(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

(43) 国际公布日
2015 年 7 月 9 日 (09.07.2015)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2015/100812 A1

(51) 国际专利分类号:
C22B 26/22 (2006.01) *C22B 9/04* (2006.01)
C22B 9/02 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2014/070934

(22) 国际申请日: 2014 年 1 月 21 日 (21.01.2014)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201310753927.8 2013 年 12 月 31 日 (31.12.2013) CN

(71) 申请人: **深圳市华星光电技术有限公司 (SHENZHEN CHINA STAR OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO.,LTD.)** [CN/CN]; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。

(72) 发明人: **邹清华 (ZOU, Qinghua)**; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。 **吴聪原 (WU, Tsungyuan)**; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。 **张鑫狄 (ZHANG, Xindi)**; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。

(74) 代理人: **深圳市德力知识产权代理事务所 (COMIPS INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE)**; 中国广东省深圳市深南中路新闻大厦 1 号楼 3 楼 307 室, Guangdong 518027 (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, LT, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH,

[见续页]

(54) **Title**: DEVICE AND METHOD FOR PRE-TREATING METAL MAGNESIUM

(54) **发明名称** : 金属镁的预处理装置和方法

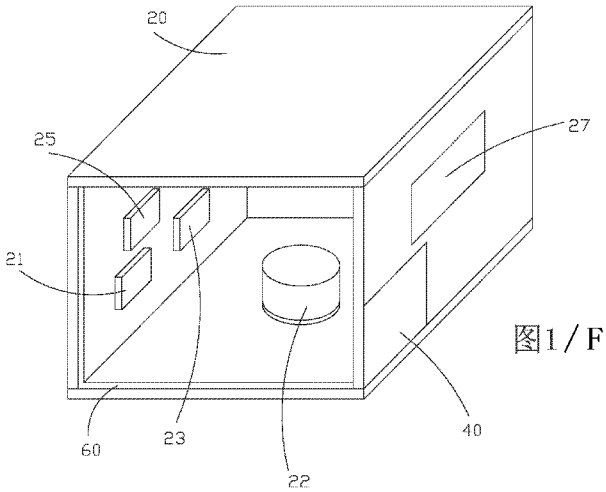


图1/Fig. 1

(57) **Abstract**: Provided are a device and method for pre-treating metal magnesium. The device comprises: a cavity (20), a heating device (22) mounted in the cavity (20), a gas inlet (24) arranged on the cavity (20), and a gas extraction opening (26) arranged on the cavity (20); the gas inlet (24) is communicated with external inert gas injection apparatus and is used for injecting an inert gas into the cavity (20), the gas extraction opening (26) is communicated with an external vacuum extraction device and is used for vacuumizing the interior of the cavity (20), and the heating device (22) is used for heating surface-oxidized metal magnesium to volatilize a layer of magnesium oxide on the surface of the metal magnesium under a vacuum environment, so as to obtain pure metal magnesium. By employing the method, magnesium oxide on the surfaces of metal magnesium particles can be removed and the content of magnesium oxide is reduced so that only an extremely small amount of magnesium oxide needs to be pre-treated in the coated cavity, and also, the coated cavity can be prevented from being polluted by a great amount of magnesium oxide and the defect rate of products result from magnesium oxide is decreased remarkably.

(57) **摘要**:

[见续页]

WO 2015/100812 A1

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))。

提供一种金属镁的预处理装置及方法，所述装置包括：腔体（20）、安装于腔体（20）内的加热装置（22）、设于腔体（20）上的进气口（24）及设于腔体（20）上的抽气口（26），所述进气口（24）与外界的惰性气体注入设备相连通，用于向腔体（20）内注入惰性气体，所述抽气口（26）与外部真空抽气装置相连通，用于将腔体（20）内抽成真空，所述加热装置（22）用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁。所述方法可以除去金属镁颗粒表面的氧化镁，降低氧化镁的含量，使得在镀膜腔体中，只需预处理极少量的氧化镁，可以防止镀膜腔体被大量氧化镁污染，并大大降低由氧化镁导致的产品不良的机率。

金属镁的预处理装置和方法

技术领域

本发明涉及平面显示制程领域，尤其涉及一种用于作为 OLED 阴极的金属镁的预处理装置和方法。

背景技术

有机发光二极管或有机发光显示器（Organic Light Emitting Diode Display，OLED）又称为有机电致发光二极管，是自 20 世纪中期发展起来的一种新型显示技术。与液晶显示器相比，有机电致发光二极管具有全固态、主动发光、高亮度、高对比度、超薄、低成本、低功耗、快速响应、宽视角、工作温度范围宽、易于柔性显示等诸多优点。有机电致发光二极管的结构一般包括：基板、阳极、阴极和有机功能层，其发光原理是通过阳极和阴极间蒸镀的非常薄的多层有机材料，由正负载流子注入有机半导体薄膜后复合产生发光。有机电致发光二极管的有机功能层，一般由三个功能层构成，分别为空穴传输功能层（Hole Transport Layer，HTL）、发光功能层（Emissive Layer，EML）、电子传输功能层（Electron Transport Layer，ETL）。每个功能层可以是一层，或者一层以上，例如空穴传输功能层，有时可以细分为空穴注入层和空穴传输层；电子传输功能层，可以细分为电子传输层和电子注入层，但其功能相近，故统称为空穴传输功能层，电子传输功能层。

