

(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
2019年12月26日 (26.12.2019)



(10) 国际公布号
WO 2019/242581 A1

- (51) 国际专利分类号:
H01F 1/057 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2019/091536
- (22) 国际申请日: 2019年6月17日 (17.06.2019)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201810629609.3 2018年6月19日 (19.06.2018) CN
- (71) 申请人: 厦门钨业股份有限公司 (XIAMEN TUNGSTEN CO., LTD.) [CN/CN]; 中国福建省厦门市湖里区安岭路1005号, Fujian 361015 (CN)。
- (72) 发明人: 蓝琴 (LAN, Qin); 中国福建省厦门市湖里区安岭路1005号, Fujian 361015 (CN)。

周燕 (ZHOU, Yan); 中国福建省厦门市湖里区安岭路1005号, Fujian 361015 (CN)。永田浩 (NAGATA, Hiroshi); 日本东京都秋留野雨间307-7, Tokyo 千81-197-0825 (JP)。施尧 (SHI, Yao); 中国福建省厦门市湖里区安岭路1005号, Fujian 361015 (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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, 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,

(54) Title: R-Fe-B-BASED SINTERED MAGNET WITH LOW B CONTENT AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 一种低B含量的R-Fe-B系烧结磁铁及其制备方法

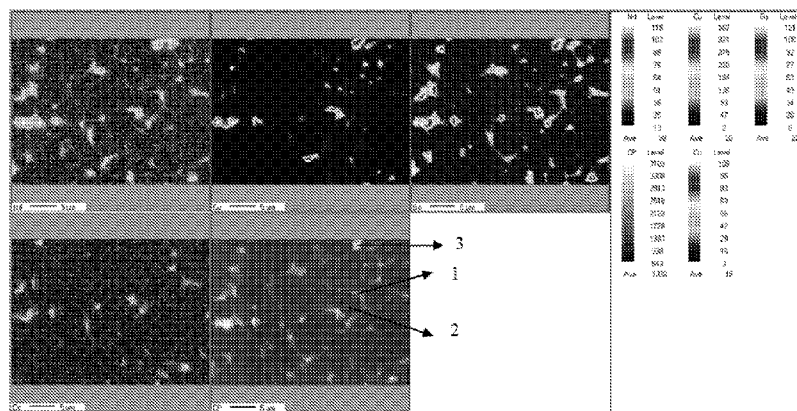


图1

(57) Abstract: Disclosed are an R-Fe-B-based sintered magnet with a low B content and a preparation method therefor. The magnet comprises the following components: 28.5 wt%-31.5 wt% of R, 0.86 wt%-0.94 wt% of B, 0.2 wt%-1 wt% of Co, 0.2 wt%-0.45 wt% of Cu, 0.3 wt%-0.5 wt% of Ga, 0.02 wt%-0.2 wt% of Ti, and 61 wt%-69.5 wt% of Fe. The sintered magnet has a $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ based phase accounting for more than 75% of the total volume of the grain boundary. The content of R, B, Co, Cu, Ga and Ti in an optimum range is selected, and by way of forming $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ based phase of a specific composition and increasing the volume ratio thereof in the grain boundary phase, higher Hcj and SQ values are obtained.

(57) 摘要: 本发明公开了一种低B含量的R-Fe-B系烧结磁铁及其制备方法, 包括如下成分: 28.5wt% -31.5wt% 的R, 0.86wt% -0.94wt% 的B, 0.2wt% -1wt% 的Co, 0.2wt% -0.45wt% 的Cu, 0.3wt% -0.5wt% 的Ga, 0.02wt% -0.2wt% 的Ti, 以及61wt% -69.5wt% 的Fe, 所述烧结磁铁具有占晶界总体积75% 以上的 $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ 系相。其选择最优范围含量的R、B、Co、Cu、Ga和Ti, 通过形成特殊组成的 $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ 系相并提高其在晶界相中的体积率, 获得更高Hcj和SQ值。

WO 2019/242581 A1

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))。

一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁及其制备方法

技术领域

本发明涉及磁铁的制造技术领域，特别是涉及一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁。

背景技术

R-T-B 系烧结磁铁（R 指稀土元素，T 指过渡金属元素，B 指硼元素）由于其优异的磁特性而被广泛应用于风力发电领域、电动汽车领域和变频空调领域等，其需求日益扩大，且各产商对于磁铁性能的要求也逐步提升。

为了提高 H_{cj} ，通常在 R-T-B 系烧结磁铁中添加较多的各向异性场更大的 Dy、Tb 等重稀土元素，但该种方式存在残留磁通密度 Br 降低的问题，同时，由于 Dy、Tb 等重稀土资源有限，价格昂贵，还具有供给不稳定、价格波动大等问题。因此，要求开发减少使用 Dy、Tb 等重稀土的使用量并提高 R-T-B 系烧结磁铁 H_{cj} 和 Br 的技术。

国际公开第 2013/008756 号记载了以下内容：通过与以往通常使用的 R-T-B 系合金相比，B 含量限定到相对少的特定范围，并且含有选自 Al、Ga、Cu 中的 1 种以上的金属元素 M，从而生成 R_2T_{17} 相，通过充分确保以该 R_2T_{17} 相为原料生成的过渡金属富集相 $R_6T_{13}M$ 的体积率，从而获得抑制重稀土的含量并且提高 H_{cj} 的 R-T-B 系烧结磁铁。

CN105453195A 记载了以下内容：通过与通常的 R-T-B 合金相比，降低 B 含量，由此形成了 R-T-Ga 相，但是，根据发明人等研究的结果，R-T-Ga 相也具有若干的磁性，当 R-T-B 系烧结磁铁的晶粒中存在较多的 R-T-Ga 相时，变得妨碍 H_{cj} 的提高。为了在 R-T-B 系烧结磁铁中将 R-T-Ga 相的生成量抑制为较低，有必要通过将 R 量和 B 量设为合适的范围，从而降低 R_2T_{17} 相的生成量，且使 R 量和 Ga 量在与 R_2T_{17} 相的生成量相应的最适范围。其认为，抑制 R_6-T_{13} -Ga 相的生成量，使晶界形成较多的 R-Ga 和 R-Ga-Cu 相，从而获得高 Br 和高 H_{cj} 的磁铁。并且认为，在合金粉末阶段抑制 R-T-Ga 相的生成量，能够最终抑制最终获得的 R-T-B 系烧结磁铁的 R-T-Ga 相的生成量。

综上，现有技术侧重将烧结磁铁的 R-T-Ga 相作为一个整体进行研究，而忽略不同组成的 R-T-Ga 相的不同表现，从而在不同的文献中，得出了 R-T-Ga 相具有相反技术效果的结

