(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 103946931 A
(43)申请公布日 2014.07.23

(21)申请号 201280055397.3
(22)申请日 2012.11.07
(30)优先权数据
2011-248923 2011.11.14 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.05.12
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2012/002248 2012.11.07
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2013/072728 EN 2013.05.23
(71)申请人 丰田自动车株式会社
地址 日本爱知县
(72)发明人 庄司哲也 大村真也 平冈基记
(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所 11247
代理人 贺月娇 杨晓光
(51)Int.Cl.
H01F 1/057(2006.01)
H01F 41/02(2006.01)

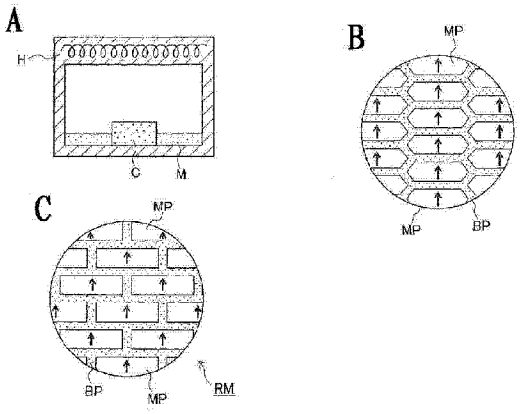
权利要求书1页 说明书8页 附图4页

(54)发明名称

稀土磁体制造方法

(57)摘要

一种稀土磁体制造方法包括:第一步骤:通过对烧结体S进行赋予各向异性的热塑性加工而产生压制品C,所述烧结体S由具有纳米晶结构的RE-Fe-B主相MP(其中RE是钕和镨中的至少一种)以及位于所述主相周围的RE-X合金(其中X是金属元素)的晶界相BP形成;以及第二步骤:通过将提高所述压制品C的矫顽力的RE-Y-Z合金(其中Y是过渡金属元素,并且Z是重稀土元素)与所述晶界相BP熔融在一起并且使所述RE-Y-Z合金的熔体从所述压制品C的表面液相渗透,产生稀土磁体RM。



CN 103946931 A

1. 一种稀土磁体制造方法，所述方法包括：

第一步骤：通过对烧结体进行赋予各向异性的热塑性加工而产生压制品，所述烧结体由具有纳米晶结构的 RE-Fe-B 主相（其中 RE 是钕和镨中的至少一种）以及位于所述主相周围的 RE-X 合金（其中 X 是金属元素）的晶界相形成；以及

第二步骤：通过将提高所述压制品的矫顽力的 RE-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，并且 Z 是重稀土元素）与所述晶界相熔融在一起并且使所述 RE-Y-Z 合金的熔体从所述压制品的表面液相渗透，产生稀土磁体。

2. 根据权利要求 1 所述的稀土磁体制造方法，其中，Nd-Cu-Dy 合金或 Nd-Cu-Tb 合金被用作所述 RE-Y-Z 合金。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的稀土磁体制造方法，其中，在所述第二步骤中，在 550℃到 650℃的温度下使所述 RE-Y-Z 合金的熔体液相渗透。

4. 根据权利要求 1-3 中任一项所述的稀土磁体制造方法，其中，所述主相包括晶粒尺寸在 50nm 到 300nm 的范围内的晶体。

稀土磁体制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及稀土磁体制造方法。

背景技术

[0002] 使用诸如镧系元素的稀土元素的稀土磁体也被称作永磁体。应用包括硬盘驱动器和磁共振成像(MRI)扫描器中的电动机以及混合动力车辆和电动汽车中的驱动电动机。

[0003] 剩余磁化强度(剩余磁通量密度)和矫顽力可以被列举作为这些稀土磁体的性能的指标。与电动机的小型化和向着更高电流密度的趋势相关联的发热的增加,也已经唤起对所使用的稀土磁体的热阻的更大期望。因此,如何在高温使用下保持磁体的矫顽强度是该技术领域中当今研究的主要课题。在Nd-Fe-B基磁体(例如,其为通常用于车辆的驱动电动机的一种类型的稀土磁体)的情况下,正在努力通过例如减小晶粒尺寸、使用具有高钕含量的合金、以及添加具有高矫顽力性能的诸如镝和铽的重稀土元素来增加Nd-Fe-B基磁体的矫顽力。

[0004] 稀土磁体包括普通烧结磁体和纳米晶磁体,在普通烧结磁体中构成微结构的晶粒(主相)的尺度为约3μm到5μm,在纳米晶磁体中晶粒尺寸已经减小到约50nm到300nm的纳米级水平。其中当前尤其值得注意的是这样的纳米晶磁体:在所述纳米晶磁体中,在努力减小晶粒尺寸的同时也减少(或消除)了高成本重稀土元素的量。

[0005] 这里讨论重稀土元素中的被大量使用的镝。由于镝储备主要在中国并且因为中国已经限制镝以及其它稀有金属的生产和出口,镝的商品价格在2011财年快速上涨。因此,一个关键挑战是开发在减少镝量的同时确保矫顽力性能的低镝磁体、以及在不使用任何镝的情况下确保矫顽力性能的无镝磁体。这是已经增加对纳米晶磁体的关注度的一个主要因素。

[0006] 制造纳米晶磁体的方法被总结。Nd-Fe-B基金属熔体例如被快速固化,并且所得到的纳米尺寸的精细粉末被压制烧结,由此产生烧结体。对所述烧结体进行热塑性加工以赋予磁各向异性,产生压制品(compact)。

