

(21)申請案號：100111410

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 03 月 31 日

(51)Int. Cl. : **H01F1/057 (2006.01)**
H01F1/08 (2006.01)

H01F41/02 (2006.01)

(30)優先權：2010/03/31 日本

2010-084156

(71)申請人：日東電工股份有限公司 (日本) NITTO DENKO CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：尾關出光 OZEKI, IZUMI (JP)；久米克也 KUME, KATSUYA (JP)；平野敬祐 HIRANO, KEISUKE (JP)；大牟禮智弘 OMURE, TOMOHIRO (JP)；太白啟介 TAIHAKU, KEISUKE (JP)；尾崎孝志 OZAKI, TAKASHI (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：20 項 圖式數：9 共 41 頁

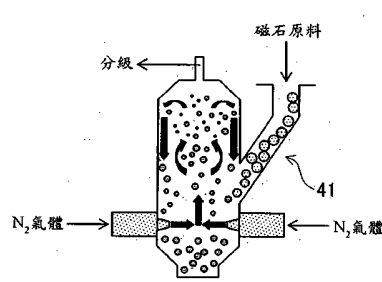
(54)名稱

永久磁石及永久磁石之製造方法

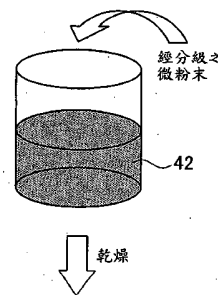
(57)摘要

本發明提供一種緻密地燒結磁石整體，可防止磁石特性下降之永久磁石及永久磁石之製造方法。向已粉碎之釹磁石之微粉末加入添加有由 $M-(OR)_x$ (式中，M 係 Dy 或 Tb，R 係含有煙之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x 係任意之整數) 所表示之有機金屬化合物之有機金屬化合物溶液，從而使有機金屬化合物均勻地附著於釹磁石之粒子表面。其後，將已乾燥之磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒處理，進而，將所預燒之粉末狀之預燒體於成形後進行燒結，藉此製造永久磁石 1。

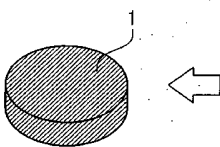
1. 微粉碎



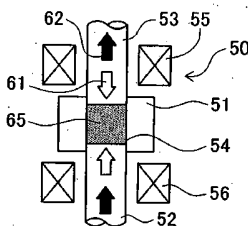
2. 漿料製作



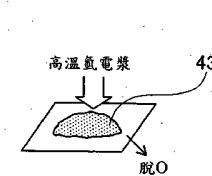
5. 燒結



4. 壓粉成形・磁場定向



3. 電漿預燒處理



1：永久磁石

41：噴射磨機

42：漿料

43：磁石粉末

50：成形裝置

51：鑄模

52：下衝頭

53：上衝頭

54：模腔

55：磁場產生線圈

56：磁場產生線圈

61：箭頭

62：箭頭

65：預燒體

(21)申請案號：100111410

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 03 月 31 日

(51)Int. Cl. : **H01F1/057 (2006.01)**
H01F1/08 (2006.01)

H01F41/02 (2006.01)

(30)優先權：2010/03/31 日本

2010-084156

(71)申請人：日東電工股份有限公司 (日本) NITTO DENKO CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：尾關出光 OZEKI, IZUMI (JP)；久米克也 KUME, KATSUYA (JP)；平野敬祐
HIRANO, KEISUKE (JP)；大牟禮智弘 OMURE, TOMOHIRO (JP)；太白啟介
TAIHAKU, KEISUKE (JP)；尾崎孝志 OZAKI, TAKASHI (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：20 項 圖式數：9 共 41 頁

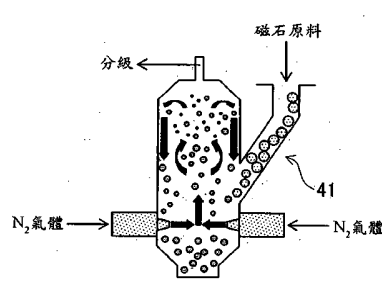
(54)名稱

永久磁石及永久磁石之製造方法

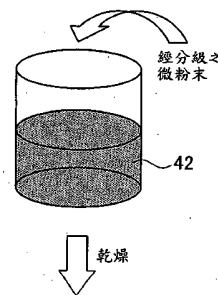
(57)摘要

本發明提供一種緻密地燒結磁石整體，可防止磁石特性下降之永久磁石及永久磁石之製造方法。向已粉碎之釹磁石之微粉末加入添加有由 $M-(OR)_x$ (式中，M 係 Dy 或 Tb，R 係含有煙之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x 係任意之整數) 所表示之有機金屬化合物之有機金屬化合物溶液，從而使有機金屬化合物均勻地附著於釹磁石之粒子表面。其後，將已乾燥之磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒處理，進而，將所預燒之粉末狀之預燒體於成形後進行燒結，藉此製造永久磁石 1。

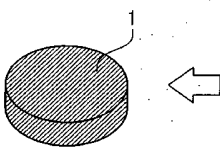
1. 微粉碎



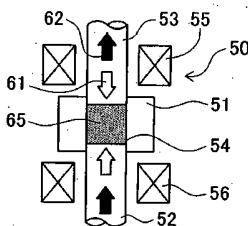
2. 漿料製作



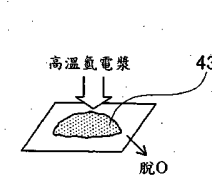
5. 燒結



4. 壓粉成形・磁場定向



3. 電漿預燒處理



1：永久磁石

41：噴射磨機

42：漿料

43：磁石粉末

50：成形裝置

51：鑄模

52：下衝頭

53：上衝頭

54：模腔

55：磁場產生線圈

56：磁場產生線圈

61：箭頭

62：箭頭

65：預燒體

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種永久磁石及永久磁石之製造方法。

【先前技術】

近年來，對於油電混合車或硬碟驅動器等中使用之永久磁石電動機而言，要求小型輕量化、高輸出化及高效率化。而且，於上述永久磁石電動機實現小型輕量化、高輸出化及高效率化時，對埋設於永久磁石電動機中之永久磁石而言，要求磁特性之進一步提高。再者，作為永久磁石，有鐵氧體磁石、Sm-Co系磁石、Nd-Fe-B系磁石、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ 系磁石等，尤其係殘留磁通密度較高之Nd-Fe-B系磁石適於作為永久磁石電動機用之永久磁石。

於此，作為永久磁石之製造方法，通常係使用粉末燒結法。於此，粉末燒結法係首先將原材料進行粗粉碎，並利用噴射磨機(乾式粉碎)製造已微粉碎之磁石粉末。其後，將該磁石粉末放入模具，一面自外部施加磁場，一面擠壓成形為所需之形狀。繼而，將成形為所需形狀之固形狀之磁石粉末以特定溫度(例如Nd-Fe-B系磁石為 $800^\circ\text{C} \sim 1150^\circ\text{C}$)進行燒結，藉此製造永久磁石。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

[專利文獻1]日本專利第3298219號公報(第4頁、第5頁)

【發明內容】

[發明所欲解決之問題]

另一方面，Nd-Fe-B等Nd系磁石存在耐熱溫度較低之問題。因此，於將Nd系磁石使用於永久磁石電動機之情形時，若使該電動機連續驅動，則會導致磁石之殘留磁通密度逐漸下降。又，亦會產生不可逆退磁。因此，於將Nd系磁石使用於永久磁石電動機之情形時，為提高Nd系磁石之耐熱性，添加磁各向異性較高之Dy(鎳)或Tb(錳)，以進一步提高磁石之保磁力。

於此，作為添加Dy或Tb之方法，自先前存在燒結磁石之表面上附著Dy或Tb而使其擴散之晶界擴散法、以及分別製造與主相及晶界相相對應之粉末並加以混合(乾摻)之二元合金法。前者具有雖然對板狀或小片有效，但大型磁石中無法使Dy或Tb之擴散距離延伸至內部之晶界相為止之缺點。後者具有因將2種合金摻合併進行壓製而製作磁石，故而導致Dy或Tb擴散到粒內，使得無法偏在於晶界之缺點。

