|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.120.99 |
| CCS | H65 |

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X



无水氯化钕

Neodymium chloride anhydrous

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

202X - XX - XX发布

202X - XX - XX实施

`

1. 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：包头市京瑞新材料有限公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程研究中心有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中国南方稀土集团有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司、有研稀土新材料股份有限公司、包头稀土研究院、江西金世纪新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：张瑞祥、斯琴毕力格、王士智、李婷婷、李璐、王安丽、姚南红、郭金铖、许国华、吴玉春、刘卫、余金秋、侯少春、刘建刚。

无水氯化钕

* 1. 范围

本文件规定了无水氯化钕的分类、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于化学法制得的无水氯化钕，用于催化材料以及其他稀土功能材料的原料。

* 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 12690.7-2021 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 12690.8-2021 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第8部分：钠量的测定

GB/T 12690.15-2018 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第8部分：钙量的测定

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 16484.13 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第13部分：氯化铵量的测定

GB/T 16484.16 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第16部分：氯化稀土中水不溶物量的测定

GB/T 16484.20 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第20部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钍量的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 18115.4 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 钕中镧、铈、镨、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 分类
     1. 产品分类

产品按化学成分分为NdCl3(Anhydrous)-4N、NdCl3(Anhydrous)-3N、NdCl3(Anhydrous)-2N5三个牌号。

* + 1. 产品牌号

无水氯化钕牌号共分为两个层次，其中第一层次表示产品氯化钕，用元素符号“NdCl3”表示，括号中Anhydrous表示该产品不含结晶水，以示与水合氯化钕晶体产品的区别；第二层次表示该产品的级别（规格）。

具体表示方法如下：

NdCl3(Anhydrous) ××

表示产品的规格

氯化钕化学式，Anhydrous表示无水

* 1. 技术要求
     1. 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。需方如有特殊要求，供需双方可另行协商。

表1 产品牌号及化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | | NdCl3 (Anhydrous)-4N | NdCl3 (Anhydrous)-  3N | NdCl3 (Anhydrous)-  2N5 |
| 化  学  成  分  质  量  分  数  /% | Nd2O3/REO, 不小于 | | | 99.99 | 99.90 | 99.50 |
| REO，不小于 | | | 65.80 | 65.80 | 65.80 |
| 杂  质  含  量 ，  不  大  于 | 稀土杂质  /REO | La2O3 | 0.001 | 0.005 | 0.02 |
| CeO2 | 0.001 | 0.01 | 0.05 |
| Pr6O11 | 0.003 | 0.05 | 0.30 |
| Sm2O3 | 0.003 | 0.02 | 0.03 |
| Eu2O3 | 合量为0.002 | 合量为0.015 | 合量为0.10 |
| Gd2O3 |
| Tb4O7 |
| Dy2O3 |
| Ho2O3 |
| Er2O3 |
| Tm2O3 |
| Yb2O3 |
| Lu2O3 |
| Y2O3 |
| 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.003 | 0.005 | 0.01 |
| SiO2 | 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| CaO | 0.002 | 0.01 | 0.02 |
| NiO | 0.002 | - | - |
| Al2O3 | 0.005 | - | - |
| MnO2 | 0.002 | - | - |
| Na2O | 0.002 | - | - |
| NH4Cl | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 水不溶物(质量分数)/%，不大于 | | | | 0.10 | | |
| 水分(质量分数)/%，不大于 | | | | 0.8 | | |
| 注：REO含量65.80%等同于产品中RECl3含量98.0%，计算方法： REO含量65.80%≈倍半氧化钕分子量÷无水氯化钕分子量×98.0% | | | | | | |

* + 1. 外观质量
       1. 产品为紫灰色粉末或颗粒状。随纯度不同，颜色略有变化。
       2. 产品应洁净，无目视可见的夹杂物。
  1. 试验方法
     1. 化学成分
        1. 稀土氧化物（REO）总量的分析方法按照GB/T 14635的规定进行。
        2. 稀土杂质含量的分析方法按照GB/T 18115.4的规定进行。样品开封后立即称量，称样量以稀土总量（REO）为基准折算后按照方法要求准确称取并溶解定容。
        3. Na2O含量的分析方法按照GB/T 12690.8-2021的规定进行。样品开封后立即称量，称样量以GB/T 12690.8-2021中表1规定准确称取并溶解定容。
        4. SiO2含量的分析方法按照GB/T 12690.7-2021的规定进行。样品开封后立即称量，称样量以GB/T 12690.7-2021表1规定准确称取并按照酸溶硅方法溶解定容。
        5. CaO含量的分析方法按照GB/T 12690.15-2018中方法1电感耦合等离子体发射光谱法的规定进行。样品开封后立即称量，称样量以GB/T 12690.15-2018表2规定准确称取并溶解定容。
        6. NiO、Al2O3、MnO2含量分析方法按照GB/T 16484.20的规定进行。
        7. 氯化铵含量的分析方法按照GB/T 16484.13的规定进行。
        8. 水不溶物含量的分析方法按照GB/T 16484.16的规定进行。
        9. 水分的分析方法按照附录1的规定进行。
     2. 外观质量

