(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 110246645 B
(45)授权公告日 2021.09.28

(21)申请号 201910171227.5

(22)申请日 2019.03.07

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110246645 A

(43)申请公布日 2019.09.17

(30)优先权数据
2018-043650 2018.03.09 JP

(73)专利权人 TDK株式会社
地址 日本东京都

(72)发明人 伊藤将志 福地英一郎

(74)专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322
代理人 杨琦

(51)Int.Cl.
H01F 1/058(2006.01)

(56)对比文件
CN 105989983 A,2016.10.05
JP 2008133496 A,2008.06.12
Tetsuji Saito.Synthesis and magnetic properties of (Nd1-xSmx)5Fe17(x=0-1) phase.《APPLIED PHYSICS LETTERS》.2007,
Tetsuji Saito, Tomokazu Furutani.Synthesis and magnetic properties of (Pr1-xSmx)5Fe17(x=0-1) phase.《Journal of Alloys and Compounds》.2009,

审查员 万琦萍

权利要求书2页 说明书10页

(54)发明名称

稀土类永久磁铁

(57)摘要

本发明提供一种剩余磁化强度和矫顽力高的稀土类永久磁铁。该稀土类永久磁铁包含R和T,包含由具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒构成的主相。在对稀土类烧结磁铁进行了XRD测定的X射线衍射图中,在特定的范围内存在检测强度的峰。将41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为α,将34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为β,将38.70°<2θ(°)<41.20°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为γ时,0.38<α/β<0.70且0.45<γ/β<0.70。34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰是来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰。

CN 110246645 B

1.一种稀土类永久磁铁,其特征在于,

所述稀土类永久磁铁包含R和T,

R是以Sm为必须且以Pr或Nd为必须的2种以上的稀土元素,T是单独的Fe或Fe和Co,

R相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例为20.3at%以上且37.0at%以下,T的含有比例为47.9at%以上且80.0at%以下,

Sm相对于R整体的含有比例为50at%以上且98at%以下,Pr和Nd的合计含有比例为2at%以上且49at%以下,

所述稀土类永久磁铁包含由具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒构成的主相,

使用Cu真空管对所述稀土类永久磁铁进行XRD测定,在以衍射角2θ(°)为横轴,以检测强度为纵轴制作的X射线衍射图中,在34.38°<2θ(°)<34.64°、38.70°<2θ(°)<41.20°以及41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内分别存在检测强度的峰,

将41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为α,将34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为β,将38.70°<2θ(°)<41.20°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为γ时,0.38<α/β<0.70且0.45<γ/β<0.70,

34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰是来自所述Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰,

所述稀土类永久磁铁是由急冷薄带或熔炼合金锭制得的。

2.根据权利要求1所述的稀土类永久磁铁,其中,

所述主相是相对于所述稀土类永久磁铁整体占据70vol%以上的相。

3.根据权利要求1所述的稀土类永久磁铁,其中,

0.39≤α/β≤0.69且0.46≤γ/β≤0.69。

4.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

R相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例为22.2at%以上且24.4at%以下。

5.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

Pr和Nd相对于R整体的合计含有比例为10at%以上且35at%以下。

6.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

T相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例为63.0at%以上且79.7at%以下。

7.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

Co相对于T整体的含有比例为0at%以上且20at%以下。

8.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

还含有C,C的含有比例大于0at%且为15at%以下。

9.根据权利要求8所述的稀土类永久磁铁,其中,

C的含有比例为0.1at%以上且15.0at%以下。

10.根据权利要求8所述的稀土类永久磁铁,其中,

C的含有比例为0.1at%以上且4.9at%以下。

11.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

所述稀土类永久磁铁是稀土类烧结磁铁。

12.根据权利要求1～3中任一项所述的稀土类永久磁铁,其中,

所述稀土类永久磁铁是通过在加热速度为0.01℃/s以上且30℃/s以下、保持时间为12

小时以上且168小时以下的条件下进行加热而得到的。

稀土类永久磁铁

技术领域

[0001] 本发明涉及一种稀土类永久磁铁。

背景技术

[0002] 稀土类磁铁由于其高磁特性而逐年增加生产量，并且用于各种电动机、各种致动器、MRI装置等各种用途。

[0003] 例如，专利文献1中记载的以Sm_5Fe_{17}金属间化合物为主相的磁铁材料在室温下得到非常高的矫顽力，为36.8kOe。因此，被认为是有前景的磁铁材料。

