行业标准《热喷涂用氧化钇粉末》（报批稿）编制说明

1. 工作简况

1.1 任务背景

氧化钇（Y2O3）是一种重要的稀土氧化物，具有稀土元素独特的4fr5dx6l2电子层结构、高电价、大半径、极化力强、电子能级和谱线的多样性、化学性质活泼等优良特性，使得Y2O3有着广阔的应用前景。同时，由于氧化钇具有良好的抗高能等离子冲蚀性能、高温稳定性能以及恶劣环境下的耐热性能等，可用作抗冲蚀涂层材料、高温隔热涂层材料等。近年来，12英寸数字集成电路芯片生产线已成为主流加工技术，90纳米、65纳米工艺技术得到大规模应用，45纳米技术也逐步步入商业化。随着集成电路12英寸、18英寸技术时代的到来，与等离子接触的铝合金、石英、陶瓷等零部件被轰击冲蚀而产生的颗粒污染问题成为刻蚀机关键零部件制备必须解决的关键问题，在高功率的工作条件下，CF4、SF6、O2、Cl2、HBr等腐蚀气体及等离子体会对零件表面产生强腐蚀作用。高密度等离子体冲蚀条件下的耐腐蚀已成为一个关键问题，因为从设备表面释放的颗粒会在晶片上产生缺陷，这种缺陷会导致晶片报废。传统的防护方法是采用铝阳极氧化涂层，但这种的涂层的抗冲蚀性能难以满足使用要求。由于氧化钇具有良好的抗高能等离子冲蚀性能，是目前应用最广的耐等离子冲蚀材料。随着热喷涂氧化钇粉末研制成功，氧化钇粉末广泛用于集成电路芯片制造设备零部件抗等离子冲蚀涂层制备，逐渐替代铝阳极氧化涂层。如在芯片刻蚀机腔体内壁表面喷涂一层0.15mm厚的氧化钇涂层，可有效避免腔体基材对硅片刻蚀的污染，同时刻蚀机的大修寿命可由15天延长到6个月。同时由于氧化钇具有良好的高温稳定性能以及恶劣环境下的耐热性能等，可用作高温隔热涂层材料，如用于硬质合金工业中石墨层的保护等。

同时该类产品作为重要装备或零部件的表面强化和修复用涂层材料，可实现延长零部件使用寿命和零部件再利用，达到节省能源和资源的目的，属绿色再制造高性能涂层材料。目前该类粉末产品在供货和产品验收时均依据各自的企业标准或产品技术条件，在产品的制备方法、技术指标、质量控制要求、验收方法等方面没有统一的规范和标准，给供需双方在生产、贸易过程中带来许多不便。

因此，随着该产品的不断发展，为了指导该类粉末材料的生产，保证产品质量，规范供需双方贸易过程，大力推广该产品在各行业中的应用，引领相关行业的技术创新和技术进步，制定该产品的行业标准显得日益迫切并具有重要意义。

1.2 任务来源

根据“国家标准化管理委员会关于下达第四批推荐性国家标准计划的通知”（国标委发函2018[83]号），北京矿冶科技集团有限公司提出《热喷涂用氧化钇粉末》标准项目计划的申请。同时根据“工业信息化部办公厅关于印发2018年第四批行业标准制修订计划的通知”（工信厅科[2018]73号），《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准计划正式下达，计划号为2018-2083T-XB，完成年限2019年，由北京矿冶科技集团有限公司牵头起草。2019年1月23日至24日于浙江省宁波市召开“《钪稳定铈锆复合粉》等11项稀土国家、行业标准任务落实会”，会上确定了项目参与单位，并确定了《热喷涂氧化钇粉末》标准时间安排，确定赣州有色冶金研究所、包头稀土研究院、赣州湛海工贸有限公司、广东省材料与加工研究所、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司为报名单位。

1.3 标准项目编制工作组单位简况

北京矿冶科技集团有限公司通过承担科技部国际合作项目“极大规模集成电路刻蚀机用高纯氧化钇涂层联合研发”、科技部院所专项“抗等离子冲蚀关键涂层材料和涂层研制”等重大课题，在氧化钇抗高能等离子冲蚀涂层材料研制方向，已投入研制经费1000余万元，投入研发设备购置费用600余万元，形成了具有粉末制备、检测、涂层加工、测试能力的实验室，并已取得一定的研究成果。经过多年发展，已建成喷涂材料研发基地，形成了百吨级陶瓷、复合、金属合金型涂层材料中试线和涂层制备中试线。

