ と高い $H_{c_j}$ が得られるメカニズムについては、未だ不明な点もある。現在までに得られている知見を基に本発明者らが考えるメカニズムについて以下に説明する。以下のメカニズムについての説明は本発明の技術的範囲を制限することを目的とするものではないことに留意されたい。

【0020】

R-T-B系焼結磁石は、主相である $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物の存在比率を高めることにより $B_r$ を向上させることができる。 $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物の存在比率を高めるためには、R量、T量、B量を $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物の化学量論比に近づければよいが、 $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物を形成するためのB量が化学量論比を下回ると、粒界に軟磁性の $R_2T_{17}$ 相が析出し $H_{c_j}$ が急激に低下する。しかし、磁石組成にGaが含有されていると、 $R_2T_{17}$ 相の代わりにR-T-Ga相が生成され、 $H_{c_j}$ の低下を抑制することができる。

20

【0021】

当初、R-T-Ga相の生成により $H_{c_j}$ の低下が抑制されるのは、 $H_{c_j}$ の急激な低下を招く $R_2T_{17}$ 相がなくなるとともに、生成されたR-T-Ga相が磁性を有していないかあるいは磁性が極めて弱いからであると想定していたが、R-T-Ga相も若干の磁性を有しており、粒界、特に $H_{c_j}$ を担う二粒子粒界にR-T-Ga相が多く存在すると、 $H_{c_j}$ 向上の妨げになっていることが分かった。また、R-T-Ga相の生成とともに、Cuを含有しない場合はR-Ga相が生成され、Cuを含有する場合はR-Ga相およびR-Ga-Cu相が生成されていることが分かった。

30

【0022】

そこで、二粒子粒界において、R-T-Ga相の生成を極力抑えつつ、R-Ga相あるいはR-Ga相およびR-Ga-Cu相を生成させることができれば、さらに $H_{c_j}$ を向上させることができると想定した。また、R-T-Ga相の生成を抑制するために、 $R_2T_{17}$ 相の生成を抑制した結果、B量は主相の存在比率が大きく低下しない程度の量となるため、 $B_r$ の低下も抑制できると想定した。しかしながら、R-T-Ga相の生成を抑制し過ぎると、R-Ga相あるいはR-Ga相およびR-Ga-Cu相を生成することができない。そこで、R量とB量とを適切な範囲にすることによって $R_2T_{17}$ 相の析出量を調整するとともに、Ga量を $R_2T_{17}$ 相の析出量に応じた最適な範囲にすることによって、R-T-Ga相の生成を極力抑えつつ、R-Ga相あるいはR-Ga相およびR-Ga-Cu相を生成させることができ、その結果、R-T-B系焼結磁石全体において二粒子粒界にR-Ga相あるいはR-Ga相およびR-Ga-Cu相が存在し、さらに、R-T-Ga相が存在しない二粒子粒界が多く存在するという組織を得ることができると考えられる。これによって、R-T-Ga相による $H_{c_j}$ 向上の妨げが低減され、かつ、主相の存在比率の低下が抑制されるため、高い $B_r$ と高い $H_{c_j}$ を有するR-T-B系焼結磁石を得ることができると考えられる。

40

50

## 【0023】

## [ R - T - B系焼結磁石の組成 ]

本発明の1つの実施形態に係るR - T - B系焼結磁石は、

R : 29.0質量%以上31.5質量%以下 ( RはNdおよび/またはPr )、

B : 0.86質量%以上0.90質量%以下、

Ga : 0.4質量%以上0.6質量%以下、

Al : 0.5質量%以下 ( 0質量%を含む )、

残部T ( Tは遷移金属元素でありFeを必ず含む ) および不可避的不純物からなる。

あるいは、

R : 29.0質量%以上31.5質量%以下 ( RはNdおよび/またはPr )、

B : 0.86質量%以上0.90質量%以下、

Ga : 0.4質量%以上0.6質量%以下、

Cu : 0.05質量%以上0.20質量%以下、

Al : 0.5質量%以下 ( 0質量%を含む )、

残部T ( Tは遷移金属元素でありFeを必ず含む ) および不可避的不純物からなる。

## 【0024】

本発明は、R量、B量、Ga量をそれぞれ前記のような範囲で組み合わせることにより、高い $B_r$ と高い $H_{cJ}$ が得られるという効果を奏することができる。R量、B量、Ga量のいずれかが上記範囲からはずれると、R - T - Ga相の生成が抑制され過ぎ、R - T - B系焼結磁石全体において、二粒子粒界にR - Ga相あるいはR - Ga相およびR - Ga - Cu相が生成されなくなったり、逆にR - T - Ga相が存在しない二粒子粒界が少なくなり ( R - T - Ga相が存在する二粒子粒界が支配的となり )、高い $B_r$ と高い $H_{cJ}$ が得られなくなる。

