

(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
2016年2月25日(25.02.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/027791 A1

- (51) 国際特許分類:
H01F 1/057 (2006.01) H01F 41/02 (2006.01)
B22F 3/02 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
H01F 1/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/073064
- (22) 国際出願日: 2015年8月18日(18.08.2015)
- (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 2014-165953 2014年8月18日(18.08.2014) JP
- (71) 出願人: インターメタリックス株式会社(INTER-METALLICS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5099132 岐阜県中津川市茄子川1642番地144 Gifu (JP).
- (72) 発明者: 宇根 康裕(UNE, Yasuhiro); 〒4630003 愛知県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞2266-22 インターメタリックス株式会社内 Aichi (JP). 久保 博一(KUBO, Hirokazu); 〒4630003 愛知

県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞2266-22 インターメタリックス株式会社内 Aichi (JP). 佐川 真人(SAGAWA, Masato); 〒4630003 愛知県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞2266-22 インターメタリックス株式会社内 Aichi (JP). 杉本 諭(SUGIMOTO, Satoshi); 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 松浦 昌志(MAT-SUURA, Masashi); 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP). 中村 通秀(NAKAMURA, Michihide); 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 国立大学法人東北大学内 Miyagi (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人京都国際特許事務所 (KYOTO INTERNATIONAL PATENT LAW OFFICE); 〒6008091 京都府京都市下京区東洞院通四条下ル元悪王子町37番地 豊元四条烏丸ビル Kyoto (JP).

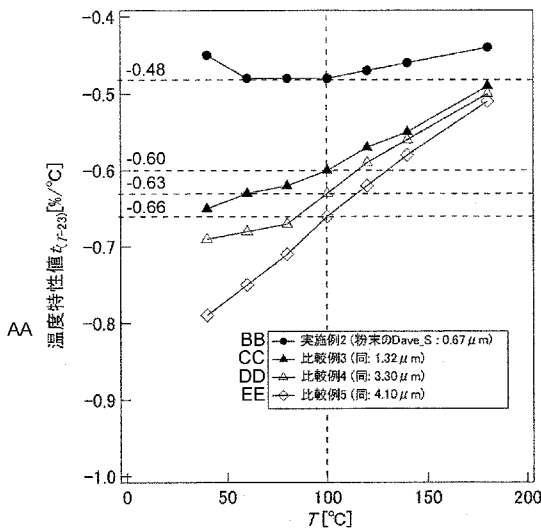
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,

[続葉有]

(54) Title: RFeB-BASED SINTERED MAGNET

(54) 発明の名称: R F e B系焼結磁石

$$t_{(100-23)} = \frac{H_c(100) - H_c(23)}{(100-23) \times H_c(23)} \times 100 \quad FF$$



AA Temperature characteristic value
 BB Embodiment 2 (Dave_S of powder: 0.67 μm)
 CC Comparative example 3 (Dave_S of powder: 1.32 μm)
 DD Comparative example 4 (Dave_S of powder: 3.30 μm)
 EE Comparative example 5 (Dave_S of powder: 4.10 μm)

(57) Abstract: The present invention addresses the problem of providing a RFeB-based sintered magnet that essentially does not contain heavy rare earth elements R^H(Dy, Tb, and Ho) and that is suitable for applications in which the temperature increases during use. The RFeB-based sintered magnet pertaining to the present invention contains, in addition to Fe and B, Nd and/or Pr as the rare earth element R, and does not contain Dy, Tb, or Ho, wherein the temperature characteristic value $t_{(100-23)}$ defined as set out in FF using the coercive force value $H_c(23)$ when the temperature is 23°C and the coercive force value $H_c(100)$ when the temperature is 100°C is $0.58 < t_{(100-23)} < 0$.

(57) 要約: 本発明は、重希土類元素 R^H (Dy, Tb 及び Ho) を実質的に含有せず、且つ、使用中に温度が上昇する用途に適した RFeB 系焼結磁石を提供することを課題とする。本発明に係る RFeB 系焼結磁石は、Fe 及び B に加え、希土類元素 R として Nd 及び Pr のうちの少なくとも 1 種を含有する一方、Dy, Tb 及び Ho を含有しない RFeB 系焼結磁石であって、温度が 23°C であるときの保磁力の値 $H_c(23)$ 及び温度が 100°C であるときの保磁力の値 $H_c(100)$ を用いて FF と定義される温度特性値 $t_{(100-23)}$ が $0.58 < t_{(100-23)} < 0$ である。

WO 2016/027791 A1

BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, 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, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

(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, LR, LS, MW,

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： R F e B系焼結磁石

技術分野

[0001] 本発明は、R（希土類元素）、Fe（鉄）及びB（硼素）を主成分とするRFeB系磁石に関する。本発明は特に、Nd（ネオジウム）及びPr（プラセオジウム）のうちの少なくとも1種を主たる希土類元素Rとして含有し、Tb（テルビウム）、Dy（ディスプロシウム）及びHo（ホルミウム）（以下、これらを「重希土類元素R^H」と総称する）を実質的に含有しないRFeB系焼結磁石に関する。