又，Dy或Tb係稀有金屬，出產地亦有限，故而較理想的是儘可能抑制相對於Nd之Dy或Tb之使用量。進而，亦有如下問題，即，若大量添加Dy或Tb，則導致表示磁石強度之殘留磁通密度下降。因此，期望一種使微量之Dy或Tb有效偏在於晶界，藉此大幅度提高磁石之保磁力而不會降低殘留磁通密度。

又，亦考慮將Dy或Tb以分散至有機溶劑中之狀態添加至Nd系磁石，藉此使Dy或Tb偏在配置於磁石之晶界。然而，通常若將有機溶劑添加至磁石，則Dy或Tb以與有機

溶劑中所含之氧結合之狀態存在。於此，因Nd與氧之反應性非常高，故而若存在氧，則會於燒結步驟中Nd與氧結合而形成Nd氧化物。其結果，存在磁特性下降之問題。又，存在因Nd與氧結合而使Nd少於基於化學計量組成(Nd₂Fe₁₄B)之含量，於燒結後之磁石之主相內析出αFe，使得磁石特性大幅下降之問題。

本發明係為解決上述先前之問題點開發而成者，其目的在於提供一種永久磁石及永久磁石之製造方法，可使有機金屬化合物中所含之微量之Dy或Tb有效偏在配置於磁石之晶界，並且將添加有有機金屬化合物之磁石粉末在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，藉此可預先減少磁石粒子所含之氧量，其結果，可防止磁石特性之下降。

[解決問題之技術手段]

為達成上述目的，本發明之永久磁石之特徵在於其係藉由如下步驟製造而成：將磁石原料粉碎成磁石粉末；於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式M-(OR)_x(式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；藉由將上述預燒體成形而形成成形體；以及對上述成形體進行燒結。

又，本發明之永久磁石之特徵在於其係藉由如下步驟製造而成：將磁石原料粉碎成磁石粉末；於上述已粉碎之磁

石粉末中添加由以下結構式 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；藉由將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末成形而形成成形體；將上述成形體藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；以及對上述預燒體進行燒結。

又，本發明之永久磁石之特徵在於，於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。

又，本發明之永久磁石之特徵在於，上述結構式 $M-(OR)_x$ 之R係烷基。

又，本發明之永久磁石之特徵在於，上述結構式 $M-(OR)_x$ 之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。

又，本發明之永久磁石之特徵在於，形成上述有機金屬化合物之金屬係於燒結後偏在於上述永久磁石之晶界。

又，本發明之永久磁石之特徵在於，形成上述有機金屬化合物之金屬係於燒結後在上述永久磁石之晶體粒子表面形成厚度為1 nm~500 nm之層。

又，本發明之永久磁石之製造方法之特徵在於包含如下步驟：將磁石原料粉碎成磁石粉末；於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；將粒子表面上附著

有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；藉由將上述預燒體成形而形成成形體；以及對上述成形體進行燒結。

又，本發明之永久磁石之製造方法之特徵在於包含如下步驟：將磁石原料粉碎成磁石粉末；於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；藉由將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末成形而形成成形體；將上述成形體藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；以及對上述預燒體進行燒結。

又，本發明之永久磁石之製造方法之特徵在於，於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。

又，本發明之永久磁石之製造方法之特徵在於，上述結構式 $M-(OR)_x$ 之R係烷基。

進而，本發明之永久磁石之製造方法之特徵在於，上述結構式 $M-(OR)_x$ 之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。

[發明之效果]

根據具有上述構成之本發明之永久磁石，可使所添加之有機金屬化合物中所含之微量之Dy或Tb有效偏在於磁石之晶界。又，由於將添加有有機金屬化合物之磁石粉末在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，因此於進行燒結之前可預先減少磁石粒子所含之氧量。其結果，抑制於燒結後之

磁石之主相內析出 αFe ，或者抑制氧化物之生成，不會大幅度降低磁石特性。

進而，由於對粉末狀之磁石粒子進行預燒，因此與對成形後之磁石粒子進行預燒之情形相比，具有對於磁石粒子整體而言可更容易進行金屬氧化物之還原之優點。即，可更確實地減少磁石粒子所含之氧量。

又，根據本發明之永久磁石，可使所添加之有機金屬化合物中所含之微量之 Dy 或 Tb 有效偏在於磁石之晶界。又，由於將添加有有機金屬化合物之磁石粉末之成形體在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，因此於進行燒結之前可預先減少磁石粒子所含之氧量。其結果，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，或者抑制氧化物之生成，不會大幅度降低磁石特性。

又，根據本發明之永久磁石，由於使用高溫氫電漿加熱進行預燒，因此可生成較高濃度之氫自由基，即便於形成有機金屬化合物之金屬作為穩定之氧化物存在於磁石粉末中之情形時，亦可於低溫下使用氫自由基容易進行向金屬之還原或氧化數減少。

又，根據本發明之永久磁石，由於使用含有烷基之有機金屬化合物作為添加至磁石粉末之有機金屬化合物，因此可容易進行有機金屬化合物之熱分解。其結果，例如在燒結之前於氫氣環境下進行磁石粉末或成形體之預燒之情形時，可更確實地減少磁石粉末或成形體中之碳量。藉此，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，可緻密地燒結磁

石整體，且可防止保磁力下降。

又，根據本發明之永久磁石，由於使用含有碳數為2~6之烷基之有機金屬化合物作為添加至磁石粉末之有機金屬化合物，因此可於低溫下進行有機金屬化合物之熱分解。其結果，例如在燒結之前於氫氣環境下進行磁石粉末或成形體之預燒之情形時，對於磁石粉末整體或成形體整體而言可更容易進行有機金屬化合物之熱分解。即，藉由預燒處理，可更確實地減少磁石粉末或成形體中之碳量。

又，根據本發明之永久磁石，由於磁各向異性較高之Dy或Tb在燒結後偏在於磁石之晶界，因此偏在於晶界之Dy或Tb抑制晶界之逆磁疇之生成，藉此可提高保磁力。又，由於Dy或Tb之添加量少於先前，因此可抑制殘留磁通密度之下降。

又，根據本發明之永久磁石，由於磁各向異性較高之Dy或Tb在燒結後於磁石之粒子表面形成厚度為1 nm~500 nm之層，因此抑制殘留磁通密度之下降，並且可藉由Dy或Tb提高保磁力。

又，根據本發明之永久磁石之製造方法，可製造使所添加之有機金屬化合物中所含之微量之Dy或Tb有效偏在於磁石之晶界的永久磁石。又，由於將添加有有機金屬化合物之磁石粉末在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，因此於進行燒結之前可預先減少磁石粒子所含之氧量。其結果，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，或者抑制氧化物之生成，不會大幅度降低磁石特性。

進而，由於對粉末狀之磁石粒子進行預燒，因此與對成形後之磁石粒子進行預燒之情形相比，具有對於磁石粒子整體而言可更容易進行金屬氧化物之還原之優點。即，可更確實地減少磁石粒子所含之氧量。

又，根據本發明之永久磁石之製造方法，可製造使所添加之有機金屬化合物中所含之微量之Dy或Tb有效偏在於磁石之晶界的永久磁石。又，由於將添加有機金屬化合物之磁石粉末之成形體在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，因此於進行燒結之前可預先減少磁石粒子所含之氧量。其結果，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，或者抑制氧化物之生成，不會大幅度降低磁石特性。

又，根據本發明之永久磁石之製造方法，由於使用高溫氫電漿加熱進行預燒，因此可生成較高濃度之氫自由基，即便於形成有機金屬化合物之金屬作為穩定之氧化物存在於磁石粉末中之情形時，亦可於低溫下使用氫自由基容易進行向金屬之還原或氧化數減少。

又，根據本發明之永久磁石之製造方法，由於使用含有烷基之有機金屬化合物作為添加至磁石粉末之有機金屬化合物，因此可容易進行有機金屬化合物之熱分解。其結果，例如在燒結之前於氫氣環境下進行磁石粉末或成形體之預燒之情形時，可更確實地減少磁石粉末或成形體中之碳量。藉此，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，可緻密地燒結磁石整體，且可防止保磁力下降。

進而，根據本發明之永久磁石之製造方法，由於使用含

有碳數為2~6之烷基之有機金屬化合物作為添加至磁石粉末之有機金屬化合物，因此可於低溫下進行有機金屬化合物之熱分解。其結果，例如在燒結之前於氫氣環境下進行磁石粉末或成形體之預燒之情形時，對於磁石粉末整體或成形體整體而言可更容易進行有機金屬化合物之熱分解。即，藉由預燒處理，可更確實地減少磁石粉末或成形體中之碳量。