## 【0025】

RはNdおよび/またはPrである。Rの含有量は29.0質量%以上31.5質量%以下とする。Bの含有量は0.86質量%以上0.90質量%以下とする。Bの含有量は好ましくは0.87質量%以上0.89質量%以下である。Gaの含有量は0.4質量%以上0.6質量%以下とする。残部Tは遷移金属元素であり、Feを必ず含む。Fe以外の遷移金属元素としてはCoが挙げられる。ただし、Coの置換量が10%を超えると $B_r$ が低下するため好ましくない。さらに少量のV、Cr、Mn、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、Wなどを含有してもよい。

## 【0026】

前記各元素に加え、Cuを0.05質量%以上0.20質量%以下含有させてもよい。Cuを含有させることで、二粒子粒界にR - Ga相とともにR - Ga - Cu相が生成される。R - Ga - Cu相の生成により、R - Ga相の場合に比べて $H_{cJ}$ がさらに向上する。Cuの含有量は、好ましくは0.08質量%以上0.15質量%以下である。さらに、通常含有される程度のAlを含有してもよい。公知の効果を奏する範囲として、0.5質量%以下 ( 0質量%を含む )、好ましくは0.3質量%以下とする。

## 【0027】

本発明において、R - T - Ga相とは、R : 15質量%以上65質量%以下 ( 好ましくは、R : 40質量%以上65質量%以下 )、T : 20質量%以上80質量%以下、Ga : 2質量%以上20質量%以下 ( R : 40質量%以上65質量%以下の場合、T : 20質量%以上55質量%以下であってよく、Ga : 2質量%以上15質量%以下であってよい ) を含むものであってよく、例えば $R_6Fe_{13}Ga_1$ 化合物が挙げられる。より詳細に言えば、R - T - Ga相とは、R : 15質量%以上65質量%以下 ( 好ましくは、R : 40質量%以上65質量%以下 )、T : 20質量%以上80質量%以下、Ga : 2質量%以上20質量%以下 ( R : 40質量%以上65質量%以下の場合、T : 20質量%以上55質量%以下であってよく、Ga : 2質量%以上15質量%以下であってよい ) を含むものであれば、全体が、 $R_6Fe_{13}Ga_1$ 化合物からなる、または $R_6Fe_{13}Ga_1$ 化合物を含むものであってもよい。なお、R - T - Ga相は、前述のR、TおよびGa以外の他

10

20

30

40

50

の元素を含んでもよい。このような他の元素として、例えばAlおよびCu等から選択される1つ以上の元素を含んでもよい。また、R-Ga相とは、R：70質量%以上95質量%以下、Ga：5質量%以上30質量%以下、Fe：20質量%以下(0を含む)を含むものであってよく、例えば $R_3Ga_1$ 化合物が挙げられる。より詳細に言えば、R-Ga相とは、R：70質量%以上95質量%以下、Ga：5質量%以上30質量%以下、Fe：20質量%以下(0を含む)を含むものであれば、全体が、 $R_3Ga_1$ 化合物からなる、または $R_3Ga_1$ 化合物を含むものであってもよい。さらに、R-Ga-Cu相とは、前記R-Ga相のGaの一部がCuで置換されたものであってよく、例えば $R_3(Ga, Cu)_1$ 化合物が挙げられる。より詳細に言えば、R-Ga-Cu相とは、前記R-Ga相のGaの一部がCuで置換されたものであれば、全体が、 $R_3(Ga, Cu)_1$ 化合物からなる、または $R_3(Ga, Cu)_1$ 化合物を含むものであってもよい。

10

【0028】

[R-T-B系焼結磁石の製造方法]

R-T-B系焼結磁石の製造方法の一例を説明する。R-T-B系焼結磁石の製造方法は、合金粉末を得る工程、成形工程、焼結工程、熱処理工程を有する。以下、各工程について説明する。

【0029】

(1)合金粉末を得る工程

前記組成となるようにそれぞれの元素の金属または合金を準備し、これらをストリップキャスト法等を用いてフレーク状の合金を製造する。得られたフレーク状の合金を水素粉碎し、粗粉碎粉のサイズを例えば1.0mm以下とする。次に、粗粉碎粉をジェットミル等により微粉碎することで、例えば粒径D50(気流分散法によるレーザー回折法で得られた値(メジアン径))が3~7 $\mu$ mの微粉碎粉(合金粉末)を得る。なお、ジェットミル粉碎前の粗粉碎粉、ジェットミル粉碎中およびジェットミル粉碎後の合金粉末に助剤として公知の潤滑剤を使用してもよい。