[0007] 通过使用各种技术制造由纳米晶磁体构成的稀土磁体以在这种压制品中包含具有高矫顽力性能的重稀土元素。例子包括在日本专利申请公开No.2011-035001(JP-2011-035001A)和日本专利申请公开No.2010-114200(JP-2010-114200A)中公开的制造方法。

[0008] 首先,JP-2011-035001A公开了一种制造方法,该制造方法将包含镝和铽中的至少一种的蒸镀材料蒸发到热塑性加工的压制品上,由此引起从所述压制品的表面的晶界扩散。

[0009] 该制造方法的必要条件是在蒸镀材料蒸发步骤中在约850℃到1050℃下的高温处理。规定该温度范围,以便增强剩余矫顽力密度并且抑制过快的晶粒生长。

[0010] 然而,当在高达约850℃到1050℃的温度范围内进行热处理时,发生晶粒的粗大化(coarsening),其结果是,矫顽力有更大的可能性会减小。即,即使镝和铽被晶界扩散,也

变得不可能充分增加矫顽力。

[0011] 另一方面，JP-2010-114200A 公开了一种制造方法，其中使镝 (Dy)、铽 (Tb) 和钬 (Ho) 中的至少一种元素，或者铜 (Cu)、铝 (Al)、镓 (Ga)、锗 (Ge)、锡 (Sn)、铟 (In)、硅 (Si)、磷 (P) 和钴 (Co) 中的至少一种元素的合金，与稀土磁体的表面接触，并且受到热处理，以便以晶粒尺寸不超过 1μm 的方式实现晶界扩散。

[0012] 此处在 JP-2010-114200A 中提及，当热处理过程中的温度在 500℃到 800℃范围内时，在 Dy 等到晶界相的扩散效果与热处理的晶粒粗大化抑制效果之间实现极好的平衡，使得更易于获得具有高矫顽力的稀土磁体。此外，在其各种实例中，提及了使用 Dy-Cu 合金和 500℃到 900℃下的热处理。然而，即使在所描述的各种实例中，由于典型的 85Dy-15Cu 合金的熔点为约 1100℃，因此需要在约 1000℃或更高的温度下的高温处理，以便使这种金属熔体扩散且渗透到稀土磁体中。结果，不可能抑制晶粒的粗大化。

[0013] 因此，由于在 JP-2010-114200A 中在 500℃到 800℃的范围内的热处理中合金是固相的并且 Dy-Cu 合金等通过固相扩散在稀土磁体内扩散，因此可以容易地理解，这种扩散很耗时。

[0014] 考虑到当将包含高度熔化的重稀土元素的改性 (modified) 合金扩散到晶界相中时在高温气氛中发生晶粒的粗大化的事实以及这种改性合金的固相扩散耗时的事实，构想出本发明。

发明内容

[0015] 本发明提供了一种制造方法，该制造方法与常规的稀土磁体制造方法相比，能够引起在低温下增加矫顽力（尤其是高温气氛中的矫顽力）的改性合金渗透稀土磁体压制品，并且由此可以制造具有高矫顽力并且也具有相对较高磁化强度的稀土磁体。

[0016] 根据本发明的稀土磁体制造方法包括：第一步骤：通过对烧结体进行赋予各向异性的热塑性加工而产生压制品，所述烧结体由具有纳米晶结构的 RE-Fe-B 主相（其中 RE 是钕和镨中的至少一种）以及位于所述主相周围的 RE-X 合金（其中 X 是金属元素）的晶界相形成；以及第二步骤：通过将提高所述压制品的矫顽力的 RE-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，并且 Z 是重稀土元素）与所述晶界相熔融在一起并且使所述 RE-Y-Z 合金的熔体从所述压制品的表面液相渗透，产生稀土磁体。

[0017] 在本发明的制造方法中，使用具有远低于常规改性合金的熔点的改性合金，并且将晶界相与该改性合金熔融在一起，由此在晶界相处于熔融状态时使改性合金的熔体液相渗透到晶界相中。因此，这是一种制造纳米晶磁体的方法，该纳米晶磁体特别地在高温气氛（例如 150℃到 200℃）中具有高矫顽力并且也具有相对较高的磁化强度。

[0018] 首先，使构成稀土磁体的成分的熔体液体淬火，产生由精细晶粒构成的快速冷却带 (ribbon)。然后所述带被装入模具中并且在利用冲头 (punch) 施加压力的情况下被烧结并且由此被压实，得到各向同性烧结体，该烧结体由具有纳米晶结构的 RE-Fe-B 主相（其中 RE 是钕 (Nd) 和镨 (Pr) 中的至少一种，并且更具体地，是 Nd、Pr 和 Nd-Pr 中的一种、两种或更多种）以及位于所述主相周围的由 RE-X 合金（其中 X 是金属元素）构成的晶界相构成。

[0019] 接下来，对所述烧结体进行热塑性加工以便赋予各向异性，由此得到压制品。在这种热塑性加工中，除了加工温度和加工时间，塑性变形 (strain) 速率的调整也是重要的参

数。

[0020] 构成该压制品的晶界相的 RE-X 合金也根据主相的成分而不同。例如，在 RE 是 Nd 的情况下，RE-X 合金可以是钴 (Co)、铁 (Fe) 和镓 (Ga) 中的至少一种与 Nd 的合金，例如 Nd-Co、Nd-Fe、Nd-Ga、Nd-Co-Fe 和 Nd-Co-Fe-Ga 中的任何一种，或者其中两种或更多种的混合物，并且 RE-X 合金处于富 Nd 状态。在 RE 是 Pr 的情况下，RE-X 合金可以处于富 Pr 状态，与 RE 是 Nd 的情况类似。

