行业标准《镝/铽金属靶材》（预审稿）编制说明

1. 工作简况
	1. 立项的目的和意义

### 目前国外制备镝/铽靶材最好的国家主要以日本、美国及德国为主，国外知名靶材生产厂商主要有德国的Singulus technologies、美国的HeraeusGmb H等企业，其产品具有纯度高、晶粒细小及均匀，利用率（≥85%）的特点。国内镝/铽靶材生产企业有包头稀土研究院、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](http://www.baidu.com/link?url=HxKLZxATrO-vKgTEjD04NUTbzrJZdd1KhdnEGTNecu_)、[江苏金石稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=u4rr_vbgy5jNAlCcduJc9DVzFE24-kJY_R--cmw425d0w7FNMmMLywrx3PFD7x9W26TX3hB7-LAIRo_lxq9htMdghNqz8AH44Spys0uGwTleQ_2Xm2cEXPrAm0anGwjB2fQKjOxbsD2NtIBJLJwOw6X9kj05UpdXHcpDXGbp_DrfBz_xa92wsP6BzKCW8KyE)、[福建省长汀金龙稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=GfJG9nHwNq9o8HID0IxGadn2GDnBKvO06ccfY-s45SKDHv3vNS9aHlKsc9mTRKhH)、蒂姆（北京）新材料科技有限公司、北京宜捷材料科技有限公司、北京金源新材料科技有限公司、铂冠真空应用材料有限公司、起晋新材料科技有限公司等。国内生产的镝/铽靶材已经形成了生产规模，产量达100吨/年，按320万元/吨的价格计算，产值可达3.2亿元。

但到目前为止国内没有一个统一的产品标准，在不断发展的国际市场环境下以及国内市场发展的态势下，规范和引导我国靶材产业具有其必要性，因此制定镝/铽金属靶材产品标准很有必要。

* 1. 任务来源

根据稀土标委[2018] 25号文件“关于发送2018年第四次全国稀土标准工作会议标准计划任务落实会议的通知《镝/铽金属靶材》行业标准计划正式下达，计划号2018-0634T-XB，完成年限2019年11月。本标准牵头起草单位为包头稀土研究院，报名参加起草单位有：有研稀土新材料股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院、国合通用测试评价认证股份公司、虔东稀土集团股份有限公司、江苏金石稀土有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、信丰县新利稀土有限公司、厦门稀土材料研究所。

* 1. 起草单位情况

包头稀土研究院是一个以稀土资源的综合利用为宗旨，以稀土冶金、环境保护、新型稀土功能材料及专用设备、稀土在传统产业中的应用为研究重点的、全国最大的稀土科研开发机构，是国家242个改制院所之一。建院50年来，共承担 “863计划”、“973计划”等国家级科技项目、省部、地市级研发项目和为企业服务的各类项目1860多项，取得各类科研成果770多项，获得国家发明奖和省部级以上各类科技成果奖230多项。在稀土选矿、稀土冶金、环境保护、稀土功能材料及专用设备、稀土应用等领域的一大批成果，已在生产中得到了成功的应用，为中国稀土工业作出了重大贡献。

* 1. 标准工作进度安排

本标准在制定过程中，先期做了调研工作，以E-mail、电话、现场调研等形式征询各主要生产厂家（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](http://www.baidu.com/link?url=HxKLZxATrO-vKgTEjD04NUTbzrJZdd1KhdnEGTNecu_)、[江苏金石稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=u4rr_vbgy5jNAlCcduJc9DVzFE24-kJY_R--cmw425d0w7FNMmMLywrx3PFD7x9W26TX3hB7-LAIRo_lxq9htMdghNqz8AH44Spys0uGwTleQ_2Xm2cEXPrAm0anGwjB2fQKjOxbsD2NtIBJLJwOw6X9kj05UpdXHcpDXGbp_DrfBz_xa92wsP6BzKCW8KyE)、[福建省长汀金龙稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=GfJG9nHwNq9o8HID0IxGadn2GDnBKvO06ccfY-s45SKDHv3vNS9aHlKsc9mTRKhH)、蒂姆（北京）新材料科技有限公司、北京金源新材料科技有限公司、铂冠真空应用材料有限公司）及用户单位（包头金山磁材有限公司，天和磁材技术有限责任公司，宁德招宝磁业，京磁材料科技股份有限公司，安泰科技股份有限公司，宁波百琪达智能科技股份有限公司，爱科科技有限公司，宁波韵升股份有限公司，包头市金蒙稀土有限责任公司，宁波同创强磁材料有限公司，厦门钨业股份有限公司）的意见和建议。根据任务落实会议要求，确立《镝/铽金属靶材》标准编制小组，制定任务的方案和计划，及时开展了相关工作。通过多种方式查询、调研，收集资料、了解目前国内外的生产、应用和销售情况、用户对产品的质量要求，组织公司生产、销售、质检等相关技术人员多次讨论，征求意见，形成预审稿。工作进度安排情况如下：

