

中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—xxxx

稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法

Evaluation for grain boundary diffusion result of sintered rare earth

iron boron permanent magnets

(初稿 2025. 04. 08)

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

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：

本文件主要起草人：

稀土铁硼烧结永磁体晶界扩散效果评价方法

1 范围

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前后综合磁性能的改善情况，以及扩散元素铽（Tb）或镝（Dy）在磁体内的含量随扩散深度的变化情况；评价结果能为晶界扩散工艺的改进提供参考。

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 678 化学试剂 乙醇（无水乙醇）。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 3217 永磁（硬磁）材料磁性试验方法

GB/T 29628 永磁（硬磁）脉冲测量方法指南

GB/T 42160 晶界扩散钕铁硼永磁材料

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

稀土铁硼烧结永磁体 sintered rare earth iron boron permanent magnet

具有一定几何外形的块状稀土铁硼烧结永磁材料，包括毛坯、半成品以及成品。

3.2

晶界扩散 grain boundary diffusion

通过浆料涂覆（喷涂，丝网印刷）、物理气相沉积（磁控溅射，蒸发镀）和固态粘覆（粉末，固态金属）等方法，在磁体表面覆盖含有重稀土元素（如 Dy 或 Tb）的粉末或化合物等，再通过热处理过程，促使重稀土元素沿着晶界从磁体表面向内部扩散，从而以较低的重稀土含量实现矫顽力（ H_{cJ} ）提升的工艺过程。

3.3

膝点矫顽力 H_{k} knee coercivity

是指在永磁材料的 $4\pi M-H$ 退磁曲线上，当磁极化强度 $4\pi M$ 下降到剩磁 B_r 的90%时对应的磁场强度。这个点对应的磁场强度通常用 H_{k} 来表示，称膝点矫顽力。 H_{k} 是评价磁体抗退磁能力的一个重要指标，常用于评价在类似电机这样高工作温度环境中磁体的磁性能稳定性。

4 磁性能评价法

4.1 方法概述

磁性能评价法是通过测量晶界扩散工艺制备磁体的磁性能和晶界扩散工艺处理前的磁体经时效热处理后的磁性能，并对与扩散工艺紧密相关的磁性能参数进行分析，达到了解(衡量)扩散效果的方法。与扩散效果评价相关的主要参数包括：扩散后磁体内禀矫顽力 H_{cJ} 提升幅度 δ 、磁体内部 H_{cJ} 与整体 H_{cJ} 的偏差 σ 、磁体内部 H_{k} 与整体 H_{k} 的比值 λ 。磁性能测量依据标准GB/T 3217或GB/T 29628规定执行。

4.2 晶界扩散前样品磁性能测量

4.2.1 晶界扩散前的磁体，经时效热处理后，加工成便于磁性能测量的样品，然后按4.1条中所述标准方法测量室温磁性能。

4.2.2 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 $7\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ 的方片；厚度为 $2\text{ mm} \sim 10\text{ mm}$ 。

4.3 晶界扩散后样品整体磁性能测量

4.3.1 晶界扩散后的磁体样品，用磨削加工的方式完全清除掉样品表面残余扩散源物质及氧化物。单面加工去皮厚度为 $80\text{ }\mu\text{m} \sim 120\text{ }\mu\text{m}$ 。

4.3.2 按4.3.1条方式加工后，若样品尺寸较大不适合直接测试磁性能，可用不改变样品主扩散方向（通常为易磁化方向）尺寸的方式，将样品加工成便于进行磁性能测量的样品（尺寸参考4.2.2条），然后按4.1条中所述标准方法测量室温和 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的磁性能。

4.4 晶界扩散后样品内部磁性能测量

4.4.1 按 4.3 条规定加工样品后，再沿主扩散方向双面对称去皮至最终所需要的测试深度，其中两主扩散面去皮厚度之间的偏差宜小于 0.1 mm。然后按 4.1 条中所述标准方法测量室温和 120 °C 的磁性能。

4.4.2 晶界扩散磁体内部磁性能测量样品厚度，可参见表 1。一般以 2.0 mm 厚度为宜。

表 1 晶界扩散后磁体内部磁性能测量样品参考厚度值（为与 7.2 条一致，此表或可删除）

内部磁性能测量 样品厚度（mm）	晶界扩散磁体厚度（mm）				
	1.5~2(应删除，这种厚度样品磁性能应很均匀)	2~4	4~5	5~6	6~10
3.0	×	×	×	√	√
2.0	×	√	√	√	√
1.0	√	√	√	√	√
备注：1.0 mm 厚度样品，磁性能测量不确定度相对较大。					

4.5 用机械切削方式加工的样品，推荐用体积百分比为 4% 的稀硝酸溶液清洗 20 s~100 s，再用无水乙醇脱水后吹干。上述清洗过程可去除样品表面机加工缺陷层对样品磁性能的影响。

4.6 磁性能测量时，室温应控制在 23 °C ±3 °C 范围内。按 4.2 条、4.3 条和 4.4 条测量的室温温度最大偏差宜控制在 0.5 °C 以内。温差超范围时，可将测量结果按一定温度系数修正到其中某一次测试温度对应的测量值。