北京矿冶科技集团有限公司非常重视科研成果的转化，至2018年底已分别建成总产500吨陶瓷、复合、金属合金型涂层材料和粉体材料生产线，年产5000平方米的涂层制备的生产线。在陶瓷材料的研制方面，矿冶集团具有扎实的前期研究工作基础。在此基础上，矿冶集团不断创新，开发出高纯氧化锆、氧化钇、氧化铝等系列涂层材料。在耐磨、耐蚀涂层材料方面，拥有氧化铝系、氧化铬系、氧化钇系等20多个品种。在氧化物陶瓷涂层材料及涂层研制方面积累了大量的实践经验。

北京矿冶科技集团有限公司拥有一支素质高、人才结构合理的科技队伍和一批国内外知名的专家。全集团现有职工3246人，其中中国工程院院士3人，教授级高级工程师190人，高级工程师164人，工程师278人，其中博士59人、硕士376人。拥有国家级有突出贡献的中青年专家9人，享受政府特殊津贴的科技专家97人，国家“百千万人才工程”第一、二层次人选2人，国家“新世纪百千万人才工程”国家级人选7人。在氧化物陶瓷粉末材料、金属陶瓷粉末材料及相关的涂层技术方向都有专业的技术人才队伍，长期从事相关科研、开发和生产任务，具有扎实的理论基础和丰富的实践经验。同时，拥有德国VIGA16真空雾化系统、德国莱宝真空雾化系统、国产真空雾化系统、喷雾制粒系统、高温烧结设备、超声波振动筛、GTV超音速火焰喷涂系统等先进大型制粉、喷涂设备。在分析检测方面，经过多年的积累和发展，我院涂层材料及涂层技术方面已拥有各类化学成分分析仪器（ICP-AES、ICP-MS、GC、GC-MS、碳硫仪等）、扫描电子显微镜、透射电镜、X射线衍射仪、激光粒度仪（马尔文2000）、综合高温热分析仪、热膨胀系数分析仪、电子式万能试验机、高温蠕变试验机、高温摩擦磨损试验机、抗热冲蚀试验机、高温高速可磨耗试验机、表面洛氏硬度计、高温表面洛氏硬度计、显微维氏硬度计、布氏硬度计等专用分析测试仪器设备百余台（套），为该项目的顺利开展奠定了坚实的基础。

近年来矿冶集团主持制修订了多项标准：《钴铬钨（CoCrW）系合金粉末》、《氧化钇稳定氧化锆粉末》、《稀土锆酸盐粉末》、《热喷涂MCrAlY合金粉末》、《热喷涂纳米氧化锆》等等，参与了多项标准的起草及验证工作，在相关标准的制修订方面，累积了丰富的经验。

1.4 主要工作过程

北京矿冶科技集团有限公司专项研究小组工作：

1.4.1 2018年7月-9月 成立项目课题组，开展市场调研、查新工作，了解和掌握国内外热喷涂用氧化钇粉末、生产工艺、产品质量状况，以及在相关行业的应用状况等。

1.4.2 2018年10月-12月 根据调研情况，组织起草热喷涂用氧化钇粉末行业标准初稿，并在本单位内部组织有关技术专家、市场销售人员、质量管理人员等进行讨论，并形成热喷涂用氧化钇粉末行业标准意见征求稿。

1.4.3 2019年2月28日 提出《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准征求意见稿，发至国内各相关行业生产、使用单位及稀土标委会秘书处，征集各单位对本标准的修改意见，并根据修改意见组织修改，形成《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准预审稿。

1.4.4 2019年3月31日 完成意见汇总，形成《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准预审稿和编制说明，并将标准预审稿、编制说明、意见汇总等（电子版）发送至稀土标委会秘书处。

1.4.5 2019年4月15-17日 参加标准预审会，获取与会专家及挂网后对《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准的修改意见。

1.4.6 2019年7月31日 在预审会的基础上，对预审稿、编制说明、意见汇总处理表进行修改、调整，标准编制小组形成一致意见后形成《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准送审稿，并将相关资料（电子版）发送至稀土标委会秘书处。

1.4.7 2019年8月31日 稀土标委会对《热喷涂用氧化钇粉末》行业标准送审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，编制组成员参加标准审定会。

1.5 参加稀土标委会议情况

计划于2019年4月16-17日参加在浙江省嘉兴市召开的由全国稀土标准化技术委员会组织的“2019年稀土标准项目论证会暨第二次标准制修订工作会”，对《热喷涂用氧化钇粉末》标准进行预审定。

