|  |  |
| --- | --- |
| ICS 77.120.99CCS H 65 |  |
| 中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准GB/T ××××—×××× |

稀土热障涂层材料－锆酸钆镱粉末

Rare earth material of thermal barrier coatings

—— Gadolinium Ytterbium Zirconate Powder

（送审稿）

|  |  |
| --- | --- |
| ×××× 发布 | ×××× 实施 |
|  | 国家市场监督管理总局 | 发布 |
|  | 中国国家标准化管理委员会 |

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：广东省科学院新材料研究所、广东省科学院资源利用与稀土开发研究所、包头稀土研究院、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程研究中心有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、西安交通大学、咸阳瞪羚谷新材料科技有限公司、国营川西机器厂、广东粤科欣发新材料有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、矿冶科技集团有限公司、赣州稀土矿业有限公司、国合通用测试评价认证股份公司。

本文件主要起草人：

稀土热障涂层材料—锆酸钆镱粉末

1 范围

本文件规定了稀土热障涂层用锆酸钆镱粉末的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于以镱、钆、锆（铪）的化合物为原料，采用化学法制得的，供航空领域涡轮发动机叶片、燃烧室等部件高温热障涂层用的锆酸钆镱粉末。

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与判定

GB/T 12690.2 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第2部分：稀土氧化物中灼减量的测定

重量法

GB/T 12690.3 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第3部分：稀土氧化物中水分量的测定

重量法

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 31057.1 颗粒材料 物理性能测试 第1部分 松装密度的测量

GB/T 31057.2 颗粒材料 物理性能测试 第2部分 振实密度的测量

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

GB/T 39530 热喷涂纳米氧化锆粉末及涂层制备工艺技术条件

3 术语和定义

3.1

粒度分布系数 Particle size distribution coefficient

粉末粒度分散性指数。

用于描述粉末粒子尺寸的分布宽度，按式（1）计算粉末粒度分布系数(*q*)：

 （1）

式中：

*D90* ——粒径的体积累积分布中对应于90%的粉体的粒径，单位为微米（μm）；

*D50* ——粒径的体积累积分布中对应于50%的粉体的粒径，单位为微米（μm）；

*D10* ——粒径的体积累积分布中对应于10%的粉体的粒径，单位为微米（μm）。

3.2

团聚粉末 Agglomerated powder

原始粉末经喷雾干燥团聚、热处理及致密化处理得到的粉末。

[来源：GB/T 39530-2020, 3.1.2]

4 分类

4.1 产品分类

稀土热障涂层材料—锆酸钆镱粉末按照化学成分、产品规格、中心粒径大小、粉末状态及用途分为REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP1、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP2、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP12、REMTBC-GYbZ-*x*Yb- AP1、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP2、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP12六个牌号，其中*x*=0.3~31.5。

4.2 牌号表示方法

稀土热障涂层材料—锆酸钆镱粉末牌号由稀土热障涂层的英文首字母、锆酸钆镱的化学式、产品的规格和粉末状态及用途组成，共分四个层次，其中第一层次表示用于制备稀土热障涂层用粉末，用“Rare earth material of thermal barrier coatings ”英文首字母“REMTBC”表示；第二个层次表示产品锆酸钆镱,用元素符号“GYbZ”表示；第三个层次表示产品的规格，*x*表示Yb2O3在粉末中的名义质量百分含量；第四个层次表示粉末的状态及用途，用XPY表示，分以下六种情况：OP1表示用于制备AP1粉末的原始粉末，OP2表示用于制备AP2粉末的原始粉末，OP12表示用于制备AP1或AP2或AP12粉末的原始粉末，AP1表示适用于等离子喷涂-物理气相沉积技术的团聚粉末，AP2表示适用于大气等离子喷涂技术的团聚粉末，AP12表示适用于等离子喷涂-物理气相沉积技术或大气等离子喷涂技术的团聚粉末。由此产品牌号表示为：REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP1、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP2、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP12、REMTBC-GYbZ-*x*Yb- AP1、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP2、REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP12。