【實施方式】

以下，關於本發明之永久磁石及永久磁石之製造方法經具體化之實施形態，下面參照圖式而進行詳細說明。

[永久磁石之構成]

首先，對本發明之永久磁石1之構成進行說明。圖1係表示本發明之永久磁石1之整體圖。再者，圖1所示之永久磁石1具有圓柱形狀，但永久磁石1之形狀係根據成形時使用之模腔之形狀而產生變化。

作為本發明之永久磁石1，例如使用Nd-Fe-B系磁石。又，於形成永久磁石1之各Nd晶體粒子之界面(晶界)，偏在有用以提高永久磁石1之保磁力之Dy(鐳)或Tb(釷)。再者，將各成分之含量設為如下，即，Nd:25~37 wt%，Dy(或Tb):0.01~5 wt%，B:1~2 wt%，Fe(電解鐵):60~75 wt%。又，為提高磁特性，亦可少量含有Co、Cu、Al、Si等其他元素。

具體而言，於本發明之永久磁石1中，如圖2所示於構成永久磁石1之Nd晶體粒子10之表面上塗層Dy層(或Tb

層)11，藉此使Dy或Tb偏在於Nd晶體粒子10之晶界。圖2係將構成永久磁石1之Nd晶體粒子10放大表示之圖。

如圖2所示，永久磁石1包含Nd晶體粒子10、以及塗層Nd晶體粒子10之表面之Dy層(或Tb層)11。再者，Nd晶體粒子10包含例如 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 金屬間化合物，Dy層11包含例如 $(\text{Dy}_x\text{Nd}_{1-x})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 金屬間化合物。

以下，對利用Dy層(或Tb層)11提高永久磁石1之保磁力之機構，使用圖3及圖4進行說明。圖3係表示強磁體之磁滯曲線之圖，圖4係表示強磁體之磁疇結構之模式圖。

如圖3所示，永久磁石之保磁力係於自經磁化之狀態施加朝向逆方向之磁場時，將磁極化設為0(即，進行磁化反轉)所需之磁場之強度。因此，若可抑制磁化反轉，則可獲得較高之保磁力。再者，於磁體之磁化過程中，存在基於磁矩之旋轉之旋轉磁化及作為磁疇邊界之磁壁(包含 90° 磁壁及 180° 磁壁)移動之磁壁移動。又，於本發明視作對象之如Nd-Fe-B系般之燒結體磁石中，逆磁疇最容易產生於作為主相之晶體粒之表面附近。因此，於本發明中，於Nd晶體粒子10之晶體粒之表面部分(外殼)，生成由Dy或Tb取代Nd之一部分而成之相，並抑制逆磁疇之生成。再者，於提高 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 金屬間化合物之保磁力(阻止磁化反轉)之效果之方面上，磁各向異性較高之Dy及Tb均係有效之元素。

於此，於本發明中，Dy、Tb之取代係如下所述藉由於將已粉碎之磁石粉末進行成形之前添加含有Dy(或Tb)之有

機金屬化合物而進行。具體而言，於將添加有含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物之磁石粉末進行燒結時，藉由濕式分散而均勻附著於Nd磁石粒子之粒子表面之該有機金屬化合物中之Dy(或Tb)，向Nd磁石粒子之晶體成長區域擴散滲入而進行取代，形成圖2所示之Dy層(或Tb層)11。其結果，如圖4所示Dy(或Tb)偏在於Nd晶體粒子10之界面，可提高永久磁石1之保磁力。

又，於本發明中，尤其是如下所述將由 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物(例如，乙醇鎘、正丙醇鎘、乙醇錫等)添加至有機溶劑中，並於濕式狀態下混合於磁石粉末。藉此，使含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物分散至有機溶劑中，從而可使含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物有效附著於Nd磁石粒子之粒子表面。

於此，作為滿足上述 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)之結構式之有機金屬化合物，有金屬醇鹽。金屬醇鹽係由通式 $M-(OR)_n$ (M：金屬元素，R：有機基，n：金屬或半金屬之價數)所表示。又，作為形成金屬醇鹽之金屬或半金屬，可列舉W、Mo、V、Nb、Ta、Ti、Zr、Ir、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Cd、Al、Ga、In、Ge、Sb、Y、lanthanide等。其中，於本發明中，尤其係宜使用Dy或Tb。

又，對於醇鹽之種類，並無特別限定，例如可列舉甲醇鹽、乙醇鹽、丙醇鹽、異丙醇鹽、丁醇鹽、碳數為4以上之醇鹽等。其中，於本發明中，如下所述根據利用低溫分解抑制殘碳之目的，而使用低分子量者。又，由於碳數為1之甲醇鹽容易分解且難以操作，因此尤其宜使用R中所含之碳數為2~6之醇鹽即乙醇鹽、甲醇鹽、異丙醇鹽、丙醇鹽、丁醇鹽等。即，於本發明中，尤其是作為添加至磁石粉末之有機金屬化合物，較理想的是使用由 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係烷基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，更佳為使用由 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係碳數為2~6之烷基中之任一者，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物。

進而，若將Dy或Tb添加至磁石粉末，則Dy或Tb以與有機金屬化合物中所含之氧結合之狀態(例如 Dy_2O 、 DyO 、 Dy_2O_3 等)存在。於此，因Nd與氧之反應性非常高，故而若存在氧，則會於燒結步驟中Nd與氧結合而形成Nd氧化物。其結果，存在磁特性下降之問題。又，亦存在因Nd與氧結合而使Nd少於基於化學計量組成($Nd_2Fe_{14}B$)之含量，於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，使得磁石特性大幅下降之問題。然而，藉由進行利用下述電漿加熱之預燒處理，可使以與氧結合之狀態存在之Dy或Tb還原至金屬Dy或金屬Tb，從而可減少氧。其結果，可防止燒結時Nd與氧結合，亦可抑制 αFe 之析出。

又，較理想的是將Nd晶體粒子10之粒徑D設為0.1 μm ~5.0 μm 左右。又，若於適當之煅燒條件下煅燒藉由壓粉成形所成形之成形體，則可防止Dy或Tb擴散滲透(固溶化)至Nd晶體粒子10內。藉此，於本發明中，即便添加Dy或Tb，亦可將藉由Dy或Tb之取代區域僅設為外殼部分。例如，將Dy層(或Tb層)11之厚度d設為1 nm~500 nm、較佳設為2 nm~200 nm。其結果，晶體粒整體(即，作為燒結磁石整體)成為核心之Nd₂Fe₁₄B金屬間化合物相佔較高之體積比例之狀態。藉此，可抑制該磁石之殘留磁通密度(將外部磁場之強度設為0時之磁通密度)之下降。

再者，Dy層(或Tb層)11並非必須為僅由Dy化合物(或Tb化合物)構成之層，亦可為包含Dy化合物(或Tb化合物)與Nd化合物之混合體之層。於該情形時，添加Nd化合物，藉此形成包含Dy化合物(或Tb化合物)與Nd化合物之混合體之層。其結果，可促進Nd磁石粉末之燒結時之液相燒結。再者，作為需添加之Nd化合物，較理想的是NdH₂、乙酸釹水合物、乙醯丙酮釹(III)三水合物、2-乙基己酸釹(III)、六氟乙醯丙酮釹(III)二水合物、異丙醇釹、磷酸釹(III)n水合物、三氟乙醯丙酮釹、三氟甲烷磺酸釹等。

再者，作為使Dy或Tb偏在於Nd晶體粒子10之晶界之構成，亦可設為使含有Dy或Tb之粒散佈於Nd晶體粒子10之晶界之構成。即便係此類構成，亦可獲得相同之效果。再者，使Dy或Tb如何偏在於Nd晶體粒子10之晶界係可藉由例如SEM(Scanning Electron Microscope，掃描式電子顯微

鏡)或TEM(Transmission Electron Microscope, 穿透式電子顯微鏡)或三維原子探針法(3D Atom Probe method)而確認。

[永久磁石之製造方法1]

