

(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6月18日 (18.06.2015) WIPO | PCT(10) 国际公布号
WO 2015/085687 A1

- (51) 国际专利分类号:
H01F 41/02 (2006.01) *C25D 3/54* (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2014/074933
- (22) 国际申请日: 2014年4月8日 (08.04.2014)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权: 201310676521.4 2013年12月11日 (11.12.2013) CN
- (71) 申请人: 北京科技大学 (UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY BEIJING) [CN/CN]; 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处 吕中强, Beijing 100083 (CN). 北京盛磁科技有限公司 (BEIJING SHENG MAGNETIC SCIENCE & TECH CO., LTD.) [CN/CN]; 中国北京市昌平区崔村镇西崔村西, Beijing 102212 (CN).
- (72) 发明人: 孙爱芝 (SUN, Aizhi); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 杨俊 (YANG, Jun); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 高学绪 (GAO, Xuexu); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN)。

吴深 (WU, Shen); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 包小倩 (BAO, Xiaoqian); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 李成明 (LI, Chengming); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 邹超 (ZOU, Chao); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 程川 (CHENG, Chuan); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 路振文 (LU, Zhenwen); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN). 杨金锡 (YANG, Jinxi); 中国北京市海淀区学院路30号北京科技大学科技处, Beijing 100083 (CN).

- (74) 代理人: 北京市广友专利事务所有限责任公司 (BEIJING GUANGYOU PATENT OFFICE CO., LTD.); 中国北京市海淀区花园东路31号牡丹宾馆7002室 张仲波, Beijing 100191 (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,

[见续页]

(54) Title: HEAVY RARE EARTH ATTACHMENT METHOD FOR SINTERED NDFEB MAGNET

(54) 发明名称: 一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法

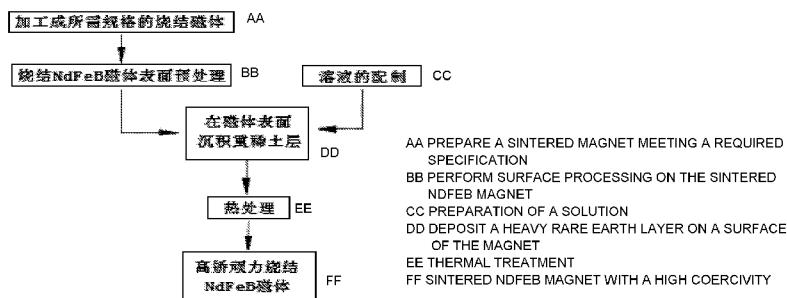


图 1 / Fig. 1

(57) Abstract: A heavy rare earth attachment method for a sintered NdFeB magnet, which relates to the field of rare earth magnetic functional materials and preparation technologies. The preparation process particularly comprises the steps: placing a sintered Nd-FeB magnet after surface pretreatment in a heavy rare earth salt organic solution, a heavy rare earth element being deposited on a surface of the sintered NdFeB magnet under the action of a current, so as to form a dense heavy rare earth metal thin layer, and in the process of high-temperature diffusion treatment or two-stage thermal treatment comprising high-temperature diffusion and low temperature tempering, the heavy rare earth element in a heavy rare earth metal film diffusing into the magnet through a grain boundary. Coercivity of a sintered NdFeB rare earth permanent magnetic material is remarkably improved, remanence is not obviously reduced, heavy rare earth consumption is small, the process is simple and controllable, the efficiency is high, and the method is suitable for industrial production.

(57) 摘要: 一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法, 属于稀土磁性功能材料及制备技术领域。该制备工艺的具体步聚为: 将经过表面预处理的烧结 NdFeB 磁体置于重稀土盐有机溶液中, 在电流的作用下, 重稀土元素沉积在烧结 NdFeB 磁体的表面, 形成一层致密的重稀土金属薄层, 然后伴随高温扩散处理或高温扩散和低温回火两级热处理, 使重稀土金属膜中的重稀土元素通过晶界扩散到磁体内部。该烧结 NdFeB 稀土永磁材料的矫顽力显著提高而剩磁无明显减低, 同时重稀土用量少, 工艺简单可控, 效率高, 适合工业化生产。