背景技術

[0002] RFeB系焼結磁石は、RFeB系合金の粉末を配向させ、焼結することにより製造される永久磁石である。このRFeB系焼結磁石は、1982年に佐川真人らによって見出されたものであるが、それまでの永久磁石をはるかに凌駕する高い磁気特性を有し、希土類、鉄及び硼素という比較的豊富で廉価な原料から製造することができるという特長を有する。

[0003] RFeB系焼結磁石は、エアコン等の家電用モータや、ハイブリッド自動車や電気自動車の自動車用モータの永久磁石など、今後ますます需要が拡大することが予想されている。これら家電用モータや自動車用モータは使用中に高温になるため、後述の理由により、高い保磁力 H_{cj} を有するRFeB系焼結磁石が求められている。保磁力 H_{cj} は、磁化の向きとは逆向きの磁界が磁石に印加されたときに磁化が0になる磁界の強さを示す指標である。保磁力 H_{cj} の値が大きいほど、逆磁界への耐性が高い。

[0004] RFeB系焼結磁石において保磁力 H_{cj} を高くする方法として、以下のものが知られている。第1の方法は、RFeB系焼結磁石における重希土類元素R^Hの含有量を多くするというものである（例えば特許文献1）。第2の方法は、RFeB系焼結磁石の原料の合金粉末における粒径を小さくし、それによって得られるRFeB系焼結磁石における結晶粒を小さくするというものである（例えば非特許文献1）。非特許文献1では、重希土類元素R^Hは使用されていない。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：国際公開W02013/100010号

特許文献2：国際公開W02006/004014号

非特許文献

[0006] 非特許文献1：Togo Fukada 他6名、"Evaluation of the Microstructural Contribution to the Coercivity of Fine-Grained NdFeB Sintered Magnets"
(微細粒NdFeB焼結磁石における保磁力への微細構造の寄与の評価)、Materials Transactions、日本金属学会、第53巻、第11号、第1967～1971頁、2012年10月25日発行

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 家電用や自動車用等のモータでは、使用中にRFeB系焼結磁石の温度が変動し、100～180℃程度まで上昇する。従って、そのような使用時の温度範囲の全体に亘って、逆磁界への耐性を高めるために高い保磁力 H_{c_j} を有する必要がある。しかし、RFeB系焼結磁石の保磁力 H_{c_j} は温度の上昇に伴って減少するため、その減少の割合をできるだけ小さくすることが重要である。前記の、重希土類元素 R^H を添加することにより保磁力を高めたRFeB系焼結磁石は、室温における保磁力が高いのみならず、温度上昇による保磁力の減少の割合も小さいという点で優れた特性を有する。しかし、重希土類元素 R^H を添加すると、残留磁束密度 B_r や最大エネルギー積 $(BH)_{max}$ 等の保磁力 H_{c_j} 以外の磁気特性が低下してしまううえに、重希土類元素 R^H が高価且つ希少であるため、RFeB系焼結磁石の価格が上昇するうえに安定して供給し難くなる、という問題が生じる。

[0008] 本発明が解決しようとする課題は、重希土類元素 R^H を実質的に含有せず、且つ、温度上昇に伴う保磁力 H_{c_j} の減少の割合が小さい、という良好な温度特性を有するRFeB系焼結磁石を提供することである。

課題を解決するための手段

[0009] 非特許文献1では、RFeB系焼結磁石の結晶粒の大きさが異なる3種の試料において、結晶粒が小さい程各温度における保磁力 H_{cj} の値が大きくなるものの、温度上昇に伴う保磁力 H_{cj} の減少の割合には、結晶粒の大きさによる有意な差異は見られない。それに対して本発明者は、実験（後述）により、RFeB系焼結磁石の結晶粒をより小さくすることにより、温度上昇に伴う保磁力 H_{cj} の減少の割合を小さくすることができることを見出し、本発明を成すに至った。

[0010] 上記課題を解決するために成された本発明は、Fe及びBに加え、希土類元素RとしてNd及びPrのうちの少なくとも1種を含有する一方、Dy、Tb及びHoを含有しないRFeB系焼結磁石であって、

温度が23°Cであるときの保磁力の値 $H_{cj}(23)$ 及び温度が100°Cであるときの保磁力の値 $H_{cj}(100)$ を用いて

[数1]

$$t_{(100-23)} = \frac{H_{cj}(100) - H_{cj}(23)}{(100-23) \times H_{cj}(23)} \times 100$$

と定義される温度特性値 $t_{(100-23)}$ が $-0.58 < t_{(100-23)} < 0$ であることを特徴とする。

[0011] 本発明において「Dy、Tb及びHoを含有しない」とは、Dy、Tb及びHo、すなわち重希土類元素 R^H を技術的に意味のある量では含有しない（実質的に含有しない）ことをいうのであって、重希土類元素 R^H を不可避的不純物としてR全体の0.1原子%以下の量だけ含有する場合を含むものとする。

[0012] 温度特性値 $t_{(100-23)}$ は、その値が大きい（絶対値では小さい）ほど、温度の上昇に伴う保磁力 H_{cj} の減少の割合が小さいという、本発明の目的においてより望ましい特性であることを意味する。本発明では、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は23°C及び100°Cという2つの温度における保磁力 H_{cj} の値を用いて規定するが、これら温度のうち「23°C」は室温の平均的な値であり、「100°C」は以下の理由で定めた値である。

