## 国家标准《稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法》(预审稿) 编制说明

1. **工作简况**

**1.1立项目的及意义**

稀土永磁材料广泛应用于智能IT、电梯曳引机、风力发电、节能电机、空调压缩机、风力发电和新能源汽车等领域。目前，我国已成为名副其实的稀土永磁材料制造大国。以烧结钕铁硼永磁材料为例，我国钕铁硼永磁产量占世界的90%以上，而且这个行业年均增长率为10%左右。其中高性能钕铁硼永磁材料占世界的比重不断攀升，目前已接近60%。随着国外对钕铁硼生产监管的加强和成本的提升，未来我国钕铁硼产能占比有望进一步提升，可以说中国钕铁硼产量决定了全球供给趋势。

稀土永磁材料在器件的中的功能是提供磁场，通常以磁通量来度量其磁场。磁体的磁通值与样品的形状和磁体的剩磁密切相关。当工作温度升高时，磁体的磁通就会降低，也就通常所说的高温退磁现象。然而磁体的磁通衰减根据测量方式的不同，其衰减程度也不同，有时即使是同一种测量方式，过程环节存在差异也会导致测试结果的差异。

目前行业内使用的高温磁通衰减测试方式有三种：第一种是称为全开路测试方式，具体测试方式就是先充磁饱和，使用磁通计测试磁体在饱和状态下的磁通值，然后磁体放在不导磁的不锈钢网上或者莫来石板上，在高温下烘烤一定时间（一般2h），然后取出来测试磁体的磁通值，磁通衰减率=（烘烤后的磁通值-烘烤前的磁通值）/烘烤前的磁通值\*100%。这种测试方式的目的是使磁体之间以及磁体和不锈钢网托，还有磁体和烘箱壁之间对磁钢不能有任何影响，产生影响的判断依据就是磁体的磁力线相互之间不能闭合或者不能通过导磁的介质闭合。由于磁力线随空间衰减的，所以只要磁体间隔的足够大，就可以确保磁体间不会产生影响。

第二种测试方式称为半开路测试方式，与第一种全开路的测试方法的区别是把磁体放置在铁板上，磁体的一个取向面与铁板紧密接触，另一取向面不与铁板接触，磁通衰减的计算方式相同。实际操作过程中，这种测试方式也会有差异，主要体现在铁板的材质、铁板的厚度以及铁板表面是否有镀层等。铁板厚度太薄，可能会造成在同样的测试温度下，衰减偏大。这种测试方式在实际使用过程中最常见，但是供应商和客户的测试值差别也经常最大。

第三种方式称为闭路测试方式，它与第二种方式的区别是使用4个磁体挨近，然后磁体的两个取向面都与铁板接触，四个磁体在摆放时两个N极朝上和两个N极朝下，然后再用两个铁板吸住，这样就保证了磁体的磁力线几乎完全闭合。这种测试方式测试的磁通衰减最小，在生产中不常见。

在实际使用过程中，采用半开路的测试方式较多。然而，由于磁性材料制造企业和下游应用企业根据应用的不同，以及设备的差异，使得在半开路的磁通热衰减测试的结果上有很大差异。这种差异的主要表现在测试过程中磁体的放置，铁板的厚度、磁体间的间距以及烘箱的结构等。于是，经常出现的情况是，磁材制造企业拿着样品到他的客户那里去现场测试，测试完了之后根据客户测试的数据和自己数据差异，然后再去制定产品方案。这就造成了永磁材料企业和客户的沟通成本上升，产品试验时间长等缺点。

目前我们已经建立了关于永磁材料的测试方法（GB/T 3217-2013 ），这个标准只针对磁体磁性能如剩磁、矫顽力和磁能积的测试方法进行了规范。然而，在磁材的下游应用企业，基于成本考虑考虑，一般很少买专业的磁性能测试设备，为了检测的方便和实用，采用磁通测试仪，测试常温和高温条件下的磁通值，就可以达到磁体检验要求，从而也可以降低检测成本。

综上，我们认为为了规范磁通测试方法以及高温下磁通衰减的测试方法，降低磁材制造企业和应用企业的沟通成本，同时填补国际上在这个方面标准的缺失，非常有必要制定稀土永磁材料高温磁通衰减的检测方法标准。这样有助于降低磁材制造企业和应用企业的沟通成本。

