《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》（送审稿）标准编制说明

1. 工作简况

1. 标准项目所涉及的方法概况和立项目的

a. 项目的必要性简述

《中国制造2025》和《新材料产业发展指南》等政策文件中均将高性能稀土烧结钕铁硼永磁功能材料作为国家鼓励发展的关键战略材料。根据 《稀土行业发展规划(2016-2020年)》以及《新材料标准领航行动计划(2018-2020年)》等文件精神，北京中科三环高技术股份有限公司作为钕铁硼永磁材料行业领军生产企业，为促进高性能烧结钕铁硼永磁体在新能源汽车永磁电机上的应用，解决电机用户对所用烧结钕铁硼永磁体耐蚀性及使用寿命方面的顾虑，建立科学的《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》标准是很有必要的。

1. 适用范围

本标准适合评定烧结钕铁硼永磁体在高温高压水蒸汽环境中的耐蚀性。适用于表面无任何防护层的烧结钕铁硼永磁体基材样品。

可行性

失重试验已成为评估烧结钕铁硼永磁体耐蚀性及长时间稳定性最直接的参考指标，在目前主流钕铁硼永磁体生产厂家已很普遍，并为客户所认可。

1. 拟要解决的主要问题

一直以来，烧结钕铁硼永磁体的失重试验方法没有相应国家及行业标准。实际试验过程中温度、湿度、恒温时间等主要试验参数大都是与具体客户相互约定，尤其是对样品的尺寸、样品摆放方式、试验前样品表面清理方式、试验中间观测以及试验后腐蚀产物清除等重要环节缺乏具体规范，导致失重检测数据离散性大、重复性差，不同单位试验结果可比性差。本行业迫切需要建立烧结钕铁硼永磁体供需双方都认可的统一的科学的标准失重试验方法。

2. 任务来源

2018年通过全国稀土标准化技术委员会申报的国家标准制定项目《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》获立项，项目编号：20182089-T-469，要求于2020年底完成。

3. 标准编制单位、起草人及其所做工作

标准主起草单位北京中科三环高技术股份有限公司（简称“中科三环”）是国内最早从事钕铁硼永磁材料研发和生产的企业，并于2000年4月20日在中国深交所上市。中科三环下纳四家烧结钕铁硼永磁体生产企业——宁波科宁达、天津三环乐喜（与台全金属合资）、北京三环瓦克华（与德国真空熔炼合资）、肇庆三环京粤和一家粘结钕铁硼永磁体生产企业——上海三环（与日本精工爱普生合资）；参股一家烧结钕铁硼永磁体生产企业——日立金属三环磁材（南通）有限公司（与日立金属合资），一家软磁铁氧体生产企业——南京金宁三环富士电气（与日本富士电气和南京金宁电子集团合资）及一家非晶软磁带材生产企业——天津三环奥纳科技有限公司。中科三环的主打产品钕铁硼广泛应用于能源、交通、机械、信息、家电、消费电子等方方面面，尤其是近年来全球节能环保产业的快速发展，推动了在混合动力汽车、电动汽车、节能家电、机器人、风力发电等新兴领域的应用。中科三环是国内稀土永磁领域的领军企业，全球最大的钕铁硼永磁体制造商之一。

接到标准项目制定任务后，在全国稀土标准化技术委员会秘书处的组织协调下，于2018年12月4日在福州成立了以北京中科三环高技术股份有限公司为牵头单位，中国科学院宁波材料技术与工程研究所、宁波韵升股份有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、北京金风科创风电设备有限公司、赣州富尔特电子股份有限公司、福建省长汀金龙稀士有限公司、钢铁研究总院、包头稀土研究院和中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司等单位相关专家组成的标准起草小组。

起草小组成立后，由牵头单位北京中科三环高技术股份有限公司组织公司所属信赖性实验室相关人员，在行业内开展资料收集和调研，并进行了大量试验，综合本公司广大客户需求和信赖性实验室多年失重试验方法研究资料，形成了《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》标准意见稿Ⅰ。行业内12家单位随后对标准意见稿Ⅰ提出了宝贵的修改意见，形成《烧结钕铁硼永磁体失重试验方法》标准意见稿Ⅱ，意见汇总处理表(见附件一)。

随后中科三环准备样品，组织标准起草小组内外共13家单位对本标准方法进行了两次验证，验证报告见附件二。全国稀土标准化技术委员会秘书处组织起草小组相关专家对北京中科三环高技术股份有限公司提供的标准意见稿Ⅱ、标准编制说明和上述附件一、附件二及试验报告(附件三)进行充分讨论，然后形成标准预审稿。