[0021] 发明人已经确定 Nd-Co、Nd-Fe、Nd-Ga、Nd-Co-Fe 和 Nd-Co-Fe-Ga 的熔点以及晶界相的熔点在它们以混合物存在的情况下处于约 600℃附近（因为由于成分及其比率而存在某种变化，在约 550℃到约 650℃的范围内）。此外，优选主相的晶粒尺寸在 50nm 到 300nm 的范围内。更优选地，主相的平均晶粒尺寸为约 200nm。这是基于发明人这样的发现：在将具有这种晶粒尺寸范围的主相用于纳米晶磁体时，晶粒尺寸不增加。

[0022] 接下来，将构成该压制品的晶界相熔化，由此使作为改性合金的 RE-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，并且 Z 是重稀土元素）从所述压制品的表面液相渗透所述压制品。由此 RE-Y-Z 合金熔体渗透到所述压制品的熔融状态的晶界相中，并且在使导致所述压制品内部结构变化的同时，产生具有增加的矫顽力的稀土磁体。

[0023] 通过选择具有与晶界相的熔点相似的熔点的 Nd 合金作为要从压制品的表面液相渗透到液态晶界相中的熔融状态的 RE-Y-Z 合金，在约 600℃到约 650℃的范围内的 Nd 合金的熔体渗透到熔融状态的晶界相中。结果，与其中 Dy-Cu 合金等被固相扩散到晶界相中的情况相比，扩散效率和扩散速率显著增加，使得能够在短时间内实现改性合金的扩散。

[0024] 发现通过使用 Re-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，Z 是重稀土元素），与其中像在常规制造方法中那样诸如 Dy 的重稀土元素被单独地扩散和渗透的情况以及其中过渡金属元素与重稀土元素的合金（例如 Dy-Cu 合金）被扩散和渗透的情况相比，熔点可以大大降低。

[0025] 可以采用的“过渡金属元素”包括例如 Cu、Fe、Mn、Co、Ni、Zn 和 Ti 中的任何一种。可以采用的“重稀土元素”包括例如 Dy、Tb 和 Ho 中的任何一种。

[0026] 通过使用 RE-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，Z 是重稀土元素），与迄今为止的在至少 1000℃的高温气氛中 Dy 合金等被扩散和渗透的情况相比，可以在约 600℃的低得多的温度条件下进行改性合金的扩散。因此，可以抑制主相（晶粒）的粗大化，这也有助于矫顽力的增加。特别地，在约 600℃的温度条件下的改性合金的渗透也可以被认为是理想的，这是因为纳米晶磁体，不像烧结磁体，在约 800℃的高温气氛中放置约 10 分钟时经历显著的晶粒粗大化。即使在使用 70Dy-30Cu 合金的情况下，因为其具有 790℃的熔点，需要约 800℃的高温处理，使得不可能抑制晶粒的粗大化。

[0027] 举例而言，当使用 Nd-Cu-Dy 合金时，尽管该合金的熔点随着其中的成分比而不同（例如，合金 60Nd-30Cu-10Dy 的熔点是 533℃，合金 50Nd-30Cu-20Dy 的熔点是 576℃），但是这样的改性合金具有通常低于 600℃的熔点；因此该合金具有与晶界相的熔点相似的低熔点。

[0028] 就压制品的内部的结构变化而言，在已经受到热塑性加工的压制品中，所述结构常常处于这样的状态：其中，晶粒具有与取向的方向垂直的扁平形状，并且基本平行于各向异性轴的晶界被弯曲或弯折并且趋向于不由特定平面构成。对照而言，当改性合金的熔体

经历液相渗透到熔融状态的晶界相中时，随着时间流逝，晶粒的界面变得清楚，晶粒之间的磁解耦开始，并且矫顽力增加。然而，在这种结构变化的过程中，晶粒的与各向异性轴平行的面还不是特定平面。

[0029] 在压制品内部的结构变化完成的阶段，晶粒所具有的形状使得从与各向异性轴垂直的方向观看的平面形状变成矩形或者近似矩形的形状，并且晶粒的表面变为被低指数（密勒 (Miller) 指数）面包围的多面体（六面体（矩形棱柱体）、八面体或与其相似的固体）。例如，在六面体的情况下，发明人已经确定：取向轴形成在 (001) 面（易磁化方向 (c 轴）是六面体的底面和顶面）上，并且侧面由 (110)、(100) 或与其类似的面指数形成。

[0030] 从前文的描述中可以理解，本发明的稀土磁体制造方法使用作为低熔点改性合金的 RE-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，Z 是重稀土元素），来使改性合金熔体液相渗透到压制品的熔融状态的晶界相中，所述压制品是通过将烧结体进行热塑性加工而获得的，所述烧结体由具有纳米晶结构的 RE-Fe-B 主相（其中 RE 是 Nd 和 Pr 中的至少一种）以及位于所述主相周围的 RE-X 合金的晶界相构成。结果，可以抑制构成主相的纳米晶粒的粗大化，使得能够在改性晶界相中精确地实现纳米晶粒之间的磁解耦，并且因此使得可能制造也具有良好磁化强度的稀土磁体。

