

《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》
编制说明

编 制： 曹朔豪
审 核： 金国顺

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信赖性实验室

2025 年 4 月

目录

一、工作简况	1
(一) 任务来源	1
1. 计划批复	1
2. 任务落实及进度计划	1
3. 项目背景资料	1
(二) 参与单位及其所做的工作	3
1. 主要参与单位	3
2. 参与单位职责及参与程度	8
3. 起草人及工作职责	9
(三) 主要工作过程	10
1. 可行性研究阶段	10
2. 起草阶段	11
3. 预审定阶段	12
4. 审定阶段	13
5. 报批阶段	13
二、标准编制原则	13
(一) 合规性	13
(二) 适用性	13
(三) 科学性	14
(四) 先进性	14
三、标准主要技术内容、确定的依据及主要试验和验证情况	14
(一) 标准的主要技术内容	14
(二) 主要技术参数确定依据及主要试验和验证情况	14
1. 调研及信息收集	14
2. X 射线荧光光谱仪管电压和管电流的确定依据	15
3. 测量含量随深度变化趋势时，深度间隔(或测量点数)确定的依据	16
4. 标样成分的确定	17
5. 标样中 Dy/Tb 含量范围确定的依据	17
6. 不同单位不同 X 射线仪测量晶界扩散样品含量的偏差	18
7. A 类样品(波长型 X 射线仪测试用样品)尺寸确定的依据	18

8. 测量含量时重复测量次数确定的依据.....	18
9. B 类样品(能量型 X 射线仪测试样品)加工斜度以及样品移动步长确定的依据.....	19
10. 磁性能改善评价指标的确定依据.....	20
11. 磁性能均匀性评价指标.....	20
12. 测量磁体内部磁性能的样品厚度确定的依据.....	22
13. 测量晶界扩散样品磁性能时直径尺寸确定的依据.....	22
四、标准中涉及专利的情况	22
五、预期达到的社会效益	22
(一) 标准的先进性、创新性	22
1. 牵头起草单位标准研制技术能力.....	22
2. 标准内容的先进性和创新性.....	24
(二) 标准实施后预期产生的经济效益和社会效益.....	25
六、采用国际标准和国外先进标准的情况	25
七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系.....	25
八、重大分歧意见的处理和依据	25
九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议.....	25
十、贯彻标准的要求和措施建议	25
十一、废止现行有关标准的建议	25
十二、其它应予说明的事项	26

《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

1. 计划批复

2024年3月29日，国家标准化管理委员会正式下达2024年第一批推荐性国家标准计划（见国标委发〔2024〕16号通知），规定《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》国家标准制定项目（编号为2020519-T-469）完成周期为18个月。

2. 任务落实及进度计划

全国稀土标准化技术委员会于2024年4月22日~4月24日在四川省重庆市召开了2024年第三次稀土标准工作会议，会议上对《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》国家标准项目进行了任务落实，与会单位积极响应。报名参与标准起草的单位有：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、中科三环（赣州）新材料有限公司、中国科学院力学研究所、天津三环乐喜新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、包头稀土研究院、杭州美磁科技有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、北京安科慧生科技有限公司、安泰科技股份有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司、宁波韵升股份有限公司、福建省金龙稀土有限公司、赣州富尔特电子股份有限公司、包头金山磁材有限公司、宁波科田磁业股份有限公司、包头市英思特稀磁新材料股份有限公司、有研稀土（荣城）有限公司。会后牵头起草单位分析了标准研制过程中要完成的各项任务及工作量，依据各项任务完成的可能时间节点，编制了任务落实计划，并报送稀标委秘书处。具体进度计划如下：① 2025年5月30日前完成标准征求意见稿的编制，②2025年7月30日前完成预审稿。③ 2025年10月30日前完成送审稿。⑤ 2025年11月8日后召开审定会。

3. 项目背景资料

北京中科三环高技术股份有限公司作为国内钕铁硼永磁材料行业领军生产企业，公司拥有可靠的质量保证系统，2002年建成了我国第一个稀土永磁材料信赖性实验室。实验室于2008年通过了中国合格评定国家认可委员会的认可（简称CNAS认可），是我国永磁行业首家获得CNAS认可的实验室。实验室在稀土永磁检测方面积累了丰富的专业知识。实验室近年来一直致力于将在检测方面实用有效的方法通过标准的形式，分享给同行及下游用户。近年联合三环下属单位先后联合牵头制定了GB/T 40792-2021《烧结钕铁

硼永磁体失重试验方法》和 GB/T 43489-2023 《烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验》两项国家标准，参与了 24 项与永磁体相关的国家标准的制定，在标准研制方面积累了丰富的经验。牵头制定的方法标准发布后，信赖性实验室及时将其纳入 CNAS 认可体系，并通过组织行业内的比对活动等方式，加速已发布标准的落地实施，从而实现以检测方法标准化引领本行业高质量发展的目标。中科三环在标准方面的宗旨是：坚持做科学有用的标准，促进稀土永磁行业标准体系的不断完善。

在本标准研制项目获批之前，实验室已进行了两年多的系统研究。随着新能源汽车的迅猛发展，作为新能源汽车驱动电机关键材料的高性能稀土铁硼烧结永磁体的研发与生产也迎来了快速发展阶段。在汽车驱动电机的应用中，由于永磁体的工作环境温度较高，只有具备高矫顽力的稀土铁硼烧结永磁材料才能满足其使用要求。随着汽车用户对永磁产品性价比的更高期待——即要求高矫顽力 (H_{cJ}) 的同时减少贵重稀土的使用，晶界扩散技术得到了显著推动并广泛应用。如何有效评估晶界扩散产品的质量以及晶界扩散工艺的效果，已成为各方关注的焦点，其重要性和价值不言而喻。

现行晶界扩散效果评价方法分为两种：

① 成分分析法

该方法是对晶界扩散前后磁体表面或近表面层中重稀土元素（如 Dy 或 Tb）的含量变化进行直接分析，常用的仪器包括能谱分析仪、电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP）、辉光放电光谱仪和 X 射线光谱仪。通常情况下，从磁体表面到 $500\mu\text{m}$ 的深度范围内，扩散进入的重稀土元素浓度会随着深度的增加迅速衰减；而当深度超过 $1000\mu\text{m}$ 时，Tb 含量的变化用现有常规测量方法几乎无法检测出来。目前，精确测量晶界扩散重稀土元素含量随磁体深度变化仍然具有挑战性。

采用 ICP 方法分析化学成分是最精确的，可以通过使用标准样品对测量系统进行校准。然而，在 0 到 $500\mu\text{m}$ 的深度范围内精确分层制样非常困难。目前最常用的方法是使用能谱仪分析晶界扩散前后磁体表层及内部的能谱变化，以评估晶界扩散效果。但能谱分析仪适用于粗略分析扩散元素含量随扩散深度变化的趋势，属于半定量分析。

辉光放电光谱法是一种基于惰性气体在低气压下放电原理的分析技术。其优势在于能够快速对 $150\mu\text{m}$ 深度范围内的含量进行趋势性测量，但设备成本较高。此外，随着测量深度的增加，测量斑底的形态会呈锅底形，这会影响深度测量的准确性。同时，该方法属于破坏性测量，在晶界扩散磁体中，扩散元素含量的测量准确性和溯源性存在一定问题。

X 射线光谱仪通过辐射跃迁或无辐射跃迁等方式释放多余的能量来分析稀土元素含量。与能谱法相比，其制样过程更为简单，并且可以重复测量。此外，X 射线光谱仪的价格相比辉光放电光谱仪也便宜很多。然而，X 射线光谱法需要使用多个标准样品进行溯源，另外要测出一条含量随深度变化的曲线，需要反复多次制样，这既耗时又费力，导致深入研究和完善该方法的人不多。

上述几种方法都有人使用，但缺乏具体的测量规范，数据可比性差，多仅用于企业内部参考。

② 磁性能比较法

磁性能比较法是使用磁性能测量仪对晶界扩散前后的磁体整体磁性能进行测量，通过计算矫顽力的变化量来评估扩散效果。少数具备条件的单位还可以将扩散后的磁体切割成 2mm×2mm×1mm 的小块，然后采用脉冲法（依据 GB/T 29628《永磁（硬磁）脉冲测量方法指南》）测量不同位置小块磁体的磁性能，以判断扩散后磁体内部磁性能的均匀性。

