

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7447573号
(P7447573)

(45)発行日 令和6年3月12日(2024.3.12)

(24)登録日 令和6年3月4日(2024.3.4)

(51)国際特許分類	F I			
H 0 1 F 1/057(2006.01)	H 0 1 F	1/057	1 7 0	
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 3 D	
B 2 2 F 3/00 (2021.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 4	
	B 2 2 F	3/00	F	

請求項の数 7 (全20頁)

(21)出願番号	特願2020-43214(P2020-43214)	(73)特許権者	000003067 T D K株式会社 東京都中央区日本橋二丁目5番1号
(22)出願日	令和2年3月12日(2020.3.12)	(74)代理人	110001494 前田・鈴木国際特許弁理士法人
(65)公開番号	特開2020-161812(P2020-161812 A)	(72)発明者	坪倉 多恵子 東京都中央区日本橋二丁目5番1号 T D K株式会社内
(43)公開日	令和2年10月1日(2020.10.1)	(72)発明者	増田 健 東京都中央区日本橋二丁目5番1号 T D K株式会社内
審査請求日	令和4年7月4日(2022.7.4)	審査官	後藤 嘉宏
(31)優先権主張番号	特願2019-55414(P2019-55414)		
(32)優先日	平成31年3月22日(2019.3.22)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 R - T - B系永久磁石

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

RがNdおよびPrから選択される1種以上、および、DyおよびTbから選択される1種以上を含む希土類元素、TがFeおよびCoであり、Bがホウ素であるR - T - B系永久磁石であって、

前記R - T - B系永久磁石は、さらにZrを含み、

前記R - T - B系永久磁石全体を100質量%として、

Nd, Pr, DyおよびTbの合計含有量が30.00質量%~32.20質量%、

Coの含有量が0.30質量%~0.84質量%、

Zrの含有量が0.31質量%~0.60質量%、

Bの含有量が0.90質量%~1.02質量%であり、

Zr/Co比が質量比で0.48以上1.40以下であることを特徴とするR - T - B系永久磁石。

【請求項2】

前記R - T - B系永久磁石は、さらにCuを含み、

Cuの含有量が0.10質量%~0.55質量%である請求項1に記載のR - T - B系永久磁石。

【請求項3】

前記R - T - B系永久磁石は、さらにMnを含み、

Mnの含有量が0.02質量%~0.10質量%である請求項1または2に記載のR -

T - B系永久磁石。

【請求項 4】

前記 R - T - B系永久磁石は、さらに Al を含み、
Al の含有量が 0.07 質量% ~ 0.35 質量% である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の R - T - B系永久磁石。

【請求項 5】

前記 R - T - B系永久磁石は、さらに Ga を含み、
Ga の含有量が 0.02 質量% ~ 0.15 質量% である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の R - T - B系永久磁石。

【請求項 6】

重希土類元素の含有量が 2.0 質量% 以下である請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の R - T - B系永久磁石。

【請求項 7】

磁石表面から内部に向かって低下する重希土類元素の濃度勾配を有する請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の R - T - B系永久磁石。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、R - T - B系永久磁石に関する。

【背景技術】

【0002】

特許文献 1 には、残留磁束密度および保磁力が高く、耐食性および製造安定性に優れた R - T - B系永久磁石が開示されている。

【0003】

特許文献 2 には、残留磁束密度および保磁力が高い R - T - B系永久磁石が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【文献】特開 2017 - 73465 号公報

【文献】特開 2018 - 93202 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、Co の含有量が少なくても磁気特性（残留磁束密度 B_r 、保磁力 $H_c J$ 、角形比 $H_k / H_c J$ ）および耐食性が優れた R - T - B系永久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】

【0006】

上記の目的を達成するため、本発明の R - T - B系永久磁石は、
R が Nd および Pr から選択される 1 種以上、および、Dy および Tb から選択される 1 種以上を含む希土類元素、T が Fe および Co であり、B がホウ素である R - T - B系永久磁石であって、

前記 R - T - B系永久磁石は、さらに Zr を含み、

前記 R - T - B系永久磁石全体を 100 質量% として、

Nd, Pr, Dy および Tb の合計含有量が 30.00 質量% ~ 32.20 質量%、

Co の含有量が 0.30 質量% ~ 1.30 質量%、

Zr の含有量が 0.21 質量% ~ 0.85 質量%、

B の含有量が 0.90 質量% ~ 1.02 質量% であることを特徴とする。

【0007】

10

20

30

40

50

本発明の R - T - B 系永久磁石は、上記の範囲内の組成を有することで、C o の含有量が少なくとも磁気特性および耐食性が良好な R - T - B 系永久磁石となる。

【0008】

前記 R - T - B 系永久磁石は、さらに C u を含んでもよく、C u の含有量が 0 . 1 0 質量% ~ 0 . 5 5 質量% であってもよい。

【0009】

前記 R - T - B 系永久磁石は、さらに M n を含んでもよく M n の含有量が 0 . 0 2 質量% ~ 0 . 1 0 質量% であってもよい。

【0010】

前記 R - T - B 系永久磁石は、さらに A l を含んでもよく、A l の含有量が 0 . 0 7 質量% ~ 0 . 3 5 質量% であってもよい。

10

【0011】

前記 R - T - B 系永久磁石は、さらに G a を含んでもよく、G a の含有量が 0 . 0 2 質量% ~ 0 . 1 5 質量% であってもよい。

【0012】

重希土類元素の含有量が 2 . 0 質量% 以下であってもよい。

【0013】

磁石表面から内部に向かって低下する重希土類元素の濃度勾配を有していてもよい。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石の模式図である。

20

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、本発明を、図面に示す実施形態に基づき説明する。

【0016】

< R - T - B 系永久磁石 >

本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石は、 $R_2T_{14}B$ 型結晶構造を有する結晶粒子からなる主相粒子を有する。さらに、隣り合う 2 つ以上の主相粒子によって形成される粒界を有する。

【0017】

本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石の形状には特に制限はない。

30

【0018】

本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石は、複数の特定の元素を特定の範囲の含有量で含有させることで、残留磁束密度 B_r 、保磁力 $H_c J$ 、角形比 $H_k / H_c J$ および耐食性を向上させることができる。

【0019】

また、本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石は、重希土類元素の濃度が、前記 R - T - B 系永久磁石 1 の外側から内側に向かって低下する濃度分布を有してもよい。重希土類元素の種類には特に制限はない。例えば D_y または T_b であってもよく、 T_b であってもよい。すなわち、本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石は、R として軽希土類元素および重希土類元素の両方を含む。

