

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXX-202X

氧气/氮氧传感器用钇锆陶瓷生瓷带

Yttria Stabilized Zirconia Ceramic Tape for Oxygen or Nitric Oxide

Sensors

(审定稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

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、……

本文件主要起草人：

氧气/氮氧传感器用钇锆陶瓷生瓷带

1 范围

本文件规定了氧气、氮氧传感器用钇锆陶瓷生瓷带的分类和牌号、技术要求、检验规则、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于以锆基稀土化合物为主要原料，经流延法加工制得具有特定性能的陶瓷生瓷带，主要用于构成氧气、氮氧传感器芯片。

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 451.3 纸和纸板厚度的测定

GB/T 1031 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 表面粗糙度参数及其数值

GB/T 1040.3 塑料拉伸性能的测定 第3部分 薄膜和薄片的试验条件

GB/T 6569 精细陶瓷弯曲强度试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690.7 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 12690.9 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第9部分：氯量的测定 硝酸银比浊法

GB/T 17991 精细陶瓷术语

GB/T 25995 精细陶瓷密度和显气孔率试验方法

GB/T 37253 氧传感器用功能陶瓷离子电导率试验方法

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

XB/T 625 稀土复合钇锆陶瓷材料化学分析方法 氧化钪、氧化铝、氧化钠和氧化铁含量的测定

XB/T 631 稀土复合钇锆陶瓷材料化学分析方法 氧化锆、氧化钇和氧化钪含量的测定

3 术语和定义

GB/T 17991 中界定的下列术语和定义适用于本标准。

3.1 钇锆陶瓷生瓷带 yttria-stabilized zirconia green ceramic tape

由钇稳定氧化锆（YSZ）粉体与有机粘结剂、增塑剂、分散剂等组分混合，经流延成型工艺制成的未烧结陶瓷膜带。生瓷带具有一定的柔韧性和机械强度，便于冲裁、叠层等后续加工，经烧结后形成致密的钇锆陶瓷体。

3.2 烧结收缩率 sintering shrinkage

钇锆陶瓷生瓷带经烧结后，沿长度、宽度或厚度方向的尺寸变化量与生瓷带对应方向原始尺寸的比值，通常以百分数（%）表示。

3.3 致密度 relative density

钇锆陶瓷生瓷带经烧结后，陶瓷体的实际密度与其理论密度之比，通常以百分数（%）表示。致密度反映陶瓷体的气孔率及烧结致密化程度。

3.4 弯曲强度 flexural strength

钇锆陶瓷生瓷带经烧结后，在规定条件下承受弯曲载荷直至破坏时，试样所承受的最大弯曲应力，单位为兆帕（MPa）。

[来源：GB/T 6569 定义 2.3.18，有修改]

3.5 离子电导率 ionic conductivity

钇锆陶瓷体在特定温度下，氧离子在陶瓷晶格中定向迁移的能力，是表征其氧离子传导性能的参数，单位为毫西门子每厘米（mS/cm）或西门子每米（S/m）。

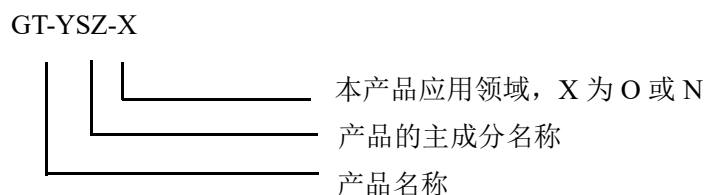
4 分类

4.1 产品分类

产品按应用领域分为 GT-YSZ-N 和 GT-YSZ-O 两个牌号。其中 GT-YSZ-N 牌号产品适用于氮氧传感器，GT-YSZ-O 牌号产品适用于氧传感器。

4.2 产品牌号

产品牌号共分三个层次。其中，第一层次表示产品名称，“GT”为生瓷带（Green Tape）的英文缩写，第二层次表示产品的主成分名称，用钇稳定氧化锆（Yttria-stabilized zirconia）的英文缩写 YSZ 表示；第三层次表示产品的应用领域，“O”表示氧气传感器，“N”表示氮氧传感器；具体表示方法如下：