[0004] 然而，以Sm_5Fe_{17}金属间化合物为主相的永久磁铁与以$Nd_2Fe_{14}B$ 金属间化合物为主相的永久磁铁相比，具有磁化强度小的缺点。

[0005] 在非专利文献1和非专利文献2中，进行了用Pr或Nd取代Sm_5Fe_{17}的Sm的一部分的实验。与Sm^{3+}相比，Nd^{3+}和Pr^{3+}具有高磁矩，因此期望通过该取代来提高磁化强度。然而，实际上，当将Sm取代为Nd或 Pr时，主相以外的相的含有比例变得太大，矫顽力大大降低。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开2008-133496号公报

[0009] 非专利文献

[0010] 非专利文献1:T.Saito T.Furutani Journal of Alloys and Compounds Volume 488Issue 1 13-17(2009)Synthesis and magnetic properties of $(Pr_{1-x}Sm_x)_5Fe_{17}$(x＝0-1)phase

[0011] 非专利文献2:T.Saito Applied Physics Letter Volume 91 072053 (2007) Synthesis and magnetic properties of $(Nd_{1-x}Sm_x)_5Fe_{17}$(x＝0-1)phase

发明内容

[0012] 发明所要解决的课题

[0013] 本发明正是鉴于上述情况而完成的，其目的在于获得一种以 Nd_5Fe_{17}型晶体结构的化合物为主相，并且具有高的剩余磁化强度和矫顽力的稀土类永久磁铁。

[0014] 用于解决课题的技术手段

[0015] 本发明的稀土类永久磁铁，其特征在于，

[0016] 所述稀土类永久磁铁包含R和T，

[0017] R是以Sm为必须且以Pr或Nd为必须的2种以上的稀土元素，T 是单独的Fe或Fe和Co，

[0018] R相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例为20.0at％以上且 37.1at％以下，T的含有比例为47.9at％以上且80.0at％以下，

[0019] Sm相对于R整体的含有比例为50at％以上且99at％以下，Pr和 Nd的合计含有比例为1at％以上且50at％以下，

[0020] 所述稀土类永久磁铁包含由具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒构成的主相，

[0021] 使用Cu真空管对所述稀土类永久磁铁进行XRD测定，在以衍射角2θ(°)为横轴，以检测强度为纵轴制作的X射线衍射图中，在 34.38°<2θ(°)<34.64°、38.70°<2θ(°)<41.20°以及41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内分别存在检测强度的峰，

[0022] 将41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为α，将34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为β，将38.70°<2θ(°)<41.20°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为γ时，0.38<α/β<0.70且0.45<γ/β<0.70，

[0023] 34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰是来自所述 Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰。

[0024] 本发明的稀土类永久磁铁由于具有上述特征，因此，主相和副相的含有比例被适当地控制，并且剩余磁化强度和矫顽力增大。即，磁特性得到改善。

[0025] R相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例可以为20.3at％以上且37.0at％以下。

[0026] R相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例可以为22.2at％以上且24.4at％以下。

[0027] Pr和Nd相对于R整体的合计含有比例可以为10at％以上且35at％以下。

[0028] T相对于所述稀土类永久磁铁整体的含有比例可以为63.0at％以上且79.7at％以下。

[0029] 本发明的稀土类永久磁铁还可以含有C，C的含有比例可以大于 0at％且为15at％以下。

[0030] C的含有比例可以为0.1at％以上且4.9at％以下。

[0031] 本发明的稀土类永久磁铁可以是稀土类烧结磁铁。

具体实施方式

[0032] 基于实施本发明的实施方式，详细地说明。本发明不受以下实施方式记载的内容限定。此外，以下记载的构成要素中包括本领域技术人员容易想到的要素、实质上等同的要素。此外，可以适当地组合以下记载的构成要素。