论。

发明内容

本发明的目的在于克服现有技术之不足，提供一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，选择最优范围含量的 R、B、Co、Cu、Ga 和 Ti，在确保主相体积分数最优的前提下，具有比常规 B 含量磁铁更高的 Br 值，同时通过形成特殊组成的 $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ 系相并提高其在晶界相中的体积率，获得更高 Hcj 和 SQ 值。

本发明提供的技术方案如下：

一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其含有 $R_2Fe_{14}B$ 型主相，所述的 R 为包括 Nd 的至少一种稀土元素，其特征在于，所述烧结磁铁包括如下成分：

28.5wt%-31.5wt%的 R，

0.86wt%-0.94wt%的 B，

0.2wt%-1wt%的 Co，

0.2wt%-0.45wt%的 Cu，

0.3wt%-0.5wt%的 Ga，

0.02wt%-0.2wt%的 Ti，以及

61wt%-69.5wt%的 Fe，

所述烧结磁铁具有占晶界总体积 75%以上的 $R_6-T_{13-\delta}-M_{1+\delta}$ 系相，T 选自 Fe 或 Co 的至少一种，M 中包括 80wt%以上的 Ga 和 20wt%以下的 Cu， δ 为 (-0.14-0.04)。

本发明中所述的 wt%为重量百分比。

本发明所提及的 R 选自 Nd、Pr、Dy、Tb、Ho、La、Ce、Pm、Sm、Eu、Gd、Er、Tm、Yb、Lu 或钷元素中的至少一种。

在低 TRE（稀土总含量）和低 B 含量的磁铁中，由于杂相减少，主相体积分数高，所以磁铁 Br 提高；同时添加特定含量范围的 Co、Cu、Ga、Ti，形成上述特殊组成的 $R_6-T_{13-\delta}-M_{1+\delta}$ 系相，并提高其在烧结磁铁晶界相中的体积分数，使晶界分布更均匀更连续，形成晶界薄层富 Nd 相，进一步优化晶界，起到去磁耦合作用，使反磁化畴核的形核场提高，因此 Hcj 显著提升，且方形度提高。

上述特定组成的 $R_6-T_{13-\delta}-M_{1+\delta}$ 系相, M 可以选自 Cu、Ga 或 Ti 等中的至少一种且必须含有 Ga, 举例来说, 有成为 $R_6-T_{13}(Ga_{1-y-s}Ti_yCu_s)$ 的情形。

在推荐的实施方式中, 所述烧结磁铁为经过热处理之后的烧结磁铁。热处理阶段有助于形成更多上述特殊组成的 $R_6-T_{13-\delta}-M_{1+\delta}$ 系相 (简称为 $R_6-T_{13}-M$ 相), 提高 H_{cj} 。

在推荐的实施方式中, 所述烧结磁铁由如下的步骤制得: 将烧结磁铁的原料成分熔融液以 $10^2\text{°C/秒}-10^4\text{°C/秒}$ 的冷却速度制备成急冷合金的工序; 将所述烧结磁铁用合金吸氢破碎, 之后再通过微粉碎制成细粉的工序; 用磁场成形法或热压热变形获得成形体, 并在真空或惰性气体中以 $900\text{°C}-1100\text{°C}$ 的温度对所述成形体进行烧结, 之后进行热处理获得。

本发明中, 冷却速度采用 $10^2\text{°C/秒}-10^4\text{°C/秒}$, 烧结温度采用 $900\text{°C}-1100\text{°C}$ 的温度为本行业的常规选择, 因此, 在实施例, 没有对上述冷却速度和烧结温度的范围加以试验和验证。

本发明提供的另一种技术方案如下:

一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁的制备方法, 其含有 $R_2Fe_{14}B$ 型主相, 所述的 R 为包括 Nd 的至少一种稀土元素, 其特征在于, 所述烧结磁铁包括如下成分:

28.5wt%-31.5wt%的 R,

0.86wt%-0.94wt%的 B,

0.2wt%-1wt%的 Co,

0.2wt%-0.45wt%的 Cu,

0.3wt%-0.5wt%的 Ga,

0.02wt%-0.2wt%的 Ti, 以及

61wt%-69.5wt%的 Fe,

并采用如下的方式制得: 将烧结磁铁原料成分熔融液以 $10^2\text{°C/秒}-10^4\text{°C/秒}$ 的冷却速度制备成烧结磁铁用合金的工序; 将所述烧结磁铁用合金吸氢破碎, 之后再通过微粉碎制成细粉的工序; 用磁场成形法获得成形体, 并在真空或惰性气体中以 $900\text{°C}-1100\text{°C}$ 的温度对所述成形体进行烧结, 之后进行热处理获得。

这样, 就可以在低 TRE (稀土总含量) 和低 B 含量的磁铁中, 提高上述特殊组成的

$R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ 系相在烧结磁铁的体积分数，使晶界分布更均匀更连续，形成晶界薄层富 Nd 相，进一步优化晶界，起到去磁耦合作用。

本发明中，热处理的温度范围为本行业的常规选择，因此，没有在实施例中对上述温度范围加以试验和验证。

需要说明的是，本发明中，Fe 的含量为 61wt%-69.5wt%、 δ 为(-0.14-0.04)、 10^2 °C/秒- 10^4 °C/秒的冷却速度、900°C-1100°C 的烧结温度等的含量范围为本行业的常规选择，因此，在实施例中，没有对 Fe、 δ 等的范围加以试验和验证。

本发明中公布的数字范围包括这个范围的所有点值。

附图说明

图 1 为实施例 1.7 烧结磁铁由 EPMA 面扫描形成的 Nd、Cu、Ga、Co 的分布图；

图 2 为对比例 1.4 烧结磁铁由 EPMA 面扫描形成的 Nd、Cu、Ga、Co 的分布图。

具体实施方式

以下结合实施例对本发明作进一步详细说明。

各实施例中提及的磁性能评价过程、成分测定、FE-EPMA 检测的方法如下：

磁性能评价过程：烧结磁铁使用中国计量院的 NIM-10000H 型 BH 大块稀土永磁无损测量系统进行磁性能检测。

成分测定：各成分使用高频电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)进行测定。另外，O（氧量）使用基于气体熔解-红外线吸收法的气体分析装置进行测定，N（氮量）使用基于气体熔解-导热法的气体分析装置进行测定，C（碳量）使用基于燃烧-红外线吸收法的气体分析装置进行测定。