40

【0020】

具体的には、図 1 で示すように、本実施形態に係る直方体形状の R - T - B 系永久磁石 1 は表面部および中心部を有し、表面部における重希土類元素の含有量を、中心部における重希土類元素の含有量よりも 2 % 以上高くすることができ、5 % 以上高くすることができ、10 % 以上高くすることができる。なお、前記表面部とは、R - T - B 系永久磁石 1 の表面をいう。例えば、図 1 の POINT C、C' (図 1 の互いに向かい合う表面の重心) は表面部である。前記中心部とは、R - T - B 系永久磁石 1 の中心をいう。例えば、R - T - B 系永久磁石 1 の厚みの半分の部分をいう。例えば、図 1 の POINT M (POINT C と POINT C' との midpoint) は中心部である。なお、図 1 の POINT C

50

、C´は、R - T - B系永久磁石1の表面のうち最も面積が広い表面の重心、および当該表面に向かい合う表面の重心であってもよい。

【0021】

一般に希土類元素は軽希土類元素と重希土類元素とに分類される。本実施形態に係るR - T - B系永久磁石における軽希土類元素はSc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Euであり、重希土類元素はGd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Luである。

【0022】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石に前述の重希土類元素の濃度分布を形成させる方法に特に制限はない。例えば、後述する重希土類元素の粒界拡散によりR - T - B系永久磁石内に重希土類元素の濃度分布を形成させることができる。

10

【0023】

また、本実施形態に係るR - T - B系永久磁石の主相粒子は、コアと、コアを被覆するシェルとからなるコアシェル粒子であってもよい。そして、少なくともシェルには重希土類元素が存在してもよく、DyまたはTbが存在してもよく、Tbが存在していてもよい。

【0024】

重希土類元素をシェルに存在させることで、効率的にR - T - B系永久磁石の磁気特性を向上させることができる。

【0025】

本実施形態においては、軽希土類元素（例えばNd, Pr）に対する重希土類元素（例えばDy, Tb）の割合（重希土類元素 / 軽希土類元素（モル比））が、主相粒子中心部（コア）における前記割合の2倍以上となっている部分をシェルと規定する。

20

【0026】

シェルの厚みには特に制限はないが、平均で500nm以下であってもよい。また、主相粒子の粒径にも特に制限はないが、平均で1.0µm以上6.5µm以下であってもよい。

【0027】

主相粒子を上記のコアシェル粒子とする方法には特に制限はない。例えば、後述する粒界拡散による方法がある。重希土類元素が粒界に拡散し、当該重希土類元素が主相粒子の表面の希土類元素Rと置換することで重希土類元素の割合が高いシェルが形成され、前記のコアシェル粒子となる。

30

【0028】

Rは少なくともNdおよびPrから選択される1種以上、および、DyおよびTbから選択される1種以上を含む希土類元素である。また、Rとして少なくともNdおよびTbを含むことが好ましい。

【0029】

TはFeおよびCoである。

【0030】

Bは、ホウ素である。また、R - T - B系永久磁石のBサイトに含まれるホウ素の一部が炭素（C）に置換されていてもよい。

【0031】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石におけるNd, Pr, DyおよびTbの合計含有量（TRE）は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、30.00質量%以上32.20質量%以下である。TREが少なすぎる場合には、HcJが低下する。TREが多すぎる場合にはBrが低下する。

40

【0032】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石におけるNdおよびPrの合計含有量には特に制限はないが、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、29.27質量%以上31.27質量%以下であってもよい。

【0033】

本実施形態のR - T - B系永久磁石は、Rとして少なくともNdおよびPrを含有して

50

もよい。Prの含有量は0.0質量%以上10.0質量%以下であってもよい。さらに、0.0質量%以上7.6質量%以下であってもよい。また、Prの含有量が10.0質量%以下である場合にはHcJの温度変化率が小さくなる。特に高温でのHcJを高くする観点からはPrの含有量を0.0質量%～7.6質量%とするのが好ましい。

【0034】

本実施形態のR-T-B系永久磁石は、Prの含有量が5.8質量%以上であってもよく、5.8質量%未満であってもよい。Prの含有量が5.8質量%以上である場合にはHcJが向上する。Prの含有量が5.8質量%未満である場合には、HcJの温度変化率が小さくなる。

【0035】

Prの含有量が5.8質量%以上である場合には、Prの含有量が5.8質量%以上7.6質量%以下であってもよい。また、Pr/(Nd+Pr)が質量比で0.19以上0.25以下であってもよい。Prの含有量、および/または、Pr/(Nd+Pr)が上記の範囲内である場合には、HcJが向上する。

【0036】

Prを意図的に含まなくてもよい。Prを意図的に含まないことで、HcJの温度変化率が特に優れ、高温でのHcJが高くなる。なお、Prを意図的に含まない場合には、不純物としてPrを0.2質量%未満、含んでもよく、0.1質量%以下、含んでもよい。

【0037】

また、本実施形態のR-T-B系永久磁石は、R-T-B系永久磁石全体の質量を100質量%として、重希土類元素（例えば、DyおよびTbから選択される1種以上）を合計で2.0質量%以下、含んでもよい。重希土類元素としては実質的にTbのみを含んでもよい。重希土類元素の含有量が合計で2.0質量%以下であると、Brを良好にしやすい。また、高価である重希土類元素の含有量を小さくすることで、R-T-B系永久磁石を低コストで製造しやすくなる。

【0038】

Coの含有量は、R-T-B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.30質量%以上1.3質量%以下である。0.30質量%以上0.43質量%以下であってもよい。本実施形態では、高価であるCoを少なくしても高い耐食性を有するR-T-B系永久磁石を得ることができる。その結果、耐食性の高いR-T-B系永久磁石を低コストで製造しやすくなる。Coが少なすぎる場合には、Zrの含有量を後述する範囲内としても耐食性が低下する。Coが多すぎる場合には、耐食性改善の効果が頭打ちとなるとともに高コストとなる。

【0039】

Feの含有量はR-T-B系永久磁石の実質的な残部である。実質的な残部であるとは、前述のRおよびCoと、後述のB、Zr、Mおよび他元素と、を除いた残部であるという意味である。

【0040】

本実施形態に係るR-T-B系永久磁石におけるBの含有量は、R-T-B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.90質量%以上1.02質量%以下である。0.92質量%以上1.00質量%以下であってもよい。Bが少なすぎる場合にはHk/HcJが低下しやすくなる。Bが多すぎる場合には、HcJが低下しやすくなる。

【0041】

本実施形態に係るR-T-B系永久磁石は、さらにZrを含む。Zrの含有量は、R-T-B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.21質量%以上0.85質量%以下である。Zrを上記の範囲内で含有することで、焼結時の異常粒成長を抑制し、Hk/HcJおよび低磁場下での着磁率が改善される。そして、Coの含有量を上記の範囲内としても耐食性を良好にすることができる。Zrが少なすぎる場合には、焼結時に異常粒成長が生じやすくなり、Hk/HcJおよび低磁場下での着磁率が悪化する。さらに、耐食性が低下する。Zrが多すぎる場合には、BrおよびHk/HcJが低下しやすくなる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 2 】