20

【0030】

(2)成形工程

得られた合金粉末を用いて磁界中成形を行い、成形体を得る。磁界中成形は、金型のキャビティー内に乾燥した合金粉末を挿入し、磁界を印加しながら成形する乾式成形法、金型のキャビティー内に該合金粉末を分散させたスラリーを注入し、スラリーの分散媒を排出しながら成形する湿式成形法を含む既知の任意の磁界中成形方法を用いてよい。

30

【0031】

(3)焼結工程

成形体を焼結することにより焼結磁石を得る。成形体の焼結は既知の方法を用いることができる。なお、焼結時の雰囲気による酸化を防止するために、焼結は真空雰囲気中または雰囲気ガス中で行うことが好ましい。雰囲気ガスは、ヘリウム、アルゴンなどの不活性ガスを用いることが好ましい。

【0032】

(4)熱処理工程

得られた焼結磁石に対し、磁気特性を向上させることを目的とした熱処理を行うことが好ましい。熱処理温度、熱処理時間などは公知の条件を採用することができる。得られた焼結磁石に磁石寸法の調整のため、研削などの機械加工を施してもよい。その場合、熱処理は機械加工前でも機械加工後でもよい。さらに、得られた焼結磁石に、表面処理を施してもよい。表面処理は、公知の表面処理で良く、例えばAl蒸着や電気Niめっきや樹脂塗装などの表面処理を行うことができる。

40

【実施例】

【0033】

本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はそれらに限定されるものではない。

【0034】

50

純度99.5質量%以上のNd、電解鉄、電解Co、Al、Cu、Gaおよびフェロボロン合金を用いて、焼結磁石の組成が表1に示す各組成となるように配合し、それらの原料を溶解してストリップキャスト法により鑄造し、厚み0.2~0.4mmのフレーク状の合金を得た。得られたフレーク状の合金に水素加圧雰囲気中で水素脆化させた後、550°Cまで真空中で加熱、冷却する脱水素処理を施し、粗粉碎粉を得た。次に、得られた粗粉碎粉に、粗粉碎粉100質量%に対して、潤滑剤として0.04質量%のステアリン酸亜鉛を添加、混合した後、気流式粉碎機(ジェットミル装置)を用いて、窒素気流中で乾式粉碎し、粒径D50(メジアン径)が4μmの微粉碎粉(合金粉末)を得た。なお、粉碎時の窒素ガス中の酸素濃度は50ppm以下に制御した。また、粒径D50は、気流分散法によるレーザー回折法で得られた値である。

10

**【0035】**

得られた合金粉末を分散媒と混合しスラリーを作製した。溶媒にはノルマルドデカンを用い、潤滑剤としてカプリル酸メチルを混合した。スラリーの濃度は合金粉末70質量%、分散媒30質量%とし、潤滑剤は合金粉末100質量%に対して0.16質量%とした。前記スラリーを磁界中で成形して成形体を得た。成形時の磁界は0.8MA/mの静磁界で、加圧力は5MPaとした。なお、成形装置には、磁界印加方向と加圧方向とが直交する、いわゆる直角磁界成形装置(横磁界成形装置)を用いた。

**【0036】**

得られた成形体を、真空中、1020°Cで4時間焼結し、焼結磁石を得た。焼結磁石の密度は7.5Mg/m<sup>3</sup>以上であった。得られた焼結体に、800°Cで2時間保持した後室温まで冷却し、次いで500°Cで2時間保持した後室温まで冷却する熱処理を施した。熱処理後の焼結磁石に機械加工を施し、縦7mm、横7mm、厚み7mmの試料を作製し、B-Hトレーサによって各試料のB<sub>r</sub>及びH<sub>cj</sub>を測定した。測定結果を表1に示す。