其次，對本發明之永久磁石1之第1製造方法，使用圖5進行說明。圖5係表示本發明之永久磁石1之第1製造方法中之製造步驟之說明圖。

首先，製造包含特定分率之Nd-Fe-B(例如Nd:32.7 wt%，Fe(電解鐵):65.96 wt%，B:1.34 wt%)之鑄錠。其後，藉由搗碎機或粉碎機等而將鑄錠粗粉碎成200 μm 左右之大小。或者，溶解鑄錠，利用薄片連鑄法(Strip Casting Method)製作薄片，利用氬壓碎法進行粗粉化。

接著，於(a)氧含量實質上為0%之包含氮氣體、Ar氣體、He氣體等惰性氣體之氣體環境中，或者(b)氧含量為0.0001~0.5%之包含氮氣體、Ar氣體、He氣體等惰性氣體之氣體環境中，將已粗粉碎之磁石粉末利用噴射磨機41進行微粉碎，設為具有特定尺寸以下(例如0.1 μm ~5.0 μm)之平均粒徑之微粉末。再者，所謂氧濃度實質上為0%，並不限定於氧濃度完全為0%之情形，亦可表示含有於微粉之表面上極少量地形成氧化覆膜之程度之量的氧。

另一方面，製作利用噴射磨機41進行微粉碎之微粉末中需添加之有機金屬化合物溶液。於此，於有機金屬化合物溶液中預先添加含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物並使其溶解。再者，作為需溶解之有機金屬化合物，較理想的是使

用相當於 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係碳數為2~6之烷基中之任一者，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)之有機金屬化合物(例如，乙醇鎢、正丙醇鎢、乙醇鈰等)。又，對於需溶解之含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物之量，並無特別限制，但如上所述較佳將Dy(或Tb)相對燒結後之磁石之含量設為0.001 wt%~10 wt%、較佳為0.01 wt%~5 wt%之量。

接著，向利用噴射磨機41分級之微粉末添加上述有機金屬化合物溶液。藉此，生成磁石原料之微粉末與有機金屬化合物溶液混合而成之漿料42。再者，有機金屬化合物溶液之添加係於包含氬氣體、Ar氣體、He氣體等惰性氣體之氣體環境下進行。

其後，將所生成之漿料42於成形之前藉由真空乾燥等事前進行乾燥，取出已乾燥之磁石粉末43。其後，對已乾燥之磁石粉末43，藉由使用高溫氬電漿之電漿加熱進行預燒處理。具體而言，將磁石粉末43投入到「2.45 GHz之高頻微波」電漿加熱裝置內，藉由對氬氣與惰性氣體(例如Ar氣體)之混合氣體施加電壓而激發電漿，對磁石粉末43照射所產生之高溫氬電漿，藉此進行預燒處理。再者，將需供給之氣體流量設為氬流量1 L/min~10 L/min、氬流量1 L/min~5 L/min，將激發電漿時之輸出電力設為1 kW~10 kW，電漿之照射時間以1秒~60秒進行。

於藉由上述電漿加熱之預燒處理中，可進行將以與氧結合之狀態存在之Dy或Tb之金屬氧化物(例如 Dy_2O_3 、 DyO_3 、

Dy₂O₃等)還原至金屬Dy或金屬Tb之處理或者還原至DyO等較少氧化數之氧化物(即，氧化數之減少)之處理，從而可預先減少磁石粉末中所含之氧。其結果，於進行燒結之前對磁石粉末中所含之Dy氧化物或Tb氧化物進行還原，藉此可預先減少磁石粉末中所含之氧。藉此，於隨後之燒結步驟中，不會因Nd與氧結合而形成Nd氧化物，又，可防止 α Fe之析出。進而，尤其是藉由高溫氫電漿加熱之預燒中，可生成氫自由基，可於低溫下使用氫自由基容易進行向金屬Dy等之還原或氧化數減少。又，於使用高溫氫電漿之情形時，與使用低溫氫電漿之情形相比，可提高氫自由基之濃度。因此，亦可對生成自由能量較低且穩定之金屬氧化物(例如Dy₂O₃等)適宜地進行還原。

以下，使用圖6，對藉由電漿加熱之預燒處理之優勢進行更詳細說明。

通常為了將生成自由能量較低且穩定之金屬氧化物(例如Dy₂O₃等)還原至金屬為止，需要(1)Ca還原、(2)熔鹽電解、(3)雷射還原等強有力之還原手法。然而，若使用此類強有力之還原方法，則因進行還原之對象物之溫度變得非常高，故而若對如本發明般之Nd磁石粒子進行還原，則有導致Nd磁石粒子熔融之虞。

於此，如上所述藉由高溫氫電漿加熱之預燒中，可生成較高濃度之氫自由基。而且，於利用氫自由基之還原中，如圖6所示溫度越低，表示越強之還原性。因此，Dy₂O₃等生成自由能量較低之金屬氧化物亦可以與上述(1)~(3)之還

原手法相比更低溫度進行還原。再者，可進行低溫還原係亦可根據預燒後之Nd磁石粒子未進行熔融之情況進行判斷。

又，亦可設為除藉由上述電漿等之預燒處理以外，進而藉由於氫氣環境下以 $200^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 、更佳為以 $400^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ (例如 600°C)保持數小時(例如5小時)而進行預燒處理(氫中預燒處理)的構成。進行該氫中預燒處理之時序既可於進行藉由上述電漿加熱之預燒處理之前，亦可於進行後。進而，亦可對成形前之磁石粉末進行，亦可對成形後之磁石粉末進行。於該氫中預燒處理中，進行使有機金屬化合物熱分解而減少預燒體中之碳量之所謂脫碳(decarbonizing)。又，氫中預燒處理係於使預燒體中之碳量未達0.2 wt%、更佳為未達0.1 wt%之條件下進行。藉此，藉由隨後之燒結處理而可緻密地燒結永久磁石1整體，不會降低殘留磁通密度或保磁力。又，於進行氫中預燒處理之情形時，為降低藉由氫中預燒處理而活化之預燒體之活性度，亦可於預燒處理後藉由於真空氣體環境下以 $200^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 、更佳為以 $400^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 將預燒體保持1~3小時而進行脫氫處理。其中，於氫預燒後不與外部氣體相接觸地進行煅燒之情形時，不需要脫氫步驟。

其次，藉由成形裝置50而將藉由利用電漿加熱之預燒處理所預燒之粉末狀之預燒體65壓粉成形為特定形狀。

如圖5所示，成形裝置50包括圓筒狀之鑄模51、相對於鑄模51沿上下方向滑動之下衝頭52、以及相對於相同之鑄

模51沿上下方向滑動之上衝頭53，由該等包圍之空間構成模腔54。

又，於成形裝置50中，將一對磁場產生線圈55、56配置於模腔54之上下位置，對填充至模腔54之預燒體65施加磁力線。將需施加之磁場設為例如10 kOe。

繼而，於進行壓粉成形時，首先將預燒體65填充至模腔54。其後，驅動下衝頭52及上衝頭53，對填充至模腔54之預燒體65沿箭頭61方向施加壓力而使其成形。又，於加壓之同時，對填充至模腔54之預燒體65，藉由磁場產生線圈55、56沿與加壓方向平行之箭頭62方向施加脈衝磁場。藉此，沿所需之方向定向磁場。再者，定向磁場之方向係必須考慮對由預燒體65成形之永久磁石1要求之磁場方向而決定。

其後，進行將所成形之預燒體65進行燒結之燒結處理。再者，作為成形體之燒結方法，除一般之真空燒結以外，亦可利用將成形體加壓之狀態下進行燒結之加壓燒結等。例如，於利用真空燒結進行燒結之情形時，以特定之升溫速度升溫至800°C~1080°C左右為止，並保持2小時左右。此期間成為真空煨燒，但真空度較佳設為 10^{-4} Torr以下。其後進行冷卻，並再次以600°C~1000°C進行熱處理2小時。繼而，燒結之結果，製造永久磁石1。

另一方面，作為加壓燒結，例如有熱壓燒結、熱均壓(HIP, Hot Isostatic Pressing)燒結、放電電漿(SPS, Spark Plasma Sintering)燒結等。其中，為抑制燒結時之磁石粒

子之晶粒成長並且抑制燒結後之磁石中產生之翹曲，較佳為利用沿單軸方向加壓之單軸加壓燒結且藉由通電燒結進行燒結之SPS燒結。再者，於利用SPS燒結進行燒結之情形時，較佳為將加壓值設為30 MPa，於數Pa以下之真空氣體環境下以10°C/min上升至940°C為止，其後保持5分鐘。其後進行冷卻，並再次以600°C~1000°C進行熱處理2小時。繼而，燒結之結果，製造永久磁石1。