Zr / Co比は0.31以上1.98以下であってもよい。さらに、0.48以上、1.40以下であってもよく、0.73以上1.40以下であってもよい。Zr / Co比を上記の範囲内で含有することで、高価であるCoを少なくしても高い耐食性を有するR - T - B系永久磁石を得ることができる。その結果、耐食性の高いR - T - B系永久磁石を低コストで製造しやすくなる。Zr / Co比が大きすぎる場合には、Zrの含有量を上記の範囲内としても耐食性が低下する。Zr / Co比が小さすぎる場合には、耐食性改善の効果が頭打ちとなるとともに高コストとなる。特に、Zr / Co比が0.48以上1.40以下であることにより、HcJおよびBrが大きくなる傾向がある。

【 0 0 4 3 】

一般的に、R - T - B系永久磁石の粒界相にはRの質量濃度が主相よりも多いRリッチ相が含まれる。水蒸気による磁石の腐食では、腐食反応で発生する水素が磁石中の粒界に存在するRリッチ相に吸蔵される。そして、水素がRリッチ相に吸蔵されることにより、Rリッチ相に含まれるRが水酸化物に変化しやすくなる。Rリッチ相に含まれるRが水酸化物に変化することで、Rリッチ相の体積が膨張する。Rリッチ相の体積が膨張することで主相粒子の脱落が生じる。そして、主相粒子の脱落により、腐食が加速度的に磁石内部に進行していくと考えられる。

【 0 0 4 4 】

ここで、R - T - B系永久磁石におけるZrの含有量が0.21質量%以上である場合には、R - T - B系永久磁石におけるZrの含有量が0.21質量%未満である場合と比較して、Rリッチ相におけるRの質量濃度が低下しやすく、かつ、Feの質量濃度およびZrの質量濃度が増加しやすくなる。R - T - B系永久磁石がCuを含む場合には、Rリッチ相におけるCuの質量濃度も増加しやすくなる。R - T - B系永久磁石におけるZrの含有量が0.21質量%未満である場合には、Rリッチ相におけるRの質量濃度が65質量%以上となりやすい。これに対し、Zrの含有量が0.21質量%以上である場合には、Rリッチ相におけるRの質量濃度が低くなりやすく、例えば55質量%以下となりやすい。

【 0 0 4 5 】

そして、Rの質量濃度が比較的 low、Fe, ZrおよびCuの各元素の質量濃度が比較的高いRリッチ相を含む場合には、Rの質量濃度が65質量%以上でありFe, ZrおよびCuの各元素の質量濃度が比較的 lowなRリッチ相を含む場合と比較して、水素が吸蔵されにくくなる。その結果、Coの含有量を少なくしても高い耐食性を有するR - T - B系永久磁石を得ることができる。

【 0 0 4 6 】

なお、Zrの含有量は0.25質量%以上0.65質量%以下であってもよく、0.31質量%以上0.60質量%以下であってもよい。特にZrの含有量を0.25質量%以上とすることで、焼結安定温度範囲が広がる。すなわち、焼結時において異常粒成長抑制効果がさらに大きくなる。そして、特性のパラツキが小さくなり、製造安定性が向上する。

【 0 0 4 7 】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は、さらにMを含んでも良い。MはCu, Mn, Al, Gaから選択される少なくとも1種である。Mの含有量には特に制限はない。Mを含まなくてもよい。R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0質量%以上1.3質量%以下であってもよい。

【 0 0 4 8 】

Cuの含有量には特に制限はない。Cuを含有しなくてもよい。Cuの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.10質量%以上0.55質量%以下であってもよく、0.14質量%以上0.53質量%以下であってもよく、0.20質量%以上0.50質量%以下であってもよい。Cuが少ない場合には、BrおよびHcJが低下しやすい。さらに、耐食性も低下しやすい。Cuが多い場合には、HcJが低下

10

20

30

40

50

しやすい。

【0049】

Mnの含有量には特に制限はない。Mnを含有しなくてもよい。Mnの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.02質量%以上0.10質量%以下であってもよく、0.02質量%以上0.06質量%以下であってもよく、0.02質量%以上0.04質量%以下であってもよい。Mnが少ない場合にはBrおよびHcJが低下しやすくなる。Mnが多い場合には、HcJが低下しやすくなる。

【0050】

Alの含有量には特に制限はない。Alを含有しなくてもよい。Alの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.07質量%以上0.35質量%以下であってもよく、0.10質量%以上0.30質量%以下であってもよく、0.15質量%以上0.23質量%以下であってもよい。Alが少ない場合には、HcJが低下しやすくなる。さらに、後述する製造時の時効温度や粒界拡散後の熱処理温度の変化に対する磁気特性(特にHcJ)の変化が大きくなり、製造安定性が低下しやすくなる。Alが多い場合には、Brが低下しやすくなる。

10

【0051】

Gaの含有量には特に制限はない。Gaを含有しなくてもよい。Gaの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.02質量%以上0.15質量%以下であってもよく、0.04質量%以上0.15質量%以下であってもよい。Gaが少ない場合には、HcJが低下しやすい。Gaが多い場合には、粒界にR - T - Ga相などの副相が含まれやすくなり、Brが低下しやすくなる。

20

【0052】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は、上記したNd, Pr, Dy, Tb, T, B, C, ZrおよびM以外の元素を他元素として含んでもよい。他元素の含有量には特に制限はなく、R - T - B系永久磁石の磁気特性や耐食性に大きな影響を与えない量であればよい。例えば、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、合計で1.0質量%以下であってもよい。なお、Nd, Pr, DyおよびTb以外の希土類元素の含有量は合計で0.3質量%以下であってもよい。

【0053】

以下、他元素の一例として炭素(C)、窒素(N)および酸素(O)の含有量について述べる。

30

【0054】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石におけるCの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.15質量%以下であってもよく、0.13質量%以下、または0.11質量%以下であってもよい。また、Cの含有量は、0.06質量%以上0.15質量%以下、0.06質量%以上0.13質量%以下、0.06質量%以上0.11質量%以下であってもよい。Cの含有量を0.15質量%以下とすることでHcJが向上する傾向にある。特にHcJを向上させる観点からは、Cの含有量を0.11質量%以下としてもよい。また、Cの含有量が0.06質量%未満であるR - T - B系永久磁石を製造することはプロセスに対する負荷が大きい。したがって、Cの含有量が0.06質量%未満であるR - T - B系永久磁石は低コストで製造しにくい。なお、特にHk/HcJを向上させる観点からは、Cの含有量を0.10質量%以上0.15質量%以下としてもよい。

