受賞記念講演

高性能 Nd-Fe-B 磁石 (400kJ/m³) の実用化

金子 裕治, 徳原 宏樹, 笹川 泰英

住友特殊金属(株)ネオマックス事業部, 〒618-0013 大阪府三島郡島本町江川 2-15-17.

Developing and Mass-producing of Super High Performance 400kJ/m³ Nd-Fe-B Magnets

Yuji Kaneko, Koki Tokuhara and Yasuhide Sasakawa

NEOMAX Div., Sumitomo Special Metals Co., Ltd., 2-15-17 Egawa Shimamoto-cho Mishima-gun Osaka 618-0013.

Received October 20, 1999

SYNOPSIS

In order to obtain high energy Nd-Fe-B sintered magnets, extensive studies on processing technologies have been done; (1) Increasing the amount of Nd₂Fe₁₄B main phase with keeping the ability of densification through a liquid phase sintering, (2) Controlling the microstructure of sintered magnet to be dense, fine and uniform, (3) Achieving high orientation of Nd₂Fe₁₄B main phase grains.

With a new casting process for Nd-Fe-B alloy, improving the preparation of fine powders having a sharp distribution of particle size and to be better lubricating characteristics, and adopting the special CIP process, we have succeeded in obtaining the highest 444 kJ/m³ (55.8 MGOe) magnet. Based on these advanced technologies, we can start to mass-produce super high performance 400 kJ/m³ Nd-Fe-B magnets for computer applications, communications and so on.

KEY WORDS

444 kJ/m³ (55.8 MGOe) magnet, High performance 400 kJ/m³ Nd-Fe-B magnets, New casting process, Special CIP process, Processing technologies

1 はじめに

Nd-Fe-B 系焼結磁石が発明されてから 15 年余になる¹⁾。この偉大な業績により、Nd-Fe-B 磁石は今や我々の日常生活に欠くことが出来ない高性能磁石として、エレクトロニクス分野、情報通信分野、医療分野をはじめ、工作機械・産業用・自動車用などの各種モータへの応用が急速に拡大している。月産約 2 Ton の小規模プラントから量産化された Nd-Fe-B 系焼結磁石は、今では日本国内で年間 4,000 Ton 以上、米国・欧州を加えると 5,000 Ton 以上、さらに中国を含めた地球規模では約 10,000 Ton の生産が行われていると見積もられる²⁾。このように、年率約 30% の勢いで発展し続けている背景には、軽薄短小、エレクトロニクス化、デジタル化の時流に加え、最近では CO₂ 削減・排気ガス低減など地球環境保護のため、省電力・省エネルギー化の技術開発に最適の機能性材料として脚光を浴びていることによる。それぞれの時代に要求される最適の永久磁石を製造可能にすることが材料研究者としてのモットーであり、その意味でも新材料の開発が継続的・精力的に行われている。

Nd-Fe-B 系焼結磁石への要求は、①高エネルギー、②高耐熱、③低コストの 3 つの課題に集約される。しかも、個別要求ではなく、三拍子揃った高性能磁石の開発が熟望されている。そこで、これらの課題に対して、まず、それぞれの最適解を求め、その解を融合させることが重要と考えている。すなわち、理論値への飽くなき追求は、Nd-Fe-B 磁石の今後の更なる発展に必要不可欠であり、原点にさかのぼった基盤技術の研究成果に基づいて、上記の課題を満足できる新しいプロセス技術へと展開することが重要である。

ここでは、Nd-Fe-B 系焼結磁石の高性能化に必須のプロセス技術として、磁石組成の厳密制御および焼結組織の微細化・均一化ならびに結晶粒子の配向度向上化技術の開発により、444 kJ/m³ の最高特性を達成し³⁾、かつ、400 kJ/m³ を有する高性能磁石を量産化できた研究成果を報告する。

2 高性能化のプロセス技術

Nd-Fe-B 系磁石の理論値は Nd₂Fe₁₄B 金属間化合物の飽和磁化から 512 kJ/m³ (64 MGOe) とされている。また、一般的な Nd-

Fe-B焼結磁石の工程は、原料合金の溶解・鋳造に始まり、粉末製造→磁界中成型→焼結→熱処理→研削加工→表面処理を経る。したがって、実際に焼結プロセスにより極限特性を狙う場合、焼結に必要な液相成分の確保や、磁石化プロセス中における原料酸化など、不可避な不純物の影響を受けるため、理論値の到達は難しい。