4. 主要工作过程

a. 调研与试验工作简介

北京中科三环高技术股份有限公司信赖性实验室于2008年至2011年间对烧结钕铁硼失重试验方法进行了比较系统的研究，包括不同加工方式导致样品表面缺陷层厚度、缺陷层不同厚度对失重结果的影响、缺陷层清除方法、饱和模式和不饱和模式下样品失重的比较、试验中间暂停开箱补水过程控制不同对失重结果的影响、样品磁取向面与非磁取向面的差别、样品磁取向面放置方向对失重结果的影响、试验后样品表面腐蚀产物不同清除方法对失重结果的影响。通过总结分析，在实验室内部已基本形成比较科学的失重试验方法。

国标立项通过后，中科三环将标准意见稿Ⅰ于2018年12月通过邮件及微信方式发给小组内外共16家单位征求意见，同时还向拟参与标准验证单位发放 《失重试验方法验证单位试验能力及现状调查表》，了解行业内失重检测现状，以便针对行业水平设计合理的标准验证方案。起草小组内9家单位对标准意见稿Ⅰ提出了宝贵修改意见，其中包括风电用户——北京金风科创风电设备有限公司。起草小组外3家单位提出了宝贵修改意见，包括汽车电机用户——上海电驱动股份有限公司。

根据各单位意见，为了让大家充分理解标准中主要条款，中科三环信赖性实验室又进行了大量试验，以便为标准中部分主要条款的制定提供更多的数据支持。依据上试验结果，对标准意见稿Ⅰ进行了修改完善，形成了标准意见稿Ⅱ。

在条件成熟后，中科三环及时组织标准验证工作。由于近8年来，烧结钕铁硼工艺不断改进，耐蚀性好的磁体在常规条件下(120℃饱和模式96h)的失重大多接近零，如果验证结果都为零，是没什么意义的。如果毛坯料失重过大，失重可分辨性好了，但又担心验证结果的离散性太大。委托三环瓦克华(北京)磁性器件有限公司制备了不同牌号毛坯，经过反复多次试验，最终确定了制备验证试验样品所用毛坯。为提高标准验证工作质量，起草了《标准验证作业指导书》，详细规定了试验操作细节。2019年4～5月份先组织13家单位参与了标准验证工作。根据部分单位一验结果，及时组织7家单位进行了二验工作，后面又组织4家单位对磷化类产品进行了第三次验证试验。

标准预审会议后，为提高标准对永磁体用户的实际指导价值，拟在标准中增加资料性附录A《烧结钕铁硼永磁体基材耐蚀性等级》，为了确认耐蚀性等级划分方法的合理性，又组织了七家单位进了四验试验，目的是充分了解烧结钕铁硼永磁行业内产品失重的真实水平，同时也是再次对标准方法进行宣贯，确保标准实施后能得到广泛应用。

b. 召开工作会议

① 第一次工作会议

时间：2019年5月29日～31日，于新疆乌鲁木齐市。

参与单位统计：共11家单位，其中磁材生产企业有7家，科研单位4家。

会议成果：

1. 对前述三次验证试验结果进行了总结，依据试验结果，大家对标准意见稿Ⅱ拟修改部分进行了讨论，重要修改见下面b条和c条。
2. 转化膜类成品因表层防护层的影响，其失重因转化膜层耐温性不同变化比较大，因此缩减了标准适用范围，不再包括成品磁体，失重只用来评价磁体基体的耐蚀性。
3. 由于失重腐蚀只沿磁取向面进行，采用单位磁取向表面积来计算失重率，可增加不同形状样品之间耐蚀性的可比性。

② 第二次工作会议(预审会)

时间：2019年11月14日～15日，于福建泉州市。

参与单位统计：共11家单位，其中磁材生产企业有4家，科研单位6家，磁材

应用企业1家。

会议成果：

1. 根据上次工作会议精神，对标准意见稿Ⅱ进行完善后，在预审会前通过邮件方式征集大家意见基础上形成标准预审稿，各位专家对预审稿进行了审定。
2. 预审会提出的主要修改意见是：增加永磁体定义以及试验前处理只保留酸洗一种方式，删除7.3.4条注释，对其它试验前处理方式不进行说明。

③ 第三次工作会议(审定会)

时间：2020年6月17日～19日，于浙江杭州市

参与单位统计：…….(包括用户、科研单位占比等)