[0013] 自動車用等のモータでは、上述のように、使用中に温度が180°C程度にまで上昇し得るため、180°Cにおける保磁力の値 $H_{cj}(180)$ を用いることも考えられ

る。しかし、本発明者の実験によれば、 $T^{\circ}\text{C}$ における保磁力の値 $H_{cj}(T)$ を用いて

[数2]

$$t_{(T-23)} = \frac{H_{cj}(T) - H_{cj}(23)}{(T - 23) \times H_{cj}(23)} \times 100$$

と定義される温度特性値 $t_{(T-23)}$ を求めると、試料毎の温度特性値の良否は、 $100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 180^{\circ}\text{C}$ の範囲内で相違が見られなかった。すなわち、他の試料よりも $T = 100^{\circ}\text{C}$ における温度特性値 $t_{(100-23)}$ が良好な試料は、 $100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 180^{\circ}\text{C}$ の範囲全体に亘って、各温度における温度特性値 $t_{(T-23)}$ が他の試料よりも良好であった。従って、温度特性値 $t_{(100-23)}$ を求めれば、 $100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 180^{\circ}\text{C}$ の範囲における温度特性の良否を知ることができる。そして、 $T = 100^{\circ}\text{C}$ における保磁力の値 $H_{cj}(100)$ は、前記温度範囲内において最も値が大きいため、この温度での値を用いることにより保磁力の値 $H_{cj}(T)$ の誤差、さらには温度特性値の誤差を小さくすることができる。

[0014] 非特許文献1に記載のRFeB系焼結磁石では、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は最大でも-0.58（同文献の第4(b)図、試料Aの値）であった。それに対して本願発明者が後述の方法により作製したRFeB系焼結磁石では、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は、非特許文献1における最大値である0.58よりも大きく（絶対値では0.58未満に）なった。一方、RFeB系焼結磁石においては、保磁力 H_{cj} は温度が高くなるほど低下するため、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は0よりも小さくなる。

[0015] 温度特性値 $t_{(100-23)}$ は、RFeB系焼結磁石を構成する結晶粒の粒径を従来よりも更に小さくすることにより、-0.58よりも大きくすることができる。結晶粒の粒径を小さくするほど、温度特性値 $t_{(100-23)}$ を高くすることができるが、実用上、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は容易に-0.53、さらには-0.48まで高く（すなわち $-0.58 < t_{(100-23)} \leq -0.48$ の範囲内に）することができる。

[0016] 具体的には、RFeB系焼結磁石の断面の顕微鏡画像から求められる、結晶粒の円相当径Dによる面積基準平均粒径 D_{ave} を $1\mu\text{m}$ 以下とする。ここで「円相当径D」とは、電子顕微鏡等の顕微鏡により得られた画像（顕微鏡画像）中の合

金粉末の各主相結晶粒について、画像解析により求めた断面積値 S に相当する円の直径（すなわち $D=2 \times (S/\pi)^{0.5}$ ）をいう。「面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ 」とは、焼結磁石の配向軸に対して垂直な面における顕微鏡像において、全ての結晶粒の断面積の合計に対する各粒子の断面積が占める割合を小さい粒子から累積し、50%になるときの断面積から求める円相当径をいう。なお、非特許文献1では、断面積の小さい粒子から並べたときに、全結晶粒の個数の50%に該当する結晶粒における断面の円相当径から求められる個数平均粒径が用いられている。個数平均粒径は面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ よりも、面積が小さい結晶粒の重みが強くなるため、値が小さくなる。従って、非特許文献1では個数平均粒径が最小で $1 \mu\text{m}$ とされているものの、この値は面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ では $1 \mu\text{m}$ よりも大きいといえる。個数平均粒径よりも面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ の方が、磁気特性への影響が大きい大面積の結晶粒に重み付けをするため、より正確な評価を行うことができる。

- [0017] 結晶粒の面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ が $1 \mu\text{m}$ 以下であるRFeB系焼結磁石は、面積基準平均粒径 $D_{ave S}$ が $0.7 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.6 \mu\text{m}$ 以下であるRFeB系合金粉末を用いて、磁場によって配向させた有形体を作製し、該有形体を焼結することにより作製することができる。
- [0018] このようなRFeB系合金粉末は、原料合金の粗粉にHDDR法（結晶粒微細化処理）を施すことにより結晶粒微細化粗粉粒を作製し、該結晶粒微細化粗粉粒を水素解砕法により解砕した後、ヘリウムガスを用いたジェットミル法で粉砕することにより得ることができる。HDDR法とは、原料合金の粗粉を $700 \sim 900^\circ\text{C}$ の水素雰囲気中で加熱する（Hydrogenation）ことにより、このRFeB系合金を RH_2 （Rの水素化物）、 Fe_2B 、 Fe の3相に分解（Decomposition）し、その温度を維持したまま、雰囲気を水素から真空に切り替えることにより、 RH_2 相から水素を放出（Desorption）させ、これにより原料合金粗粉の各粒内の各相に再結合反応（Recombination）を生じさせるというものである。
- [0019] また、「有形体を作製する」とは、RFeB系合金粉末を用いて、最終製品と同じ又は近い形状を有するもの（これを「有形体」という）を作製すること