FE-EPMA 检测：对烧结磁铁的垂直取向面进行抛光，采用场发射电子探针显微分析仪（FE-EPMA）【日本电子株式会社（JEOL），8530F】检测。首先通过定量分析 Quantative 和面扫描 Mapping 确定磁铁中的 $R_6-T_{13}-M$ 相及 M 中 Ga、Cu 的含量，测试条件为加速电压 15kV，探针束流 50nA。然后通过背散射图像 BSE 统计 $R_6-T_{13}-M$ 相的体积率，具体方法为随机拍摄 10 张放大倍率为 2000 倍的 BSE 图像，采用图像解析软件进行占比统计。

本发明中，所选用的热处理温度范围和热处理方式为本行业的常规选择，通常选用二

级热处理, 第一级热处理的热处理温度为 800°C-950°C, 第二级热处理的热处理温度为 400°C-650°C。

在推荐的实施方式中, 所述成分中包括 5.0wt%以下的 X 和不可避免的杂质, X 为选自 Zn、Al、In、Si、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Ge、Zr、Nb、Mo、Pd、Ag、Cd、Sn、Sb、Hf、Ta 或 W 中的至少 1 种元素, 在 X 包括 Nb、Zr 或 Cr 中的至少一种之时, Nb、Zr 和 Cr 的总含量在 0.20wt%以下。

在推荐的实施方式中, Fe 为余量。

在推荐的实施方式中, 所述不可避免的杂质包括 O, 且所述烧结磁铁的 O 含量为 0.5wt% 以下。对于低氧含量磁铁 (5000ppm 以下) 来说, 虽然具有很好的磁性能, 但在较高温度下烧结时容易发生晶粒的聚集长大, 因此, 其对于急冷合金、粉末、烧结磁铁极微量的微观结构改善等产生效果的响应更为灵敏, 同时, 由于氧含量低, R-O 化合物少, 能更充分利用 R 形成 $R_6-T_{13}-M$ 相, 提高 H_{cj} , 且 R-O 化合物杂相少, 方形度提高。

另外, 本发明中提及的不可避免的杂质还包括在原料中或者在制造过程中不可避免混入的少量 C、N、S、P 及其他杂质, 因此, 本发明中提及的所述烧结磁铁在制作过程中, 最好将 C 含量控制在 0.25wt%以下, 更优选在 0.1wt%以下, N 含量则控制在 0.15wt%以下, S 含量则控制在 0.05wt%以下, P 含量则控制在 0.05wt%以下。

需要说明的是, 由于磁铁的低氧制造工序已是现有技术, 且本发明的所有实施例全部采用低氧制造方式, 在此不再予以详细描述。

在推荐的实施方式中, 所述微粉碎为气流粉碎的工序。通过上述的方式, 进一步提高烧结磁铁中 $R_6-T_{13}-M$ 相的分散度。

在推荐的实施方式中, 所述 R 中, Dy、Tb、Gd 或 Ho 的含量为 1%以下。对于 Dy、Tb、Gd 或 Ho 的含量为 1%以下的烧结磁铁来说, $R_6-T_{13-\delta}M_{1+\delta}$ 系相的存在, 升高磁铁 H_{cj} 的效果更为显著。

实施例一

原料配制过程: 准备纯度 99.5%的 Nd、Dy, 工业用 Fe-B, 工业用纯 Fe, 纯度 99.9% 的 Co、Cu、Ti、Ga、Al。

熔炼过程：取配制好的原料放入氧化铝制的坩埚中，在高频真空感应熔炼炉中在 10^{-2} Pa 的真空中以 1500°C 以下的温度进行真空熔炼。

铸造过程：在真空熔炼后的熔炼炉中通入 Ar 气体使气压达到 5 万 Pa 后，使用单辊急冷法进行铸造，以 $10^2^{\circ}\text{C}/\text{秒}\sim 10^4^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 的冷却速度获得急冷合金，将急冷合金在 600°C 进行 60 分钟的保温热处理，然后冷却到室温。

氢破粉碎过程：在室温下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空，而后向氢破用炉内通入纯度为 99.5% 的氢气，维持氢气压力 0.1MPa，充分吸氢后，边抽真空边升温，在 500°C 的温度下抽真空，之后进行冷却，取出氢破粉碎后的粉末。

微粉碎工序：在氧化气体含量 100ppm 以下的氮气气氛下，在粉碎室压力为 0.4MPa 的压力下对氢破粉碎后的粉末进行 2 小时的气流磨粉碎，得到细粉。氧化气体指的是氧或水分。

在气流磨粉碎后的粉末中添加辛酸甲酯，辛酸甲酯的添加量为混合后粉末重量的 0.15%，再用 V 型混料机充分混合。

磁场成形过程：使用直角取向型的磁场成型机，在 1.8T 的取向磁场中，在 $0.4\text{ton}/\text{cm}^2$ 的成型压力下，将上述添加了辛酸甲酯的粉末一次成形成边长为 25mm 的立方体，一次成形后在 0.2T 的磁场中退磁。

为使一次成形后的成形体不接触到空气，将其进行密封，再使用二次成形机（等静压成形机）在 $1.4\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

烧结过程：将各成形体搬至烧结炉进行烧结，烧结在 10^{-3} Pa 的真空中，在 200°C 和 800°C 的温度下各保持 2 小时后，以 1060°C 的温度烧结 2 小时，之后通入 Ar 气体使气压达到 0.1MPa 后，冷却至室温。

热处理过程：烧结体在高纯度 Ar 气中，以 900°C 进行 2 小时一级热处理后，再以 520°C 进行 2 小时二级热处理后，冷却至室温后取出。

加工过程：将烧结体加工成直径 10mm、厚度 5mm 的磁铁，5mm 方向为磁场取向方向，获得烧结磁铁。

各实施例和各对比例的烧结体制成的磁铁直接进行 ICP-OES 检测和磁性能检测，评定

其磁特性。各实施例和各对比比例磁铁的成分和评价结果如表 1、表 2 中所示：

表 1 各元素的配比 (wt%)

序号	Nd	Dy	B	Co	Cu	Ga	Ti	Al	O	Fe
对比例 1.1	28.5	0.5	0.83	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
实施例 1.1	28.5	0.5	0.86	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
实施例 1.2	28.5	0.5	0.89	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
实施例 1.3	28.5	0.5	0.92	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
实施例 1.4	28.5	0.5	0.94	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
对比例 1.2	28.5	0.5	0.96	0.42	0.40	0.42	0.05	0.2	0.1	余量
对比例 1.3	28.0	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量
实施例 1.5	28.5	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量
实施例 1.6	29.5	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量
实施例 1.7	30.5	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量
实施例 1.8	31.5	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量
对比例 1.4	32.0	0	0.88	0.45	0.30	0.35	0.1	0.1	0.1	余量

