

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局



(10) 国际公布号
WO 2016/176974 A1

(43) 国际公布日
2016年11月10日 (10.11.2016)

- (51) 国际专利分类号:
H01F 1/057 (2006.01) C23C 14/24 (2006.01)
H01F 41/02 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2015/093951
- (22) 国际申请日: 2015年11月6日 (06.11.2015)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201510230782.2 2015年5月7日 (07.05.2015) CN
- (71) 申请人: 安泰科技股份有限公司 (ADVANCED TECHNOLOGY & MATERIALS CO., LTD.) [CN/CN]; 中国北京市海淀区学院南路76号高慧, Beijing 100081 (CN)。
- (72) 发明人: 周磊 (ZHOU, Lei); 中国北京市海淀区学院南路76号, Beijing 100081 (CN)。 刘涛 (LIU, Tao); 中国北京市海淀区学院南路76号, Beijing 100081 (CN)。 林德 (LIN, De); 中国北京市海淀区学院南路76号, Beijing 100081 (CN)。 喻晓军 (YU, Xiaojun); 中国北京市海淀区学院南路76号, Beijing 100081 (CN)。
- (74) 代理人: 北京五洲洋和知识产权代理事务所 (普通合伙) (BEIJING WUZHOUYANGHE & PART-

NERS); 中国北京市西城区阜成门外大街2号A1908, Beijing 100037 (CN)。

- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

(54) Title: METHOD FOR PREPARING GRAIN BOUNDARY DIFFUSED RARE EARTH PERMANENT MAGNETIC MATERIAL BY VAPOR DEPOSITION USING COMPOSITE TARGET

(54) 发明名称: 复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法

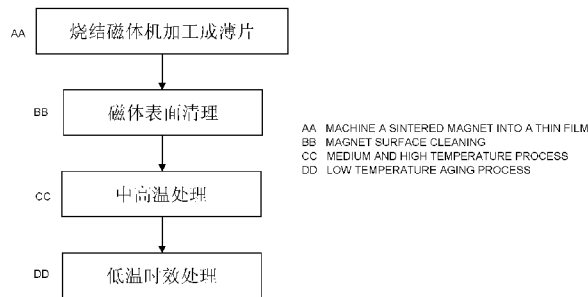


图1

(57) Abstract: A method for preparing grain boundary diffused rare earth permanent magnetic material by vapor deposition using a composite target. The method employs a composite target to vaporize and adhere to an NdFeB magnetic surface. In the present invention, via a medium and high temperature process and a low temperature aging process, the coercivity of a magnet is increased significantly while the remanence and magnetic energy product remain substantially the same. The present invention can improve the magnet coercivity and eliminate defects such as melting pit and grain growth caused by a long-time high temperature processing, such that the usage of heavy rare earth material is significantly reduced and product cost is also reduced.

(57) 摘要: 一种复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法, 该方法是采用复合靶材蒸发附着于 NdFeB 磁体表面, 通过中高温处理以及低温时效处理, 磁体矫顽力明显提高, 剩磁和磁能积基本不降低。有益效果是提高了磁体的矫顽力, 同时消除了长时间高温处理导致的融坑和晶粒长大等缺陷, 使得重稀土的使用量大幅降低, 降低了产品的成本。



WO 2016/176974 A1

复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法

5 技术领域

本发明属于稀土永磁材料技术领域，特别涉及一种复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法，该方法是在钕铁硼（NdFeB）表面气相沉淀复合金属膜并中高温处理、低温时效以提高磁体性能的方法。

10

背景技术

钕铁硼(NdFeB)永磁材料在混合动力汽车、风力发电等领域中的应用与日俱增。这些应用领域要求磁体长时间高温工作，这必然要求磁体具有更高矫顽力(Hc_j)。而NdFeB磁体随加工尺寸的变薄，矫顽力会明显下降。采用重稀土元素如Dy/Tb取代磁体主相Nd₂Fe₁₄B中的Nd，形成(Nd、Dy)₂Fe₁₄B，(Nd、Tb)₂Fe₁₄B的各向异性强于Nd₂Fe₁₄B，这是一种提高NdFeB烧结磁体Hc_j的有效方法。但Dy/Tb这些重稀土元素资源稀缺且价格昂贵；另一方面，Nd和铁的磁矩是平行排列，而Dy/Tb与铁则是反平行排列，这导致磁体剩磁Br和最大磁能积(BH)_{max}都会降低。因此，寻找一种有效提高矫顽力，而剩磁和磁能积的相应牺牲很少的制备和处理方法，已成为钕铁硼磁体研究和生产领域的共识，并有很多团队致力于这方面的研究。

近期，诸多研究团队或个人报道了多种将稀土元素从磁体表面扩散到基体内部的晶界扩散处理技术。晶界扩散处理技术主要采用涂覆、沉积、镀覆、溅射、粘覆等方式，使金属粉末（Dy、Tb 或其它稀土元素）或化合物附着在磁体外表面，通过热处理使金属粉末或化合物经晶界扩散到烧结磁体主相内，这种晶界扩散技术对烧结 NdFeB 磁体的成分、微观组织和磁性能都有显著的影响，其中，主要的技术有蒸镀或溅射技术以及涂覆技术。蒸镀或溅射技术是将 Dy、Tb 等稀土元素沉积在 NdFeB 烧结磁体表面，随后进行热处理和扩散。涂覆技术是在磁体表面涂覆稀土化合物如氟化物或氧化物粉末并加热扩散。通过上述方法能使渗透的稀土元素沿着晶界以及主相晶粒表面区域，使得稀土元素能择优分布，不仅提高了矫顽力，还节约了贵重稀土的使用量，使剩磁及磁能积没有明显降低。然而，仍有一些问题亟待解决：（1）利用溅射将 Dy/Tb 附着在 NdFeB 烧结磁铁的表面的方法生产率低，工序费用过高，容易出现融坑等缺陷，蒸镀过程中大量稀土金属散布在加热炉腔室内，重稀土金属利用率较低。（2）将 Dy/Tb 的氟化物或氧化物粉末附着在磁铁表面并加热的方法或向这些粉末和氢化 Ca 粉末的混合粉末中填充磁铁并加热的方法也是如下所述，工序数增多，成本费用高，另外，在表面涂覆稀土氧化物或氟化物加热扩散则存在矫顽力提高受限和其他元素会随扩散过程进入磁体内等问题。在将 NdFeB 磁铁进行机械加工，利用清洗、酸洗等使表面洁净，然后作为能够进行镀镍或铝的离子电镀等表面处理的状态后，将氟化物或氧化物粉末附着于表面并加热时，则加热后就会在表面形成由