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。

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)。

(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,

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法

5 本专利申请要求申请号 201310676521.4、申请日 20131211、发明名称为
一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法的中国专利申请的优先权。

技术领域

本发明属于稀土磁性功能材料技术领域，涉及一种烧结 NdFeB 磁体的重
10 稀土附着方法。

背景技术

钕铁硼具有极高的磁能积，高能量密度的优点使其在现代工业和电子技术
中获得了广泛应用。钕铁硼磁性材料不足之处在于居里温度点低，温度特性差。
15 而新能源等节能环保领域对所使用的永磁材料提出了更高的要求，不仅具有高
的磁能积，而且具有高的矫顽力。

提高矫顽力最常用的途径是在烧结 NdFeB 母合金中直接添加一定量的重
稀 Dy 和 Tb, Dy/Tb 等重稀土元素取代烧结钕铁硼主相 Nd₂Fe₁₄B 晶粒内的 Nd,
形成(Nd,Dy)₂Fe₁₄B 相，将提高主相磁晶各向异性场，使磁体矫顽力大幅增加，
20 但是重稀土资源稀缺价格昂贵，采用传统合金化法提高矫顽力会大幅增加生产
成本，更严重的是，由于重稀土离子与铁离子之间的反铁磁耦合，造成重稀土
元素添加后剩磁及磁能积大幅下降，因此，需要开发更经济的高矫顽力的
NdFeB 制备方法，而晶界扩散法是一种有效的方法。

晶界扩散方法是在 NdFeB 烧结磁体的表面附有 Dy/Tb 等重稀土元素的金
25 属、合金或化合物，并经适宜的热处理后，磁体表面的 Dy/Tb 会穿过烧结体
的晶界进入烧结体内部，从晶界向主相 Nd₂Fe₁₄B 内部扩散。这样处理会使磁
体的矫顽力明显提高而剩磁下降不明显。

近些年研究晶界扩散处理方法有多种，如中国专利 CN102280240A 提出
的“磁控溅射法”、中国专利 CN102969110A 提出的“气相沉积法”、中国专利

CN101845637A 提出的“涂覆法”、中国专利 CN102776547A 提出的“电脉沉积法”等。磁控溅射、气相沉积等方法提高磁体矫顽力的效果好，但存在生产效率低、成本高、批量生产难度大以及设备投入大等问题。涂覆法的涂层厚度不易控制且不平整，易脱落、残留而造成浪费，并且提高矫顽力的效果欠佳。
5 电脉沉积表面所沉积的 $(\text{Dy})_2(\text{OH})_5\text{NO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 等化合物在随后高温处理阶段分解成高熔点的氧化物，扩散系数低，扩散保温时间长，提高矫顽力的效果欠佳。

发明内容

本发明的目的是在经过预处理的烧结 NdFeB 磁体表面电镀一层重稀土金属膜，然后经热处理，重稀土元素通过晶界扩散进入磁体内部，从而有效提高磁体的矫顽力。
10

本发明实施例提供的一种高矫顽力 NdFeB 重稀土扩散层的电镀制备方法，

以重稀土盐有机溶液为电镀溶液，在经过表面预处理的烧结 NdFeB 磁体表面进行电镀，通过控制电镀工艺得到预定厚度且形貌平整的重稀土金属薄层；通过高温扩散处理或高温扩散及低温回火两级热处理使重稀土金属膜中的重稀土元素通过晶界扩散到磁体内部，提高其矫顽力，其具体步聚如下：
15

A. 电镀溶液的配制：将一定量的重稀土盐与有机酸溶于有机溶剂中，配制重稀土盐有机电镀溶液；

B. 电镀：以光滑的石墨为阳极，以经过表面预处理的 NdFeB 磁体为阴极，置放于步骤 A 中配制的重稀土盐有机溶液中，通入直流电，进行电镀，其中直流电流密度为 $0.01 \text{ A/cm}^2 \sim 50 \text{ A/cm}^2$ ，电沉积温度为室温~ 100°C ；
20