目前，全彩有机电致发光二极管的制作方法以红绿蓝（RGB）三色并列独立发光法、白光加彩色滤光片法、色转换法三种方式为主，其中红绿蓝三色并列独立发光法最有潜力，实际应用最多，其制作方法是红绿蓝选用不同主体和客体的发光材料。

有机电致发光二极管，根据其驱动方式，可以分为无源驱动和有源驱动两大类。即直接寻址和薄膜晶体管（TFT）矩阵寻址两类。所述有源驱动类有机电致发光二极管即是有源矩阵式有机电致发光二极管（Active Matrix Organic Light Emitting Device，AMOLED）。

小尺寸 AMOLED 显示屏目前的技术路线是低温多晶硅薄膜晶体管（LTPS TFT）背板搭载顶发光（TOP Emission）的 OLED，其阴极使用镁/银（Mg/Ag）合金，Mg 的功函数是-3.68ev，Ag 的功函数是-4.26ev，这样可以使电子能比较容易从阴极注入到电子传输层，并且 10-20nm 的 Mg/Ag

合金也具有非常好的穿透率，使发光层内部激子跃迁发出的光能从器件内部发射出来。

一般功函数越高的金属越活泼，例如锂（Li）的功函数-2.1ev；钠（Na）的功函数-2.28ev；钙（Ca）的功函数-2.9ev，越活泼的金属越容易被氧化，Na 需要在煤油中保存，遇到空气和水汽就会发生反应，剧烈时会燃烧爆炸。所以为了便于使用选择了功函数相对较高的 Mg，但是 Mg 在空气中仍然会被氧化，其表面会形成一层致密的氧化镁薄层。

氧化镁在镀膜机里加热蒸镀过程中，会以很小微粒形式释放出来，简称“镁灰”。这种镁灰的质量很轻，大量的氧化镁在镀膜机腔体中，污染腔体，最重要的是可以漂浮到基板上，在像素（pixel）中形成缺陷，导致发光区呈现黑点，影响寿命和良率。

发明内容

本发明的目的在于提供一种金属镁的预处理装置，其结构简单，能有效去除金属镁表面的氧化镁，且有效减小金属镁外露面积，进而有效减小金属镁再次氧化的面积，提高金属镁的纯度。

本发明的另一目的在于提供一种金属镁的预处理方法，其操作简单，能有效去除金属镁表面的氧化镁，且有效减小金属镁外露面积，进而有效减小金属镁再次氧化的面积，提高金属镁的纯度。

为实现上述目的，本发明提供一种金属镁的预处理装置，包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，用于向腔体内注入惰性气体，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通，用于将腔体内抽成真空，所述加热装置用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁。

所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭。

还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关。

还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力。

所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是

否进行加热。

所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度。

所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上，设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板。

所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

本发明还提供一种金属镁的预处理装置，包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，用于向腔体内注入惰性气体，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通，用于将腔体内抽成真空，所述加热装置用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁；

其中，所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭；

还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关；

还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力；

其中，所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是否进行加热。

所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度。

所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上，设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板。

所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

本发明还提供一种金属镁的预处理方法，包括以下步骤：

步骤 1、提供预处理装置，该预处理装置包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通；

步骤 2、将表面被氧化的金属镁置于坩埚内，并将坩埚放置于加热装置内；

步骤 3、通过抽气口将腔体内抽成真空；

步骤 4、通过进气口向腔体内注入惰性气体；

步骤 5、重复步骤 3 与步骤 4，至腔体内的氧气含量小于 1ppm；

步骤 6、通过抽气口将腔体内抽成真空，使得腔体内的压强小于或等于 10^{-4}Pa；

步骤 7、通过加热装置加热表面被氧化的金属镁，使得氧化镁完全挥发；

步骤 8、进行冷却后，得到纯金属镁；

所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭；

所述预处理装置还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关；

所述预处理装置还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力；

所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是否进行加热；

所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度；

所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上，设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况；

所述预处理装置还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板；

所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

本发明的有益效果：本发明的金属镁的预处理装置和方法，通过前期预处理可以除去金属镁颗粒表面的氧化镁，且大大减小坩埚中金属镁外露的表面积，降低氧化镁的含量，使得在镀膜腔体中，只需预处理极少量的氧化镁，可以防止镀膜腔体被大量氧化镁污染，并大大降低由氧化镁导致的产品不良的机率；且腔体无太多氧化镁，可以降低停机保养的频率，减少内衬防着板更换的次数，提高机器稼动率，节省成本。

为了能更进一步了解本发明的特征以及技术内容，请参阅以下有关本发明的详细说明与附图，然而附图仅提供参考与说明用，并非用来对本发明加以限制。

附图说明

下面结合附图，通过对本发明的具体实施方式详细描述，将使本发明的技术方案及其它有益效果显而易见。

附图中，

图 1 为本发明金属镁的预处理装置的立体结构示意图；

图 2 为本发明金属镁的预处理装置的平面结构示意图；

图 3 为本发明金属镁的预处理装置的加热装置的剖面结构示意图；

图 4 为本发明金属镁的预处理方法的流程图；

图 5 为氧化镁的固-液-气转化曲线图。

具体实施方式

为更进一步阐述本发明所采取的技术手段及其效果，以下结合本发明的优选实施例及其附图进行详细描述。

请参阅图 1 至图 3，本发明提供一种金属镁的预处理装置，包括：腔体 20、安装于腔体 20 内的加热装置 22、设于腔体 20 上的进气口 24 及设于腔体 20 上的抽气口 26，所述进气口 24 与外界的惰性气体注入设备（未图示）相连通，用于向腔体 20 内注入惰性气体，所述抽气口 26 与外部真空抽气装置（未图示）相连通，用于将腔体 20 内抽成真空，所述加热装置 22 用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁。由于该预处理装置是将表面被氧化的金属镁置于坩埚（未图示）中进行的，在预处理完成后，纯金属镁外露的表面积小于或等于坩埚的开口面积，即使暴露在空气中，其也只能氧化该外露的表面，大大减小金属镁的氧化面积，降低金属镁再次被氧化产生的氧化镁的含量，提高金属镁的纯度。