Dy/Tb 的一部分置换了 Nd 的氧化物或氟化物构成的表面层。虽然附着氟化物或氧化物粉末的操作本身是廉价的，然而去除此种表面层工序，也会提升磁体的价格。(3)另外由于 Dy/Tb 昂贵，最有效地利用 Dy/Tb 的资源，也是该类技术中的关键问题。

5 气相沉淀法是用气态反应原料在固态基体表面反应并淀积成固体薄层或薄膜的工艺过程，目前，利用复合靶材通过气相沉淀方法将复合重稀土元素 Dy/Tb 和 Cu、Nd、Al、Pr 等元素的金属蒸发到 NdFeB 表面，并晶界扩散来提高矫顽力磁体性能的方法还未见公开报道。

10 发明内容

本发明针对现有技术的不足，目的在于提供一种复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法，以提高永磁材料矫顽力，同时剩磁和磁能积基本不降低。

为了实现上述目的，本发明采用了以下技术方案：

15 一种复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法，包括如下操作步骤：

步骤一，复合靶材的制备，所述复合靶材具有如下化学式

$H_{100-x-y}M_xQ_y$ ，其中，H 为 Dy 或/和 Tb，M 为 Nd 或/和 Pr，Q 为 Cu、Al、Zn 和 Sn 中的一种或多种，x、y 为所述复合靶材中各成分的原子百分
20 含量， $x=0-20$ 、 $y=0-40$ 且 x 和 y 不同时为零；

步骤二，将烧结 NdFeB 磁体加工成规定形状和尺寸，随后进行表面清理及干燥，从而得到待处理 NdFeB 磁体；

步骤三, 将所述复合靶材和所述待处理 NdFeB 磁体依次交替叠置于处理设备中, 且最上层和最底层均为复合靶材, 以所述复合靶材作为蒸发源, 在规定条件下 (即中高温) 使所述待处理 NdFeB 磁体表面包覆金属膜并发生晶界扩散, 之后随炉冷却, 从而得到扩散后的 NdFeB 磁体;

步骤四, 将所述扩散后的 NdFeB 磁体进行回火处理 (即低温时效处理), 使晶界相均匀包裹在主相粒子外, 从而得到性能提高的磁体。

在上述方法中, 作为一种优选实施方式, 在所述步骤一中, 所述复合靶材 $H_{100-x}M_xQ_y$ 中 $x=0-5$ 、 $y=1-10$; 更优选地, 所述复合靶材为 $Tb_{95}Cu_5$ 、 $Tb_{98}Al_2$ 或 $Tb_{95.9}Dy_{0.4}Nd_{0.7}Zn_2Sn_1$ 。

在上述方法中, 作为一种优选实施方式, 在所述步骤一中, 所述复合靶材是通过如下方法制备的: 按照所述复合靶材各成分的原子百分含量称取相应原料, 依次经冶炼、浇铸、锻造、热轧、冷轧以及机械加工, 形成规定尺寸的复合靶材。锻造、热轧、冷轧过程将提高复合靶材致密度, 从而影响靶材的使用寿命以及蒸发度。复合靶材厚度不同将影响靶材强度以及后续渗透处理效果, 相同重量的复合靶材, 在相同处理条件下, 表面积越大即厚度越薄其渗透效果越明显, 优选地, 所述复合靶材的规定尺寸为: 厚度为 0.5-3mm、长度为 180-300mm 和宽度为 100-240mm; 优选地, 所述冶炼采用真空中频感应炉冶炼, 真空度不高于 10^{-2} Pa (比如 0.05 Pa、0.1Pa、0.5 Pa、1Pa、2 Pa、3 Pa), 更优选真空度为 10^{-2} -1 Pa。

在上述方法中, 作为一种优选实施方式, 在所述步骤二中, 所述

表面清理的过程如下：首先将所述 NdFeB 磁体放入除油槽中浸泡 10-15min 以去除磁体表面的油污，然后依次经第一次水洗、酸洗、第二次水洗及超声波处理，最后风干所述 NdFeB 磁体表面。优选地，所述酸洗的时间为 20-45s（比如 22s、28s、35s、39s、44s），所述
5 超声波处理的时间为 20-45s（比如 22s、28s、35s、39s、44s）。

在上述方法中，所述待处理 NdFeB 磁体的尺寸没有严格要求，作为一种优选实施方式，所述待处理 NdFeB 磁体的取向方向控制在 1-8mm 厚度（比如 2mm、4mm、6mm、7mm）。本发明方法可以处理比如方形、圆形等简单平面形状的 NdFeB 磁体。

10 在上述方法中，作为一种优选实施方式，在所述步骤三中，一块所述待处理 NdFeB 磁体夹置于两块所述复合靶材之间，且所述复合靶材的表面积大于所述待处理 NdFeB 磁体的表面积。

在上述方法中，作为一种优选实施方式，在所述步骤三中，所述规定条件如下：真空度不大于 10^3Pa （比如 $5\times 10^4\text{Pa}$ 、 $1\times 10^4\text{Pa}$ 、
15 $8\times 10^5\text{Pa}$ 、 $5\times 10^5\text{Pa}$ 、 $1\times 10^6\text{Pa}$ ），保温温度为 650-900℃（比如 650℃、700℃、750℃、800℃、850℃、900℃），保温时间为 5-50h（6h、10h、20h、30h、40h、48h）；所述随炉冷却至不高于 50℃（25℃、30℃、35℃、40℃、45℃）。更优选地，在所述步骤三中，所述保温温度为 700-850℃，保温时间为 5-35h。

20 在上述方法中，作为一种优选实施方式，所述步骤四中，所述回火处理条件为：回火温度为 420-640℃（比如 420℃、460℃、500℃、550℃、600℃、630℃），回火时间为 2-10h（比如 3h、4h、6h、8h、

9h), 之后采用自然冷却的方式冷却至室温。

在上述方法中, 所述步骤三中的处理设备可以为真空热处理炉。

在上述方法中, 所述步骤三的技术关键是克服了蒸镀法中大量稀土金属散布在加热炉腔室内, 重稀土金属利用率较低的缺点, 并且能够产生叠加的性能, 通过有效利用稀土的蒸发量, 降低多余的附着以提高材料利用率。