[0033] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁将具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构(空间群$P6_3/mcm$)的晶粒作为主相。在下面的记载中，将由具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒构成的相记为R_5T_{17}结晶相。另外，在本实施方式中，主相是指相对于稀土类永久磁铁整体占据70vol％以上的相。

[0034] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁也可以包含上述R_5T_{17}结晶相以外的结晶相作为副相。例如，可以包含R_5T_{17}结晶相以外的R-T结晶相。作为R-T结晶相，例如可以举出RT_2结晶相、RT_3结晶相、R_2T_7结晶相、RT_5结晶相、RT_7结晶相、R_2T_{17}结晶相、RT_{12}结晶相等。

[0035] 对于本实施方式涉及的稀土类永久磁铁包含怎样的晶体结构，可以通过使用Cu真空管的X射线衍射法(XRD)来确认。并且，本实施方式涉及的稀土类永久磁铁在以衍射角2θ(°)为横轴、以检测强度为纵轴制作的X射线衍射图中，在34.38°<2θ(°)<34.64°、38.70°<2θ(°)<41.20°以及41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内存在检测强度的峰。

[0036] 进一步，将41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为α，将34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为β，将38.70°<2θ(°)<

41.20°的范围内检测强度最高的峰的检测强度作为γ时，0.38<α/β<0.70且0.45<γ/β<0.70。

[0037] 而且，特征在于34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内检测强度最高的峰是来自所述Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰。

[0038] 来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的衍射角和晶格常数可以通过稀土类永久磁铁的组成或制造方法等来控制。在本实施方式中，通过将适量的Nd或Pr取代Sm_5Fe_{17}的Sm位点，具有以所述Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒为主相的稀土类永久磁铁在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内具有检测强度高的峰，由此可以提高磁特性。

[0039] 此外，在本实施方式中，41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内检测强度最高的峰主要是来自R_2T_{17}型晶体结构的峰。而且，38.70°<2θ(°)<41.20°的范围内检测强度最高的峰主要是来自RT_2型晶体结构和/或RT_3型晶体结构的峰。

[0040] 另外，在本实施方式的X射线衍射法中，管电流、管电压、测定步长和扫描速度是任意的并且可以适当地设定，但是为了精确地测定峰的衍射角，测定步长可以设定为例如0.001°～0.015°，并且扫描速度可以设定为例如0.01°/min～2.00°/min。

[0041] 具有Nd_5Fe_{17}型晶体结构的晶粒具有比较高的结晶磁各向异性。因此，认为主相的含有比例越高，则磁特性越提高。相反地，副相具有比较低的结晶磁各向异性。因此，认为副相的含有比例变小，可则以获得越良好的磁特性。

[0042] 相对于此，本实施方式涉及的稀土类永久磁铁的特征在于，0.38<α/β<0.70和0.45<γ/β<0.70。即，通过适当地控制主相的含有比例和副相的含有比例来设定0.38<α/β<0.70和0.45<γ/β<0.70。本发明者们发现，并不是单纯地主相的含有比例越多越好，更优选以α/β和γ/β在上述范围内的程度存在副相。控制主相的含有比例和副相的含有比例的方法是任意的。例如，可以通过改变稀土类永久磁铁的组成和后述的热处理时的热处理条件等来控制主相的含有比例和副相的含有比例。当α/β和/或γ/β大于上述范围时，作为低矫顽力成分的副相的比例增大，矫顽力趋于降低。当α/β和/或γ/β小于上述范围时，在稀土类永久磁铁内部，抑制磁化反转的钉扎点(Pinging site)减少，矫顽力趋于降低。

[0043] 另外，“0.38<α/β<0.70”不意味着“(R_2T_{17}结晶相的含有比例)/(R_5T_{17}结晶相的含有比例)大于0.38且小于0.70”。是因为检测强度根据晶体结构的种类而不同，并且来自多种晶体结构的峰重叠并成为一个峰。对于γ/β也同样。