本标准的制定，旨在从实际应用需求出发，通过科学系统的研究，建立一种能够有效检测扩散元素含量随扩散深度变化规律的方法。同时根据磁体不同磁性能指标对扩散元素浓度变化的敏感性不同，选择最有效的磁性能评价参数，构建晶界扩散效果的综合立体评价体系。希望晶界扩散工程技术人员借助本标准方法，能够对晶界扩散工艺进行科学的评价，从而进行针对性改进，研发出具有更高性价比的产品，以充分满足客户的多样化需求。

本标准拟定的评价参数包括：扩散元素的含量及其对应的扩散深度、扩散前后磁体磁性能的变化，以及扩散磁体内部磁性能的均匀性。

（二）参与单位及其所做的工作

1. 主要参与单位

本项目由北京中科三环高技术股份有限公司和中科三环下属宁波科宁达工业有限公司两家单位共同负责牵头起草，并按照计划进度要求推动了本标准项目各项研制任务的完成。主要参与单位包括：中科三环（赣州）新材料有限公司、中科院力学研究所、国标（北京）检验认证有限公司、包头稀土研究院、杭州美磁科技有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、北京安科慧生科技有限公司、安泰科技股份有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司、天津三环乐喜新材料有限公司。下面是对主要参与单位的简要介绍说明。

1.1 宁波科宁达工业有限公司（以下简称科宁达）

成立于 1986 年，是北京中科三环高技术股份有限公司（以下简称中科三环：股票代码 000970）在国内成立的第一家专业从事烧结钕铁硼磁钢研发、生产和销售的全资子公司，也是目前国内最大的烧结钕铁硼磁钢供应商之一。自成立以来，科宁达公司的产量、利润、创汇等在全国同行 100 多家企业中处于靠前位置，近几年销售收入均在 10 亿元以上。科宁达公司建立了 ISO9001、IATF16949 质量保证体系，并且通过了质量体系认证中心的认证，是国内首家通过 QS 认证的钕铁硼生产厂家。科宁达公司的产品 60% 以上出口海外，被广泛应用于汽车、计算机、能源、通讯、家电和医疗等领域。公司是国际 VCM 产品第二大供应商，在海外拥有较高的知名度，产品远销欧洲、东南亚及北美市场。科宁达公司在资金、技术和海外销售专利许可等资源方面始终得到总公司中科三环的大力支持。宁波科宁达工业有限公司牵头起草了

GB/T43489-2023《烧结钕铁硼永磁体 恒定湿热试验》标准。

1.2 北京中科三环高技术股份有限公司（以下简称中科三环）

中科三环创始人、董事长王震西院士早年曾工作于法国国家磁学实验室，师从诺贝尔物理学奖获得者、世界著名科学家奈尔教授，回到物理所后一直致力于稀土磁性材料的研究，并在国内率先开展第三代稀土永磁材料钕铁硼的研究并实现产业化，从而开创了我国第三代稀土永磁产业。中科三环现有员工 5117 人，其中技术人员 938 人。中科三环拥有一支高素质的研发队伍，针对未来稀土永磁行业的重大科技问题及低碳经济产业重大需求，与下属子公司进行联合攻关，继续围绕新能源汽车、先进轨道交通装备、节能家电、高档数控机床和机器人等关键应用领域，不断研究具有核心自主知识产权的稀土永磁新材料、新工艺、新产品和新装备，开发适用于低碳经济、高新技术、国家安全等领域的高性能磁性材料。中科三环也是国家磁性材料工程中心承办单位。中科三环拥有日立金属钕铁硼专利许可。中科三环信赖性实验室是国内钕铁硼行业首家通过 CNAS 认可的实验室，在钕铁硼可靠性测试、磁性能检测及检测方法完善等方面积累了丰富的经验，近年来一直致力于将这些企业内部经验通过标准的形式在行业内推广，提高行业内检测活动的规范化水平及数据的可比性。北京中科三环高技术股份有限公司牵头起草了 GB/T40792-2021《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》国家标准。

1.3 中科三环(赣州)新材料有限公司（以下简称三环（赣州））

中科三环（赣州）新材料有限公司于 2021 年 1 月 13 日在江西省赣州市注册成立，主营业务为研发、生产和销售高性能钕铁硼磁性材料，注册资本 2 亿元，由北京中科三环高技术股份有限公司和中国南方稀土集团有限公司共同出资设立，集合了北京中科三环技术、制造、市场优势和南方稀土资源优势。

中科三环（赣州）新材料有限公司年产 5000 吨高性能烧结钕铁硼磁体项目位于中国“稀金谷”核心区--赣州高新技术产业开发区，占地面积近 200 亩，固定资产投资 5 亿元，产品主要应用于航空航天、磁悬浮列车、风力发电、传统燃油汽车、新能源汽车、医疗器械、节能电梯、变频家电、特种电机等领域。

1.4 中国科学院力学研究所（以下简称力学所）

中国科学院力学研究所成立于 1956 年，是我国综合性国家级力学研究基地，以钱学森工程科学思想为指导，聚焦国家重大战略需求，致力于力学前沿研究与技术创新。研究所主要研究方向涵盖高温气体动力学、微重力科学、海洋工程力学、生物力学等多个领域，设有多个重点实验室和科研机构。

力学所拥有一支实力雄厚的科研队伍，包括多位中国科学院院士和国家杰出青年科学基金获得者。建所以来，力学所承担了大量国家科研任务，先后获得国家 and 部委级科技奖 280 余项，其中包括国家最高科学技术奖和多项特等奖、一等奖。力学所是我国力学领域重要的研究生培养基地，拥有博士后流动站和多个博士、硕士培养点。

1.5 国标(北京)检验认证有限公司（以下简称国标（北京））

国标（北京）检验认证有限公司是我国有色金属及电子材料的权威第三方检测机构，也是我国有色金属行业分析测试标准的主要起草单位和标准物质研制骨干单位，管理和运行着国家有色金属质量检验检测中心和有色金属及电子材料分析测试中心。国标检验一直遵循“质量第一、依法检测、科学公正、准确及时”的质量方针，为广大客户提供全面、优质、高效的分析测试服务，持有 CNAS、CMA、CAL、NADCAP 等多项资质。

1.6 包头稀土研究院（以下简称包头稀土院）

包头稀土研究院于 1963 年经国务院批准挂牌成立，直属原冶金工业部。1992 年并入包头钢铁稀土公司。作为全国最大的综合性稀土研发机构，稀土院始终以稀土资源的综合开发利用为宗旨，以稀土冶金、环境保护、新型稀土功能材料及其应用、稀土产品分析检测、稀土行业科技信息服务等为研究重点。建有科技部批复的“白云鄂博稀土资源研究与综合利用全国重点实验室”、“稀土材料国际科技合作基地”和“国家新材料测试评价平台——稀土行业中心”等国家级科研平台。建有稀土行业门户网站“中国稀土网”，负责《稀土》、《稀土信息》和 China Rare Earth Information 等期刊的出版发行。以打造世界一流稀土科研院所为己任！

1.7 北京安科慧生科技有限公司（以下简称安科慧生）

北京安科慧生科技有限公司是集研发、生产、销售为一体的国家高新技术企业，公司研发团队拥有多年 X 射线荧光研发经验，将先进的设计理念与尖端 X 射线技术相结合，致力于研制世界高水平 X 射线光谱系统。公司拥有全聚焦型双曲面弯晶（Johansson-Type DCC）、全息基本参数法（Holospec FP 2.0）微区 X 射线成像等多项尖端技术，并成功研制出单波长色散 X 射线荧光光谱仪和单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪。

安科慧生参与了十几项国家、行业以及团体 XRF 方法标准制订工作，已获得 X 射线荧光光谱相关发明专利 9 项，参与省部级研发项目 7 项，2021 年承担国家自然科学基金委重大仪器专项“全元素高灵敏度 X 射线荧光光谱仪研制（批准号：62127816）”。单波长 X 射线荧光光谱仪荣获 2022 年度“朱良漪分析仪器

创新成果奖”，双源单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 MEGREZ- α 荣获 2022 年度“科学仪器行业优秀新品奖”。

1.8 杭州美磁科技有限公司（以下简称美磁）

杭州美磁科技有限公司成立于 2014 年 5 月（前身是成立于 2000 年的杭州萧山轩宇磁性材料有限公司），公司占地面积约 40 亩，建筑面积约 25000 平方米，位于桐庐县青山工业区。公司主要从事烧结钕铁硼永磁材料及永磁器件的研发、生产和销售。公司拥有完整的生产加工能力，从毛坯制造到电镀成品，各工序生产设备及检测设备配套齐全，大部分检测设备均为国外进口。