在本发明中, 将复合金属靶材作为高温蒸发源, 在中高温条件下在烧结 NdFeB 磁体表面形成一种包含重稀土元素和辅助金属元素的金属膜。蒸发、附着和晶界扩散同步进行, 在该温度条件下保温一定时间, 使重稀土元素和辅助金属通过晶界向磁体内部进行扩散, 重稀土元素和主相边缘 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 中的 Nd 发生取代反应, 形成具有较高各向异性的 $(\text{Nd}, \text{H})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相, 在微观结构中可以观察到明显的网络状过渡带, 参见附图 2, 这种过渡带可以使磁体在反磁化过程中抑制反磁化畴核的长大, 从而使磁体矫顽力提高 $4000\sim 130000\text{e}$, 剩磁降低小于 4.5%。在提高相同磁体矫顽力的情况下, 与采用传统方法(即采用蒸镀技术将 Dy、Tb 等稀土元素沉积在 NdFeB 磁体表面)改善磁体性能相比, 本发明可降低重稀土使用量 10-20%, 同时保持很低的剩磁降低率。

本发明的方法属于在 NdFeB 表面冷凝附着富含重稀土元素和具有良好浸润性的辅助金属并经中高温处理的方法。本发明所使用的蒸发源材料为复合靶材, 靶材由熔点不同的物质制成, 由于其物质内部微粒间作用力的大小不同, 整体合金靶材内能增大, 导致熔点降低,

这使得复合靶材和纯金属靶材相比具有较低的蒸发温度即较低的处理温度。

本发明的有益效果：复合靶材制备较为简单，复合靶材气相沉淀扩散温度低于其他晶界扩散技术，并能保证重稀土元素在主相和富钕相交界区域富集，从而使 NdFeB 磁体的矫顽力有显著提高。本发明为稀土永磁材料 NdFeB 性能的改善开辟了一条新颖的路线。采用本发明来改善磁体性能，一方面效率高；另一方面使用的重稀土量大幅降低，降低了产品的成本，使产品的性价比更具优势，此外还能消除长时间高温处理导致的融坑和晶粒长大等缺陷；采用的辅助金属元素都是在高温下容易融于液态富钕相，有助于提高高温富钕相的流动性和浸润性，更利于晶界扩散；还对磁体的耐蚀性有明显的改善。采用复合靶气相沉淀制备晶界扩散 NdFeB 稀土永磁体的方法，可有效地降低晶界扩散处理温度，在较低的温度下实现晶界扩散。一方面可以有效控制蒸发量，提高蒸发材料的利用率；另一方面低温进行晶界扩散处理可以避免磁体出现融蚀坑和晶粒异常长大等缺陷，提高晶界扩散处理磁体的成品率。此外，复合添加的非重稀土元素对磁体的耐蚀性和机械性能有显著改善。

附图说明

图 1 为本发明的工艺流程图；

图 2 为本发明实施例 1 最终得到的磁体的微结构图；

图 3 为本发明的实施例 1 中处理前后磁体的性能变化图。

具体实施方式

以下将结合实例对本发明进行进一步说明，本发明的实施例仅用于说明本发明，并非限定本发明。

- 5 以下方法中使用的待处理的 NdFeB 磁体均为烧结 NdFeB 磁体，各实施例中使用的均为同一批次、同一牌号的烧结 NdFeB 磁体。

图 1 给出了本发明方法的工艺流程，包括如下步骤：烧结磁体加工成薄片、磁体表面清理、中高温处理以及低温时效处理。下面给出具体实施例。

10

实施例 1

- 1) 制备 $Tb_{98}Cu_2$ (其下标为相应元素的原子百分含量) 复合靶材：按照复合靶材的化学式配比称取原料 Tb 单质 (纯度为 99.95%)、Cu 粉 (纯度为 99.95%)，将其置于真空中频感应炉中进行冶炼，其中冶炼的真空度为 10^{-2} Pa，冶炼温度为 1040℃，在该温度保持 15 分钟，之后将熔融的合金液浇铸成铸坯，再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 2mm，长度和宽度分别为 240 和 160mm 的复合靶材；然后去除复合靶材表面的氧化皮等，保持靶材表面平整度。

- 2) 采用机械加工方式将大块烧结 NdFeB 磁体加工成表 1 所示的烧结磁体规格，之后将其放入除油槽中浸泡 10min 以去除磁体表面的油污，然后用清水洗净表面后用稀硝酸 (浓度为 0.5wt%) 洗约 40s，再经过水洗，之后超声波处理 35s 后，最后采用强风快速干燥，即得

到待处理 NdFeB 磁体。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内, 以复合靶材作为蒸发源, 在真空度为 10^{-4} Pa 的条件下, 于 700°C 保温 24 小时; 之后随炉
5 冷却至 50°C 左右;

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉内, 在 500°C 下回火处理 5 小时, 之后自然冷却至室温, 从而获得性能提高的磁体。

参见图 2, 为本实施例得到的磁体的微观结构图, 与传统制备方法 (比如公开号为 CN101404195 的专利文献中记载的方法) 相比较,
10 传统方式制备的磁体微结构 (参见公开号为 CN101404195 的专利文献中的图 1) 不能看到完整的网络状结构; 而本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构, 这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层, 这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大, 另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用, 因此
15 可以显著提高矫顽力。同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少, 对剩磁的降低程度将大大降低。

对采用本实施例方法处理前后的磁体进行性能测试, 测试方法按照 GB/T3217-1992 标准进行, 将回火处理完的磁体切割成直径为 10mm 的圆柱, 经测试, 中高温以及低温时效处理前和处理后相比, 磁体矫
20 顽力提高了 109900e, 剩磁稍有降低, 降低了 330Gs, 剩磁降低率为 2.3%, 如图 3 所示; NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后性能变化如表 1 所示, 即处理前即为图 3 所述比较例, 处理后即为本发明得到

的性能提高的磁体。

实施例 2

1) 制备 $Tb_{95}Cu_5$ (其下标为相应元素的原子百分含量) 复合靶材, 按照复合靶材的化学式配比称取原料 Tb 单质 (纯度为 99.95%)、Cu 粉 (纯度为 99.95%), 将其置于真空中频感应炉中进行冶炼, 其中冶炼的真空度为 10^{-2} Pa, 冶炼温度为 $1042^{\circ}C$, 冶炼时间为 15 分钟, 之后将熔融的合金液浇铸成铸坯, 再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 2.2mm, 长度和宽度分别为 220 和 140mm 的靶材。然后去除靶材表面的氧化皮等, 保持靶材表面平整度。