[永久磁石之製造方法2]

其次，對本發明之永久磁石1之其他製造方法即第2製造方法，使用圖7進行說明。圖7係表示本發明之永久磁石1之第2製造方法中之製造步驟之說明圖。

再者，直至生成漿料42為止之步驟係與使用圖5既已說明之第1製造方法中之製造步驟相同，因此省略說明。

首先，將所生成之漿料42於成形之前藉由真空乾燥等事前進行乾燥，取出已乾燥之磁石粉末43。其後，藉由成形裝置50而將已乾燥之磁石粉末壓粉成形為特定形狀。再者，於壓粉成形時，存在將上述已乾燥之微粉末填充至模腔之乾式法、以及利用溶劑等製成漿料狀後填充至模腔之濕式法，於本發明中，例示使用乾式法之情形。又，亦可使有機金屬化合物溶液於成形後之煅燒階段揮發。再者，由於成形裝置50之詳細情況與使用圖5既已說明之第1製造方法中之製造步驟相同，因此省略說明。又，於使用濕式法之情形時，亦可一面對模腔54施加磁場，一面注入漿料，於注入途中或注入結束後，施加較最初磁場更強之磁

場而進行濕式成形。又，亦可以使施加方向垂直於加壓方向之方式，配置磁場產生線圈55、56。

其次，對藉由壓粉成形所成形之成形體71，藉由使用高溫氫電漿之電漿加熱進行預燒處理。具體而言，將成形體71投入到電漿加熱裝置內，藉由對氫氣與惰性氣體(例如Ar氣體)之混合氣體施加電壓而激發電漿，對成形體71照射所產生之高溫氫電漿，藉此進行預燒處理。再者，將需供給之氣體流量設為氫流量1 L/min~10 L/min、氫流量1 L/min~5 L/min，將激發電漿時之輸出電力設為1 kW~10 kW，電漿之照射時間以1秒~60秒進行。

其後，進行將藉由電漿加熱而預燒之成形體71進行燒結之燒結處理。再者，燒結處理係與上述第1製造方法相同地，藉由真空燒結或加壓燒結等進行。由於燒結條件之詳細內容與既已說明之第1製造方法中之製造步驟相同，因此省略說明。繼而，燒結之結果，製造永久磁石1。

再者，於上述第1製造方法中，由於對粉末狀之磁石粒子進行預燒處理，因此與對成形後之磁石粒子進行預燒處理之上述第2製造方法相比，具有對於磁石粒子整體而言可更容易進行金屬氧化物之還原之優點。即，與上述第2製造方法相比，可更確實地減少預燒體中之氧量。

[實施例]

以下，對本發明之實施例，一面與比較例進行比較，一面進行說明。

(實施例)

實施例之釹磁石粉末之合金組成係較基於化學計量組成之分率(Nd:26.7 wt%，Fe(電解鐵):72.3 wt%，B:1.0 wt%)相比更提高Nd之比率，例如以wt%計設為Nd/Fe/B=32.7/65.96/1.34。又，於已粉碎之釹磁石粉末中，添加正丙醇鎘5 wt%作為含有Dy(或Tb)之有機金屬化合物。又，藉由電漿加熱之預燒處理係使用高溫氫電漿，將氣體流量設為氫流量3 L/min、氫流量3 L/min，將激發電漿時之輸出電力設為3 kW，電漿之照射時間以60秒進行。又，已成形之預燒體之燒結係藉由SPS燒結而進行。再者，將其他步驟設為與上述[永久磁石之製造方法1]相同之步驟。

(比較例)

將需添加之有機金屬化合物設為正丙醇鎘，不進行藉由電漿加熱之預燒處理而進行燒結。其他條件係與實施例相同。

(基於藉由電漿加熱之預燒處理之有無的實施例與比較例之比較討論)

對實施例與比較例之永久磁石，分別利用X射線光電子分光裝置(ECSA，Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)進行分析。圖8係表示對實施例與比較例之永久磁石，以147 eV~165 eV之結合能量之範圍內檢測之光譜之圖。又，圖9係表示圖8所示之光譜之波形解析之結果之圖。

如圖8所示，實施例之永久磁石與比較例之永久磁石分別具有不同之光譜形狀。於此，關於各光譜，若根據標準

樣本之光譜算出光譜之混合比例，且算出 Dy、Dy₂O、DyO、Dy₂O₃ 之比例，則成為圖 9 所示之結果。如圖 9 所示，於實施例之永久磁石中，Dy 之比例為 75%，Dy 氧化物 (Dy₂O、DyO、Dy₂O₃) 之比例成為 25%。另一方面，於比較例之永久磁石中，Dy 之比例大致為 0%，Dy 氧化物 (Dy₂O、DyO、Dy₂O₃) 之比例大致成為 100%。

即，可知藉由電漿加熱進行預燒處理之實施例之永久磁石中，可將以與氧結合之狀態存在之 Dy 氧化物 (Dy₂O、DyO、Dy₂O₃) 之大部分還原至金屬 Dy。又，即便於無法還原至金屬 Dy 之情形時，亦可還原至 DyO 等較少氧化數之氧化物 (即，氧化數之減少)，從而可預先減少磁石粉末中所含之氧。其結果，於實施例之永久磁石中，於進行燒結之前對磁石粉末中所含之 Dy 氧化物或 Tb 氧化物進行還原，藉此可預先減少磁石粉末中所含之氧。藉此，於隨後之燒結步驟中，不會因 Nd 與氧結合而形成 Nd 氧化物。因此，於實施例之永久磁石中，不會因金屬氧化物使得磁石特性下降，亦可防止 α Fe 之析出。即，可實現具有較高品質之永久磁石。

另一方面，於比較例之永久磁石中殘存有大量 Dy 氧化物，故而會於燒結步驟中 Nd 與氧結合而形成 Nd 氧化物。又，會析出很多 α Fe。其結果，使得磁特性下降。

如上說明般，於本實施形態之永久磁石 1 及永久磁石 1 之製造方法中，向已粉碎之釹磁石之微粉末加入添加有由 M-(OR)_x (式中，M 係 Dy 或 Tb，R 係含有烴之取代基，既可

為直鏈亦可為支鏈， x 係任意之整數)所表示之有機金屬化合物之有機金屬化合物溶液，從而使有機金屬化合物均勻地附著於釹磁石之粒子表面。其後，對磁石粉末進行藉由電漿加熱之預燒處理。其後，於成形之後進行真空燒結或加壓燒結，藉此製造永久磁石1。藉此，即便使Dy或Tb之添加量少於先前，亦可使所添加之Dy或Tb有效偏在於磁石之晶界。其結果，減少Dy或Tb之使用量，可抑制殘留磁通密度之下降，並且可藉由Dy或Tb充分提高保磁力。又，與添加其他有機金屬化合物之情形相比，可容易進行脫碳，不存在由於燒結後之磁石內所含之碳而使保磁力下降之虞，又，可緻密地燒結磁石整體。

進而，由於磁各向異性較高之Dy或Tb在燒結後偏在於磁石之晶界，因此偏在於晶界之Dy或Tb抑制晶界之逆磁疇之生成，藉此可提高保磁力。又，由於Dy或Tb之添加量少於先前，因此可抑制殘留磁通密度之下降。

又，由於偏在於磁石之晶界之Dy或Tb係於燒結後在磁石之粒子表面形成厚度為1 nm~500 nm、較佳為2 nm~200 nm之層，因此藉由Dy或Tb而提高保磁力，並且作為晶體粒整體(即，作為燒結磁石整體)，成為核心之 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 金屬間化合物相佔較高之體積比例之狀態。藉此，可抑制該磁石之殘留磁通密度(將外部磁場之強度設為0時之磁通密度)之下降。

又，將添加有有機金屬化合物之磁石粉末或成形體在燒結之前藉由電漿加熱進行預燒，藉此可進行將於預燒之前

以與氧結合之狀態存在之Dy或Tb還原至金屬Dy或金屬Tb之處理或者還原至DyO等較少氧化數之氧化物(即，氧化數之減少)之處理。因此，即便於添加有機金屬化合物之情形時，亦可防止磁石粒子所含之氧量增加。因此，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 α Fe，或者抑制氧化物之生成，不會大幅度降低磁石特性。

