钕铁硼废料化学分析方法

第4部分：氟量的测定

编制说明（预审稿）

虔东稀土集团股份有限公司

艾科锐检测技术有限公司

2022年05月20日

《钕铁硼废料化学分析方法第4部分：氟量的测定》

1. 工作简况
2. 任务来源

2021年2月，工业和信息化部办公厅下达第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知-工信厅科函[2021] 25号文件，其中行业标准《钕铁硼废料化学分析方法 第4部分：氟量的测定》制订计划下达，项目由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口，由虔东稀土集团股份有限公司负责起草，项目计划编号为2021-0052T-XB，周期为24个月。

2.项目背景

钕铁硼材料是高性能稀土永磁材料，从电子行业到汽车、家电、医疗等行业，具有非常广阔的发展前景，是21世纪新兴产业发展中必不可少的关键材料。生产或加工钕铁硼永磁体的过程中会不可避免地产生相当于钕铁硼合金总产量的20%—50%的钕铁硼磁体废料。再加上《绿色制造工程实施指南（2016-2020年）》提出产业绿色协同发展，使得钕铁硼废料的综合处理得到了广泛的关注。

而在钕铁硼废料在收集、存储和贸易过程中，会被混入稀土熔盐渣，从而导致钕铁硼废料也有氟的存在。在钕铁硼废料加工回收过程中，氟与稀土离子形成氟化物沉淀随废渣排放而导致收率降低，且氟离子进入萃取工艺而影响稀土分离，不利于钕铁硼废料的回收利用。再者，氟若不加以处理就这样排放的话，既浪费了氟资源，又污染了环境，并且氟污染具有强穿透性和不可逆转性。

目前现有的氟量测定标准有GB/T 12690.16《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第16部分：氟量的测定》、GB/T 18114.11《稀土精矿化学分析方法 第11部分：氟量的测定》以及GB/T 20166.2《稀土抛光粉化学分析方法 第2部分：氟量的测定》。以上分析方法对钕铁硼废料中氟量的测定有一定的借鉴作用，但由于测定范围以及测定主体的不同，所研究的内容也会有差异，简单的套用显然是不可取的。

针对以上情况对行业标准《钕铁硼废料化学分析方法》提出氟量测定的制定，以满足实际生产及控制的需求，检测实验室在其检测活动中，也将有规范的行标方法可循，间接地促进稀土产业的发展。

3.项目编制组单位简况

3.1编制组成员单位

编制组由虔东稀土集团股份有限公司、赣州稀土友力科技开发有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、赣州有色冶金研究所、赣州晨光稀土新材料有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、北矿检测技术有限公司共七家单位组成。

3.2负责起草单位简介

**虔东稀土集团股份有限公司**：是本项目负责起草单位，虔东稀土集团股份有限公司，始创于1988年，致力于稀土资源及其应用产品开发和产业化，是稀土基础材料、稀土功能材料及应用、稀土加工装备等领域的高科技企业。 公司已建立了较完整的科研、试验、生产、检测体系，具有国内先进水平的稀土分离、金属、磁性材料、结构陶瓷、发光材料、催化剂材料、资源回收和加工设备制造等生产线。公司已形成集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品和稀土加工装备制造为一体的稀土应用开发产业链。公司自创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”、国家“星火计划”、国家“火炬计划”、国家“重点新产品”、国家“创新基金计划”等70多项国家、省、市级新产品的研制和开发项目。公司已获得各类专利127件，其中有效发明专利48件，主持国家和行业标准30余件。公司已通过ISO9001、ISO14001、ISO16949、安全生产标准化、知识产权标准化体系、AEO认证、CNAS认证，是国家高新技术企业，拥有国家级企业技术中心、国家级博士后工作站、江西省陶瓷材料重点实验室、省级示范院士工作站等国家、省级科研、人才平台。公司先后被评为“全国优秀民营科技企业”、“国家级高新技术企业”、“全国两化融合示范企业”、“国家技术创新示范企业”、“全国工业品牌培育示范企业”、“江西省‘百强企业’”、“赣州市市长质量奖”、“国家火炬计划重点高新技术企业”、“江西省资源节约 先进集体”、“江西省信息化工作先进单位”、“光彩之星”、“企业文化建设优秀单位”、 “‘十五’制造业信息化重点示范企业”、“‘十五’期间“安全生 产先进单位”、“中国质量诚信企业”等荣誉称号。公司以“创造价值、成就希望、奉献社会”为宗旨，以“勤奋、务实、创新、发展”为精神，凭借在行业领先的技术水平及市场拓展能力，面向全球稀土市场提供高性能增值产品和多元化解决方案，力争为社会发展提供最好的稀土应用产品和服务！