具体表示方法如下：

REMTBC—GYbZ—*x*Yb— XPY

表示稀土热障涂层

表示产品的规格

表示粉末状态及用途

表示锆酸钆镱

牌号示例：REMTBC-GYbZ-5.0Yb-OP1表示Yb2O3含量为5.0%的稀土热障涂层材料锆酸钆镱原始粉末，用于制备REMTBC-GYbZ-5.0Yb-AP1牌号团聚粉末；REMTBC-GYbZ-10.0Yb-AP2表示Yb2O3含量为10.0%的稀土热障涂层材料锆酸钆镱团聚粉末，可用于大气等离子技术制备热障涂层。

5 技术要求

5.1 化学成份

表1中列出了一些典型牌号的产品的化学成分。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

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确定。

5.3 外观

5.3.1 产品为白色或淡黄色粉末状。

5.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

表1 典型牌号产品化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | REMTBC-GYbZ-0.3Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ-0.3Yb-AP1 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-AP1 | REMTBC-GYbZ-15.0Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ -15.0Yb-AP1 | REMTBC-GYbZ -25.0Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ-25.0Yb-AP1 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-AP1 |
| REMTBC-GYbZ-0.3Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ-0.3Yb-AP2 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-AP2 | REMTBC-GYbZ-15.0Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ -15.0Yb-AP2 | REMTBC-GYbZ -25.0Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ-25.0Yb-AP2 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-AP2 |
| REMTBC-GYbZ-0.3Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ-0.3Yb-AP12 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ-5.0Yb-AP12 | REMTBC-GYbZ-15.0Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ -15.0Yb-AP12 | REMTBC-GYbZ -25.0Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ-25.0Yb-AP12 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ -31.5Yb-AP12 |
| 化学成分(质量分数) / % | Gd2O3 | 59.2±0.5 | 54.7± 0.5 | 45.0± 0.5 | 35.3± 0.5 | 29.0±0.5 |
| Yb2O3 | 0.3±0.2 | 5.0 ± 0.2 | 15.0 ± 0.5 | 25.0 ± 0.5 | 31.5±0.5 |
| ZrO2(HfO2) | 余量 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质 | 0.10 |
| SiO2 | 0.01 |
| Fe2O3 | 0.03 |
| Al2O3 | 0.01  |
| TiO2 | 0.03 |
| Na2O | 0.01 |
| MgO | 0.01 |
| CaO | 0.02 |
| Cl- | 0.02 |
| 灼减和水分，不大于 | 1.00 |
| 注1：所有化学成分检测均去除水分后测定。注2：稀土杂质为除去主稀土元素Gd、Yb以外的稀土元素。注3：在ZrO2 (HfO2)中，HfO2质量百分含量不大于3%。注4：Yb2O3含量不大于5%时，允许测量误差为±0.2%，Yb2O3含量大于5%时，允许测量误差为±0.5%。 |

表2 物理性能

|  |  |
| --- | --- |
| 物理性能 | 产品牌号 |
| REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP1 | REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP12 | REMTBC-GYbZ-*x*Yb-OP2 | REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP1 | REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP12 | REMTBC-GYbZ-*x*Yb-AP2 |
| 原始粉末中心粒径*D50/*µm | ≤ 0.25 | 0.25 ~ 0.50 | 0.5~5.0 | - | - | - |
| 团聚粉末中心粒径*D50′*/µm | - | - | - | ≤ 15 | 15 ~ 30 | 30 ~ 75 |
| 团聚粉末松装密度*ρa*/ g/cm3 | - | - | - | 0.9 ~ 2.8 | 0.9 ~ 2.8 | 0.9 ~ 2.8 |
| 团聚粉末振实密度*ρt*/ g/cm3 | - | - | - | 1.5 ~ 3.5 | 1.5 ~ 3.5 | 1.5 ~ 3.5 |
| 团聚粉末粒度分布系数*q*，不大于 | - | - | - | 2.5 | 2.5 | 2.5 |

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 氧化钆(Gd2O3)量和氧化镱（Yb2O3）量的测定按照附录A的规定进行。