40

【0055】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石におけるNの含有量は、R - T - B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.12質量%以下であってもよく、0.11質量%以下、または0.105質量%以下であってもよい。また、0.025質量%以上0.12質量%以下、0.025質量%以上0.11質量%以下、0.025質量%以上0.105質量%以下であってもよい。Nの含有量が少ないほどHcJが向上しやすくなる。また、Nの含有量が0.025質量%未満であるR - T - B系永久磁石を製造することはプ

50

プロセスに対する負荷が大きい。したがって、Nの含有量が0.025質量%未満であるR-T-B系永久磁石は低コストで製造しにくい。

【0056】

本実施形態に係るR-T-B系永久磁石におけるOの含有量は、R-T-B系永久磁石全体の質量を100質量%として、0.10質量%以下であってもよく、0.08質量%以下であってもよく、0.07質量%以下であってもよく、0.05質量%以下であってもよい。また、0.035質量%以上0.05質量%以下であってもよい。また、Oの含有量が0.035質量%未満であるR-T-B系永久磁石を製造することはプロセスに対する負荷が大きい。したがって、Oの含有量が0.035質量%未満であるR-T-B系永久磁石は低コストで製造しにくい。

10

【0057】

なお、本実施形態に係るR-T-B系永久磁石中に含まれる各種成分の測定法は、従来から一般的に知られている方法を用いることができる。各種元素量については、例えば、蛍光X線分析および誘導結合プラズマ発光分光分析（ICP分析）等により測定される。Oの含有量は、例えば、不活性ガス融解-非分散型赤外線吸収法により測定される。Cの含有量は、例えば、酸素気流中燃焼-赤外線吸収法により測定される。Nの含有量は、例えば、不活性ガス融解-熱伝導度法により測定される。

【0058】

本実施形態に係るR-T-B系永久磁石の形状には特に制限はない。例えば、直方体などの形状が挙げられる。

20

【0059】

以下、R-T-B系永久磁石の製造方法について詳しく説明していくが、R-T-B系永久磁石の製造方法はこれに制限されず、その他の公知の方法を用いてもよい。

【0060】

[原料粉末の準備工程]

原料粉末は、公知の方法により作製することができる。本実施形態では、単独の合金を使用する1合金法の場合について説明するが、組成の異なる2種類以上の合金を混合して原料粉末を作製するいわゆる2合金法でもよい。

【0061】

まず、R-T-B系永久磁石の原料合金を準備する（合金準備工程）。合金準備工程では、本実施形態に係るR-T-B系永久磁石の組成に対応する原料金属を公知の方法で溶解した後、鑄造することによって所望の組成を有する原料合金を作製する。

30

【0062】

原料金属としては、例えば、希土類元素の単体、Fe、Co、Cu等の金属元素の単体、複数種類の金属からなる合金（例えばFe-Co合金）、または複数種類の元素からなる化合物（例えばフェロポロン）等を適宜、使用することができる。原料金属から原料合金を鑄造する鑄造方法には特に制限はない。磁気特性の高いR-T-B系永久磁石を得るためにストリップキャスト法を用いてもよい。得られた原料合金は、必要に応じて既知の方法で均質化処理を行ってもよい。

【0063】

前記原料合金を作製した後、粉碎する（粉碎工程）。なお、粉碎工程から焼結工程までの各工程の雰囲気は、高い磁気特性を得る観点から、低酸素濃度とすることができる。例えば、各工程での雰囲気中の酸素濃度を200ppm以下としてもよい。各工程の雰囲気中の酸素濃度を制御することで、R-T-B系永久磁石におけるOの含有量を制御することができる。

40

【0064】

以下、前記粉碎工程として、粒径が数百 μm ～数mm程度になるまで粉碎する粗粉碎工程と、粒径が数 μm 程度になるまで微粉碎する微粉碎工程の2段階で実施する場合を以下に記述するが、微粉碎工程のみの1段階で実施してもよい。

【0065】

50

粗粉碎工程では、粒径が数百 μm ～数 mm 程度になるまで粗粉碎する。これにより、粗粉碎粉末を得る。粗粉碎の方法には特に限定はなく、水素吸蔵粉碎を行う方法や粗粉碎機を用いる方法など、公知の方法で行うことができる。水素吸蔵粉碎を行う場合、脱水素処理時の雰囲気中の窒素ガス濃度の制御を行うことで、R - T - B系永久磁石におけるNの含有量を制御することができる。

【0066】

次に、得られた粗粉碎粉末を平均粒子径が数 μm 程度になるまで微粉碎する（微粉碎工程）。これにより、微粉碎粉末（原料粉末）を得る。前記微粉碎粉末の平均粒径は、 $1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下、 $2\mu\text{m}$ 以上 $6\mu\text{m}$ 以下、または $2\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下であってもよい。微粉碎工程での雰囲気中の窒素ガス濃度の制御を行うことで、R - T - B系永久磁石

10

【0067】

微粉碎の方法には特に制限はない。例えば、各種微粉碎機を用いる方法で実施される。

【0068】

前記粗粉碎粉末を微粉碎する際、ラウリン酸アミド、オレイン酸アミド等の各種粉碎助剤を添加することにより、磁場中で加圧して成形する際に結晶粒子が特定の方向に配向しやすい微粉碎粉末を得ることができる。また、粉碎助剤の添加量を変化させることにより、R - T - B系永久磁石におけるCの含有量を制御することができる。

【0069】

[成形工程]

成形工程では、上記微粉碎粉末を目的の形状に成形する。成形方法には特に制限はない。本実施形態では、上記微粉碎粉末を金型内に充填し、磁場中で加圧する。これにより得られた成形体は、結晶粒子が特定方向に配向しているため、よりBrの高いR - T - B系永久磁石が得られる。

20

【0070】

成形時の加圧は、 20MPa 以上 300MPa 以下で行うことができる。印加する磁場は、 950kA/m 以上とすることができ、 950kA/m 以上 1600kA/m 以下とすることもできる。印加する磁場は静磁場に限定されず、パルス状磁場とすることもできる。また、静磁場とパルス状磁場とを併用することもできる。

【0071】

なお、成形方法としては、上記のように微粉碎粉末をそのまま成形する乾式成形の他、微粉碎粉末を油等の溶媒に分散させたスラリーを成形する湿式成形を適用することもできる。

30

【0072】

微粉碎粉末を成形して得られる成形体の形状には特に制限はない。また、この時点での成形体の密度は $4.0\text{Mg/m}^3 \sim 4.3\text{Mg/m}^3$ とすることができる。