4.7 晶界扩散后磁体整体磁性能改善效果评价

晶界扩散后磁体整体磁性能改善效果，用扩散后磁体室温内禀矫顽力 H_{cJ} 提升幅度 δ 来表征。参数 δ 可依据 4.2 条和 4.3 条中二次室温测量的 H_{cJ} ，按下列公式(1)计算。

$$\delta = \text{扩散后磁体室温的 } H_{cJ} - \text{扩散前磁体经时效热处理后室温的 } H_{cJ} \dots\dots\dots (1)$$

4.8 晶界扩散后磁体磁性能的均匀性评价

晶界扩散后磁体磁性能的均匀性，用相同温度下扩散后磁体内部与整体内禀矫顽力 H_{cJ} 之间的偏差 σ 以及磁体内部与整体 H_k 矫顽力的比值 λ 来表征。参数 σ 体现晶界扩散磁体内内禀矫顽力的均匀性。参数 λ 体现晶界扩散磁体内膝点矫顽力 H_k 的均匀性。

参数 σ 和 λ 可依据 4.3 条和 4.4 条中两次相同温度下的磁性能测量值，按下列公式（2）和公式（3）计算。

$\sigma = \text{扩散磁体内部}H_J - \text{扩散磁体整体}H_J \dots\dots\dots (2)$

$\lambda = (\text{扩散磁体内部}H_k / \text{扩散磁体整体}H_k) \times 100\% \dots\dots\dots (3)$

4.9 依公式(1)~(3)的计算结果应按GB/T 8170规定进行数值修约。评价参数δ和σ保留至0.01 kOe，评价参数λ保留至0.1%。

5. 扩散元素含量评价法

5.1 方法概述

扩散元素含量评价法是用 X 射线荧光光谱仪直接测量扩散元素 Dy 或 Tb 在永磁体表面及内部一定深度范围内的含量及变化趋势来评价晶界扩散效果的方法。将晶界扩散样品内部与整体的磁性能变化与扩散稀土元素含量随扩散深度的变化进行关联，可用于优化晶界扩散工艺，开发具有高性价比的磁体。

5.2 仪器设备

X 射线荧光光谱仪分为波长型和能量型两类，其用于晶界扩散烧结磁体中扩散元素含量测量时，相关要求见下表 3。

表 3 不同类型 X 射线荧光光谱仪测量晶界扩散烧结磁体中元素含量时的要求

仪器类型	管电压	管电流	测量周期	检测器	测量光斑大小	标样
波长型	30 KV	70 mA~120 mA	≥20 s	流气式正比计数器+闪烁计数器	样品杯通光孔径为 φ10 mm	均需用标样溯源
能量型	30 KV	300 μA~1000 μA	≥100 s	半导体探测器	100 μm~3 mm	

5.3 标样定值

5.3.1 用非晶界扩散工艺制备一组含 Dy 和 Tb 成分均匀的稀土烧结磁体。磁体中 Dy 和 Tb 元素的含量分布在 0 wt%~10 wt%区间。Dy 和 Tb 元素的含量可参考以下数字取值：0、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0、7.0、10，偏差小于 1，单位为 wt%。

5.3.2 用 ICP 光谱仪标定上述磁体样品中元素含量时，至少应重复测量 3 次，取平均值作为磁体中各元素的标称值。ICP 标定的元素质量百分比含量至少应精确至小数点后两位，即 0.01wt%。测量元素种类可依据测量目标磁体成分的需要增减，一般包括：Dy、Tb、Pr、Nd、Ho、Gd、Ce、Fe、Co、Cu、Ga、Nb、Zr、Al、O、B 等元素。

5.3.3 可通过比对方式进一步提高上述磁体成分标称值的准确性，其中稀土元素 Dy 和 Tb 含量标称值

最大允许偏差宜小于 0.05wt%。

5.3.4 用上述已定值的磁体加工标样。标样表面应颜色均匀、干净平整，无砂眼、裂纹和氧化物等肉眼可见缺陷。标样尺寸：14 mm～20 mm 之间的方片或圆片，厚度 5 mm～10 mm 为宜。标样应用防锈纸包裹保存，以免生锈。

5.4 在 X 射线荧光光谱仪上建立测量程式

5.4.1 用 X 射线荧光光谱仪测量已定值的标样，将多个标样标称值与测量值比较，绘制各元素校正曲线，按校正系数对仪器测量值进行修正。通过这种方式在 X 射线仪上建立稀土铁硼烧结磁体中 Dy 和 Tb 元素含量测量的程式。可依据需要建立多个测量程式(如有 Ce 和无 Ce 的程式等)。建测量程式时的参数选择可参考附录 A。

5.4.2 如仪器不能准确测定 B 元素和 O 元素含量，可按硼元素含量为 0.95 wt%，氧元素含量为 0.05 wt%，将除 B、O 以外的其他元素归一到 99 wt%。

5.4.3 测量程式测量准确度验证：测量 10 个以上已定值的标样，所有标样的 Dy 或 Tb 元素含量测量值与标称值的偏差的算术平均值应小于 0.05 wt%，才可确认用测量程式测量稀土磁体中 Dy 和 Tb 元素含量的测量值与用 ICP 溯源的标称值之间无系统偏差。

5.5 单一扩散深度样品的制备及要求(A 类样品)