附图说明

[0031] 将参考附图在对本发明的示例性实施例的以下详细描述中描述本发明的特征、优点以及技术和工业重要性，在附图中相似的附图标记表示相似的要素，其中：

[0032] 图 1A、1B 和 1C 是以图 1A、1B 和 1C 的顺序示例出本发明的稀土磁体制造方法的实施例中的第一步骤的示意图；

[0033] 图 2A 是描绘通过图 1B 所示的步骤获得的烧结体的微结构的图，图 2B 是描绘图 1C 中的压制品的微结构的图；

[0034] 图 3A 是示例出本发明的稀土磁体制造方法的实施例中的第二步骤的图，图 3B 是描绘在具有改性合金的结构的改性过程中稀土磁体的微结构的图，并且图 3C 是描绘其中具有改性合金的结构的改性完成的稀土磁体的微结构的图；以及

[0035] 图 4 是示出在改性合金扩散之前和之后与磁化强度和矫顽力相关的实验结果的图表。

具体实施方式

[0036] 下面结合附图描述本发明的稀土磁体制造方法的实施例。

[0037] 图 1A、1B 和 1C 是示例出本发明的稀土磁体制造方法的实施例中的第一步骤的示意图，并且图 3A 是示例出本发明的稀土磁体制造方法的第二步骤的图。并且，图 2A 是描绘图 1B 所示的烧结体的微结构的图，图 2B 是描绘图 1C 中的压制品的微结构的图。此外，图 3B 是描绘在具有改性合金的结构的改性过程中稀土磁体的微结构的图，并且图 3C 是描绘其中具有改性合金的结构的改性完成的稀土磁体的微结构的图。

[0038] 如图 1A 所示，在减压 (50kPa 或更低）氩气气氛下在炉（未示出）中通过单辊熔体旋铸 (single-roll metlt apinning) 工艺使合金锭高频感应熔化。接下来，通过喷洒熔体制造快速冷却带 B，并且粗研磨带 B，所述熔体具有将该稀土磁体给予到铜辊 R 上的结构。

[0039] 如图 1B 所示，将经过粗研磨的快速冷却带 B 装载到由碳化物模具 D 和滑过模具 D 的中空内部的碳化物冲头 (punch)P 限定的腔中，并且在用碳化物冲头 P 向其施加压力的同时，通过在压力施加方向 (X 方向) 上使电流从其中流过加热所述带 B。这导致产生烧结体 S，该烧结体 S 由具有纳米晶结构 (晶粒尺寸，约 50nm 到约 200nm) 的 Nd-Fe-B 主相和位于所述主相周围的 Nd-X 合金 (其中 X 是金属元素) 构成。

[0040] 此处，构成晶界相的 Nd-X 合金处于富 Nd 状态，并且由 Co、Fe 和 Ga 中的至少一种的合金 (例如 Nd-Co、Nd-Fe、Nd-Ga、Nd-Co-Fe 和 Nd-Co-Fe-Ga 重的任何一种) 构成，或者是其中两种或更多种的混合物。

[0041] 如图 2A 所示，烧结体 S 呈现各向同性晶体结构，其中晶界相 BP 填充纳米晶粒 MP(主相) 之间的间隙。因此，为了向该烧结体 S 赋予各向异性，如图 1C 所示，使碳化物冲头 P 在烧结体 S 的纵向方向 (在图 1B 中，水平方向用作纵向方向) 上与端面接触，并且在用碳化物冲头 P 加压 (在 X 方向上) 的同时进行热塑性加工。如图 2B 所示，由此产生具有含有各向异性纳米晶粒 MP 的晶体结构的压制品 C(以上操作用作第一步骤)。

[0042] 当由于热塑性加工引起的加工率 (压缩率) 大时，例如在压缩率为约 10％以上的情况下，这可以称为“热密集加工 (hot intensive working)”或简称为“密集加工”。

[0043] 在图 2B 所示的压制品 C 的晶体结构中，纳米晶粒 MP 具有扁平形状，其中与各向异性轴基本平行的界面被弯曲或弯折并且不由特定平面构成。

[0044] 接下来，如图 3A 所示，将已经制造的压制品 C 放置在配备有内部加热器的高温炉 H 中，使由 Nd-Y-Z(其中 Y 是过渡金属元素，Z 是重稀土元素) 构成的改性合金 M 与压制品 C 接触，并使炉内部处于高温气氛中。

[0045] 此处，可以采用 Cu、Fe、Mn、Co、Ni、Zn 和 Ti 中任一种作为过渡金属元素 Y，并且可以采用 Dy、Tb 和 Ho 中的任一种作为重稀土元素 Z。示例性实例包括 Nd-Cu-Dy 合金和 Nd-Cu-Tb 合金。

[0046] 由 Nd-Co、Nd-Fe、Nd-Ga、Nd-Co-Fe、Nd-Co-Fe-Ga 或其混合物构成的晶界相的熔点随着其成分和比例而一定程度地变化，但是通常在 600℃附近 (考虑到这种变化，范围是从约 550℃到约 650℃)。

[0047] 在 Nd-Cu-Dy 合金或 Nd-Cu-Tb 合金用作改性合金的情况下，由于它们的熔点不高于 600℃ (为约 530℃到约 580℃)，因此熔点大约与晶界相 BP 的熔点相同或比其低。因此，通过将高温炉 H 的内部设定为 600℃到 650℃的温度，晶界相 BP 熔化，并且用作改性合金的 Nd-Cu-Dy 合金或 Nd-Cu-Tb 合金也熔化。

