

ICS 77.150.99

CCS H 65



团 体 标 准

T/CEATEC XXX-2025

稀土永磁材料晶界扩散工艺技术规范

Grain boundary diffusion technical specification for rare earth permanent
magnet materials

2025-X-XX 发布

2025-X-XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 生产工艺流程	2
4.1 工艺流程	2
4.2 原材料准备	2
4.3 前处理工艺	2
4.4 扩散源制备	2
4.5 晶界扩散工艺	3
4.6 后处理工艺	3
4.7 成品处理与初检	4
5 设备要求	4
5.1 前处理设备	4
5.2 扩散源制备设备	4
5.3 扩散热处理设备	5
5.4 检测与测试设备	5
5.5 环境控制设备	5
6 环境要求	5
6.1 洁净度要求	5
6.2 温湿度控制	6
6.3 气氛与真空要求	6
6.4 振动与噪声控制	6
7 人员要求	6
7.1 资质与培训	6
7.2 防护与操作规范	6
7.3 岗位分工	6
8 安全与环保要求	6
8.1 化学品安全	6
8.2 废气与废料处理	7
8.3 设备安全	7
8.4 健康监测与应急	7
9 质量检验与判定	7
9.1 检验内容	7
9.2 判定规则与分级	7

9.3 记录与追溯 8

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件主要起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次编制。

稀土永磁材料晶界扩散工艺技术规范

1 范围

本文件规定了稀土永磁材料晶界扩散工艺的生产工艺流程、设备要求、环境要求、人员要求、安全与环保要求、质量检验与判定。

本文件适用于钕铁硼等烧结稀土永磁材料通过晶界扩散工艺提升矫顽力及其他磁性能的研发、试制与工业化生产。

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。

GBZ 2.1 工作场所有害因素职业接触限值 第1部分：化学有害因素

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索的逐批检验抽样计划

GB/T 3217 永磁（硬磁）材料 磁性试验方法

GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准

GB/T 13560 烧结钕铁硼永磁材料

GB/T 15676 稀土术语

GB 16297 大气污染物综合排放标准

GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 25915.2 洁净室及相关受控环境 第2部分：洁净室空气粒子浓度的监测

3 术语和定义

GB/T 15676界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

晶界扩散 grain boundary diffusion

通过热处理将重稀土元素（如镝、铽）沿晶界渗透至磁体内部，形成核壳结构，以提高矫顽力的工艺过程。

3.2

扩散源 diffusion source

用于提供扩散元素的材料，通常为重稀土金属、合金或化合物。

3.3

矫顽力 coercivity

使磁化强度降为零所需的反向磁场强度。

3.4

磁能积 magnetic energy product

磁体在退磁曲线上的最大磁能密度。

4 生产工艺流程

4.1 工艺流程

稀土永磁材料晶界扩散工艺流程如图1所示。

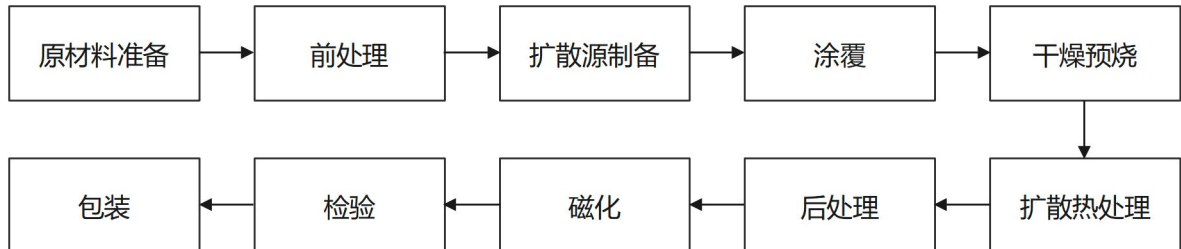


图1 工艺流程

4.2 原材料准备

4.2.1 基体磁体

基体磁体应符合以下要求：

- 材料：烧结钕铁硼永磁材料，符合 GB/T 13560 中牌号 N48、N52 等要求；
- 尺寸：根据产品需求，常用规格为圆柱形 $\Phi 10\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 、方形 $20\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 等；
- 磁性能：初始矫顽力 $\geq 800\text{ kA/m}$ ，磁能积 $\geq 380\text{ kJ/m}^3$ ；
- 微观结构：主相晶粒尺寸 $5\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ ，晶界清晰、连续。

4.2.2 扩散源材料

扩散源材料应符合以下要求：

- 类型：金属铽 (Tb)、镝 (Dy) 或其氢化物、氟化物；
- 纯度： $\geq 99.9\%$ ；
- 形态：粉末、箔片或蒸镀膜；
- 粒度：粉末粒径 $1\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ ，均匀性 $D_{90} \leq 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