具体地，所述进气口 24 上设置有进气阀门 242，用于控制进气口 24 的打开与关闭；所述抽气口 26 上设有抽气阀门 262，用于控制抽气口 26 的打开与关闭，该进气阀门 242 与抽气阀门 262 的开与关通过控制装置进行控制，在本实施例中，控制装置为可编程逻辑控制器（PLC），其可直接安装于腔体 20 上或集成于镀膜机（未图示）上，在本实施例中，所述控制装置直接安装于腔体 20 上，并通过控制面板 40 进行具体操作。

进一步地，所述金属镁的预处理装置还包括设置于腔体 20 内的氧气传感器 21、设置于腔体 20 内的真空计 23，所述氧气传感器 21 用于检测腔体 20 内的氧气含量，所述真空计 23 用于检测腔体 20 内的压力，进而保证腔体 20 内的氧气含量与压力达到预定标准，以保证预处理后的金属

镁的纯度。

所述加热装置 22 包括底座 222、设于底座 222 上的加热线圈 224 及设于底座 222 上且位于加热线圈 224 外围的罩体 226，所述加热线圈 224 由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座 222 与罩体 226 均由导热性能较高的金属制成，该加热装置 22 通过控制装置控制是否进行加热。且，所述罩体 226 内安装有温度传感器 228，用于检测加热装置 22 的温度，以便控制加热温度在预定范围内。

值得一提的是，所述腔体 20 内还设有照明装置 25，且该腔体 20 的一个侧壁上，设有透明开窗 27，通过照明装置 25 的照射，可以通过透明开窗 27 观察腔体 20 内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

进一步地，所述金属镁的预处理装置还包括可拆卸安装于腔体 20 内的内衬防着板 60，供所述氧化镁挥发后附着，以避免氧化镁直接附着于腔体的内壁上。由于该内衬防着板 60 可拆卸，当氧化镁附着到一定的量时，可将该内衬防着板 60 拆下进行清洗，有效延长金属镁的预处理装置的使用寿命。

请参阅图 4，并参考图 1 至图 3，本发明还提供一种金属镁的预处理方法，包括以下步骤：

步骤 1、提供预处理装置，该预处理装置包括：腔体 20、安装于腔体 20 内的加热装置 22、设于腔体 20 上的进气口 24 及设于腔体 20 上的抽气口 26，所述进气口 24 与外界的惰性气体注入设备（未图示）相连通，用于向腔体 20 内注入惰性气体，所述抽气口 26 与外部真空抽气装置（未图示）相连通，用于将腔体 20 内抽成真空，所述加热装置 22 用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁。由于该预处理装置是将表面被氧化的金属镁置于坩埚（未图示）中进行的，在预处理完成后，纯金属镁外露的表面积小于或等于坩埚的开口面积，即使暴露在空气中，其也只能氧化该外露的表面，大大减小金属镁的氧化面积，降低金属镁再次被氧化产生的氧化镁的含量，提高金属镁的纯度。

具体地，所述进气口 24 上设置有进气阀门 242，用于控制进气口 24 的打开与关闭；所述抽气口 26 上设有抽气阀门 262，用于控制抽气口 26 的打开与关闭，该进气阀门 242 与抽气阀门 262 的开与关通过控制装置进行控制，在本实施例中，控制装置为可编程逻辑控制器（PLC），其可直接安装于腔体 20 上或集成于镀膜机（未图示）上，在本实施例中，所述控制装置直接安装于腔体 20 上，并通过控制面板 40 进行具体操作。

进一步地，所述金属镁的预处理装置还包括设置于腔体 20 内的氧气传感器 21、设置于腔体 20 内的真空计 23，所述氧气传感器 21 用于检测腔体 20 内的氧气含量，所述真空计 23 用于检测腔体 20 内的压力，进而保证腔体 20 内的氧气含量与压力达到预定标准，以保证预处理后的金属镁的纯度。

所述加热装置 22 包括底座 222、设于底座 222 上的加热线圈 224 及设于底座 222 上且位于加热线圈 224 外围的罩体 226，所述加热线圈 224 由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座 222 与罩体 226 均由导热性能较高的金属制成，该加热装置 22 通过控制装置控制是否进行加热。且，所述罩体 226 内安装有温度传感器 228，用于检测加热装置 22 的温度，以便控制加热温度在预定范围内。

值得一提的是，所述腔体 20 内还设有照明装置 25，且该腔体 20 的一个侧壁上，设有透明开窗 27，通过照明装置 25 的照射，可以通过透明开窗 27 观察腔体 20 内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