**1.2 任务来源**

根据国家标准委关于下达2019年第三批国家标准制修订计划的通知（稀土标委〔2019〕20号），“国标委”《 稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法》国家标准制定计划正式下达，项目计划编号为20190885-T-469，完成年限为2021年。全国稀土标准化技术委员会于2019年5月30日在新疆乌鲁木齐市召开的《2019年度第三次稀土标准工作会议》上完成了《 稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法》国家标准的任务进度、具体的时间节点安排及参与单位等具体问题的落实。《 稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法》标准主要起草单位：宁波科田磁业有限公司、中科院宁波材料技术与工程研究所、宁波韵升股份有限公司、中科三环有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、宁波韵升股份有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、赣州富尔特电子股份有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、包头稀土研究院。2019年7月宁波科田磁业有限公司将样品寄给中科院宁波材料所、宁波韵升股份有限公司、福建长汀金龙有限公司进行测试。

**1.3 起草单位**

1）宁波科田磁业有限公司

宁波科田磁业有限公司地处江北区慈城镇，创建于2001年，是一家主要生产经营高性能烧结钕铁硼稀土永磁材料的高新技术企业，先后被评为浙江省级创新型试点企业、国家知识产权优势企业。公司注册资本9000万元，是宁波金田铜业（集团）股份有限公司全资子公司，现有员工400余人，其中，博士1人，硕士6人，本科55人。公司产品以风电、节能汽车电机、工业自动控制用高端磁材为主，大部分产品直接供应给国外电机生产厂商等高端客户。公司紧紧依靠科技进步，不断强化内部管理，于2002年通过ISO9001质量管理体系认证，2005年通过ISO/TS16949汽车业质量管理体系和ISO14001环境管理体系认证，2015年通过了GB/T29490-2013知识产权体系认证。“科磁”牌产品和“科磁”牌商标分别被评为“浙江省名牌产品”和“浙江省著名商标”。

2）中国科学院宁波材料技术与工程研究所

磁性材料是材料所首批部署的研究领域之一，已形成了一支来自海内外的专业素质好、学术风气浓、凝聚力强、精干的科研队伍。磁性材料实验室已批准为国家发改委磁性材料科技创新平台，中科院磁性材料与器件重点实验室、浙江省磁性材料与应用技术重点实验室、浙江省磁性材料开放实验室、宁波市磁性材料分析测试研发平台。材料所已经购进的真空感应熔炼炉、真空电弧熔炼炉、真空快淬设备、真空热压炉、真空热处理炉、小型速凝甩带炉、小型气流磨、多功能正压烧结炉、振动样品磁强计、高温磁滞回线测量仪、PPMS、MFM、X光衍射仪、高分辨率扫描电镜、透射电镜、洛伦兹电镜、磁光克尔显微镜等设备，可满足实验中磁性材料的制备和分析测试的要求。本研究组与中科院物理所磁学国家重点实验室、钢铁研究总院、德国德累斯顿固体材料研究所（IFW Dresden）、美国戴顿大学、美国德克萨斯州大学等国内外知名磁性材料研究机构有良好的学术合作关系。

近年来，稀土磁性材料实验室在高性能稀土永磁材料的研究开发上取得多项有价值的研究成果：（1）自行研制成功真空热压装置，可以实现压力、温度和流变速度的精确控制，突破了日本在该项技术上的封锁，成功地制备出最大磁能积超过50MGOe 的钕铁硼永磁体和40MGOe 辐射取向磁环。同时研究了纳米晶双相热压磁体的热流变工艺及流变机制，探索了压力、温度、变形速度对热压纳米晶磁体的微观组织结构、晶粒取向度和磁性能的影响规律。相关的研究课题已申请专利两项。（2）针对电驱动汽车电机的高性能、高稳定性永磁材料的需求，研制成功超高矫顽力、超低失重35AH 永磁材料，(BH)max+Hcj≥70, 失重~0.01mg/cm2。（3）系统研究电泳沉积重稀土晶界扩散对磁体微观结构和性能的影响，成功在磁体表面制备出均匀连续、厚度可控的重稀土化合物涂层，扩散后在主相晶粒表层形成“core-shell”结构和增厚的晶界相，在相当于消耗1.3 wt.%的Dy的条件下使磁体矫顽力提高8.0 kOe。该方法与涂覆、气相沉积、磁控溅射等方法扩散相比，能够精确控制重稀土扩散量及矫顽力增强幅度，且工艺方法便捷，具有最高的重稀土利用率，具有广阔的规模化应用前景。