表 2 实施例的磁性能评价情况

序号	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)max (MGOe)
对比例 1.1	14.15	10.0	82.3	47.5
实施例 1.1	13.97	18.1	98.4	47.1
实施例 1.2	13.9	19.3	99.4	46.4
实施例 1.3	13.95	19.7	99.6	46.9
实施例 1.4	13.8	18.6	99.3	45.9
对比例 1.2	13.35	16.0	99.2	43.0
对比例 1.3	14.18	8.0	85.6	48.5
实施例 1.5	14.22	17.8	98.4	48.8
实施例 1.6	14.14	18.2	99.4	48.2
实施例 1.7	14.05	18.7	99.5	47.6
实施例 1.8	13.89	18.5	99.4	46.6
对比例 1.4	13.52	15.0	99.4	44.0

表 3 实施例 1.7 烧结磁铁 FE-EPMA 单点定量分析结果

(at%)	Nd	Fe	Co	Ga	Cu	B	相成分
点 1	29.99	65.03	0.31	4.23	0.44	0	R ₆ -T ₁₃ -M
点 2	11.96	80.4	1.55	0.21	0.07	5.81	R ₂ -T ₁₄ -B

作为结论我们可以得出：

对于低 TRE（总稀土含量）烧结磁铁而言，在 B 含量小于 0.86wt% 之时，由于 B 含量过少，生成了过多的 2-17 相，Co、Cu、Ga、Ti 协同添加，只在晶界中形成了少量的 R₆-T₁₃-M 相，对烧结磁铁的 H_{cj} 提升不明显，且方形度下降，相对地，在 B 含量超过 0.94wt% 之时，由于 B 含量增加，生成了富 B 相，如 R_{1,1}Fe₄B₄，导致主相体积分数下降，烧结磁铁的 Br 下降，Co、Cu、Ga、Ti 的协同添加，没有或只形成很少量的 R₆-T₁₃-M 相，同样对烧结磁铁的 H_{cj} 提升不明显，而对于 B 在 0.86wt%-0.94wt% 来说，Co、Cu、Ga、Ti 的协同添加，确保在晶界中生成了足够体积分数的 R₆-T₁₃-M 相，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

另外，对于低 B 含量的烧结磁铁而言，在 TRE（总稀土含量）含量小于 28.5wt% 之时，由于 TRE 含量过少，α-Fe 析出，导致烧结磁铁的性能下降，相对地，在 TRE 含量超过 31.5wt% 之时，由于 TRE 含量增加，主相的体积分数下降，所以烧结磁铁的 Br 下降，同时 Co、Cu、Ga、Ti 的协同添加，由于 R 较多在晶界中生成了其他 R-Ga-Cu 相，导致 R₆-T₁₃-M 相的比例减少，因此对烧结磁铁的 H_{cj} 提升不明显，而对于 TRE 在 28.5wt%-31.5wt% 来说，Co、Cu、Ga、Ti 的协同添加，确保在低 B 磁铁晶界中生成了足够体积分数的 R₆-T₁₃-M 相，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

对实施例 1.7 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 检测，结果如图 1 中和表 3 所示，其中图 1 分别为 Nd、Cu、Ga、Co 的浓度分布和对应位置的 BSE 图，表 3 为单点定量分析结果，可知 BSE 图像中至少 3 个相，其中灰白色区域 1 为 R₆-T₁₃-M 相，R 为 Nd，T 主要为 Fe 和 Co，M 中包括 80wt% 以上的 Ga 和 20wt% 以下的 Cu，黑色区域 2 为 R₂Fe₁₄B 主相，亮白色区域 3 为其他富 R 相。随机拍摄 10 张放大倍率为 2000 倍的 BSE 图像，通过图像解析软件进行计算，统计出 R₆-T₁₃-M 相的体积率，可以得到该实施例样品中 R₆-T₁₃-M 相占晶界总体积的

80%以上。同样地，对实施例 1.1-1.6，实施例 1.8 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 检测，均可以观察到 $R_6-T_{13}-M$ 相的体积占晶界总体积的 75%以上，在 $R_6-T_{13}-M$ 相中，R 为 Nd、或 Nd 和 Dy，T 主要为 Fe 和 Co，M 中包括 80wt%以上的 Ga 和 20wt%以下的 Cu。

对对比例 1.4 进行 FE-EPMA 检测，结果如图 2 所示，分别代表 Nd、Cu、Ga、Co 的浓度分布和对应位置的 BSE 图，BSE 图中灰白色区域 1a 为 $R_6-T_{13}-M$ 相，黑色区域 2a 为 $R_2Fe_{14}B$ 相，亮白色区域 3a 为其他富 R 相。可知，对比例的晶界相中灰白色 $R_6-T_{13}M$ 相占比很小，大部分为其他组成的亮白色富 Nd 相。

对对比例 1.1-1.3 进行检测，在烧结磁铁的晶界中基本没有观测到 $R_6-T_{13}M$ 相，或者 $R_6-T_{13}M$ 相的体积小于晶界总体积的 75%。

实施例二

原料配制过程：准备纯度 99.8%的 Nd、Dy，工业用 Fe-B，工业用纯 Fe，纯度 99.9%的 Co、Cu、Ti、Ga、Zr、Si。

熔炼过程：取配制好的原料放入氧化铝制的坩埚中，在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2} Pa$ 的真空中以 1500℃以下的温度进行真空熔炼。

铸造过程：在真空熔炼后的熔炼炉中通入 Ar 气体使气压达到 5.5 万 Pa 后，进行铸造，以 $10^2 \text{℃/秒} \sim 10^4 \text{℃/秒}$ 的冷却速度获得急冷合金。

氢破粉碎过程：在室温下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空，而后向氢破用炉内通入纯度为 99.9%的氢气，维持氢气压力 0.15MPa，充分吸氢后，边抽真空边升温，充分脱氢，之后进行冷却，取出氢破粉碎后的粉末。

微粉碎工序：在氧化气体含量 150ppm 以下的氮气气氛下，在粉碎室压力为 0.38MPa 的压力下对氢破粉碎后的粉末进行 3 小时的气流磨粉碎，得到细粉。氧化气体指的是氧或水分。

在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌，硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的 0.12%，再用 V 型混料机充分混合。

磁场成形过程：使用直角取向型的磁场成型机，在 1.6T 的取向磁场中，在 0.35ton/cm^2 的成型压力下，将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次形成边长为 25mm 的立方体，一次成

