ICS77.120.99

H14



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—xxxx

|  |
| --- |
|  |

烧结钕铁硼永磁体 恒定湿热试验

Steady state damp heat test method of sintered neodymium iron boron permanent magnets

（预审稿）

|  |
| --- |
|  |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

国家市场监督管理总局

**中国国家标准化管理委员会** 发布

目 录

前 言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 试验设备 1

3.1 设备材料 1

3.2 普通恒定湿热试验箱 1

3.3 高压蒸汽恒定湿热试验箱 2

4 试验用水 2

5 试验条件 3

6 样品 4

7 样品框 4

8 试验前检测 4

9 试验过程要求 5

10 试验后检测 5

11 试验报告 7

附录A （资料性） 普通恒定湿热试验过程中如何升温可避免样品上产生凝露 8

A.1 恒定湿热相关标准中对样品上是否产生凝露的不同要求 8

A.2 普通恒定湿热试验标准对升降温控制方式的有关规定 8

A.3 恒定湿热试验中样品表面出现凝露现象的原因分析 8

A.4 试验数据 8

A.5 结论 10

 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：宁波科宁达工业有限公司、北京中科三环高技术股份有限公司、天津三环乐喜新材料有限公司、XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：金国顺、曹朔豪、姚丽红、薛慧力、左季敏、姜兵、刘伍利、XXX、XXX、XXX。

 烧结钕铁硼永磁体 恒定湿热试验

1 范围

本文件规定了烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验方法。依据试验时试验箱内气压高低，烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验分为高压蒸汽恒定湿热试验和普通恒定湿热试验，其中高压蒸汽恒定湿热试验又分为饱和高压蒸汽恒定湿热试验（以下简称 PCT 试验）和未饱和高压蒸汽恒定湿热试验（以下简称 HAST 试验）。

本文件适用于评价有防护层的烧结钕铁硼永磁体产品的耐湿热能力；防护层包括金属覆盖层、涂层、磷化和氧化等各类转化膜层、以及各类复合覆盖层。也可用于评价烧结钕铁硼永磁体产品恒定湿热试验后的磁通不可逆损失。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。 其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13560 烧结钕铁硼永磁材料

GB/T 34491 烧结钕铁硼表面镀层

GB/T 38437 用抽拉或旋转方式测量铁磁材料样品磁偶极矩的方法

GB/T 40793 烧结钕铁硼表面涂层

3 试验设备

3.1 设备材料

试验空间中所有零部件材料不应引起试验样品腐蚀，或使试验用水的水质劣化。

3.2 普通恒定湿热试验箱

普通恒定湿热试验箱应满足下列要求：

a） 能产生本文件表1所规定的普通恒定湿热试验条件，并保持试验期间不间断；

b） 试验箱在恒温恒湿状态下，应能提供受控的温湿度条件。为确保放置样品的试验区湿度偏差在±5%RH范围内，该试验区温度均匀度应小于 2 ℃，温度波动度应在 ±1 ℃范围内；

c） 试验箱内壁凝露不允许滴落在试验样品上；

d） 试验箱内湿度传感器上湿球纱布在试验时应始终处于充分湿润状态。

3.3 高压蒸汽恒定湿热试验箱

3.3.1 PCT 试验箱

PCT 试验箱应满足下列要求：

a） 能产生本文件表1所规定的 PCT 试验条件，并保持试验期间不间断；

b） 在升温及恒温阶段，试验箱样品区的温度始终与加湿水的温度保持一致，并确保试验中样品表面有凝露产生；

c） 试验箱内壁凝露不允许滴落在试验样品上；

3.3.2 HAST 试验箱

HAST 试验箱应满足下列要求：

a） 能产生本文件表 1 所规定的 HAST 试验条件，并保持试验期间不间断；

b） 试验箱在恒温恒湿状态下，为确保放置样品的试验区湿度偏差在 ±5 %RH 范围内，该试验区温度均匀度应小于 2 ℃，温度波动度应在 ±1 ℃范围内；

c） 在升温阶段，试验箱样品区的温度始终比加湿水的温度高，并确保试验中水蒸汽在样品表面不会形成凝露。

d） 试验箱内壁凝露不允许滴落在试验样品上；

e） 试验箱内湿度传感器上湿球纱布在试验时应始终处于充分湿润状态。

4 试验用水

应使用蒸馏水或去离子水的一种作为试验用水。室温条件下，试验用水的pH 值应在 6.0 ~ 7.2 之间，普通恒定湿热和HAST试验的试验用水电阻率应不小于0.5 MΩ • cm ，PCT试验的试验用水电阻率应不小于1MΩ • cm。。