本标准编制组成员单位有宁波韵升股份有限公司、中科三环有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、宁波韵升股份有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、赣州富尔特电子股份有限公司、拥有多年的烧结钕铁硼研究、生产经验，长期致力于高性能钕铁硼的设备和工艺技术开发，是国内极为重要的烧结钕铁硼磁体生产企业与研究机构。

**1.4 工作进度安排**

|  |  |
| --- | --- |
| 时　间 | 工作内容 |
| 2019年8月前 | 牵头起草单位完成试验报告，将试验报告及统一样发送至其他起草单位及验证单位。 |
| 2020年3月底前 | 一验证单位提出验证报告，并返回至起草单位。 |
| 2020年5月前 | 在一验单位验证无疑义后，二验单位开始进行精密度考核，提出精密度数据，并返回至起草单位。 |
| 2020年6月前 | 在试验报告及验证报告的基础上，由起草单位提出标准征求意见稿，并完成意见征集，形成标准预审稿、标准编制说明等，将标准试验报告、验证报告、标准预审稿、标准编制说明、意见汇总处理表（WORD电子版）发送至稀土标委会秘书处。 |
| 2020年7月底前 | 稀土标委会负责将预审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，召开标准预审会。 |
| 2020年10月底前 | 在预审会的基础上，起草单位进行补充试验，并由起草单位提出标准送审稿及补充试验报告，并将补充试验报告、标准送审稿等相关资料（电子版）发送至稀土标委会秘书处。 |
| 2020年11月底前 | 稀土标委会负责将送审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，召开标准审会。 |

1. **编制原则和依据及标准主要内容**

**2.1 编制原则和依据**

标准负责起草单位在任务落实会上广泛地征求了与会专家和代表的意见，确定了制订的方案；确定了标准起草原则、主要内容框架和依据：

1. 依据国家相关的法律、法规；
2. 查询相关标准和收集国内外客户的相关技术要求，积极向相关国际标准、世界领头企业的技术标准要求靠拢，做到标准的先进性；
3. 根据目前国内烧结钕铁硼表面涂层生产企业的具体情况及技术水平，结合烧结钕铁硼用户的要求及应用技术的发展趋势，确定技术指标，力求做到标准的合理性、实用性，与时俱进；
4. 按照GB/T 1.1，稀土标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