公司通过了 IATF16949:2016 质量管理体系认证、ISO13485:2016 医疗器械质量管理体系认证、ISO 9001:2008 质量体系、ISO14001:2008 环境管理体系、OHSAS18001:2007 职业健康安全体系、ISO27001:2013 信息安全管理等体系的认证。公司现有员工 450 余人，拥有博士、硕士及高级工程师等一批专业人才。公司拥有发明及实用新型专利 30 余项。获得国家高新技术企业、浙江省企业研发中心等荣誉称号。

1.9 安徽大地熊新材料股份有限公司（以下简称大地熊）

安徽大地熊新材料股份有限公司 2003 年成立于安徽省合肥市，是一家集稀土永磁材料研发、生产、销售为一体的国家高新技术企业、国家专精特新“小巨人”企业、安徽省优秀民营企业、安徽省民营企业制造业综合百强企业、安徽省绿色工厂。公司已通过 ISO9001、IATF16949、ISO14001、ISO45001、ISO50001、TISAX、知识产权等管理体系的认证。其主要产品高性能烧结钕铁硼永磁材料主要应用于汽车、工业电机及高端消费类电子等节能环保和智能制造领域，出口欧美、亚太等二十多个国家和地区。公司累计牵头承担 30 多项国家和省部级研发和产业化项目；拥有有效专利 204 件，其中发明 75 件；主导制定了《再生烧结钕铁硼永磁材料》国家标准和《废旧烧结钕铁硼磁体再生利用技术规范》行业标准，参与制定国家标准 15 项、行业标准 3 项；荣获“安徽省科学技术奖一等奖”、“教育部技术发明奖一等奖”等 10 多项省部级科技奖项，荣获“国家重点新产品”2 项。“大地熊”被认定为中国驰名商标。

1.10 虔东稀土集团股份有限公司（以下简称虔东稀土）

虔东稀土集团股份有限公司，是一家专业从事各类稀土产品生产经营的民营企业。经过 30 年的快速发展，虔东稀土由最初的金属冶炼企业发展成为一家集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品开发和稀土加工装备制造为一体的稀土开发综合性企业集团，旗下拥有赣州科力稀土新材料有限公司、科瑞精密磁材、力赛科等 10 多家子公司和控股公司。公司已初步建立了完整的科研、试验、生产、检测

体系，具有国内先进水平的稀土分离、稀土金属、稀土磁性材料、稀土结构陶瓷、稀土资源回收、稀土加工设备制造等生产线。公司自 1988 年创办以来，先后组织实施了国家“863 计划”项目、国家“星火计划”项目、国家“火炬计划”项目、国家“重点新产品”项目、国家“创新基金计划”项目等 70 多个国家级新产品的开发。虔东稀土自 2002 年以来一直致力于标准化工作研究，至今主持制修订了《钕铁硼废料》、《稀土复合钕锆粉》、《钕铁硼废料化学分析方法》、《钕铁硼合金化学分析方法》和《稀土废渣废水化学分析方法》等标准，在稀土标准的制修订方面，积累了丰富的经验。

1.11 安泰科技股份有限公司（以下简称安泰科技）

安泰科技股份有限公司是以中国钢研科技集团有限公司为主要发起人，联合清华紫光(集团)总公司等单位发起成立的高科技股份有限公司。是科技部及中国科学院联合认定的国家高新技术企业，也是被北京市科学技术委员会认定的骨干高新技术企业。公司成立于 1998 年 12 月，注册地为中关村科技园区中心区。2000 年 5 月，公司在深圳证交所完成了 A 股上市。安泰科技以先进金属材料为主业，服务于战略性新兴产业，在非晶/纳米晶材及制品、难熔材料及制品、粉末材料及制品、磁性材料及制品、焊接材料及制品、过滤材料及环保工程、高速工具钢及人造金刚石工具等领域，为全球高端客户提供先进金属材料、制品及解决方案。

1.12 包头天和磁材科技股份有限公司（以下简称包头天和）

包头天和磁材科技股份有限公司，创立于 2008 年，是专业研发、生产和销售高性能稀土永磁材料的重点高新技术企业、科技创新型企业。天和磁材主营稀土永磁钕铁硼(NdFeB)和钐钴(SmCo)。天和磁材万吨生产基地，坐落于世界稀土之都包头，拥有从稀土原料供应-毛坯生产-完成品加工-表面处理的稀土永磁生产全产业链。

1.13 天津三环乐喜新材料有限公司（以下简称乐喜）

天津三环乐喜新材料有限公司是北京中科三环高技术股份有限公司（股票代码：000970）的控股子公司。自 1990 年成立以来，公司一直致力于研发、生产、销售中、高水平烧结钕铁硼磁体，年生产毛坯能力超过一万吨，是中科三环的重要生产基地。

公司产品广泛应用于汽车驱动电机、人工智能设备、高质量传感器、节能家电、电梯电机、永磁直驱风力发电机、消费类电子、核磁共振等领域。三环乐喜以优异的产品品质和完善的服务赢得了美系、德系、日系及国内代表性新能源汽车企业及其他应用领域知名客户的信赖和赞誉。

2. 参与单位职责及参与程度

本标准参与起草单位职责及参与程度见表1。

表1 起草单位职责及参与程度

单位类别	单位名称	工作职责	方法验证	测试比对	样品加工
牵头单位	宁波科宁达工业有限公司	<p>a. 牵头成立标准项目组，负责按任务落实计划书进度要求有序推进标准研制工作；</p> <p>b. 负责调研及统计分析；</p> <p>c. 负责试验方案设计、制备各类试验样品，组织方法验证及测试比对，数据分析总结；</p> <p>d. 负责编制标准稿、编制说明等文件；</p> <p>e. 负责标准稿意见征集，并组织讨论和完善。</p>	√	成分+磁性能	√
	北京中科三环高技术股份有限公司				
	中科三环(赣州)新材料有限公司				
联席牵头单位	中科院力学研究所	参与标准讨论	/	/	/
主要参与单位	国标(北京)检验认证有限公司 包头稀土研究院	<p>a. 配合中科三环完善波长型X射线仪测晶界扩散磁体成分的方法</p> <p>b. ICP标定成分均匀磁体中元素含量，用于在X射线仪上建测量校准曲线。</p>	√	成分	/
	北京安科慧生科技有限公司	配合中科三环完善能量型X射线仪测晶界扩散磁体成分的方法	√	成分	√
	杭州美磁科技有限公司	按中科三环要求加工各种高精度测试(磁性能/成分)样品	/	/	√
	安徽大地熊新材料股份有限公司	提供成分均匀样品	/	磁性能	/
	虔东稀土集团股份有限公司	ICP标定成分均匀磁体中元素含量，用于在X射线仪上建测量校准曲线。I	/	成分	/
	安泰科技股份有限公司	提供扩散样品及扩散加工。	/	磁性能	√
	包头天和磁材科技股份有限公司	提供扩散样品。	/	磁性能	/
一般参与单位	天津三环乐喜新材料有限公司	提供扩散样品及均匀样品成分分析。	/	磁性能	√
	赣州富尔特电子股份有限公司，福建省金龙稀土有限公司，宁波韵升股份有限公司	提供样品及均匀样品成分分析	/	磁性能	/
	包头金山磁材有限公司，宁波科田磁业股份有限公司，包头市英思特稀磁新材料股份有限公司	提供样品及参与标准讨论。	/	/	/
	有研稀土(荣成)有限公司	均匀样品成分分析及参与标准讨论	/	/	/