注：试验期间及试验后从试验箱排出的水不得循环使用。试验箱排出的水，其电阻率或pH值很难满足上述质量要求，还会影响湿球纱布吸湿性及寿命，会导致试验箱湿度显示值与真实值之间可能存在较大偏差。

5 试验条件

烧结钕铁硼永磁体产品恒定湿热试验按表1规定试验条件进行，表1中试验持续时间适用于质量在0.3 g～100 g范围内常规防护层厚度的圆片或方片钕铁硼永磁体样品。异形或有特殊要求的产品，可参考相关规定，试验持续时间允许与表 1 中规定有一定偏离。

表 1 烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验条件

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验类型 | 温度a(℃) | 相对湿度b(%RH) | 绝对蒸汽压(MPa) | 试验持续时间c(h) | 适用防护层 |
| 普通恒定湿热试验 | 60 | 90 | / | 4 | 磷化膜、锆化膜、氧化膜等各类转化膜层 |
| 85 | 85 | / | 48 | Zn类 |
| 85 | 85 | / | 168 | Al类、Sn类及最外表层为Al类或Sn类的复合层，CuNi类、环氧类及最外表层为CuNi类或环氧类的复合层 |
| 高压蒸汽恒定湿热试验 | PCT试验 | 120 | 饱和 | 0.20 | 48 | Al类、Sn类及最外表层为Al类或Sn类的复合层 |
| 120 | 饱和 | 0.20 | 96 | CuNi类、环氧类及最外表层为CuNi类或环氧类的复合层 |
| HAST试验 | 130 | 95 | 0.26 | 48 | 环氧类及最外表层为环氧类的复合层 |
| a 试验装置中心试验区的温度允许偏差：± 2 ℃； b 试验装置中心试验区的湿度允许偏差：± 5 %RH；c 试验期间不允许中断，试验时间不包括升降温时间，试验时间只允许上偏差：0 h～+ 1 h。 |

6 样品

6.1 样品基材应符合 GB/T 13560的规定，样品表面镀层应符合 GB/T 34491的规定，样品表面涂层应符合 GB/T 40793的规定。

6.2 同一批次试验样品数量以 3 片～ 5 片为宜。

6.3 样品表面应洁净。必要时，非转化膜层样品可清洗干燥后再进行试验。

6.4 试验后只关注样品外观变化情况的，通常用不充磁的样品进行试验。

注：一方面充磁样品容易吸附在一起，增加了试验的难度；另一方面样品充磁后，不可避免存在吸附碰撞现象，对防护层造成潜在损伤，增加了试验结果的不确定性。

7 样品框

7.1 在试验条件下样品框不应产生肉眼可见的腐蚀，也不应引起试验样品腐蚀，推荐使用高硼高硅耐高温玻璃或 304 不锈钢等耐腐蚀材质的容器或支架放置样品。

7.2 如果样品已充磁，又不便退磁，试验后仅观察外观变化，建议在样品框下面放一块镀镍钝铁板，然后再将样品放在样品框内，尽可能防止样品因相互吸附而移动；也可将样品直接吸附在镀 镍 铁板上进行试验。

7.3 如果不关注试验后外观变化，只是测量开路状态下恒定湿热试验后的磁通不可逆损失，建议将样品放置于高硼高硅耐高温玻璃培养皿内进行试验。

8 试验前检测

8.1 试验前应在光线明亮条件下用肉眼仔细观察每个样品的所有表面，要求表面光滑平整，色泽均匀，防护层连续；不应有砂眼、起泡、裂纹等基体或防护层缺陷，允许有防护工艺不可避免的少量挂具痕迹。磷化、锆化等各类转化膜层样品表面应无黄色锈迹，也不允许有深色条纹或小黑点等可疑痕迹，必要时可借助不低于 30倍的放大镜观察确认。可参照 GB/T 34491、 GB/T 40793或有关规定要求对样品进行试验前外观质量检查。