虔东稀土集团股份有限公司在标准修订过程中，负责提出标准修订的试验方案、试验报告，负责统一样品的制备与发放，汇总精密度数据，并进行数据处理，随后与其他标准参加单位共同形成标准征求意见稿，进行广泛的意见征集，并负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助稀土标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

3.3参与起草单位简介

**赣州稀土友力科技开发有限公司**：是本项目的一验单位。赣州稀土友力科技开发有限公司成立于2011年7月，注册资本2亿元，为中国南方稀土集团有限公司下属子公司，是全国设计生产能力排名前列的稀土废料回收加工企业，承担了国家南方离子型稀土中试基地、钕铁硼废料综合回收利用两个科研项目，具备1000吨/年高性能钕铁硼永磁材料及6000吨/年钕铁硼废料综合利用的生产处理能力。赣州稀土友力科技开发有限公司位于中国稀金谷的核心区域，通过了ISO9001质量管理体系、ISO14001环境管理体系及ISO45001职业健康安全管理体系的三体系认证，拥有发明专利一项、实用新型发明专利六项，是一家响应国家号召构建资源节约、环保节能的国家级高新技术企业。公司主营业务为离子型稀土分离与二次资源利用新技术、新工艺、新设备、新产品的研究开发与技术服务，稀土产品、钕铁硼磁性材料、钕铁硼废料的加工和销售，稀土中试设备的销售，主要产品有氧化镨钕、氧化镝、氧化铽、钕铁硼永磁材料等，在业界广受好评。

**四川省乐山锐丰冶金有限公司**：是本项目的一验单位。四川省乐山锐丰冶金有限公司成立于2001年6月，位于乐山市五通桥区盐磷化工循环产业园，占地面积79000㎡，公司现有资产逾5亿元。目前公司拥有中高级技术人员40余人，员工280余人。年产值数亿元，利税超亿元。是集产品研发、生产为一体的稀土深加工企业。拥有完善的质检、管理体系。主要生产稀土氧化物、稀土盐类、稀土富集物、抛光粉等四十余种规格的产品。产品销往包头、江西、山东、广东、浙江、武汉、荷兰、美国、意大利、韩国、日本、斯洛文尼亚等多个地区和国家。公司实施了ISO9001质量、ISO14001环境、OHSAS18001职业健康安全和ISO5001能源管理体系并通过了认证；获得海关进出口货物收发货人报关注册登记证书，并备案登记“对外贸易经营者备案登记表”；2012年5月通过国家环保部环保核查，并获得国家“稀土生产指令性计划”；2012年12月纳入国家工信部稀土行业准入公告；2012年7月加入中国稀土行业协会；2014年11月加入全国稀土标准化技术委员会，主导及参与制修订稀土国家标准或行业标准14项；2017年10月被评为国家高新技术企业、四川省企业技术中心；2019年3月获得企业信用等级评价AAA企业，并连续三年被四川省生态环境厅评为“环保良好”企业；2019年5月公司理化分析中心获中国合格评定国家认可委员会实验室认可，2020年被评为省级绿色制造示范企业；目前公司已拥有11项已授权专利。

**赣州有色冶金研究所**：是本项目的二验单位。是从事钨、稀土及钽铌等领域的工程化技术研究和非煤矿山工程设计、节能评估、安全检测、职业卫生以及有色金属产品检验分析、咨询服务等业务的综合性科技型企业。现隶属于江西钨业控股集团有限公司，并承担技术中心和博士后科研工作站等。赣研所先后承担各类科研项目2300多项，取得科研成果1200余项，其中获国家发明奖6项，国家科技进步奖13项，省部级科技奖励300多项；授权专利77件，其中，发明专利21件；赣州有色冶金研究所有限公司分析检测中心是从事金属材料、有色矿产品、环境和地质等样品检测以及分析测试技术研究的专业机构。承主持和参与制（修）订钨、稀土、钽铌等有色金属矿及其制品和分析检测方法国家标准105项，行业标准40项。在标准起草期间，该单位按照试验报告提供的方法对公共样品进行了分析，完成验证提供验证报告及意见，同时提供了精密度数据。