をいう。この有形体は、RFeB系合金粉末を最終製品と同じ又は近い形状にプレス成形した成形体であってもよいし、最終製品と同じ又は近い形状のキャビティを有する容器（モールド）にRFeB系合金粉末を充填した（プレス成形を行わない）ものであってもよい（特許文献2）。有形体がプレス成形を行わずにモールドにRFeB系合金粉末を充填したものである場合には、有形体（すなわち、モールド内のRFeB系合金粉末）に機械的圧力を印加することなく焼結を行うことが望ましい。このように、有形体の作製及び焼結の過程においてRFeB系合金粉末に機械的圧力を印加しないことによって高い保磁力を有し、且つ、粒径の小さいRFeB系合金粉末を容易に取り扱うことができるという点においても高い保磁力を有するRFeB系焼結磁石を得ることができる（特許文献2参照）。

発明の効果

[0020] 本発明により、重希土類元素 R^H を実質的に含有せず、且つ、温度上昇に伴う保磁力 H_{c_j} の減少の割合が小さいという良好な温度特性を有するRFeB系焼結磁石が得られる。そのため、本発明に係るRFeB系焼結磁石は、使用中に温度が上昇する用途に適したものとなる。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]本発明に係るRFeB系焼結磁石を製造する方法の一例を説明する図。

[図2]実施例1及び比較例1、2のRFeB系焼結磁石につき、配向軸に対して垂直な面における顕微鏡像に基づいて、結晶粒の断面積の円相当径から求めた粒度分布を示すグラフ。

[図3]実施例1及び比較例1、2のRFeB系焼結磁石につき、温度特性値 $t_{(T-23)}$ （ $t_{(100-23)}$ ： $T=100^\circ\text{C}$ を含む）を求めた結果を示すグラフ。

[図4]実施例2及び比較例3～5のRFeB系焼結磁石につき、温度特性値 $t_{(T-23)}$ （ $t_{(100-23)}$ ： $T=100^\circ\text{C}$ を含む）を求めた結果を示すグラフ。

発明を実施するための形態

[0022] 図1～図4を用いて、本発明に係るRFeB系焼結磁石の実施例を説明する。

実施例

[0023] まず、図1を用いて、本発明に係るRFeB系焼結磁石を製造する方法の一例を説明する。この製造方法では、HDDR (Hydrogenation Decomposition Disproportionation Recombination) 工程 (ステップS1)、粉碎工程 (ステップS2)、充填工程 (ステップS3)、配向工程 (ステップS4) 及び焼結工程 (ステップS5) の5つの工程を行う。原料には、ストリップキャスト (SC) 法で作製されたSC合金塊を用いる。SC合金塊は通常、1辺が数mm程度の薄片状のものである。本実施例では、組成が異なる2種類のSC合金塊1及び2を用いた。SC合金塊1及び2の組成を表1に示す。SC合金塊1及び2はいずれも、重希土類元素R^Hを含有しない。

[表1]

表1 SC合金塊の組成 (単位: 質量%)

	Nd	Pr	B	Cu	Al	Co	Fe
SC合金塊1	27.5	4.15	1.00	0.50	0.23	0.96	残部
SC合金塊2	30.51	0.07	0.98	0.10	0.22	0	残部

[0024] HDDR工程では、まず、SC合金塊を水素ガスによる圧力下で熱処理する (Hydrogenation) ことにより、SC合金塊内のR₂Fe₁₄B化合物 (主相) をRH₂、Fe₂B、Feの3相に分解する (Disproportionation)。本実施例では、水素ガスの圧力は100kPa、上記熱処理の温度 (第1熱処理温度) は950℃とし、熱処理を60分間行った。次いで、第1熱処理温度よりも低い第2熱処理温度に維持した状態で真空にすることにより、RH₂相から水素を放出 (Desorption) させ、Fe₂B相及びFe相と共に再結合反応 (Recombination) を生じさせる。本実施例では、第2熱処理温度を800℃として真空を60分間維持した。これにより、面積基準平均粒径D_{ave_s}が約0.6μmであるRFeB系多結晶体が得られる。

[0025] 粉碎工程では、まず、RFeB系多結晶体を外部から加熱することなく水素ガスに晒す。これにより、RFeB系多結晶体は自然に発熱しつつ、水素を吸蔵して脆化する。次に、RFeB系多結晶体を機械的な粉碎機で粗解砕することにより粗粉を得る。この粗粉をヘリウムガス循環式ジェットミル (日本ニューマ

チック工業株式会社製。「Heジェットミル」と略す。)に導入して粉砕する。Heジェットミルでは、窒素ガスを用いたN₂ジェットミルに比べて約3倍速い高速気流が得られるため、原料が高速に加速されて衝突を繰り返し、それにより、N₂ジェットミルでは不可能であった、面積基準平均粒径 $D_{ave\ S}$ が1 μm 未満になるまで粉砕することが可能である。これにより、面積基準平均粒径 $D_{ave\ S}$ がSC合金塊1については約0.6 μm 、SC合金塊2については約0.67 μm という、 $D_{ave\ S}$ が0.7 μm 以下であるRFeB系合金粉末を作製した。