5.5.1 样品水平方向尺寸

样品水平方向尺寸比波长型 X 射线仪样品杯内通光孔直径大 2mm 为宜。当通光孔直径为 $\phi 10$ mm 时，可用机加工方式将晶界扩散后的磁体加工为 12 mm 左右的圆片或方片。

5.5.2 样品测量面的加工及要求

先用高精度单面磨床将与待测主扩散面对应的另一面磨平，磨削量应不少于 100 μm ，并在该面用机加工方式做一个标识。以磨削过的样品表面作为厚度测量基准面，测量确定样品初始厚度 H_0 。再用高精度单面磨床依据计划扩散深度 h 对待测主扩散面进行加工，加工量相对计划扩散深度 h 的偏差应不超过 5 μm 。

5.5.3 样品测量面应光滑平整，无砂眼、裂纹等肉眼可见的缺陷。加工后的样品应用防锈纸包裹保存，以免生锈影响厚度测量精度。

5.5.4 样品扩散深度的测量

用最小刻度为 0.0001 mm 的数显千分尺测量样品厚度，重复测量应不少于 3 次，取平均值作为厚度测量值。厚度测量值应保留至 0.001 mm。样品测量面对应扩散深度 h 按以下公式(4)计算。

$$h = (\text{样品初始厚度 } H_0 - \text{用 X 射线测量含量时的样品厚度 } H) \times 1000 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

h —— 扩散深度测量值，单位：微米（ μm ）；

H_0 —— 样品加工基准面后，测量得到的样品初始厚度，单位：毫米（ mm ）；

H —— 用 X 射线测量样品表面含量时的样品厚度，单位：毫米（ mm ）。

注：(终审后可删除)

1. H_0 和 h 值中都包含了磁体主扩散面晶界扩散时单面涂覆层厚度。涂覆层厚度依工艺不同差别较大，可能在 $10\mu\text{m} \sim 60\mu\text{m}$ 范围之间。

2. 由于含量测量主要用于材料生产企业优化晶界扩散工艺，而材料厂通常依据生产工艺已知其涂覆层厚度，可对上述扩散深度值进行修正，因此不会影响对测量结果的理解。

3. 30 KV 管电压产生的 X 射线对稀土烧结磁体的有效穿透深度约 $20\mu\text{m}$ ，考虑晶界扩散元素含量在磁体中随深度下降的趋势，估计 X 射线仪在磁体样品表面测得的扩散元素含量值，与样品表面下 $7\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ 深度处的实际含量相当。

4. 晶界扩散磁体表面涂覆层内铁的含量与磁体基材内铁含量有巨大差异，涂覆层厚度可以用 Fe 元素含量快速上升阶段的最大深度值减去 $20\mu\text{m}$ 来估算。

5. 扩散元素含量测量的目的，是确定磁体中心部位或多深处还可探测到稀土扩散元素因扩散工艺带来的含量增加值。

5.6 非单一扩散深度样品的制备及要求(B类样品)

5.6.1 样品基准面加工

先用高精度单面磨床将与待测主扩散面对应的另一面磨平，磨削量应不少于 $100\mu\text{m}$ ，并在该面用机加工方式做一个标识。加工面应光滑平整，并以此面作为后续加工及尺寸测量的基准面。

5.6.2 加工倾斜测量面

使用磨削加工方式将待测主扩散面沿长度方向加工成倾斜面，如下图1所示。倾斜度 $a:b$ 等于 $1:100 \sim 200$ ，倾斜面距样品长度方向一端保留 5mm 左右不加工，平面与斜面交界处可作为含量测量参考起始点。

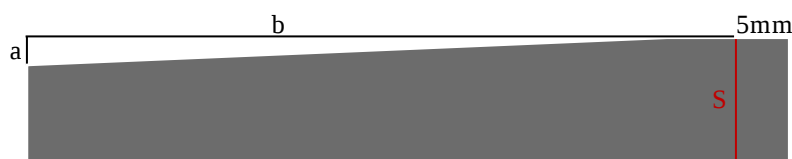


图1：倾斜测量面样品加工示意图

5.6.3 样品倾斜测量面应光滑平整，无砂眼、裂纹等肉眼可见的缺陷。加工后的样品应用防锈纸包裹保存，以免生锈影响厚度测量精度。

5.6.4 倾斜度的测量

用光学测量系统或合适的测量工具，测量样品加工后的实际倾斜度。 a 值精确到0.001 mm， b 值精确到0.01 mm。然后依实测倾斜度值及斜面总长度，设计含量随深度变化曲线的测量点数(n)和相邻测量点样品移动的步长(s)。每个含量测量点对应的扩散深度值按下面公式(5)计算。

$$h = s \times \frac{a}{\sqrt{a^2 + b^2}} (n-1) \times 1000 \dots\dots\dots (5)$$

其中:

h ——扩散深度，单位为微米(μm)；

s ——相邻测量点样品移动的步长，单位为毫米(mm)；

a (b)——测量面倾斜度尺寸参数，单位为毫米(mm)；

n ——计划测量点数。

5.6.5 如果需要测量晶界扩散磁体内一定深度附近扩散元素随深度的微小变化趋势，在按 5.6.2 条方式加工前，先使用磨削加工方式将待测主扩散面去皮相应厚度，然后再加工倾斜测量面。