20

**【0037】**

【表 1】

試料 No.	焼結磁石の組成(質量%)							B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cJ</sub> (kA/m)	備考
	Nd	B	Ga	Cu	Co	Al	Fe			
1	28.50	0.88	0.50	—	0.50	0.28	69.34	1.41	700	比較例
2	29.00	0.85	0.50	—	0.50	0.28	68.87	1.36	890	比較例
3	29.00	0.86	0.50	—	0.50	0.28	68.86	1.39	1230	本発明例
4	29.00	0.89	0.50	—	0.50	0.28	68.83	1.40	1290	本発明例
5	29.00	0.90	0.50	—	0.50	0.28	68.82	1.40	1240	本発明例
6	29.00	0.91	0.50	—	0.50	0.28	68.81	1.41	1050	比較例
7	30.00	0.85	0.50	—	0.50	0.28	67.87	1.34	1100	比較例
8	30.00	0.86	0.50	—	0.50	0.28	67.86	1.37	1365	本発明例
9	30.00	0.88	0.50	—	0.50	0.28	67.84	1.38	1400	本発明例
10	30.00	0.90	0.50	—	0.50	0.28	67.82	1.39	1365	本発明例
11	30.00	0.91	0.50	—	0.50	0.28	67.81	1.39	1150	比較例
12	31.50	0.85	0.50	—	0.50	0.28	66.37	1.31	1420	比較例
13	31.50	0.86	0.50	—	0.50	0.28	66.36	1.33	1580	本発明例
14	31.50	0.88	0.50	—	0.50	0.28	66.34	1.35	1650	本発明例
15	31.50	0.90	0.50	—	0.50	0.28	66.32	1.36	1550	本発明例
16	31.50	0.91	0.50	—	0.50	0.28	66.31	1.36	1240	比較例
17	32.00	0.89	0.50	—	0.50	0.28	65.83	1.34	1300	比較例
18	32.24	0.88	0.50	—	0.50	0.28	65.60	1.33	1300	比較例
19	31.00	0.89	0.50	—	0.50	0.28	66.83	1.36	1530	本発明例
20	31.00	0.89	0.50	0.05	0.50	0.28	66.78	1.36	1590	本発明例
21	31.00	0.89	0.50	0.10	0.50	0.28	66.73	1.36	1610	本発明例
22	31.00	0.89	0.50	0.20	0.50	0.28	66.63	1.36	1600	本発明例
23	31.00	0.89	0.30	—	0.50	0.28	67.03	1.36	1320	比較例
24	31.00	0.89	0.40	—	0.50	0.28	66.93	1.36	1510	本発明例
25	31.00	0.89	0.60	—	0.50	0.28	66.73	1.35	1540	本発明例
26	31.00	0.89	0.70	—	0.50	0.28	66.63	1.34	1400	比較例

10

20

30

## 【0038】

表1から明らかのように、Nd：29.0質量%以上31.5質量%以下、B：0.86質量%以上0.90質量%以下、Ga：0.4質量%以上0.6質量%以下の範囲にすることによって、高いB<sub>r</sub>と高いH<sub>cJ</sub>を有するR-T-B系焼結磁石が得られることが分かる。また、Cuを0.05質量%以上0.20質量%以下含有することにより（試料No.20～22）、Cuを含有しない場合（試料No.19）に比べ、H<sub>cJ</sub>がさらに向上していることが分かる。さらに、Bは0.88質量%近傍が最もB<sub>r</sub>およびH<sub>cJ</sub>に優れていることから、B量は0.87質量%以上0.89質量%以下が好ましいと考えられる。

40

## 【0039】

表1における試料No.14（本発明例）と試料No.2（比較例）について、FE-TEM（電界放射型透過電子顕微鏡）による組織観察を行った。その結果を図1～図4に示す。図1と図2が試料No.14（本発明例）の組織観察結果を示す写真であり、図3と図4が試料No.2（比較例）の組織観察結果を示す写真である。図2は図1の点線で囲んだ部分を拡大した写真であり、図4は図3の点線で囲んだ部分を拡大した写真である。また、図1～図4におけるA～Fの点について、EDS（エネルギー分散型X線分光法）による組成分析を行った。その結果を表2に示す。

## 【0040】

【表 2】

点	EDSによる組成分析結果(質量%)					備考
	Nd	Ga	Co	Al	Fe	
A	59.3	4.7	0.9	1.2	31.6	本発明例
B	78.3	7.0	1.4	0.8	4.1	本発明例
C	37.3	0.0	0.8	0.8	59.1	本発明例
D	80.8	9.4	2.0	0.8	1.8	比較例
E	60.6	3.8	0.6	0.9	31.6	比較例
F	38.2	0.0	0.6	0.8	58.2	比較例

10

## 【0041】

図1において、点Aの部分は三つ以上の主相間に存在する第二の粒界（粒界多重点）であり、点線で囲んだ部分は二つの主相と二つの主相間に存在する第一の粒界（二粒子粒界）とを示しており、図2の通り、点Bが二粒子粒界、点Cが主相（ $Nd_2Fe_{14}B$ 型化合物）である。また、図3において、点Dの部分は粒界多重点であり、点線で囲んだ部分は二つの主相と二粒子粒界とを示しており、図4の通り、点Eが二粒子粒界、点Fが主相である。