[0026] 充填工程では、最終製品であるRFeB系焼結磁石の形状に対応した空洞を有するモールドにRFeB系合金粉末を所定の充填密度（本実施例では3.6g/cm³）で充填し、次いで、配向工程においてモールド内のRFeB系合金粉末に磁界（本実施例では5Tの直流パルス磁界）を印加することにより合金粉末を配向する。焼結工程では、配向された合金粉末をモールドごと焼結炉に収容し、真空加熱（本実施例では880°Cで2時間加熱）することにより焼結させた。これら充填工程、配向工程、及び焼結工程を通して、合金粉末には成形のための機械的圧力は印加しない。以上の工程を経ることにより、本実施例のRFeB系焼結磁石が得られる。以下、SC合金塊1から作製したRFeB系焼結磁石について「実施例1」と呼び、SC合金塊2から作製したRFeB系焼結磁石について「実施例2」と呼ぶ。

[0027] 比較例として、本実施例で用いたものと同じロットのSC合金塊1及び2を粉砕したRFeB系合金粉末を用いて、RFeB系焼結磁石を作製した。SC合金塊の粉砕は、SC合金塊1については面積基準平均粒径 $D_{ave\ S}$ が1.4 μm （比較例1）及び3.1 μm （比較例2）になるように粉砕し、SC合金塊2については $D_{ave\ S}$ が1.32 μm （比較例3）、3.30 μm （比較例4）及び4.10 μm （比較例5）になるように行った。これら比較例においては、HDDR工程は行わず、粉砕工程では水素吸蔵法によってSC合金を脆化させた後に粗解砕することによって粗粉を作製した後に、Heジェットミルで粉砕することにより、合金粉末を作製した。充填工程、配向工程、及び焼結工程は、実施例1及び2と同様の方法により行った。

[0028] 実施例1及び比較例1、2のRFeB系焼結磁石につき、配向軸に対して垂直な面における顕微鏡像に基づいて、結晶粒の断面積の円相当径から求めた粒度分布を図2のグラフに示す。このグラフより面積基準平均粒径 $D_{ave,s}$ を求めると、実施例1では $0.83\mu\text{m}$ 、比較例1では $1.78\mu\text{m}$ 、比較例2では $3.65\mu\text{m}$ となった。

[0029] これら実施例1及び比較例1、2について得られた保磁力 H_{cj} のデータに基づき、 $T=60^\circ\text{C}$ 、 100°C 、 140°C 及び 180°C における温度特性値 $t_{(T-23)}$ を求めた結果を図3のグラフに示す。このグラフ中の縦の破線上にあるデータが、本発明で規定する $T=100^\circ\text{C}$ における温度特性値 $t_{(100-23)}$ である。実施例1及び比較例1、2におけるデータの大小関係（すなわち良否）は、保磁力 H_{cj} そのものは温度によって相違するが、温度特性値 $t_{(T-23)}$ は T に依らずに同様である。そして、温度特性値 $t_{(100-23)}$ は、実施例1では -0.53 という、比較例1における -0.66 、比較例2における -0.73 、及び非特許文献1における最高値である -0.58 よりも大きい値を有する。このように、実施例1のRFeB系焼結磁石は、比較例1及び2、並びに非特許文献1に記載のRFeB系焼結磁石よりも良好な温度特性を有している。

[0030] 同様の方法により、実施例2及び比較例3～5について温度特性値 $t_{(T-23)}$ を求めた結果を図4のグラフに示す。温度特性値 $t_{(100-23)}$ は、実施例2において -0.48 という、比較例3～5における値（ $-0.66\sim-0.60$ ）及び非特許文献1における最高値である -0.58 よりも大きい値を有する。また、この実施例2の温度特性値 $t_{(100-23)}$ の値は、実施例1における値よりも大きい。これは、実施例2では、Prの含有量が 0.07 質量%という、実施例1（ 4.15 質量%）よりも低い値であることによる。

請求の範囲

[請求項1] Fe及びBに加え、希土類元素RとしてNd及びPrのうちの少なくとも1種を含有する一方、Dy、Tb及びHoを含有しないRFeB系焼結磁石であって、

温度が23℃であるときの保磁力の値 $H_{cj}(23)$ 及び温度が100℃であるときの保磁力の値 $H_{cj}(100)$ を用いて

[数1]

$$t_{(100-23)} = \frac{H_{cj}(100) - H_{cj}(23)}{(100-23) \times H_{cj}(23)} \times 100$$

と定義される温度特性値 $t_{(100-23)}$ が $-0.58 < t_{(100-23)} < 0$ であることを特徴とするRFeB系焼結磁石。

[請求項2] 温度特性値 $t_{(100-23)}$ が $-0.58 < t_{(100-23)} \leq -0.48$ であることを特徴とする請求項1に記載のRFeB系焼結磁石。