5.7 A 类样品中 Dy 或 Tb 元素含量的测量

5.7.1 将 A 类样品待测面对准通光孔放入波长型 X 射线荧光光谱仪样品杯中，按仪器说明书要求完成工装。

5.7.2 选择与样品成分类别相适应的专用测量程式进行测量，按 5.2 条设定测量参数，应重复测量不少于 3 次，取平均值作为相应扩散深度下扩散元素含量测量结果。含量测量结果应保留至 0.01 wt%。

5.7.3 按 5.5 条方式重复加工可得到任意扩散深度的测量面，然后依次测量含量，可得到多个扩散深度值和对应的扩散元素含量值。最后可绘制晶界扩散磁体中扩散元素含量随扩散深度的变化趋势线。

5.8 B 类晶界扩散样品中 Dy 或 Tb 元素含量的测量

5.8.1 将 B 类样品放到能量型 X 射线荧光光谱仪的可移动样品台上，按仪器说明书要求完成工装。

5.8.2 选择与样品成分类别相适应的专用测量程式，按 5.2 条和 5.6.4 条设定测量参数，在软件中应设置每个测量点重复测量不少于 3 次，取平均值作为相应扩散深度下扩散元素含量的测量结果。含量测量结果应保留至 0.01 wt%。

5.8.3 启动测量软件，自动完成扩散元素含量随深度变化曲线的测量。

6. 测量不确定度估计

6.1 磁性能评价参数

磁性能评价测量参数的不确定度，与制样、仪器类别、溯源和测量过程控制有关。在严格规范控制下，测量不确定度可达到表4中的水平。

表 4 磁性能评价测量参数及其测量不确定度估计 （室温）

评价指标类别	晶界扩散后磁体内禀矫顽力 H_{cJ} 提升幅度 δ	晶界扩散后磁体内部 H_{cJ} 与整体 H_{cJ} 的偏差 σ	磁体内部 H_k 与整体 H_k 的比值 λ	H_{cJ} 和 H_k
相对扩展测量不确定度 (k=2)	/	/	/	2.5 %
扩展测量不确定度 (k=2)	0.3 kOe	0.3 kOe	0.5 %	/

6.2 元素含量评价法参数

元素含量评价法中深度和扩散元素含量的测量不确定度，与样品加工、样品尺寸测量、X射线荧光光谱仪校正过程以及实际测量过程有关。在严格规范控制下，测量不确定度可达到表5中的水平。

表5 元素分析评价法主要参数及测量不确定度

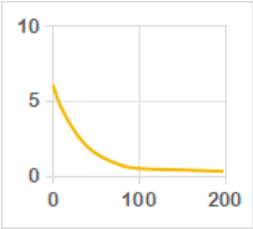
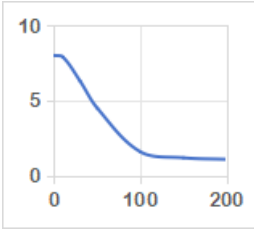
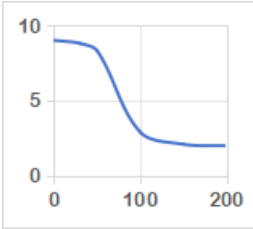
仪器及样品类别	测量参数	Dy和Tb元素含量 γ (wt%)			深度h (μm)	
	测量值范围	$0.10<\gamma\leq0.50$	$0.50<\gamma\leq2.0$	$2.0<\gamma\leq12$	$0<h\leq100$	$100<h\leq3000$
波长型A类样品	扩展测量不确定度 (k=2)	0.08	0.15	0.30	5	5
能量型B类样品	扩展测量不确定度 (k=2)	0.20		0.40	10	20

7 晶界扩散效果评价方法的使用

7.1 样品表面扩散元素含量随深度变化曲线的使用

可依据晶界扩散磁体主扩散面0~200 μm深度范围内扩散元素含量随深度变化曲线形态定性判定进一步增加扩散物覆盖层厚度或扩散物中重稀土浓度对磁体磁性能提升的潜力。

表6 磁体表面200 μm深度范围内扩散元素含量随深度变化曲线的使用方法参考

扩散程度	未充分扩散	正常扩散	过度扩散
扩散元素含量随深度变化曲线形态 (0~200 μm)			
磁体表面扩散元素含量增加幅度 (wt%, h=0 μm)	<6	6~9	7~10
进一步增加扩散物覆盖层厚度或扩散物中重稀土浓度的效果	HcJ还会大幅增加，性价比较高。	HcJ趋近饱和，性价比开始下降。	HcJ进一步提升幅度很小，重稀土利用率下降，性价比较差。
备注	依据能量型X射线仪扫描扩散磁体倾斜加工表面。		

注：上表6中数据需依赖后续试验结果及认知优化

7.2 磁性能评价参数的使用

以扩散磁体内2mm厚度样品测量计算得到的λ和σ来定性判定扩散元素渗到磁体中心区域的程度。

表7 磁性能评价参数的使用方法参考

扩散元素到达磁体中心程度	未扩散到磁体中心区域	有扩散元素但含量偏低	达到有效扩散浓度及以上
λ	≤70%	70%~90%	≥90%
σ (Oe)	接近-δ	≤-500	0~-500
2 mm 厚样品表面扩散元素含量增幅 (wt%)	低于检出限	0~0.20	≥0.20
备注	依据磁性能评价法参数和波长型 X 射线仪精确测量样品表面含量。		

