

|





μm	D ₅₀	2±1	5±2
	D ₉₀	5±2	10±3

5.3 外观质量

5.3.1 产品为白色粉末。

5.3.2 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样品的前处理部分见附录 A，其余部分按 GB/T 18115.8 或 GB/T 18115.9 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、镍含量的测定样品的前处理部分见按附录 B，其余部分按 GB/T 12690.5 的规定进行。

6.1.6 钙含量的测定样品的前处理部分见附录 C，其余部分按 GB/T 12690.15 的规定进行。

6.1.7 氯量的测定样品的前处理部分见附录 D，其余部分按 GB/T 12690.9 的规定进行。

6.1.8 钠含量的测定样品的前处理部分见附录 E，其余部分按 GB/T 12690.8 的规定进行。

6.1.9 水分量的测定按 GB/T 12690.3 的规定进行，烘干温度为 250℃~255℃。

6.1.10 碳、氧含量的测定由供需双方协商解决。

6.2 粒度分布

粒度分布的测定按 GB/T 20170.1-2006 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个月内以书面形式向供方提出，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、粒度分布能和外观质量的检验。

7.4 取样与制样

7.4.1 取样件数应按表4的规定进行。

表4 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 化学成分和物理性能检验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，用四分法迅速缩分至试样所需数量，装入清洁的塑料（瓶）袋中并封口。

7.5 检验结果判定

7.5.1 化学成分和粒度分布分析结果与本文件规定不符时，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文件规定不符合时，判该批产品为不合格。

8 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)

氟化铽、氟化镨中稀土杂质含量分析时的前处理及分析试液的制备

A.1 电感耦合等离子体光谱法

A.1.1 试剂

A.1.1.1 高氯酸 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

A.1.1.2 硝酸 (1+1)。

A.1.2 样品

氟化铽、氟化镨分别于 105°C 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

称取氟化铽 0.5563g (折合稀土氧化物的量为 0.5000g)、称取氟化镨 0.2271g (折合稀土氧化物的量为 0.2000g) 样品 (A.1.2), 精确至 0.0001g。

A.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

A.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.1.3.4 分析试液的制备

将试料 (A.1.3.1) 置于 150mL 的石英烧杯中, 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), 低温加热溶解至冒高氯酸白烟, 待试料溶解完全, 继续低温加热, 蒸至 1mL 左右, 冷却, 加 10mL 硝酸 (A.1.1.2), 用水洗杯壁, 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。

A.2 电感耦合等离子体质谱法

A. 2.1 试剂和材料

A. 2.1.1 高氯酸 ($\rho = 1.67\text{g/mL}$)。

A. 2.1.2 硝酸 (1+1)。

A. 2.1.3 盐酸淋洗液 (0.015mol/L)。

A. 2.2 样品

氟化铽、氟化镨分别于 105℃ 烘 1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

A. 2.3 试验步骤

A. 2.3.1 试料

按表 A.1 称取样品 (A. 2.2)，精确至 0.0001g。

表 A.1 称取样品的量

稀土杂质相对含量 (质量分数) %	称样量 g		折合稀土氧化物的量 g	溶样总体积 ml
	氟化铽	氟化镨		
0.0001~0.010	0.2782	0.250	0.250	50
>0.010~0.05	0.1113	0.100	0.100	100

A. 2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

A. 2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A. 2.3.4 分析试液的制备

将试料 (A. 2.3.1) 置于 100mL 的石英烧杯中，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)，低温加热溶解至冒高氯酸白烟，待试料溶解完全，继续低温加热，蒸至 1mL 左右，立即取下，稍冷，用水洗杯壁，用少量盐酸淋洗液

(A.2.1.3) 溶解盐类，按 A.1 移入相应容量瓶中，以盐酸淋洗液 (A.2.1.3) 稀释至刻度，混匀。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 B

(规范性)

氟化铽、氟化镨中铁、铝、镍含量分析时的前处理及分析试液的制备

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 ($\rho = 1.67\text{g/mL}$)。

B.1.1.2 硝酸 (1+1)。

B.1.2 样品

氟化铽、氟化镨分别于 105°C 烘 1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

B.1.3 试验步骤

B.1.3.1 试料

称取氟化铽 0.5563g、称取氟化镨 0.5678g (折合稀土氧化物的量均为 0.5000g) 样品 (B.1.2), 精确至 0.0001g。

B.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

B.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

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, 继续低温加热, 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, 混匀。

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 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

B.2.1.2 硝酸 (1+1)。

B.2.1.3 铟内标溶液: 1mL含 $1\mu\text{g}$ 的铟。

B.2.1.4 铯内标溶液: 1mL含 $1\mu\text{g}$ 的铯。

B.2.2 样品

氟化铯、氟化铷分别于 105°C 烘 1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

B.2.3 试验步骤

B.2.3.1 试料

称取氟化铯 0.2782g、称取氟化铷 0.2839g (折合稀土氧化物的量均为 0.2500g) 样品 (B.2.2), 精确至 0.0001g。

B.2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

B.2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

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, 继续低温加热, 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, 用水稀释至刻度。按照表 B.1 进行分取、内标加入及定容操作。

表 B.1 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

附录 C

(规范性)

