**ICS** 77.120.99

**H** 65

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXXX—XXXX

超细氧化镝粉

Superfine dysprosium oxide powder

（送审稿）

XXXX-XX-XX 实施

XXXX-XX-XX 发布

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本标准主要起草单位：赣州湛海新材料科技有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州虔东稀土集团股份有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、广东省材料与加工研究所、有研稀土新材料股份有限公司、信丰县包钢新利稀土有限责任公司、中国测试技术研究院、福建省长汀金龙稀土有限公司、包头稀土研究院。

本标准主要起草人：祝文才、高亮、李平、朱晓婷、陈燕、李杏英、胡权霞、朱剑峰、吕昊、王金凤、任旭东。

超细氧化镝粉

1 范围

本标准规定了超细氧化镝粉的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于化学法制得的平均粒径不大于1μm的超细氧化镝粉，供高端电子陶瓷、磁光存贮材料和荧光粉激活剂等领域使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 17803 稀土产品牌号表示方法

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试方法 稀土化合物粒度分布的测定

GB/T 20170.2 稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物比表面积的测定

3 要求

3.1 分类和牌号

3.1.1 产品分类和牌号

产品按化学成分分为4N和2N5两类，按粒径大小分为SM(100 nm~1μm)和N(<100 nm)两类，即Dy2O3-4N-SM、Dy2O3-4N-N、Dy2O3-2N5-SM和Dy2O3-2N5-N四个牌号。

3.1.2 牌号表示方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Dy2O3 - ×× - ×× |  |  |
|  | 第三层次 | 表示产品粒径规格 |
| 第二层次 | 表示产品相对纯度 |
| 第一层次 | 表示产品名称 |

注1：为便于区分牌号的层次，防止各技术参数之间相互混淆，第一层次与第二层次之间用分隔符“-”区分开。

注2：当化学成分（质量分数）要求相同时，以粒径规格的不同区分产品，第二层次与第三层次之间用分隔符“-”区分开。

示例：

Dy2O3-4N-N表示产品为相对纯度99.99%，平均粒径<100nm的超细氧化镝粉。

3.2 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 产品化学成分表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | Dy2O3-4N-SM | Dy2O3-4N-N | Dy2O3-2N5-SM | Dy2O3-2N5-N |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | | 99 | 99 | 99 | 99 |
| Dy2O3/REO，不小于 | | 99.99 | 99.99 | 99.5 | 99.5 |
| Dy2O3 | | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 |
| 稀土杂质合量，不大于 | | 0.01 | 0.01 | 0.5 | 0.5 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.001 | 0.001 | 0.005 | 0.005 |
| SiO2 | 0.003 | 0.003 | 0.01 | 0.01 |
| CaO | 0.0025 | 0.0025 | 0.02 | 0.02 |
| Al2O3 | 0.005 | 0.005 | 0.03 | 0.03 |
| 灼减和水分（质量分数）/%，不大于 | | | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| 注1：“稀土杂质”是指除去主稀土元素Dy以及Sc、Pm以外的稀土元素。  注2：表内化学成分检测均为去除水分和灼减后测定。  注3：Cl-由供需双方另行协商确定。 | | | | | | |

3.3 物理性能

3.3.1 产品的物理性能应符合表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 | | | |
| Dy2O3-4N-SM | Dy2O3-2N5-SM | Dy2O3-4N-N | Dy2O3-2N5-N |
| 平均粒径 | 100nm~1μm | 100nm~1μm | <100nm | <100nm |
| (D90-D10)/(2D50) | <1 | <1 | - | - |
| 比表面积(m2/g) | 3~15 | 3~15 | >15 | >15 |

3.3.2 电镜下产品应为单一形貌，分为立方形、近球形、纺锥形、片状、棒状、链状、针状等。

3.4 外观质量

3.4.1 产品为白色或淡黄色粉末。

3.4.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

4 试验方法

4.1 化学成分

4.1.1 稀土总量(REO)的分析方法按GB/T 14635的规定进行。当测得稀土总量在99%以上，以差减法计算稀土总量的实际值，即(100%－Σ非稀土杂质量)。