**赣州晨光稀土新材料有限公司**：是本项目的二验单位。赣州晨光稀土新材料有限公司(简称“晨光稀土”)源自1997年成立的江西省赣南晨光稀土金属冶炼厂，2017年与盛和资源控股股份有限公司（简称“盛和资源”，股票代码600392）完成重大资产重组，成为上市公司盛和资源的全资子公司。晨光稀土以金属事业部为母体，下辖全南县新资源稀土有限责任公司、赣州步莱铽新资源有限公司两家子公司，注册资本3.6亿元，现有员工近1000人。晨光稀土专业生产各种稀土氧化物、稀土金属、混合稀土金属、稀土合金等系列稀土产品及配套产品，拥有集稀土“分离——冶炼——回收”为一体的产业链，是目前国内稀土冶炼、分离技术最先进的企业之一。

**江西金世纪新材料股份有限公司**：是本项目的二验单位。前身为江西省稀土研究所，成立于1984年4月，是在原南昌硬质合金厂稀土研究室和稀土车间的基础上成立的省属研究所，从上世纪六十年代开始稀土分离研究与生产，是国内最早从事稀土研究与生产的单位之一。公司经过多年努力已发展成为集科研、生产和经营为一体的省级科、工、贸实体，属国家高新技术企业。1994年10月获自营进出口权，已成为江西省规模最大的稀土企业之一，是中国南方稀土集团的骨干企业。公司生产设备优良，技术力量雄厚，各类专业技术人员占职工总数的30%以上。公司有湿法和火法冶炼两个生产区，共四个生产车间六条生产线，可生产稀土氧化物、碳酸盐、氟化物、氢氧化物、稀土金属及合金等40个系列160多个品种的稀土产品，具有处理南北稀土矿的综合能力。

**北矿检测技术有限公司**：是本项目的二验单位。北矿检测技术有限公司是注册在大兴区的国家高新技术企业、中关村高新技术企业、科技型中小企业，是隶属于国务院国资委的中央二级企业。公司同时拥有国家重有色金属质量监督检验中心、国家进出口商品检验有色金属认可实验室、国家工信部质量控制与技术评价实验室、国家工信部产业技术公共服务平台等4个国家级平台，北京市金属矿产资源评价与分析检测重点实验室，中关村开放实验室，北京材料分析测试服务联盟副理事长单位。经过64年的技术积累，已具备高水平的无机、有机、固体废弃物等环境等分析测试研究开发和技术服务能力，主要服务于有色金属、黄金、地质矿产等国民经济主战场，建立有完善的与国际接轨的质量管理体系（ISO/IEC 17025），北矿检测公司检验数据得到国际承认，具有检验检测资质认定国家级资质。

4.主要工作过程

4.1起草阶段

2021年4月26日～4月29日全国稀土标准化技术委员会在湖南省长沙市召开“稀土标准论证会暨2021年第一次稀土标准工作会议” 会议完成了13项国家、行业标准和外文版项目的任务落实。

2021年7月2日稀土标委[2021] 24号文“关于发送2021年第一次、第二次全国稀土标准工作会议标准计划任务落实情况的通知” 确定负责起草单位为虔东稀土集团股份有限公司；一验单位为赣州稀土友力科技开发有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司；二验单位为赣州有色冶金研究所、赣州晨光稀土新材料有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、北矿检测技术有限公司。会议确定了《钕铁硼废料化学分析方法第4部分：氟量的测定》系列标准研制时间表，2022年8月召开审定会。

虔东稀土集团股份有限公司接受任务后，立即成立了《钕铁硼废料化学分析方法第4部分：氟量的测定》研发小组。

2022年2月8日，完成了统一样品的制备。统一样品情况——钕铁硼废料5个（编号分别是1#、2#、3#、4#、6#）；

2022年3月11日，组织各参与单位，建立意见交流群。

2022年4月7日，完成了统一样品邮寄。

2022年4月9日，虔东稀土集团股份有限公司（艾科锐检测技术有限公司）完成了《钕铁硼废料化学分析方法第4部分：氟量的测定》方法研究报告，发送给验证单位。

2022年4月11日，验证单位统一样品签收确认。

2022年5月5日，江西金世纪新材料股份有限公司，返回验证报告。

2022年5月13日，赣州有色冶金研究所、赣州晨光稀土新材料有限公司，返回验证报告。

2022年5月16日，北矿检测技术有限公司，返回验证报告。

2022年5月16日，联系四川省乐山锐丰冶金有限公司，了解到其对已处理好的统一样品，再次灼烧处理，试验数据有差异。重新分取统一样品，邮寄至四川省乐山锐丰冶金有限公司。