注1:由于晶界扩散技术不断进步，磁体内部偏中心扩散元素含量很低，相对测量不确定度较大，表7中相关评价指标准确性以及表述严谨性存在不足的可能。

注2:上表7中数据需依赖后续试验结果及认知优化。

7.3 识别选区扩散磁体扩散区域大小

7.3.1 先用高精度单面磨床将与待测选区主扩散面对应的另一面磨平，磨削量应不少于 100 μm，并在该面用机加工方式做一个标识。以磨削过的样品表面作为厚度测量基准面，测量确定样品初始厚度 H₀。再用高精度单面磨床对待测选区主扩散面进行加工，完全清除掉样品表面残余扩散源物质及氧化物，加

工去皮厚度为 $50\ \mu\text{m}\sim 80\ \mu\text{m}$ 。

7.3.2 按 5.8 条所述方式，用能量型 X 射线仪小条型光斑扫描测量样品表面扩散元素含量分布，即可识别区不同扩散区域的尺寸。扫描线路需依据选区扩散品实际要求来设计，以下示意图供参考。



图1 选区扩散磁体表面扩散元素含量测量线路示意图

7.4 晶界评价方法使用说明

晶界扩散效果评价方法主要用于指导磁材企业内部晶界扩散工程技术人员优化晶界扩散工艺，有经验的工程技术人员灵活运用磁性能评价法和含量评价法，并将二者有机结合，可提高晶界扩散效果评价的准确性。评价方法的使用不局限于7.1条～7.3条。

8 检测报告

检测报告应包括下列内容：

- a) 样品来源、种类、标识；
- b) 试样尺寸及数量；
- c) 仪器型号及测量参数（管电压、管电流、测量光斑、测量时间等）；
- d) 必要时对检测过程的说明(包括样品加工及表面处理方式，测量点及分布、重复测量次数等)；
- e) 本文件编号；
- f) 测量结果；
- g) 检测日期；
- h) 检测人及校核人；
- i) 检测机构名称。

附录 A

(终审后可能删除，仅供有波长型 X 射线仪的单位建立测量方法时参考)

(资料性)

在波长型 X 射线仪上建立烧结稀土磁体中扩散元素含量测量程式的相关参数

在建测量程式过程中，先用仪器测量成分均匀的稀土磁体标样，系统依基本参数法理论计算可得到标样中目标元素的计算含量值；以计算含量值为横坐标，标样中目标元素的标称值或定值为纵坐标，建立校准曲线。校准曲线线性相关系数 R 应不小于 0.99。测量系统再依校准曲线对测量值进行微调校正，建立正式的专用测量程式。

在型号为 Zetium 的帕纳科公司仪器上建测量程式的相关测量参数见下表 A.1。

表 A. 1 在 Zetium 上建立测量程式时的相关测量参数

元素	采用的特征谱线	晶体	准直器	探测器	2 θ °	线性系数 R	重叠元素
Nb	K α 1, 2	LiF220	150 μm	Scint	30.3816	1.000	/
Zr		LiF220	150 μm	Scint	31.9988	0.995	//
Ga		LiF220	150 μm	Scint	56.1024	0.993	/
Cu		LiF220	150 μm	Scint	65.4800	0.998	/
Co		LiF220	150 μm	Flow	77.8256	1.000	Dy
Fe		LiF200	300 μm	Flow	57.4974	0.992	/
Al		PE	300 μm	Flow	144.9370	0.999	/
Ho	L α 1, 2	LiF220	150 μm	Scint	80.728	1.000	Gd
Dy		LiF220	150 μm	Scint	84.1600	1.000	Ho、Co
Tb		LiF220	150 μm	Scint	87.8596	0.999	Fe、Dy
Gd		LiF220	150 μm	Scint	91.8828	1.000	/
Nd		LiF200	300 μm	Flow	72.1252	0.996	/
Pr		LiF220	150 μm	Flow	119.7588	0.999	/
备注	其他参数：管电压 30kV，管电流 70 mA，测量时间为 20 s。						

在型号为 ZSX PrimusIV 日本理学公司仪器上建测量程式的相关测量参数见下表 A. 2。

表 A. 2 在 ZSX PrimusIV 上建立测量程式时的相关测量参数

元素	采用的特征谱线	准直器	晶体	探测器	2θ(°)	测量时间 s
B	K α 1, 2	S8	RX75	PC	50. 71	40
Al		S2	PETH	PC	144. 76	20
Fe		S2	LiF(220)	SC	85. 71	20
Co		S2	LiF(220)	SC	77. 88	20
Cu		S2	LiF(220)	SC	65. 54	20
Ga		S2	LiF(220)	SC	56. 18	20
Zr		S2	LiF(220)	SC	32. 09	20
Nb		S2	LiF(220)	SC	30. 43	20
Pr	L α 1, 2	S2	LiF(220)	PC	119. 78	20
Nd		S2	LiF(220)	PC	112. 65	20
Gd		S2	LiF(220)	SC	91. 88	20
Tb		S2	LiF(220)	SC	87. 88	20
Dy		S2	LiF(220)	SC	84. 16	20
Ho		S2	LiF(220)	SC	80. 74	20
备注	其他参数：管电压 30 kV，管电流 120 mA。					