2) 采用烧结磁体机将烧结 NdFeB 磁体机械加工成表 1 中所示规格, 之后进行表面清理和风干, 具体步骤同实施例 1 步骤 2)。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内, 在真空度为 10^{-4} Pa 的条件下, 于 $690^{\circ}C$ 保温 30 小时; 之后随炉冷却至 $45^{\circ}C$ 左右;

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉, 在 $510^{\circ}C$ 条件下回火处理 5 小时, 之后自然冷却至室温, 从而获得性能提高的磁体。

该实施例得到磁体的微观结构与图 2 基本相同, 此处不再重复给出。从图中可以看出本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构, 这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层, 这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大, 另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用, 因此可以显著提高矫顽力。

同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少，对剩磁的降低程度将大大降低。

按照实施例 1 的方法对本实施例得到的磁体进行性能测试，测试结果表明，磁体矫顽力提高了 85100e，剩磁稍有降低，降低了 280Gs，剩磁降低率为 2%；NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后性能变化如表 1 所示。

实施例 3

1) 制备 $Tb_{97}Nd_1Al_2$ (其下标为相应元素的原子百分含量) 复合靶材：按照上述复合靶材的化学式配比称取原料 Tb 单质 (纯度为 99.95%)、Nd 单质 (纯度为 99.95%)、Cu 粉 (纯度为 99.95%)，将其置于真空中频感应炉中进行冶炼，其中冶炼的真空度为 10^{-2} Pa，冶炼温度为 1040℃，冶炼时间为 15 分钟，之后将熔融的合金液浇铸成铸坯，再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 3.0mm，长度和宽度分别为 200 和 110mm 的复合靶材；之后去除靶材表面的氧化皮等，保持靶材表面平整度。

2) 采用烧结磁体机将烧结 NdFeB 磁体机械加工成表 1 中所示规格，之后进行表面清理和风干，具体步骤同实施例 1 步骤 2)。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内，在真空度为 5×10^{-4} Pa 的条件下，于 820℃保温 35 小时；之后随炉冷却至 40℃左右；

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉内，在经 470℃回火处理 5 小时，之后自然冷却至室温。

该实施例得到磁体的微观结构与图 2 基本相同, 此处不再重复给出。从图中可以看出本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构, 这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层, 这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大, 另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用, 因此可以显著提高矫顽力。同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少, 对剩磁的降低程度将大大降低。

按照实施例 1 的方法对本实施例得到的磁体进行性能测试, 测试结果表明, 磁体矫顽力提高了 76400e, 剩磁稍有降低, 降低了 40Gs, 剩磁降低率为 0.3%; NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后性能变化如表 1 所示。

实施例 4

1) 制备 $Dy_{98}Al_2$ (其下标为相应元素的原子百分含量) 复合靶材: 按照上述复合靶材的化学式配比称取原料 Dy 单质 (纯度为 99.95%)、Al 粉 (纯度为 99.95%), 将其置于真空中频感应炉中进行冶炼, 冶炼温度为 1048°C, 冶炼时间为 15 分钟, 之后将熔融的合金液浇铸成铸坯, 再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 2.0mm, 长度和宽度分别为 190mm 和 110mm 的复合靶材; 之后去除靶材表面的氧化皮等, 保持靶材表面平整度。

2) 采用烧结磁体机将烧结 NdFeB 磁体机械加工成表 1 中所示规格, 之后进行表面清理和风干, 具体步骤同实施例 1 步骤 2)。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到

的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内，在真空度为 10^{-4} Pa 的条件下，于 790°C 保温 30 小时；之后随炉冷却至 50°C ；

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉，在 460°C 条件下回火处理 5 小时，之后自然冷却至室温。

- 5 该实施例得到磁体的微观结构与图 2 基本相同，此处不再重复给出。从图中可以看出本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构，这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层，这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大，另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用，因此可以显著提高矫顽力。
- 10 同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少，对剩磁的降低程度将大大降低。

按照实施例 1 的方法对本实施例得到的磁体进行性能测试，测试结果表明，磁体矫顽力提高了 41000e ，剩磁稍有降低，降低了 240Gs ，剩磁降低率为 1.7%；NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后磁体性能变化如表 1 所示。

15

实施例 5

- 1) 制备 $\text{Tb}_{98}\text{Al}_2$ (其下标为相应元素的原子百分含量) 复合靶材：按照上述复合靶材的化学式配比称取原料 Tb 单质 (纯度为 99.95%)、Al 粉 (纯度为 99.95%)，将其置于真空中频感应炉中进行冶炼，其中
- 20 冶炼的真空度为 10^{-2} Pa，冶炼温度为 1039°C ，冶炼时间为 15 分钟，之后将熔融的合金液浇铸成铸坯，再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 1.5mm，长度和宽度分别为 200 和 140mm 的靶材；之后去

除靶材表面的氧化皮等，保持靶材表面平整度。

2) 采用烧结磁体机将烧结 NdFeB 磁体机械加工成表 1 中所示规格，之后进行表面清理和风干，具体步骤同实施例 1 步骤 2)。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内，在真空度为 10^{-4} Pa 的条件下，于 835℃ 保温 35 小时；之后随炉冷却至 50℃；

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉内，在 450℃ 条件下回火处理 5 小时，之后自然冷却至室温。

该实施例得到磁体的微观结构与图 2 基本相同，从图中可以看出本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构，这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层，这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大，另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用，因此可以显著提高矫顽力。同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少，对剩磁的降低程度将大大降低。

按照实施例 1 的方法对本实施例得到的磁体进行性能测试，测试结果表明，磁体矫顽力提高了 71800e，剩磁稍有降低，降低了 220Gs，剩磁降低率为 1.7%；NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后性能变化如表 1 所示。

20 实施例 6

1) 制备 $Tb_{95.9}Dy_{0.4}Nd_{0.7}Zn_2Sn_1$ 的靶材，按照上述复合靶材的化学式配比称取原料 Tb 单质(纯度为 99.95%)、Dy 单质(纯度为 99.95%)、

Nd 单质（纯度为 99.95%）、Zn 单质（纯度为 99.95%）、Sn 单质（纯度为 99.95%），将其置于真空中频感应炉中进行冶炼，冶炼温度为 1041℃，冶炼时间为 15 分钟，之后将熔融的合金液浇铸成铸坯，再经锻压、热轧、冷轧及机械加工制成厚度为 1.5mm，长度和宽度分别为 200 和 150mm 的靶材；之后去除靶材表面的氧化皮等，保持靶材表面平整度。