又，於藉由電漿加熱之預燒處理中，由於以輸出電力1 kW~10 kW、氫流量1 L/min~10 L/min、氮流量1 L/min~5 L/min、照射時間1秒~60秒進行，因此於適當之條件下使用高溫氫電漿加熱進行磁石粉末或成形體之預燒，藉此可更確實地減少磁石粒子所含之氧量。進而，由於使用高溫氫電漿加熱進行預燒，因此可生成較高濃度之氫自由基，即便於形成有機金屬化合物之金屬作為穩定之氧化物存在於磁石粉末中之情形時，亦可於低溫下使用氫自由基容易進行向金屬之還原或氧化數減少。

又，尤其是第1製造方法中，由於對粉末狀之磁石粒子進行預燒，因此與對成形後之磁石粒子進行預燒之情形相比，具有對於磁石粒子整體而言可更容易進行金屬氧化物之還原之優點。即，與上述第2製造方法相比，可更確實地減少預燒體中之氧量。

又，尤其是作為需添加之有機金屬化合物，若使用含有烷基之有機金屬化合物，更佳為含有碳數為2~6之烷基之有機金屬化合物，則於氫氣環境下預燒磁石粉末或成形體時，可於低溫下進行有機金屬化合物之熱分解。藉此，對

於磁石粉末整體或成形體整體而言可更容易進行有機金屬化合物之熱分解。其結果，抑制於燒結後之磁石之主相內析出 αFe ，可緻密地燒結磁石整體，且可防止保磁力下降。

再者，當然本發明並不限定於上述實施例，於不脫離本發明之主旨之範圍內可進行各種改良、變形。

又，磁石粉末之粉碎條件、混練條件、預燒條件、脫氫條件、燒結條件等並不限定於上述實施例所揭示之條件。

又，於上述實施例中，作為添加至磁石粉末之含有Dy或Tb之有機金屬化合物，使用正丙醇鎊，但若係由 $\text{M}(\text{OR})_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有煙之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)所表示之有機金屬化合物，則亦可為其他有機金屬化合物。例如，亦可使用含有碳數為7以上之烷基之有機金屬化合物或包含除烷基以外之含有煙之取代基之有機金屬化合物。

【圖式簡單說明】

圖1係表示本發明之永久磁石之整體圖。

圖2係將本發明之永久磁石之晶界附近放大表示之模式圖。

圖3係表示強磁體之磁滯曲線之圖。

圖4係表示強磁體之磁疇結構之模式圖。

圖5係表示本發明之永久磁石之第1製造方法中之製造步驟之說明圖。

圖6係說明使用高溫氫電漿加熱之預燒處理之優勢之

圖。

圖7係表示本發明之永久磁石之第2製造方法中之製造步驟之說明圖。

圖8係表示對實施例與比較例之永久磁石，以147 eV~165 eV之結合能量之範圍內檢測之光譜之圖。

圖9係表示圖8所示之光譜之波形解析之結果之圖。

【主要元件符號說明】

1	永久磁石
10	Nd晶體粒子
11	Dy層(Tb層)
41	噴射磨機
42	漿料
43	磁石粉末
50	成形裝置
51	鑄模
52	下衝頭
53	上衝頭
54	模腔
55、56	磁場產生線圈
61、62	箭頭
65	預燒體
71	成形體
D	粒徑
d	厚度

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： 100111410

※申請日： 100.3.31

※IPC 分類： H01F 1/007
H01F 41/02
H01F 1/08

一、發明名稱：(中文/英文)

永久磁石及永久磁石之製造方法

二、中文發明摘要：

本發明提供一種緻密地燒結磁石整體，可防止磁石特性下降之永久磁石及永久磁石之製造方法。向已粉碎之釹磁石之微粉末加入添加有由 $M-(OR)_x$ (式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數) 所表示之有機金屬化合物之有機金屬化合物溶液，從而使有機金屬化合物均勻地附著於釹磁石之粒子表面。其後，將已乾燥之磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒處理，進而，將所預燒之粉末狀之預燒體於成形後進行燒結，藉此製造永久磁石1。

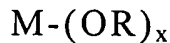
三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1. 一種永久磁石，其特徵在於其係藉由如下步驟製造而成：

將磁石原料粉碎成磁石粉末；

於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式



(式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)

所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；

將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；

藉由將上述預燒體成形而形成成形體；以及

對上述成形體進行燒結。

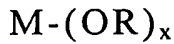
2. 如請求項1之永久磁石，其中於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。
3. 如請求項1或2之永久磁石，其中上述結構式中之R係烷基。
4. 如請求項3之永久磁石，其中上述結構式中之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。
5. 如請求項1或2之永久磁石，其中形成上述有機金屬化合物之金屬係於燒結後偏在於上述永久磁石之晶界。
6. 如請求項5之永久磁石，其中形成上述有機金屬化合物之金屬係於燒結後在上述永久磁石之晶體粒子表面形成

厚度為1 nm~500 nm之層。

7. 一種永久磁石，其特徵在於其係藉由如下步驟製造而成：

將磁石原料粉碎成磁石粉末；

於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式



(式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)

所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；

藉由將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末成形而形成成形體；

將上述成形體藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；
以及

對上述預燒體進行燒結。

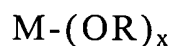
8. 如請求項7之永久磁石，其中於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。
9. 如請求項7或8之永久磁石，其中上述結構式中之R係烷基。
10. 如請求項9之永久磁石，其中上述結構式中之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。
11. 如請求項7或8之永久磁石，其中形成上述有機金屬化合物之金屬係於燒結後偏在於上述永久磁石之晶界。
12. 如請求項11之永久磁石，其中形成上述有機金屬化合物

之金屬係於燒結後在上述永久磁石之晶體粒子表面形成厚度為1 nm~500 nm之層。

13. 一種永久磁石之製造方法，其特徵在於包含如下步驟：

將磁石原料粉碎成磁石粉末；

於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式



(式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)

所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；

將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；

藉由將上述預燒體成形而形成成形體；以及

對上述成形體進行燒結。

14. 如請求項13之永久磁石之製造方法，其中於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。

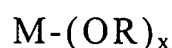
15. 如請求項13或14之永久磁石之製造方法，其中上述結構式中之R係烷基。

16. 如請求項15之永久磁石之製造方法，其中上述結構式中之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。

17. 一種永久磁石之製造方法，其特徵在於包含如下步驟：

將磁石原料粉碎成磁石粉末；

於上述已粉碎之磁石粉末中添加由以下結構式



(式中，M係Dy或Tb，R係含有烴之取代基，既可為直鏈亦可為支鏈，x係任意之整數)

所表示之有機金屬化合物，藉此使上述有機金屬化合物附著於上述磁石粉末之粒子表面；

藉由將粒子表面上附著有上述有機金屬化合物之上述磁石粉末成形而形成成形體；

將上述成形體藉由電漿加熱進行預燒而獲得預燒體；
以及

對上述預燒體進行燒結。

18. 如請求項17之永久磁石之製造方法，其中於獲得上述預燒體之步驟中，藉由高溫氫電漿加熱進行預燒。
19. 如請求項17或18之永久磁石之製造方法，其中上述結構式中之R係烷基。
20. 如請求項19之永久磁石之製造方法，其中上述結構式中之R係碳數為2~6之烷基中之任一者。