C. 热处理：将表面沉积有重稀土金属膜的 NdFeB 磁体从溶液中取出；将风干后的磁体置于真空热处理炉中，然后在保护气氛下进行热处理，高温扩散处理是在 $700\text{~}1000^\circ\text{C}$ 条件下保温 $1\text{~}50 \text{ h}$ ，低温回火处理是在 $400\text{~}700^\circ\text{C}$ 条件下保温 $1\text{~}10\text{h}$ ，得到带有重稀土扩散层的烧结 NdFeB 稀土永磁材料。
25

其中，所述的重稀土盐选自 $\text{R}(\text{NO}_3)_n \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n=0\text{~}9$)、 RCl_3 、 $\text{R}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ，其中 R 代表包含钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥、钇在内的重稀土元素中的至少一种，重稀土盐溶后在溶液中浓度为 $0.001 \text{ mol/L} \sim 10.0 \text{ mol/L}$ 。

其中，所述的有机酸选自氨基磺酸、羟基乙酸、柠檬酸、乙二胺四乙酸中的至少一种，有机酸溶后其在溶液中浓度为 0.001mol/L~10.0 mol/L。

其中，所述有机溶剂为甲酰胺、二氯甲烷、二甲基甲酰胺、二甲基亚砜中的至少一种。

5 本发明是在烧结 NdFeB 磁体表面电镀重稀土金属膜并高温扩散处理，从而提高磁体矫顽力；采用电镀新途径在磁体表面沉积一层致密的单质镝层，再经晶界扩散处理，磁体的矫顽力得到明显提高，相对于其他方法，电镀单质镝与磁体界面结合致密且单质镝在磁体扩散系数大，工艺简单可控，效率高，为工业化生产提供了一条高效、低成本的途径。

10

附图说明

图 1 为本发明工艺示意图；

图 2 为实施例 1 获得的磁体表面 Dy 金属膜 SEM 形貌图。

15 具体实施方式

为使本发明要解决的技术问题、技术方案和优点更加清楚，下面将结合附图及具体实施例进行详细描述。

实施例 1

(1) 配制成镝盐有机溶剂

20 取一定量的 $Dy(NO_3)_6 \cdot 6H_2O$ 和无水柠檬酸溶于二氯甲烷有机溶液，溶后浓度分别为 2.5 mol/L 和 2.6 mol/L。

(2) 以表面光滑的石墨为阳极，以 NdFeB 磁体为阴极，置放于上述配制的镝盐有机溶液中，通入直流电流，电流密度为 $0.05A/cm^2$ 。持续时间 10 min。温度为 30℃。将表面镀有镝金属层的 NdFeB 磁体从溶液中取出；将风干后的 25 磁体置于真空热处理炉中，在 Ar 气氛中 850℃条件下一级回火 10 h，500℃条件下二级回火 2 h。

实施例 2

(1) 配制铽盐有机溶剂

取一定量的 $Tb(NO_3)_6 \cdot 6H_2O$ 和无水柠檬酸溶于甲酰胺有机溶液，溶后

浓度分别为 0.08 mol/L 和 0.09 mol/L。

(2) 以表面光滑的石墨为阳极，以 NdFeB 磁体为阴极，置放于上述配制的镝盐有机溶液中，通入直流电流，电流密度为 $20\text{A}/\text{cm}^2$ 。持续时间 5 min。
温度为 30℃。将表面镀有镝金属膜的 NdFeB 磁体从溶液中取出；将风干后的
5 磁体置于真空热处理炉中，在 Ar 气氛中 900℃条件下一级回火 3h，500℃条件下二级回火 1 h。

本发明是在烧结 NdFeB 磁体表面电镀重稀土金属膜并高温扩散处理，从而提高磁体矫顽力；采用电镀新途径在磁体表面沉积一层致密的单质镝层，再经晶界扩散处理，磁体的矫顽力得到明显提高，相对于其他方法，电镀单质镝
10 与磁体界面结合致密且单质镝在磁体扩散系数大，工艺简单可控，效率高，为工业化生产提供了一条高效、低成本的途径。

以上所述是本发明的优选实施方式，应当指出，对于本技术领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明所述原理的前提下，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