会议成果：

1. 根据预审会议精神对预审稿进行了完善，补充了资料性附录A；在终审会前通过邮件方式征集大家意见，并在第四次验证试验基础上进一步完善形成标准终审稿。各位专家对终审稿进行了审定。
2. 根据终审会修改意见形成报批稿。
3. 标准编制原则
4. 试验方法科学合理，关键步骤，操作具体明确。
5. 标准格局规范，与国际接轨。
6. 兼顾永磁材料生产厂家和磁材用户需要。
7. 有较好的普适性，经得起时间的检验。
8. 标准主要内容确定依据
   * + 1. 烧结钕铁硼永磁体基材样品，在机加工制备过程中，样品表面在因高温及应力作用下，会产生微裂纹等缺陷层。金相观察证实机加工后的样品表层存在厚度不等的缺陷层。
       2. 试验前需用稀硝酸溶液进行清洗去掉缺陷层，以便失重试验结果能真实反映磁体基材的耐蚀性。失重试验确认：试验前经过充分酸洗去掉缺陷层后，失重明显比未经酸洗的样品失重小很多。机加工过程中样品表面的缺陷层导致失重试验时腐蚀加速，缺陷层分布的不确定性增大了失重试验检测结果的离散性，降低了失重数据利用价值，而且依据存在表面机加工缺陷层的样品的失重值来评价基体真实耐蚀性是不合理的。因此规定试验前样品需经合理的酸洗处理。
       3. 样品放在不同材质样品框中的比对试验，确认实验室用高硼高硅耐高温玻璃样品支架或培养皿是比较适宜的。
       4. 试验证实：试验时样品易磁化方向沿水平方向放置，可以最大限度减小样品框对失重检测结果的干扰，提高失重结果的可比性。
       5. 试验证实：试验后采用超声清洗方式去除样品表面腐蚀产物是必须的，而且用酒精脱水后再用吹风机吹干的方式比较简单实用。
       6. 试验证实：失重腐蚀主要沿磁取向面推进，非磁取向面锈蚀引起的失重与磁取向面失重相比可以忽略。因此采用样品磁取向表面积来计算失重可增加不同尺寸样品(尤其是具有相同磁取向面积而磁取向厚度不同的样品)失重检测结果的可比性。
       7. 试验证实：多数烧结钕铁硼永磁体基材样品在温度130℃、相对湿度95%的HAST条件下，持续480h的失重接近零，因此选用更严酷的120℃饱和模式PCT条件评价磁体基材失重更科学，能显著缩短评价所需时间。
       8. 试验数据统计显示，用平行样品失重中位值作为统计量，优于使用平均值作为统计量。

四、标准水平分析

本标准为根据我国市场情况首次制定。本标准在编制过程中，综合了国内主流磁材厂家和风电及新能源汽车驱动电机方面行业龙头企业的意见。

本标准在起草过程中，参考了以下环境试验标准：

1. GB/T2423.40-2013 《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》，该标准中规定温度为：110/120/130℃，湿度为：85%RH，时间：(24～408)h

b. JESD22-A102E-2015Accelerated Moisture Resistance—Unbiased Autoclave(俗称PCT：高压蒸煮试验)，该标准中规定温度为：121℃，湿度为：100%RH饱和模式，时间：(24/48/96/168/240/336)h

本标准在起草过程中，还查阅了以下ASTM标准：

A1071/A1071M-11 Standard Test Method for Evaluating Hygrothermal Corrosion Resistance of Permanent Magnet Alloys

该标准中规定的试验对象为包含烧结钕铁硼在内的所有永磁合金，试验条件为120℃100%RH饱和蒸汽模式，操作过程也比较粗线条，未指出要清除缺陷层及操作细节，有些规定如建议用金属铝材质试样框也不适用，缺乏对样品易磁化方向摆放要求等许多可提高检测重复性的关键步骤的规定。

综上所述，本标准的制定达到了国际领先水平。

1. 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调一致。可作为 《GB/T 13560 烧结钕铁硼永磁材料 》标准的配套标准，将来在修订GB/T 13560标准时，如增加材料耐蚀性检测方面内容，可引用本标准。

1. 标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准中不涉及专利。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，在样品试验前表面清洗处理方式及推荐基材样品的尺寸方面存在一定分歧，标准起草小组牵头单位进行大量试验，用试验结果来证明相关条款规定的合理性。然后在标准起草小组内组织失重标准方法的验证，让大家通过试验来提高认识，消除分歧。

1. 标准作为强制性或推荐性国家(或行业)标准的建议

建议作为推荐性国家标准

1. 贯彻标准的要求和措施建议(包括组织措施、技术措施和过渡办法)

建议标准发布6个月后实施。该试验方法早已在行业内广泛使用，只是操作细节方面无统一规定，数据可比性差。在本次标准制定过程中已组织行业内主流厂家进行了多次验证试验，相当于对本标准方法进行了几次宣贯

1. 废止现行有关标准的建议

无。

1. 其它应予说明的事项

本标准通过规范失重试验方法，极大提高了失重试验数据的可靠性及其利用价值。一方面永磁材料生产厂可利用失重试验更有效评价基材耐蚀性，有助于生产工艺的改进和提高，促进行业整体水平再上台阶。同时也会改善磁体用户对烧结钕铁硼永磁体耐蚀性的认知，有助于烧结钕铁硼永磁体进一步拓展新的应用领域。总体而言，会进一步强化并扩大我国在稀土永磁领域的竞争优势。

北京中科三环高技术股份有限公司

2020年6月