截止2022年5月低，各验证单位陆续完成标准的验证工作并返回验证报告。（2个一验报告截止5月20日未返。）

在验证过程中，各验证单位提出意见如下：

1、北矿检测技术有限公司建议：2.7分析结果的计算与表述中”ω—试样灼减量的质量分数（%）”应标明计算公式、试验条件或该数值的依据标准。采纳，文本“公式已作备注”。

综合各验证单位反馈的意见，起草单位对讨论稿及研究报告进行修改完善，形成了《稀土铁合金化学分析方法第6部分：钼、钨、钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》（征求意见稿）。

4.2 征求意见阶段

2022年5月17日，研究报告，征求意见稿、征求意见汇总处理表通过微信的形式，发送至、四川省乐山锐丰冶金有限公司、福建长汀金龙稀土有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西金世纪新材料股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、等家单位进行意见征集。

2022年5月17日，广东省科学院工业分析检测中心、

截至2022年5月XX日，收到微信回复的单位数XX个，微信回复并有建议或意见的单位数XX个，详见《征求意见稿 意见汇总处理表》。

2022年5月XX日《钕铁硼废料化学分析方法第4部分：氟量的测定》在中国有色金属标准质量信息网上公开征求意见。

4.3 预审阶段

2022年5月24日

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

本标准是根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；

三、标准主要内容的确定依据

1.样品处理方式的选择

分别称取统一样1#、统一样2#统一样3#和统一样4#各4份，其中两份按本试验方法进行蒸馏、加标蒸馏进行测定。另两份分别进行碳酸钠-过氧化钠熔融、熔融加标测定。两种样品处理结果及加标回收率见表1。

表1不同样品处理方式的分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 蒸馏法 | | | 熔融法 | | |
| F，% | 加标量，μg | 加标回收率，% | F，% | 加标量，μg | 加标回收率，% |
| 统一样1# | 0.025 | 10 | 102.01 | 0.017 | 8 | 44.72 |
| 统一样2# | 0.087 | 32 | 103.66 | 0.068 | 28 | 63.57 |
| 统一样3# | 0.430 | 80 | 101.11 | 0.292 | 60 | 57.33 |
| 统一样4# | 0.661 | 100 | 101.65 | 0.457 | 100 | 73.51 |

由上表数据表面，熔融法测定钕铁硼废料中氟的方法因样品中存在较多杂质干扰元素（如硼、钙、镁、钴等）无法完全掩蔽而不能满足检测的要求。蒸馏法因使被测元素氟完全与样品基体分离而较好的排除了干扰元素的影响。故本标准选择蒸馏法进行样品处理。

2.总离子强度缓冲溶液pH值

使用氟标准溶液在不同pH值的TISAB中进行测定并绘制标准工作曲线，实验结果见表2

表2不同pH值的TISAB工作曲线线性关系

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| pH | 5 | 5.5 | 6 | 6.5 | 7 |
| 曲线相关系数 | 0.977 | 0.998 | 0.999 | 0.982 | 0.871 |

通过对比曲线回归方程和相关系数得出最佳的pH值为6。pH值对离子选择电极测定氟离子浓度有较大影响， pH<5.5溶液中会发生下述弱酸配位反应：2F-+H+=HF+F-=HF2-，使溶液中的F-减少，会影响电极的灵敏度，使分析结果偏低，当pH＞7时，OH-对电极的响应，将严重影响测定结果，使分析结果偏高。分析测定时pH值需控制在6左右 (每次配置新的TISBAB后都需要重新绘制标准工作曲线) 。

3. 高氯酸、氢氧化钠用量的选择

准确分取5.00离子标准贮存溶液（2.3.7）于盛有不同体积高氯酸（2.3.1）的500mL蒸馏瓶中，分别加入不同体积的氢氧化钠，按照实验方法2.6.4.2~2.6.4.4对其蒸馏、测定并计算回收率，实验结果见表3。