1. 标准编制原则

2.1根据产品用途确定产品牌号

热喷涂用氧化钇粉末根据用途大致可分为以下几类：用于芯片刻蚀机抗等离子冲蚀涂层材料；用于氧化环境中的耐热涂层材料；用于硬质合金工业中石墨器件表面防护；用于活性熔融金属模具内衬防护涂层等。对应用途确定TS-Y2O3-01、TS-Y2O3-02、TS-Y2O3-03、TS-Y2O3-04、TS-Y2O3-05五个牌号。

2.2根据喷涂工艺确定技术指标

热喷涂用氧化钇粉末通常采用等离子喷涂方法进行涂层制备，根据大气等离子喷涂、高能等离子喷涂、真空等离子喷涂等喷涂工艺对氧化钇粉末的技术要求，确定主要技术指标即氧化钇粉末粒度分布。

2.3确定标准适用的范围

标准规定了热喷涂氧化钇粉末的要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输、贮存及质量证明书。标准适用于团聚烧结法和团聚（烧结）球化法制得的热喷涂用氧化钇粉末，供制备抗等离子冲蚀涂层、抗高温氧化涂层、抗活性熔融金属渗透涂层等用。

三、确定标准主要内容

3.1 产品分类

产品根据化学成分及物理性能分为三个牌号：TS-Y2O3-01、TS-Y2O3-02、TS-Y2O3-03、TS-Y2O3-04、TS-Y2O3-05。

3.2 化学成分

产品牌号及化学成分应符合表1的规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | 化学成分 | | | | | | | |
| Y2O3/wt% | Ca/ppm | Fe/ppm | Si/ppm | Al/ppm | Na/ppm | K/ppm | Mg/ppm |
| TS-Y2O3-01 | ≥96.0 | 无要求 | | | | | | |
| TS-Y2O3-02 | ≥99.0 | 50 | 50 | 500 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| TS-Y2O3-03 | ≥99.9 | 25 | 10 | 25 | 10 | 10 | 100 | 10 |
| TS-Y2O3-04 | ≥99.95 | 10 | 5 | 10 | 10 | 3 | 10 | 3 |
| TS-Y2O3-05 | ≥99.99 | 6 | 7 | ≤1 | ≤1 | ≤1 | ≤22 | ≤1 |

热喷涂用氧化钇粉末为立方相，制备工艺一般分为两个阶段：酸溶沉淀及团聚烧结。酸溶沉淀采用低纯度氧化钇或钇的盐类作为原料，将其在强酸中溶解，并采用碱法进行沉淀，干燥后获得较高纯度的氢氧化钇或氧化钇；将以上过程料采用喷雾干燥法进行团聚制粒，并采用烧结（或烧结球化）方法去除粘接剂，进行致密化，获得热喷涂用氧化钇粉末。根据不同用途需求，对热喷涂用氧化钇粉末的纯度及主要杂质成分、粉末粒度范围进行了规定。主要非稀土杂质成分分析方法按照GB/T 12690系列标准进行测试，粉末粒度按照GB/T 19077的规定进行测试。

四、标准水平分析

本标准为国内外首次制定，处于国内领先水平和国际先进水平，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、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与环保法及其他相关法律、法规无冲突，符合相关规定，确定能涵盖其特性及共性的技术内容。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准制定过程中，主要参考了由北京矿冶科技集团有限公司申请并获得授权的国家发明专利《一种含氧化钇的喷涂粉末及其制备方法》，专利号CN200710150202。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无重大分歧意见。

八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

本标准是根据我国实际生产使用情况制定的，其整体内容达到国际先进水平，建议作为推荐性行业标准来制定。

九、贯彻标准的要求和措施建议，包括：

——组织措施

标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，使相关企业及相关贸易单位能够主动地解读标准内容，充分认识和理解制订的标准条款，进而加以应用。

——技术措施

该标准综合产品用途及工艺方式，确定了各技术指标。相关企业参照使用本标准时，应对热喷涂用氧化钇粉末的特性有充分的了解，应认真解读该产品标准。

十、废止现行有关标准的建议

本标准为国内首次制定。

十一、其他应予说明的事项

无。

十二、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

热喷涂用氧化钇粉末市场规模正迅速扩大，热喷涂用氧化钇粉末产业附加值提升空间广阔。我国热喷涂用氧化钇粉末市场的需求量很大，其未来的发展不可估量。目前尚无国际化标准，也无国家、行业标准。该标准的制定，将为规范热喷涂用氧化钇粉末市场带来很好的指导作用，推进产业良性发展，让生产厂家更好地控制工艺，规范热喷涂用氧化钇粉末产品交易市场。

北京矿冶科技集团有限公司

二〇一九年四月十日