表 2 起草小组内单位意见处理汇总统计

单位	2024 年 4 月预审会前			2025 年 10 月审定会前		
	采纳	部分 采纳	不采 纳	采纳	部分 采纳	不采 纳
宁波科宁达工业有限公司	起草、征集意见、讨论和修改完善					
北京中科三环高技术股份有限公司						
中科三环(赣州)新材料有限公司						
中科院力学研究所	0	0	3			
国标(北京)检验认证有限公司	/	/	/			
包头稀土研究院	/	/	/			
北京安科慧生科技有限公司	/	/	/			
杭州美磁科技有限公司	1	0	2			
安徽大地熊新材料股份有限公司	/	/	/			
虔东稀土集团股份有限公司	/	/	/			
安泰科技股份有限公司	/	/	/			
包头天和磁材科技股份有限公司	/	/	2			
天津三环乐喜新材料有限公司	/	/	/			
赣州富尔特电子股份有限公司						
福建省金龙稀土有限公司	/	/	/			
宁波韵升股份有限公司	/	/	/			
包头金山磁材有限公司	2	2	3			
宁波科田磁业股份有限公司	4	4	3			
包头市英思特稀磁新材料股份有限公司、	3	/	2			
有研稀土(荣成)有限公司	5	0	0			
中稀(广西)金源稀土新材料有限公司	1	1	5			

3. 起草人及工作职责

本标准起草人及工作职责见表 3。

表 3 标准起草人及工作职责

参与类别	姓名	工作职责
牵头起草	金国顺、曹朔豪、辜程宏、薛慧力、沈炯	牵头单位内部讨论，参与稀土标委会的讨论会、预审会和审定会；负责制订研究及工作计划、项目调研、资料收集、起草文本、组织验证试验、数据统计、意见收集和处理、标准稿修改完善等工作。
主要参与	夏原、于磊、崔红兵、贾生礼、田红丽 周志国、姚南红、周磊、郁龙	参与方法研究、方法验证、测试比对、参与标准文本校核。提供成分均匀样品及成分标定、样品加工。参与稀土标委会的讨论会、预审会和审定会。
一般参与	刘伍利、戚植奇、张久磊、刘少伟、王瑜、严长江、董改华、林笑	提供样品，参与测试比对，对意见稿、预审稿和审定稿等阶段文本提出修改意见，参与稀标委组织的讨论会、预审会和审定会。

(三) 主要工作过程

1. 可行性研究阶段

(1) 三环系统独立研究阶段

本标准计划立项前，中科三环联合下属企业(科宁达、中科三环(赣州)和乐喜)从 2019 年开始进行了大量可行性研究。

阶段总结：

通过 X 射线仪对晶界扩散磁体中扩散元素含量随扩散深度的变化进行测量，并结合磁性能测试，可以构建出一种稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价的方法。此方法将有助于材料制造商优化晶界扩散工艺。然而，为了提高该方法的实用性与有效性，仍需进一步提升 X 射线仪在测量成分方面的精确度，并完善样品制备流程，以增强其实用价值。

(2) 联合研制阶段

本项目于 2023 年 3 月成功通过稀标委立项论证。为持续提升标准质量，项目牵头单位与在国内 X 射线荧光光谱仪领域具有显著优势的高新技术企业——北京安科慧生科技有限公司携手合作，针对钕铁硼磁体成分测量领域开展了一系列深入研究。在双方的交流与探讨中，提出了创新性的设想：将磁体晶界主扩散面加工成倾斜面，并同步开发 200 μm ×2mm 的条形光斑以及高精度移动平台。这一方案的实施，将使得仅需一次制样便能获得扩散元素含量随深度变化的完整曲线，显著提升测试效率。

阶段总结：装置及其配套软件的研发工作已经完成。然而，鉴于条形光斑尺寸较小，成分测试的精

确度仍需通过调整参数设置以及优化测量过程中的细节规范来进一步提升。

2. 起草阶段

2024年4月任务落实后，牵头单位建立了标准起草小组工作微信群，通过微信、电话、邮件和会议等沟通形式，按计划有序开展标准研制工作。主要工作过程如下：

(1) 2024年8月北京中科三环信赖性实验室向各起草单位发送《稀土铁硼永磁体晶界扩散效果评价方法标准项目调查表》，了解各参与单位在成分检测及磁性能检测方面的设备能力及认可状态、提供样品和参与测试比对的意愿以及材料生产企业目前对晶界扩散工艺效果评价的现状和需求。

(2) 宁波科宁达工业有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、中科三环(赣州)新材料有限公司、安泰科技股份有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司等10家单位按牵头单位需要提供了试验所需样品。杭州美磁科技有限公司等3家单位提供了样品的加工。

(3) 牵头单位组织包头稀土研究院、虔东稀土集团股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司.....等9家单位参与了成分均匀磁体含量的标定工作。

(4) 牵头单位依据调查信息，2024年11月~2025年4月选定国标(北京)检验认证有限公司和包头稀土研究院二家单位，使用其波长型X射线荧光光谱仪，按牵头单位提供的样品及设计的试验方案，开展了大量研究测试比对工作。通过反复优化参数及方案，建立了适合测量稀土铁硼晶界扩散永磁体中扩散元素含量的专用程式，稀土元素Dy/Tb含量测量精度接近0.05wt%分辨率水平，与成分溯源标定所用仪器ICP测量精度相当接近，可以充分满足晶界扩散磁体中扩散元素含量测量精度的需要。

(5) 牵头单位在国标(北京)检验认证有限公司、包头稀土研究院和北京安科慧生科技有限公司三家单位间，组织了三轮晶界扩散磁体中Dy/Tb元素含量测试准确度验证工作。

(6) 牵头单位先后在天津三环乐喜新材料有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司等8家单位之间组织了二次室温及高温磁性能测试比对工作。

(7) 2025年2月牵头单位又组织了一次晶界扩散产品及工艺分布行业调查。

(8) 预审会前稀标委于2025年4月11日组织线上与线下相结合的讨论会，会上中国有色金属工业标准计量质量研究所赵主任及其他多位同志均认为：标准中有磁性能评价参数和扩散元素含量如何测量的方法，但缺乏如何使用这些测量值对晶界扩散效果进行评价的内容，没有形成闭环，显得标准内容不完整。会后牵头起草单位在标准中增加了第7章“晶界扩散效果评价方法的使用”，使得标准内容更完整，也便于非晶界扩散工程技术人员更好地理解和使用标准。

(9) 牵头起草单位基于上述调查信息及测试比对数据分析后的认知，于2025年3月28日前完成了标准征求意见稿和编制说明的起草，并向起草小组内外共计24家单位征求意见。到2025年4月15日为止，有7家单位提出了45条意见，其中采纳的13条，部分采纳7条，不采纳16条，其余预审会上待讨论。

(10) 综合标准起草小组内外多家单位意见后，牵头单位组织内部相关人员反复讨论修改完善后形成了

预审稿。

3. 预审定阶段

(1) 全国稀土标准化技术委员会于2025年3月24日至3月25日在山东梁山县召开了2025年第三次稀土标准工作会议。2025年3月25日，与会专家对本标准进行了预审，与会专家进行了充分沟通和讨论，达成一致后，编制了预审会纪要。会议纪要内容如下：

.....。

(2) 2025年9月 号将预审后修改稿发送到标准起草小组微信群内再次征求意见。到2025年10月31日为止，小组内 家单位回复并提出了 条意见，其中不采纳意见 条，不采纳率为 %，详情见表4。

表4 预审后修改稿征求意见处理汇总结果

序号	单位	意见条数	不采纳条数	不采纳率	采纳条数	部分采纳条数
1						
2						
	合计					

(3) 2025年9月 日将标准稿发给起草小组外 家单位征求意见。到2025年10月31日为止，共收到 家单位意见。意见共 条，其中不采纳意见 条，不采纳率为 %，详情见表5。

表5 向小组外单位征求意见处理汇总结果

序号	单位	意见条数	不采纳条数	不采纳率	采纳条数	部分采纳条数
1						
2						
3						
4						
	合计					

(4) 在处理各单位意见过程中，牵头单位又组织人员仔细查阅了大量 相关标准文献资料，并进行了一系列比对试验，.....

(5) 2025年11月 日,综合标准起草小组内外多家单位意见,并依据试验结果,牵头单位组织内部相关人员反复讨论修改完善后形成了送审稿。

4. 审定阶段

(1) 全国稀土标准化技术委员会于2025年11月 日~11月 日在.....市召开2025年度全国稀土标准化技术委员会年会。会上? 家单位的? 位专家对宁波科宁达工业股份有限公司提交的《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》标准送审稿进行了审定。牵头单位主要起草人首先对2025年 月 日标准预审会后各专家提出意见的处理情况进行了说明,随后对预审会后的主要工作内容进行了全面的介绍,最后与会专家逐条讨论、审议了标准送审稿,提出了。。。条修改意见。

具体修改内容如下:

.....