表 不同高氯酸、氢氧化钠用量的结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 加氟标量/μg | 高氯酸量/mL | 氢氧化钠/mL | 检测氟量/μg | 回收率/% |
| 5000 | 10 | 1 | 4876 | 97.52 |
| 5000 | 10 | 2 | 4870 | 97.40 |
| 5000 | 10 | 3 | 4862 | 97.24 |
| 5000 | 15 | 1 | 4951.5 | 99.03 |
| 5000 | 15 | 2 | 4950.8 | 99.02 |
| 5000 | 15 | 3 | 4959.3 | 99.19 |
| 5000 | 20 | 1 | 5006.5 | 100.13 |
| 5000 | 20 | 2 | 5002.2 | 100.04 |
| 5000 | 20 | 3 | 4998.8 | 99.98 |
| 5000 | 25 | 1 | 5018.5 | 100.37 |
| 5000 | 25 | 2 | 5007.4 | 100.15 |
| 5000 | 25 | 3 | 4992.8 | 99.86 |

实验表明蒸馏体系高氯酸量为15mL ~ 25mL时氟回收率趋于稳定。所以我们选择高氯酸的加入量为20mL，吸收液体积对结果没有明显影响，本方法选择2mL。

4. 蒸馏时间、溶液温度对测氟的影响

分取5.0mL氟离子标准贮存溶液（2.3.7）于盛有20mL高氯酸的蒸馏瓶中。按照实验方法（2.6.4.2~2.6.4.4）对其测定并计算回收率，实验结果见表4。

表4不同蒸馏时间、温度对结果的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 蒸馏体系氟量/µg | 溶液温度  /℃ | 回收率/%  (20min) | 回收率/%  (30min) | 回收率/%  (40min) | 回收率/%  (50min) |
| 5000 | 120 | 90.20 | 92.86 | 93.13 | 93.28 |
| 5000 | 130 | 92.38 | 102.50 | 100.13 | 103.35 |
| 5000 | 140 | 94.46 | 102.28 | 105.25 | 104.60 |
| 5000 | 150 | 96.29 | 104.67 | 102.69 | 104.42 |
| 5000 | 160 | 95.72 | 102.11 | 102.28 | 103.35 |

实验表明蒸馏过程中，溶液温度控制在130℃～160℃，蒸馏时间控制在30 min～40min时，蒸馏体系中的氟蒸馏完全。但温度过高会产生大量高氯酸浓烟，所以我们选择温度控制在130℃～140℃。

5. 总离子强度缓冲溶液加入量的选择

氟离子测定时，被测溶液的pH影响测定准确度的因素，移取统一样1#和统一样4#各4份与50mL的容量瓶中，按表5加入不同体积的缓冲溶液，按方法步骤（2.6.4.4）对缓冲溶液加入量实验。

表5总离子强度缓冲溶液加入量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 缓冲溶液/mL | | | | |
|  | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 统一样2# | mV | 241.4 | 238.0 | 236.4 | 238.8 |
| 氟量/μg | 33.65 | 38.49 | 38.94 | 36.293 |
| 统一样4# | mV | 208.9 | 207.5 | 207.8 | 208.2 |
| 氟量/μg | 127.8 | 135.3 | 133.6 | 131.5 |

从表5看出，当缓冲溶液加入体积10～15mL时，测定结果较稳定，本方法选择总离子强度缓冲溶液加入量10mL。

6. 标准曲线的绘制

按方法2.6.5绘制标准曲线，见图

经过多次试验，曲线相关性系数r均大于0.9998，能满足分析测定的需要。

7. 空白和检测下限试验

在本试验的条件下，测定上限按照标准系列略低于标准曲线最高点的原则，试验确定检测上限为1.0%。

试验对随行空白进行11次平行测定，标准偏差（δ）小于0.0010%，以10倍空白值的标准偏差作为检测下限，考虑到实际样品的基体的差异性，确定试验方法的测定范围为0.010%~1.0%是合适的。

表6测定下限结果

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | F，% |
| 1 | 0.00385 |
| 2 | 0.00307 |
| 3 | 0.00349 |
| 4 | 0.00335 |
| 5 | 0.00388 |
| 6 | 0.00329 |
| 7 | 0.00461 |
| 8 | 0.00452 |
| 9 | 0.00439 |
| 10 | 0.00317 |
| 11 | 0.00454 |
| 平均值 | 0.00383 |
| δ | 0.00060 |
| 10δ | 0.0060 |