8.2 如果要测试恒定湿热试验后磁通不可逆损失，试验前还需测量磁通或磁偶极矩，测量方法参照 GB/T 38437。

8.3 试验前所有操作过程中，样品不得与皮肤直接接触，可使用手套或镊子拿取样品，避免皮肤上油脂、汗液等污染样品。

9 试验过程要求

9.1 试验前应用满足本文件第 4 章规定条件的试验用水清洗试验箱内部。

9.2 将样品放在符合本文件第 7 章规定的样品框中。非充磁样品，其间距不小于 10 mm。样品框多层放置时，应避免上层样品的腐蚀产物对下层样品造成污染。充磁样品，样品间距应确保样品不会因磁相互作用而移动。

9.3 在室温环境条件下，将样品放入初始温度为室温的试验箱中心试验区内，必要时绘制样品框中样品摆放位置图，确保试验前后样品能一一对应。样品与试验箱内壁间距不小于 50 mm。

9.4 HAST试验中不允许样品上形成凝露。HAST试验时，如果样品质量＞100 g，可将样品和样品框一起先用高温箱加热至试验温度，然后再放入HAST试验箱内，这样可降低样品上形成凝露的风险。

9.5 普通恒定湿热试验中不允许样品上形成凝露。如温湿度上升过快，试验样品可能会产生凝露（详见资料性附录A），凝露与否会显著影响磷化等转化膜层样品的试验结果。升温速率通常不大于1 ℃/min。

示例：以60℃ 90%RH 试验条件为例说明到达试验条件前的温湿设定程序如下：先 30 ℃ 35 %RH 恒定5 min，再以 1 ℃/min 速率升至60 ℃ 35 %RH，然后在60 ℃ 35% RH 恒定 30 min，再将湿度由 35 %RH 提高至 90 %RH，达到最终试验条件。

9.6 试验箱内温湿度达到设定值并稳定后，开始试验持续时间计时。在试验持续时间内，温度和相对湿度应维持在本文件表 1 规定的容差范围内。

9.7 试验期间，不允许打开试验箱箱，更不允许将试验样品移出试验箱进行检测。

9.8 在规定的试验时间结束后，降温阶段应通过自然冷却或程序设定自动实现，降温时间不应超过 1 h。高压蒸汽恒定湿热试验时，不允许通过放水、放气的方法快速降温。

9.9 普通恒定湿热试验时，当试验箱内温度降至 50 ℃以下后即可打开试验箱门。高压蒸汽恒定湿热试验时，试验箱内压力降至一个标准大气压后即可打开试验箱门。从试验箱内取出样品在实验室标准大气条件下恢复，恢复时间为 1 h。

9.10 整个试验过程中，包括降温阶段，样品温度和湿度值上限不得超过试验条件上限值。

10 试验后检测

10.1 试验恢复后，应在光线明亮条件下用肉眼仔细观察样品外观。应以样品上表面及上边沿观察结果为主，样品与样品框不接触的侧面观察结果为辅，样品与样品框接触面无需观察。

10.2 同一批样品中，以腐蚀最严重的一片样品的评级作为同批样品最终试验评级。试验后样品外观评级可用“试验时间”+“评级”表示，评级方法见本文件 10.5 条规定。

示例：如 3 片磷化样品在 60 ℃ 90 %RH条件下试验 4 h 后，可见 1 片基体有轻微锈蚀，另 2 片未见基体有锈蚀，试验结果可以记为“4 h/C”。

10.3 客户需要时，试验前后应拍照记录样品表面状态。

10.4 如果要测试试验后磁通不可逆损失，试验后样品应在测量环境中放置不小于 2 h以达到温度平衡，然后测量磁通。试验前后磁通测量环境温度差应小于 1.0 ℃，否则应对磁通测量值按该材料室温附近剩磁温度系数参考值进行修正。恒定湿热试验后的磁通不可逆损失百分比以 δ (T) 表示，按以下公式（1）计算，结果按 GB/T 8170规定进行数值修约，通常保留至小数点后一位即可。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | ……………………（1） |

式中：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| δ (*T*) | —— | 恒定湿热试验后的磁通不可逆损失百分比； |
| Φ (*T*) | —— | 永磁体恒定湿热试验（恒温温度为 T）后恢复到常温T0温度下的磁通值，单位为韦伯（Wb）； |
| Φ (*T0*) | —— | 永磁体恒定湿热试验前在常温T0温度下的磁通值，单位为韦伯（Wb）。 |