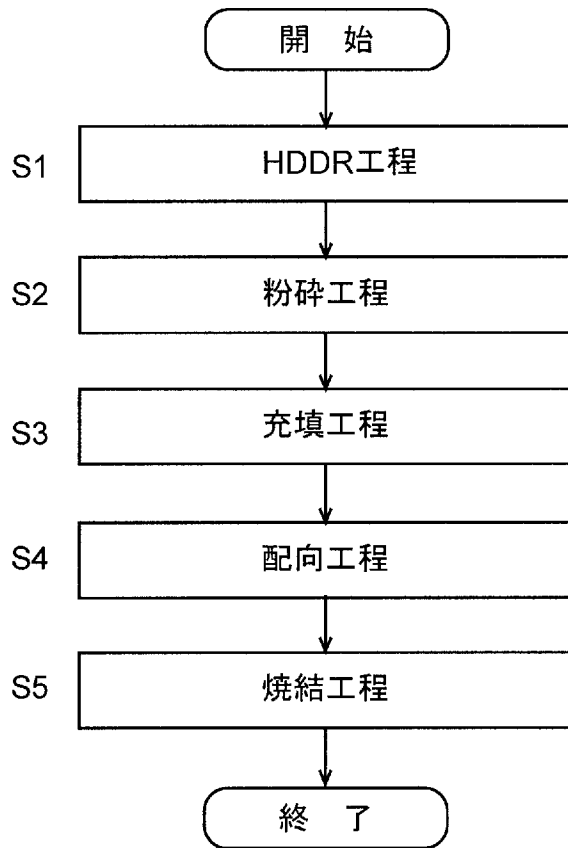
[請求項3] 断面の顕微鏡画像から求められる、結晶粒の円相当径による面積基準平均粒径が $1 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1又は2に記載のRFeB系焼結磁石。

[請求項4] 請求項1～3のいずれかに記載のRFeB系焼結磁石を製造する方法であって、

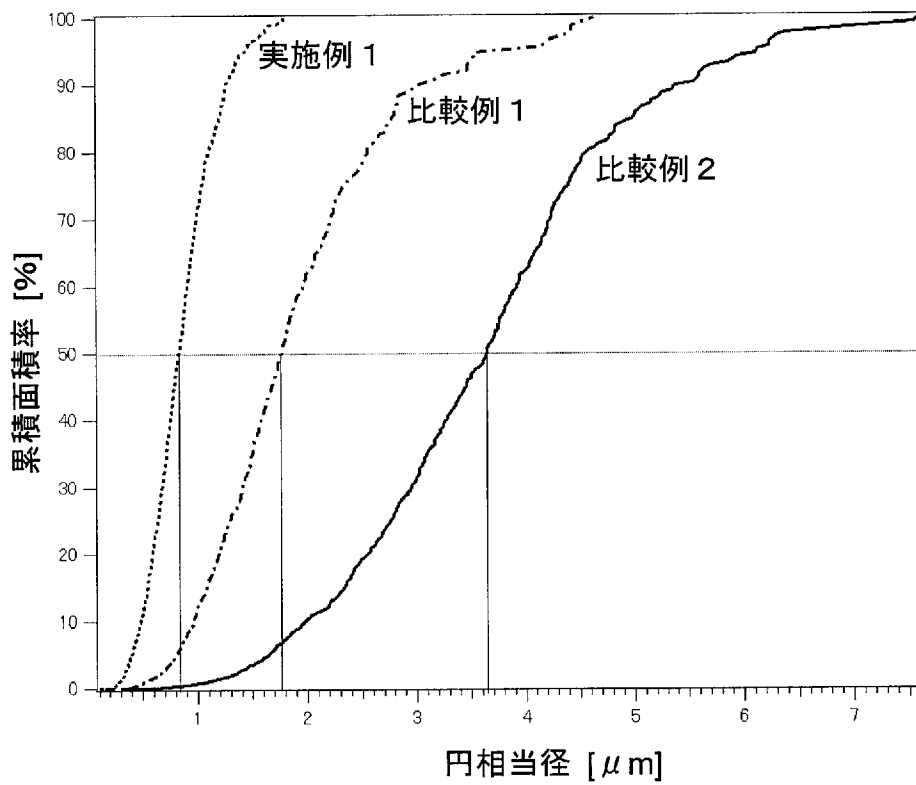
面積基準平均粒径が $0.7 \mu\text{m}$ 以下であるRFeB系合金粉末を用いて、磁場によって配向させた有形体を作製し、該有形体を焼結することを特徴とするRFeB系焼結磁石の製造方法。

[請求項5] 原料合金の粗粉にHDDR法を施すことにより結晶粒微細化粗粉粒を作製し、該結晶粒微細化粗粉粒を水素解砕法により解砕した後、ヘリウムガスを用いたジェットミル法で粉砕することにより前記RFeB系合金粉末を作製することを特徴とする請求項4に記載のRFeB系焼結磁石の製造方法。

