

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第7部門第2区分

【発行日】平成18年10月5日(2006.10.5)

【公開番号】特開2006-19382(P2006-19382A)

【公開日】平成18年1月19日(2006.1.19)

【年通号数】公開・登録公報2006-003

【出願番号】特願2004-193725(P2004-193725)

【国際特許分類】

**H 0 1 F 41/02 (2006.01)**

**B 2 2 F 1/00 (2006.01)**

**B 2 2 F 3/02 (2006.01)**

**C 2 2 C 33/02 (2006.01)**

**H 0 1 F 1/08 (2006.01)**

C 2 2 C 19/07 (2006.01)

C 2 2 C 38/00 (2006.01)

【F I】

H 0 1 F 41/02 G

B 2 2 F 1/00 B

B 2 2 F 1/00 Y

B 2 2 F 3/02 R

C 2 2 C 33/02 J

H 0 1 F 1/08 B

C 2 2 C 19/07 E

C 2 2 C 38/00 3 0 3 D

【手続補正書】

【提出日】平成18年8月18日(2006.8.18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 7】

本発明において、一次合金粒子に対して、有機液体を1.5～15.0wt%添加することが望ましい。1.5wt%以下では、顆粒を効率よく作製することが困難な場合があるためであり、15.0wt%を超えると湿分が多すぎて、適切な磁場中成形を行うために不必要な湿分を除去する作業に手間取るからである。

本発明における有機液体は、20℃における飽和蒸気圧が75mmHg(10.0kPa)以下、20℃における表面張力が20dyne/cm以上、20℃における粘度が0.35cP以上の特性を備えることが望ましい。作製された顆粒の形態を維持するために、これら物性を具備することがのぞまれる。本発明における有機液体としては、エタノール、トルエン、カルビトール、テルペン系化合物、ブチルカルビトール、酢酸ブチルカルビトール、酢酸n-ブチル、ブチルセロソルブ、シクロヘキサノールが望ましい。さらに好ましくは、ブチルセロソルブ、ブチルカルビトール、ターピネオール、ピネンが望ましい。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 0

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0010】

以下、本発明を実施の形態に基づいて詳細に説明する。

本発明は、有機液体により粉末同士を結着させることにより顆粒を構成する。有機液体が粒子間に存在することにより液体架橋が生じて一次合金粒子同士を結着させている。有機液体による結着力は、従来のPVA等のバインダによる結着力に比べて極めて弱い。したがって、本発明により得られた顆粒は、磁場中成形時に印加される磁場によって容易に崩壊し一次合金粒子に分離する。そのため、高い配向度を得ることができる。これまで、バインダを用いることが顆粒作製の前提として考えられてきたが、本発明のように有機液体を用いた場合でも、流動性の高い顆粒が得られることを見出した価値は大きい。しかも、この顆粒は、磁場印加により崩壊するため、磁場中成形を行う希土類焼結磁石にとって好適である。加えて、有機液体は、従来のバインダであるPVA等の樹脂に比べて、成形体からの除去が極めて容易であり、従来の顆粒技術を用いた場合には必須とされていた脱バインダ工程を省くことが可能であり、工程的な利点をも含んでいる。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0012】

原料合金は粉碎工程に供される。混合法による場合には、低R合金及び高R合金は別々に又は一緒に粉碎される。粉碎工程には、粗粉碎工程と微粉碎工程とがある。まず、原料合金を、粒径数百 $\mu\text{m}$ 程度になるまで粗粉碎する。粗粉碎は、スタンプミル、ジョークラッシャー、ブラウンミル等を用い、不活性ガス雰囲気中に行なうことが望ましい。粗粉碎に先立って、原料合金に水素を吸蔵させた後に放出させることにより粉碎を行なうことが効果的である。水素放出処理は、希土類焼結磁石として不純物となる水素を減少させることを目的として行われる。水素放出のための加熱保持の温度は、200以上、望ましくは350以上とする。保持時間は、保持温度との関係、原料合金の厚さ等によって変わるが、少なくとも30分以上、望ましくは1時間以上とする。水素放出処理は、真空中又はArガスフローに行う。なお、水素吸蔵処理、水素放出処理は必須の処理ではない。この水素粉碎を粗粉碎と位置付けて、機械的な粗粉碎を省略することもできる。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0031】

【表 1】

	有機液体						真空度 (Torr)	磁気特性			安息角 (°)
	名称	蒸気圧 (mmHg)	表面張力 (dyn/cm)	粘度 (cps)	残留量 (wt%)			Br (G)	iHc (Oe)	(BH)max (MGOe)	
実施例1	ターピネオール	0.04/20°C	35.0/25°C	54.0/20°C	0.1		$4 \times 10^{-4}$	12408	26999	37.06	48
					1.1		$1 \times 10^{-3}$	12350	27187	36.66	44
					2.7		$1 \times 10^{-2}$	12289	27232	36.25	43
実施例2	エタノール	43.5/20°C	22.1/25°C	1.22/20°C	0.1		$2 \times 10^{-1}$	12364	26899	36.65	50
					1.3		$1 \times 10^0$	12301	27020	36.34	49
					2.8		$4.5 \times 10^0$	12250	27176	36.12	48
実施例3	トルエン	30.0/26.3°C	28.5/20°C	0.59/20°C	0.1		$2 \times 10^{-1}$	12400	26988	36.90	49
					1.2		$1 \times 10^0$	12355	27170	36.67	49
					3.0		$4.5 \times 10^0$	12280	27240	36.25	48
実施例4	酢酸ブチルカルビトール	0.01/20°C	29.9/20°C	3.56/20°C	0.1		$4 \times 10^{-4}$	12379	27008	36.77	48
					1.0		$1 \times 10^{-3}$	12345	27173	36.59	46
					2.8		$1 \times 10^{-2}$	12290	27220	36.30	44
実施例5	ブチルセロソルブ	0.7/20°C	31.5/25°C	6.42/20°C	0.1		$5 \times 10^{-3}$	12370	26980	36.73	48
					1.3		$8 \times 10^{-2}$	12332	27110	36.50	45
					2.7		$6 \times 10^{-1}$	12269	27204	36.19	45
実施例6	ピネン	5.0/27°C	31.6/20°C	3.6/20°C	0.1		$3 \times 10^{-2}$	12390	27010	36.84	48
					1.1		$4 \times 10^{-1}$	12352	27166	36.66	46
					2.7		$1 \times 10^0$	12277	27230	36.21	44
比較例1	—						—	12393	27253	36.85	60
比較例2	バインダ:ポリスチレン				0.5		—	2026	298	1.24	51

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0036】

【表2】

ターピネオール 残留量(wt%)	真空度 (Torr)	温度	磁気特性			安息角 (°)
			Br (G)	iHc (Oe)	(BH)max (MGOe)	
0.15	10 <sup>-1</sup>	55℃	12496	26810	37.68	48
1.10			12442	26902	37.23	44
1.32			12423	26902	37.11	44
1.90			12414	26993	37.01	43