【0073】

[焼結工程]

焼結工程は、成形体を真空中または不活性ガス雰囲気中で焼結し、焼結体を得る工程である。焼結条件は、組成、粉碎方法、粒度と粒度分布の違い等、諸条件により調整する必要がある。例えば、成形体に対して、例えば、真空中または不活性ガス雰囲気中、 1000 以上 1200 以下、1時間以上20時間以下で加熱する処理を行うことにより焼結する。上記の焼結条件で焼結することにより、高密度の焼結体を得られる。本実施形態では、少なくとも 7.45Mg/m^3 以上の密度の焼結体を得る。焼結体の密度は 7.50Mg/m^3 以上であってもよい。

40

【0074】

[時効処理工程]

時効処理工程は、焼結体を焼結温度より低温で熱処理（時効処理）する工程である。時効処理を行うか否かには特に制限はなく、時効処理の回数にも特に制限はなく、所望の磁気特性に応じて適宜実施する。また、後述する粒界拡散工程が時効処理工程を兼ねてもよ

50

い。以下、時効処理を2回行う実施形態について説明する。

【0075】

1回目の時効工程を第一時効工程、2回目の時効工程を第二時効工程とし、第一時効工程の時効温度をT1、第二時効工程の時効温度をT2とする。

【0076】

第一時効工程におけるT1および時効時間には、特に制限はない。T1は700以上900以下とすることができる。時効時間は1時間以上10時間以下とすることができる。

【0077】

第二時効工程におけるT2および時効時間には、特に制限はない。T2は450以上700以下とすることができる。時効時間は1時間以上10時間以下とすることができる。

10

【0078】

このような時効処理によって、最終的に得られるR-T-B系永久磁石の磁気特性、特にHcJを向上させることができる。

【0079】

[加工工程(粒界拡散前)]

必要に応じて、本実施形態に係る焼結体を所望の形状に加工する工程を有してもよい。加工方法は、例えば切断、研削などの形状加工や、パレル研磨などの面取り加工などが挙げられる。

20

【0080】

[粒界拡散工程]

粒界拡散工程は、焼結体の表面に、拡散材を付着させ、拡散材が付着した焼結体を加熱することにより、実施できる。そして、R-T-B系永久磁石が得られる。本実施形態では、拡散材の種類には特に制限はない。拡散材が重希土類元素(例えばTbおよび/またはDy)を含んでいてもよく、拡散材が下記の第1成分~第3成分を全て含んでもよい。第1成分は、Tbの水素化物および/またはDyの水素化物である。第2成分は、Ndの水素化物および/またはPrの水素化物である。第3成分は、Cuの単体、Cuを含む合金、および/または、Cuを含む化合物である。

【0081】

拡散工程では、温度上昇に伴い、磁石基材(焼結体)の粒界に存在する希土類元素Rの濃度が高い粒界相が液相となり、その液相へ拡散材が溶解することにより、拡散材の成分が磁石基材の表面から磁石基材の内部へと拡散する。仮に拡散材として、重希土類元素RHの水素化物が用いられた場合、磁石基材の表面に付着したRH水素化物は、温度上昇により脱水素反応が起こった際に、磁石基材から表面に染み出してきた液相に対して急激に溶解し易い。その結果、磁石基材の表面付近においてRHの濃度が急上昇し、磁石基材の表面近傍に位置する主相粒子内部へのRHの拡散が起こりやすくなる。その結果、RHは磁石基材の表面近傍に位置する主相粒子内部に停滞しやすくなり、磁石基材の内部へ拡散し難い。そのため、磁石内部に拡散するRHが少なくなり、永久磁石の保磁力の伸びが少なくなる。

30

40

【0082】

拡散材が、第1成分(重希土類元素RH)、第2成分(軽希土類元素RL)及び第3成分(Cu)を含む場合、磁石基材で発生したRの濃度が高い液相が表面の拡散材近傍まで染み出してきた際、CuとRの共晶温度が低いため、拡散材に含まれるCuが液相に対して先に溶解しやすい。そのため、最初に液相に対するCuの溶解が起こり、磁石基材表面付近の液相中のCu濃度が上昇する。その結果、磁石基材表面付近にR-Cuリッチ液相が生成し、さらに磁石基材内部の液相へとCuが拡散していく。第2成分であるRLと第1成分であるRHについては、水素化物の脱水素反応が起こった後にR-Cuリッチ液相への溶解が生じる。第2成分であるRLとCuの共晶温度は500付近、第1成分であるRHとCuの共晶温度は700~800付近である。そのため、Cuに続いて第2成

50

分である R L が磁石基材表面付近の R - C u リッチ液相に対して溶解し、その後、第 1 成分である R H が溶解する順序となる。C u に続いて第 2 成分である R L が溶解することにより、C u の磁石内部への拡散が促進され、磁石基材の粒界内に R - C u リッチ液相が生成する。

【 0 0 8 3 】

第 1 成分 (R H)、第 2 成分 (R L) 及び第 3 成分 (C u) のうち第 1 成分 (R H) は液相中に最後に溶解し易い。したがって、第 1 成分に由来する R H は、C u、R L に続いて磁石基材内部の液相へ拡散していくため、C u、R L がいない場合と比べて、磁石基材表面近傍での R H 濃度の急上昇が抑えられる。そのため、磁石基材の表面近傍に位置する主相粒子内部への R H の拡散を抑制することができる。その結果、磁石内部に拡散する R H が多くなり、永久磁石の保磁力が向上しやすいという効果が得られる。

10

【 0 0 8 4 】

拡散材は、上記の第 1 成分 ~ 第 3 成分に加えて溶媒を含むスラリーであってもよい。スラリーに含まれる溶媒は、水以外の溶媒であってもよい。例えば、アルコール、アルデヒド、ケトン等の有機溶媒であってもよい。さらに、拡散材は、バインダを含んでもよい。バインダの種類には特に制限はない。例えば、アクリル樹脂等の主旨をバインダとして含んでもよい。バインダを含むことにより、拡散材が焼結体の表面に付着しやすくなる。

【 0 0 8 5 】

拡散材は、上記の第 1 成分 ~ 第 3 成分に加えて溶媒およびバインダを含むペーストであってもよい。ペーストは、流動性および高い粘性を有する。ペーストの粘性は、スラリーの粘性よりも高い。

20

【 0 0 8 6 】

粒界拡散前にスラリーまたはペーストを付着させた焼結体を乾燥させて溶媒を除去してもよい。

【 0 0 8 7 】

本実施形態に係る粒界拡散工程における拡散処理温度は、R L と C u の共晶温度以上であってよく、焼結温度未満であってよい。例えば、拡散処理温度は、800 以上 950 以下であってよい。粒界拡散工程では、拡散処理温度よりも低い温度から拡散処理温度に至るまで、磁石基材の温度を徐々に上昇させてよい。