2) 采用烧结磁体机将烧结 NdFeB 磁体机械加工成表 1 中所示规格，之后进行表面清理和风干，具体步骤同实施例 1 步骤 2)。

3) 将步骤 2) 得到的一块待处理 NdFeB 磁体夹置于步骤 1) 得到的两块复合靶材之间并放置于真空热处理炉内，在真空度为 10^{-4} Pa 的条件下，于 800℃保温 35 小时；之后随炉冷却至 50℃；

4) 将步骤 3) 处理后的 NdFeB 磁体放置于回火炉，在 490℃条件下回火处理 5 小时，之后自然冷却至室温。

该实施例得到磁体的微观结构与图 2 基本相同，从图中可以看出本发明例的磁体微结构出现明显的网络状结构，这显示在主相粒子表面包裹了一层连续的富稀土薄层，这个薄层一方面可以阻止反磁化畴核在较低的外场作用下成核和长大，另一方面可以对主相粒子起到很好的去磁耦合作用，因此可以显著提高矫顽力。同时所含的重稀土元素 Dy、Tb 较少，对剩磁的降低程度将大大降低。

按照实施例 1 的方法对本实施例得到的磁体进行性能测试，测试结果表明，磁体矫顽力提高了 90600e，剩磁稍有降低，降低了 60Gs，剩磁降低率为 0.5%；NdFeB 磁体经步骤 3) 和 4) 处理前后性能变化

如表 1 所示。

表 1 六个实施例得到的磁体性能检测结果

实施例号	永磁体规格	矫顽力 (kOe)		剩磁 (kGs)	
		处理前	处理后	处理前	处理后
实施例 1	11*12*4mm	13.08	24.07	14.37	14.04
实施例 2	42*15*4.3mm	17.53	26.04	13.84	13.56
实施例 3	36.3*15*6mm	24.88	32.52	13.3	13.26
实施例 4	22*11*5.5mm	17.35	21.45	13.9	13.66
实施例 5	50*15*5.95mm	24.63	31.81	13.03	12.81
实施例 6	24*12*6mm	32.26	41.32	11.83	11.77

表 1 中实施例所取得的结果：矫顽力提高了 41000e-109900e，
5 而剩磁仅降低 0.3%-2.3%，均是基于优选条件下取得的结果。

实施例 7-15

为了更好地说明本发明中不同复合靶材对磁体性能的影响，下面
列举了实施例 7-15 和对比例 1，在实施例 7-15 中，各复合靶材的化
10 学式参见表 2，各实施例和对比例的磁体制备方法同实施例 1，各实
施例和对比例处理前磁体的规格同实施例 1，复合靶材的规格也同实
施例 1，各实施例和对比例得到的磁体的性能测试同实施例 1，测试
结果参见表 2。

表 2 实施例 7-15 和对比例 1 得到的磁体性能测试结果

实施例号	复合靶材化学式	矫顽力 (kOe)		剩磁 (kGs)	
		处理前	处理后	处理前	处理后
实施例 7	Tb ₉₇ Cu ₃	13. 08	24. 11	14. 37	14. 14
实施例 8	Tb ₉₄ Cu ₆	13. 08	23. 23	14. 37	14. 21
实施例 9	Tb ₉₇ Nd ₂ Al ₁	13. 08	23. 56	14. 37	14. 13
实施例 10	Dy ₉₉ Al ₁	13. 08	19. 78	14. 37	14. 17
实施例 11	Tb ₉₇ Al ₃	13. 08	23. 66	14. 37	14. 08
实施例 12	Tb ₉₄ Dy _{0.8} Nd _{1.2} Zn ₁ Sn ₃	13. 08	23. 85	14. 37	14. 06
实施例 13	Tb ₉₈ Cu ₁ Al ₁	13. 08	24. 17	14. 37	14. 07
实施例 14	Tb ₆₅ Al ₃₅	13. 08	20. 21	14. 37	14. 18
实施例 15	Tb ₉₀ Al ₁₀	13. 08	22. 17	14. 37	14. 10
对比例 1	Tb ₂₀ Dy ₃₈ Al ₄₂	13. 08	16. 50	14. 37	14. 27

实施例 16-23

为了更好地说明本发明中步骤 3) 的保温温度和步骤 4) 的回火温度对磁体性能的影响，下面列举了实施例 16-23，在实施例 16-23 中，除步骤 3) 的保温温度和步骤 4) 的回火温度不同于实施例 1 以外，其他参数均与实施例 1 相同，各实施例得到的磁体的性能测试同实施例 1，测试结果参见表 3。同时还设置了对比例 2-3，在对比例 2-3 中，除步骤 3) 的保温温度和步骤 4) 的回火温度不同于实施例 1 以外，其他参数均与实施例 1 相同，测试结果参见表 3。

从表 3 中可知，保温温度以及回火温度对磁体矫顽力和剩磁具有重要影响。

表 3 实施例 16-23 得到的磁体性能测试结果

实施例号	步骤 3) 保温 温度	步骤 4) 回火 温度	矫顽力 (kOe)		剩磁 (kGs)	
			处理前	处理后	处理前	处理后
实施例 16	750℃	420℃	13. 08	24. 3	14. 37	13. 93
实施例 17	750℃	460℃	13. 08	24. 5	14. 37	13. 95
实施例 18	800℃	550℃	13. 08	24. 90	14. 37	13. 92
实施例 19	800℃	630℃	13. 08	24. 50	14. 37	13. 98
实施例 20	850℃	460℃	13. 08	25. 78	14. 37	13. 83
实施例 21	850℃	630℃	13. 08	25. 25	14. 37	13. 82
实施例 1	700℃	500℃	13. 08	24. 07	14. 37	14. 04
实施例 22	650℃	500℃	13. 08	18. 78	14. 37	14. 23
实施例 23	880℃	420℃	13. 08	25. 50	14. 37	13. 76
对比例 2	600℃	500℃	13. 08	14. 50	14. 37	14. 30
对比例 3	800℃	660℃	13. 08	15. 45	14. 37	14. 21

权 利 要 求 书

1、一种复合靶气相沉淀制备晶界扩散稀土永磁材料的方法，其特征在于，包括如下操作步骤：

5 步骤一，复合靶材的制备，所述复合靶材具有如下化学式

$H_{100-x-y}M_xQ_y$ ，其中，H 为 Dy 或/和 Tb，M 为 Nd 或/和 Pr，Q 为 Cu、Al、Zn 和 Sn 中的一种或多种，x、y 为所述复合靶材中各成分的原子百分含量， $x=0-20$ 、 $y=0-40$ 且 x 和 y 不同时为零；

