稀土国家标准《氧化镝》编制说明

一、工作简况

1、任务来源

根据稀土标委[2018]1号文件《关于转发2017年稀土国家、行业标准制修订计划通知》，正式下达《氧化镝》国家标准的编制任务，计划号20173847-T-469，完成年限为2018年11月。2018年1月14~15日在浙江省桐乡市召开会议正式落实此标准制修订工作任务，并确定广东珠江稀土有限公司为负责起草单位，江阴加华新材料资源有限公司、包头稀土研究院、湖南稀土金属材料研究院、赣县红金稀土有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司等16家单位报名参与起草。

1. 起草单位情况

广东珠江稀土有限公司已有40多年的历史，是中国最大的稀土全分离企业之一，也是中国华南地区规模最大的稀土生产和出口基地。产出约30个品种近60种规格的单一稀土氧化物和稀土化合物。公司产品销售立足于国际市场，产品近60％销往日、美、英、奥地利、东南亚等国家和地区。多年来公司积极参与稀土国行标准的制修订和各种稀土检测标准的验证审核。多次获得“中国有色金属工业科学技术奖”、“全国稀土标准化技术委员会技术标准优秀奖”以及“中色集团科技配套奖”。 为稀土行业的标准化推进做出了一定的贡献，完全有能力承担标准制修订的工作 。

3、主要工作过程

 氧化镝主要用于金属镝和镝铁合金制作原料、玻璃、钕铁硼永磁体添加剂、磁性材料、原子能工业等。目前所使用的国家标准是2008制订的，时隔10年之久，随着国内外生产厂家工艺水平的提高和用户对氧化镝的质量要求的变化，原标准中的某些指标已不适应行业发展要求。因此，修订是必须的。

接到任务前，我公司就已经通过上网、电话联络、邮件等多种方式查询和了解相关生产厂家及用户的质量标准，结合市场要求和当前生产厂家的平均质量水平，2016年10月我公司就发送了征询意见函给17家相关单位，提前征询《氧化镝》国家标准的修订意见，并陆续收到了宜兴新威利成稀土有限公司、湖南稀土金属材料研究院、定南大华新材料资源有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司等7家单位提出的意见反馈和建议，我公司在原标准的基础上经过充分论证，采纳了部分意见和建议后，形成了标准征求意见稿。2018年4月我公司向25家相关单位发送了《氧化镝》的征求意见稿，并陆续收到了赣县红金稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院等9家单位提出的意见反馈和建议（见附表：意见汇总表），我公司在征求意见稿的基础上经过充分论证，采纳了部分意见和建议后，形成了标准预审稿。2018年8月8日~10日全国稀土标准技术委员会（以下简称稀标委）于内蒙古包头市召开了2018年度第四次稀土标准工作会议。由我公司起草的《氧化镝》产品国家标准经过会议讨论和评议，预审情况纪要如下：

项目标号：20173576-T-459

1、前言部分“见表1”改为“见3.2化学成分”。

2、前言部分有变动的考核指标内容需详细描述。

3、前言部分“增加了部分号牌中非稀土杂质Na2O、SO42-等的考核指标”改为“增加了号牌中非稀土杂质Na2O、SO42-等的考核指标”。

4、3.2化学成分表1格式需按照标准版本修改。

5、3.2化学成分表1中稀土杂质“其它合量”改为“其它”；Dy2O3-3N5、Dy2O3-3N、Dy2O3-2N5、Dy2O3-2N牌号中“其它合量”改为“合量”。

6、3.2化学成分表1中Dy2O3-4N牌号的稀土杂质分析与会者代表建议进行全分析，具体数值会后向赣州湛海工贸有限公司等相关单位咨询、调研后进行修改、确认。

7、3.2化学成分表1中新增加的非稀土杂质Na2O、SO42-考核指标，部分与会者代表认为考核指标过高，具体数值会后向湖南稀土金属材料研究所等相关单位咨询、调研后进行修改、确认。

8、6标志、包装、运输、贮存及质量证明书需按照标准版本进行详细描述。

我公司于会议结束后，按照会议上提出的问题向赣州湛海工贸有限公司，定南大华新材料资源有限公司，江阴加华新材料资源有限公司等13家公司发出了征询意见函，陆续收到了赣州湛海工贸有限公司，定南大华新材料资源有限公司等六家公司的回复，我公司经过整理总结形成了标准送审稿。

二、标准的技术内容说明

1、技术内容的变化

——增加了产品分类（见3.1）；

——增加了字符牌号(见3.2和表1)；

——增加了GB/T17803稀土产品牌号的表示方法（见2规范性引用文件）；

——增加了Dy2O3 -4N稀土杂质的全元素分析（见3.2化学成分）；

——调整了部分牌号中非稀土杂质Fe2O3、CaO、SiO2、、Al2O3、等的考核指标，其中将Dy2O3 -4N非稀土杂质CaO指标由不大于0.005%修改为不大于0.003%，Al2O3指标由不大于0.010%修改为不大于0.005%，SiO2指标由不大于0.005%修改为不大于0.002%；将Dy2O3 -3N5非稀土杂质Fe2O3指标由不大于0.0010%修改为不大于0.0020%；将Dy2O3 -3N非稀土杂质Fe2O3指标由不大于0.0020%修改为不大于0.0030%；将Dy2O3 -2N5非稀土杂质Fe2O3指标由不大于0.0030%修改为不大于0.0050%；将Dy2O3 -2N非稀土杂质Fe2O3指标由不大于0.0050%修改为不大于0.0100%（见3.2化学成分）；