【 0 0 8 8 】

基材の温度が拡散処理温度で維持される時間 (拡散処理時間) は、例えば、1 時間以上 50 時間以下であってよい。拡散処理工程における基材周囲の雰囲気は、非酸化的雰囲気であってよい。非酸化的雰囲気は、例えば、アルゴン等の希ガスであってよい。拡散工程における磁石基材周囲の雰囲気の圧力は、1 k P a 以下であってよい。このような減圧雰囲気とすることで、水素化物の脱水素反応が促進され、液相への拡散材の溶解が進行しやすい。

30

【 0 0 8 9 】

また、拡散処理後に、さらに熱処理を施してもよい。その場合の熱処理温度は 450 以上 600 以下としてもよい。熱処理時間は 1 時間以上 10 時間以下としてもよい。このような熱処理を行うことによって、最終的に得られる R - T - B 系永久磁石の磁気特性、特に H c J を向上させることができる。

40

【 0 0 9 0 】

また、本実施形態に係る R - T - B 系永久磁石の製造安定性は、例えば、粒界拡散工程における拡散処理温度および / または重希土類拡散後の熱処理温度の変化に対する磁気特性の変化量の大きさで確認できる。

【 0 0 9 1 】

[加工工程 (粒界拡散後)]

粒界拡散工程の後には、R - T - B 系永久磁石の表面に残存する拡散材を除去するために研磨を行ってもよい。また、R - T - B 系永久磁石に対してその他の加工を行ってもよい。例えば切断、研削などの形状加工や、バレル研磨などの面取り加工などの表面加工を

50

行ってもよい。

【0092】

なお、本実施形態では、粒界拡散前および粒界拡散後の加工工程を行っているが、これらの工程は、必ずしも行う必要はない。また、粒界拡散工程が時効工程を兼ねてもよい。粒界拡散工程が時効工程を兼ねる場合の加熱温度には、特に限定はない。粒界拡散工程において好ましい温度であり、かつ、時効工程においても好ましい温度で実施することが特に好ましい。

【0093】

特に、粒界拡散を行った後のR - T - B系永久磁石は、重希土類元素の濃度が、R - T - B系永久磁石の外側から内側に向かって低下する濃度分布を有しやすい。また、粒界拡散を行った後のR - T - B系永久磁石に含まれる主相粒子は上記のコアシェル構造を有しやすい。

10

【0094】

このようにして得られる本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は、所望の特性を有する。具体的には、 B_r 、 $H_c J$ および $H_k / H_c J$ が高く、耐食性と製造安定性も優れている。さらに、温度特性も良好であり、高温での $H_c J$ も高く、温度上昇に対する $H_c J$ の低下が小さい。

【0095】

以上の方法により得られた本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は、着磁することにより、磁気を帯びたR - T - B系永久磁石となる。

20

【0096】

本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は、モーター、発電機等の用途に好適に用いられる。

【0097】

なお、本発明は、上述した実施形態に制限されるものではなく、本発明の範囲内で種々に改変することができる。

【0098】

R - T - B系永久磁石の製造方法は上記の方法に制限されず、適宜変更してもよい。例えば、上記のR - T - B系永久磁石の製造方法は焼結による製造方法であるが、本実施形態に係るR - T - B系永久磁石は熱間加工によって製造されていてもよい。熱間加工によってR - T - B系永久磁石を製造する方法は、以下の工程を有する。

30

(a) 原料金属を溶解し、得られた浴湯を急冷して薄帯を得る溶解急冷工程

(b) 薄帯を粉砕してフレーク状の原料粉末を得る粉砕工程

(c) 粉砕した原料粉末を冷間成形する冷間成形工程

(d) 冷間成形体を予備加熱する予備加熱工程

(e) 予備加熱した冷間成形体を熱間成形する熱間成形工程

(f) 熱間成形体を所定の形状に塑性変形させる熱間塑性加工工程。

(g) R - T - B系永久磁石を時効処理する時効処理工程

なお、時効処理工程以降の工程は焼結により製造する場合と同様である。

【実施例】

40

【0099】

以下、本発明を、さらに詳細な実施例に基づき説明するが、本発明は、これら実施例に限定されない。

【0100】

(R - T - B系永久磁石の作製)

ストリップキャスト法により、最終的に得られるR - T - B系永久磁石の組成が表1～表3に示す各試料の組成となるように原料合金を作製した。なお、表1および表2に記載の実験例では、全てPrの含有量が0質量%であった。表1～表3に記載していない他元素としてO、N、C、H、Si、Ca、La、Ce、Cr等が検出される場合がある。Siは主にフェロボロン原料および合金溶解時のるつぼから混入する。Ca、La、Ceは

50

希土類の原料から混入する。また、Crは電解鉄から混入する可能性がある。表1～表3においてFeの含有量をbal.と記載しているのは、Feの含有量がこれらの他元素を含むR-T-B系永久磁石全体を100質量%とした場合の残部であることを示すためである。

【0101】

次いで、前記原料合金に対して室温で1時間、水素ガスをフローさせて水素を吸蔵させた。次いで雰囲気をArガスに切り替え、600で1時間、脱水素処理を行い、原料合金を水素吸蔵粉砕した。

【0102】

次いで、原料合金の粉末に対し、質量比で0.1%のオレイン酸アミドを粉砕助剤として添加し、ナウタミキサを用いて混合した。

10

【0103】

次いで、衝突板式のジェットミル装置を用いて窒素気流中で微粉砕し、平均粒径が3.0μm程度である微粉(原料粉末)を得た。なお、前記平均粒径は、レーザ回折式の粒度分布計で測定した平均粒径D50である。

【0104】

得られた微粉を磁界中で成形して成形体を作製した。このときの印加磁場は1200kA/mの静磁界である。また、成形時の加圧力は120MPaとした。なお、磁界印加方向と加圧方向とを直交させるようにした。

【0105】

次に、前記成形体を焼結し、焼結体を得た。焼結条件は、組成等により最適条件が異なるが、1030～1070の範囲内で4時間保持とした。焼結雰囲気は真空中とした。このとき焼結密度は7.51Mg/m³～7.55Mg/m³の範囲にあった。その後、Ar雰囲気、大気圧中で、第一時効温度T1=850で1時間の第一時効処理を行い、さらに、第二時効温度T2=520～540で1時間の第二時効処理を行った。以上より、表1および表2に示す各試料の焼結体を得た。

20

【0106】

(拡散材ペーストの作製)