[0044] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁包含R和T。R是以Sm必须且以Pr或Nd为必须的2种以上的稀土元素。对于本实施方式涉及的稀土类永久磁铁，优选R中Sm所占的比例大，并且稀土类永久磁铁整体中Sm相对于R整体的含有比例为50at％以上。

[0045] 此外，作为R，以Pr或Nd为必须。由于Pr^{3+}和Nd^{3+}的有效磁矩大于Sm^{3+}的有效磁矩，因此，如果含有Pr或Nd，则剩余磁化强度趋于增大。进一步，Pr或Nd可以获得抑制作为低矫顽力成分的副相的生成的效果。然而，当R中Pr和Nd的合计含有比例太大时，R_5T_{17}结晶相的结晶磁各向异性降低，并且作为低矫顽力成分的副相容易生成，矫顽力HcJ容易降低。

[0046] 因此，Sm相对于R整体的含有比例为50at％以上且99at％以下，Pr和Nd的合计含有比例为1at％以上且50at％以下。Pr和Nd相对于R 整体的合计含有比例的优选范围为10at％以上且35at％以下，R的剩余部分优选为Sm。此外，在不给本实施方式涉及的稀土类永久磁铁的磁特性赋予较大的影响的范围内，也可以包含Sm、Pr和Nd以外的稀土元素作为

R。Sm、Pr和Nd以外的稀土元素的含量例如为5at％以下。

[0047] 此外，来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的衍射角随着Pr和Nd的合计含有比例而变化。在本实施方式中，倾向于Pr和Nd的合计含有比例越大，则来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的衍射角越小。

[0048] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁中的R的含有比例为20.0at％以上且37.1at％以下。也可以是20.3at％以上且37.0at％以下。也可以是 22.2at％以上且24.4at％以下。当R的含有比例太小时，α/β变得太大，矫顽力降低。当R的含有比例太大时，γ/β变得太大，剩余磁化强度降低。

[0049] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁中的T的含有比例为47.9at％以上且80.0at％以下。也可以是63.0at％以上且79.7at％以下。T是单独的 Fe或Fe和Co。此外，Co相对于T整体的含有比例是任意的，但也可以是0at％以上且20at％以下。倾向于Co的含有比例越小，则矫顽力越高。而且，倾向于Co的含有比例越大，则磁化越高。

[0050] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁可以含有C，通过含有C，矫顽力HcJ趋于提高。虽然矫顽力HcJ提高的原因尚不清楚，但本发明者们认为通过稀土类永久磁铁含有C，在晶粒之间的晶界相中容易形成如R-T-M-C相或R-T-C相的富R相。而且，由于如R-T-M-C相或R-T-C 相的富R相是非磁性相并且磁分离效果高，因此，稀土类永久磁铁的矫顽力HcJ提高。在本实施方式涉及的稀土类永久磁铁含有C时，优选将含量设定为大于0at％且15at％以下。也可以是0.1at％以上且 15.0at％以下。也可以是0.1at％以上且4.9at％以下。

[0051] 本实施方式涉及的稀土类永久磁铁优选实质上不含上述R、T和C 以外的元素。“实质上不含R、T和C以外的元素”是指R、T和C以外的元素相对于稀土类永久磁铁整体的含有比例为3at％以下。作为其它元素的种类，例如可以举出Zr、Ti、Bi、Sn、Ga、Nb、Ta、Si、V、 Ag、Ge、Cu、Zn等。此外，也可以含有C以外的侵入元素，为由N、 H、Be、P中的一种以上构成的元素。

[0052] 另外，ICP质谱法可以用于本实施方式涉及的稀土类永久磁铁整体的组成比的分析。此外，根据需要，也可以一并使用氧气流中燃烧-红外吸收法。

[0053] 以下，针对本实施方式涉及的稀土类永久磁铁的制造方法的优选例子进行说明。

[0054] 稀土类永久磁铁的制造方法有书模法、带铸法、超急冷凝固法、蒸镀法、HDDR法等，针对通过超急冷凝固法的制备方法的一个例子进行说明。

[0055] 具体而言，超急冷凝固法中存在单辊法、双辊法、离心急冷法、气体雾化法等种类，优选使用单辊法。在单辊法中，将合金熔液从喷嘴喷出并与冷却辊的圆周表面碰撞，从而快速冷却合金熔液，得到薄带状或薄片状的急冷合金。与其它超急冷凝固方法相比，单辊法具有更高的量产性和更好的急冷条件再现性。