为了使校正曲线有较好的线性，建议对以下元素进行基体吸收增强效应校正。

B: Fe、Nd、Pr、Dy、Tb;

Fe: Nd、Pr、Dy、Tb;

Cu: Fe、Nd、Pr。

附录 B

(资料性)

有效扩散深度和有效扩散含量的概念

(该概念有助于理解本标准的使用价值，终审后可能删除，因为定义一个量并取得共识需要很长时间，而且很难准确定义，低含量相对测量不确定度太大。)

晶界扩散磁体磁性能均匀性检测过程中，发现磁体内扩散元素含量的增量达到 0.20wt%~0.30wt% 区间后，磁体内该区域的矫顽力 H_cJ 随含量增加进一步提升的空间变得非常小。说明 0.20wt%~0.30wt% 的含量增幅能使得磁体的 H_cJ 指标趋近饱和。可以将使磁体 H_cJ 提升幅度刚好达到最大提升幅度的 90% 所需要的扩散元素含量增加量称作有效扩散含量，这个值很可能在 0.15 wt%~0.25 wt% 范围。

从理论上说，使晶界扩散磁体内各处含量增加值刚好达到这个水平是最具有性价比的扩散工艺。但实际上晶界扩散过程是依赖扩散元素在表面的高浓度优势才向磁体内逐渐扩散的。浓度梯度就是扩散的动力源。显然越薄产品，中心区更容易达到有效扩散所需含量，性价比也越高。而越厚产品，要使中心区域达到同样的有效扩散所需含量，在表层消耗的扩散物就会越多，性价比就会越差。这也是绝大部分订单品厚度小于 5 mm，超过 6 mm 的不到 10% 的原因所在。通过信息调查收集的信息也表明：目前常规扩散工艺，扩散元素到达的深度，即达到有效扩散含量对应的极限深度，大约在 3 mm 左后。这个深度可以称之为有效扩散深度。将来随着扩散技术的进步，这个指标应该会有提升空间。

如果能通过相关参数的测量，比较准确的监测实际晶界扩散样品中的有效扩散深度和有效扩散含量，对晶界扩散工艺优化和产品质量改进都会有非常大的参考意义。

当扩散元素含量增加值达到 0.20 wt% 水平时，由于含量相对测量不确定度比较大，而含量随深度变化量又非常小，通过含量精确测量来定义有效扩散深度值的重复性并不理想。而试验表明晶界扩散元素含量增加值，与磁体内部 H_k 与整体 H_k 的比值 λ 之间存在一定的对应关系。在磁体内部， λ 值是否比含量值增量值具有更好的重复性和可分辨性呢？以下是部分测试数据，探讨借助 λ 值对有效扩散深度进行一定物理意义上的量化可能性，即定义 λ 达到 90% 或 85% 或 80% 哪个值更有参考价值(建立 λ 值与样品去皮量之间经验参数对应关系)。

表B.1 不同厚度晶界扩散磁体样品的 λ 参考值及对应中心部位磁体样品表面扩散元素含量 (等后续测试结果)

磁体内部磁性能测试样厚度 mm	参数	4 mm	6 mm	8 mm	10 mm
2	λ				
	σ				
	表面含量 wt%				
3	λ				
	σ				
	表面含量 wt%				

数据分析：(依后面数据提供的认知补充)

结论：

.....

注：

1. Hk 矫顽力是与磁体 $4\pi M-H$ 退磁性曲线方形度相关的参数。从物理意义上来说，它实际上反应的是测试样品内每个微小区域的 $4\pi M$ 对整体退磁曲线上 Hk 点的 $4\pi M_0$ 的贡献量的积分效果。当扩散元素未到达磁体中心区域时，中心区域 HcJ 较低，当其 HcJ 小于整体样品的 Hk 时，其对整个样品 $4\pi M-H$ 曲线上 Hk 点的 $4\pi M$ 值贡献就为零，导致样品 $4\pi M-H$ 退磁性曲线方形度变差。因此扩散磁体内部磁性能的方形度参数 Hk 对扩散元素渗透到达样品中心的量是否足够非常敏感，用参数 λ 作为晶界扩散效果评价指标有非常明确的物理意义。
2. 晶界扩散磁体中心 2mm 厚度样品的 HcJ 仅是由其表层部分的 HcJ 决定的，而其 Hk 能反应 2mm 厚度样品内中心低矫顽力区域的扩散元素含量的相关信息。

有效扩散深度 τ 定义?

