ICS 77.120.99

CCS H 65

XB

CCCC

**中华人民共和国稀土行业标准**

 **XB/T XXXX—202X**

氟 化 铽

Terbium fluoride

（送审稿）

**202X-XX-XX发布**

**中华人民共和国工业和信息化部**

**发布**

**202X-XX-XX 实施**

**中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局**

**中国国家标准化管理委员会**

**中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局**

**中国国家标准化管理委员会**

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：虔东稀土集团股份有限公司、赣州歩莱铽新资源有限公司、包头稀土研究院、有研稀土新材料股份有限公司、中稀天马新材料科技股份有限公司、山东南稀金石新材料有限公司、中天捷晟（天津）新材料科技有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、有研稀土高技术有限公司、宁波复能新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：XXX

氟 化 铽

1. 范围

本文件规定了氟化铽的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于化学法制得的氟化铽，主要供制备金属铽、含铽合金及钕铁硼磁体掺铽工艺等用。

1. 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，仅该注日期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 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690.5 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第5部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定

GB/T 12690.7 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第7部分：硅量的测定

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 17803 稀土产品牌号表示方法

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

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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 分类

产品按化学成分分为TbF3-4N、TbF3-3N、TbF3-2N5三个牌号，产品的牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

1. 技术要求

5.1 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1氟化铽的化学成分

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | TbF3-4N | TbF3-3N | TbF3-2N5 |
| 化学成分（质量分数）/% | REO | 86±1 |
| Tb4O7/REO，不小于 | 99.99 | 99.9 | 99.5 |
| F | 26±1 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质/REO | La2O3 | 合量0.0020 | 合量0.10 | 合量0.50 |
| CeO2 |
| Pr6O11 |
| Nd2O3 |
| Sm2O3 |
| Er2O3 |
| Tm2O3 |
| Yb2O3 |
| Lu2O3 |
| Eu2O3 | 0.0020 |
| Gd2O3 | 0.0020 |
| Dy2O3 | 0.0020 |
| Ho2O3 | 0.0010 |
| Y2O3 | 0.0010 |
| 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.010 | 0.020 | 0.030 |
| SiO2 | 0.010 | 0.020 | 0.030 |
| Al2O3 | 0.020 | 0.030 | 0.050 |
| NiO | 0.020 | 0.030 | 0.050 |
| O | 0.080 | 0.10 | 0.10 |
| 灼减量（250℃）/%，不大于 | 0.30 |

5.2 外观质量

5.2.1 产品为白色粉末状。

5.2.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

1. 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 稀土总量（REO）的分析方法按GB/T 14635的规定进行。

6.1.2 稀土杂质含量的分析方法，样品的前处理部分按附录A的规定进行，其他部分按GB/T 18115.8的规定进行。

6.1.3 氟（F）含量的分析方法按XB/T 615的规定进行。

6.1.4 铁（Fe2O3）、铝（Al2O3）、镍（NiO）含量的分析方法，样品的前处理部分按附录B的规定进行，其他部分按GB/T 12690.5的规定进行。

6.1.5 硅（SiO2）含量的分析方法按 GB/T 12690.7中全硅含量的方法的规定进行。

6.1.6 氧含量（O）的分析方法按附录C的规定进行。

6.1.7 灼减量（250℃）的分析方法按附录D的规定进行。

6.2 外观质量

自然散射光下，目视检查。

1. 检验规则

7.1 检查与验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验，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规定不符时，应在收到产品之日起1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

产品应成批提交检验，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和外观质量的检验。

* 1. 取样与制样

7.4.1 化学成分和外观质量的取样件数按最小包装单元的100%取样。

7.4.2 化学成分及外观质量的仲裁取样方法

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，用四分法迅速缩分至试样所需数量，装入清洁的塑料袋（瓶）中并封口。

* 1. 检验结果判定

7.5.1 检验结果的数值按GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

7.5.2 化学成分分析结果不符合本文件规定时，则从该批产品中取双倍试样对不合格产品进行重复检验，如仍有任一不合格项，则判该批产品为不合格。

7.5.3 产品外观质量不符合本文件规定时，判该批产品为不合格。

1. 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志、包装、运输、贮存

产品的标志、包装、运输、贮存应符合GB 39176的规定。如需方对包装有特殊要求，可由供需双方协商确定。

8.2 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中应包括质量证明书，质量证明书应符合GB 39176的规定。此外还宜包括：

a) 产品合格证；

b) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；

c) 产品使用说明书；

d）其他。

附 录 A

（规范性附录）

氟化铽中稀土杂质含量的测定 样品的前处理及分析试液的制备

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

A.1 试剂

A.1.1 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

A.1.2 硝酸（1+1）。

A.2 样品

将样品研磨均匀后，立即称量。

A.3 分析步骤

A.3.1 试料

称取样品（A.2）0.5770g，精确至0.0001 g。

A.3.2 平行试验

 平行做两份试验。

A.3.3 空白试验

随同试料（A.3.1）做空白试验。

A.3.4 分析试液的制备

将试料（A.3.1）置于150 mL的聚四氟乙烯烧杯中，加5 mL高氯酸（A.1.1），5 mL硝酸（A.1.2），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2 mL高氯酸（A.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1 mL左右，冷却，加10 mL硝酸（A.1.2），用水洗杯壁，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待用。