[0056] 作为原料，首先，准备具有所期望的组成比的合金锭。原料合金可以通过在惰性气体，优选在Ar气氛中利用电弧熔炼等的熔融法使包含R和T等的原料金属熔融来制备。

[0057] 通过超急冷凝固法，从通过上述方法制作的合金锭制作急冷薄带。作为超急冷凝固法，例如可以采用以下的熔体旋转法：通过捣碎机等将上述合金锭小片化得到小片，将所得到的小片在Ar气氛中进行高频熔融得到熔液，将得到的熔液喷出到高速旋转的冷却辊上进行急冷凝固。用冷却辊急冷的熔液变成被急冷凝固为薄带状的急冷薄带。

[0058] 另外，小片化的方法不限于捣碎机。高频熔融时的气氛不限于Ar 气氛。冷却辊的

转速是任意的。例如，可以是10m/s以上且100m/s以下。冷却辊的材质是任意的，例如，可以将铜辊用作冷却辊。

[0059] 接下来，通过将得到的急冷薄带加热，使R_5T_{17}结晶相生成。通常，认为为了提高磁特性，优选增加R_5T_{17}结晶相的含有比例并降低副相的含有比例。在此，R_5T_{17}结晶相被认为对热不稳定。认为如果不以合适的加热速度进行热处理，则不能稳定地生成R_5T_{17}结晶相。进一步，认为如果加热后的保持时间长，则R_5T_{17}结晶相发生热分解等形成副相，因此不优选。由上可知，认为需要设定为适当的加热速度，并且加热后的保持时间在充分生成R_5T_{17}结晶相的范围内越短越优选。

[0060] 相对于此，本发明者们发现，当将Sm的一部分取代为Nd和/或 Pr时，即使加热后的保持时间长，R_5T_{17}结晶相也稳定。即，与上述技术常识相反，发现加热后的保持时间越长则R_5T_{17}结晶相的含有比例越增加。在本实施方式中，例如，可以将加热速度设定为0.01℃/s以上且30℃/s以下。此外，可以将加热后的保持时间设定为12小时以上且 168小时以下。由于通过Pr、Nd的取代使相稳定，因此，即使加热后的保持时间较长，副相的生成量也不会增加。

[0061] 以上，针对本实施方式涉及的稀土类永久磁铁的制造方法的一个示例进行了说明，但是稀土类永久磁铁的制造方法是任意的。

[0062] 接下来，针对制造作为稀土类烧结磁铁的稀土类永久磁铁的方法的一个例子进行说明。

[0063] 准备与上述的稀土类永久磁铁的制造方法中记载的合金锭同样的合金锭。接下来，通过加热合金锭使R_5T_{17}结晶相生成。这种情况下的加热条件与加热上述稀土类永久磁铁的制造方法中记载的急冷薄带的情况下的加热条件相同。

[0064] 在加热合金锭并使其结晶化之后，将合金锭粉碎，得到粒径为约数μm的细粉末。粉碎可以以粗粉碎和细粉碎的两个阶段进行，或者也可以仅以细粉碎的一个阶段进行。

[0065] 接下来，将得到的细粉末成型为预定形状得到成型体。成型时的压力是任意的。例如为30MPa以上且1GPa以下。另外，在通过结晶化生成单畴颗粒的情况下，还可以通过在磁场中成型来制成各向异性磁铁。

[0066] 接下来，通过将得到的成型体烧结，由此可以得到稀土类烧结磁铁。烧结时的气氛是任意的。例如，可以设定为Ar气氛。烧结温度是任意的。例如，可以设定为500℃以上且850℃以下。烧结时间是任意的。例如，可以设定为10分钟以上且10小时以下。烧结后的冷却速度是任意的。例如，可以设定为0.01℃/s以上且30℃/s以下。