进一步地，所述金属镁的预处理装置还包括可拆卸安装于腔体 20 内的内衬防着板 60，供所述氧化镁挥发后附着，以避免氧化镁直接附着于腔体的内壁上。由于该内衬防着板 60 可拆卸，当氧化镁附着到一定的量时，可将该内衬防着板 60 拆下进行清洗，有效延长金属镁的预处理装置的使用寿命。

步骤 2、将表面被氧化的金属镁置于坩埚内，并将坩埚放置于加热装置 22 上。

实际操作可为：将采购的金属镁颗粒填入镀膜机使用的镁坩埚中，由于在生产及加工镁颗粒过程中，不是全程在真空及惰性气体保护环境下进行，镁颗粒能与空气接触，由于镁是很活泼的金属，很容易被空气中的氧气氧化，表面形成一层氧化镁。

步骤 3、通过抽气口 26 将腔体 20 内抽成真空。

具体地，可通过干泵、分子泵、油泵、低温泵或者不同泵的组合对腔体进行抽气。

步骤 4、通过进气口 24 向腔体 20 内注入惰性气体。

步骤 5、重复步骤 3 与步骤 4，至腔体 20 内的氧气含量小于 1ppm。

步骤 6、通过抽气口 26 将腔体 20 内抽成真空，使得腔体 20 内的压强小于或等于 10^{-4}Pa。

步骤 7、通过加热装置 22 加热表面被氧化的金属镁，使得氧化镁完全挥发。

请参阅图 5，其中，OB和OC线分别表示气态与液态和固态相互转变的临界线，当气/液和气/固转变时体积变化很大，随压力身高，转变温度也显著升高；OD表示液态与固态相互转变的临近线，几乎与温度坐标垂直，压力变化对液/固转变温度没有影响，可知，氧化镁在压强为 10^{-4}Pa，温度为 450--600℃的环境下，会自动挥发。

步骤 8、进行冷却后，得到纯金属镁。

进一步地，把装有预处理好的镁的坩埚放入镀膜机的加热源中，待镀膜机腔体真空度到达 1E-4 以下，开始升温，把表面及少量的氧化镁去除，然后就可以正常镀膜了。此时坩埚中已无氧化镁，在沉积形成阴极时，亦无氧化镁沉积到阴极上，基本上消除了氧化镁导致的缺陷。

综上所述，本发明的金属镁的预处理装置和方法，通过前期预处理可以除去金属镁颗粒表面的氧化镁，且大大减小坩埚中金属镁外露的表面积，降低氧化镁的含量，使得在镀膜腔体中，只需预处理极少量的氧化镁，可以防止镀膜腔体被大量氧化镁污染，并大大降低由氧化镁导致的产品不良的机率；且腔体无太多氧化镁，可以降低停机保养的频率，减少内衬防着板更换的次数，提高机器稼动率，节省成本。

以上所述，对于本领域的普通技术人员来说，可以根据本发明的技术方案和技术构思作出其他各种相应的改变和变形，而所有这些改变和变形都应属于本发明权利要求的保护范围。

权 利 要 求

1、一种金属镁的预处理装置，包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，用于向腔体内注入惰性气体，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通，用于将腔体内抽成真空，所述加热装置用于加热表面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁。

2、如权利要求 1 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭。

3、如权利要求 2 所述的金属镁的预处理装置，还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关。

4、如权利要求 3 所述的金属镁的预处理装置，还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力。

5、如权利要求 3 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是否进行加热。

6、如权利要求 5 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度。

7、如权利要求 1 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

8、如权利要求 1 所述的金属镁的预处理装置，还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板。

9、如权利要求 3 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

10、一种金属镁的预处理装置，包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，用于向腔体内注入惰性气体，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通，用于将腔体内抽成真空，所述加热装置用于加热表

面被氧化的金属镁，在真空环境下使得金属镁表面的一层氧化镁挥发，得到纯金属镁；

其中，所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭；

还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关；

还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力；

其中，所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是否进行加热。

11、如权利要求 10 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度。

12、如权利要求 10 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况。

13、如权利要求 10 所述的金属镁的预处理装置，还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板。

14、如权利要求 10 所述的金属镁的预处理装置，其中，所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

15、一种金属镁的预处理方法，包括以下步骤：

步骤 1、提供预处理装置，该预处理装置包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通；

步骤 2、将表面被氧化的金属镁置于坩埚内，并将坩埚放置于加热装置上；

步骤 3、通过抽气口将腔体内抽成真空；

步骤 4、通过进气口向腔体内注入惰性气体；

步骤 5、重复步骤 3 与步骤 4，至腔体内的氧气含量小于 1ppm；

步骤 6、通过抽气口将腔体内抽成真空，使得腔体内的压强小于或等于 10^{-4}Pa；

步骤 7、通过加热装置加热表面被氧化的金属镁，使得氧化镁完全挥

发；

步骤 8、进行冷却后，得到纯金属镁；

所述进气口上设置有进气阀门，用于控制进气口的打开与关闭；所述抽气口上设有抽气阀门，用于控制抽气口的打开与关闭；

所述预处理装置还包括控制装置，用于控制所述进气阀门与抽气阀门的开与关；

所述预处理装置还包括设置于腔体内的氧气传感器、设置于腔体内的真空计，所述氧气传感器用于检测腔体内的氧气含量，所述真空计用于检测腔体内的压力；

所述加热装置包括底座、设于底座上的加热线圈及设于底座上且位于加热线圈外围的罩体，所述加热线圈由铁铬铝合金、或镍铬合金电热丝缠绕制成；所述底座与罩体均由金属制成，该加热装置通过控制装置控制是否进行加热；