自然散射光下，目视检查。

* + 1. 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

* 1. 检验规则
     1. 检查与验收
        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及订货单的规定，并填写质量证明书。
        2. 需方应对收到的产品进行检验，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。
     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。

* + 1. 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
       1. 化学成分和外观质量检测的取样件数按表2的规定进行。

表2 化学成分和外观质量检测的取样件数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 件（桶）数 | 1～5 | 6～10 | 11～50 | ＞100 |
| 取样件（桶）数 | 件（桶）数的100% | 5 | 件（桶）数的20% | 件（桶）数的平方根  向上取整数 |

* + - 1. 化学成份分析的取样方法：

取样产品取样应在干燥惰性气体保护的手套箱内进行，用取样器在每件（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，装入清洁干燥的真空包装袋中。取样后的样品包装袋应立即进行真空热塑封口并置于干燥器中存放。

讨论：需方与供方可协商在供方提供的产品包装桶(箱)内附带同质样品，并在产品包装桶（箱）外做明显标识。

* + 1. 检验结果判定
       1. 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。
       2. 外观质量检验结果不符合本文件规定时，则直接判该批产品为不合格。
  1. 标志、包装、运输、贮存及随行文件
     1. 包装

产品包装最小单元采用真空铝箔袋包装，经抽真空热压封口后放入单层塑料袋中，再集装时采用铁桶包装, 铁桶内壁需衬减震材料，同时用减震材料将真空包装产品分隔和固定。产品包装最小单元的净重为5kg；集装每件净重25kg、50kg。如需方对包装有特殊要求，可由供需双方协商确定。

* + 1. 标志、运输、贮存

产品的标志、运输、贮存应符合GB 39176的规定。

* + 1. 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。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。

2. （规范性）  
   无水氯化钕水分的测试方法
   1. 方法提要

在循环式手套箱的惰性气氛保护下，称取一定量样品于带盖水分瓶中，放置于手套箱中的卡尔费休库伦法水分仪中加热样品，样品中水分随保护气进入水分仪进行测定，由于电解卡式试剂中的碘的电量相当于电解水的电量，依据法拉第电解定律，电解碘的电量与其消耗的质量成正比，通过测定消耗的电量即可计算样品中的水分含量。

* 1. 试剂和材料
     1. 带盖水分瓶，密封状况下含水量应<20ppm；
     2. 高纯氩气：体积分数≥99.99%；
     3. 卡尔费休电解液：市售的用于卡尔费休库伦法的合格标准溶液；
  2. 仪器设备
     1. 卡尔费休库伦法水分仪
     2. 循环式手套箱：氧含量小于0.0003%；
     3. 分析天平：感量为0.1mg；
     4. 卡式炉：温度≥260 ℃；
  3. 样品

测定水分含量的无水氯化钕为粉末颗粒状。

注：加工、处理试样时，确保试样在手套箱中处理，避免与空气接触，被水氧污染。

* 1. 分析步骤
     1. 试料

在循环式手套箱中，按照表1称取试样，精确至0.0001g，放入带盖水分瓶中。具体称量试料重量建议按照下表1进行，注意控制样针与样品表层之间的距离，以免堵塞样针。

表1 称样量

| 水分质量分数/% | 0.0001-0.20 | 0.20-5 |
| --- | --- | --- |
| 称取样重/g | 1.0 | 0.5 |

* + 1. 平行试验

称取两份试料进行平行试验，取其平均值。

* + 1. 空白校正

打开库伦法卡尔费休水分仪，将空白带盖水分瓶依次置于卡式炉上。

根据选择好的方法进行空白值测试，重复测定3-5次。

* + 1. 校准

通过注入已知量的纯水标准试剂，可定期检测卡尔费休试剂的性能，监测间隔可在初次使用新试剂时，及以后每十次测定后进行。

* + 1. 测定
       1. 按照卡尔费休库伦水分仪厂商的推荐，加入适量的电解液加入到电解池中，开启仪器，打开磁力搅拌装置，调整搅拌速度均匀平稳，预测定空白水分瓶的水分值，再进行下一步测定前，应确保背景电流稳定并低于厂家推荐的最低值。
       2. 将样品水分瓶置于测试卡式炉上，升温至260℃下测定样品，在测定数值稳定后记录测定结果。
  1. 结果的计算与表示

按照仪器显示直接读出测量结果。