[0067] 以上，已针对本实施方式涉及的稀土类烧结磁铁的制造方法的一个例子进行了说明，但是稀土类烧结磁铁的制造方法是任意的。

[0068] 实施例

[0069] 以下，采用实施例和比较例对本发明的内容进行详细地说明，但是本发明不限于以下的实施例。

[0070] (实验例1)

[0071] 首先，准备由Sm、Pr、Nd、Fe和/或C的单质或合金构成的原料。配合各种原料，使得到的稀土类永久磁铁(急冷薄带)的组成成为下表1的组成，并在Ar气氛中进行电弧熔炼，由此制备合金锭。接下来，使用捣碎机，将合金锭小片化得到小片。接着，将该小片在50kPa的Ar气氛中进行高频熔融，得到熔液。接下来，通过单辊法从熔液获得急冷薄带。具体而言，将

该熔液喷出到以40m/s的圆周速度旋转的冷却辊(铜辊)上,得到急冷薄带。

[0072] 接着,将得到的急冷薄带以下述表1所示的升温速度和保持时间加热,然后冷却。

[0073] 使用最大施加磁场为±100kOe的脉冲激发型J-H曲线示踪仪测定所得到的急冷薄带的磁特性。在本实施例中,将剩余磁化强度σ_r为 40.1emu/g以上的情况判定为良好。此外,将矫顽力Hc为32.0kOe以上的情况判定为良好。另外,通过使用ICP质谱法并且根据需要并用氧气流中燃烧-红外吸收法,确认了所得到的急冷薄带的组成为表1所示的组成。具体而言,氧气流中燃烧-红外吸收法用于C量的测定。

[0074] 然后,将得到的急冷薄带在研钵中粉碎成粉末状,并进行XRD测定。具体而言,将在研钵中粉碎得到的粉末填充在长18mm、宽20mm、深度0.5mm的玻璃基板的狭缝中,放置在样品台上。然后,进行使用了Cu真空管的XRD测定,制作X射线衍射图。采用RIGAKU制造的RINT 2000作为测定装置。另外,管电流为300mA,管电压为50kV,测定步宽为0.01°,扫描速度为1°/min。根据以衍射角2θ(°)作为横轴,以检测强度为纵轴制作的X射线衍射图,确认在34.38°<2θ(°) <34.64°、38.70°<2θ(°)<41.20°和41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内是否存在检测强度的峰。然后,计算α/β和γ/β。此外,确认来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的衍射角2θ是否在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内。结果如表1所示。另外,在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内不存在检测强度的峰的比较例中,为方便起见,即使在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围外,也将来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的检测强度设为β。

[0075]

[表 1]