2.2 标准主要内容

1. 本标准规定了稀土永磁材料的磁通的在开路和半开路条件下高温磁通衰减测试方法。本标准适用于稀土永磁材料高温磁通衰减的检测方法
2. 本标准引用了以下文件：

1.GJB 6485-2008 烧结钕铁硼永磁材料规范

2.GJB 6486-2008 烧结钐钴永磁材料规范

1. GB/T3217-2013 永磁（硬磁）材料磁性试验方法 G
2. BT24270-2009 永磁材料磁性能温度系数测量方法
3. IEC 60404-14：2002 磁性材料 第14部分：用抽拉或旋转法测量铁磁材料试样磁偶极矩的方法

**三、主要技术内容说明**

3.1数据收集情况及标准制定过程

根据工作计划，宁波科田磁业在集中加工了一批35SH牌号的样品，样品规格为14mm\*14mm\*5mm, 所有样品均来自同一块毛坯产品。

样品在120，150 ℃和180 ℃做了开路或者半开路不同组的试验。

3.2 不同单位的的数据对比情况

表1. 科田磁业在不同条件下的老化损失情况

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 老化方式 | 老化温度 | 托板 | 样品距离 | 样品编号 | 烘前磁通 | 烘后磁通 | 磁损 |
| 开路 | 120 ℃\*2h | 5mm Al板 | 5cm | 1 | 6.98 | 6.91 | 1.00% |
| 2 | 6.97 | 6.92 | 0.72% |
| 3 | 7.02 | 6.98 | 0.57% |
| 4 | 7.01 | 6.98 | 0.43% |
| 5 | 7.04 | 6.99 | 0.71% |
| 开路 | 150 ℃\*2h | 5mm Al板 | 5cm | 1 | 6.96 | 6.02 | 13.51% |
| 2 | 6.95 | 6.09 | 12.37% |
| 3 | 7.00 | 6.17 | 11.86% |
| 4 | 6.99 | 6.21 | 11.16% |
| 5 | 7.02 | 6.20 | 11.68% |
| 半开路 | 120℃\*2h | 1.5mm Fe板 | 5cm | 1 | 6.98 | 6.97 | 0.14% |
| 2 | 6.97 | 6.95 | 0.29% |
| 3 | 7.02 | 7.01 | 0.14% |
| 4 | 7.01 | 7.00 | 0.14% |
| 5 | 7.03 | 7.01 | 0.28% |
| 闭路 | 150℃\*2h | 1.5铁+1.5铜+1.5铁 | 5cm |  | 6.98 | 6.98 | 0.00% |
| 180 ℃\*2h | 1.5铁+1.5铜+1.5铁 | 5cm | 1 | 6.98 | 6.92 | 0.86% |
| 2 | 6.97 | 6.92 | 0.72% |
| 3 | 7.02 | 6.96 | 0.85% |
| 4 | 7.01 | 6.98 | 0.43% |
| 5 | 7.03 | 7.00 | 0.43% |

表2. 中科院宁波材料所在不同条件下的老化损失情况

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 老化方式 | 老化温度 | 托板 | 样品距离 | 样品编号 | 烘前磁通 | 烘后磁通 | 磁损 |
| 开路 | 120℃\*2h | 5mm Al板 | 5cm | 1 | 736 | 725 | 1.49% |
| 2 | 735 | 728 | 0.95% |
| 半开路 | 120℃\*2h | 1.5mm Fe板 | 5cm | 3 | 741 | 739 | 0.27% |
| 4 | 733 | 731 | 0.27% |
| 闭路 | 150℃\*2h | 1.5mmFe板\*2 | 5cm | 5 | 735 | 735 | 0.00% |
| 6 | 741 | 741 | 0.00% |

表3 宁波韵升在不同条件老化损失结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 老化方式 | 老化温度 | 托板 | 样品距离 | 样品编号 | 烘前磁通 | 烘后磁通 | 磁损 |
| 开路 | 150 ℃\*2h | 5mm Al板 | 5cm | 1 | 1.365 | 1.175 | 13.95% |
| 2 | 1.361 | 1.165 | 14.38% |
| 3 | 1.361 | 1.168 | 14.21% |
| 4 | 1.362 | 1.181 | 13.26% |
| 5 | 1.367 | 1.179 | 13.78% |
| 6 | 1.353 | 1.162 | 14.15% |
| 半开路 | 150 ℃\*2h | 1.5mm Fe板 | 5cm | 1 | 1.364 | 1.342 | 1.62% |
| 2 | 1.359 | 1.338 | 1.58% |
| 3 | 1.358 | 1.338 | 1.53% |
| 4 | 1.359 | 1.342 | 1.24% |
| 5 | 1.365 | 1.345 | 1.47% |
| 6 | 1.350 | 1.326 | 1.79% |
| 闭路 | 150℃\*2h |  |  | 1 | 1.362 | 1.359 | 0.19% |
| 1.5铁+1.5铜+1.5铁 | 5cm | 2 | 1.358 | 1.357 | 0.07% |
| 3 | 1.357 | 1.356 | 0.05% |
| 4 | 1.358 | 1.358 | 0.02% |
| 5 | 1.364 | 1.363 | 0.10% |
| 6 | 1.348 | 1.348 | 0.02% |