牌号示例：GT-YSZ-O 表示适用于氧传感器的钇锆陶瓷生瓷带产品。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的理化性能应符合表 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

产品牌号		GT-YSZ-N	GT-YSZ-O
有机挥发分 wt%		10~20	
成分 wt%	Y ₂ O ₃	5.4±0.3	
	ZrO ₂ +HfO ₂	94.5±0.5	
	Al ₂ O ₃	≤0.5	
杂质含量 wt%	SiO ₂	≤0.01	
	Fe ₂ O ₃	≤0.002	
	Na ₂ O	≤0.01	
	TiO ₂	≤0.005	
	Cl ⁻	≤0.02	
注：成分和杂质含量为生瓷带煅烧去除有机挥发分后测试的结果			

5.2 物理性能

产品的物理性能应符合表 2 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

产品牌号	GT-YSZ-N	GT-YSZ-O
厚度均匀性/%	≤±10	≤±10
表面粗糙度/ nm	≤300	≤300
抗拉强度/ MPa	≥5	≥5
烧结收缩率/%	19.0±0.5	19.0±0.5
致密度/%	≥96	≥95
弯曲强度/MPa	≥600	≥500
750℃离子电导率/(mS/cm)	≥12	≥10
注：致密度、弯曲强度、离子电导率为生瓷带烧结后测试的结果		

5.3 外观质量

产品应无目视可见夹杂物、裂纹。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 有机挥发分的测定按附录 A 执行。

6.1.2 氧化钇 (Y_2O_3)、氧化锆与氧化铪 ($\text{ZrO}_2+\text{HfO}_2$) 量的分析方法, 样品的前处理部分按附录 A 的规定执行, 其他部分按 XB/T 631 的规定执行,。

6.1.3 氧化铁 (Fe_2O_3)、氧化铝 (Al_2O_3)、氧化钠 (Na_2O)、氧化钛 (TiO_2) 量的分析方法, 样品的前处理部分按附录 A 的规定执行, 其他部分按 XB/T 625 的规定执行。

6.1.4 氧化硅 (SiO_2) 量的分析方法, 样品的前处理部分按附录 A 的规定执行, 样品分析试液的制备按附录 B 的规定执行, 其他部分按 GB/T 12690.7 中的方法 1 的规定进行。

6.1.5 氯 (Cl^-) 量的分析方法, 样品的前处理部分按附录 A 的规定进行, 样品分析试液的制备按附录 C 的规定执行, 其他按 GB/T 12690.9 的规定进行。

6.2 物理性能

6.2.1 厚度均匀性的测定参考 GB/T 451.3 的规定进行。在待测生瓷带表面均匀选取五个测量点, 分别测量各点的厚度。按公式 (1) 计算厚度均匀性 Δ :

$$\Delta = \frac{t_{\max} - \bar{t}}{\bar{t}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$t_{\max}$ —五个测量点厚度中的最大值, 单位为微米 (μm);

$\bar{t}$ —五个测量点厚度的算术平均值, 单位为微米 (μm)。

6.2.2 表面粗糙度的测定按 GB/T 1031 的规定执行。

6.2.3 抗拉强度的测定按 GB/T 1040.3 的规定执行。

6.2.4 烧结收缩率试样制备按附录 D 的规定执行, 烧结收缩率的测定按附录 E 的规定执行。

6.2.5 烧结致密度试样制备按附录 D 的规定执行, 致密度的测定按 GB/T 25995 的规定执行。

6.2.6 烧结体弯曲强度试样制备按附录 D 的规定执行, 弯曲强度的测定按 GB/T 6569 的规定执行。

6.2.7 烧结体离子电导率试样制备按附录 D 的规定执行, 离子电导率的测定按 GB/T 37253 的规定执行。

6.3 外观质量

自然散射光下, 目视检查。

6.4 数值修约

按 GB/T 8170 的规定执行。

7 检验规则

7.1 检查与验收

7.1.1 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规定, 并填写产品质量证明书。

7.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验。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。