6.1.2 氧化锆ZrO2(HfO2)量为余量，即［100%-（Gd2O3量+Yb2O3量+Σ稀土杂质量+Σ非稀土杂质量）］，也可按供需双方商定的方法进行。

6.1.3 稀土杂质含量的测定按供需双方商定的方法进行。

6.1.4 非稀土杂质含量的测定按供需双方商定的方法进行。

6.1.5 灼减量的分析方法按GB/T 12690.2的规定进行。

6.1.6 水分的分析方法按GB/T 12690.3的规定进行，烘干温度为105℃。

6.1.7 产品中氧化锆（ZrO2）量和氧化铪（HfO2）量的测定按照附录A的规定进行，按式（2）计算HfO2在ZrO2(HfO2)中的质量百分含量[]：

 （2）

式中：

——产品中ZrO2量，单位为%；

——产品中HfO2量，单位为%。

6.2 物理性能

6.2.1 粉末中心粒径大于1μm时测定按GB/T 20170.1中方法1的规定进行，粉末中心粒径不大于1μm时测定按照附录B的规定进行。

6.2.2 松装密度的测定按GB/T 31057.1的规定进行。

6.2.3 振实密度的测定按GB/T 31057.2的规定进行。

6.2.4 粒度分布系数的测定按GB/T 20170.1中方法1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，目视检查外观质量。

7 检验规则

7.1 检验与验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品符合本文件规定。

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规定不符，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量异议，应在收到产品之日起1个月内提出；属于化学成分、粒度、松装密度和振实密度的异议，应在收到产品之日起2个月内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、中心粒径、粒度分布系数、松装密度、振实密度及外观质量检验。

7.4 取样和制样

7.4.1 产品的取样件数按表3的规定进行。

表3 取样件数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 件（袋）数 | 1～5 | 6～49 | 50～100 | ＞100 |
| 取样件（袋或桶）数 | 件（袋或桶）数的100% | 5 | 件（袋或桶）数的10%只进不舍取整数 | 件（袋或桶）数的平方根只进不舍取正整数 |

7.4.2 在每件（袋或桶）内层塑料袋中心点及其周围等距离处再取三点，每点取样量不少于10g，将四点处的样品混合均匀，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。取样完毕后外层塑料袋（或桶）应保持完好密封状态。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度与本文件规定不符合时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复检验,如仍有不合格项,则判该批产品为不合格。

7.5.2 外观质量检验不合格时，则直接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

（资料性附录）

稀土热障涂层材料—锆酸钆镱粉末中氧化钆、氧化镱、氧化锆和氧化铪含量的测定

 电感耦合等离子体发射光谱法

A.1 范围

本文件规定了稀土热障涂层材料—锆酸钆镱粉末中氧化钆、氧化镱、氧化锆和氧化铪含量的测定。测定范围（质量分数）：氧化钆：25.00% ~ 65.00%，氧化镱：0.01% ~ 35.00%，氧化锆：35.00% ~ 45.00%，氧化铪：0.01%~3.00%。

A.2 方法原理

试样以硫酸-硫酸铵溶解，在酸性介质中，使用电感耦合等离子体发射光谱仪，于推荐的各元素波长处进行光谱测定。测定结果进行归一化处理。

A.3 试剂

A.3.1 硫酸铵

A.3.2 硝酸（ρ 1.42 g/mL）。

A.3.3 氢氟酸（ρ 1.15 g/mL）。

A.3.4 硫酸（1+1）。

A.3.5 氧化钆标准贮存溶液：称取1.0000 g氧化钆[*w*（Gd2O3）≥99.99 %]，置于200 mL烧杯中，以少量水吹洗杯壁，加入20 mL硝酸（A.3.2），盖上表面皿，低温加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化钆。

A.3.6 氧化镱标准贮存溶液：称取1.0000 g氧化镱[*w*（Yb2O3）≥99.99 %]，置于200 mL烧杯中，以少量水吹洗杯壁，加入20 mL硝酸（A.3.2），盖上表面皿，低温加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化镱。

A.3.7 氧化锆标准贮存溶液：称取0.7377 g金属锆[*w*（Zr）≥99.99 %]，置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，以少量水吹洗杯壁，加入10 mL硝酸（A.3.2），5 mL氢氟酸（A.3.3），低温溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却。加入20 mL硫酸（A.3.4），加热至冒浓硫酸白烟，取下，冷却。沿杯壁边摇动边缓慢吹水至50 mL，低温加热至盐类溶解澄清，取下，冷却。移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化锆。

A.3.8 氧化铪标准贮存溶液：称取0.8480 g金属铪[*w*（Hf）≥99.99 %]，置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，以少量水吹洗杯壁，加入10 mL硝酸（A.3.2），5 mL氢氟酸（A.3.3），低温溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却。加入20 mL硫酸（A.3.4），加热至冒浓硫酸白烟，取下，冷却。沿杯壁边摇动边缓慢吹水至50 mL，低温加热至盐类溶解澄清，取下，冷却。移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化铪。

