ICS 77.120.99

H 65

 XB

中华人民共和国工业和信息化部 发 布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

**XB/T** XXX—202X

**中华人民共和国稀土行业标准**

标准

ICS 77.120.99

CCS H 65

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用

氟化铽、氟化镝

**Terbium fluoride and Dysprosium fluoride for grain boundary**

**diffusion of sintered NdFeB magnet**

（预审稿）

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：有研稀土新材料股份有限公司、……

本文件主要起草人：吴道高……

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本次为首次发布。

 XB/T XXX-202X

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝

1 范围

本文件规定了烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物的分类、技术要求、试验方法、检验规则、包装、运输、标志、贮存及质量证明书。

本文件适用于采用氟化氢干法氟化制备的烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝。

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 12690 （所有部分）稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

GB/T 14635 稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定

GB/T 18115.8 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铽中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

GB/T 18115.9 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

GB/T 20170.1 稀土金属及其化合物物理性能测定方法 稀土化合物粒度分布的测定

XB/T 615 氟化稀土化学分析方法 氟量的测定 水蒸气蒸馏-EDTA滴定法

3 术语和定义

晶界扩散 grain boundary diffusion

晶界扩散是指通过热处理，使得重稀土元素沿着烧结钕铁硼永磁体的晶界，从永磁体表面扩散渗透进入永磁体内部，提升烧结钕铁硼永磁体的内禀矫顽力。

4 分类与牌号

4.1 产品分类

产品按稀土氟化物的类别分为两个牌号TbF3 - G、DyF3 - G。

4.2 产品牌号

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物牌号由稀土氟化物的类别和用途组成。共分为二个层次，其中第一层次表示为稀土氟化物的类别，采用氟化物的元素符号表示；第二层次表示产品的用途，使用G符号来表示。具体表示方法如下。

REF3 - G

第二层次 表示产品的用途

 第一层次 表示稀土氟化物的类别

示例：

TbF3 - G：烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽

5 技术要求

5.1 理化性能

产品的理化性能应符合表1的规定。需方如对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1 产品的理化性能

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | TbF3 - G | DyF3 - G |
| 物理性能 | 粒度分布/μm | D50，不大于 | 6 |
| D90，不大于 | 12 |
| D99，不大于 | 15 |
| Dmax，不大于 | 30 |
| 化学成分（质量分数）/% | REO | 85.5±0.5 | 84.5±0.5 |
| Dy2O3(Tb4O7)/REO，不小于 | 99.9 |
| F  | 25.5±1 | 25.0±1 |
| 稀土杂质含量，不大于 | Gd2O3 | 0.010 |
| Tb4O7 | 基体 | 0.015 |
| Dy2O3 | 0.015 | 基体 |
| Ho2O3 | 0.015 |
| Er2O3 | 0.005 |
| Tm2O3 | 0.005 |
| Yb2O3 | 0.010 |
| Y2O3 | 0.010 |
| 其他稀土杂质 | 0.030 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.035 |
| SiO2 | 0.020 |
| CaO | 0.025 |
| NiO | 0.050 |
| Al2O3 | 0.020 |
| O | 0.10 |
| W（H2O），不大于 | 0.5 |

5.2 外观

5.2.1产品为白色粉末。

5.2.2产品应洁净，无目视可见的夹杂物。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 稀土总量的测定按GB/T 14635的规定进行。

6.1.2 氟含量的测定按XB/T 615的规定进行。

6.1.3 氟化铽、氟化镝中稀土杂质含量的测定除前处理部分外分别按GB/T 18115.8、GB/T 18115.9的规定进行，样品的前处理部分按附录A的规定进行。

6.1.4 硅含量的测定按GB/T 12690.7的规定进行。

6.1.5 铁、铝、镍含量的测定除前处理部分外按GB/T 12690.5的规定进行，样品的前处理部分按附录B的规定进行。

6.1.6 钙含量的测定除前处理部分外按GB/T 12690.15的规定进行，样品的前处理部分按附录C的规定进行。

6.1.7 水分量的测定按GB/T 12690.3的规定进行。

6.2 物理性能

粒度分析方法按GB/T 20170.1 的规定进行。

6.3 外观质量

自然散色光下，目视检查。

6.4 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

7 检验规则

7.1 检查与验收

7.1.1 产品由供方质量检验部门或第三方进行检验，保证产品质量符合本标准规定，并填写产品质量证明书。

7.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验。如检验结果与本标准规定不符时，应在收到产品之日起2个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

7.2 组批

产品应成批检验，每批应由同一牌号的产品组成。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、粒度和外观检验。