形后在 0.2T 的磁场中退磁。

为使一次成形后的成形体不接触到空气，将其进行密封，再使用二次成形机（等静压成形机）在 $1.3\text{ton}/\text{cm}^2$ 的压力下进行二次成形。

烧结过程：将各成形体搬至烧结炉进行烧结，烧结在 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 的真空下，在 300°C 和 600°C 的温度下各保持 1 小时后，以 1040°C 的温度烧结 2 小时，之后通入 Ar 气体使气压达到 0.1MPa 后，冷却至室温。

热处理过程：烧结体在高纯度 Ar 气中， 880°C 进行 3 小时一级热处理后，再以 500°C 温度进行 3 小时二级热处理后，冷却至室温后取出。

加工过程：将烧结体加工成直径 20mm、厚度 5mm 的磁铁，厚度方向为磁场取向方向，获得烧结磁铁。

各实施例和各对比例的烧结体制成的磁铁直接进行 ICP-OES 检测和磁性能检测，评定其磁特性。各实施例和各对比例磁铁的成分和评价结果如表 4、表 5 中所示：

表 4 各元素的配比 (wt%)

序号	Nd	Dy	B	Co	Cu	Ga	Ti	Zr	Si	O	Fe
对比例 2.1	30.0	0.1	0.92	0.4	0.1	0.45	0.12	0.1	0.2	0.12	余量
实施例 2.1	30.0	0.1	0.92	0.4	0.2	0.45	0.12	0.1	0.2	0.12	余量
实施例 2.2	30.0	0.1	0.92	0.4	0.30	0.45	0.12	0.1	0.2	0.12	余量
实施例 2.3	30.0	0.1	0.92	0.4	0.45	0.45	0.12	0.1	0.2	0.12	余量
对比例 2.2	30.0	0.1	0.92	0.4	0.55	0.45	0.12	0.1	0.2	0.12	余量
对比例 2.3	29.9	0.1	0.89	0.1	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量
实施例 2.4	29.9	0.1	0.89	0.2	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量
实施例 2.5	29.9	0.1	0.89	0.5	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量
实施例 2.6	29.9	0.1	0.89	0.8	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量
实施例 2.7	29.9	0.1	0.89	1.0	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量
对比例 2.4	29.9	0.1	0.89	1.1	0.40	0.4	0.08	0.2	0.15	0.12	余量

表 5 实施例的磁性能评价情况

序号	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)max (MGOe)
对比例 2.1	14.01	15	88.5	47.4

实施例 2.1	14.08	17.5	99.2	47.9
实施例 2.2	14.03	18.1	99.2	47.5
实施例 2.3	14.05	17.9	99.3	47.7
对比例 2.2	13.91	14.5	97.6	46.7
对比例 2.3	13.81	15.6	98.2	46.0
实施例 2.4	13.98	17.2	99.5	47.2
实施例 2.5	14.08	18.2	99.6	47.9
实施例 2.6	14.02	17.6	99.4	47.5
实施例 2.7	14.02	17.3	99.6	47.5
对比例 2.4	13.85	15.2	99.1	46.3

作为结论我们可以得出：

对于低 TRE（总稀土含量）低 B 系烧结磁铁而言，在 Cu 含量小于 0.2wt% 之时，由于 Cu 含量过少，没有足够的量进入晶界中，Co、Ga、Ti 的协同添加，在晶界中未形成足够的 $R_6-T_{13}M$ 相，对烧结磁铁的 H_{cj} 提升不明显，相对地，在 Cu 含量超过 0.45wt% 之时，由于 Cu 含量过多，Co、Ga、Ti 的协同添加，形成的 $R_6-T_{13}M$ 相中 M 含有的 Cu 含量高于 20%，同样对烧结磁铁性能的提升不明显，而对于 Cu 在 0.2wt%-0.45wt% 来说，Co、Ga、Ti 的协同添加，确保在晶界中生成 75% 以上的 $R_6-T_{13}M$ 相，且 M 中 Ga 含量大于 80%，Cu 含量低于 20%，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

对于低 TRE（总稀土含量）低 B 系烧结磁铁而言，在 Co 含量小于 0.2wt% 之时，由于 Co 含量过少，优先形成了其他 R-Co 相，Cu、Ga、Ti 的协同添加，在晶界中未形成足够的 $R_6-T_{13}M$ 相，对烧结磁铁性能的提升不明显，相对地，在 Co 含量超过 1.0wt% 之时，由于 Co 含量过多，部分进入晶界，Cu、Ga、Ti 的协同添加，形成的 $R_6-T_{13}M$ 相中 M 含有 Ga 含量低于 80%，同样对烧结磁铁性能的提升不明显，而对于 Co 在 0.2wt%-1.0wt% 来说，Cu、Ga、Ti 的协同添加，确保在晶界中生成 75% 以上的 $R_6-T_{13}M$ 相，且 M 中 Ga 含量大于 80%，Cu 含量低于 20%，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

同样地，对实施例 2.1-2.7 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 检测，可以观察到占晶界总体积的 75% 以上组成的 $R_6-T_{13}M$ 相，R 为 Nd 和 Dy，T 主要为 Fe 和 Co，M 中包括 80wt% 以上的 Ga 和 20wt% 以下的 Cu。

同时，对对比例 2.2 和对比例 2.4 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 检测，在烧结磁铁的晶界中观测到 $R_6-T_{13}-M$ 相， $R_6-T_{13}-M$ 相占晶界总体积的 75% 以上，但 M 中 Ga 的含量小于 80wt%。

对对比例 2.1 和对比例 2.3 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 进行检测，在烧结磁铁的晶界中观测到 $R_6-T_{13}-M$ 相， $R_6-T_{13}-M$ 相小于晶界总体积的 75%。

实施例三

原料配制过程：准备纯度 99.8% 的 Nd、Dy，工业用 Fe-B，工业用纯 Fe，纯度 99.9% 的 Co、Cu、Ti、Ga、Ni、Nb、Mn。

熔炼过程：取配制好的原料放入氧化铝制的坩埚中，在高频真空感应熔炼炉中在 $5 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 的真空中进行真空熔炼。

铸造过程：在真空熔炼后的熔炼炉中通入 Ar 气体使气压达到 4.5 万 Pa 后，进行铸造，以 $10^2 \text{°C/秒} \sim 10^4 \text{°C/秒}$ 的冷却速度获得急冷合金。

氢破粉碎过程：在室温下将放置急冷合金的氢破用炉抽真空，而后向氢破用炉内通入纯度为 99.9% 的氢气，维持氢气压力 0.12MPa，充分吸氢后，边抽真空边升温，充分脱氢，之后进行冷却，取出氢破粉碎后的粉末。