A.3.9 氧化镱标准溶液：移取10.00 mL氧化镱标准贮存溶液（A.3.7）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝（A.3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg氧化镱。

A.3.10 氧化铪标准溶液：移取10.00 mL氧化铪标准贮存溶液（A.3.8）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝（A.3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg氧化铪。

A.3.11 氩气（体积分数≥99.99%）。

A.4 仪器

A.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪，分辨率<0.006nm（200nm 处）。

A.4.2 光源：氩等离子体光源。

A.5 样品

样品于105℃烘干 1 小时，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

A.6 试验步骤

A.6.1 试料

称取0.10g样品（A.5），精确至0.0001g。

A.6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.6.4 分析试液的制备

将试料（A.6.1）置于已预先加入4 g硫酸铵（A.3.1）的200 mL烧杯中，用少量水吹洗杯壁，加入20 mL硫酸溶液（A.3.4），盖上表面皿，高温加热至冒浓白烟，并保持回流直至样品完全溶解，取下，冷却至室温，沿杯壁边摇动边缓慢吹水至50 mL，低温加热至盐类溶解澄清，取下，冷却，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。分取10.00 mL试液于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.6.5 系列标准溶液的配制

分别移取氧化钆标准贮存溶液（3.5）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，氧化镱标准溶液（A.3.9）0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL，氧化锆标准贮存溶液（A.3.7）0 mL、1.50 mL、 2.00 mL、2.50 mL、 3.00mL，氧化铪标准溶液（A.3.10）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL于5个100 mL容量瓶中，补加0.2 g硫酸铵（A.3.1）和1.0 mL硫酸（A.3.4），用水稀释至刻度，混匀。系列标准溶液浓度见表A.1。

表A.1 系列标准溶液浓度 单位为微克每毫升

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 系列标准溶液浓度 |
| 标准1 | 标准2 | 标准3 | 标准4 | 标准5 |
| 氧化钆 | 0.00 | 10.00 | 20.00 | 30.00 | 40.00 |
| 氧化镱 | 0.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |
| 氧化锆 | 0.00 | 15.00 | 20.00 | 25.00 | 30.00 |
| 氧化铪 | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |

A.6.6 测定

A.6.6.1 各元素推荐分析谱线

表A.2 推荐的分析谱线 单位为纳米

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 钆 | 镱 | 锆 | 铪 |
| 谱线 | 335.863，335.048 | 328.937，222.447 | 327.307，267.865 | 264.141，196.361 |

A.6.6.2 工作曲线的绘制

在选定仪器工作条件下，将系列标准溶液（A.6.5）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定，以待测元素光信号强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标，绘制工作曲线，线性相关系数应不小于0.9995。

A.6.6.3 分析试液的测定

在工作曲线（A.6.6.2）符合测定的要求后，将空白试液和分析试液（A.6.4）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定，仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出分析试液中待测元素的质量浓度。

A.7 分析结果表述

待测元素含量以其氧化物的质量分数*wx*计，按公式（A.1）计算：

…..……………………（A.1）

式中：

*ρx*——样品中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg / mL）；

*ρ0* ——空白试液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg / mL）；

*wA*——样品中氧化铝、氧化铁、氧化铜、氧化硅、氧化钛和灼减量等含量，单位为百分含量（%）；

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

附 录 B

（资料性附录）

纳米级锆酸钆镱粉末中心粒径的测试方法

B.1 试剂

无水乙醇或95%乙醇。

B.2 仪器和设备

B.2.1 超声波振荡器：超声功率大于250W。

B.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。

B.2.3 扫描电子显微镜(SEM)：点分辨率小于或等于3nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

B.3 试样

直接取适量样品。

B.4 分析步骤

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

B.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（B.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（B.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。

B.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），取算数平均值。分析结果应注明何种电子显微镜下获得。

B.5 试验数据处理

第*n*个颗粒的平均粒径*dn*按公式(B.1)计算，单位为纳米(nm)：

 (B.1)

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。

将*dn*按从小到大的顺序重新排列为{,,,…,}，则中心粒径*d*按公式（B.2）计算，单位为纳米(nm)：

 (B.2)

式中：

*d* ——粉末的中心粒径，单位为纳米(nm)；

——中心颗粒尺寸位置，为不超过的最大正整数，无量纲。