表4 长汀金龙在不同条件下老化损失结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 老化方式 | 老化温度 | 托板 | 样品距离 | 样品序号 | 烘前磁通 | 烘后磁通 | 磁损 |
| 开路 | 120 ℃\*2h | 5mm 铝板 | 5cm | 样品温度 | 20.7 | 21.7 |  |
| 1 | 2.171 | 2.155 | 0.74% |
| 2 | 2.157 | 2.138 | 0.88% |
| 3 | 2.160 | 2.139 | 0.97% |
| 4 | 2.167 | 2.149 | 0.83% |
| 5 | 2.172 | 2.156 | 0.74% |
| 6 | 2.172 | 2.157 | 0.69% |
| 半开路 | 120 ℃\*2h | 1.5mm 铁板 | 5cm | 样品温度 | 21.6 | 21.9 |  |
| 1 | 2.175 | 2.170 | 0.23% |
| 2 | 2.162 | 2.158 | 0.19% |
| 3 | 2.167 | 2.160 | 0.32% |
| 4 | 2.171 | 2.166 | 0.23% |
| 5 | 2.177 | 2.170 | 0.32% |
| 6 | 2.176 | 2.169 | 0.32% |
| 半开路 | 150℃\*2h | 1.5mm 铁板 | 5cm | 样品温度 | 22.1 | 21.9 |  |
| 1 | 2.174 | 2.131 | 1.98% |
| 2 | 2.159 | 2.119 | 1.85% |
| 3 | 2.160 | 2.118 | 1.94% |
| 4 | 2.168 | 2.130 | 1.75% |
| 5 | 2.175 | 2.134 | 1.89% |
| 6 | 2.175 | 2.138 | 1.70% |
| 闭路 | 150℃\*2h | 1.5铁+1.5铜+1.5铁 | 5cm | 样品温度 | 21.7 | 21.4 |  |
| 1 | 2.175 | 2.173 | 0.09% |
| 2 | 2.158 | 2.157 | 0.05% |
| 3 | 2.164 | 2.163 | 0.05% |
| 4 | 2.169 | 2.169 | 0.00% |
| 5 | 2.174 | 2.173 | 0.05% |
| 6 | 2.174 | 2.171 | 0.14% |
| 闭路 | 180℃\*2h | 1.5铁+1.5铜+1.5铁 | 5cm | 样品温度 | 21.7 | 22 |  |
| 1 | 2.175 | 2.170 | 0.23% |
| 2 | 2.158 | 2.153 | 0.23% |
| 3 | 2.164 | 2.158 | 0.28% |
| 4 | 2.169 | 2.165 | 0.18% |
| 5 | 2.174 | 2.172 | 0.09% |
| 6 | 2.174 | 2.171 | 0.14% |

1. **标准水平分析**

随着烧结钕铁硼行业的发展，高温性能是稀土永磁行业关注的重点。而测高温磁通衰减是快速的检验方法。《稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法》作为国家标准在全球尚属首例，该标准具有先进水平。

1. **与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性**

随着现代工业的发展，烧结钕铁硼的应用前景将越来越广泛。制订后的稀土永磁高温磁通衰减标准将规范上下游测试方法，便于生产，宜于应用。

**五、是否涉及专利及知识产权说明**

本文件制订过程中没有检索到专利和知识产权问题。

**六、重大分歧意见的处理过程**

在标准制定过程中，关于闭路老化方式，所需托板的厚度及磁体的摆放方式存在不同要求，因此标准草案稿暂时先不做要求。

待讨论确定（有部分意见需要会议讨论统一意见，目前保留原来讨论稿描述）

**七、标准作为强制性或推荐性国家标准的建议**

此次编制的国家标准“稀土永磁材料高温磁通衰减检测方法”，充分考虑了我国在稀土永磁材料方面的测试方法及质量控制，因此，建议本编制标准为推荐性国家标准。

1. **贯彻标准的要求和措施建议**

制订后的标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，主办各种形式的培训班，才能让稀土永磁行业及相关贸易单位充分认识和理解制订后的标准条款，进而加以应用。

1. **其他应予说明的事项**

无。

1. **推广应用的预期效果**

推广应用该标准后，他将降低稀土永磁制造企业与下游应用企业的沟通成本，促进行业的发展。

宁波科田磁业有限公司

中国科学院宁波材料技术与工程研究所

2020年6月14日