次に、粒界拡散に用いる拡散材ペーストを作製した。

【0107】

まず、純度99.9%の金属Tbに対して室温で水素ガスをフローさせて水素を吸蔵させた。次いで雰囲気をArガスに切り替え、600で1時間、脱水素処理を行い、金属Tbを水素吸蔵粉砕した。次に、粉砕助剤として、ステアリン酸亜鉛を金属Tb100質量%に対して0.05質量%を添加し、ナウタミキサを用いて混合した。その後、酸素3000ppmを含んだ雰囲気中、ジェットミルを用いて微粉砕を行い、平均粒径が10.0μm程度であるTb水素化物の微粉砕粉末を得た。

30

【0108】

次に、純度99.9%の金属Ndから平均粒径が10.0μm程度であるNd水素化物の微粉砕粉末を得た。Nd水素化物の微粉砕粉末を得る方法はTb水素化物の微粉砕粉末を得る方法と同一である。

40

【0109】

Tb水素化物の微粉砕粉末46.8質量部と、Nd水素化物の微粉砕粉末17.0質量部と、金属Cu粉末11.2質量部と、アルコール23質量部と、アクリル樹脂2質量部と、を混練し、拡散材ペーストを作製した。なお、アルコールは溶媒であり、アクリル樹脂はバインダである。

【0110】

(拡散材ペーストの塗布および熱処理)

上記の焼結体を、縦11mm×横11mm×厚み4.2mm(磁化容易軸方向厚み4.2mm)に加工した。そして、エタノール100質量%に対し硝酸3質量%とした硝酸とエタノールとの混合溶液に3分間浸漬させた後にエタノールに1分間浸漬するエッチング

50

処理を行った。混合溶液に3分間浸漬させた後にエタノールに1分間浸漬させるエッチング処理は2回行った。

【0111】

次いで、エッチング処理後の焼結体の全面に対し、上記の拡散材ペーストを塗布した。拡散材ペーストの塗布量は、焼結体100質量%に対するTbの質量(Tb塗布量)が表1～表3に記載の質量割合となるようにした。

【0112】

次に、拡散材ペーストを塗布した焼結体を160のオープン中に置き、拡散材ペースト中の溶媒を除去した。そして、大気圧(1atm)でArをフローしながら930で18時間、加熱した。その後、大気圧でArをフローしながら520～540で4時間、加熱した。以上より、表1～表3に示す各試料のR-T-B系永久磁石を得た。

10

【0113】

R-T-B系永久磁石の表面を各面あたり0.1mm削り落とした後に、組成、磁気特性および耐食性を評価した。

【0114】

R-T-B系永久磁石をパーティクルにより縦11mm×横11mm×厚さ4.2mm(磁化容易軸方向が4.2mm)に加工し、BHトレーサーで室温での磁気特性の評価を行った。なお、磁気特性の測定前に4000kA/mのパルス磁場によりR-T-B系永久磁石を着磁した。また、R-T-B系永久磁石の厚みが薄いため、磁石を3枚重ねて磁気特性を評価した。なお、本実施例ではHk/HcJは磁化J-磁場H曲線の第2象限(J-H減磁曲線)において、磁化がBrの90%となったときの磁場をHk(kA/m)として、Hk/HcJ×100(%)で計算した。また、147に加熱した場合のHcJも測定した。さらに、室温でのHcJと147でのHcJとの差の絶対値を室温でのHcJで割ることにより減磁率を求めた。

20

【0115】

なお、本実施例では、R-T-B系永久磁石のBrは1400mT以上を良好とした。R-T-B系永久磁石の室温でのHcJは1950kA/m以上を良好とした。R-T-B系永久磁石の147でのHcJは900kA/m以上を良好とした。R-T-B系永久磁石のHk/HcJは96.0%以上を良好とした。

【0116】

R-T-B系永久磁石のBr、室温でのHcJ、147でのHcJ、およびHk/HcJが全て良好である場合にR-T-B系永久磁石の磁気特性を可とした。Br、室温HcJ、147HcJおよびHk/HcJのいずれか一つ以上が良好ではない場合にR-T-B系永久磁石の磁気特性を不可とした。結果を表1～表3に示す。

30

【0117】

また、R-T-B系永久磁石に対し、耐食性試験を行った。耐食性試験は、飽和蒸気圧下におけるPCT試験(プレッシャークッカー試験: Pressure Cooker Test)により実施した。具体的には、R-T-B系永久磁石を2気圧、100%RHの環境下に1000時間において、試験前後での質量変化を測定した。R-T-B系永久磁石の表面積あたりの質量減少が3mg/cm²以下である場合に耐食性を可とした。R-T-B系永久磁石の表面積あたりの質量減少が3mg/cm²超である場合に耐食性を不可とした。

40

【0118】

50

【表 1】

表 1

	Nd (質量%)	Dy (質量%)	Tb (質量%)	TRF (質量%)	B (質量%)	Al (質量%)	Ge (質量%)	Cu (質量%)	Mn (質量%)	Zr (質量%)	Co (質量%)	Fe (質量%)	Zr/Co	Tb 濃布量 (質量%)	室溫 Br (mT)	室溫 HCl (kA/m)	147°C HCl (kA/m)	滲磁率 (%)	室溫 Hk/HcJ (%)	磁気特性	耐食性
実施例 1	30.27	0.00	0.78	31.05	0.96	0.23	0.02	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1423	1988	918	53.8	96.6	可	可
実施例 2	30.27	0.00	0.78	31.05	0.96	0.23	0.04	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1426	2020	943	53.3	97.0	可	可
実施例 3	30.27	0.00	0.78	31.05	0.96	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 4	30.27	0.00	0.79	31.06	0.96	0.23	0.15	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1421	2057	972	52.7	97.5	可	可
実施例 5	30.27	0.00	0.77	31.04	0.92	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1422	2052	968	52.8	96.8	可	可
実施例 6	30.27	0.00	0.78	31.05	0.96	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 7	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.24	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1416	2019	934	53.5	97.6	可	可
実施例 8	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 9	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.33	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1423	2057	972	52.7	97.3	可	可
比較例 1	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.38	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1421	2047	964	52.9	97.3	可	可
実施例 10	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.43	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1418	2036	955	53.1	97.2	可	可
実施例 11	30.27	0.00	0.76	31.03	0.95	0.23	0.08	0.53	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1416	2008	933	53.5	96.9	可	可
実施例 12	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.07	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1447	1988	918	53.8	97.2	可	可
実施例 13	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.15	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1439	2022	944	53.3	97.2	可	可
実施例 14	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
比較例 2	30.27	0.00	0.79	31.06	0.95	0.35	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1403	2078	989	52.4	97.0	可	可
比較例 3	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.21	bal.	1.90	1.0	1420	2048	965	52.9	97.1	可	不可
実施例 15	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.30	bal.	1.33	1.0	1421	2057	972	52.7	97.2	可	可
実施例 16	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 17	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.84	bal.	0.48	1.0	1427	2047	964	52.9	97.1	可	可
比較例 4	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.02	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1414	2048	960	53.0	97.0	可	可
実施例 18	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 19	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.10	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2039	958	53.0	97.0	可	可
比較例 5	30.27	0.00	0.76	31.03	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.15	0.43	bal.	0.35	1.0	1421	1978	910	54.0	96.3	可	不可
実施例 20	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.21	0.43	bal.	0.49	1.0	1422	2019	942	53.3	96.9	可	可
実施例 21	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.31	0.43	bal.	0.73	1.0	1423	2050	967	52.8	97.1	可	可
実施例 22	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 23	30.27	0.00	0.78	31.05	0.96	0.23	0.08	0.27	0.04	0.60	0.43	bal.	1.40	1.0	1424	2055	971	52.8	97.8	可	可
比較例 6	30.27	0.00	0.77	31.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.85	0.43	bal.	1.98	1.0	1409	2027	948	53.2	96.3	可	可
比較例 7	30.27	0.00	0.76	31.03	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	1.00	0.43	bal.	2.33	1.0	1378	1996	924	53.7	94.6	不可	可
実施例 24	29.27	0.00	0.77	30.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1441	2004	930	53.6	97.7	可	可
実施例 25	29.77	0.00	0.77	30.54	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1435	2027	948	53.2	97.4	可	可
実施例 26	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 27	31.27	0.00	0.78	31.55	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1418	2078	989	52.4	96.9	可	可
比較例 8	31.76	0.00	0.77	32.04	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1409	2093	1002	52.1	96.3	可	可
比較例 9	30.27	0.00	0.76	32.52	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1391	2105	1012	51.9	95.8	不可	可
実施例 28	29.27	0.96	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
比較例 10	29.27	0.96	0.77	31.00	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1403	2233	1124	49.7	96.8	可	可