10 步骤二，将烧结 NdFeB 磁体加工成规定形状和尺寸，随后进行表面清理及干燥，从而得到待处理 NdFeB 磁体；

步骤三，将所述复合靶材和所述待处理 NdFeB 磁体依次交替叠置于处理设备中，且最上层和最底层均为所述复合靶材，以所述复合靶材作为蒸发源，在规定条件下使所述待处理 NdFeB 磁体表面包覆金属膜并发生晶界扩散，之后随炉冷却，从而得到扩散后的 NdFeB 磁体；

15 步骤四，将所述扩散后的 NdFeB 磁体进行回火处理，使晶界相均匀包裹在主相粒子外，从而得到性能提高的磁体。

2、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤一中，所述复合靶材 $H_{100-x-y}M_xQ_y$ 中 $x=0-5$ 、 $y=1-10$ 。

20

3、根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于，所述复合靶材为 $Tb_{95}Cu_5$ 、 $Tb_{98}Al_2$ 或 $Tb_{95.9}Dy_{0.4}Nd_{0.7}Zn_2Sn_1$ 。

4、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤一中，所述复合靶材是通过如下方法制备的：按照所述复合靶材各成分的原
子百分含量称取相应原料，依次经冶炼、浇铸、锻造、热轧、冷轧以
5 及机械加工，形成规定尺寸的复合靶材；优选地，所述冶炼采用真
空中频感应炉冶炼，真空度不高于 10^{-2} Pa。

5、根据权利要求 4 所述的方法，其特征在于，所述复合靶材的
规定尺寸为：厚度为 0.5-3mm、长度为 180-300mm 和宽度为 100-240mm。
10

6、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤二中，
所述表面清理的过程如下：首先将所述 NdFeB 磁体放入除油槽中浸泡
10-15min 以去除磁体表面的油污，然后依次经第一次水洗、酸洗、
第二次水洗及超声波处理，最后风干所述 NdFeB 磁体表面；优选地，
15 所述酸洗的时间为 20-45s，所述超声波处理的时间为 20-45s。

7、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述待处理 NdFeB
磁体的取向方向控制在 1-8mm 厚度。

8、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤三中，
一块所述待处理 NdFeB 磁体夹置于两块所述复合靶材之间，且所述复
合靶材的表面积大于所述待处理 NdFeB 磁体的表面积。
20

9、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤三中，所述规定条件如下：真空度不大于 10^3 Pa，保温温度为 650-900℃，保温时间为 5-50h；所述随炉冷却至不高于 50℃；优选地，在所述步骤三中，所述保温温度为 700-850℃，保温时间为 5-35h。

10、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述步骤四中，所述回火处理条件为：回火温度为 420-640℃，回火时间为 2-10h，之后采用自然冷却的方式冷却至室温。