所述罩体内安装有温度传感器，用于检测加热装置的温度；

所述腔体内还设有照明装置，且该腔体的一个侧壁上设有透明开窗，用于观察腔体内表面被氧化的金属镁的熔融状况；

所述预处理装置还包括可拆卸安装于腔体内的内衬防着板；

所述控制装置安装于腔体上或集成于镀膜机上。

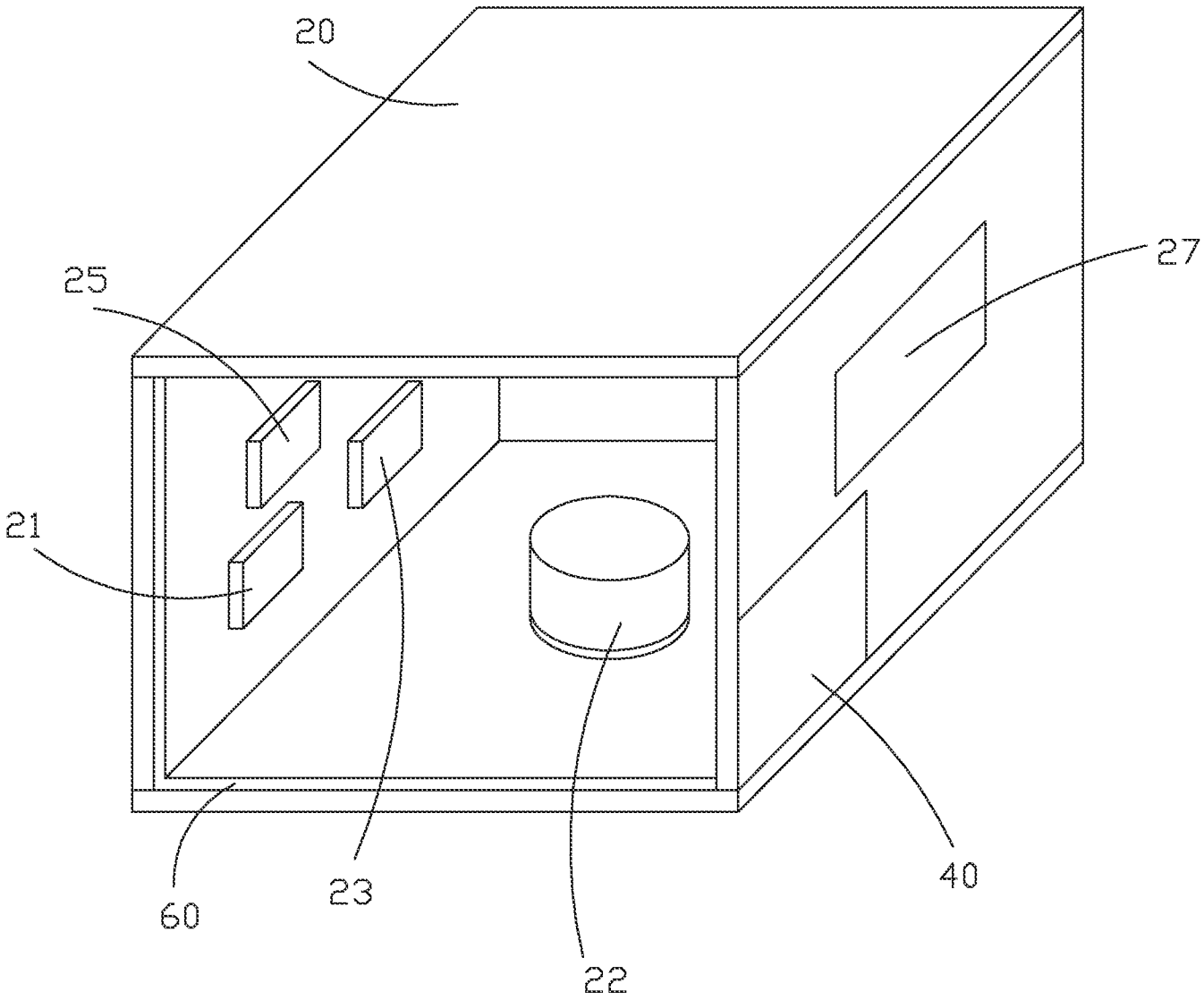


图1

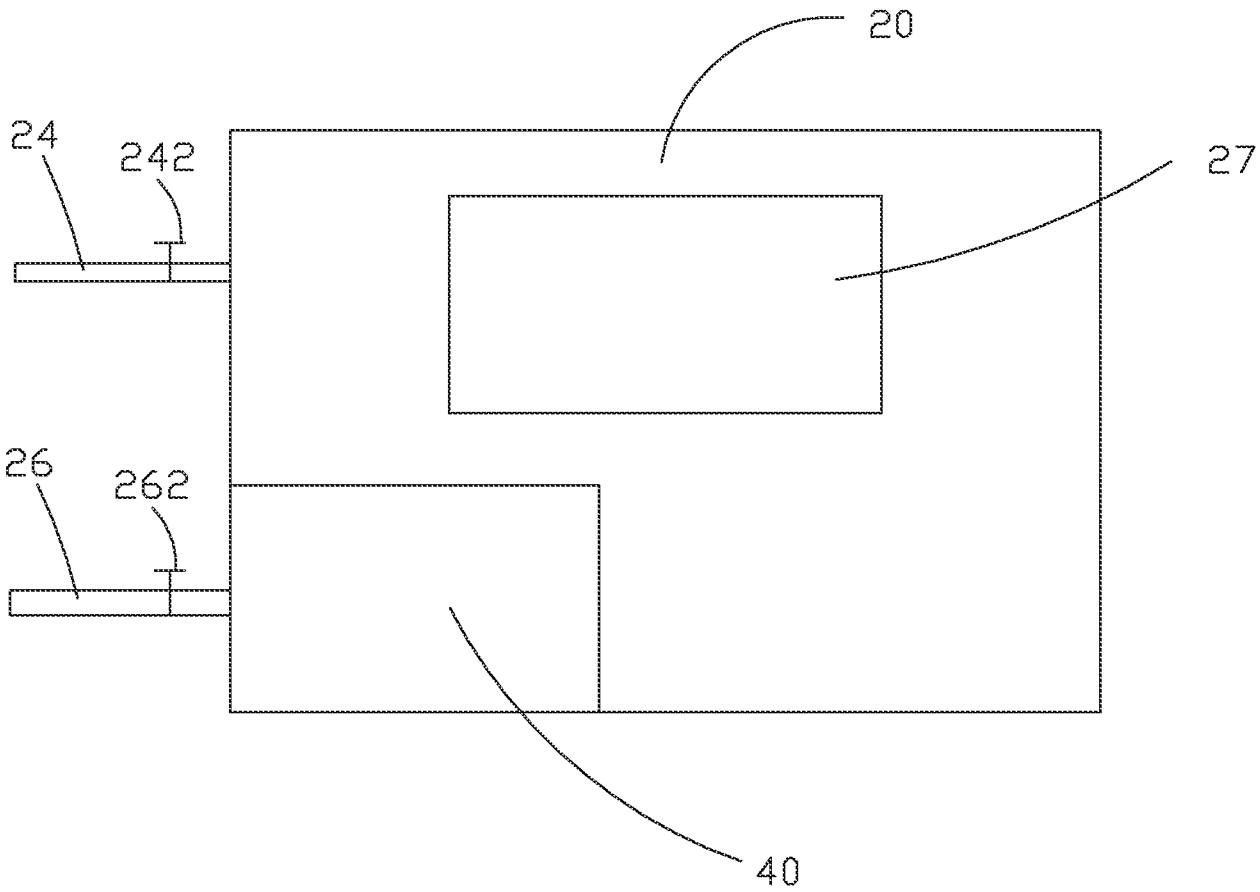


图2