7.4 取样与制样

7.4.1 产品的取样数量按表2的规定进行。

表2 产品取样数量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品件（袋）数量 | 1-5 | 6-49 | 50-100 | ＞100 |
| 取样件（袋）数 | 件（袋）数的100% | 5 | 产品数量的10%只进不舍取整数 | 产品数量的平方根只进不舍取整数 |

7.4.2 化学成分/粒度分析的取样方法按下述规定进行：

用插管在每件（袋）中心及周围等距离处取三点，每件（袋）取样量不少于10g，将试样混匀后，用四分法迅速缩放至试样所需数量，装入清洁的塑料（瓶）袋中并封口。

7.5 检验结果判定

7.5.1 化学成分分析结果与本标准规定不符时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复试验，如仍有不合格项，则判该批产品为不合格。

7.5.2 外观质量检验结果与本标准不符合时，判该批产品不合格。

7.5.3 粒度检验结果与本标准不符合时，判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

8.1 标志

包装桶（袋）外应有不褪色的明显标志，每桶（袋）外至少应注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称和牌号；

c）批号；

d) 毛重、净重；

e) 出厂日期及“防潮”标志或字样。

8.2 包装

产品抽真空包装于双层塑料袋或塑料瓶中，每袋（瓶）净重分别为5kg、10kg、25kg、50kg。再将袋（瓶）置于铁桶（木箱、纸箱或塑料箱）内，每桶（箱）净重为10kg、20kg、50kg。如需方对包装有特殊要求，供需双方另行协商。

8.3 运输、贮存

产品运输时严防淋雨受潮，需存放干燥处，不得露天堆放。

8.4 质量证明书

每批产品应附质量证明书，注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称；

c) 牌号、批号；

d) 净重、件数；

e) 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记；

f) 本标准编号；

g) 出厂日期。

附 录 A

（规范性附录）

氟化铽、氟化镝中稀土杂质含量分析时的前处理

A.1电感耦合等离子体光谱法（方法1）

A.1.1 试剂

A.1.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

A.1.1.2 硝酸（1+1）。

A.1.2 试样

氟化铽或氟化铽镝于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

A.1.3 分析步骤

A.1.3.1 试料

称取试样（A.1.2），使试料中稀土氧化物的量为0.500g，精确至0.0001g。

A.1.3.2 平行试验

 称取两份试料（A.1.3.1），进行平行测定，取其平均值。

A.1.3.3 空白试验

随同试料（A.1.3.1）做空白试验。

A.1.3.4 分析试液的制备

将试料（A.1.3.1）置于150mL的烧杯中，加5mL高氯酸（A.1.1.1），5mL硝酸（A.1.1.2），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（A.1.1.1），盖上表面皿，低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1mL左右，冷却，加10mL硝酸（A.1.1.2），用水洗杯壁和表面皿，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待用。

A.1.5 测定

 氟化铽按照GB/T18115.8中6.5的规定进行，氟化镝按照GB/T18115.9中6.5的规定进行。

A.2电感耦合等离子体质谱法（方法2）

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

A.2.1.2 硝酸（1+1）。

A.2.1.3 盐酸淋洗液（0.015mol/L）。

A.2.2 试样

氟化铽（镝）于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 试料

按表A1称取试样（A.2.2），精确至0.0001g。

表 A1 称取试样的量

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土杂质相对含量（质量分数）/ % | 试样中稀土氧化物的量/g |
| 0.0001～0.0050 | 0.250 |
| ＞0.0050～0.05 | 0.100 |

A.2.3.2 平行试验

 称取两份试料（A.2.3.1），进行平行测定，取其平均值。

A.2.3 .3 空白试验

 随同试料（A.2.3.1）做空白试验。

A.2.3.4 分析试液的制备

将试料（A.2.3.1）置于100mL的烧杯中，加5mL高氯酸（A.2.1.1），5mL硝酸（A.2.1.2），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（A.2.1.1），盖上表面皿，低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1mL左右，立即取下，稍冷，用水洗杯壁和表面皿，用少量盐酸淋洗液（A.2.1.3）溶解盐类，移入50mL容量瓶中，以盐酸淋洗液（A.2.1.3）稀释至刻度，混匀。

A.2.4 测定

氟化铽按照GB/T18115.8中15.7的规定进行，氟化镝按照GB/T18115.9中15.7的规定进行。

附 录 B

（规范性附录）

氟化铽、氟化镝中铁、铝、镍含量分析时的前处理

B.1 电感耦合等离子体光谱法

B.1.1 试剂

B.1.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

B.1.1.2 硝酸（1+1）。

B.1.2 试样

氟化铽或氟化镝于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

B.1.3 分析步骤

B.1.3.1 试料

称取试样（B.1.2），使试料中稀土氧化物的量为0.500g，精确至0.0001g。

B.1.3.2 平行试验

称取两份试料（B.1.3.1）进行平行测定，取其平均值。

B.1.3.3 空白试验

随同试料（B.1.3.1）做空白试验。

B.1.3.4 分析试液的制备

将试料（B.1.3.1）置于石英烧杯中，加10mL高氯酸（B.1.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（B.1.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1mL左右，冷却，加5mL硝酸（B.1.1.2），用水洗器壁，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