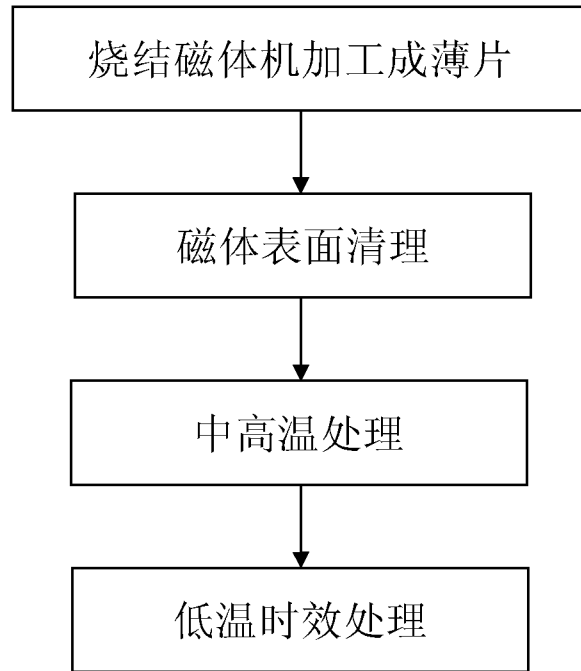


图 1

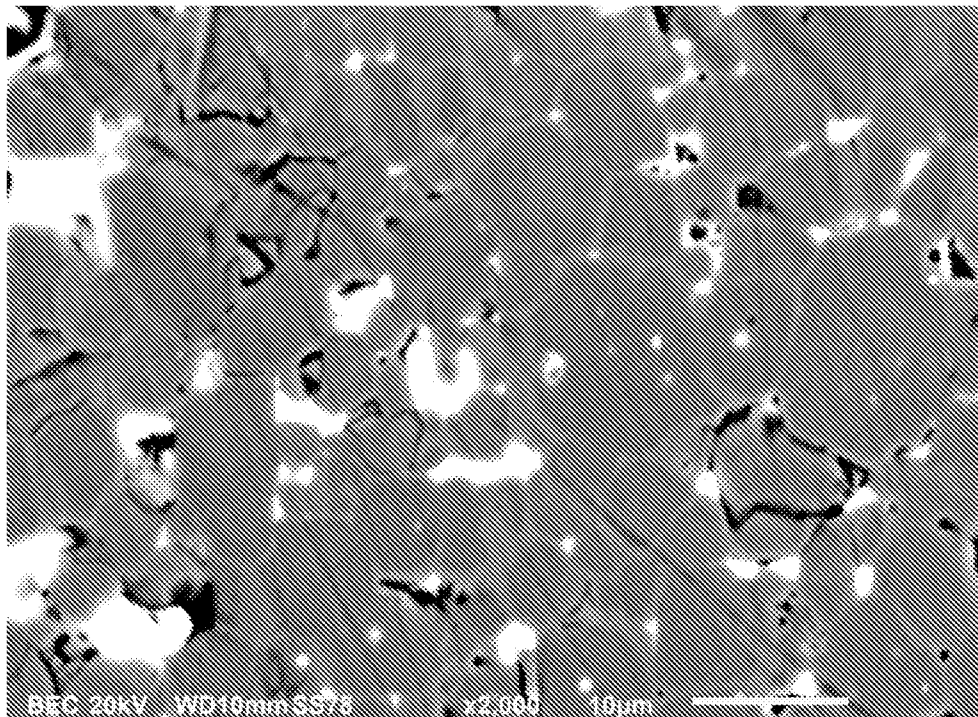


图 2

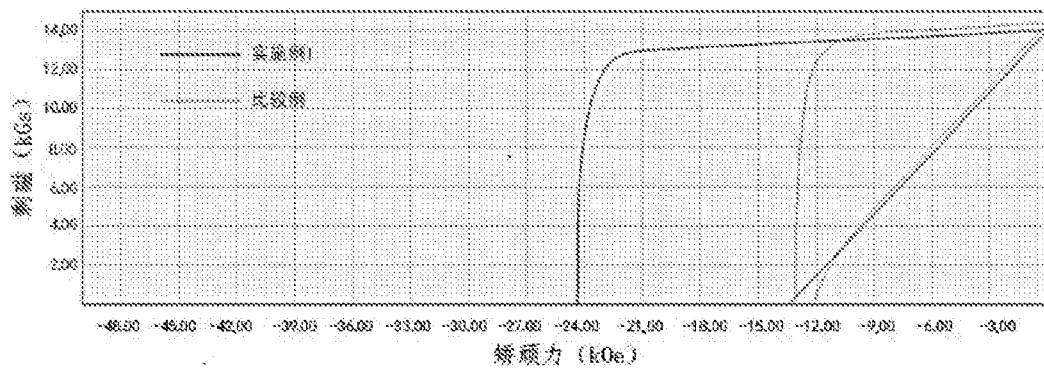


图 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2015/093951

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F 1/057 (2006.01) i; H01F 41/02 (2006.01) i; C23C 14/24 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01F1/, H01F41/, C23C14/

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT, EPODOC, WPI, CNKI: vapour deposition, neodymium iron boron, NdFeB, deposit+, rare w earth, RE, permanent w magnet

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 101842862 A (ULVAC INC.), 22 September 2010 (22.09.2010), description, paragraphs [0026]-[0029], [0033], [0035], [0059], [0071] and [0084], and figure 3	1-10
PX	CN 104900359 A (ADVANCED TECHNOLOGY & MATERIALS CO., LTD.), 09 September 2015 (09.09.2015), claims 1-10	1-10
A	CN 101517669 A (ULVAC INC.), 26 August 2009 (26.08.2009), description, page 2, paragraph 5 to page 3, paragraph 4	1-10
A	CN 101163814 A (ULVAC INC.), 16 April 2008 (16.04.2008), abstract	1-10
A	CN 103366943 A (NINGBO YUNSHENG CO., LTD. et al.), 23 October 2013 (23.10.2013), claims 1-4	1-10
A	CN 103824693 A (SHENYANG GENERAL MAGNETIC CO., LTD.), 28 May 2014 (28.05.2014), claims 1-10	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search
17 December 2015 (17.12.2015)

Date of mailing of the international search report
15 January 2016 (15.01.2016)

Name and mailing address of the ISA/CN:
State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao
Haidian District, Beijing 100088, China
Facsimile No.: (86-10) 62019451

Authorized officer
ZHANG, Shuzhuo
Telephone No.: (86-10) **82245378**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2015/093951

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 101842862 A	22 September 2010	TW 200935462 A	16 August 2009
		KR 20120075498 A	06 July 2012
		KR 20100069713 A	24 June 2010
		WO 2009057592 A1	07 May 2009
		US 2010239878 A1	23 September 2010
		TW I437583 B	11 May 2014
		KR 101242465 B1	12 March 2013
		DE 112008002890 T5	16 September 2010
		RU 2490745 C2	20 August 2013
		KR 101271507 B1	05 June 2013
		RU 2010121865 A	10 December 2011
		CN 101842862 B	14 August 2013
		CN 102751086 B	17 September 2014
		CN 102751086 A	24 October 2012
JP 5247717 B2	24 July 2013		
CN 104900359 A	09 September 2015	None	
CN 101517669 A	26 August 2009	JP 5090359 B2	05 December 2012
		CN 101517669 B	25 July 2012
		WO 2008032667 A1	20 March 2008
		RU 2453942 C2	20 June 2012
		DE 112007002168 T5	10 September 2009
		US 8673392 B2	18 March 2014
		TW 200822154 A	16 May 2008
		KR 101456841 B1	03 November 2014
		RU 2009113823 A	20 October 2010
		US 2009322459 A1	31 December 2009
		KR 20090065525 A	22 June 2009
		TW I427648 B	21 February 2014
		KR 20080019199 A	03 March 2008
		US 8075954 B2	13 December 2011
TW I430294 B	11 March 2014		
US 2008257716 A1	23 October 2008		
JP 2012211395 A	01 November 2012		
KR 20130070657 A	27 June 2013		
KR 101316803 B1	11 October 2013		
RU 2007138551 A	27 April 2009		
CN 101163814 A	16 April 2008	KR 20080019199 A	03 March 2008
		US 8075954 B2	13 December 2011
		TW I430294 B	11 March 2014
		US 2008257716 A1	23 October 2008
		JP 2012211395 A	01 November 2012
		KR 20130070657 A	27 June 2013
		KR 101316803 B1	11 October 2013
		RU 2007138551 A	27 April 2009

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2015/093951

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
		JP 2012188761 A	04 October 2012
		CN 101660127 A	03 March 2010
		CN 101660127 B	23 May 2012
		JP 5433732 B2	05 March 2014
		RU 2010125811 A	27 December 2011
		US 8771422 B2	08 July 2014
		US 2010159129 A1	24 June 2010
		WO 2006100968 A1	28 September 2006
		RU 2401881 C2	20 October 2010
		CN 102242342 B	01 October 2014
		RU 2010125813 A	27 December 2011
		RU 2447189 C2	10 April 2012
		CN 102242342 A	16 November 2011
		CN 101660126 A	03 March 2010
		CN 101660126 B	10 October 2012
		US 2011293829 A1	01 December 2011
		JP 5339722 B2	13 November 2013
CN 103366943 A	23 October 2013	None	
CN 103824693 A	28 May 2014	US 2015194259 A1	09 July 2015