微粉碎工序：在氧化气体含量 200ppm 以下的氮气气氛下，在粉碎室压力为 0.42MPa 的压力下对氢破粉碎后的粉末进行 2 小时的气流磨粉碎，得到细粉。氧化气体指的是氧或水分。

在气流磨粉碎后的粉末中添加硬脂酸锌，硬脂酸锌的添加量为混合后粉末重量的 0.1%，再用 V 型混料机充分混合。

磁场成形过程：使用直角取向型的磁场成型机，在 1.5T 的取向磁场中，在 0.45ton/cm^2 的成型压力下，将上述添加了硬脂酸锌的粉末一次成形成边长为 25mm 的立方体，一次成形后退磁。

为使一次成形后的成形体不接触到空气，将其进行密封，再使用二次成形机（等静压成形机）在 1.2ton/cm^2 的压力下进行二次成形。

烧结过程：将各成形体搬至烧结炉进行烧结，烧结在 $5 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 的真空下，在 300°C 和 700°C 的温度下各保持 1.5 小时后，以 1050°C 的温度烧结，之后通入 Ar 气体使气压达到大

气压后，循环冷却至室温。

热处理过程：烧结体在高纯度 Ar 气中，890℃进行 3.5 小时一级热处理后，再进行 550℃ 温度进行 3.5 小时二级热处理后，冷却至室温后取出。

加工过程：将烧结体加工成直径 20mm、厚度 5mm 的磁铁，厚度方向为磁场取向方向，获得烧结磁铁。

各实施例和各对比比例的烧结体制成的磁铁直接进行 ICP-OES 检测和磁性能检测，评定其磁特性。各实施例和各对比比例磁铁的成分和评价结果如表 6、表 7 中所示：

表 6 各元素的配比 (wt%)

序号	Nd	Dy	B	Co	Cu	Ga	Ti	Ni	Nb	Mn	O	Fe
对比例 3.1	29.4	1.0	0.90	0.5	0.25	0.2	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
实施例 3.1	29.4	1.0	0.90	0.5	0.25	0.3	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
实施例 3.2	29.4	1.0	0.90	0.5	0.25	0.4	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
实施例 3.3	29.4	1.0	0.90	0.5	0.25	0.5	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
实施例 3.4	29.4	1.5	0.90	0.5	0.25	0.5	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
对比例 3.2	29.4	1.0	0.90	0.5	0.25	0.6	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
对比例 3.3	29.4	1.5	0.90	0.5	0.25	0.6	0.16	0.2	0.1	0.02	0.15	余量
对比例 3.4	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.01	0.1	0.05	0.05	0.15	余量
实施例 3.5	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.02	0.1	0.05	0.05	0.15	余量
实施例 3.6	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.08	0.1	0.05	0.05	0.15	余量
实施例 3.7	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.14	0.1	0.05	0.05	0.15	余量
实施例 3.8	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.2	0.1	0.05	0.05	0.15	余量
对比例 3.5	29.5	1.0	0.94	0.6	0.3	0.38	0.24	0.1	0.05	0.05	0.15	余量

表 7 实施例的磁性能评价情况

序号	Br (kGs)	Hcj (kOe)	SQ (%)	(BH)max (MGOe)
对比例 3.1	13.72	15.8	99	45.5
实施例 3.1	13.88	18.9	99.6	46.5
实施例 3.2	13.85	19.7	99.7	46.3
实施例 3.3	13.80	20.2	99.6	46.0
实施例 3.4	13.78	20.3	99.7	45.6

对比例 3.2	13.61	16.5	98.9	44.7
对比例 3.3	13.51	17.5	99.0	44.1
对比例 3.4	13.52	16.2	88.7	44.1
实施例 3.5	13.88	18.1	99.5	46.5
实施例 3.6	13.85	18.7	99.8	46.3
实施例 3.7	13.82	19.4	99.5	46.1
实施例 3.8	13.82	19.8	99.6	46.1
对比例 3.5	13.72	16.2	89.4	45.5

作为结论我们可以得出：

对于低 TRE（总稀土含量）低 B 系烧结磁铁而言，在 Ga 含量小于 0.3wt% 之时，由于 Ga 含量过少，Co、Cu、Ti 的协同添加，形成的 $R_6-T_{13}-M$ 相中 M 含有 Ga 含量低于 80%，对烧结磁铁性能的提升不明显，相对地，在 Ga 含量超过 0.5wt% 之时，由于 Ga 含量过多，生成了其他 R-Ga-Cu 相（如 $R_6-T_2-M_2$ 相），且该相在晶界中的体积分数高于 25%，Co、Cu、Ti 的协同添加，在晶界中未形成足够的 $R_6-T_{13}-M$ 相，同样对烧结磁铁性能的提升不明显，而对于 Ga 在 0.3wt%-0.5wt% 来说，Co、Cu、Ti 的协同添加，确保在晶界中生成 75% 以上的 $R_6-T_{13}-M$ 相，且 M 中 Ga 含量大于 80%，Cu 含量低于 20%，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

同时，对于低 TRE（总稀土含量）低 B 系烧结磁铁而言，保持 Ga、Cu、Co、Ti 在权利要求范围内，当 Dy 含量低于 1% 时， H_{cj} 的提升更明显，如实施例 3.3 与对比例 3.2 比较，烧结磁铁的 H_{cj} 提升了 3.7kOe。而实施例 3.4 中，当 Dy 含量大于 1% 时，Ga、Cu、Co、Ti 协同添加作用下，烧结磁铁的 H_{cj} 比对比例 3.3 中烧结磁铁的 H_{cj} 仅提升 2.8kOe。

对于低 TRE（总稀土含量）低 B 系烧结磁铁而言，在 Ti 含量小于 0.02wt% 之时，由于 Ti 含量过少，很难进行高温烧结，烧结不够致密，所以烧结磁铁的 Br 下降，Cu、Ga、Co 的协同添加，在烧结不充分情况下，后续热处理也无法在晶界中形成足够的 $R_6-T_{13}-M$ ，相对烧结磁铁性能的提升不明显，相对地，在 Ti 含量超过 0.2wt% 之时，由于 Ti 含量过多，容易形成 TiB_x 相，从而消耗掉一部分 B 含量，B 含量不足导致 R_2-T_{17} 相增加，Cu、Ga、Co 的协同添加，在晶界中未形成足够的 $R_6-T_{13}M$ 相，同样对烧结磁铁性能的提升不明显，而对于 Ti 在 0.02wt%-0.2wt% 来说，Cu、Ga、Co 的协同添加，磁铁可以充分烧结，在后续