与会委员一致认为:本标准经多次验证,实验数据充分,征求意见广泛,经多次修改完善后,标准文本内容详实,可操作性强,达到了国际先进水平,同意标准负责起草单位将标准按审定会会议纪要修改后报送至全国稀土标准化技术委员会秘书处,由稀土标委会秘书处作为推荐性国家标准上报。

5. 报批阶段

审定会议结束后,标准牵头起草单位根据审定会会议纪要对送审稿进行了修改。依据.....对送审稿进行了补充完善,并在标准起草小组微信群内征求各位专家意见后,形成《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》标准报批稿,提交全国稀土标准化技术委员会秘书处。

二、标准编制原则

标准牵头起草单位通过与起草小组内的专家代表充分沟通,确定了以下标准编制原则:

(一) 合规性

依据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》的规定进行编制,提高标准的合规性。

(二) 适用性

通过调研,了解国内晶界扩散钕铁硼永磁材料制造商对晶界扩散工艺控制的需求以及质量控制的现状,同时了解国内检测机构在测试扩散元素含量随深度变化方面的测试水平和能力。基于此,有针对性地开展评价方法的研究,致力于解决材料厂工艺技术人员在晶界扩散工艺效果评价过程中所面临的测试

方法不足和不规范的问题。结合行业内的设备仪器现状，合理确定相关技术参数，以确保标准未来的适用性。

（三）科学性

通过反复试验验证，确保测试结果的精度及可溯源性，以试验数据来支撑规范标准中相应技术条款，提高标准的科学性。

（四）先进性

针对国内稀土永磁体企业在晶界扩散工艺优化过程中存在的痛点，与国内外先进的设备生产企业和检测研究机构合作，力求创造性地同时解决制样、成分含量测量精度以及评价参数选择等方面问题。这是国内外稀土磁材行业内晶界扩散效果评价方面研制的首个标准。

三、标准主要技术内容、确定的依据及主要试验和验证情况

（一）标准的主要技术内容

通过行业信息调查，充分了解稀土铁硼烧结永磁体行业内对晶界扩散工艺及产品质量控制的现状后，依据本标准项目研制目的，确定本文件需要规定的主要技术内容及适用范围如下：

本文件规定了稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果的两种常用评价方法：磁性能评价法和扩散元素含量评价法。

本文件适用于评定稀土铁硼烧结永磁体经晶界扩散工艺处理后其综合磁性能相对非扩散工艺制备磁体的磁性能改善情况，以及扩散元素(主要为 Tb 或 Dy)含量在磁体内随扩散深度的分布情况；评价结果可用于晶界扩散工艺的改进。

（二）主要技术参数确定依据及主要试验和验证情况

本标准文本中所有技术指标及相关规范条款的制定，都有大量数据作支撑。数据来自调查、相关研究试验以及组织的行业验证比对试验。主要技术参数确定依据及主要试验和验证情况详见本项目试验报告。下面是对本标准中关键技术参数确定的依据的简要说明。

1. 调研及信息收集

标准研制过程中先后开展了两次大规模调研。收集了稀土磁体中元素含量测量、磁性能测量、晶界扩散产品订单尺寸及磁性能分布、晶界扩散工艺现状和扩散产品质量控制方面的信息。

1.1 通过第一次调研，了解了相关仪器精度、适用性、价格、普及性、及在晶界扩散磁体中扩散元素含量测量方面的实际应用情况后，通过送样品试测，最终决定本标准中稀土扩散元素含量测量选用 X 射线

仪比较合适，可重复测量，测量精度最好，仪器型号多，具有较好的普及性。

1.2 第二次调查，重点了解本行业晶界扩散工艺及扩散质量控制现状、晶界扩散产品磁性能和尺寸分布、以及磁性能测量监控方面信息。

1.3 结合两次调查，我们初步确定波长型 X 射荧光光谱仪样品杯通光孔径应选择 $\phi 10\text{mm}$ 。并初步确定磁性能测试样品加工的尺寸范围：直径不超过 $\phi 10\text{mm}$ 具有更好的普适性。

2. X 射线荧光光谱仪管电压和管电流的确定依据

由于是用 X 射线仪来测量晶界扩散磁体内部扩散元素的含量，而扩散元素含量在磁体内是存在梯度的。管电压越高，X 射线穿透深度越大，其在样品表面测量的含量值对应的深度范围也越大，因此选用较低的管电压能有效缩小含量值对应深度范围，提高含量测试值在磁体内的指向精度。

稀土行业用于无损检测的 X 射线荧光光谱仪管电压分布范围：有的在 20KV~60KV，有的在 10KV~50KV 之间；结合稀土磁体中扩散元素特征谱的范围；我们选取 30KV/40KV/50KV/60kV 四种管电压测试成分均匀稀土磁体中稀土元素含量，结果见下表 6。表 6 中数据表明 X 射线仪管电压在 30kV~60kV 内变化，对稀土元素 Dy/Tb 含量测量准确性无明显影响。另外管电压过低，可能影响到稀土元素 L 线的有效激发。因此选择现有 X 射线荧光光谱仪管电压偏下限的 30kV 测量晶界扩散磁体中 Dy/Tb 元素含量是适宜的。

表 6 在波长型 X 射线仪器上用不同管电压测成分均匀磁体中稀土元素含量的对比试验结果 (wt%)

管电压/电流	不同样品编号及其中 Dy/Tb 元素含量											
	MC2021107		DDX241119		DDX241121		FRT2021092 3		GD221209		FRT241115	
	Dy	Tb	Dy	Tb	Dy	Tb	Dy	Tb	Dy	Tb	Dy	Tb
ICP+化学法	2.89	0.00	5.06	2.80	3.15	5.50	0.40	0.46	1.53	7.75	3.00	2.94
60kV/60mA	2.96	0.00	4.86	2.83	3.17	5.49	0.39	0.40	1.56	7.87	2.91	2.98
50kV/50mA	2.86	0.00	4.84	2.92	3.09	5.70	0.36	0.46	1.55	7.90	2.94	2.95
40kV/50mA	2.82	0.00	4.72	2.84	3.11	5.61	0.37	0.42	1.59	7.92	2.97	2.93
30kV/70mA	2.94	0	4.83	2.85	3.11	5.58	0.35	0.44	1.55	8.07	2.93	2.93

相对管电压来说，管电流的选择就不那么重要了，其对穿透深度影响不大，影响的是信号强度。上述结果说明 70mA 管电流是满足信号强度要求的，再大一些对结果也没坏处，其上限受到电子管功率的约束。对能量型 X 射线仪来说，因其电子管功率比波长型仪器低得多，通常应选择接近其最大功率对应的电流进行测量，约 $300\mu\text{A}\sim 1000\mu\text{A}$ 。

3. 测量含量随深度变化趋势时，深度间隔(或测量点数)确定的依据

测量点之间深度间隔应结合 30KV 管电压的 X 射线在磁体中的有效穿透深度来确定，下面是穿透深度估算依据。

① 因 30kV 只能激发并测量稀土元素的 L 线，某 X 射线仪器有限公司技术人员通过计算机软件估算的有效穿透深度如下：

a. 30kV x 射线对纯元素 Dy 的有效穿透深度在下图 1 绿色线与蓝色线的右侧交叉点处，约为 18 μm 。

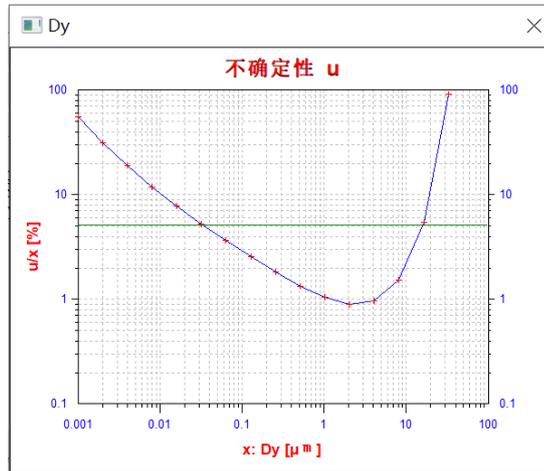


图 1

b. 30kV x 射线对纯元素 Tb 的有效穿透深度在下图 2 绿色线与蓝色线的右侧交叉点处，约为 17 μm 。

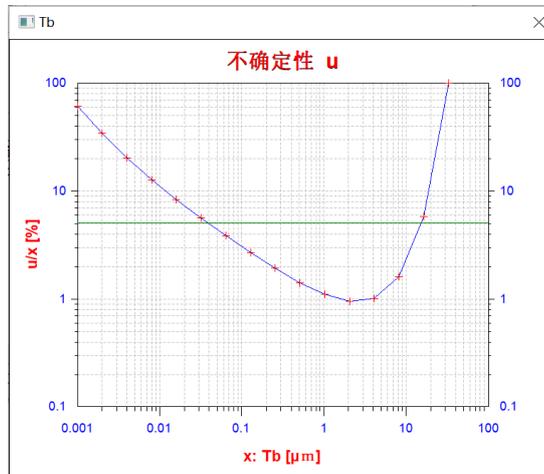


图 2

② 另一 X 射线仪器公司技术人员通过将晶界扩散磁体主扩散面加工成 1:100 的倾斜面后用 200 $\mu\text{m}\times 2\text{mm}$ 条形光斑扫描磁体扩散面中 Nd 含量，通过软件进行拟合估算得到的有效穿透深度数据见下图 3。