Fig.1に研究室レベルと量産規模における高性能化の状況を示す。はじめて400 kJ/m³ (50 MGOe)を記録したのは1987年で、微粉碎から成型・焼結に至る各工程の雰囲気制御による成果であった⁹⁾。それ以降も限界値に向けての研究が進められ、1990年には焼結に必要な液相成分を超急冷法により作製する手法が導入され、416 kJ/m³ (52.3 MGOe)が達成された⁷⁾。そして1994年には、CIPプロセスにより431 kJ/m³ (54.2 MGOe)が達成された⁹⁾。これらに共通の技術は、磁石の組成をR₂Fe₁₄B化学量論組成に近い範囲に制御して、難しくなる高密度化に対して如何に液相焼結反応を駆使するかに集約される。これらの研究成果に基づき、Nd-Fe-B系焼結磁石の残留磁束密度(B_r)を高め、高性能化を図るためには、式(1)に基づいて各重要因子を技術的に確立する必要がある⁷⁾。

$$Br \propto (I_s \cdot \beta) \cdot (\rho / \rho_0) \cdot (1 - \alpha) \cdot f \quad (1)$$

I_s : 主相の飽和磁化, β : 飽和磁化の温度係数,
 ρ : 焼結体の密度, ρ_0 : 理論密度,
 α : 非磁性相の体積割合, f : 結晶配向度

すなわち、(1) R₂Fe₁₄B相において飽和磁化の高いNdを用い、(2)焼結体の密度を理論密度まで高める、(3)非磁性相を減らし、主相の体積割合を増加させる、(4)主相結晶粒の配向度を高めることが高Br化への基盤技術となる。

一方、Nd-Fe-B系焼結磁石の保磁力機構は逆磁区の発生に基づく核発生型に分類され、式(2)で表される⁹⁾。

$$H_c = CH_A - NI_s \quad (2)$$

ここで、Cは結晶粒界近傍での欠陥や表面状態などによる磁気異方性の低下や他の強磁性相の存在による影響を包含した係数、H_Aは異方性磁界、Nは結晶粒の大きさや形状の影響による反磁界係数である。すなわち保磁力を高めるためには、式(2)から高保磁力化を達成するための技術課題として、(5)主相の結晶磁気異方性を高めること、(6)焼結体の微細組織を制御し、保磁力低下に影響する要因(CやN)を改善することが必要となる。そこで、磁気異方性は、主に磁石組成に依存するため、前述の焼結プロセスを通じた微細組織制御が特に重要となる。

以上のことから、Nd-Fe-B系焼結磁石の高性能化を図るためには、まず、磁石を構成しているNd₂Fe₁₄B相、B-rich相およびNd-rich相の体積割合を厳密にコントロールし、最小限の液相量により、液相焼結反応を最大限に活用して真密度に近い緻密な焼結体にする。しかも、主相結晶粒のC軸方向への結晶配向度を極限に近づけて、さらに、その大きさや形状を微細で均一に制御することが必要である。

Fig.1 Progress of developing high energy Nd-Fe-B sintered magnets in comparison with lavolatory level and mass production.

Fig.2 (a) DTA curve and (b) linear shrinkage curve of the powder compact of Nd15Fe78B7 alloy.

3 極限特性の追求

Nd-Fe-B 系焼結磁石の極限特性を追求するために、前述の式(1)および(2)に示された技術課題への具体的なアプローチ結果を以下に示す。

3.1 磁石構成相の厳密制御

Nd-Fe-B 系合金粉末の焼結挙動を明らかにするために、成型体の収縮変化ならびに示差熱分析結果を Fig.2(a),(b)にそれぞれ示す。一般的な Nd-Fe-B 系焼結磁石は、主相で強磁性の Nd₂Fe₁₄B 相 (T₁相)、常磁性で B に富む B-rich 相 (T₂相, Nd₁₁Fe₄B₄) および非磁性の Nd-rich 相 (Nd₁₉Fe) の 3 つの金属間化合物から構成される。焼結反応はこれらの相が関与した液相生成によって進行するが、938 K 付近では液相量が不足するため急激な緻密化反応は起こらない。焼結温度の上昇に伴って液相量が増加し、緻密化が急激に進行する。すなわち、磁石を構成する金属間化合物によって生成した液相が、主相結晶粒の表面を改質、とくに磁石化工程中に不可避免的に酸化した粒子を還元することによって、液相との濡れ性が向上し、液相焼結が機能するものと推察される⁹⁾。Fig.3 に焼結体の密度と磁石特性との関係を示す。Br 値は高密度化に伴って直線的に向上することが判る。さらに、保磁力 H_d についても密度の増加に