权 利 要 求 书

1. 一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法，其特征在于，

以重稀土盐有机溶液为电镀溶液，在经过表面预处理的烧结 NdFeB 磁体

5 表面进行电镀，通过控制电镀工艺得到预定厚度且形貌平整的重稀土金属薄层；通过高温扩散处理或高温扩散及低温回火两级热处理使重稀土金属膜中的重稀土元素通过晶界扩散到磁体内部，提高其矫顽力，其具体步聚如下：

A. 电镀溶液的配制：将一定量的重稀土盐与有机酸溶于有机溶剂中，配制重稀土盐有机电镀溶液；

10 B. 电镀：以光滑的石墨为阳极，以经过表面预处理的烧结 NdFeB 磁体为阴极，置放于步骤 A 中配制的重稀土盐有机溶液中，通入直流电，进行电镀，其中电流密度为 $0.01 \text{ A/cm}^2 \sim 50 \text{ A/cm}^2$ ，电沉积温度为室温~ 100°C ；

15 C. 热处理：将表面沉积有重稀土金属膜的 NdFeB 磁体从溶液中取出，采用保护气体风干的方式使表面残留的有机溶剂挥发；将风干后的磁体置于真空热处理炉中，然后在保护气氛下进行热处理，高温扩散处理是在 $700\text{~}1000^\circ\text{C}$ 条件下保温 $1\text{~}50 \text{ h}$ ，低温回火处理是在 $400\text{~}700^\circ\text{C}$ 条件下保温 $1\text{~}10 \text{ h}$ ，得到带有重稀土扩散层的烧结 NdFeB 稀土永磁材料。

20 2. 如权利要求 1 所述的一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法，其特征在于，所述的重稀土盐选自 $\text{R}(\text{NO}_3)_n\text{H}_2\text{O}$ ($n=0\text{~}9$)、 RCl_3 、 $\text{R}_2(\text{SO}_4)_3\bullet n\text{H}_2\text{O}$ ，其中 R 代表包含钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥、钇在内的重稀土元素中的至少一种，重稀土盐溶后在溶液中浓度为 $0.001 \text{ mol/L} \sim 10.0 \text{ mol/L}$ 。

3. 如权利要求 1 所述的一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法，其特征在于，所述的有机酸选自氨基磺酸、羟基乙酸、柠檬酸、乙二胺四乙酸中的至少一种，有机酸溶后其在溶液中浓度为 $0.001 \text{ mol/L} \sim 10.0 \text{ mol/L}$ 。

25 4. 如权利要求 1-3 任一项所述的一种烧结 NdFeB 磁体的重稀土附着方法，其特征在于，所述有机溶剂为甲酰胺、二氯甲烷、二甲基甲酰胺、二甲基亚砜中的至少一种。