10.5 试验后样品外观描述及评级方法对照表：

表 2 试验后样品外观描述规范用语及评级方法

| 防护层类别 | 评级 | 试验后外观描述用语 | 试验后样品表面观察到的现象 |
| --- | --- | --- | --- |
| 磷化膜、锆化膜、氧化膜等各类转化膜 | A 级 | 未见基体有锈蚀 | 样品颜色无变化或有轻微变化但不发黄，无深色小黑点或深色条纹等可疑现象。 |
| B 级 | 基体锈蚀不明显 | 用肉眼观察，样品表面可见深色小黑点或深色条纹等可疑现象时，再用不低于30倍放大镜观察，可疑处不存在明显黄褐色锈迹，但可见磷化膜腐蚀破坏，如深灰色或灰白色腐蚀斑痕。 |
| C 级 | 可见基体有轻微锈蚀 | 用肉眼观察，样品表面未见黄褐色锈迹，但可见深色小黑点或深色条纹等可疑现象时，再用不低于30倍放大镜观察，可疑处存在明显黄褐色锈迹（不是均匀彩色斑点）。 |
| D 级 | 可见基体有明显锈蚀 | 用肉眼或不低于30倍放大镜观察可见黄褐色锈迹。 |
| CuNi类、环氧类、Al类、Sn类及最外表层为这四类之一的复合层 | A 级 | 未见表面防护层有实质变化 | 样品表面无变化或可见色泽变化。 |
| B 级 | 可见表面防护层有破损 | 样品表面可见防护层鼓泡、开裂，未见基体锈蚀痕迹。 |
| C 级 | 可见基体有锈蚀 | 样品表面可见基体腐蚀产生的黄褐色锈迹或钕铁硼粉末。 |
| Zn层 | A 级 | 未见Zn层有实质变化 | 样品表面无变化。 |
| B 级 | 可见Zn层有腐蚀 | 样品表面可见白色腐蚀物或深灰色腐蚀斑，未见基体锈蚀痕迹。 |
| C 级 | 可见基体有锈蚀  | 样品表面可见基体腐蚀产生的黄褐色锈迹或钕铁硼粉末。 |

11 试验报告

试验报告原则上应包括但不限于下列内容：

a）样品来源、样品种类、样品尺寸及标识；

b）试验设备型号、样品框材质种类；

c）试验条件及持续时间；

d）试验前后样品外观描述及试验后的外观结果评级（必要时提供照片）；

e）测试试验后磁通不可逆损失时，应标明磁取向方向，并提供试验前后磁通或磁偶极矩及磁通不可逆损失；

f）必要时还应包括试验过程的相关说明（如升降温方式、样品放置方式、样品外观观察方式、试验前后进行磁通测量时的温度及试验过程其它异常情况的说明等）。

附录A
（资料性）
普通恒定湿热试验过程中如何升温可避免样品上产生凝露

A.1 恒定湿热相关标准中对样品上是否产生凝露的不同要求

A.1.1 普通恒定湿热试验和HAST试验相关国际标准中，要求试验期间任何时间段内都不允许样品上有凝露出现，而且也不允许试验箱内壁上的凝露滴落到样品上。

A.1.2 PCT试验相关国际标准中，要求试验中样品上一定要有凝露，确保试验严酷等级。

A.2 普通恒定湿热试验标准对升降温控制方式的有关规定

对升降温方式未进行具体规定，仅规定要求 3 h内达到试验条件，且要求整个试验过程（包括升降温）中试验箱内温湿度均不得超过试验条件温湿度上限值。

A.3 恒定湿热试验中样品表面出现凝露现象的原因分析

A.3.1 试验箱中环境温度升高时，样品与周围空气通过热交换而升温，样品内部温度会比表面温度低，样品表面温度会比周围空气中稍低。恒温恒湿状态下，试验箱内每个区域温度一定，该区域空气中所能空气遇冷导致温度下降，降温以后该温度对应的饱和水蒸汽含量值低于当前空气中的水蒸汽含量时，多余的水蒸汽便不能以气态继续存在而变成液态。在试验箱温湿度均匀上升的过程中，空气中水蒸汽处于未饱和状态；随着温度的升高，样品表面温度与周围空气温差不断增加，空气中湿度上升到一定程度，可能导致试验箱内水汽含量高于样品表面温度对应的空气中饱和水蒸汽的含量时，那么就会在样品上产生凝露。