ともなって急激に向上し、上述の粒子表面ならびに結晶粒界の微細組織・整合性が改質されることを示唆する。しかし、相対密度が 95% を越えると、H_d 値はほぼ飽和に達し、その後は、異常粒成長などによる極端な結晶の粗大化・不均一化が生じるために低下する。

他方、主相の体積割合と磁気特性の関係を検証した結果を Fig.4 に示す⁹⁾。Nd-Fe-B 系焼結磁石の Br 値は主相の体積割合に正比例して向上することが判る。このことは式(1)を支持する結果であり、主相量に着目して磁石組成を制御することによって高 Br 化を達成できることを示している。しかし、保磁力 H_d 値についてみると、主相の体積割合の増加に伴って漸次低下し、93% 以上になると急激な低下が生じることが判る。さらに、Nd-rich 相の体積割合と焼結体の相対密度 (ρ/ρ₀) との関係を図 5 に示す。主相の体積割合を増加させるために、そのバランスとして Nd-rich 相を減少させた場合、2% を下回ると相対密度は急激に低下してしまうことが明らかになった。

以上のことから、高性能 Nd-Fe-B 焼結磁石を開発するため

Fig.3 Relationship between relative density and magnetic properties in Nd-Fe-B sintered magnets.

Fig.4 Dependence of Br and H_{cJ} on volume fraction of Nd₂Fe₁₄B phase in Nd-Fe-B sintered magnets.

Fig.5 Dependence of relative density on volume fraction of Nd-rich phase in Nd-Fe-B sintered magnets.

には、磁石を構成する各相の比率を、焼結条件や目標とする保磁力レベルに応じて最適化することが重要である。

3.2 焼結組織の微細化・均一化制御

前述のごとく、Nd-Fe-B系焼結磁石の高Br化を狙って、単純に主相量の体積割合を増加させるだけでは保磁力の低下が生じてしまう。そこで、焼結組織の微細化・均一化を目的として合金・粉末のプロセス開発を進めた。まず、Nd-Fe-B系原料合金の溶製方法として、合金の溶湯を急冷凝固させて鑄片を得るストリップ・キャスト法と¹⁰⁻¹³⁾、従来からの鉄製鑄型に鑄造して得られた溶製合金の鑄造組織をFig.6(a),(b)にそれぞれ示す。鑄型溶製合金では、200 μm 以上に成長した主相が柱状晶として観察され、その柱状晶の間隙を埋めるようにNd-rich相が偏在し、しかも、主相の一部には初晶Feが見られる。これに対して、新規な溶製方法によれば、柱状晶の短軸方向の大きさが10 μm 以下と極めて微細で、しかも主相の回りにNd-rich相が細かく分散しているのが分かる。

さらに配向性・成型性に優れ、しかも焼結性の良いNd-Fe-B系粉末を目的に、ジェットミル微粉碎工程を改良し、インラインでの粒度分級と粒子の表面改質を行う粉末製法を開発した。Fig.7に新製法で得られた粉末と従来製法による場合の粒度分布を示す。10 μm 以上の粗大粒子の混入を無くし、狙いとする3~5 μm に最大頻度を持つシャープな分布に制御可能である。

Fig.8にNd_{14.5}Fe₇₉B_{6.5}組成の焼結体における平均結晶粒径と保磁力の関係を示す。結晶粒径を10 μm 以下に制御することによって保磁力が急激に向上し、約5 μm まで微細にすれば同一組成条件においても約200 kA/m向上できることが判った。

3.3 結晶配向度の向上

焼結プロセスにおいて、磁気的な異方性を付与し、異方性焼結磁石の本質を生み出す工程が磁界中での圧縮成型である。この工程は結晶配向度を左右する重要な工程で、かつ、高Br化に関してまだ多く可能性を秘めている。一般的には、電磁石を配置したプレス装置と金型を用いて、磁界印加方向と直交あるいは平行方向に圧縮成型される。しかし、電磁石で印加できる磁界強度の制限や圧縮に伴う金型壁面での摩擦による配向の乱れなど、極限の配向を狙うには改良すべき点が多

Fig.6 Backscattered electron images of Nd-Fe-B alloys prepared by (a) the strip casting method, and (b) the conventional casting with iron mold.