[0048] 熔化的 Nd-Cu-Dy 合金或 Nd-Cu-Tb 合金熔体然后液相渗透到处于熔化状态的晶界相 BP 中。

[0049] 由于改性合金熔体以该方式液相渗透到熔融状态的晶界相 BP 中，与像常规制造方法中那样 Dy-Cu 合金等固相扩散到晶界相中的情况相比，扩散效率和扩散速率都好得多，使得能够在短时间内实现改性合金的扩散。

[0050] 当改性合金熔体液相渗透到晶界相中并且过去一定量时间时，图 2B 所示的压制品 C 的晶体结构改变，晶粒 MP 的界面变得如图 3B 所示那样明显，并且晶粒 MP 的磁解耦开始，导致矫顽力增加。然而，在图 3B 所示的通过改性合金进行的结构改性的过程中，并不形成与各向异性轴基本平行的界面 (界面不由特定平面构成)。

[0051] 在通过改性合金进行的改性进行到充分程度的阶段，如图 3C 中所示形成与各向异性轴基本平行的界面（即，特定平面），并且形成稀土磁体 RM，其中从与各向异性轴垂直的方向（观看图 3C 的方向）上所见的晶粒 MP 的形状是矩形或者呈现近似矩形的形状。

[0052] 在由此通过根据本发明实施例的制造方法获得的稀土磁体中，由于使用了通过进行热塑性加工来向烧结体赋予各向异性而获得的压制品并且也由于由 Nd-Y-Z 合金（其中 Y 是过渡金属元素，Z 是重稀土元素）构成的改性合金熔体液相渗透到熔融状态的晶界相中，看起来，通过与改性合金熔体接触消除了由于热塑性加工引起的残余变形，并且通过减小晶粒尺寸以及促进晶粒之间的磁解耦提高了矫顽力。

[0053] 此外，由于使用了熔点与晶界相的熔点相同或低于晶界相的熔点的改性合金，通过在约 600℃到 650℃的相对较低的温度下熔化晶界相和改性合金二者，抑制了纳米晶粒的粗大化，这也有助于提高矫顽力。

[0054] 发明人进行了这样的实验：其中，他们通过采用上述的本发明的制造方法制造了为纳米晶磁体的稀土磁体，并且他们类似地使用常规改性合金作为渗透到晶界相中的改性合金制造了稀土磁体。然后他们在改性合金扩散之前和之后都测量了每个样品的磁化强度和矫顽力，并且比较了结果。

[0055] 描述制造实施例中的样品的方法。首先，使用商业可得的快速淬火的 Nd-Fe-B 基磁性粉末（晶粒尺寸为 200nm 或更小，Nd30wt％，Fe64wt％，B0.9wt％），在 600℃的保持温度下以及 50MPa 的保持压力下在成形模具内对所述粉末进行持续 5 分钟的保持时间的压制烧结。

[0056] 在 750℃的加工温度、70％的加工率和 1/s 的变形速率下对由此形成的烧结体进行塑性加工，由此在改性合金的扩散之前产生压制品。

[0057] 用改性合金涂敷所述压制品的顶面和底面，并且将被涂敷的压制品放置在钛容器中。所述容器内部被排空或者被置于氩气气氛下，并且在如下的表 1 的条件下持续 2 小时进行改性合金的扩散 / 渗透，由此产生稀土磁体。

[0058] 使用脉冲激励型磁特性测量系统分别对由此制造的样品进行磁测量，并且测量扩散前和扩散后的磁化比率以及扩散前和扩散后矫顽力的增加量。在下面的表 2 中以及图 4 中示出了那些结果。

[0059] 表 1

[0060]

	改性合金组成（at%）	改性合金熔点（℃）	改性合金浓度（wt%）	处理温度（℃）
例 1	60Nd30Cu10Dy	533	5	650
例 2	60Nd30Cu10Dy	533	10	650
例 3	50Nd30Cu20Dy	576	5	650
例 4	60Nd30Cu10Tb	524	5	650
例 5	60Nd30Cu10Tb	524	10	650
比较例 1	70Nd30Cu	490	5	650
比较例 2	70Nd30Cu	490	10	650
比较例 3	70Dy30Cu	790	2	650
比较例 4	70Dy30Cu	790	2	800

[0061] 表 2

[0062]

	扩散后的磁化强度/扩散前的磁化强度（扩散前/后的磁化比率）	矫顽力的增加量（kOe）（括号中的值为 kA/m 当量）
例 1	0.95	4.2（334.3）
例 2	0.92	7.5（597）
例 3	0.95	7（557.2）
例 4	0.95	5.5（437.8）
例 5	0.93	8.8（700.5）
比较例 1	0.95	2（159.2）
比较例 2	0.9	4.3（342.3）
比较例 3	1	0（无扩散）
比较例 4	0.95	2（159.2）

[0063] 从表 2 和图 4 中可以确认，在例 1-5 的每一个中，晶粒的粗大化受到抑制（尽管它们中的每一个包括晶粒尺寸超过 500nm 的一些粗大晶粒，但是每种情况下的晶粒尺寸都是约 200nm 到 300nm 或者更小），并且在磁化强度的减小被抑制的同时矫顽力增加。