热处理中可以确保在晶界中生成 75%以上的 $R_6-T_{13}-M$ 相，且 M 中 Ga 含量大于 80%，Cu 含量低于 20%，对烧结磁铁性能的提升更为明显。

同样地，对实施例 3.1-3.8 的烧结磁铁进行 FE-EPMA 进行检测，可以观察到占晶界总体积的 75%以上组成的 $R_6-T_{13}-M$ 相，R 为 Nd 和 Dy，T 主要为 Fe 和 Co，M 中包括 80wt% 以上的 Ga 和 20wt%以下的 Cu。

另外，对对比例 3.1 进行 FE-EPMA 检测，在烧结磁铁的晶界中观测到 $R_6-T_{13}-M$ 相， $R_6-T_{13}-M$ 相占晶界总体积的 75%以上，但 M 中 Ga 的含量小于 80wt%。

对对比例 3.2、3.3、3.4、3.5 进行 FE-EPMA 检测，在烧结磁铁的晶界中观测到 $R_6-T_{13}-M$ 相， $R_6-T_{13}-M$ 相小于晶界总体积的 75%。

上述实施例仅用来进一步说明本发明的几种具体的实施方式，但本发明并不局限于实施例，凡是依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰，均落入本发明技术方案的保护范围内。

权利要求书

1. 一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其含有 $R_2Fe_{14}B$ 型主相，所述的 R 为包括 Nd 的至少一种稀土元素，其特征在于，所述烧结磁铁包括如下成分：
 - 28.5wt%-31.5wt%的 R，
 - 0.86wt%-0.94wt%的 B，
 - 0.2wt%-1wt%的 Co，
 - 0.2wt%-0.45wt%的 Cu，
 - 0.3wt%-0.5wt%的 Ga，
 - 0.02wt%-0.2wt%的 Ti，以及
 - 61wt%-69.5wt%的 Fe，所述烧结磁铁具有占晶界总体积 75%以上的 $R_6-T_{13.8}M_{1+8}$ 系相，T 选自 Fe 或 Co 的至少一种，M 中包括 80wt%以上的 Ga 和 20wt%以下的 Cu， δ 为 -0.14-0.04。
2. 根据权利要求 1 中所述的一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其特征在于：所述成分中包括 5.0wt%以下的 X 和以及不可避免的杂质，X 为选自 Zn、Al、In、Si、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Ge、Zr、Nb、Mo、Pd、Ag、Cd、Sn、Sb、Hf、Ta 或 W 中的至少 1 种元素，在 X 包括 Nb、Zr 或 Cr 中的至少一种之时，Nb、Zr 和 Cr 的总含量在 0.20wt% 以下。
3. 根据权利要求 2 中所述的一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其特征在于：Fe 为余量。
4. 根据权利要求 2 中所述的一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其特征在于：所述不可避免的杂质包括 O，且所述烧结磁铁的 O 含量为 0.5wt% 以下。
5. 根据权利要求 1 中所述的一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其特征在于：所述烧结磁铁为经过热处理之后的烧结磁铁。
6. 根据权利要求 1 或 2 中所述的一种低 B 含量的 R-Fe-B 系烧结磁铁，其特征在于，由如下的步骤制得：将烧结磁铁的原料成分熔融液以 10^2 °C/秒- 10^4 °C/秒的冷却速度制备成急冷合金的工序；将所述烧结磁铁用合金吸氢破碎，之后再通过微粉碎制成细粉的工序；用磁场成形法或热压热变形获得成形体，并在真空或惰性气体中以 900°C-1100°C 的温度对所述成形体进行烧结，之后进行热处理获得。

7. 根据权利要求1中所述的一种低B含量的R-Fe-B系烧结磁铁,其特征在于:所述R中,Dy、Tb、Gd或Ho的含量为1%以下。
8. 一种低B含量的R-Fe-B系烧结磁铁的制备方法,其含有 $R_2Fe_{14}B$ 型主相,所述的R为包括Nd的至少一种稀土元素,其特征在于,所述烧结磁铁包括如下成分:
28.5wt%-31.5wt%的R,
0.86wt%-0.94wt%的B,
0.2wt%-1wt%的Co,
0.2wt%-0.45wt%的Cu,
0.3wt%-0.5wt%的Ga,
0.02wt%-0.2wt%的Ti,以及
61wt%-69.5wt%的Fe,
并采用如下的方式制得:将烧结磁铁原料成分熔融液以 10^2 °C/秒- 10^4 °C/秒的冷却速度制备成烧结磁铁用合金的工序;将所述烧结磁铁用合金吸氢破碎,之后再通过微粉碎制成细粉的工序;用磁场成形法获得成形体,并在真空或惰性气体中以900°C-1100°C的温度对所述成形体进行烧结,之后进行热处理获得。