## 【0042】

表2に示す結果から、本発明例である試料No. 14において、点A（粒界多重点）にはR-T-Ga相（ $Nd_6Fe_{13}Ga_1$ 化合物）が存在しており、点B（二粒子粒界）にはR-Ga相（ $Nd_3Ga_1$ 化合物）が存在しており、点Cは主相であることが分かる。すなわち、本発明によるR-T-B系焼結磁石は、第一の粒界にR-Ga相が存在していることが分かる。また、点BのFeの含有量が20%以下であることから考えて、点BにはR-T-Ga相が存在していない、つまり、R-T-Ga相が存在しない第一の粒界が含まれていることが分かる。

20

## 【0043】

また、表2に示す結果から、比較例である試料No. 2において、点D（粒界多重点）にはR-Ga相（ $Nd_3Ga_1$ 化合物）が存在しており、点E（二粒子粒界）にはR-T-Ga相（ $Nd_6Fe_{13}Ga_1$ 化合物）が存在しており、点Cは主相であることが分かる。すなわち、比較例によるR-T-B系焼結磁石は、第一の粒界にR-Ga相が存在しておらず、R-T-Ga相が存在していることが分かる。試料No. 14の $B_r$ は1.35 T、 $H_{cJ}$ は1650 kA/mであり、試料No. 2の $B_r$ は1.36 T、 $H_{cJ}$ は890 kA/mである。すなわち、本発明によれば、B量が主相の存在比率を大きく低下させてない程度の量であるため、 $B_r$ の低下が抑制され、高い $B_r$ が得られているとともに、 $H_{cJ}$ 向上の妨げになっているR-T-Ga相が存在しない第一の粒界が含まれているため、高い $H_{cJ}$ が得られていると考えられる。

30

## 【産業上の利用可能性】

## 【0044】

本発明によるR-T-B系焼結磁石は、ハイブリッド自動車用や電気自動車用モータに好適に利用することができる。

40

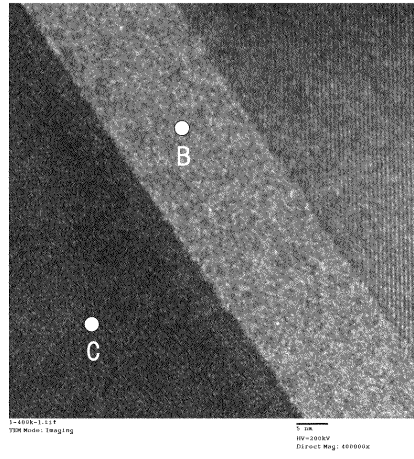
## 【0045】

本出願は、出願日が2013年3月29日である日本国特許出願、特願第2013-071834号を基礎出願とする優先権主張と伴う。特願第2013-071834号は参照することにより本明細書に取り込まれる。

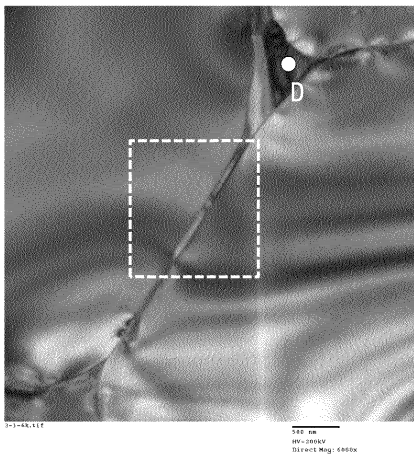
【 図 1 】



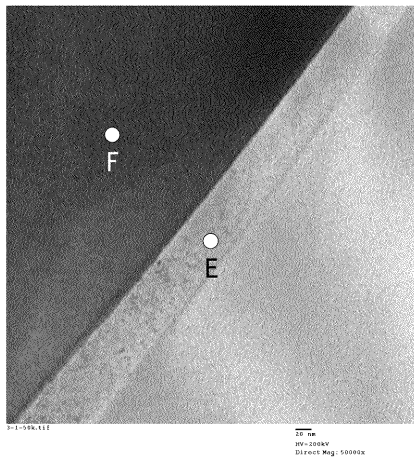
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 西内 武司  
大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社 磁性材料研究所内
- (72)発明者 川田 常宏  
大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 日立金属株式会社 磁性材料研究所内

審査官 五貫 昭一

- (56)参考文献 特開2014-209546(JP,A)  
特許第6079633(JP,B2)  
特開2009-231391(JP,A)  
特開2011-129768(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |      |       |
|------|-------|
| H01F | 1/057 |
| B22F | 3/00  |
| C22C | 38/00 |
| H01F | 41/02 |