[0064] 关于比较例，在比较例 1 和 2 中，有可能通过 Nd-Cu 合金的扩散增加矫顽力（比较例 2 中的矫顽力与例 1 中的矫顽力大约相同）。在比较例 2 中，特别地，磁化强度的减小是显著的。

[0065] 转到比较例 3 和 4，在其中 Dy-Cu 合金的扩散过程中加工温度低的比较例 3 的情况下，发现了改性金属不熔化，改性金属未充分扩散到晶界相中，并且矫顽力基本无增加。在

其中进行高温加工的比较例 4 的情况下，发现晶粒以向着 1μm 以上的尺寸粗大化而告终，结构毁坏，并且矫顽力的增加小。

[0066] 从这些实验结果显而易见的是，通过使用熔点与晶界相的熔点大致相同或者更低的 Nd-Cu-Dy 合金或 Nd-Cu-Tb 合金，以及在晶界相处于熔融状态下时使改性合金的熔体液相渗透到晶界相中，抑制了晶粒的粗大化。此外，证明了当利用诸如 Nd-Cu 的合金通过在这些类型的合金被浓缩 (concentrate) 的情况下也增加 Dy 或 Tb 的水平而使晶粒解耦时，增强了晶粒之间的解耦能力，在抑制磁化强度减小的同时使得矫顽力增加。