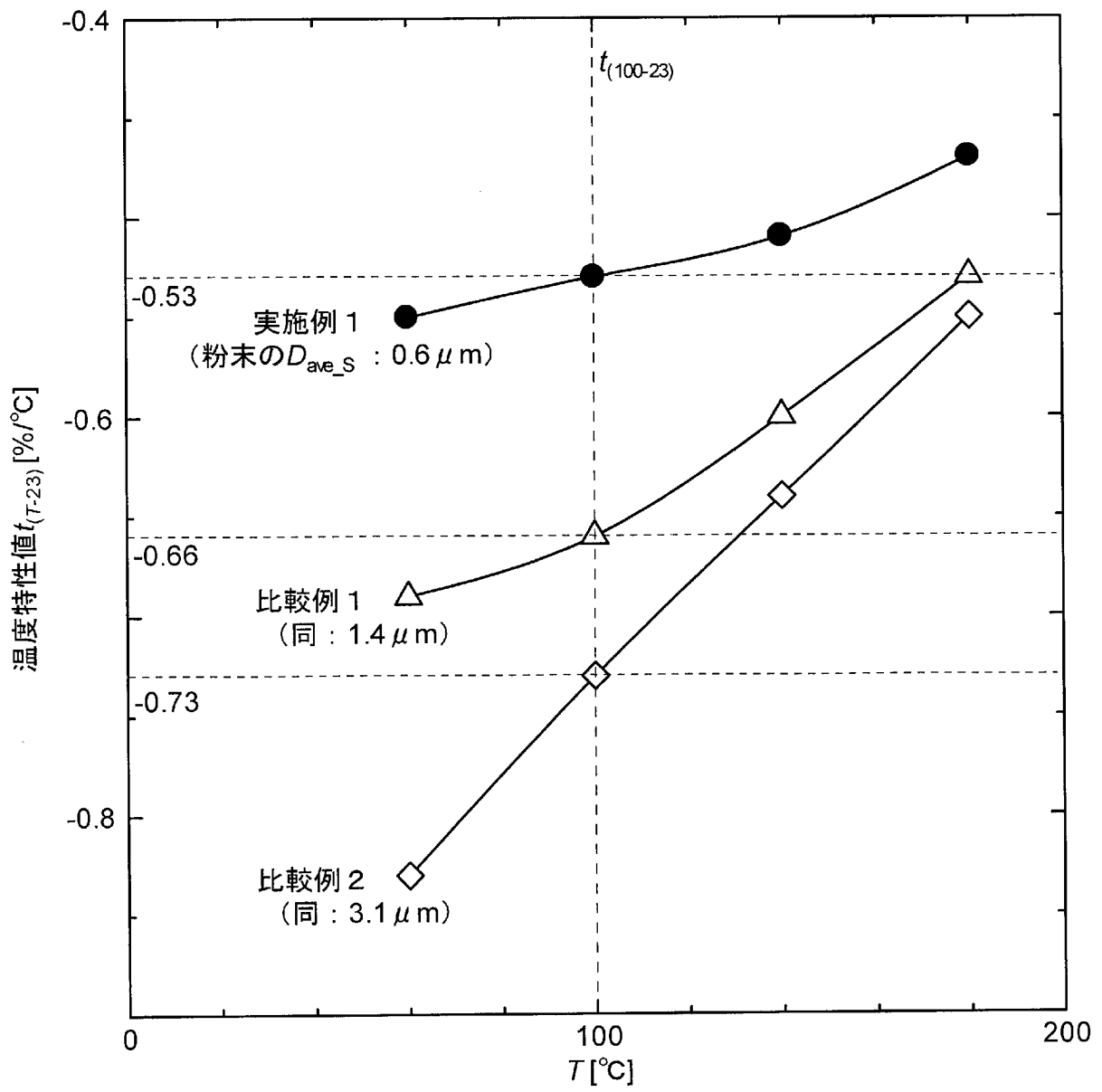
[図1]



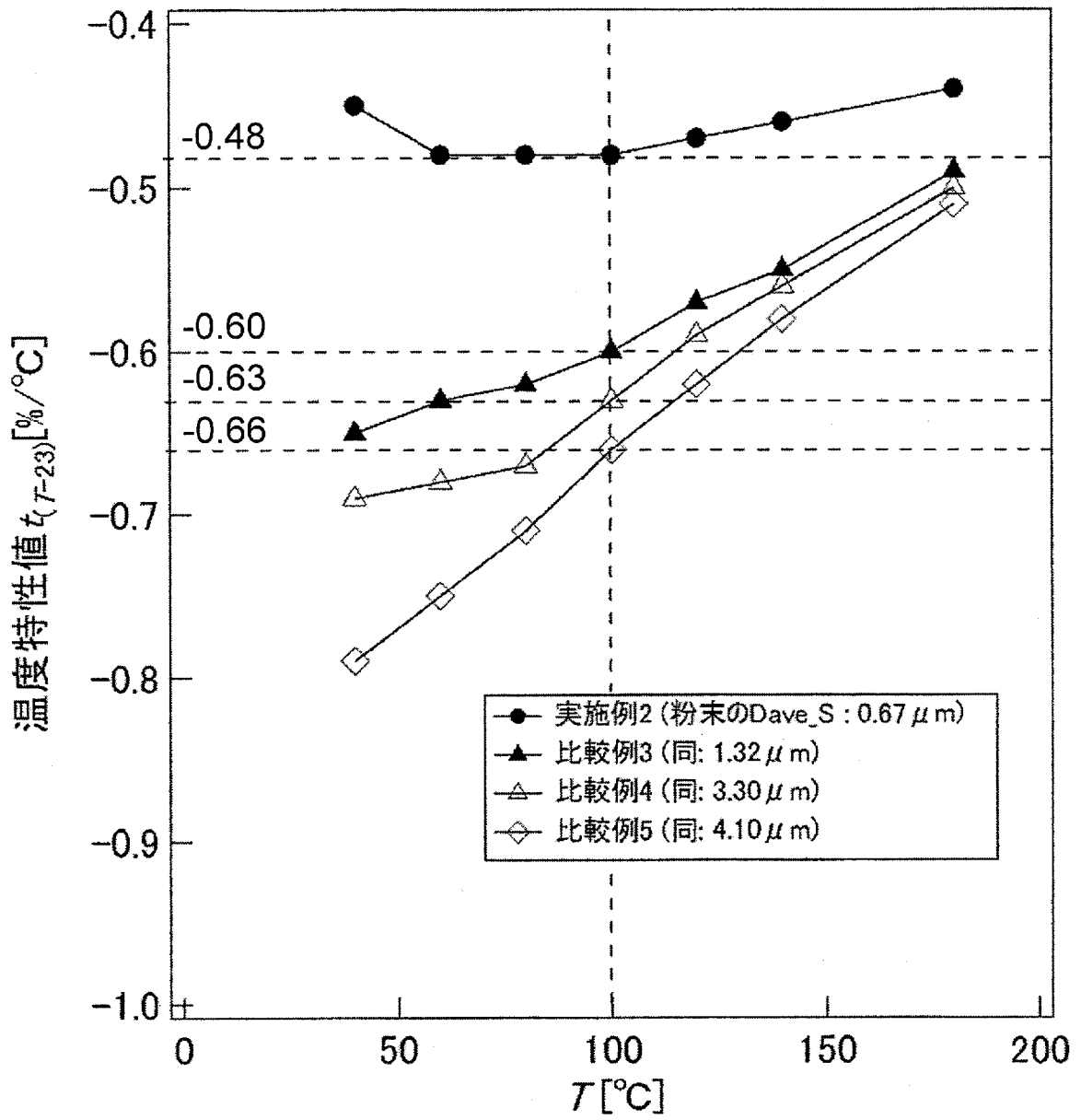
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/073064