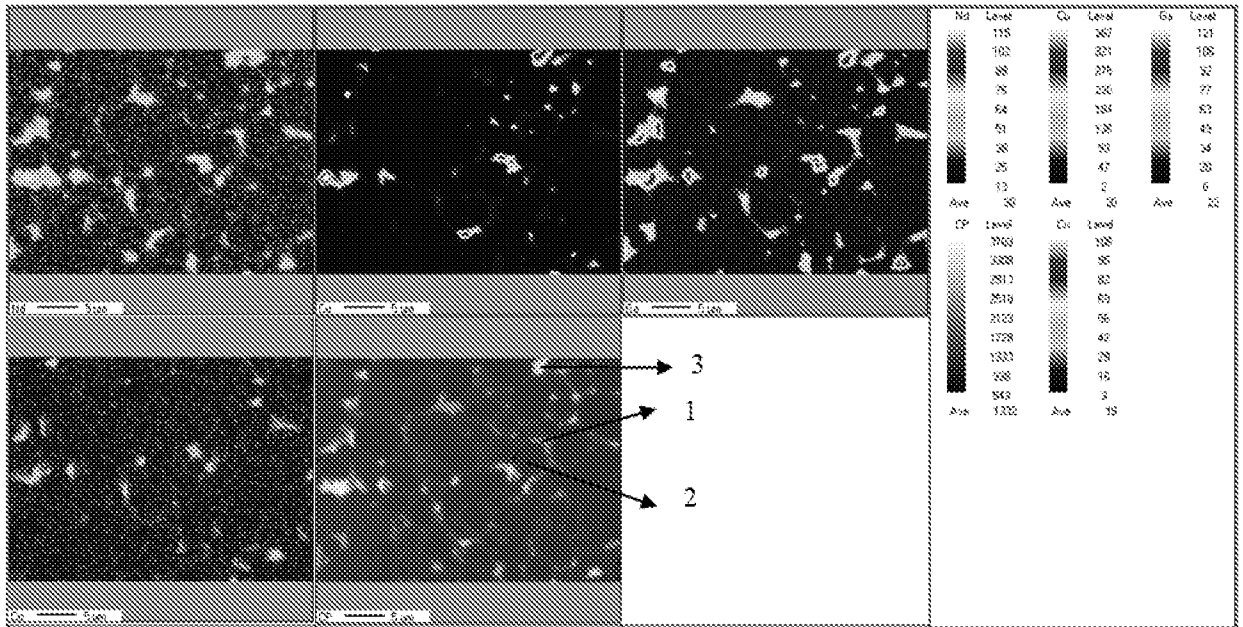


图 1

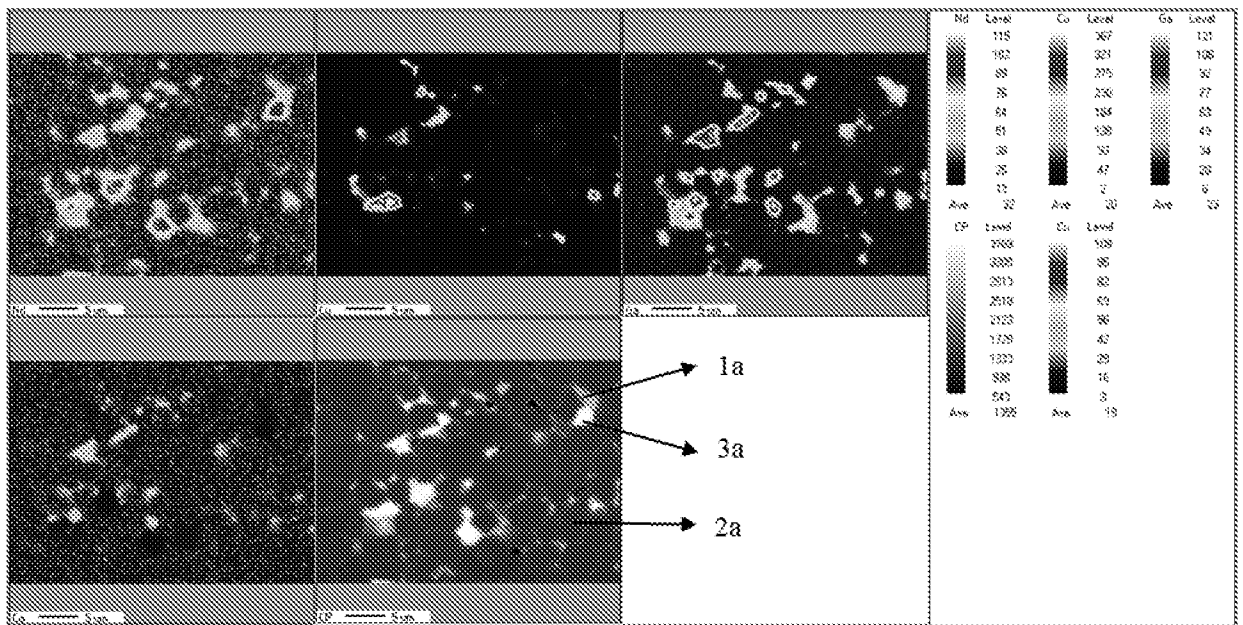


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2019/091536

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F 1/057(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)

H01F 1/-

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)

CNABS, DWPI, SIPOABS, CNKI: 烧结, 磁铁, 稀土, 钕, sinter, magnet, rare earth, Nd

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 106448985 A (XIAMEN TUNGSTEN CO., LTD.) 22 February 2017 (2017-02-22) description, paragraphs [0013], [0037]-[0056] and [0075]	1-8
A	CN 103890868 A (TDK CORPORATION) 25 June 2014 (2014-06-25) entire document	1-8

 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

16 September 2019

Date of mailing of the international search report

23 September 2019

Name and mailing address of the ISA/CN

**China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)**
**No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing
100088**
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2019/091536

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	106448985	A	22 February 2017	None			
CN	103890868	A	25 June 2014	WO	2013061744	A1	02 May 2013
				US	2014283649	A1	25 September 2014
				JP	6089535	B2	08 March 2017
				US	9548148	B2	17 January 2017
				JP	2013110387	A	06 June 2013
				CN	103890868	B	03 May 2017
				DE	112012004502	T5	18 December 2014

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2019/091536

<p>A. 主题的分类</p> <p>H01F 1/057(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>H01F 1/-</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>CNABS, DWPI, SIPOABS, CNKI: 烧结, 磁铁, 稀土, 钕, sinter, magnet, rare earth, Nd</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 106448985 A (厦门钨业股份有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 说明书第[0013], [0037]-[0056], [0075]段</td> <td>1-8</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 103890868 A (TDK株式会社) 2014年 6月 25日 (2014 - 06 - 25) 全文</td> <td>1-8</td> </tr> </tbody> </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 106448985 A (厦门钨业股份有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 说明书第[0013], [0037]-[0056], [0075]段	1-8	A	CN 103890868 A (TDK株式会社) 2014年 6月 25日 (2014 - 06 - 25) 全文	1-8
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求									
X	CN 106448985 A (厦门钨业股份有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 说明书第[0013], [0037]-[0056], [0075]段	1-8									
A	CN 103890868 A (TDK株式会社) 2014年 6月 25日 (2014 - 06 - 25) 全文	1-8									
<p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p>											
<p>* 引用文件的具体类型:</p> <p>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</p> <p>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</p> <p>“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)</p> <p>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&” 同族专利的文件</p>											
<p>国际检索实际完成的日期</p> <p>2019年 9月 16日</p>		<p>国际检索报告邮寄日期</p> <p>2019年 9月 23日</p>									
<p>ISA/CN的名称和邮寄地址</p> <p>中国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088</p> <p>传真号 (86-10)62019451</p>		<p>受权官员</p> <p>马冬娜</p> <p>电话号码 62411615</p>									

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2019/091536

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	106448985	A	2017年 2月 22日	无			
CN	103890868	A	2014年 6月 25日	WO	2013061744	A1	2013年 5月 2日
				US	2014283649	A1	2014年 9月 25日
				JP	6089535	B2	2017年 3月 8日
				US	9548148	B2	2017年 1月 17日
				JP	2013110387	A	2013年 6月 6日
				CN	103890868	B	2017年 5月 3日
				DE	112012004502	T5	2014年 12月 18日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)