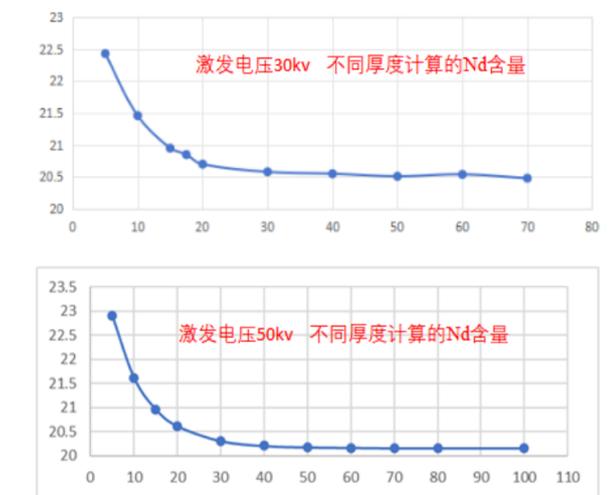


图 3

上图 3 表明用 30kV 管电压测量稀土铁硼烧结永磁体成分含量时，其测量值对应为磁体内 20 μm 深度范围内元素含量加权平均值。

综合上述不同 X 射线仪器厂家数据，在考虑扩散元素在晶界扩散磁体内随深度不断下降的因素后，依梯度权重估算，大致可以得到以下结论：

用 X 射线仪 30kV 管电压参数测量晶界扩散磁体表面所得扩散元素含量值，其与磁体内 7 μm ~10 μm 深度范围处含量相当。依据上述数据，建议在测量晶界扩散磁体中扩散元素含量随深度变化时，样品去皮量（深度间隔）以大于 10 μm 较为合理。

4. 标样成分确定

我们从国内 10 多家稀土磁材企业征集了近 40 种成分均匀的稀土铁硼烧结磁体，包括传统非扩散工艺制备的样品及扩散前的黑片。提供样品厂家包括科宁达、三环(赣州)、三环乐喜、包头天和、大地熊、安泰科技、有研(荣成)、富尔特、美磁、瓦克华、科田、金山……

然后请 8 家以上单位用 ICP 仪器对上述磁体成分进行了筛查测试，最后测量元素由 22 种减少到以下 15 种：Dy、Tb、Pr、Nd、Ho、Gd、Fe、Co、Cu、Ga、Nb、Zr、Al、O、B，剔除了 C、S、Cr、Mn、V、N 等含量极少的元素（富铈磁体还应包括 Ce）。

5. 标样中 Dy/Tb 含量范围确定的依据

依据立项初期所做的研究测试结果，尽管扩散涂覆层中 Dy 或 Tb 含量较高，但进入磁体表层含量通常不超过 10wt%，数据详见表 6。因此标样中 Dy 或 Tb 含量上限确定为 10wt%。

表 7 两家单位用不同类仪器对不同含量晶界扩散样品的测试结果比较

样品种类	样品编号	单面去皮里 μm	安科慧生能量型X射线仪	国标北京波长型X射线仪	不同仪器所测含量偏差
			30kV/400 μA /150s	30KV/70mA/20s	
			200 μm ×2mm光斑	ϕ 10mm光孔径	
			Tb(%wt)	Tb(%wt)	
正常扩散 25 μm	AT-Tb-1-1-1	5	9.23	9.35	0.12
	AT-Tb-1-3-1	35	4.72	4.63	-0.09
	AT-Tb-1-4-1	62	3.51	3.45	-0.06
	AT-Tb-1-5-1	79	2.83	2.81	-0.02
	AT-Tb-1-6-1	100	2.83	2.83	0.00
	AT-Tb-1-7-1	121	2.21	2.09	-0.12
	AT-Tb-1-8-1	145	1.92	1.85	-0.07
	AT-Tb-1-9-1	159	1.84	1.86	0.02
	AT-Tb-1-10-1	181	1.59	1.54	-0.05
	AT-Tb-1-11-1	/	2.16	2.17	0.01
	AT-Tb-1-12-1	/	2.05	1.93	-0.12
	AT-Tb-1-13-1	/	2.12	2.08	-0.04
扩散物涂层厚度 50 μm 加倍	AT-Tb-2-2-1	20	9.03	9.29	0.26
	AT-Tb-2-3-1	45	8.31	8.62	0.31
	AT-Tb-2-4-1	61	7.37	7.24	-0.13
	AT-Tb-2-5-1	86	7.55	7.51	-0.04
	AT-Tb-2-7-1	125	5.72	5.75	0.03
	AT-Tb-2-8-1	139	6.27	6.49	0.22
	AT-Tb-2-9-1	159	5.32	5.24	-0.08
	AT-Tb-2-10-1	183	5.50	5.46	-0.04

6. 不同单位不同 X 射线仪测量晶界扩散样品含量的偏差

数据见上表 6，含量超 5wt%时，最大偏差约 0.3wt%，对应的相对百分比偏差约 4%；含量在 2wt%以下的，最大偏差为 0.12wt%，对应的相对偏差约 6%。

7. A 类样品(波长型 X 射线仪测试用样品)尺寸确定的依据

表 8 用通光孔径为 10mm 样品杯测量时定位偏差对含量的影响试验

样品编号	样品尺寸(mm)	表面Tb含量%wt	备注
0#	25×21×4.372	4.13	将0#样品一分为四后复测。 扩散前基材厚度为4.42mm。
0-1#	12×10.5×4.3706	4.73	
0-2#	12×10.5×4.3725	4.18	
0-3#	12×10.5×4.3710	4.58	
0-4#	12×10.5×4.3686	5.11	
结论	1.上述4个小样品表面扩散元素含量偏差接近1%wt，说明扩散源涂覆相当不均匀。进行比对测量时，样品尺寸应用较测量杯光孔径稍大一点即可。 2.对 ϕ 10mm光孔径样杯，样品尺寸为12mm×12mm是合适的，可通过控制定位来提高测量重复性。		

8. 测量含量时重复测量次数确定的依据

表 9 用通光孔径为 10mm 样品杯 3 次连续测量的重复性偏差

样品编号	Tb含量中位值 %wt	单次测量值相对中位值的最大偏差 %wt	厚度为6mm扩散样品单面去皮量 μm	正常扩散元素含量分布
TH-0	9.57	0.07	8	高含量区：(1~10) %wt， 深度：(0~0.1) mm。
TH-5	4.32	0.04	71	
TH-10	1.13	0.09	123	
TH-15	0.45	0.03	303	低含量区：(0.2~1.0) %wt， 深度：(0.1~1.0) mm。
TH-18	0.29	0.04	804	
TH-19	0.24	0.01	1006	
TH-20	0.19	0.03	1507	微含量区：(0.10~0.20) %wt， 深度：(1.0~2.5) mm。
TH-21	0.14	0.02	2000	
TH-22	0.11	0.03	2500	
TH-23	0.08	0.04	3000	接近检出限区域，深度：>2.5mm。
说明	1. 依据偏差估计检出限约0.10%wt，单次含量测试值低于0.10%wt，不能确认是否有扩散元素。需要多次与基材样品进行比对测量才可确认扩散元素是否存在。 2. 由于检出限接近0.10%wt，测量晶界扩散磁体表面扩散元素含量时，原始值可保留至0.01%wt位，另至少应重复测量3次。建议取中位值作为最终测量结果。			