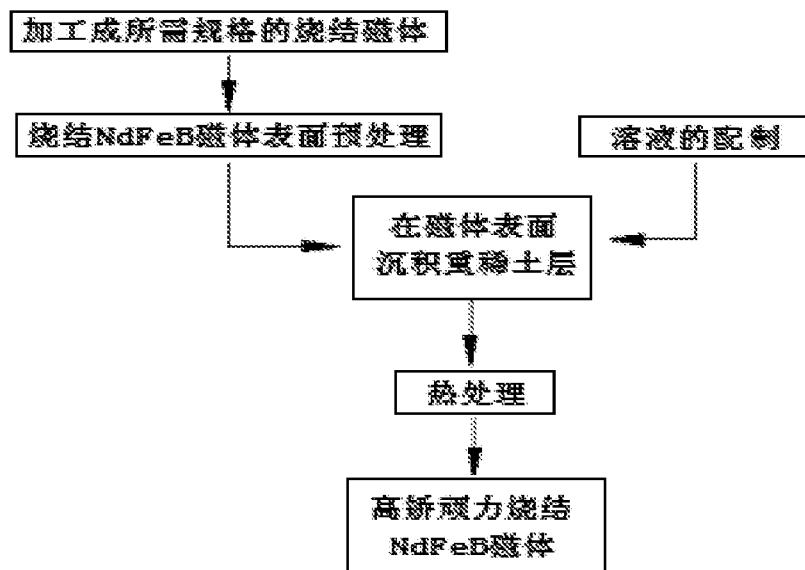


图 1

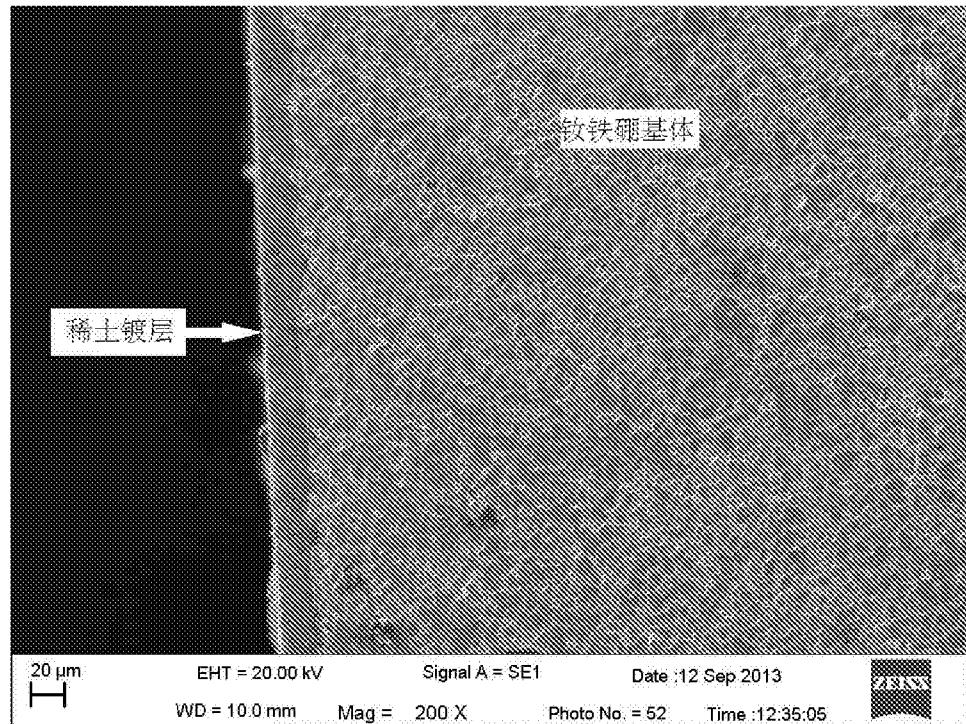


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2014/074933

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F 41/02 (2006.01) i; C25D 3/54 (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; C25D

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, CNKI, WPI, EPDOC, ScienceDirect, ISI web of knowledge: university of science and technology Beijing, Beijing sheng magnetic scientific & tech co., ltd. Sun aizhi, yang jun, gao xuexu, wu shen, bao xiaoqian, li chengming, zhou chao, cheng chuan, lu zhenwen, yang jinxi, NdFeB magnet, rear earth, organic solvent, organic acid, electroplation, electrodeposition, coercivity, heavy rear earth, electroplating graphite, formamide, dichloromethane, dimethyl sulfoxide, yttrium, dysprosium, gadolinium, amide, sulfonic acid, citric acid, acetic acid

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 103617884 A (UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY BEIJING) 05 March 2014 (05.03.2014) description, paragraphs [0007]-[0015]	1-4
A	CN 101845637 A (LUO, Yang et al.) 29 September 2010 (29.09.2010) description, paragraphs [0011]-[0022]	1-4
A	CN 102776547 A (ADVANCED TECHNOLOGY & MATERIALS CO., LTD.) 14 November 2012 (14.11.2012) embodiments 1 and 2	1-4

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
15 August 2014

Date of mailing of the international search report
04 September 2014

Name and mailing address of the ISA
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
SI, Yanbin
Telephone No. (86-10) 62414406