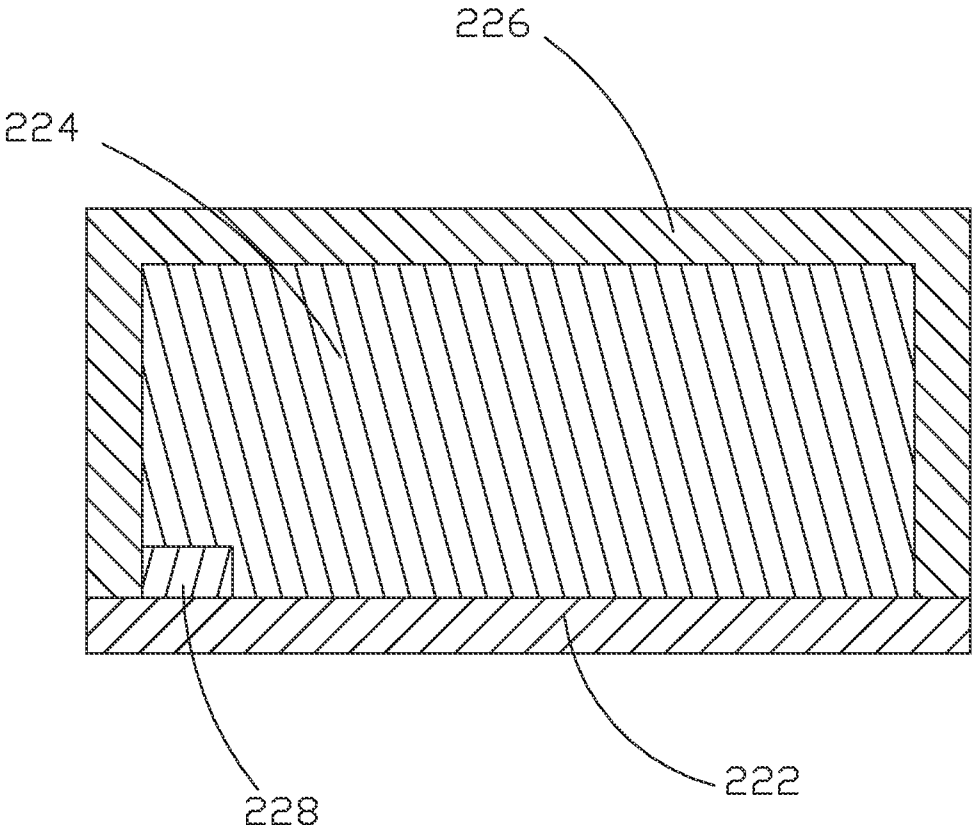


图3

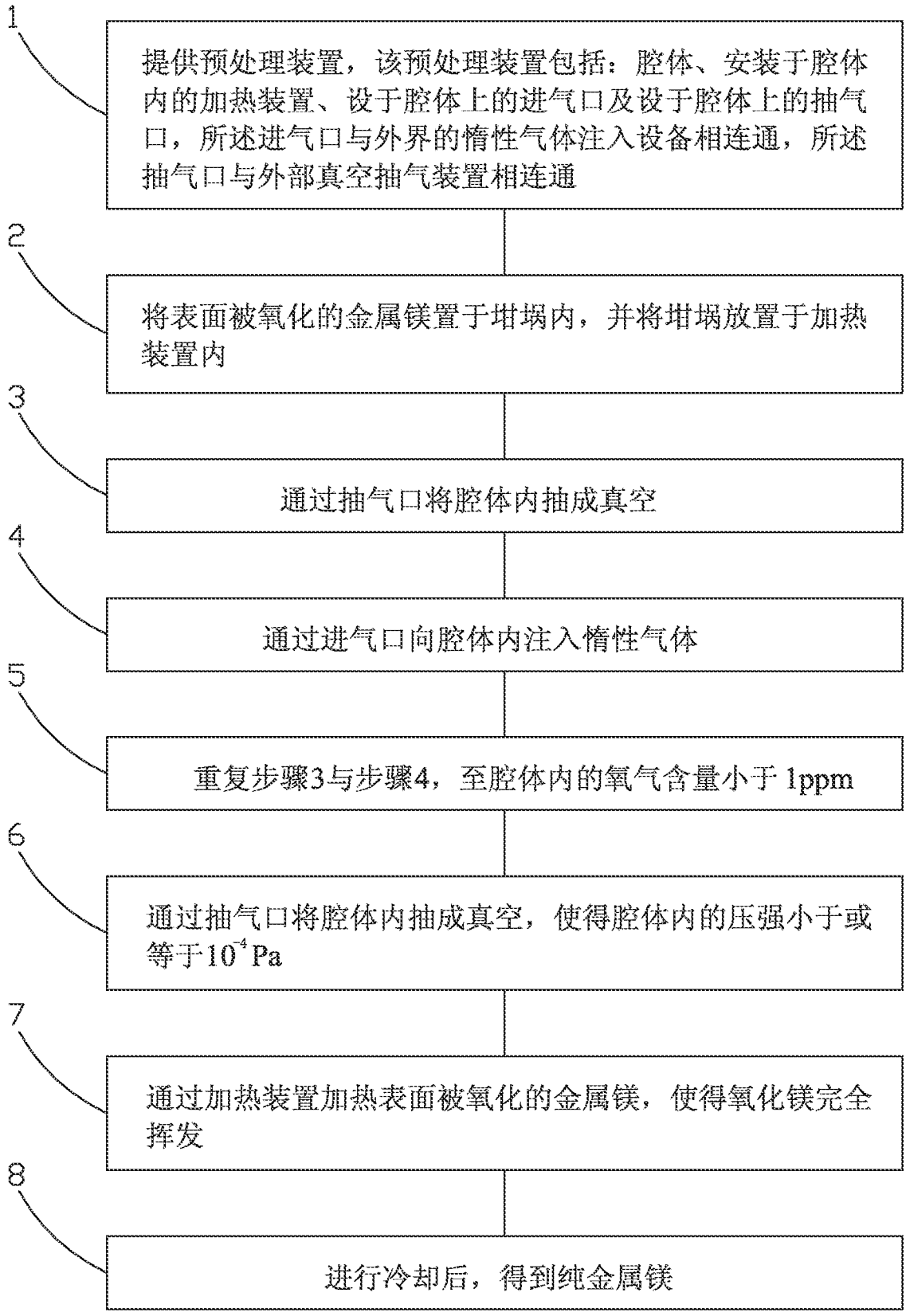

1
提供预处理装置，该预处理装置包括：腔体、安装于腔体内的加热装置、设于腔体上的进气口及设于腔体上的抽气口，所述进气口与外界的惰性气体注入设备相连通，所述抽气口与外部真空抽气装置相连通
2
将表面被氧化的金属镁置于坩埚内，并将坩埚放置于加热装置内
3
通过抽气口将腔体内抽成真空
4
通过进气口向腔体内注入惰性气体
5