8. 精密度实验

分别称取统一样1#、统一样2#、统一样3#、统一样4#、统一样6#，按方法步骤对统一样进行11次重复测定，统计平均值和相对标准偏差考察方法精密度，实验数据汇总如表8：

表7统一样数据汇总

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | 样品名称 | | | | |
| 统一样1 # | 统一样2 # | 统一样3 # | 统一样4# | 统一样6 # |
| 测  定  次  数 | 1 | 0.0299 | 0.0886 | 0.425 | 0.698 | 0.867 |
| 2 | 0.0268 | 0.0882 | 0.443 | 0.697 | 0.854 |
| 3 | 0.0260 | 0.0929 | 0.425 | 0.657 | 0.897 |
| 4 | 0.0252 | 0.0933 | 0.435 | 0.676 | 0.858 |
| 5 | 0.0274 | 0.0972 | 0.448 | 0.656 | 0.861 |
| 6 | 0.0240 | 0.0894 | 0.428 | 0.667 | 0.880 |
| 7 | 0.0258 | 0.0907 | 0.434 | 0.687 | 0.858 |
| 8 | 0.0283 | 0.0856 | 0.438 | 0.656 | 0.855 |
| 9 | 0.0279 | 0.0825 | 0.419 | 0.647 | 0.856 |
| 10 | 0.0289 | 0.0961 | 0.414 | 0.654 | 0.851 |
| 11 | 0.0272 | 0.0841 | 0.422 | 0.676 | 0.843 |
| 平均值/％ | | **0.0270** | **0.0899** | **0.430** | **0.670** | **0.862** |
| SD/％ | | 0.002 | 0.005 | 0.005 | 0.018 | 0.01 |
| RSD/％ | | 6.32 | 5.27 | 2.43 | 2.68 | 1.73 |

9. 加标回收实验

按试验步骤要求分别称取统一样1#、统一样2#加入硝酸、高氯酸后，分别加入氟离子标准溶液（2.3.8）2.50mL、8.00mL，按试验步骤要求分别称取统一样3#、统一样4#加入硝酸、高氯酸后，分别加入氟离子标准溶液（2.3.7）2.0mL、2.5mL，按实验步骤进行回收率实验；结果见表8。

表8 回收率实验数据汇总

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 本底值/μg | 加入F量/μg | 测定值F/μg | 回收率/% |
| 统一样1 # | 10.40 | 10 | 20.88 | 104.80 |
| 10.40 | 10 | 20.66 | 102.60 |
| 统一样2 # | 34.85 | 32 | 66.16 | 97.84 |
| 34.85 | 32 | 68.02 | 103.66 |
| 统一样3 # | 86.82 | 80 | 164.18 | 96.70 |
| 86.82 | 80 | 168.45 | 102.04 |
| 统一样4 # | 131.15 | 100 | 231.26 | 100.11 |
| 131.15 | 100 | 229.85 | 98.70 |

由表7和表8的结果可见，标加回收率实验数据为96.70 ～104.80％，RSD<7 %，表明本方法的准确度和精密度令人满意。

四、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利和知识产权问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

1 标准编写的目的和意义

近几年，随着钕铁硼废料加工回收工艺的日益成熟，钕铁硼废料中氟量对钕铁硼废料加工回收产生显著的不利影响。在加工过程中，氟与稀土离子形成氟化物沉淀随废渣排放而导致收率降低，且氟离子进入萃取工艺而影响稀土分离；再者，氟是环境有害元素，氟量的测定可以指导钕铁硼废料加工废渣的合理处置。针对以上情况对行业标准《钕铁硼废料化学分析方法》提出氟量测定的制定，以满足实际生产及控制的需求，检测实验室在其检测活动中，也将有规范的行标方法可循，间接地促进稀土产业的发展。

2 标准预期的作用和效益

本文件采用离子选择电极法测定钕铁硼废料中氟含量。本文件编制过程中，考虑了样品处理方式、缓冲溶液pH值及用量的选择、高氯酸和氢氧化钠用量的选择、蒸馏时间和温度的影响、精密度及准确度。选择了合适的实验条件，从而确定了测定钕铁硼废料中氟量的最佳条件，该方法具有操作简便快捷、精密度和准确度高的优点。

本文件颁布执行后，将在国内形成对钕铁硼废料中氟量测定的统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力钕铁硼回收料贸易的发展发挥着十分重要的作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本文件为我国首次制定。经查询，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

七、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

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无。