10

20

30

40

【 0 1 1 9 】

50

【表 2】

表 2

	Nd (質量%)	Dy (質量%)	Tb (質量%)	TRE (質量%)	B (質量%)	Al (質量%)	Ga (質量%)	Cu (質量%)	Mn (質量%)	Zr (質量%)	Co (質量%)	Fe (質量%)	Zr/Co	Tb 添加量 (質量%)	室温 Br (mT)	室温 HcI (kA/m)	147℃ HcI (kA/m)	減磁率 (%)	室温 HK/HcI (%)	磁気特性	耐食性
実施例 3	30.27	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	52.7	97.2	可	可
実施例 2 9	30.27	0.00	0.62	30.89	0.95	0.23	0.08	0.23	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	0.8	1430	2004	930	53.6	97.6	可	可
実施例 3 0	30.27	0.00	0.47	30.74	0.95	0.23	0.08	0.18	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	0.6	1446	1904	854	55.1	97.8	可	可
実施例 3 1	30.27	0.00	0.31	30.58	0.95	0.23	0.08	0.14	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	0.4	1454	1807	784	56.6	97.8	可	可

【 0 1 2 0 】

10

20

30

40

50

【表 3】

	Nd (質量%)	Pr (質量%)	Dy (質量%)	Tb (質量%)	TRE (質量%)	B (質量%)	Al (質量%)	Ga (質量%)	Cu (質量%)	Mn (質量%)	Zr (質量%)	Co (質量%)	Fe (質量%)	Zr/Co (質量%)	Tb 塗布量 (質量%)	Br (mT)	HcJ (kA/m)	147℃ HcJ (kA/m)	Hk/HcJ (%)	耐食性
実施例 3	30.27	0.00	0.00	0.78	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1424	2059	974	97.2	可
実施例 3 2	24.56	5.72	0.00	0.77	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1422	2077	970	97.1	可
実施例 3 3	23.56	6.72	0.00	0.78	31.06	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1419	2083	968	97.1	可
実施例 3 4	22.68	7.60	0.00	0.77	31.05	0.95	0.23	0.08	0.27	0.04	0.40	0.43	bal.	0.93	1.0	1418	2088	966	97.0	可

表 3

10

20

30

40

【 0 1 2 1 】

表 1 には、R - T - B 系永久磁石の組成を変化させた点以外は同条件で実施した実施例および比較例を記載した。特定の範囲内の組成を有する各実施例は全て磁気特性および耐食性が良好であった。これに対し、特定の範囲外の組成を有する各比較例は磁気特性または耐食性が良好ではなかった。なお、減磁率は各実施例および比較例で大きな差は無かった。

【 0 1 2 2 】

表 2 には、焼結体の組成が同一であり、T b 塗布量を変化させた実施例を記載した。表 2 より、T b 塗布量が大きいほど B r が低下し、H c J が上昇し、H k / H c J が低下す

50

る傾向が見られた。なお、T b 塗布量を変化させても耐食性は良好に維持された。なお、減磁率はT b 塗布量が少ないほど上昇する傾向にあった。

【 0 1 2 3 】

表 3 には、実施例 3 の N d の一部を P r に置換させた実施例を記載した。表 3 より、P r の含有量が大きいほど室温での H c J が上昇するが 1 4 7 での H c J が低下する傾向が見られた。

【 0 1 2 4 】

なお、全ての実施例および比較例の R - T - B 系永久磁石について、電子プローブマイクロアナライザー (E P M A) を用いて T b 濃度分布を分析し、T b の濃度分布が、外側から内側に向かって低下する濃度分布であることを確認した。

10

【 符号の説明 】

【 0 1 2 5 】

1 ... R - T - B 系永久磁石

20

30

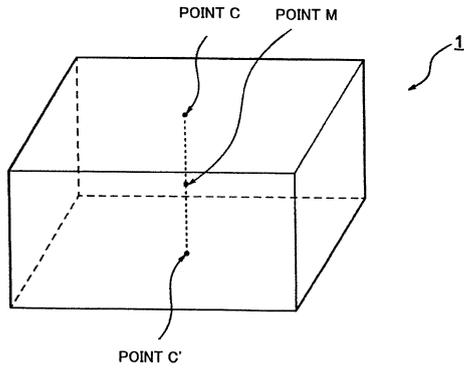
40

50

【面】

【 1】

1



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 国際公開第2013/191276(WO,A1)
国際公開第2009/004994(WO,A1)
特開2013-070062(JP,A)
特開2009-260338(JP,A)
国際公開第2017/068946(WO,A1)
特開2010-150604(JP,A)
特開2018-093202(JP,A)
- (58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)
- | | |
|------|-------|
| H01F | 1/057 |
| C22C | 38/00 |
| B22F | 3/00 |