——增加了牌号中非稀土杂质Na2O、SO42-等的考核指标（见3.2化学成分）；

——增加了主稀土元素Dy2O3的考核指标及计算方法（见3.2化学成分）；

——修改了稀土杂质，删除了分母REO（见3.2化学成分）；

——修改了灼减指标为水分与灼减的合量指标（见3.2化学成分）；

——增加了所有检测均为去除水分后灼减前状态的注释（见3.2化学成分）；

——修改了稀土(REO)总含量的分析方法，增加了当测得稀土总量在99%以上，以差减法计算稀土总量的实际值（见4.1.）；

 ——修改了主稀土元素量（Dy2O3）为余量，由差减法求得（见4.4）；

 ——增加了主稀土元素的相对纯度（Dy2O3/REO）计算方法，即由主稀土元素量/稀土总量\*100%（见4.5）；

 ——增加了检验项目、检验结果判断中产品物理性能检验和判断。（见5.3、5.5.1）。

——增加了外观检验结果与本标准不符时，则直接判该批产品为不合格品的要求（见5.5.2）。

2、第一次网函征询意见和建议汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 1、建议4N的Dy2O3是否考虑稀土杂质全分析；2、建议4N牌号里的Ho的考核量是否放宽至0.003%，和Tb一样； 3、建议4N牌号里的CaO的考核量是否可改为0.003%； 4、建议非稀土杂质增加NaO的考核指标。       | 宜兴新威利成稀土有限公司 |  部分采纳 部分采纳 采纳 采纳 |  |
| 2 | 1、现在的下游客户对4N的Dy2O3产品中Si、Al的指标要求比较苛刻，原来的指标有点偏高，建议稍微调低点。2、建议增加Na2 O及SO42–的考核指标。 | 湖南稀土金属材料研究院 |  采纳 采纳 |  |
| 3 |  建议增加99.999%的规格。 | 定南大华新材料资源有限公司 | 不采纳 | 产量太少，数据不充分 |
| 4 | 同意起草单位修订意见。 | 湖南益阳 |  |  |
| 5 | 1. 建议加上硫酸根、氧化钠指标。

 2、建议加上酸不溶物指标。 | 赣州晨光稀土新材料股份有限公司 |  采纳部分采纳 |  |
| 6 |  来函回复没有意见。 | 甘肃稀土 |  |  |
| 7 | 建议对非稀土杂质Fe进行修订。 | 包钢稀土 | 采纳 | 北方矿是铁伴生，含铁较高，而且实际主要用于铁合金等，对Fe的要求不需要那么严格 |

3、主要技术内容

通过三次征询生产企业和用户的意见和建议，并充分论证修订后的《氧化镝》标准技术指标汇总表如下：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | 字符牌号 | Dy2O3 -4N | Dy2O3 -3N5 | Dy2O3 -3N | Dy2O3 -2N5 | Dy2O3-2N |
| 对应原数字牌号 | 101040 | 101035 | 101030 | 101025 | 101020 |
| 化学成分︵质量分数︶/% | REO，不小于 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 | 99.0 |
| Dy2O3 /REO，不小于 | 99.99 | 99.95 | 99.9 | 99.5 | 99.0 |
| Dy2O3 | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质 | La2O3 | 0.0002 | 其它合量0.045 | 其它合量0.09 | 其它合量0.45 | 其它合量0.90 |
| CeO2 | 0.0002 |
| Pr6O11 | 0.0002 |
| Nd2O3 | 0.0002 |
| Sm2O3 | 0.0002 |
| Eu2O3 | 0.0002 |
| Gd2O3 | 0.0010 |
| Tb4O7 | 0.0020 |
| Ho2O3 | 0.0020 |
| Er2O3 | 0.0010 |
| Tm2O3 | 0.0002 |
| Yb2O3 | 0.0010 |
| Lu2O3 | 0.0050 |
| Y2O3 | 0.0010 | 0.005 | 0.01 | 0.05 | 0.10 |
| 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.0005 | 0.0020 | 0.0030 | 0.0050 | 0.0100 |
| SiO2 | 0.002 | 0.005 | 0.010 | 0.010 | 0.020 |
| CaO | 0.003 | 0.005 | 0.010 | 0.020 | 0.030 |
| Al2O3 | 0.005 | 0.020 | 0.030 | 0.040 | 0.050 |
| Cl- | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.04 | 0.05 |
| Na2O | 0.010 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.030 |
| SO42- | 0.010 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.030 |
| 灼减和水分（质量分数）/% ，不大于 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 注1：表内所有化学成分检测均为去除水分后灼减前测定。注2：其他稀土杂质是指表中没有列出除Pm、Sc以外其他所有稀土元素。 |

三、标准编制时间计划

1、标准编制前的查询、调研、论证 2016年10月~2018年3月；

2、形成标准征求意见稿： 2018年4月16日前完

3、草案发送广泛征求意见： 2018年5~6月份；

4、意见汇总修订后形成预审稿： 2018年6月29日前完成；

5、建议标准预审时间： 2018年7月底；

6、建议标准审定时间： 2018年 10月底。

四、标准编制原则

1、原则性：标准的格式严格按照GB/T 1.1-2000《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》以及《有色金属冶炼产品国家标准、行业标准编写示例》的规定进行。

2、适应性：修订后的标准充分反映了当前国内各生产企业的技术水平，便于生产，宜于应用。

3、先进性：本标准处于国内领先水平，有利于与国际先进水平接轨，对国内生产企业及相关行业的技术进步将产生积极的推动作用。

五、标准属性

 建议本标准继续为推荐性国家标准。

六、致谢

本标准起草过程中得到了全国稀土标准化技术委员会秘书处的指导和帮助，同时对提供过数据、信息和意见建议的所有单位表示感谢！

广东珠江稀土有限公司

2018年6月30日