Fig.7 Particle size distributions of Nd-Fe-B alloy powders prepared by (a) newly developed process, and (b) conventional process.

Fig.8 Effects of mean particle size distribution on H_{cj} of Nd_{14.5}Fe₇₉B_{6.5} sintered magnets.

い¹⁴⁾。その一例として、Nd_{14.5}Fe₇₉B_{6.5}組成粉末を(a)平行磁界中成型と(b)直角磁界中成型により作製した焼結体について、(004)回折線の極点図形の比較をFig.9に示す。平行磁界中成型では回折線の強度分布が広く、各結晶粒の磁化容易方向の整列度(結晶配向度)の乱れが顕著であるが、直角磁界成型によればかなり改善されていることが判る。そこで、高配向度を実現する新しい成型方法として提案されているRIPプロセス¹⁵⁾と同様のコンセプトを有するCIP新プロセスについて検討した。ここでは、従来の金型キャビティに換えてゴム型を用い、粉末を充填した後、パルス強磁界で配向し、さらに静水圧プレスにより成形体を得る。この工程では、金型による1軸加圧成型に対して、全方位から均等に圧縮されるため、その圧縮変位量を1/3に抑えることができる。しかも、真密度に対して40%以上の見掛け密度に高密度充填することにより、変位量自体を最小にすることが可能である。ここで重要な課題は、高密度充填した粉末を如何に配向させるか?である。Fig.10にパルス磁界による粉末配向方法として新たに考案した「反転印加法」と従来法とによる磁界強度依存性を示す¹⁶⁾。パルス磁界のN・S方向を反転して印加し、粉末配向することにより、低磁界でも十分な配向度が得られる。さらに、CIP新プロセスにおいて重要因子であるゴム型への粉末充填密度依

Fig.9 X-ray pole figures for (004) diffraction line of Nd_{14.5}Fe₇₉B_{6.5} sintered magnets prepared by (a) parallel magnetizing and (b) perpendicular magnetizing method.

Fig.10 Effect of magnetic field strength on (BH)max of Nd-Fe-B magnets in comparison between the newly developed "Alternate" method and the conventional "Positive" one.

存性に関する検討結果をFig.11に示す。新手法によれば充填密度の影響を大幅に緩和でき、しかも、より高い磁石特性の実現が可能である。このことは、「反転印加法」を用いることにより、高密度充填した粉末の解砕・配向がより効果的になることを示唆している。

4 高性能 Nd-Fe-B 磁石の開発と量産化

4.1 世界最強 "444kJ/m³ (55.8MGOe)" 磁石

Nd-Fe-B系磁石の極限特性を追求するために、磁石組成の厳密制御と焼結条件の最適化を図り、さらに焼結組織の微細化と結晶配向度の向上を目指して、個々の粒子自体の潤滑性向上とCIP(静水圧プレス)新プロセスに取り組み、世界最高の磁石特性を達成した³⁾。

Fig.12に永久磁石として世界最高の減磁特性曲線を示す。残留磁束密度(B_r)の値は初めて1.5Tの壁を越え、1.514 T (15.14kG)を達成。Nd₂Fe₁₄B金属間化合物の理論値1.6T(16kG)に対して、約95%の完成度を示す。さらに、最大磁気エネルギー積(BH)_{max}は、444kJ/m³(55.8MGOe)を記録し、量産最高材質に比べて約11%高く、これまでの記録を約3%上回る⁷⁾。これは、配向性・成型性に優れ、しかも焼結性の良いNd-Fe-B系粉末の作製方法として、ストリップ・キャスト法による原料合金に加えて、インラインでの粒度分級可能なジェットミル微粉碎工程の確立と、粒子の表面改質を行う新しい粉末製法を開発できた研究成果による。

Fig.13に444kJ/m³(55.8MGOe)磁石の微細構造とx線極点図を示す。約5μmの微細な結晶粒のN・S方向が整列し、緻密に焼結していることが明らかである。すなわち、Nd-Fe-B焼結磁石の残留磁束密度と保磁力の向上に必須のプロセッシング技術として、前述の式(1)と(2)に示した課題に対する1つの具体策である。

4.2 高性能 400 kJ/m³ 磁石の量産化

前述の基盤技術を量産規模へと展開するために、生産技術の改良に取り組んだ。従来法を遙かに上回る強磁界成型の実

Fig.11 Dependence of (BH)max of Nd-Fe-B magnets on packing density of powder to rubber mold in the CIP process.