7.2 组批

产品应成批检验，每批应由同一牌号的产品组成，单批产品面积不应大于 4 万平方英寸。如需方有特殊需求，供需双方可另行协商。

7.3 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。

7.4 取样

产品的取样数量按表 3 的规定进行。

表 3 产品取样数量

产品件数量	1~5	6~49	50~100	>100
取样件数	1	5	产品数量的 10% 只进不舍取整数	产品数量的平方根只进不舍 取整数

7.5 检验结果判定

化学成分、物理性能、外观质量检验结果与本文件规定不符时，判该产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

按 GB 39176 相关规定执行。

8.2 包装

产品抽真空包装于双层塑料袋中，每袋个数为 1 个。如需方对包装有特殊要求，供需双方另行协商。

8.3 运输、贮存

产品运输管控、仓库贮存要求均按 GB 39176 的规定执行。

8.4 随行文件

每批产品应附质量证明书，质量证明书应符合 GB 39176 的规定，注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 牌号、批号；
- d) 净重、件数；
- e) 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记；
- f) 本标准编号；
- g) 出厂日期。

附录 A

(资料性)

有机挥发分的测定方法

A.1 方法提要

采用高温热处理的方法，将生瓷带中的有机组分在空气气氛中充分裂解脱除，剩余无机组分可用于试样无机化学成分测定。

A.2 仪器

A.2.1 分析天平：分度值0.0001 g

A.2.2 氧化铝（ Al_2O_3 ）陶瓷坩埚： Al_2O_3 质量分数不低于 99%。

A.2.3 热处理炉：恒温工作区温度可控制在 $800^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$ 。

A.3 样品

陶瓷生瓷带拆封后应立即取样称量。

A.4 试验步骤

A.4.1 试料

随机裁取15 g~25 g样品（A.2），称重，精确至0.0001 g。

A.4.2 测定

A.4.2.1 将试料（A.3.1）置于已在 1000°C 烧至恒重的氧化铝陶瓷坩埚（A.2.2）中，放入热处理炉（A.2.3），于 800°C 灼烧 1 h。取出，稍冷，置于干燥器中冷却至室温，称重。

A.4.2.2 重复 A.3.2.1 的操作，直至灼烧物的质量恒定。

A.5 分析结果的计算和表述

按照式A.1计算有机挥发分含量，即生瓷带灼减量的质量分数：

$$w = \frac{m_0 + m_2 - m_1}{m_0} \dots\dots\dots \text{A.1}$$

式中：

m_0 —实验试料的质量，单位g；

m_1 —实验灼烧后坩埚和烧成物的质量，单位g；

m_2 —空坩埚的质量，单位g；

独立地进行两次测定，取其平均值。

附录 B

(规范性)

钇锆陶瓷生瓷带中氧化硅含量的测定

样品分析试液的制备

B.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂。

B.1.1 水，GB/T 6682，二级。

B.1.2 硼酸，优级纯。

B.1.3 氢氟酸($\rho = 1.15 \text{ g/mL}$)，优级纯。

B.1.4 硝酸(1+1)。

B.2 仪器设备

B.2.1 微波高压溶样装置或微波消解炉。

B.2.2 烘箱， $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.3 样品

试样于 $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温后立即称量。

B.4 试验步骤

B.4.1 试料

称取0.20 g样品(B.3)，精确至0.000 1 g。

B.4.2 平行试验

平行进行两次测定，取其平均值。

B.4.3 空白试验

随同试料(B.4.1)做空白试验。

B.4.4 分析试液的准备

将试料(B.4.1)置于微波高压溶样装置或微波消解炉(B.2.1)的聚四氟乙烯坩埚中，加2 mL氢氟酸(B.1.3)、5 mL 硝酸(B.1.4)，盖上坩埚盖，旋紧高压套，在 $160 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持50 min，直至试料溶解。

取下稍冷，加入20 mL水(B.1.1)、2.0 g硼酸(B.1.2)于沸水浴中加热溶解，冷却。将试液移入50 mL塑料容量瓶中，用水(B.1.1)稀释至刻度，混匀，待测。

移取10.00 mL试液于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，待测。

附录 C

(规范性)