样品编号	实施例/比较例	稀土类永久磁铁组成						热处理条件		α/β	γ/β	来自 Nd_5Fe_{17} 的峰位置(°)	Hc (kOe)	σ_r (emu/g)
		Sm	Pr	Nd	Fe	C	(Pr+Nd)/R	升温速度	保持时间					
		(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(原子数比)	℃/s	h	峰强度比	峰强度比			
样品 1	比较例	24.1	***0.0***	***0.0***	75.9	0.0	0.00	0.5	1	0.45	0.50	***34.64***	44.2	***40.0***
样品 2	比较例	24.1	***0.0***	***0.0***	75.9	0.0	0.00	5	48	0.72	***0.71***	***34.64***	***28.4***	***39.1***
样品 3	实施例	23.9	0.4	0.0	75.7	0.0	0.02	5	48	0.49	0.51	34.63	43.1	40.1
样品 4	实施例	21.8	2.4	0.0	75.8	0.0	0.10	5	48	0.50	0.52	34.59	42.9	42.7
样品 5	比较例	21.8	2.4	0.0	75.8	0.0	0.10	5	6	0.74	0.69	34.59	***31.3***	43.2
样品 6	实施例	18.7	5.3	0.0	76.0	0.0	0.22	5	48	0.50	0.52	34.54	41.6	43.7
样品 7	实施例	18.7	5.3	0.0	76.0	0.0	0.22	5	12	0.68	0.63	34.54	33.5	43.9
样品 8	比较例	18.7	5.3	0.0	76.0	0.0	0.22	5	6	0.71	0.65	34.54	***31.5***	43.9
样品 9	比较例	18.7	5.3	0.0	76.0	0.0	0.22	0.5	1	0.85	0.61	34.54	***24.6***	42.5
样品 10	实施例	16.5	7.8	0.0	75.7	0.0	0.32	5	48	0.47	0.52	34.49	37.6	44.5
样品 11	比较例	16.5	7.8	0.0	75.7	0.0	0.32	5	6	0.79	0.58	34.49	***30.1***	46.2
样品 12	实施例	14.0	9.5	0.0	76.5	0.0	0.40	5	48	0.51	0.54	34.45	34.2	47.2
样品 13	实施例	12.3	12.0	0.0	75.7	0.0	0.49	5	48	0.52	0.69	34.40	33.0	49.6
样品 14	比较例	11.9	12.3	0.0	75.8	0.0	0.51	5	48	0.81	0.69	34.38	***31.4***	50.2
样品 15	实施例	23.5	0.0	0.8	75.7	0.0	0.03	5	48	0.49	0.59	34.63	43.2	40.2
样品 16	实施例	18.8	0.0	5.3	75.9	0.0	0.22	5	48	0.49	0.61	34.56	40.2	44.1
样品 17	实施例	16.7	0.0	7.7	75.6	0.0	0.32	5	48	0.48	0.62	34.52	36.9	45.0
样品 18	比较例	16.7	0.0	7.7	75.6	0.0	0.32	5	6	0.68	***0.74***	34.52	***27.5***	46.5
样品 19	实施例	13.9	0.0	9.6	76.5	0.0	0.41	5	48	0.45	0.64	34.51	33.2	47.5
样品 20	实施例	12.2	0.0	11.9	75.9	0.0	0.49	5	48	0.50	0.69	34.49	32.0	49.7
样品 21	比较例	11.8	0.0	12.5	75.7	0.0	0.51	5	48	0.69	***0.72***	34.47	***28.4***	50.4
样品 22	比较例	***15.6***	***4.3***	***0.0***	80.1	0.0	0.22	5	48	0.79	0.51	34.54	***31.6***	48.5
样品 23	实施例	15.9	4.4	0.0	79.7	0.0	0.22	5	48	0.68	0.50	34.54	32.3	47.9
样品 24	实施例	29.0	8.0	0.0	63.0	0.0	0.22	5	48	0.52	0.69	34.54	41.6	40.5
样品 25	比较例	***29.4***	***8.2***	***0.0***	62.4	0.0	0.22	5	48	0.52	***0.71***	34.54	40.2	***39.4***
样品 26	实施例	18.6	5.2	0.0	76.1	0.1	0.22	5	48	0.49	0.46	34.54	41.7	43.6
样品 27	实施例	17.5	4.7	0.0	72.9	4.9	0.21	5	48	0.48	0.48	34.51	44.5	42.8
样品 28	实施例	15.4	5.0	0.0	64.8	14.8	0.25	5	48	0.39	0.46	34.48	34.2	40.3
样品 29	实施例	15.1	4.9	0.0	65.0	15.0	0.25	5	48	0.39	0.46	34.53	32.0	40.1

[0076] 根据表1,在α/β和γ/β在本申请发明的范围内,并且存在于 34.38°<2θ(°)<34.64°的数值范围内的检测强度的峰是来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的检测强度的峰的各实施例中,可以得到良好的磁特性。另外,还确认了在各实施例中,在34.38°<2θ(°)<34.64°、38.70°<2θ(°) <41.20°和41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内存在检测强度的峰。

[0077] 相对于此，在R仅为Sm且来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的检测强度的峰的衍射角2θ在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围外的样品1和样品2中，来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的检测强度的峰在34.38°<2θ(°)<34.64°的数值范围内不存在。其结果，剩余磁化强度σ_r减小。

[0078] 进而，在升温速度为5℃/s且保持时间为48小时的样品2中，α/β和γ/β也变得太高。而且，与升温速度为0.5℃/s、保持时间为1小时、α/β和γ/β在本申请发明的范围内的样品1相比，矫顽力Hc尤其降低。