因为磁体内偏中心的部位扩散稀土元素含量较低，重复测 3 次取平均值能有效提高含量测量准确性，有助于对晶界扩散效果进行更准确的评价。

9. B 类样品(能量型 X 射线仪测试样品)加工斜度以及样品移动步长确定的依据

因倾斜样品是用于能量型 X 射线仪通过自动扫描完成快速测试需要用的，其长条形光斑尺寸为 $200\ \mu\text{m} \times 2\text{mm}$ ， $200\ \mu\text{m}$ 方向尺寸与倾斜面长度方向一致。倾斜度选 1:100， $200\ \mu\text{m}$ 的光斑范围对应的扩散深度相差 $2\ \mu\text{m}$ ，与磨加工的 A 类样品 $\phi 10\text{mm}$ 范围的高度差没有太明显差异。如果斜度太大，会影响到所测含量对应扩散深度的准确性。从晶界扩散工艺研究角度出发，B 类样品倾斜面长度很容易做到 40mm，在整个倾斜面长度范围内，扩散深度的高度差可达到 $400\ \mu\text{m}$ ，能满足精细化研究的需要。

实际扩散磁体边长多在 15mm~40mm 范围，建议倾斜面样品移动的步长在 1.0mm 左右，步长对应深度约 $10\ \mu\text{m}$ ，可保证一条曲线测量点数在 15~40 之间。

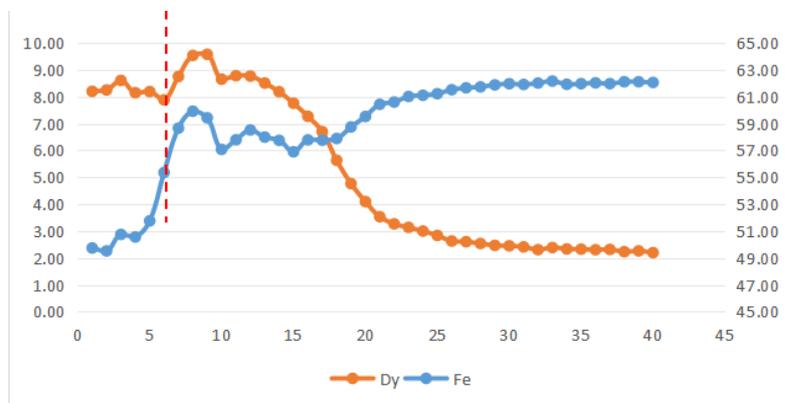


图 4 能量型 X 射线仪在倾斜测试面上扫描得到的含量曲线(横轴为测量点数，纵轴为含量。)

10. 磁性能改善评价指标的确定依据

晶界扩散工艺相对传统非扩散工艺，对磁体磁性能的影响，最显著的就是内禀矫顽力大幅提升，而其余两个主要磁性能指标：剩磁和磁能积变化非常小，几乎小于常规测量不确定度水平。因此用扩散前后室温 H_{cJ} 的差 δ 作为评价磁性能改善效果最有代表性。

表 10 室温条件下晶界扩散后磁体内禀矫顽力提升幅度测试值比对

供样类别	样品编号	三环乐喜		大地熊		安泰科技		包头天和		评估值 δ 的极差
		HcJ (K0e)	δ (K0e)							
未扩散基材	MC-0	21.81	/	21.34	/	21.57	/	22.04	/	/
正常扩散品	MCB-4	30.25	8.44	29.58	8.24	29.91	8.34	30.55	8.51	0.27
加倍扩散品	MCD-4	30.80	8.99	30.14	8.80	30.54	8.97	31.02	8.98	0.19
未扩散基材	TH-0	22.29	/	21.90	/	22.15	/	22.68	/	/
正常扩散品	THB-5	31.15	8.86	30.58	8.68	30.94	8.79	31.68	9.00	0.32
备注	以室温条件下扩散后磁体单面去皮0.1mm~0.5mm后的HcJ测试值与未扩散磁体HcJ测试值的差，作为晶界扩散前后整体磁性能改善效果评价参数 δ 。									

11. 磁性能均匀性评价指标

因为晶界扩散工艺，导致扩散元素 Dy 或 Tb 含量随扩散深度变化，而样品中心区扩散元素含量增加值最小。而 H_{cJ} 随 Dy 或 Tb 含量的增加而增加，并逐渐趋近饱和。因此选择晶界扩散磁体内部的 H_{cJ} 与整体 H_{cJ} 的偏差 σ 作为评价磁性能均匀性的指标是合理的。

表 11 晶界扩散磁体内部与整体内禀矫顽力之间的偏差 σ 测试比对结果

供样类别	样品	三环乐喜	大地熊	安泰科技	包头天和	评估值 σ 的极差
		HcJ (KOe)	HcJ (KOe)	HcJ (KOe)	HcJ (KOe)	
5.2mm厚度正常扩散	MCB-2	30.09	29.45	29.78	30.3	
	MCB-4	30.25	29.58	29.91	30.55	
	σ (KOe)	0.16	0.13	0.13	0.25	0.12
5.2mm厚度加倍扩散	MCD-2	30.72	29.91	30.52	30.73	
	MCD-4	30.80	30.14	30.54	31.02	
	σ (KOe)	0.08	0.23	0.02	0.29	0.2
6.1mm厚度正常扩散	THB-2	30.12	29.46	29.74	30.49	
	THB-5	31.15	30.58	30.94	31.68	
	σ (KOe)	1.03	1.12	1.20	1.19	0.17
备注	以室温条件下扩散后磁体单面去皮0.1mm~0.5mm后的HcJ测试值与双面对称去皮剩余厚度为2mm样品的HcJ测试值比较，评估磁体内外磁性能均匀性 σ 。					

表 12 去皮不同厚度的晶界扩散磁性能测试样品表面扩散元素含量与 Hk 的相对变化量 λ

供样单位	样品种类	测试样品编号	磁性能测试样品尺寸 (mm)		样品双面扩散元素 Tb 的含量 %wt	室温 Hcj (KOe)	大地熊室温测Hk		实验室120℃测Hk		
			直径	两面对称去皮后样品高度			(KOe)	内部Hk相对表面的比值 λ	(KOe)	内部Hk相对表面的比值 λ	
美磁	未扩散基材	MC-0	10×10×5.0		0	21.82	/	/	/	/	
	5.2mm厚样品上下两面正常扩散 (40.8×26×5.2)	MCB-1	9.77	1.093	0.18	30.17	22.70	0.913	/	/	
		MCB-2	9.77	1.993	0.23	30.09	24.23	0.979	15.23	0.978	
		MCB-3	9.76	2.992	0.27	30.24	24.75	0.995	15.49	0.994	
		MCB-4	9.77	3.990	0.34	30.25	24.85	0.999	15.58	1.000	
		MCB-4.5	10×10×4.49		0.38	30.25	24.88	1.000	/	/	
		MCB-5.16	10×10×5.16		9.6	30.28	24.75	5.16mm厚样品表面还有少量扩散涂层。			
	5.2mm厚样品上下两面扩散物厚度加倍 (40.8×26×5.2)	MCD-1	9.75	1.091	/	30.65	23.24	0.919	/	/	
		MCD-2	9.75	1.992	/	30.72	24.42	0.966	15.43	0.971	
		MCD-3	9.75	2.987	/	30.83	25.30	1.000	15.86	0.998	
		MCD-4	9.75	3.991	/	30.80	25.29	1.000	15.89	1.000	
	天和	未扩散基材	TH-0	10×10×6.0		0	22.30	/	/	/	/
		6.1mm厚样品上下两面正常扩散 (62×15×6.1)	THB-1	9.77	1.096	0.11	30.24	24.36	0.833	/	/
THB-3			9.77	3.000	0.23	30.99	28.27	0.967	16.06	0.991	
THB-5.5			9.77	5.495	0.64	31.15	29.24	1.000	16.21	1.000	

由于晶界扩散磁体内部磁性能参数中， H_k 矫顽力对扩散元素含量的均匀性更加敏感，相比 H_{cJ} ，其相对整体磁体的变化量更大。由于磁体依 H_{cJ} 大小分为 EH、UH、SH，用磁体内部的 H_k 与整体 H_k 的比值 λ