附 录 B

（规范性附录）

氟化铽中铁、铝、镍含量的测定 样品的前处理及分析试液的制备

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

B.1 试剂

B.1.1 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

B.1.2 硝酸（1+1）。

B.2 样品

将样品研磨均匀后，立即称量。

B.3 分析步骤

B.3.1 试料

称取样品（B.2）0.5770g，精确至0.0001 g。

B.3.2 平行试验

平行做两份试验。

B.3.3 空白试验

随同试料（B.3.1）做空白试验。

B.3.4 分析试液的制备

将试料（B. 3.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，加10mL高氯酸（B.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2 mL高氯酸（B.1.1），低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，蒸至1 mL左右，冷却，加5 mL硝酸（B.1.2），用水洗器壁，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

附 录 C

（规范性附录）

氟化铽中氧含量的测定

C.1 试剂和材料

C.1.1 镍囊[*w*(Ni)≥99%，*w*(O)≤0.00050%]。

C.1.2 石墨坩埚。

C.1.3 标准样品：选择与试样的主要成分及氧含量相近的标准物质或其他适用标准物质。

C.1.4 氦气（φ（He）≥99.99%）。

C.2 仪器设备

脉冲红外热导氧氮仪。

脉冲炉：温度大于2000℃，检测器灵敏度：不低于0.1 ug/g。

配备卤素元素捕捉剂。

C.3 样品

样品开袋后立即称量。

C.4 分析步骤

C.4.1 试料

称取样品（C.3）0.1000 g ~0.1500g，精确至0.0001。置于带盖镍囊中，并排出空气。

C.4.2 平行试验

平行做两份试验。

C.4.3 空白试验

打开脉冲炉，将石墨坩埚（C.1.2）置于下电极，将带盖镍囊置于装样器内。下电极上升，石墨坩埚（C.1.2）脱气，在氦气（C.1.4）的保护下加热熔融，记录脉冲-氧氮仪显示的空白值。重复测定3次~5次镍囊，其氧的平均空白值均不大于0.00050%时，方可进行下步测定。

C.4.4 工作曲线的绘制和校正

C.4.4.1 绘制：称取三个适当含量的标准样品（C.1.3）于带盖镍囊内，按C.4.3的操作方法绘制工作曲线。

C.4.4.2 校正：根据C.4.4.1绘制的工作曲线进行校正。校正后重复测定一次，测定结果的波动应在标准值的允许波动范围内。

C.4.5 测定

将试料（C.4.1）投入装样器中，打开脉冲炉，将石墨坩埚置于下电极。闭合下电极，石墨坩埚脱气后，在氦气的保护下加热熔融，气体释放，得出测定值。

C.5 试验数据处理

氧含量以氧的质量分数$w$计，按公式（C1）计算：

$w=w\_{2}$-$w\_{1}$………………………………………………………（C1）

式中：$w\_{2}$—带盖镍囊和试料中氧的质量分数，%；

$w\_{1}$—空白试验氧质量分数，%；

结果保留两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170的规定。

附 录 D

（规范性附录）

氟化铽中灼减量（250℃）的测定

D.1 仪器与设备

D.1.1 称量瓶：直径40 mm、高25 mm。

D.1.2 天平：分度值0.0001 g。

D.1.3 干燥箱：工作温度：10℃~300℃。

D.2 样品

样品需密封包装，开封后立即称量。

D.3 分析步骤

D.3.1 试料

称取5.0 g样品（D.2）,精确至0.0001 g。

D.3.2 平行试验

平行做两份试验。

D.3.3 测定

D.3.3.1 将试料（D.3.1）置于已恒重的称量瓶（D.1.1）中，半开盖在干燥箱内于250℃加热1 h。取出称量瓶，盖上盖，移入干燥器中，冷却至室温，称重。

D.3.3.2 重复D.3.3.1的操作，直至质量恒定。

D.4 试验数据处理

灼减（250℃）以$w$计，按公式(D1)计算：

$w=\frac{m\_{0}+m\_{1}-m\_{2}}{m\_{0}}×100\%$………………………………………………………（D1）

式中：

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）；

$m\_{1}$——称量瓶的质量，单位为克（g）；

$m\_{2}$——称量瓶与试料灼烧后的质量，单位为克（g）。