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2015/093951

<p>A. 主题的分类</p> <p>H01F 1/057(2006.01)i; H01F 41/02(2006.01)i; C23C 14/24(2006.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																																	
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)</p> <p>H01F1/, H01F41/, C23C14/</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))</p> <p>CNPAT, EPODOC, WPI, CNKI, 气相沉积, 稀土, 永磁, 钕铁硼, NdFeB, deposit+, rare w earth, RE, permanent w magnet</p>																																	
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>CN 101842862 A (株式会社爱发科) 2010年 9月 22日 (2010 - 09 - 22) 说明书[0026]-[0029], [0033], [0035], [0059], [0071], [0084]段, 附图3</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>PX</td> <td>CN 104900359 A (安泰科技股份有限公司) 2015年 9月 9日 (2015 - 09 - 09) 权利要求1-10</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101517669 A (株式会社爱发科) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第2页第5段至第3页第4段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101163814 A (株式会社爱发科) 2008年 4月 16日 (2008 - 04 - 16) 说明书摘要</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 103366943 A (宁波韵升股份有限公司等) 2013年 10月 23日 (2013 - 10 - 23) 权利要求1-4</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 103824693 A (沈阳中北通磁科技股份有限公司) 2014年 5月 28日 (2014 - 05 - 28) 权利要求1-10</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table> <p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p> <p>* 引用文件的具体类型:</p> <table border="0"> <tr> <td>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</td> <td>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件</td> </tr> <tr> <td>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</td> <td>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性</td> </tr> <tr> <td>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)</td> <td>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性</td> </tr> <tr> <td>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</td> <td>“&” 同族专利的文件</td> </tr> <tr> <td>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件</td> <td></td> </tr> </table>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	X	CN 101842862 A (株式会社爱发科) 2010年 9月 22日 (2010 - 09 - 22) 说明书[0026]-[0029], [0033], [0035], [0059], [0071], [0084]段, 附图3	1-10	PX	CN 104900359 A (安泰科技股份有限公司) 2015年 9月 9日 (2015 - 09 - 09) 权利要求1-10	1-10	A	CN 101517669 A (株式会社爱发科) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第2页第5段至第3页第4段	1-10	A	CN 101163814 A (株式会社爱发科) 2008年 4月 16日 (2008 - 04 - 16) 说明书摘要	1-10	A	CN 103366943 A (宁波韵升股份有限公司等) 2013年 10月 23日 (2013 - 10 - 23) 权利要求1-4	1-10	A	CN 103824693 A (沈阳中北通磁科技股份有限公司) 2014年 5月 28日 (2014 - 05 - 28) 权利要求1-10	1-10	“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件	“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件	“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利	“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性	“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)	“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性	“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件	“&” 同族专利的文件	“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件	
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																															
X	CN 101842862 A (株式会社爱发科) 2010年 9月 22日 (2010 - 09 - 22) 说明书[0026]-[0029], [0033], [0035], [0059], [0071], [0084]段, 附图3	1-10																															
PX	CN 104900359 A (安泰科技股份有限公司) 2015年 9月 9日 (2015 - 09 - 09) 权利要求1-10	1-10																															
A	CN 101517669 A (株式会社爱发科) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第2页第5段至第3页第4段	1-10																															
A	CN 101163814 A (株式会社爱发科) 2008年 4月 16日 (2008 - 04 - 16) 说明书摘要	1-10																															
A	CN 103366943 A (宁波韵升股份有限公司等) 2013年 10月 23日 (2013 - 10 - 23) 权利要求1-4	1-10																															
A	CN 103824693 A (沈阳中北通磁科技股份有限公司) 2014年 5月 28日 (2014 - 05 - 28) 权利要求1-10	1-10																															
“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件	“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件																																
“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利	“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性																																
“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)	“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性																																
“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件	“&” 同族专利的文件																																
“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件																																	
国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期																																
2015年 12月 17日	2016年 1月 15日																																
ISA/CN的名称和邮寄地址	受权官员																																
中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	张殊卓																																
传真号 (86-10)62019451	电话号码 (86-10)82245378																																

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2015/093951

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)			
CN	101842862	A	2010年 9月 22日	TW	200935462	A	2009年 8月 16日			
				KR	20120075498	A	2012年 7月 6日			
				KR	20100069713	A	2010年 6月 24日			
				WO	2009057592	A1	2009年 5月 7日			
				US	2010239878	A1	2010年 9月 23日			
				TW	I437583	B	2014年 5月 11日			
				KR	101242465	B1	2013年 3月 12日			
				DE	112008002890	T5	2010年 9月 16日			
				RU	2490745	C2	2013年 8月 20日			
				KR	101271507	B1	2013年 6月 5日			
				RU	2010121865	A	2011年 12月 10日			
				CN	101842862	B	2013年 8月 14日			
				CN	102751086	B	2014年 9月 17日			
				CN	102751086	A	2012年 10月 24日			
				JP	5247717	B2	2013年 7月 24日			
				CN	104900359	A	2015年 9月 9日	无		
				CN	101517669	A	2009年 8月 26日	JP	5090359	B2
CN	101517669	B	2012年 7月 25日							
WO	2008032667	A1	2008年 3月 20日							
RU	2453942	C2	2012年 6月 20日							
DE	112007002168	T5	2009年 9月 10日							
US	8673392	B2	2014年 3月 18日							
TW	200822154	A	2008年 5月 16日							
KR	101456841	B1	2014年 11月 3日							
RU	2009113823	A	2010年 10月 20日							
US	2009322459	A1	2009年 12月 31日							
KR	20090065525	A	2009年 6月 22日							
TW	I427648	B	2014年 2月 21日							
CN	101163814	A	2008年 4月 16日	KR	20080019199	A	2008年 3月 3日			
				US	8075954	B2	2011年 12月 13日			
				TW	I430294	B	2014年 3月 11日			
				US	2008257716	A1	2008年 10月 23日			
				JP	2012211395	A	2012年 11月 1日			
				KR	20130070657	A	2013年 6月 27日			
				KR	101316803	B1	2013年 10月 11日			
				RU	2007138551	A	2009年 4月 27日			
				JP	2012188761	A	2012年 10月 4日			
				CN	101660127	A	2010年 3月 3日			
				CN	101660127	B	2012年 5月 23日			
				JP	5433732	B2	2014年 3月 5日			
				RU	2010125811	A	2011年 12月 27日			
				US	8771422	B2	2014年 7月 8日			
				US	2010159129	A1	2010年 6月 24日			
				WO	2006100968	A1	2006年 9月 28日			
				RU	2401881	C2	2010年 10月 20日			
				CN	102242342	B	2014年 10月 1日			
				RU	2010125813	A	2011年 12月 27日			
				RU	2447189	C2	2012年 4月 10日			
				CN	102242342	A	2011年 11月 16日			
CN	101660126	A	2010年 3月 3日							

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2015/093951

检索报告引用的专利文件	公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
		CN 101660126 B	2012年 10月 10日
		US 2011293829 A1	2011年 12月 1日
		JP 5339722 B2	2013年 11月 13日
CN 103366943 A	2013年 10月 23日	无	
CN 103824693 A	2014年 5月 28日	US 2015194259 A1	2015年 7月 9日