**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

超细氧化铈粉

Superfine cerium 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：有研稀土新材料股份有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、河北雄安稀土功能材料创新中心有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、包头稀土研究院、中国南方稀土集团有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、内蒙古希捷环保科技有限责任公司、包头华美稀土高科有限公司、包头天骄清美稀土抛光粉有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司（非最终排名）。

本文件主要起草人：……

本文件为首次制定。

超细氧化铈粉

1 范围

本文件规定了超细氧化铈粉的分类、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表观平均粒径不大于1 μm的超细氧化铈粉，供催化材料、抛光材料、紫外屏蔽材料等领域使用。

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 18115.2 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、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

下列术语与定义适用于本文件

3.1

表观平均粒径 observed average particle size

粉体在电子显微镜下展现真实颗粒形貌，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，取算术平均值。

4 分类

4.1 产品分类

产品按化学成分和表观平均粒径分为六个牌号：CeO2-3N-SM、CeO2-3N-NA、CeO2-4N-SM、CeO2-4N-NA、CeO2-5N-SM和CeO2-5N-NA六个牌号。

4.2 产品牌号

产品牌号共分三个层次。其中，第一层次表示氧化铈化学式，采用CeO2表示；第二层次表示产品的相对纯度，“X”表示质量分数中“9”的个数，“N”表示数字9的英文首字母；第三层次表示产品的表观粒径规格，SM表示表观平均粒径100 nm~1000 nm的产品，NA表示表观平均粒径小于100 nm的产品。具体表示方法如下：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| CeO2 - XN- ×× |  | |  |
|  |  | 粒径规格 | |
|  | 相对纯度 | |
|  |  | 氧化铈化学式 | |

示例：CeO2-5N-SM表示产品为相对纯度不小于99.999%，表观平均粒径100 nm~1000 nm的超细氧化铈粉。

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 | | | CeO2-3N-SM | CeO2-3N-NA | CeO2-4N-SM | CeO2-4N-NA | CeO2-5N-SM | CeO2-5N-NA |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | | 99 | 99 | 99 | 99 | 99 | 99 |
| CeO2/REO，不小于 | | 99.9 | 99.9 | 99.99 | 99.99 | 99.999 | 99.999 |
| 稀土杂质合量，不大于 | | 0.1 | 0.1 | 0.01 | 0.01 | 0.001 | 0.001 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.005 | 0.005 | 0.001 | 0.001 | 0.0003 | 0.0003 |
| CaO | 0.03 | 0.03 | 0.005 | 0.005 | 0.001 | 0.001 |
| SiO2 | 0.01 | 0.01 | 0.005 | 0.005 | 0.002 | 0.002 |
| Cl- | 0.035 | 0.035 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 灼减（质量分数）/%，不大于 | | | 1.0 | | | | | |
| 水分（质量分数）/%，不大于 | | | 1.0 | | | | | |
| 注1：“稀土杂质”是指除去主稀土元素Ce 以及Sc、Pm以外的稀土元素。  注2：表内化学成分除氯根含量（Cl-）为实物检测，其余均为灼减后测定。 | | | | | | | | |

5.2 物理性能与微观形貌

5.2.1 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 | | | | | |
| CeO2-3N-SM | CeO2-3N-NA | CeO2-4N-SM | CeO2-4N-NA | CeO2-5N-SM | CeO2-5N-NA |
| 表观平均粒径 (TEM/SEM)/nm | 100~1000 | <100 | 100~1000 | <100 | 100~1000 | <100 |
| 分散度 [D(V,90)-D(V,10)]/2D(V,50) | <1 | — | <1 | — | <1 | — |
| 比表面积(m2/g) | 5~100 | >50 | 5~100 | >50 | 5~100 | >50 |

5.2.2 电镜下产品应为单一形貌，可为立方形、近球形、纺锤形、片状或棒状等。

5.3 外观质量

5.3.1 产品为粉末状，颜色可呈淡黄色或奶白色。

5.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

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 18115.2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 物理性能与微观形貌

6.2.1 表观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 粒度分布的测试方法按GB/T 20170.1的规定进行，将得到的粒度体积累积分布数据按式（1）计算得出分散度F：

式中：

D[V,90]——粒度的体积累积分布达到90% 时所对应的粒径；

D[V,50]——粒度的体积累积分布达到50% 时所对应的粒径；

D[V,10]——粒度的体积累积分布达到10% 时所对应的粒径。

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 外观质量

自然散射光下，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1个月内以书面形式提出，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、物理性能与微观形貌和外观质量的检验。

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10 g，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 当物理性能与微观形貌的试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，重复试验结果全部合格，则判整批产品合格，若仍有试样不合格项，则判该批产品不合格。

7.5.3 外观质量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 标志

应符合GB 39176的规定，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。

8.2 包装

应符合GB 39176的规定，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，由供需双方协商确定。

8.3 运输与贮存

应符合GB 39176的规定。产品运输时严防淋雨吸潮。产品应存放于干燥处，不应露天堆放。

8.4 随行文件

每批产品应附随行文件，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) 有效期；

e) 其他。

附 录 **A**

（资料性）

超细氧化铈粉表观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250 W。

A.2.2 透射电子显微镜(TEM)：点分辨率小于或等于0.3 nm；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0.3 nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

A.3 试样

直接取适量样品。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样A.3置于50mL烧杯中，加入10 mL~20 mL乙醇（A.1）。将烧杯置于超声波振荡器（A.2.1）中，250 W功率下，超声分散5 min~15 min。

A.4.2 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.4.3 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），取算术平均值。分析结果应注明结果为何种电子显微镜下获得。

A.5 试验数据处理

表观平均粒径d按公式(A.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。