规定磁体中心部位样品的 H_k 相对整体 H_k 的比值 λ 下降到 85%?, 中心部位样品相对晶界扩散样品表面单面去皮厚度, 称为有效扩散深度 τ 。在此深度以下偏样品中心的部分, 扩散元素含量极低, 接近波长型 X 射线仪荧光光谱仪测量检出限; 同时该部分磁体 $4\pi M-H$ 曲线的方形度比较差, 严重影响磁体整体磁性能的均匀性。有效扩散深度 τ 估计值测量最大偏差应小于 0.1mm (因 λ 是可精确测量到千分位的, λ 的不确定度不会超 1%)。

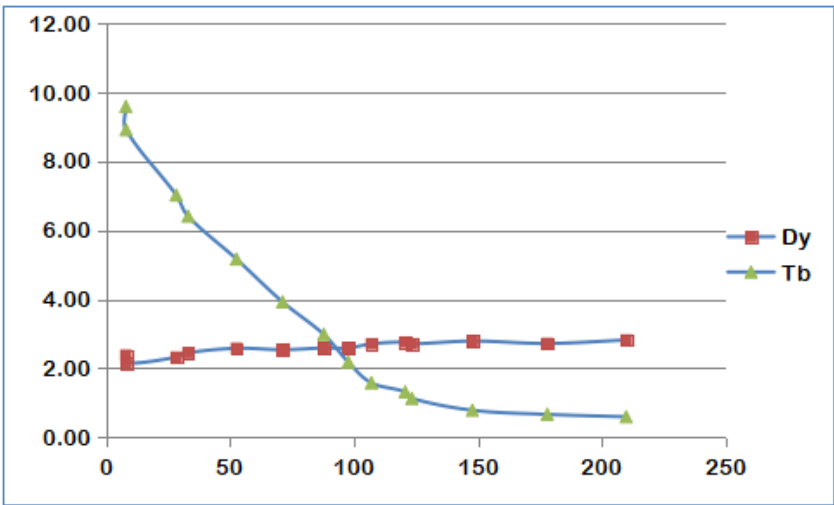
附录 C

(资料性)

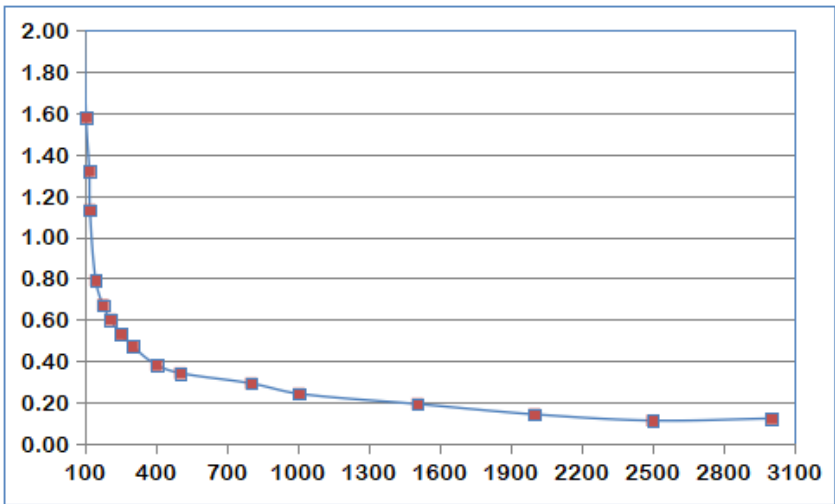
晶界扩散磁体中元素含量随深度的变化趋势(终审后可以删除)

C.1 波长型 X 射线荧光光谱仪测量结果

用波长型 X 射线荧光光谱仪测量晶界扩散磁体中稀土元素含量随扩散深度的变化，趋势见图 C.1 和图 C.2



图C.1 厚度为6.05 mm样品扩散Tb后，250 μm深度范围内Dy/Tb含量变化趋势



图C.2 厚度为6.05 mm样品扩散Tb后，100 μm~3.0 mm深度范围内Tb含量变化趋势

C.2 能量型X射线荧光光谱仪测量结果

用能量型 X 射线荧光光谱仪测量晶界扩散磁体中稀土元素含量随扩散深度的变化，趋势见图 C.3～

图 C.6 (测试起始部位包括少量晶界扩散涂覆层)

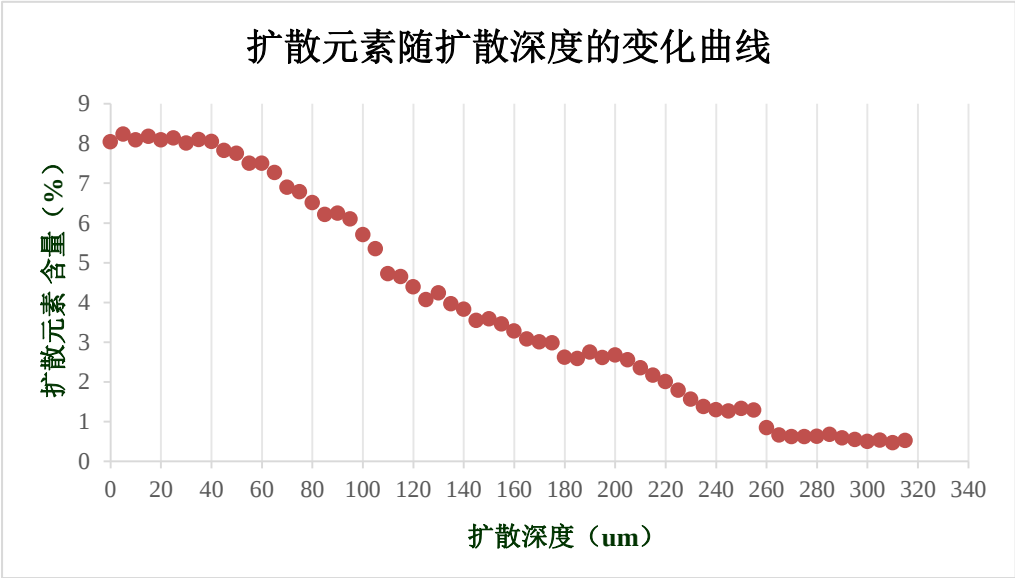


图 C.3 大面涂覆工艺 (随着方法完善，该图会更新，目前测量装置样品移动行程偏小)