Fig.12 Demagnetization curve of the newly developed 444kJ/m³ magnet.

Fig.13 Microstructure and x-ray pole figure of the highest 444kJ/m³ magnet.

現と、微細結晶自体の粒径・粒度分布を制御し、しかも潤滑性能を向上させる粉末調整技術を確立し、従来90%程度の結晶配向度を95%近くまで高めることに成功した。さらに、実用材料として不可欠な保磁力を高めるために、Nd(ネオジウム)、Pr(プラセオジウム)、Dy(ジスプロシウム)など希土類元素をバランスよく用い、Co、Alなどの微量・複合添加に加え、精密な粒度分布の制御が可能な新しい粉碎プロセスの導入により、焼結組織を微細かつ均一に制御することを可能にした。これらの新技術により、磁石の単位面積当たりに取り出し得る磁束量は、Nd-Fe-B系永久磁石の理論値の90%以上に到達し、従来レベルを2%以上、エネルギー積では約5%向上させることに成功した。しかも、これらの新技術は既存の量産ラインに適合した新製法によるため、供給量の拡大展開が容易なことを特長とし、使用目的に応じて保磁力($H_{c\beta}$)のレベルを875 kA/m, 1,114 kA/m, 1,273 kA/m以上の3材質からなる高性能新シリーズとして量産化している。すでに、コンピュータ関連機器や情報通信の最新鋭装置など、より高い磁束密度と熱的安定性が要求される各種用途に実用化が急展開している。Fig.14に高性能Nd-Fe-B系焼結磁石の高性能化の進展と特性マップを示す。Nd-Fe-B系焼結磁石として量産開始当初の280 kJ/m³レベルに対して、今次開発の400 kJ/m³磁石は40%以上もレベルアップを図った高性能磁石とすることができる。また、高保磁力化の研究開発にも積極的に取り組んでおり、2,387 kA/m以上の保磁力を有し、200°C以上の高温でも使用可能な磁石が、ハイブリッドカーをはじめとする各種モータ用として実用化されている。

4.3 高エネルギー磁石のターゲット

Table 1にNd-Fe-B系焼結磁石の高性能化の現状と究極の目標値について、前述の式(1)に示された3つの技術課題を因子として解析した結果を示す。量産磁石として最高の400 kJ/m³磁石の場合、 $B_r=1.43$ Tを実現するために、主相量、結晶配向度を95%に制御し、焼結密度についても99%レベルを確保し

Fig.14 Improvements of Nd-Fe-B sintered magnet in mass production.

Table 1 Current status and future target properties of the high energy Nd-Fe-B sintered magnet.

【 Technological issues to enhance the residual flux density(Br):

$$Br \propto I_s \cdot (\rho / \rho_0) \cdot (1 - \alpha) \cdot f \quad \dots(1)$$

I_s : saturation magnetization of T₁ phase
 ρ : density of the magnet
 ρ_0 : theoretical density
 α : volume fraction of non-magnetic phases
 f : the degree of alignment of the easy magnetization axis for T₁ grains

【 Achieving extremely high magnetic properties 】

Issue	Factor	Theoretical 512kJ/m ³	Production 400kJ/m ³	New record 444kJ/m ³	Target 470kJ/m ³
sintering density	(ρ / ρ_0)	100 %	~99	99.0	99.7
volume fraction of T ₁ phase	(1 - α)	100 %	~95	97.5	98
degree of alignment	f	100 %	~95	98.0	99
	Br	1.6 T	1.43 T	1.514 T	1.55 T

ている。一方、世界最高記録の更新を図った444 kJ/m³磁石は、焼結密度・磁石構成相を上限に維持し、かつ、結晶配向度を98%レベルに高めた成果である。今後、更なる改善点としては、各因子について極限を目指した技術開発と、それらをうまく融合させるプロセス設計にあり、その際、保磁力を如何に維持できるかが焦点である。おそらく焼結磁石としての究極値は、Br=1.55 Tを達成し、470 kJ/m³を越えられるか？と見込まれ、目下のターゲット特性として挑戦を続けている。