八、圖式：

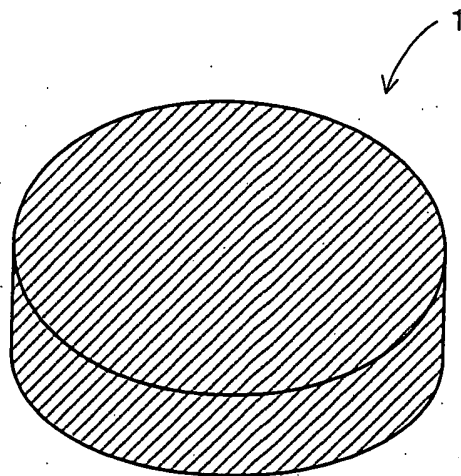


圖1

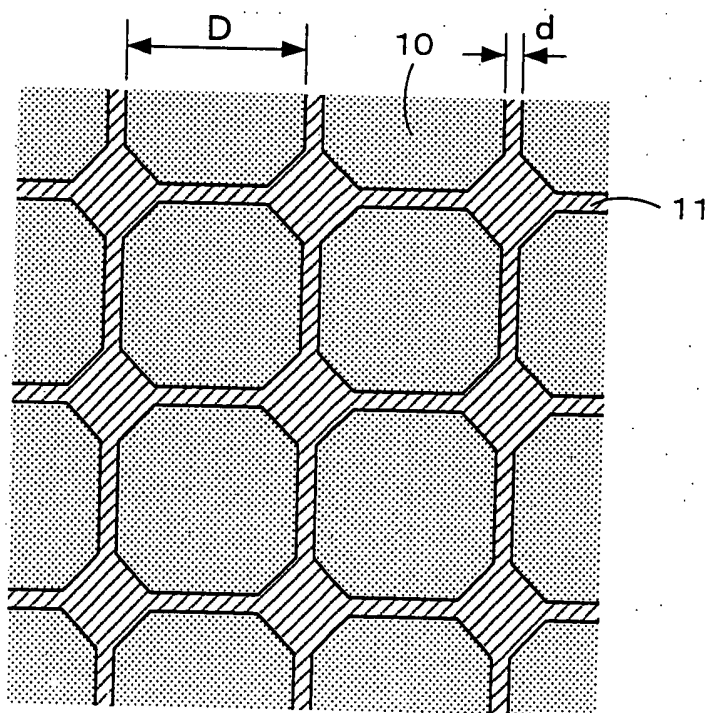


圖2

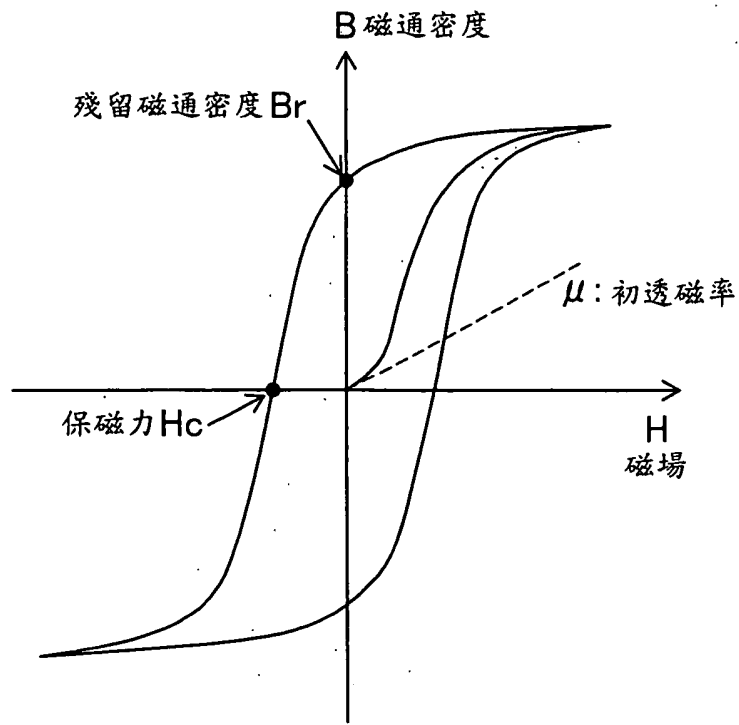


圖3

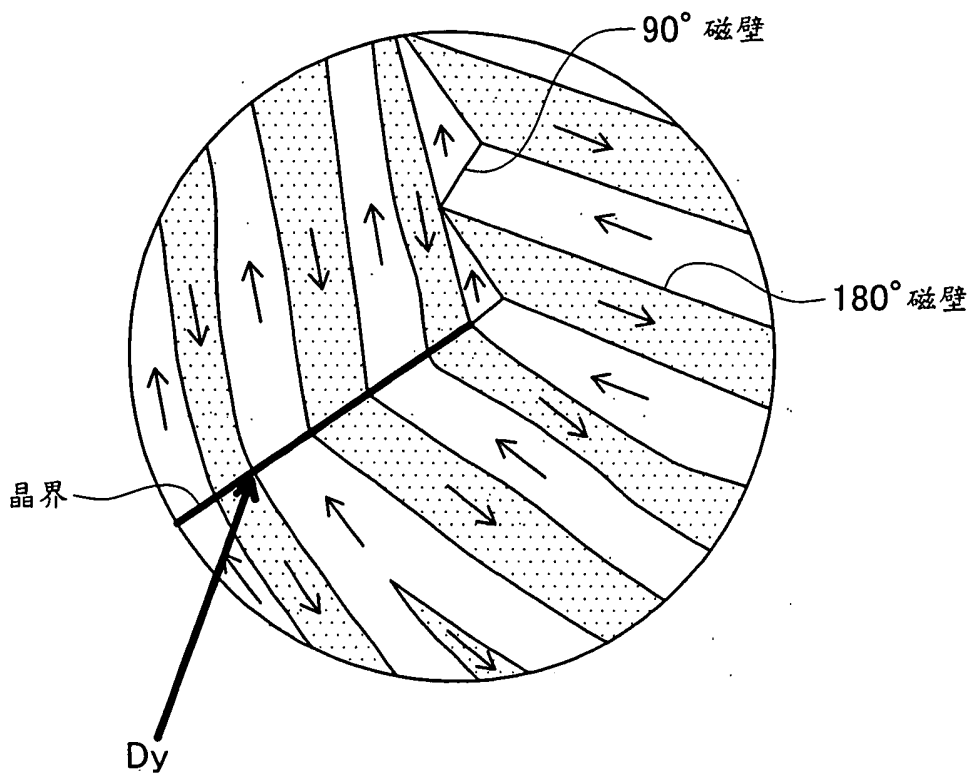
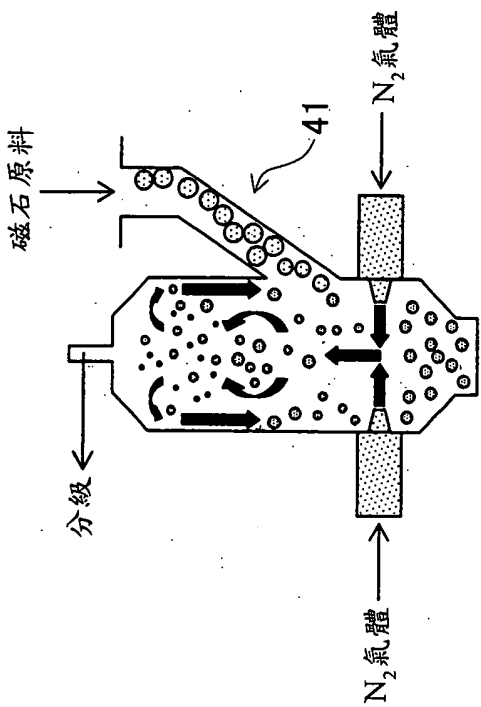
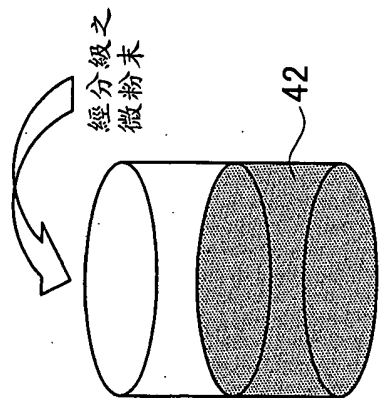