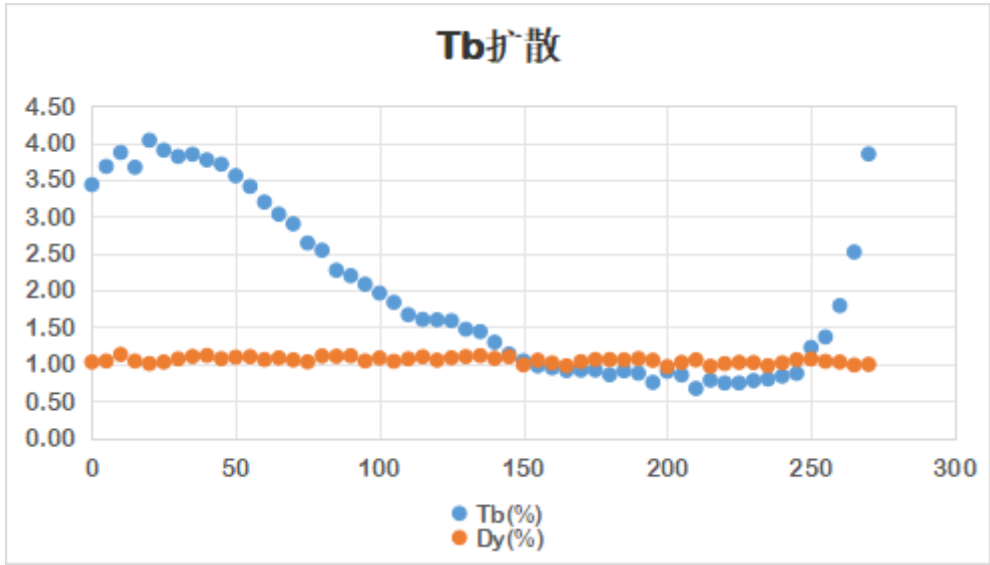
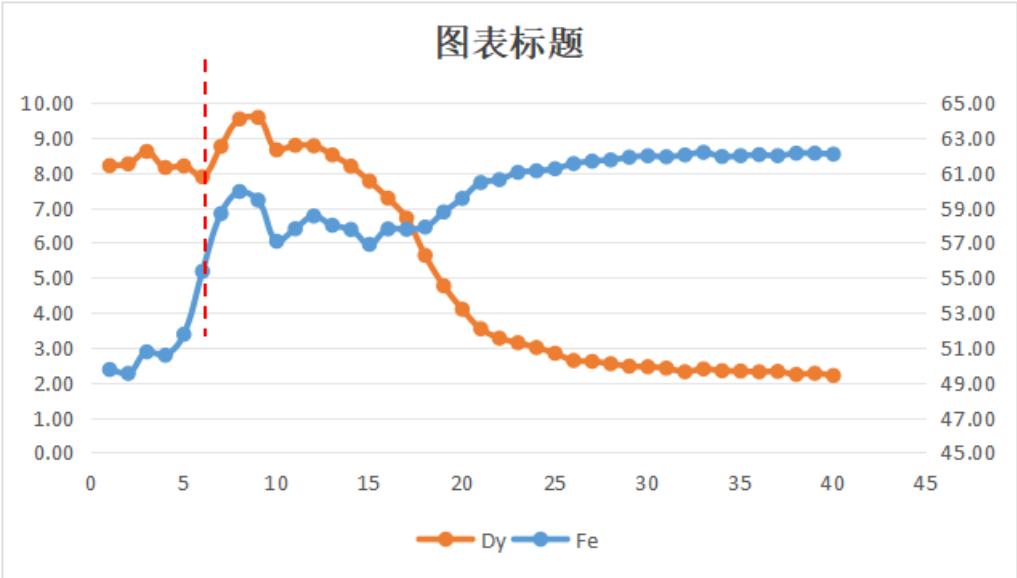


图 C.4 浸涂工艺 (随着方法完善，该图会更新，起始部位包括少量晶界扩散涂覆层。)



(横轴为测量点数，测量点步长约 0.5 mm)

图 C.5 浸涂工艺(随着方法完善，该图会更新，起始部位包括少量晶界扩散涂覆层。)

图 C.6 磁体样品 xxx1mm 深度附近 200 μm 范围内的趋势图

.....

图 C.7 磁体样品 xxx1.5mm 深度附近 200 μm 范围内的趋势图

.....

图 C.8 磁体样品 xxx2mm 深度附近 200 μm 范围内的趋势图

参考文献

GB/T 16921 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X射线光谱法

GB/T 36164-2018 高合金钢 多元素含量的测定 X射线荧光光谱法

GB/T 17359-2012 微束分析 能谱法定量分析