重复步骤3与步骤4，至腔体内的氧气含量小于1ppm
6
通过抽气口将腔体内抽成真空，使得腔体内的压强小于或等于10^{-4} Pa
7
通过加热装置加热表面被氧化的金属镁，使得氧化镁完全挥发
8
进行冷却后，得到纯金属镁

图4

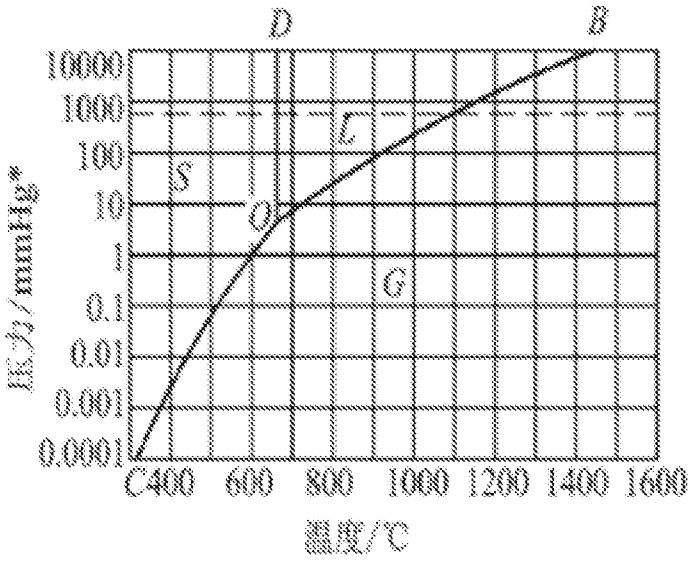

D
B
10000
1000
100
10
1
0.1
0.01
0.001
0.0001
L
S
O
G
C400
600
800
1000
1200
1400
1600
温度/℃