钇锆陶瓷生瓷带中氯含量含量的测定

样品分析试液的制备

C.1 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂。

C.1.1 水，GB/T 6682，二级。

C.1.2 氢氟酸($\rho = 1.15 \text{ g/mL}$)，优级纯。

C.1.3 硝酸(1+1)。

C.2 仪器设备

C.2.1 微波高压溶样装置或微波消解炉。

C.2.2 烘箱， $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

C.3 样品

试样于 $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温后立即称量。

C.4 试验步骤

C.4.1 试料

称取0.30 g样品(C.3)，精确至0.000 1 g。

C.4.2 平行试验

平行进行两次测定，取其平均值。

C.4.3 空白试验

随同试料(C.4.1)做空白试验。

C.4.4 分析试液的准备

将试料(C.4.1)置于微波高压溶样装置或微波消解炉(C.2.1)的聚四氟乙烯坩埚中，加2 mL氢氟酸(C.1.2)、5 mL硝酸(C.1.3)，盖上坩埚盖，旋紧高压套，在 $160 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持50 min，直至试料溶解。

冷却后，将坩埚中的试液移入25 mL的塑料容量瓶中，用水(C.1.1)稀释至刻度，混匀。

将试液干过滤于50 mL的烧杯中，移取10 mL滤液于25 mL的比色管中，加入2 mL硝酸(C.1.3)，待测。

附 录 D

(资料性)

生瓷带烧结体的制备方法

D.1 仪器设备

D.1.1 铝箔袋。

D.1.2 真空包装机

D.1.3 温水等静压机：工作温度可控制在 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，最大压力不小于30MPa。（除表格为， $\geq$ 等均改为文字）。

D.1.4 热切机。

D.1.5 多孔氧化铝承烧板：耐受温度不低于 1600°C 。

D.1.6 高温烧结炉：最高工作温度不低于 1500°C ，控温精度不低于 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

D.2 样品

生瓷带样品。样品预处理方式为 $(70\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 空气环境下烘干不小于30 min。

D.3 制备步骤

D.3.1 试料

将样品（D.3）裁切为不小于 $80\text{mm}\times 80\text{mm}$ 的规格。

D.3.2 真空封装

取不少于十片试料（D.3.1），按照流延成型方向逐片旋转 90° 交叉堆叠；将堆叠完成的坯体装入铝箔包装袋（D.1.1），使用真空包装机（D.1.2）完成真空密封封装。

D.3.3 叠压

将真空包装好的样品放入温水等静压机（D.1.3）中进行叠压，叠压温度 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，压力20~30MPa，保压5~10min。

D.3.4 热切

将叠压处理后的样品在热切机（D.1.4）上裁切为长 $45.0\text{mm}\sim 75.0\text{mm}$ ，宽 $4.0\text{mm}\sim 4.5\text{mm}$ 的试样条。

D.3.5 烧结

将试样条（D.3.4）放置于两层多孔氧化铝承烧板（D.1.5）之间，然后一并置于高温烧结炉（D.1.6）均温区，设置烧结程序进行高温烧结。烧结峰值温度 $(1450\pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，保温时长2-3 h，将烧结后的样品收取在自封袋中备用。

附 录 E

(资料性)

烧结收缩率的测试方法

E.1 方法提要

生瓷带烧结收缩率采用长度测量法进行测试，通过测量烧结前后生瓷带样品的尺寸变化进行烧结收缩率的计算。

E.2 仪器设备

游标卡尺：精度0.02 mm及以上

E.3 样品

按照附录D中D.3.4条款规定工艺制备得到的试样条。

E.4 测试步骤

E.4.1 试料

用游标卡尺测量并记录样品（E.3）的初始长度，记作 L_0 ，再按附录D中D.3.5规定的烧结工艺进行烧结。

E.4.2 测试

用游标卡尺（E.2）测量样品高温烧结后的长度，记作 L_1 。

E.4.3 分析结果的计算和表述

烧结收缩率 δ 按公式（E.1）计算：

$$\delta = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100\% \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：

L_0 —试样烧结前原始长度，单位mm；

L_1 —试样烧结后的长度，单位mm。

独立地进行两次测定，取其平均值。