[0079] 此外，在α/β过高，认为主要来自R_2T_{17}型晶体结构的峰的检测强度相对过高的各比较例中，矫顽力Hc降低。在γ/β过高，认为主要来自RT_2型晶体结构和/或RT_3型晶体结构的峰的检测强度相对过高的各比较例中，矫顽力Hc或剩余磁化强度σ_r降低。

[0080] 样品I具有比样品9(比较例)更长的保持时间。作为低矫顽力成分的副相减少并且主相的比例增加。其结果，α/β和γ/β在优选的范围内，矫顽力增加。

[0081] 样品II具有比样品6(实施例)更长的保持时间。其结果，副相的比例进一步降低，α/β和γ/β变得小于优选的范围，并且矫顽力降低。矫顽力降低的原因认为是由于延长保持时间从而粗大颗粒增多使得容易发生磁化反转，并且由于副相的比例太小从而抑制磁化反转的钉扎点减少。

[0082] (实验例2)

[0083] 在实验例2中，制作并评价稀土类烧结磁铁。

[0084] 将各原料混合，使得到的稀土类永久磁铁的组成成为下述表2所示的组成，在Ar气氛中进行电弧熔炼，制作合金锭。接下来，在下表 2所示的热处理条件下对合金锭进行热处理。

[0085] 接下来，将经热处理的锭粗粉碎以及细粉碎，得到平均粒径为约5μm的细粉末。用捣碎机进行粗粉碎，用喷射磨进行细粉碎。接下来，在磁场中将该细粉末成型为10mm×15mm×12mm的长方体形状，然后，在烧结保持温度800℃、烧结保持时间1小时、烧结后的冷却速率 5℃/min下烧结并结晶化，得到稀土类烧结磁铁。

[0086] 接下来，测定所获得的稀土类烧结磁铁的磁特性。使用最大施加磁场为±100kOe的脉冲激发型J-H曲线示踪仪测定磁特性。此外，通过ICP质谱法确认了所得到的稀土类烧结磁铁的组成为表1所示的组成。

[0087] 然后，将得到的稀土类烧结磁铁用研钵粉碎成粉末状并进行XRD 测定。具体而言，将用研钵粉碎得到的粉末填充在长18mm、宽20mm、深0.5mm的玻璃基板的狭缝中，设置在样品台上。然后，进行使用了 Cu真空管的XRD测定，制作X射线衍射图。采用RIGAKU制造的RINT 2000作为测定装置。此外，管电流为300mA，管电压为50kV，测定步宽为0.01°，扫描速率为1°/min。根据以衍射角2θ(°)作为横轴，并且以检测强度作为纵轴制作的X射线衍射图，确认在34.38°<2θ (°)<34.64°、38.70°<2θ(°)<41.20°以及41.60°<2θ(°)<42.80°的范围内是否存在检测强度的峰。然后，计算α/β和γ/β。此外，确认来自 Nd_5Fe_{17}型晶体结构的峰的衍射角2θ是否在34.38°<2θ(°)<34.64°的范围内。结果如表2所示。

[0088]

[表 2]

样品编号	实施例/比较例	稀土类烧结磁铁组成						热处理条件		α/β	γ/β	来自 Nd_5Fe_{17} 的峰位置(°)	Hc (kOe)	σ_r (emu/g)
		Sm	Pr	Nd	Fe	C	(Pr+Nd)/R	升温速度	保持时间					
		(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(at%)	(原子数比)	℃/s	h	峰强度比	峰强度比			
样品 30	实施例	18.7	5.3	0.0	76.0	0.0	0.22	5	48	0.49	0.50	34.53	40.5	81.1

[0089] 根据表2,如果通过将合金锭加热使其结晶化,然后粉碎、成型并且烧结得到的稀土类烧结磁铁的α/β和γ/β也在预定的数值范围内,来自Nd_5Fe_{17}型晶体结构的检测强度的

峰的衍射角2θ在34.38°<2θ(°) <34.64°的范围内的话,则可以获得良好的磁特性。