氟化铽、氟化镱中钙含量分析时的前处理及分析试液的制备

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 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

C.1.1.2 硝酸 (1+1)。

C.1.2 试样

氟化铽、氟化镱分别于 105°C 烘1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

C.1.3 试验步骤

C.1.3.1 试料

按表C.1称取样品(C.1.2), 精确至 0.0001g 。

表 C.1 称取样品的量及分取定容

氧化钙含量(质量分 数) / %	称样量/g		折合稀土氧 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
	氟化铽	氟化镱				
0.0002~0.0050	1.3908	1.4195	1.2500	50.00	10.00	25.00
>0.0050~0.050	0.5563	0.5678	0.5000	50.00	10.00	25.00
>0.050~0.30	0.5563	0.5678	0.5000	50.00	10.00	50.00

C.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

C.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

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, 继续低温加热蒸至 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, 用水稀释至刻度。按表 C.1 进行分取、定容操作, 混匀。

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 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

C.2.1.2 硝酸 (1+1)。

C.2.2 样品

氟化铍、氟化锆分别于 105°C 烘 1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

C.2.3 试验步骤

C.2.3.1 试料

按表 C.2 称取样品 (C.2.2), 精确至 0.0001g。

表 C.2 称取样品的量

氧化钙含量 (质量分数) / %	样品量/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

平行做两份试验。

C.2.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

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, 继续低温加热, 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。

附录 D

(规范性)

氟化铯、氟化铷中氯含量测定样品的前处理及分析试液的制备

——硝酸银比浊法

D.1 试剂

D.1.1 硝酸 ($\rho = 1.4\text{g/mL}$), 优级纯。

D.1.2 硝酸 (1+1)。

D.1.3 硝酸 (1+3)。

D.1.4 硝酸银 (5g/L)。

D.1.5 二次去离子交换水: 使用前需进行氯根检验, 方法是: 量取20mL水于比色管中, 加入2mL硝酸银 (D.1.5), 轻轻摇动, 在60°C水浴中保温10min, 目视不能有轻度浑浊方可使用。

D.2 样品

氟化铯、氟化铷于105°C烘1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

D.3 试验步骤

D.3.1 试料

按表D.1称取样品 (D.2), 精确至0.0001g。

表 D.1 称取样品的量及分取定容

氯根含量 (质量分数) / %	称样量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL	补加硝酸 (1+1) /mL
0.005~0.010	2.0000	50.00	10.00	—

>0.010~0.050	1.0000	50.00	5.00	1
>0.050~0.10	0.5000	100.00	5.00	2

D.3.2 平行试验

平行做两份试验。

D.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

D.3.4 分析试液的制备

将试料 (D.3.1) 置于100mL烧杯中, 加20mL硝酸 (D.1.3), 低温加热搅拌15min, 取下, 冷却至室温, 按表D.1移入相应的容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。用慢速滤纸过滤于干燥100mL烧杯中, 按表D.1对滤液进行分取。

附录 E
(规范性附录)

氟化铍、氟化锆中钠含量测定样品的前处理及分析试液的制备

E.1 火焰原子吸收光谱法

E.1.1 试剂

E.1.1.1 高氯酸 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

E.1.1.2 硝酸 (1+1)。

E.1.2 样品

氟化铍、氟化锆于 105°C 烘1.5h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

E.1.3 试验步骤

E.1.3.1 试料

按表E.1称取样品 (E.1.2)，精确至 0.0001g 。

表 E.1 称取样品的量及分取定容

钠的质量分数 $w\%$	称样量 g	溶样加入硝酸 (E.1.1.2) /mL	试液总体积 V/mL	移取试液体积 V_1/mL
0.0005~0.0020	2.00	10	25	5
>0.0020~0.0080	0.50	5	25	5
>0.0080~0.040	0.20	5	25	5

E.1.3.2 平行试验

平行做两份试验。

E.1.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

E.1.3.4 分析试液的制备

将试料 (E.1.3.1) 置于石英烧杯中, 加10mL高氯酸 (E.1.1.1), 低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷, 加2mL高氯酸 (E.1.1.1), 低温加热溶解至冒高氯酸白烟, 待试料溶解完全, 继续低温加热, 蒸至近干, 加入5mL硝酸 (E.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, 混匀。

E.2 电感耦合等离子体光谱法

E.2.1 试剂

E.2.1.1 高氯酸 ($\rho=1.67\text{g/mL}$)。

E.2.1.2 硝酸 (1+1)。

E.2.2 样品

氟化铽、氟化镱于105℃烘1.5h, 置于干燥器中, 冷却至室温, 立即称量。

E.2.3 试验步骤

E.2.3.1 试料

称取氟化铽0.1113g、称取氟化镱0.1136g (折合稀土氧化物的量为0.1000g) 样品 (E.2.2), 精确至0.0001g。

E.2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

E. 2. 3. 3 空白试验

随同试料做空白试验。

E. 2. 3. 4 分析试液的制备

将试样 (E. 2. 3. 2) 置于石英烧杯中, 加10mL高氯酸 (E. 2. 1. 1), 低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷, 加2mL高氯酸 (E. 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, 加5mL硝酸 (E. 2. 1. 2), 用水洗器壁, 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, 摇匀。