**ICS** 77.120.99

**CCS H** 65

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXXX—XXXX

超细氧化钆粉

Superfine gadolinium 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。

请注意本文件的有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：赣州湛海新材料科技有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、江西理工大学、虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院、广东珠江稀土有限公司

本文件主要起草人：

超细氧化钆粉

1 范围

本文件规定了超细氧化钆粉的分类、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平均粒径不大于1μm的超细氧化钆粉，供电子材料、磁泡记忆存储材料和玻璃等领域使用。

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 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T 18115.7 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 钆中镧、铈、镨、钕、钐、铕、铽、镝、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

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

4.1 产品分类与牌号

参照GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法，产品按化学成分和粒径分为三个牌号：Gd2O3-4N-SM、Gd2O3-4N-NA和Gd2O3-4N-NB。

4.2 牌号表示方法

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Gd2O3 - ××- ×× |  | |  |
|  |  | 粒径规格 | |
|  | 相对纯度 | |
|  |  | 氧化钆化学式 | |

示例：Gd2O3-4N-NA表示产品为相对纯度不小于99.99%，平均粒径50nm~100nm的超细氧化钆粉。

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。需方如有特殊要求，供需双方可另行协商。

表1 产品化学成分表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | Gd2O3-4N-SM | Gd2O3-4N-NA | Gd2O3-4N-NB |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | | 99 | 99 | 99 |
| Gd2O3/REO，不小于 | | 99.99 | 99.99 | 99.99 |
| 稀土杂质合量，不大于 | | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0010 |
| SiO2 | 0.0050 | 0.010 | 0.0030 |
| CaO | 0.0020 | 0.0020 | 0.0020 |
| Al2O3 | 0.0050 | 0.0050 | 0.0050 |
| Cl- | 0.010 | 0.020 | 0.0050 |
| 灼减和水分（质量分数）/%，不大于 | | | 2.0 | | |
| 注1：“稀土杂质” 是指除去主稀土元素Gd 以及Sc、Pm以外的稀土元素。  注2：表内所有化学成分检测均为去除水分和灼减后测定。 | | | | | |

5.2 物理性能

产品的物理性能应符合表2的规定。需方如有特殊要求，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 | | |
| Gd2O3-4N-SM | Gd2O3-4N-NA | Gd2O3-4N-NB |
| 平均粒径(TEM/SEM) | 100nm~1μm | 50~100nm | <50nm |
| 分散度(D90-D10/2D50) | <1 | - | - |
| 比表面积(m2/g) | 2 ~ 10 | 10~20 | >15 |

5.3 外观与形貌

5.3.1 产品为白色粉末。

5.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

5.3.3 电镜下产品应为单一形貌，分为立方形或近球形、纺锤形、片状、棒状、链状、针状等。

6 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。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)。

6.1.2 稀土杂质的分析方法按GB/T 18115.7的规定进行。

6.1.3 非稀土杂质、灼减和水分的分析方法按GB/T 12690的规定进行。

6.2 物理性能

6.2.1 平均粒径和微观形貌的测试方法按照附录A的规定进行。

6.2.2 分散度的测试方法按GB/T 20170.1的规定得到粒度体积累积分布数据，将粒度体积累积分布数据按公式（1）计算得出分散度：

式中：

F ——分散度；

D[V,90]——粒度的体积累积分布达到90% 时所对应的粒径，该数据可在粒度分布数据中查得；

D[V,50]——粒度的体积累积分布达到50% 时所对应的粒径，该数据可在粒度分布数据中查得；

D[V,10]——粒度的体积累积分布达到10% 时所对应的粒径，该数据可在粒度分布数据中查得。

6.2.3 比表面积的测试方法按GB/T 20170.2的规定进行。

6.3 数值修约

按 GB/T 8170 的规定进行。

6.4 外观

自然散色光下，目视检查。

7 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及订货单的规定。

7.1.2 需方可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的规定不符时，应在收到产品之日起2个月内提出以书面形式提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。需方如有特殊需求，供需双方可另行协商。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一牌号的产品组成。

7.3 检验项目

每批产品均应进行化学成分、物理性能和外观与形貌的检验。

7.4 取样和制样

7.4.1 产品的取样件数应符合表3的规定。

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 |

7.4.2 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，立即装入洁净的试样袋中密封保存。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 化学成分仲裁分析结果不符合本文件规定时，判该批产品不合格。

7.5.2 当物理性能实验结果中有试样不合格时，应从该批产品中另取双倍数量的试样进行重复试验，重复试验全部合格，则判整批产品合格，若重复实验结果仍有试样不合格，则判该批产品不合格。

7.5.3 外观与形貌不符合本文件规定时，判该件不合格。

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；

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，由供需双方行协商确定。

8.4 贮存与贮存

产品运输时严防淋雨吸潮。产品应存放于干燥处，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) 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) 本文件编号或合同号；

h) 出厂日期；

i ) 有效期。

附 录 **A**

（资料性）

超细氧化钆粉平均粒径和微观形貌的测试方法

A.1 试剂

无水乙醇或95%乙醇。

A.2 仪器和设备

A.2.1 超声波振荡器：超声功率大于250W。

A.2.2 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.2.3 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 分析步骤

A.3.1 取适量试样，置于50mL烧杯中，加入10mL~20mL乙醇（A.1）。将烧杯置于超声波振荡器（A.2.1）中，250W功率下，超声分散5min~15min。

A.3.2 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（A.2.2）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（A.2.3）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。

A.3.3 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。分析结果应注明结果为何种电子显微镜下获得。

A.4 结果计算

平均粒径d按公式(1)计算，单位为纳米(nm)：

式中：

dl ——颗粒的长径，单位为纳米(nm)；

ds——颗粒的短径, 单位为纳米(nm)；

n ——颗粒个数，单位为个。