评价磁体磁性能均匀性，比用 H_k 的绝对值差更有优势。

12. 测量磁体内部磁性能的样品厚度确定的依据

从上表 11 中，5.2mm 厚度晶界扩散磁体内部中心 1mm、2mm、3mm 和 4mm 厚度样品磁性能对比看，有效扩散含量(磁体局部 H_{cJ} 趋近饱和需要的扩散量)在 0.2wt%~0.3wt%范围，导致 3mm 以上厚度样品的 H_k 相差不到 0.5%，与重复性不确定度水平相当；而 2mm 厚样品相比整体的 H_k 下降了近 3%，1mm 厚样品相比整体的 H_k 下降了近 10%，这些差异是可有效识别的。又由于 1mm 厚度样品加工及磁性能测量难度相比 2mm 厚度样品要大不少，为了标准具有较好的普适性，建议加工晶界扩散磁体内部磁性能测试样品时，同时保留 1mm 和 2mm，以 2mm 为宜。

13. 测量晶界扩散样品磁性能时直径尺寸确定的依据

因晶界扩散样品室温内禀矫顽力比较高，需要用开路脉冲方式测量，要求较高的测量磁场，因此测量线圈的直径通常不可能太大。此类设备多为进口，样品直径方面多限定不超 10mm。因此推荐样品尺寸：直径为 $\phi 9\text{mm} \sim \phi 10\text{mm}$ 的圆片，或边长为 7mm~10mm 的方片。

另外厚度规定为 2mm~10mm，是同时考虑了晶界扩散前后样品可能的高度。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及知识产权问题。

五、预期达到的社会效益

(一) 标准的先进性、创新性

1. 牵头起草单位标准研制技术能力

牵头起草单位创始人王震西院士在 20 世纪 80 年代，响应政府号召，通过科工贸相结合的方式，在国内率先实现了稀土铁硼永磁材料的大规模工业化生产。较长时间以来，三环公司一直是行业技术进步的引领者和推动者。公司非常重视方法标准的研制。表 8 和表 9 是牵头起草单位近十多年来参与稀土永磁相关标准研制工作的统计结果。牵头单位在行业内的地位以及相关技术人员在标准研制方面的丰富经验，是本标准的先进性和创新性的有力保障。

宁波科宁达工业有限公司参与及主导了 4 项国家标准的起草，详见表 13。

表 13 科宁达参与标准情况

序号	标准号	标准中文名称	主持/参与
1	GB/T 40792-2021	烧结钕铁硼永磁体失重试验方法	参与
2	GB/T 40794-2021	稀土永磁材料高温磁通不可逆损失	参与
3	GB/T43489-2023	烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验	牵头
4	20243663-T-604	永磁产品中盐雾试验方法	参与

中科三环高技术股份有限公司参与及主导了 28 项国家标准的起草，详见表 14。

表 14 中科三环参与标准情况

序号	标准号/计划号	标准中文名称	主持/参与
1	GB/T 43750-2024	各向同性稀土粘结永磁粉磁特性测量方法	参与
2	GB/T 43489-2023	烧结钕铁硼永磁体 恒定湿热试验	主导
3	GB/T 42668-2023	钕铁氮粘结永磁粉	参与
4	GB/T 41967-2022	各向异性钕铁硼永磁粉	参与
5	GB/T 42160-2022	晶界扩散钕铁硼永磁材料	参与
6	GB/T 40790-2021	烧结铈及富铈永磁材料	参与
7	GB/T 40792-2021	烧结钕铁硼永磁体失重试验方法	主导
8	GB/T 40793-2021	烧结钕铁硼表面涂层	参与
9	GB/T 40794-2021	稀土永磁材料高温磁通不可逆损失检测方法	参与
10	GB/T 39494-2020	新能源汽车驱动电机用稀土永磁材料表面涂镀层结合力的测定	参与
11	GB/T 34490-2017	再生烧结钕铁硼永磁材料	参与
12	GB/T 34491-2017	烧结钕铁硼表面镀层	参与
13	GB/T 34494-2017	氢碎钕铁硼永磁粉	参与
14	GB/T 34495-2017	热压钕铁硼永磁材料	参与
15	GB/T 13560-2017	烧结钕铁硼永磁材料	参与
16	GB/T 20168-2017	快淬钕铁硼永磁粉	主导
17	GB/T 31967.1-2015	稀土永磁材料物理性能测试方法 第 1 部分：磁通温度特性的测定	参与
18	GB/T 29655-2013	钕铁硼速凝薄片合金	参与
19	GB/T 18880-2012	粘结钕铁硼永磁材料	参与
20	20243663-T-604	永磁产品中盐雾试验方法	主导

21	20241726-T-469	钕铁硼速凝薄片合金	参与
22	20240019-T-469	产品碳足迹 产品种类规则 稀土永磁材料	参与
23	20240511-T-469	稀土永磁体防护层腐蚀试验方法	参与
24	20240519-T-469	稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法	主导
25	20231411-T-469	稀土永磁材料物理性能测试方法 第4部分：抗压强度的测定	参与
26	20230778-T-469	钕镨铁磁致伸缩材料	参与
27	20230780-T-469	钕铁硼复合颗粒料	参与
28	20230781-T-469	烧结稀土永磁体拼接技术规范	参与

2. 标准内容的先进性和创新性

随着市场竞争越来越激烈，晶界扩散工艺应用越来越普及，新的扩散技术也不断涌现。但晶界扩散效果的评价一直缺乏权威的指导文件，本标准可有效填补这一空白，可解决磁材生产企业工程技术人员在评价晶界扩散工艺方面存在的困惑。其先进性和创新性体现在以下三个方面：

① 建立了用 30kV 管电压 X 射线仪测量晶界扩散磁体成分的方法

本标准研制过程中，提出了用 X 射线荧光光谱仪来测量晶界扩散磁体中扩散元素含量随扩散深度变化趋势的方案，通过标样校正、管电压和样品尺寸等参数优化，使得磁体中 Dy/Tb 元素含量测量准确度达到了与 ICP 测试相当的水平，解决了晶界扩散磁体样品中稀土元素含量随深度变化趋势精确测量的难题。

② 建立了用小光斑 X 射线扫描晶界扩散磁体表面来判定扩散程度和识别选区扩散区域的方法

③ 建立了用晶界扩散磁体内的 H_k 与整体 H_k 的比值来评价晶界扩散磁体磁性能均匀性的方法

本标准研制过程中，通过反复比对测试扩散磁体内外相关区域磁性能变化，并结合样品表面扩散元素含量的变化。提出了有效扩散量（对应 H_{cJ} 趋近饱和）和有效扩散深度（对应 H_k 开始显著下降）的概念，创造性提出用晶界扩散磁体内的 H_k 与整体 H_k 的比值来评价晶界扩散磁体磁性能的均匀性。

总之，本标准从解决晶界扩散效果评价过程中的痛点入手，通过大量科学试验，构建起了完整的晶界扩散效果评价体系，包括了磁性能评价法和元素含量评价法。科学选择磁性能均匀性评价参数 λ ，让磁性能参数评价指标可与扩散元素含量变化之间建立一定程度的联想，具有很好的创新性。

（二）标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

本标准针对晶界扩散烧结稀土铁硼永磁体生产工艺及产品特点制定。标准的实施将进一步完善稀土永磁功能材料的标准体系。

本标准实施后，可提高磁材生产企业评价晶界扩散产品质量和晶界扩散工艺效果的规范化水平，有助于材料厂研发出具有更高性价比的产品，同时节省宝贵重稀土资源和减少能源浪费。

晶界扩散磁体是新能源汽车电机和人形机器人这两大极具潜力的重点发展领域不可缺少的关键功能材料。本标准实施后对促进行业高质量发展会产生一定贡献，可进一步强化我国在稀土永磁行业的竞争优势，推动我国“碳达峰”和“碳中和”目标更快实现。

综合来看，本标准实施后，预期会产生很好的经济效益和社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

与 GB/T 40794-2021《稀土永磁材料高温磁通不可逆损失》、GB/T 40792-2021《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》和 GB/T43489-2023《烧结钕铁硼永磁体恒定湿热试验方法》等标准构成烧结稀土永磁材料系列方法标准

八、重大分歧意见的处理和依据

无

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准作为稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法标准，主要适用于材料生产企业内部优化晶界扩散工艺。可向稀土烧结永磁体制造企业和第三方专业检测单位推荐，通过组织相关单位学习或参加相关比对活动等方式来宣贯本标准。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其它应予说明的事项

无。

《稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法》标准起草小组

2025年4月18日