4.2.3 辅助材料

辅助材料包括：

- 粘结剂：聚乙烯醇 (PVA) 或丙烯酸树脂，固含量 $\geq 10\%$ ；
- 溶剂：去离子水或无水乙醇，电导率 $\leq 1\text{ }\mu\text{S/cm}$ ；
- 包覆材料：铝箔或石墨纸，用于扩散过程中防止氧化。

4.3 前处理工艺

4.3.1 磁体清洗

清洗工艺要求如下：

- 环境：千级洁净室，操作人员穿戴防静电服、手套；
- 步骤：先超声清洗（丙酮 10 min \rightarrow 无水乙醇 10 min \rightarrow 去离子水 10 min ），再氮气吹干，最后 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱干燥 30 min ；
- 质量要求：表面无油污、颗粒物，接触角 $\leq 10^\circ$ 。

4.3.2 表面活化

表面活化处理要求如下：

- 方法：氩离子轰击或紫外臭氧处理；
- 参数：氩离子轰击（能量 $100\sim 200\text{ eV}$ ，时间 $5\sim 10\text{ min}$ ），紫外臭氧（波长 254 nm ，时间 $10\sim 20\text{ min}$ ）；
- 目的：提高扩散源附着力和扩散效率。

4.4 扩散源制备

4.4.1 粉末浆料制备

浆料制备工艺如下：

- 配方示例：Tb 粉末 50 wt%，粘结剂（PVA）5 wt%，去离子水 45 wt%；
- 混合方式：行星式球磨，转速 200 r/min，时间 2 h；
- 粒度控制：浆料粒度 $D_{50} \leq 2 \mu\text{m}$ ，粘度 200~500 mPa·s。

4.4.2 涂覆工艺

涂覆方法包括：

- 喷涂：气压 0.2~0.4 MPa，喷嘴直径 0.3 mm，涂层厚度 10~30 μm ；
- 旋涂：转速 1000~3000 r/min，时间 30 s，厚度均匀性 $\pm 5\%$ ；
- 浸涂：提拉速度 1~5 mm/s，涂层厚度控制通过浆料浓度调节。

4.4.3 干燥与预烧结

干燥与预烧结要求：

- 干燥：80 $^{\circ}\text{C}$ 、30 min，氮气气氛；
- 预烧结：400 $^{\circ}\text{C}$ 、30 min，真空度 $\leq 1 \times 10^{-2}$ Pa，去除有机组分。

4.5 晶界扩散工艺

4.5.1 装料方式

装料要求如下：

- 磁体间距 ≥ 5 mm，避免粘连；
- 使用石墨坩埚或氧化铝承烧板；
- 覆盖保护箱（铝或钽），防止挥发污染。

4.5.2 扩散热处理

扩散热处理参数应满足表1规定。

表1 晶界扩散热处理工艺参数

工艺阶段	温度/ $^{\circ}\text{C}$	时间/h	真空度/Pa	气氛	升温速率/ $(^{\circ}\text{C}/\text{min})$
预热	400~500	0.5	$\leq 1 \times 10^{-2}$	高纯 Ar	5~10
扩散	800~950	2~8	$\leq 5 \times 10^{-3}$	高纯 Ar	3~5
均热	900	1	$\leq 5 \times 10^{-3}$	高纯 Ar	—
冷却	室温	—	—	高纯 Ar	≤ 5

4.5.3 工艺关键点

关键控制点包括：

- 温度均匀性：炉内温场偏差 $\leq \pm 5$ $^{\circ}\text{C}$ ；
- 气氛纯度：Ar 气纯度 $\geq 99.999\%$ ，氧含量 ≤ 1 ppm；
- 冷却速率：控制 ≤ 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 至 500 $^{\circ}\text{C}$ ，避免热应力裂纹；
- 挥发控制：使用捕集器收集挥发性稀土元素。

4.6 后处理工艺

4.6.1 表面清理

表面清理方法：

- 机械打磨：去除表面扩散层，厚度损失 ≤ 0.1 mm；
- 化学清洗：稀硝酸（5%）浸泡 1 min，去离子水冲洗；
- 干燥：80 $^{\circ}\text{C}$ 、30 min。

4.6.2 回火处理

回火工艺：

- 温度：500~600 $^{\circ}\text{C}$ ；

- b) 时间: 1~2 h;
- c) 气氛: 真空或高纯 Ar;
- d) 目的: 释放应力, 稳定磁性能。

4.6.3 磁化与充磁

充磁要求:

- a) 充磁磁场: ≥ 3 T;
- b) 脉冲次数: 3 次;
- c) 方向: 轴向或径向, 根据产品设计要求。

4.7 成品处理与初检

4.7.1 外观检查

检查项目:

- a) 表面颜色: 均匀, 无氧化斑;
- b) 边缘: 无崩边、裂纹;
- c) 尺寸精度: 符合图纸要求, 公差 ± 0.05 mm。

4.7.2 初步磁性能测试

测试项目:

- a) 开路磁通;
- b) 矫顽力初测;
- c) 标记初测数据, 用于追溯。

5 设备要求

5.1 前处理设备

5.1.1 超声清洗机

要求如下:

- a) 频率: 40 kHz $\pm 5\%$;
- b) 功率: 可调, 最大 1 kW;
- c) 槽体材质: SUS304 不锈钢;
- d) 温控范围: $20\sim 60$ °C, 精度 ± 1 °C。

5.1.2 烘箱

要求如下:

- a) 温度范围: 室温 ~ 200 °C;
- b) 均匀性: ± 2 °C;
- c) 风机: 可调速, 避免颗粒扬起。

5.1.3 表面处理设备

包括:

- a) 等离子清洗机: 功率 $500\sim 1000$ W, 频率 13.56 MHz;
- b) 紫外臭氧机: 波长 185 nm/ 254 nm, 功率 300 W。

5.2 扩散源制备设备

5.2.1 球磨机

要求如下:

- a) 行星式, 转速 $50\sim 500$ r/min;
- b) 罐体材质: 氧化锆或尼龙;
- c) 密封性: 良好, 防泄漏。

5.2.2 涂覆设备

包括:

- a) 喷涂机：精密喷嘴，控制精度 $\pm 2 \mu\text{L}$ ；
- b) 旋涂机：转速 500~5000 r/min，控制精度 $\pm 1\%$ ；
- c) 浸涂机：提拉速度可调，精度 $\pm 0.1 \text{ mm/s}$ 。

5.3 扩散热处理设备

5.3.1 真空扩散炉

要求如下：

- a) 最高温度：1200 $^{\circ}\text{C}$ ；
- b) 温控精度： $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 真空度： $\leq 5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ ；
- d) 炉膛材质：石墨或 Mo 合金；
- e) 气氛系统：支持 Ar、N₂ 等高纯气体。

5.3.2 气氛控制系统

要求如下：

- a) 气体纯度： $\geq 99.999\%$ ；
- b) 流量控制：0.1~10 L/min，精度 $\pm 1\%$ ；
- c) 氧含量监测：实时显示，报警值 $\leq 1 \text{ ppm}$ 。

5.4 检测与测试设备

5.4.1 磁性能测试仪

要求如下：

- a) 磁通计：精度 $\pm 0.5\%$ ；
- b) 矫顽力计：测量范围 0~3000 kA/m，精度 $\pm 1\%$ ；
- c) B-H 测绘仪：符合 GB/T 3217 要求。

5.4.2 微观结构分析设备

包括：

- a) 扫描电镜（SEM）：分辨率 $\leq 5 \text{ nm}$ ；
- b) 能谱仪（EDS）：元素分析范围 B~U；
- c) 电子探针（EPMA）：用于稀土元素分布分析。

5.5 环境控制设备

5.5.1 洁净室系统

要求如下：

- a) 等级：千级（GB/T 25915.1 Class 6）；
- b) 温湿度控制：22 $\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ，湿度 $\leq 40\%$ ；
- c) 粒子监测：符合 GB/T 25915.2。

5.5.2 手套箱

用于扩散源制备：

- a) 氧含量： $\leq 1 \text{ ppm}$ ；
- b) 湿度： $\leq 1 \text{ ppm}$ ；
- c) 密封性：泄漏率 $\leq 0.01 \text{ vol\%/h}$ 。

6 环境要求

6.1 洁净度要求

要求如下：

- a) 扩散源制备、涂覆、装料工序应在千级洁净室进行；
- b) 后处理、检验工序可在万级洁净室进行；

- c) 粒子浓度监测按 GB/T 25915.2 执行。

6.2 温湿度控制

要求如下：

- a) 生产区域温度：20~26 ℃；
- b) 相对湿度：30%~50%；
- c) 记录频率：每班次至少一次。

6.3 气氛与真空要求

要求如下：

- a) 扩散炉内氧含量 ≤ 5 ppm；
- b) 保护气体露点 ≤ -70 ℃；
- c) 真空系统泄漏率 $\leq 1 \times 10^{-9}$ Pa·m³/s。