图5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2014/070934

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22B 26/22 (2006.01) i; C22B 9/02 (2006.01) i; C22B 9/04 (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)

IPC: C22B 26/-; C22B 9/-

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, WPI, EPODOC, CNKI: MgO, magnesia, magnesium oxide, pure, purif+, surface, heat+, vacuum, inert gas

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 101386919 A (GUIYANG ALUMINIUM MAGNESIUM DESIGN & RESEARCH INSTITUTE), 18 March 2009 (18.03.2009), description, page 1, paragraph 7 to page 2, paragraph 5, and figure 1	1-14
A	CN 101386919 A (GUIYANG ALUMINIUM MAGNESIUM DESIGN & RESEARCH INSTITUTE), 18 March 2009 (18.03.2009), description, page 1, paragraph 7 to page 2, paragraph 5, and figure 1	15
A	WO 2011153683 A1 (NIU, Qiang et al.), 15 December 2011 (15.12.2011), the whole document	1-15
A	US 4238224 A (SOC. ITAL. MAGNESIO et al.), 09 December 1980 (09.12.1980), the whole document	1-15
A	US 5090996 A (UNIV. MANCHESTER et al.), 25 February 1992 (25.02.1992), the whole document	1-15
A	US 4518425 A (UNIV. WATERLOO), 21 May 1985 (21.05.1985), the whole document	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"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)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"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

"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

"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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
09 September 2014 (09.09.2014)	**30 September 2014 (30.09.2014)**
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 **JIA, Junlin** Telephone No.: (86-10) **62413718**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2014/070934

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 101386919 A	18 March 2009	CN 101386919 B	28 December 2011
WO 2011153683 A1	15 December 2011	US 2012198968 A1	09 August 2012
		CN 101999005 B	02 January 2013
		CN 101999005 A	30 March 2011
US 4238224 A	09 December 1980	None	
US 5090996 A	25 February 1992	WO 8900613 A1	26 January 1989
		CA 1332789 C	01 November 1994
		ZA 8804985 A	29 March 1989
		BR 8807606 A	10 April 1990
		AU 1993388 A	13 February 1989
		GB 8716319 D0	19 August 1987
		EP 0366701 B1	23 June 1993
		EP 0366701 A1	09 May 1990
US 4518425 A	21 May 1985	None	

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2014/070934

A. 主题的分类

C22B 26/22(2006.01)i; C22B 9/02(2006.01)i; C22B 9/04(2006.01)i

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

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C22B26/-; C22B9/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

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））

CNPAT, WPI, EPODOC, CNKI: 氧化镁，纯，表面，加热，真空，惰性气体，MgO, magnesia, magnesium oxide, pure, purif+, surface, heat+, vacuum, inert gas

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
X	CN 101386919 A (贵阳铝镁设计研究院) 2009年 3月 18日 (2009-03-18) 说明书第1页第7段-第2页第5段，图1	1-14
A	CN 101386919 A (贵阳铝镁设计研究院) 2009年 3月 18日 (2009-03-18) 说明书第1页第7段-第2页第5段，图1	15
A	WO 2011153683 A1 (牛强 等) 2011年 12月 15日 (2011-12-15) 全文	1-15
A	US 4238224 A (SOC. ITAL. MAGNESIO 等) 1980年 12月 09日 (1980-12-09) 全文	1-15
A	US 5090996 A (UNIV. MANCHESTER 等) 1992年 2月 25日 (1992-02-25) 全文	1-15
A	US 4518425 A (UNIV. WATERLOO) 1985年 5月 21日 (1985-05-21) 全文	1-15

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。

☑ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型：

"A" 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

"E" 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

"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）

"O" 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

"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

"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

"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

"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

"&" 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期
2014年 9月 09日	2014年 9月 30日
ISA/CN的名称和邮寄地址 中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 中国 传真号 (86-10)62019451	受权官员 贾钧琳 电话号码 (86-10)62413718

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2014/070934

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	101386919	A	2009年 3月 18日	CN	101386919	B	2011年 12月 28日
WO	2011153683	A1	2011年 12月 15日	US	2012198968	A1	2012年 8月 09日
				CN	101999005	B	2013年 1月 02日
				CN	101999005	A	2011年 3月 30日
US	4238224	A	1980年 12月 09日		无		
US	5090996	A	1992年 2月 25日	WO	8900613	A1	1989年 1月 26日
				CA	1332789	C	1994年 11月 01日
				ZA	8804985	A	1989年 3月 29日
				BR	8807606	A	1990年 4月 10日
				AU	1993388	A	1989年 2月 13日
				GB	8716319	D0	1987年 8月 19日
				EP	0366701	B1	1993年 6月 23日
				EP	0366701	A1	1990年 5月 09日
US	4518425	A	1985年 5月 21日		无		