[0067] 已经在上文中结合附图详细描述了本发明的实施例。然而，本发明的具体结构不限于这些实施例，并且各种设计修改都是可能的，只要它们不偏离本发明的主旨即可。

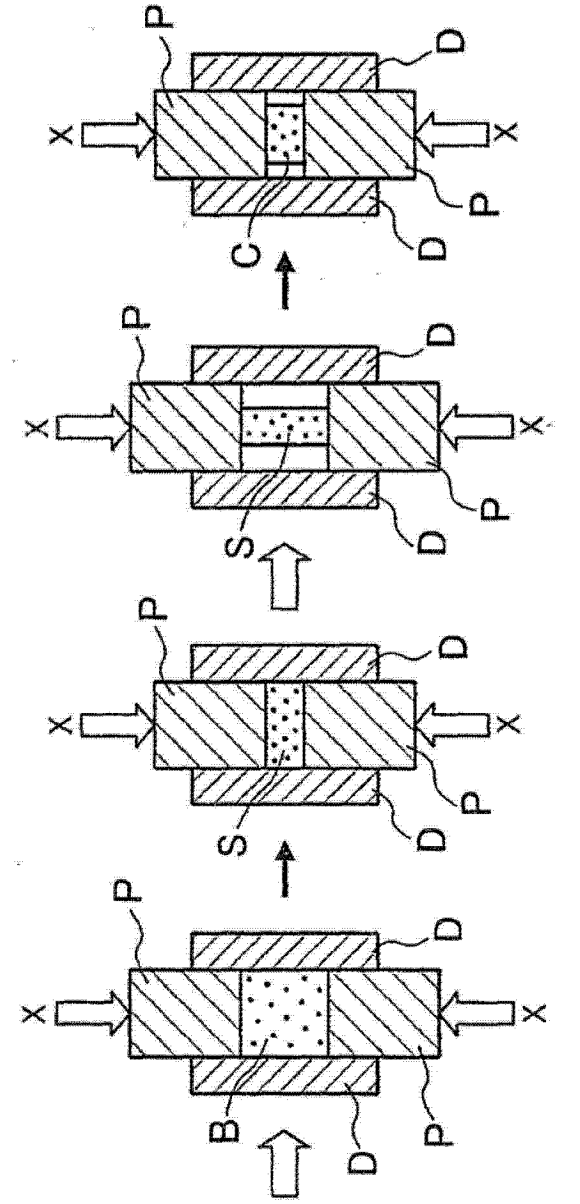


图 1C

图 1B

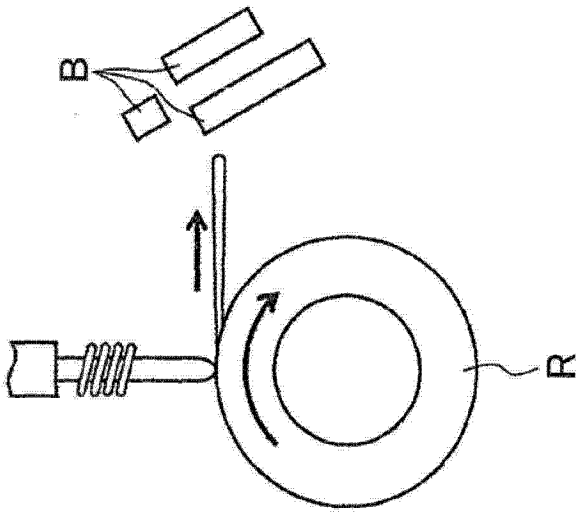


图 1A

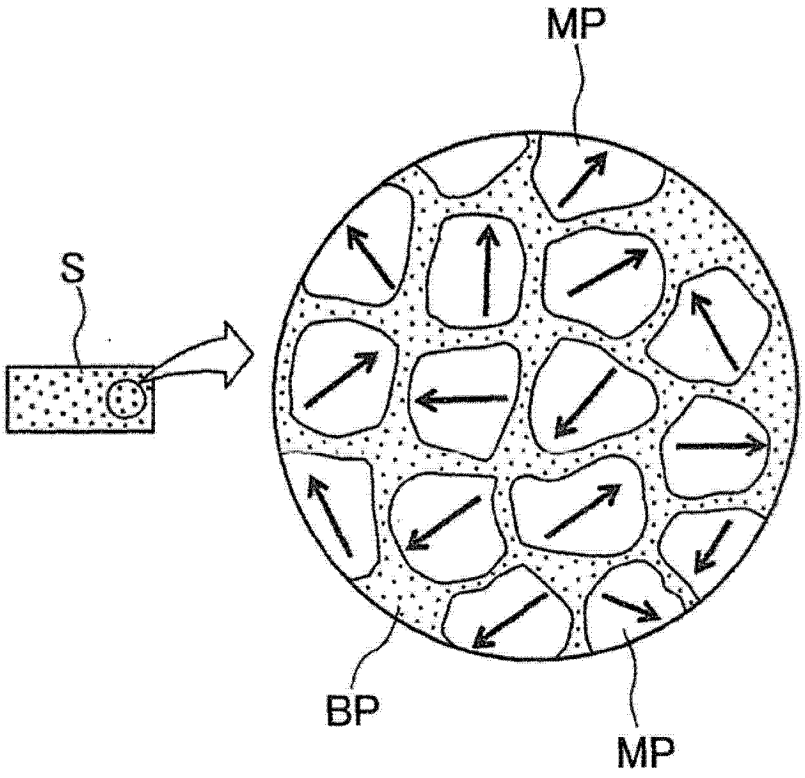


图 2A

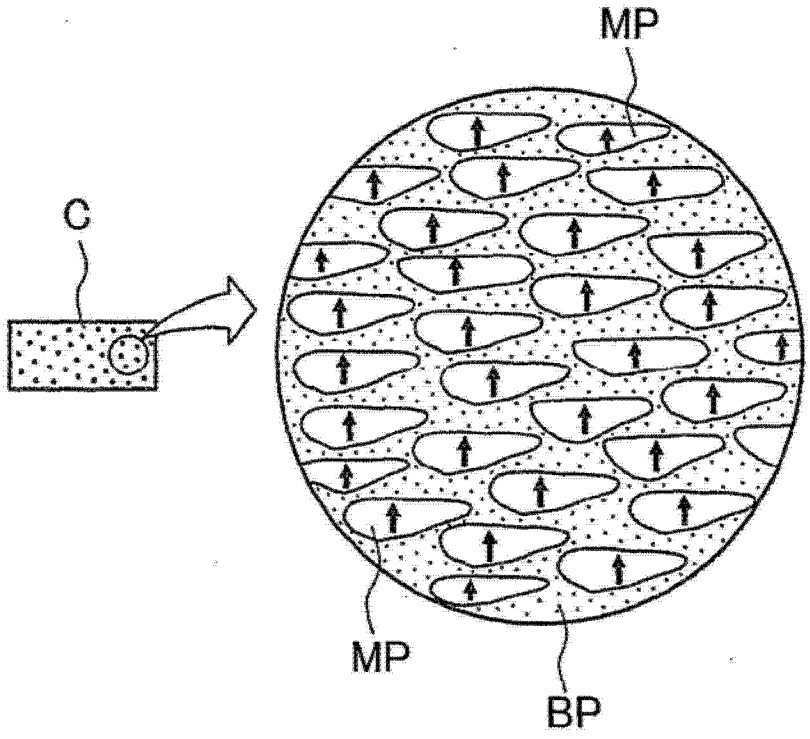


图 2B

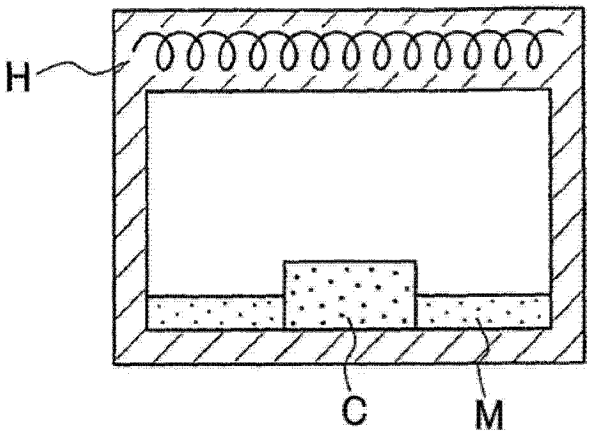


图 3A