INTERNATIONAL SEARCH REPORTInternational application No.
PCT/CN2014/074933

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 102103916 A (GENERAL RESEARCH INSTITUTE FOR NONFERROUS METALS et al.) 22 June 2011 (22.06.2011) description, paragraphs [0006]-[0020]	1-4
A	CN 102969110 A (YANTAI ZHENGHAI MAGNETIC MATERIAL CO., LTD.) 13 March 2013 (13.03.2013) description, paragraphs [0023]-[0032]	1-4
A	EP 0345092 A1 (SHINETSU CHEMICAL CO., LTD) 06 December 1989 (06.12.1989) description, column 1, line 10 to column 2, line 21	1-4
A	JP 2004200387 A (SUMITOMO SPEC METALS) 15 July 2004 (15.07.2004) description, the abstract	1-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2014/074933

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 103617884 A	05 March 2014	None	
CN 101845637 A	29 September 2010	CN 101845637 B	04 January 2012
CN 102776547 A	14 November 2012	None	
CN 102103916 A	22 June 2011	CN 102103916 B	19 December 2012
CN 102969110 A	13 March 2013	None	
EP 0345092 A1	06 December 1989	DE 68908776 T2 JP 2520450 B2 JPH 01304713 A EP 0345092 B1 DE 68908776 D1 US 5013411 A	23 December 1993 31 July 1996 08 December 1989 01 September 1993 07 October 1993 07 May 1991
JP 2004200387 A	15 July 2004	None	

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2014/074933

A. 主题的分类 H01F 41/02(2006.01)i; C25D 3/54(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) H01F; C25D 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)) CNABS, 中国期刊网全文数据库, WPI, EPPODOC, ScienceDirect, ISI web of knowledge; 北京科技大学, 北京盛磁科技有限公司, 孙爱芝, 杨俊, 高学绪, 吴深, 包小倩, 李成明, 邹超, 程川, 路振文, 杨金锡, NdFeB, 钕铁硼, 重稀土, 电镀石墨, 甲酰胺, 二氯甲烷, 甲基亚砜, 稀土金属, 钇, 镧, 钕, 有机溶液, 有机酸, 酰胺, 磷酸, 柠檬酸, 乙酸, 电沉积, NdFeB magnet, rare earth, organic solvent, organic acid, electroplation, electrodeposition, coercivity		
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
PX	CN 103617884 A (北京科技大学) 2014年 3月 05日 (2014 - 03 - 05) 说明书第[0007]-[0015]段	1-4
A	CN 101845637 A (罗阳 等) 2010年 9月 29日 (2010 - 09 - 29) 说明书第[0011]-[0022]段	1-4
A	CN 102776547 A (安泰科技股份有限公司) 2012年 11月 14日 (2012 - 11 - 14) 实施例1-2	1-4
A	CN 102103916 A (北京有色金属研究总院 等) 2011年 6月 22日 (2011 - 06 - 22) 说明书第[0006]-[0020]段	1-4
A	CN 102969110 A (烟台正海磁性材料股份有限公司) 2013年 3月 13日 (2013 - 03 - 13) 说明书第[0023]-[0032]段	1-4
<input checked="" 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>* 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 "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</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 "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</p>
国际检索实际完成的日期 2014年 8月 15日		国际检索报告邮寄日期 2014年 9月 04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 司彦斌 电话号码 (86-10)010-62414406

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
A	EP 0345092 A1 (SHINETSU CHEMICAL CO., LTD) 1989年 12月 06日 (1989 - 12 - 06) 说明书第1栏第10行-第2栏第21行	1-4
A	JP 2004200387 A (SUMITOMO SPEC METALS) 2004年 7月 15日 (2004 - 07 - 15) 说明书摘要	1-4

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2014/074933

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	103617884	A	2014年 3月 05日	无			
CN	101845637	A	2010年 9月 29日	CN	101845637	B	2012年 1月 04日
CN	102776547	A	2012年 11月 14日	无			
CN	102103916	A	2011年 6月 22日	CN	102103916	B	2012年 12月 19日
CN	102969110	A	2013年 3月 13日	无			
EP	0345092	A1	1989年 12月 06日	DE	68908776	T2	1993年 12月 23日
				JP	2520450	B2	1996年 7月 31日
				JP	H01304713	A	1989年 12月 08日
				EP	0345092	B1	1993年 9月 01日
				DE	68908776	D1	1993年 10月 07日
				US	5013411	A	1991年 5月 07日
JP	2004200387	A	2004年 7月 15日	无			

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)