5 ま と め

希土類元素と遷移金属の組み合わせによる永久磁石材料の研究は、Nd₂Fe₁₄Bという全く新しい金属間化合物を誕生させた。そして、時代が要求するパフォーマンスを目標に改良研究を重ねることにより、今やコンピュータ産業には必須で、各種エレクトロニクス製品をはじめ、デジタル化・マルチメディア時代に最適の永久磁石として、また、省エネ・地球環境保護のテーマに必須の基盤材料として、日本が世界に誇るべき最新技術の心臓部として貢献している。しかし、残念なことに日本は資源に乏しい国であり、諸外国に原料ソースを委ねている。すなわち、省資源に対応できるリサイクリング技術の開発も重要となる。その意味でも、今回、実験室レベルにおいて開発に成功した444 kJ/m³磁石は単なる通過点であり、Nd-Fe-B焼結磁石に期待されている汎用磁石としてのコストパフォーマンスを発揮できるよう、今後もより一層プロセス技術に磨きをかけたい¹⁷⁾。

永久磁石の材料開発において、残留磁束密度については理論値に肉薄できる開発成果が報告されている。しかし、永久磁石の本質とも言える保磁力については、大きな差を埋めることが出来ていない。着磁に要した電気エネルギーを保存し、かつ、外界の擾乱要因に対抗しながら、一定の磁界を発生し

続ける能力が永久磁石の本質である。先陣達が築いた輝かしい業績に恥じぬよう、来る21世紀においても日本が世界をリードできるように、お互いに切磋琢磨しながら、より一層斬新な発想と執拗な生産技術の開発に傾注したい。

文 献

- 1) M.Sagawa, S.Fujimura, N.Togawa, H.Yamamoto and Y.Matsuura: "New material for permanent magnets on a base of Nd and Fe", J. Appl. Phys., 55(1984)2083-2087.
- 2) 金子裕治: "高性能Nd-Fe-B焼結磁石の最新技術と今後の展開", '99磁気応用技術シンポジウム, (社)日本磁率協会, 幕張メッセ国際会議場, 1-1(1999)1-9.
- 3) 金子裕治, 笹川泰英, 國吉太: "440kJ/m³ (55MGOe) 磁石の開発", 粉体粉末冶金協会平成十年度春季大会講演概要集, (1998)199.
- 4) M.Sagawa, S.Hirosawa, H.Yamamoto, S.Fujimura and Y.Matsuura: "Nd-Fe-B permanent magnet materials", Jpn. J. Appl. Phys., 26(1987)785-800.
- 5) E.Otsuki, T.Otsuka and T.Imai: "Processing and magnetic properties of sintered Nd-Fe-B magnets", Proc. 11th. Int. Workshop on Rare Earth Magnets and Their Applications (Pittsburgh), 1(1990)328-340.
- 6) Y.Kaneko and N.Ishigaki: "Recent developments of High-performance NEOMAX magnets", JMEPEG, 3(1994)228-233.
- 7) 金子裕治, 徳原宏樹, 石垣尚幸: "超高エネルギー積磁石の開発", 粉体および粉末冶金, 41(1994)695-700.
- 8) S.Hirosawa: "On the dependence of intrinsic coercivity on grain size in the nucleation-controlled rare-earth-iron-boron permanent magnets", IEEE Trans. Magnetics, MAG-25(1989)3437-3439.
- 9) 金子裕治, 真島一彦, 勝山茂, 永井宏: "Nd-Fe-B三元系合金粉末の焼結挙動に及ぼすB量の影響", 日本金属学会誌, 57(1993)470-477.
- 10) 日本国特許公報, 第2745042号.
- 11) 日本国特許公報, 第2665590号.
- 12) 日本国特許公報, 第2639609号.
- 13) 日本国公開特許公報, 特開平6-349618号.
- 14) Y.Kaneko, K.Tokuhara and N.Ishigaki: "Research on high performance Nd-Fe-B sintered magnets", Vacuum, 47(1996)907-910.
- 15) M.Sagawa and H.Nagata: "Novel processing Technology for permanent magnets", IEEE Trans. Magnetics, 29(1993)2747-2751.
- 16) 日本国公開特許公報, 特開平8-167515号.
- 17) 金子裕治: "微粒子配向成型による超高性能磁石の製造", 粉体と工業, 31(1999)36-46.