A.3.2 样品质量越大，表面积与质量比值越小，热交换会越慢，导致样品与周围空气温差越大，越易产生凝露；升温越快，也会导致样品与周围空气温差越大；另外湿度越高，空气中水蒸汽越重，自然越易产生凝露。

A.4 试验数据

用两种规格的样品通过不同的叠加组合出八种不同质量的试验样品进行普通恒定湿热试验和HAST试验，通过调整普通恒定湿热试验中升温速率和降低到达试验温度前的湿度，观察不同质量样品在不同升温控制方式下是否会产生凝露。凝露确认方式为通过普通恒定湿热试验箱观察窗观察到达试验条件过程中样品上何时产生凝露，以及HAST试验后样品表面是否有水渍残留痕迹。试验结果见下表 A.1。

|  |
| --- |
| 表A.1 八种不同质量的烧结钕铁硼永磁体在不同升温方式的恒定湿热试验中出现凝露的情况统计 |
| 凝露与温湿度关系说明 | 凝露/水渍 样品质 有无 量升温设置 | 升温速率（℃/min） | 960g | 480g | 234g | 171g | 128g | 106g | 75g | 53g |
| 升温越快，越易产生凝露 | 30℃85%RH→85℃85%RH：2.7h | 0.35 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| 30℃85%RH→85℃85%RH：1.8h | 0.5 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| 30℃85%RH→85℃85%RH：1.2h | 0.8 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 |
| 30℃85%RH→85℃85%RH：1h | 1.0 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 |
| 温度上升过程中，湿度越高，越易产生凝露。 | 30℃60%RH→85℃85%RH：1h（湿度斜率控制） | 1.0 | 有 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 |
| 30℃60%RH→85℃60%RH→85℃85%RH：1.3h | 1.0 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| 30℃OFF→85℃OFF→85℃85%RH：1.5h | 1.0 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| HAST试验 (130℃95%RH) 1h | ＜5 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| HAST试验 (130℃85%RH) 1h | ＜5 | 有 | 有 | 有 | 有 | 无 | 无 | 无 | 无 |
| 凝露与样品质量关系说明 | 质量越大，越易产生凝露。 （尺寸为48mm×24mm×12mm的NdFeB磁体质量约104g，通常绝大部分钕铁硼试验样品质量小于100g） |
| 以上试验温度设置为斜率控制，湿度除特别标注外均为非斜率控制。 |

表A.2 普通恒定湿热试验升降温参考程序

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 阶段 | 预设阶段 | 斜率升温阶段 | 热平衡阶段 | 非斜率加湿阶段 | 恒定湿热阶段 | 斜率降温阶段 |
| 温度设定 | 30℃ | 85℃ | 85℃ | 85℃ | 85℃ | 40℃ |
| 湿度设定 | 35%RH | 35%RH | 35%RH | 85%RH | 85%RH | 60%RH |
| 时间 | 5min | 55min | 30min | 20min | 1h | 45min |
| 所有步骤均为非曝露控制。到达试验条件所需时间约 1.8 h，符合相关标准规定的 3 h以内。 |

表 A.1 数据表明：质量小于100 g的样品，HAST试验过程中产生凝露风险很小；但普通恒定湿热试验中，如果不对升温过程控制，产生凝露风险还是很高的。按表 A.2 中升降温方式进行普通恒定湿热试验，质量为 1440g 的试验样品，整个试验过程中也未见凝露现象。

A.5 结论

 降低升温过程中的湿度，到达试验温度后，再增加样品达到热平衡的时间，然后将湿度升到试验条件，确保样品处在高湿度试验条件环境前达到热平衡，可有效避免试验中样品上产生凝露风险。

参 考 文 献

[1] GB/T 2423.40 环境试验 第2部分：试验方法 试验Cx：未饱和高压蒸汽恒定湿热

[2] GB/T 2423.50 环境试验 第2部分：试验方法 试验Cy：恒定湿热 主要用于元件的加速试验

[3] GB/T 11376 金属及其他无机覆盖层 金属的磷化膜

[4] JEDEC JESD22-A102E Accelerated Moisture Resistance. Unbiased Autoclave

[5] JEDEC JESD22-A110E Highly Accelerated Temperature And Humidity Stress test (HAST)