4.1.2 稀土杂质的分析方法按GB/T 18115.9的规定进行。

4.1.3 非稀土杂质的分析方法按GB/T 12690的规定进行。

4.1.4 主稀土元素(Dy2O3)的量为余量，由差减法求得，即[100%－(Σ稀土杂质量＋Σ非稀土杂质量)]。

4.1.5 主稀土元素的相对纯度(Dy2O3/REO)由计算得出，即主稀土元素量/稀土总量×100%。

4.2 物理性能

4.2.1 平均粒径和产品形貌的测试方法参见附录A的规定进行。

4.2.2 (D90-D10)/(2D50)的测试方法按GB/T 20170.1的规定进行。

4.2.3 比表面积的测试方法按GB/T 20170.2的规定进行。

4.3 数值修约

按 GB/T 8170的规定进行。

4.4 外观质量

自然散色光下，目视检查外观质量。

5 检验规则

5.1 检查与验收

5.1.1 产品由供方质量检验部门进行检验，保证产品符合本标准规定，并填写产品质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本标准规定不符，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。

5.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成。

5.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、物理性能和外观质量检验。

5.4 取样与制样

5.4.1 取样件数按表3的规定进行。

表 3 取样件数表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 件（袋）数 | 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  只进不舍取正整数 |

5.4.2 每件（袋）取样量不少于10g，将试样充分混匀后，以四分法迅速缩分至试样所需量，立即装入试样袋中密封保存。

5.5 检验结果的判定

5.5.1 化学成分、物理性能分析结果与本标准规定不符合时，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。

5.5.2 外观质量检验结果与本标准规定不符时，则直接判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

6.1 标志

包装物外应有不褪色的明显标志，每袋（瓶、箱）外至少应注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称和牌号；

c) 批号；

d) 净含量；

e) 生产日期；

f) 有效期；

g) 产品质量检验合格证明；

i) “防潮”标志或字样。

6.2 包装

产品分装于双层塑料袋或塑料瓶中，每袋（瓶）净重5 kg、10 kg、25 kg、50 kg。再将袋（瓶）置于桶（箱）内，每桶（箱）净重10 kg、20 kg、25 kg、50 kg。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

6.3 运输、贮存

产品运输时严防淋雨吸潮。产品需存放于干燥处，不得露天堆放。

6.4 质量证明书

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) 数量（净重和件数）；

e) 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记；

f) 签发日期；

g) 本标准编号或合同号；

h) 出厂日期；

i ) 有效期。

附 录 **A**

（资料性附录）

平均粒径和形貌的测试方法

**A**.1 范围

本方法规定了超细氧化镝粉中平均粒径和形貌的测定方法。

**A**.2 试剂

乙醇：无水乙醇或95%乙醇。

**A**.3 设备和仪器

**A**.3.1 超声波振荡器：超声功率大于250W。

**A**.3.2 扫描电子显微镜(SEM)：点分辨率小于或等于0.3nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

**A**.3.3 透射电子显微镜(TEM)：点分辨率小于或等于0.3nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

**A**.4 分析步骤

取适量试样，置于50mL烧杯中，加入10mL~20mL乙醇。将烧杯置于超声波振荡器中，250W功率下，超声分散5min~15min后，取1滴~2滴分散液于电子显微镜的制样铜网（已制膜和喷碳）上，自然干燥后，置于透射电子显微镜的样品架上，在约(1~5)万放大倍数下，用照相机摄下样品的电子显微镜照片；或取1滴~2滴分散液于小块载玻片上，自然干燥后，喷金处理。在扫描电子显微镜约约(1~5)万放大倍数下，用照相机摄下样品的电子显微镜照片。观察样品电镜下颗粒形貌。用纳米标尺测量不少于100个颗粒中每个颗粒的长径和短径（可用计算机软件进行统计处理）取算数平均值。分析结果应注明何种电子显微镜下获得。

**A**.5 结果计算

平均粒径d按式(1)计算，单位为纳米(nm)：

式中：

dl ——颗粒的长经，单位为纳米(nm)；

ds——颗粒的短径, 单位为纳米(nm)；

n ——量取颗粒的个数。