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01F1/057(2006.01)i, B22F3/02(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i, H01F41/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)n

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)
H01F1/057, B22F3/02, H01F1/08, H01F41/02, C22C38/00

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	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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.
X A	JP 2010-182827 A (Toyota Motor Corp.), 19 August 2010 (19.08.2010), paragraphs [0007], [0011] to [0017], [0027] to [0028]; fig. 1 & WO 2010/089652 A1 paragraphs [0007], [0019] to [0025], [0035] to [0036]; fig. 1 & US 2011/0286878 A1 & DE 112010000778 T & CN 102308343 A	1-2 3-5
X Y	JP 2010-219499 A (TDK Corp.), 30 September 2010 (30.09.2010), paragraphs [0009] to [0017], [0020] to [0035], [0047] to [0050], [0055] to [0059] (Family: none)	1-4 5

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 02 November 2015 (02.11.15)	Date of mailing of the international search report 10 November 2015 (10.11.15)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/073064

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2009/122709 A1 (Hitachi Metals, Ltd.), 08 October 2009 (08.10.2009), paragraphs [0002], [0058] to [0064] & EP 2273513 A1 paragraphs [0002], [0058] to [0064] & JP 5477282 B2 & US 2011/0025440 A1 & CN 101981634 A	5
Y	JP 2011-216720 A (Nitto Denko Corp.), 27 October 2011 (27.10.2011), paragraphs [0008], [0043] to [0051]; fig. 5 (Family: none)	5
P, A	WO 2014/142137 A1 (Intermetallics Co., Ltd.), 18 September 2014 (18.09.2014), paragraphs [0015] to [0018], [0022] to [0029], [0036]; fig. 1 (Family: none)	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. H01F1/057(2006.01)i, B22F3/02(2006.01)i, H01F1/08(2006.01)i, H01F41/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)n

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. H01F1/057, B22F3/02, H01F1/08, H01F41/02, C22C38/00

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 1971-2015年
 日本国実用新案登録公報 1996-2015年
 日本国登録実用新案公報 1994-2015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
X A	JP 2010-182827 A (トヨタ自動車株式会社) 2010.08.19, 段落 [0007], [0011]-[0017], [0027]-[0028], 図1 & WO 2010/089652 A1, 段落[0007], [0019]-[0025], [0035]-[0036], 図1 & US 2011/0286878 A1 & DE 112010000778 T & CN 102308343 A	1-2 3-5
X Y	JP 2010-219499 A (TDK株式会社) 2010.09.30, 段落[0009]- [0017], [0020]-[0035], [0047]-[0050], [0055]-[0059] (ファミリー なし)	1-4 5

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	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 02.11.2015	国際調査報告の発送日 10.11.2015
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) 久保田 昌晴 電話番号 03-3581-1101 内線 3551

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
Y	WO 2009/122709 A1 (日立金属株式会社) 2009. 10. 08, 段落[0002], [0058]-[0064] & EP 2273513 A1, 段落[0002], [0058]-[0064] & JP 5477282 B2 & US 2011/0025440 A1 & CN 101981634 A	5
Y	JP 2011-216720 A (日東電工株式会社) 2011. 10. 27, 段落[0008], [0043]-[0051], 図5 (ファミリーなし)	5
P, A	WO 2014/142137 A1 (インターメタリックス株式会社) 2014. 09. 18, 段落[0015]-[0018], [0022]-[0029], [0036], 図1 (ファミリーなし)	1-5