圖4

1. 微粉碎

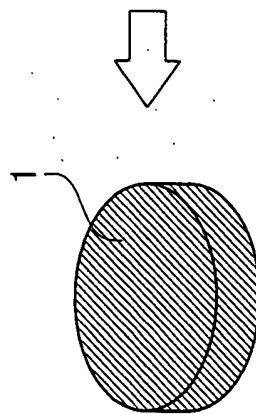


2. 漿料製作

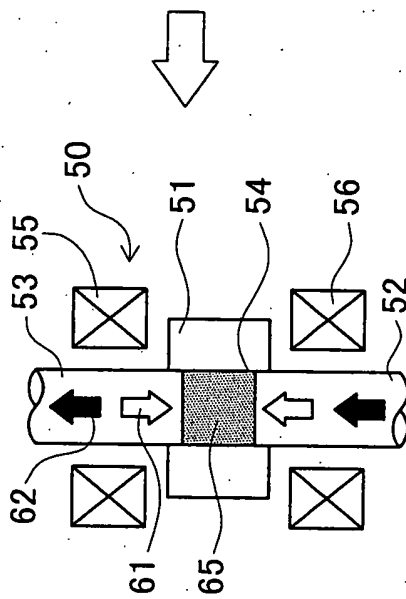


乾燥

5. 燒結



4. 壓粉成形・磁場定向



3. 電漿預燒處理

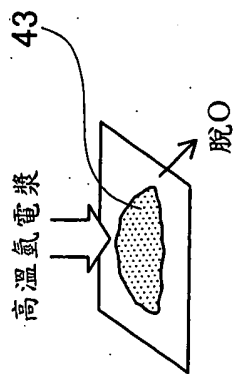


圖5

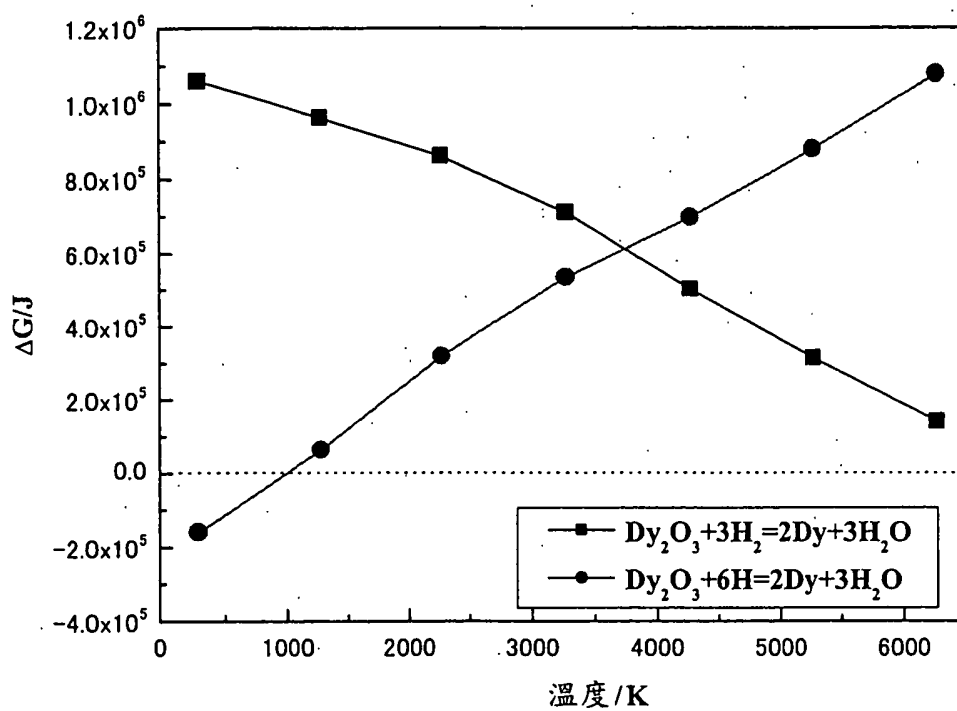
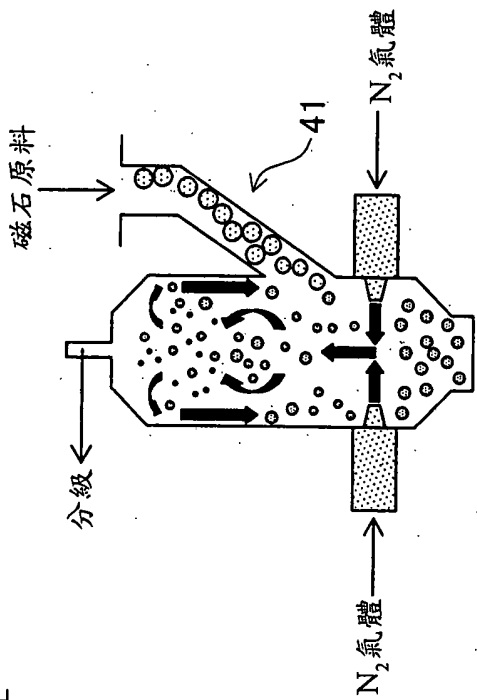
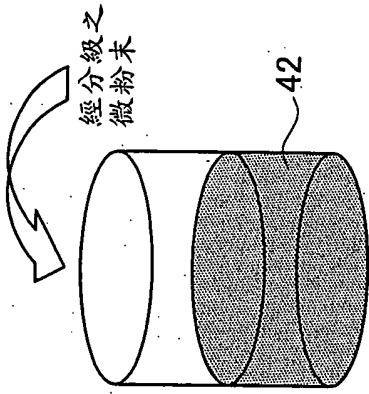


圖6

1. 微粉碎

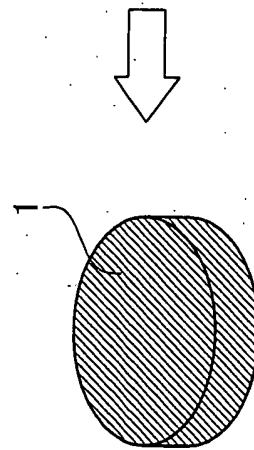


2. 漿料製作

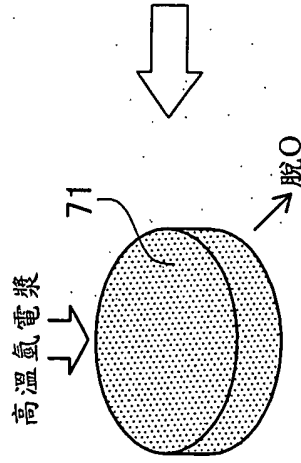


乾燥後
壓粉成形

5. 燒結



4. 電漿預燒處理



3. 壓粉成形・磁場定向

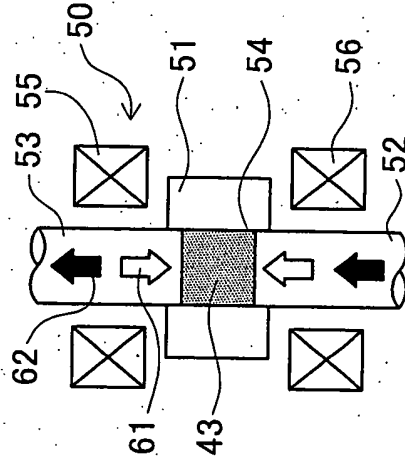


圖7

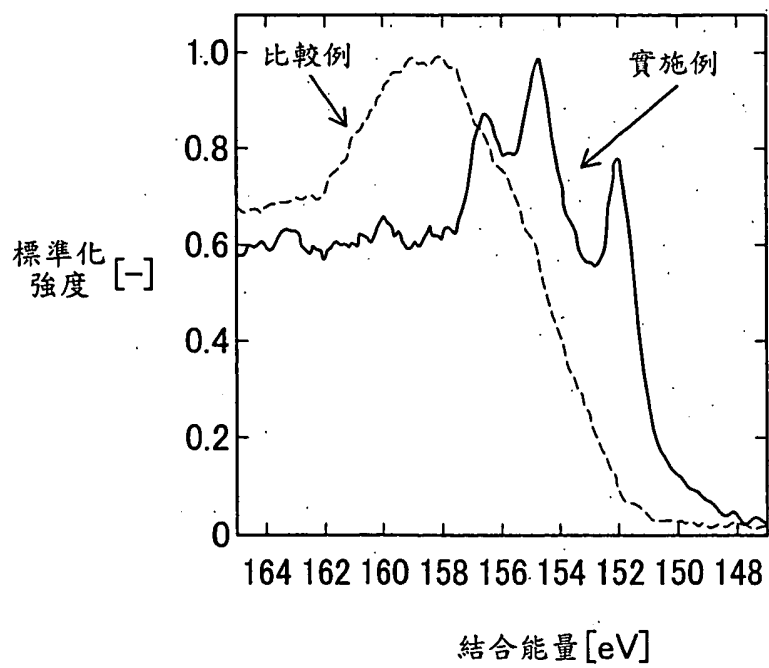


圖8

[Dy]光譜之波形解析結果[面積%]		
	Dy	Dy ₂ O 或 DyO 或 Dy ₂ O ₃
實施例	75	25
比較例	0	100

圖9

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(5)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

1	永久磁石
41	噴射磨機
42	漿料
43	磁石粉末
50	成形裝置
51	鑄模
52	下衝頭
53	上衝頭
54	模腔
55、56	磁場產生線圈
61、62	箭頭
65	預燒體

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)