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**

（送审稿）

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牵头起草，有研稀土高技术有限公司、北京工业大学、包头稀土研究院、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、赣州湛海新材料有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司、赣州科明高技术有限公司、有研工程技术研究院有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司（排名不分先后）

本文件主要起草人：吴道高、陈德宏、杨秉政、卢文礼、王志强、胡权霞、……

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氟化铽、氟化镝的分类、技术要求、试验方法、检验规则、包装、运输、标志、贮存及随行文件。

本文件适用于化学法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

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

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

3.1

晶界扩散 grain boundary diffusion

在温度作用下，利用浓度差作为扩散驱动力使原子沿晶界扩散的行为。

3.2

烧结钕铁硼磁体晶界扩散 grain boundary diffusion in sintered NdFeB magnets

将重稀土金属、合金或含重稀土重稀土元素的化合物涂敷在磁体表面，在高温作用下，利用浓度差作为扩散驱动力使重稀土原子沿晶界扩散进入磁体以及提供磁体矫顽力的方法。

4 分类与牌号

4.1 产品分类

参照GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法，产品按烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝的粒度分为G-TbF3-2、G-TbF3-5、G-DyF3-2、G-DyF3-5四个牌号。

4.2 产品牌号

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝产品牌号共分三个层次。其中，第一层次表示产品的用途，采用晶界扩散的英文首字母“G”表示；第二层次表示产品的类别，采用化学式TbF3（DyF3）表示；第三层次表示氟化铽、氟化镝产品的粒径，采用其中值粒径D50值（单位mm）表示。具体表示方法如下：

G-TbF3（DyF3）-X

 第三层次 表示产品的中值粒径D50值

第二层次 表示产品的类别

 第一层次 表示产品的用途

示例：G-TbF3-5表示累计粒度分布百分数达到50%时所对应的粒径为5mm的烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽产品。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表1 晶界扩散用氟化铽产品的化学成分表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | G-TbF3-2 | G-TbF3-5 |
| REO | 85±1 | 85±1 |
| Tb4O7/REO，不小于 | 99.5 | 99.9 |
| F | 26±1 | 26±1 |
| 杂质含量，不大于 | 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.10 | 0.05 |
| SiO2 | 0.08 | 0.05 |
| MgO | 0.05 | 0.02 |
| Al2O3 | 0.05 | 0.03 |
| CaO | 0.05 | 0.03 |
| NiO | 0.08 | 0.05 |
| CuO | 0.02 | 0.01 |
| C | 0.05 | 0.03 |
| O | 0.15 | 0.10 |
| 稀土杂质总量/RE | 0.50 | 0.10 |
| W（H2O），不大于 | 0.6 | 0.5 |
| 注1：表中REO为烘干后稀土总量。注2：稀土杂质是指表中没有列出除Pm，Sc以外其他所有稀土元素。 |

表2 晶界扩散用氟化镝产品的化学成分表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | G-DyF3-2 | G-DyF3-5 |
| REO | 84±1 | 84±1 |
|  Dy2O3/REO，不小于 | 99.5 | 99.9 |
| F | 25.0±1 | 25.0±1 |
| 杂质含量，不大于 | 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.10 | 0.05 |
| SiO2 | 0.08 | 0.05 |
| MgO | 0.05 | 0.02 |
| Al2O3 | 0.05 | 0.03 |
| CaO | 0.05 | 0.03 |
| NiO | 0.08 | 0.05 |
| CuO | 0.02 | 0.01 |
| C | 0.05 | 0.03 |
| O | 0.15 | 0.10 |
| 稀土杂质合量 | 0.5 | 0.1 |
| W（H2O），不大于 | 0.6 | 0.5 |
| 注1：表中REO为烘干后稀土总量。注2：稀土杂质是指表中没有列出除Pm，Sc以外其他所有稀土元素。 |

5.2 物理性能

产品的理化性能应符合表2的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 2 产品物理性能表

|  |  |
| --- | --- |
| 物理性能 | 产品牌号 |
| G-TbF3-2 | G-DyF3-2 | G-TbF3-5 | G-DyF3-5 |
| D10/µm  | 0.4±0.3 | 1±0.5 |
| D50/µm  | 2±1 | 5±2 |
| D90/µm  | 5±2 | 10±3 |

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 稀土杂质含量的测定除前处理部分外,氟化铽、氟化镝分别按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文件规定，并填写产品质量证明书。

7.1.2 需方应对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单规定不符时，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 产品的取样件数应按表2的规定进行。

表2 取样件数表

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

7.4.2 化学成分和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 化学成分和粒度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。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 通用要求

标志、包装、运输、贮存及随行文件应符合GB 39176中相应产品的要求。

8.2 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) 生产日期

f) 有效期；

g) 产品质量检验合格证明；

h) “防潮”标志或字样。

8.3 包装

产品分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）置于桶（箱）内，每桶（箱）净重为10kg、20kg、25kg、50kg。如需方有特殊要求，由供需双方协商确定。

8.4 运输与贮存

产品运输时严防淋雨受潮。产品应存放干燥处，不得露天堆放。

8.5 随行文件

每批产品应附有质量证明书，其上注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称和牌号；

c) 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) 本标准编号或合同号；

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（氟化镝）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），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（氟化镝）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、氟化镝分别按照GB/T18115.8、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（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（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（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（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 C1 称取试样的量及分取定容

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化钙含量（质量分数）/ % | 试料量/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（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C2称取试样（C.2.2），精确至0.0001g。

表 C2 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（氟化镝）按照GB/T12690.15中3.6的规定进行。