6.4 振动与噪声控制

要求如下：

- a) 振动：地面振动加速度 ≤ 1 $\mu\text{m/s}^2$ (10~100 Hz)；
- b) 噪声： ≤ 65 dB(A)，符合 GB 12348。

7 人员要求

7.1 资质与培训

要求如下：

- a) 操作人员应具备材料、冶金、磁学等相关专业背景；
- b) 经过工艺、设备、安全培训并考核合格；
- c) 培训记录保存不少于 3 年。

7.2 防护与操作规范

要求如下：

- a) 穿戴防静电服、手套、护目镜、口罩；
- b) 严禁在操作区饮食、吸烟；
- c) 定期进行健康检查，重点关注重金属接触风险。

7.3 岗位分工

要求如下：

- a) 工艺操作岗：负责扩散工艺执行；
- b) 检测岗：负责性能测试与记录；
- c) 设备维护岗：负责设备校准与保养；
- d) 质量岗：负责全过程质量监督。

8 安全与环保要求

8.1 化学品安全

要求如下：

- a) 重稀土粉末应在密闭容器中储存，避免扬尘；
- b) 溶剂使用区域应设局部排风，空气中浓度低于 GBZ 2.1 限值；
- c) 应急处理：皮肤接触（立即用清水冲洗 15 min），吸入（移至通风处，必要时就医），火灾（使用干粉或 CO₂ 灭火器）。

8.2 废气与废料处理

8.2.1 废气处理

要求如下：

- a) 扩散炉排气应经过滤、吸附处理，VOC 排放浓度 $\leq 50 \text{ mg/m}^3$ （GB 16297）；
- b) 定期检测排风口重金属含量。

8.2.2 废料处理

要求如下：

- a) 废扩散源、废溶剂分类收集，交由有资质单位处理；
- b) 记录废料种类、数量、处理方式。

8.3 设备安全

要求如下：

- a) 高温设备设超温报警与自动断电；
- b) 真空设备设压力报警与安全阀；
- c) 电气设备接地电阻 $\leq 4 \Omega$ 。

8.4 健康监测与应急

要求如下：

- a) 员工每年体检一次，重点检查血铅、尿稀土含量；
- b) 每半年进行一次应急演练；
- c) 设立应急药箱与洗眼器。

9 质量检验与判定

9.1 检验内容

9.1.1 外观检验

要求如下：

- a) 表面无裂纹、氧化、锈蚀；
- b) 尺寸符合图纸要求；
- c) 标记清晰、无误。

9.1.2 磁性能检验

要求如下：

- a) 矫顽力 $H_{c j}$ ： $\geq 1200 \text{ kA/m}$ ；
- b) 剩磁 B_r ： $\geq 1.2 \text{ T}$ ；
- c) 磁能积 $(BH)_{\max}$ ： $\geq 320 \text{ kJ/m}^3$ ；
- d) 测试条件：室温 $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $50 \pm 10\%$ 。

9.1.3 微观结构检验

要求如下：

- a) 晶界扩散层厚度： $1 \sim 5 \text{ } \mu\text{m}$ ；
- b) 稀土元素分布：EPMA 分析，Tb 或 Dy 在晶界连续分布；
- c) 主相晶粒尺寸： $5 \sim 10 \text{ } \mu\text{m}$ 。

9.1.4 可靠性检验

要求如下：

- a) 热稳定性： $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 1000 h，磁通衰减 $\leq 5\%$ ；
- b) 湿热试验： $85 \text{ }^\circ\text{C}/85 \text{ \%RH}$ ，500 h，外观无锈蚀；
- c) 冷热冲击： $-40 \text{ }^\circ\text{C} \sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$ ，100 次循环，无开裂。

9.2 判定规则与分级

9.2.1 判定标准

所有检验项目合格方可判定为合格品。

9.2.2 分级标准

根据矫顽力与磁能积分级，应符合表2的规定。

表2 产品分级标准

等级	矫顽力 $H_{c j}$ / (kA/m)	磁能积 $(BH)_{max}$ / (kJ/m ³)	用途示例
A+	≥ 1600	≥ 360	高端电机、航空航天
A	≥ 1400	≥ 340	电动汽车、风电
B	≥ 1200	≥ 320	工业电机、音响
C	< 1200	< 320	不合格品

9.2.3 抽样方案

要求如下：

- a) 每批次抽样比例 $\geq 5\%$ ；
- b) 关键批次（如首件、工艺变更）全检；
- c) 抽样方案参照 GB/T 2828.1。

9.3 记录与追溯

要求如下：

- a) 每批产品记录工艺参数、材料批次、检验数据；
- b) 使用二维码或 RFID 标签实现全过程追溯；
- c) 记录保存期限不少于 10 年。