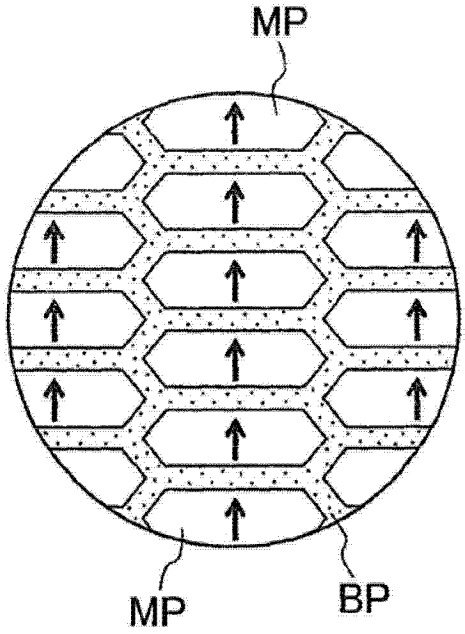


图 3B

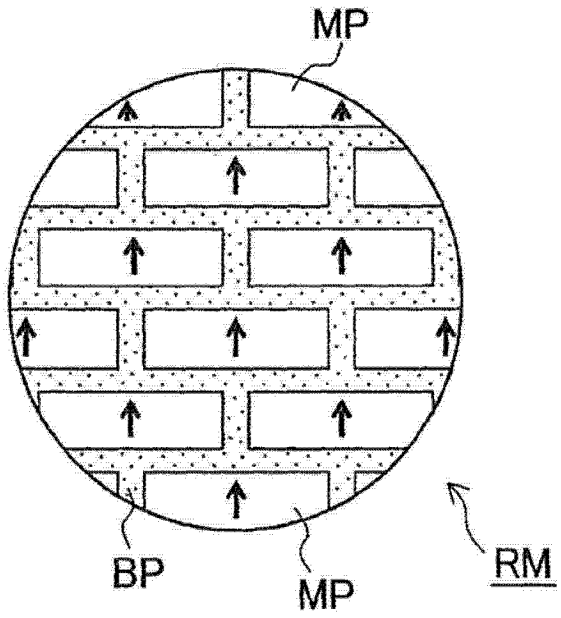


图 3C

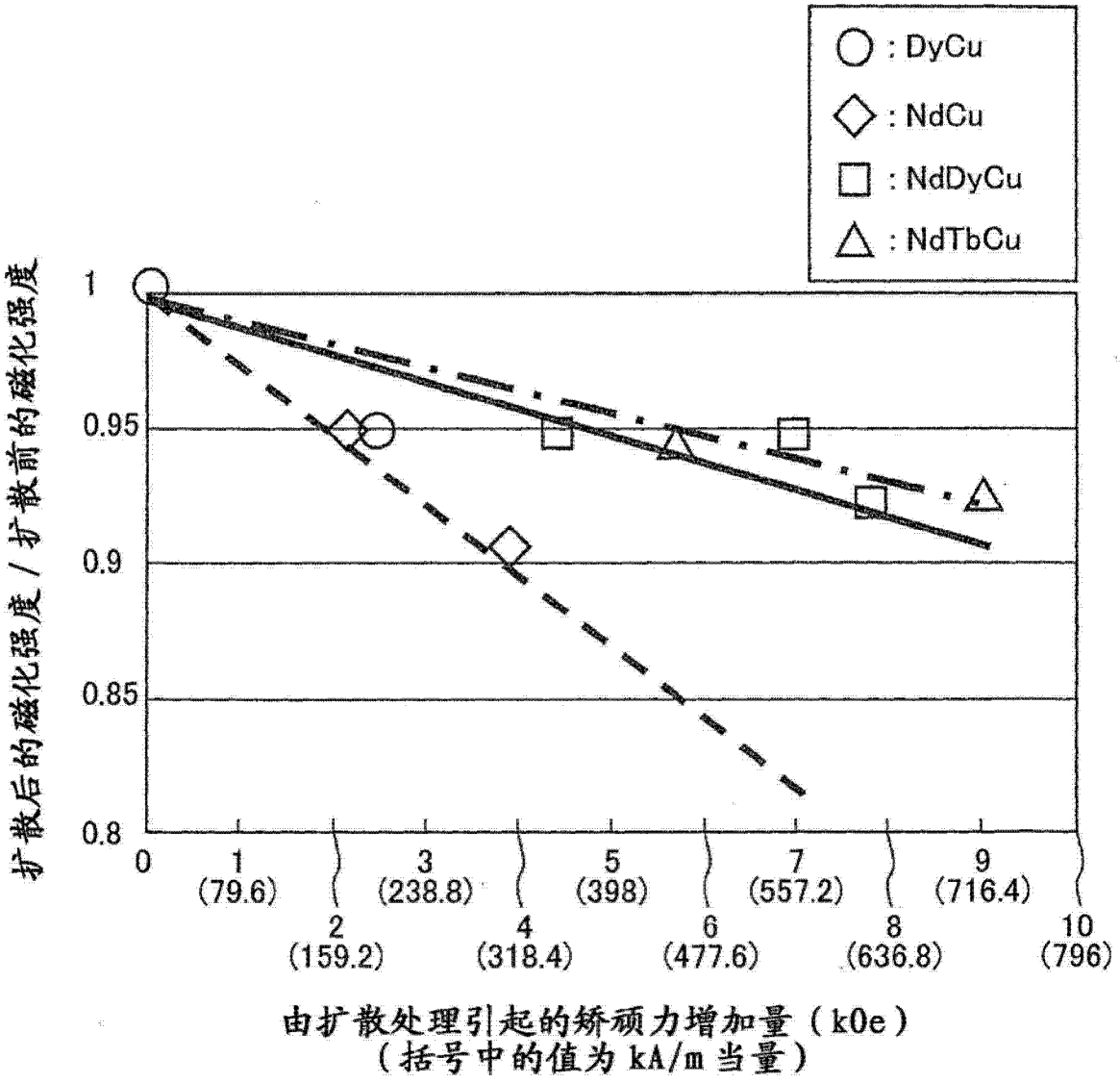

○ : DyCu
◇ : NdCu
□ : NdDyCu
△ : NdTbCu
扩散后的磁化强度 / 扩散前的磁化强度
1
0.95
0.9
0.85
0.8
0
1 (79.6)
2 (159.2)
3 (238.8)
4 (318.4)
5 (398)
6 (477.6)
7 (557.2)
8 (636.8)
9 (716.4)
10 (796)
由扩散处理引起的矫顽力增加量（kOe）
（括号中的值为 kA/m 当量）

图 4