B.1.4 测定

按照GB/T12690.5中2.5.6的规定进行。

B.2 电感耦合等离子体质谱法

B.2.1 试剂和材料

B.2.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

B.2.1.2 硝酸（1+1）。

B.2.1.3 铟内标溶液：1mL含1μg的铟。

B.2.1.4 铯内标溶液：1mL含1μg的铯。

B.2.2 试样

氟化铽或氟化镝于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

B.2.3 分析步骤

B.2.3.1 试料

称取试样（B.2.2），使试料中稀土氧化物的量为0.500g，精确至0.0001g。

B.2.3.2 平行试验

称取两份试料（B.2.3.1）进行平行测定，取其平均值。

B.2.3.3 空白试验

随同试料（B.2.3.1）做空白试验。

B.2.3.4 分析试液的制备

将试样（B.2.3.1）置于石英烧杯中，加5mL高氯酸（B.2.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（B.2.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1mL左右，冷却至室温。加5mL硝酸（B.2.1.2），用水洗器壁，低温溶解盐类，冷却至室温，移入100mL容量瓶，定容。按照表B1进行分取、内标加入及定容操作。

表 B1 试液的分取定容

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素质量分数/% | 分取试液体积/mL | 第二次定容体积/mL | 加内标溶液体积/mL | 补加硝酸体积/mL |
| 0.0001～0.010 | 10.00 | 50.00 | 0.50 | 2 |
| ＞0.010～0.050 | 5.00 | 50.00 | 0.50 | 2 |

B.2.4 测定

氟化铽或氟化镝按照GB/T12690.5中3.5.6的规定进行。

附 录 C

（规范性附录）

氟化铽、氟化镝中钙含量分析时的前处理

C.1电感耦合等离子体发射光谱法

C.1.1 试剂

C.1.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

C.1.1.2 硝酸（1+1）。

C.1.2 试样

氟化铽或氟化铽于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

C.1.3 分析步骤

C.1.3.1 试料

按表C.1称取试样(C.1.2)，精确至0.0001g。

表 C.1 称取试样的量及分取定容

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化钙含量（质量分数）/ % | 试料稀土氧化物的量/g | 试液总体积/mL | 分取试液体积/mL | 被测试液体积/mL |
| 0.0002～0.0050 | 1.2500 | 50.00 | 10.00 | 25.00 |
| ＞0.0050～0.050 | 0.5000 | 50.00 | 10.00 | 25.00 |
| ＞0.050～0.30 | 0.5000 | 50.00 | 10.00 | 50.00 |

C.1.3.2 平行试验

 称取两份试料（C.1.3.1），进行平行测定，取其平均值。

C.1.3.3 空白试验

随同试料（C.1.3.1）做空白试验。

C.1.3.4 分析试液的制备

将试料（C.1.3.1）置于石英烧杯中，加10mL高氯酸（C.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（C.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1mL左右，冷却，加10mL硝酸（C.1.2），用水洗器壁，低温溶解盐类，冷却至室温，移入50mL容量瓶，定容。按表C1进行分取、定容操作，混匀后待测。

C.1.4 测定

按照GB/T12690.15中2.6的规定进行。

C.2火焰原子吸收光谱法

C.2.1 试剂和材料

C.2.1.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

C.2.1.2 硝酸（1+1）。

C.2.2 试样

氟化铽或氟化镝于105℃烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

C.2.3 分析步骤

C.2.3.1 试料

按表C.2称取试样（C.2.2），精确至0.0001g。

表 C.2 称取试样的量

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化钙含量（质量分数）/ % | 试样量/g |
| 0.01～0.03 | 2.0000 |
| ＞0.03～0.10 | 0.5000 |
| ＞0.10～0.30 | 0.1000 |

C.2.3.2 平行试验

 称取两份试料（C.2.3.1），进行平行测定，取其平均值。

C.2.3.3 空白试验

随同试料（C.2.3.1）做空白试验。

C.2.3.4 分析试液的制备

将试料（C.2.3.1）置于石英烧杯中，加10mL高氯酸（C.2.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（C.2.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至近干，加入5mL硝酸（C.2.1.2），用水洗器壁，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

C.2.4 测定

氟化铽或氟化镝按照GB/T12690.15中3.6的规定进行。