1）2019年01月-2019年03月：调研、查阅资料，了解国内外镝/铽靶的生产的动态及应用领域的变化，完成资料的消化吸收，编写标准初稿、编制说明。

2）2019年03月-2019年05月：组织相关人员对标准初稿及编制说明进行讨论，形成第一次征求意见稿。

3）2019年05月-2019年06月：对生产厂家、应用厂家广泛征求意见，组织相关人员对标准第一次征求意见进行讨论，进行意见汇总，形成第二次征求意见稿。

4）2019年06月-2019年07月：对生产厂家、应用厂家广泛征求意见，组织相关人员对标准第二次征求意见进行讨论，进行意见汇总，形成预审稿。

5）2019年07月-2019年08月：预审稿挂网广泛征求意见，召开标准预审会。

6）2019年08月-2019年09月：对预审稿根据预审会意见进行修改，形成送审稿。

7）2019年10月-2019年11月，送审稿挂网征求意见，召开标准审定会，对送审稿进行审定。

8）2019年11月-2019年12月根据审定会专家提出的意见归纳整理，完成报批稿。

1. 标准编制原则

2.1编制原则和依据

（1）本标准根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则》的规定编写；

（2）充分满足市场并有利于创新发展的原则；

（3）本着通用性的原则，使得标准既要满足现有大多数产品的需要，同时充分考虑国内外相关技术发展趋势，使得本标准具有技术先进性的要求。

2.2标准主要技术内容

（1）范围

本标准规定了镝/铽金属靶材的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于真空冶炼法制得的镝/铽金属靶材,主要应用于钕铁硼磁控溅射镀膜等领域。

（2）规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于文件。

GJB 1580A 变形金属超声检测方法

GB/T 6060.1 表面粗糙度比较样块铸造表面

GB/T 6394 金属平均晶粒度测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

GB/T 12690(所有部分) 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

GB/T 14635 稀土金属及其化合物化学分析方法

GB/T 15056 铸造表面粗糙度评定方法

GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T18115.8 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法铽中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

GB/T18115.9 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

（3）产品分类与牌号

产品按化学成分分为Dy/Tb–4N、Dy/Tb–3N、Dy/Tb–2N三个牌号，产品牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

（4）化学成分及检测

根据市场的要求，化学成分表中除了对REO、(Dy/Tb)/RE、稀土杂质的指标作了规定外，还对非稀土杂质Fe、Si、Na、Mg、Al、Ca、Ni、Cu、(Ta、Mo和W的合量)、C、S、O、N等杂质做了规定。

其检测方法按如下规定进行：

稀土总量（REO）的分析方法按照GB/T 14635的规定进行。

铽金属靶材中稀土杂质含量的分析方法按照GB/T 18115.8的规定进行。

镝金属靶材中稀土杂质含量的分析方法按照GB/T 18115.9的规定进行。

非稀土杂质含量GB/T 12690的规定进行。

2.3标准主要内容的说明及依据

标准编制小组通过多次征求各生产企业和用户的意见和建议，制定标准预审稿主要技术内容（表1）。主要技术指标如下：

（1）确定了Dy/Tb–4N、Dy/Tb–3N、Dy/Tb–2N牌号的产品。《镝/铽金属靶材》是属于国家稀土稀有金属新材料研发和产业化项目重点支持的对象之一，近年来，镝/铽靶材作为真空镀膜制备高性能（耐蚀性和磁性能优异）NdFeB永磁材料的关键耗材，直接制约着相关应用产业（变频空调领域）的发展。随着技术不断进步和相关产业转型升级，对镝/铽靶材需求量与日俱增。任务下达后，标准编制小组走访了相关生产企业，调研情况如下：有研稀土新材料股份有限公司年销量达到20吨以上，[江苏金石稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=u4rr_vbgy5jNAlCcduJc9DVzFE24-kJY_R--cmw425d0w7FNMmMLywrx3PFD7x9W26TX3hB7-LAIRo_lxq9htMdghNqz8AH44Spys0uGwTleQ_2Xm2cEXPrAm0anGwjB2fQKjOxbsD2NtIBJLJwOw6X9kj05UpdXHcpDXGbp_DrfBz_xa92wsP6BzKCW8KyE" \t "_blank)年销量达到10吨以上，蒂姆（北京）新材料科技有限公司年销量达到2吨以上，[福建省长汀金龙稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=GfJG9nHwNq9o8HID0IxGadn2GDnBKvO06ccfY-s45SKDHv3vNS9aHlKsc9mTRKhH)年销量达到1吨以上，包头稀土研究院年销量达到1吨以上，其纯度和品质客户都非常满意。该牌号产品的技术指标综合了包头稀土研究院、有研稀土新材料股份有限公司、蒂姆（北京）新材料科技有限公司及[福建省长汀金龙稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=GfJG9nHwNq9o8HID0IxGadn2GDnBKvO06ccfY-s45SKDHv3vNS9aHlKsc9mTRKhH" \t "_blank)的产品质量以及国内外客户的要求而定，充分反映了生产和应用市场的需求。

（2）由于产品的原料为镝/铽金属，我们在选取原料时候就针对性的对原料进行了检测，在生产产品过程中由于会用到多种设备，在各个工艺环节会引入未知杂质，通过各牌号产品的批量取样送检，共送检200余批次样品，总结检测结果如下：a. Fe、Si、Na、Mg、Al、Ca、Ni、Cu为原料中原生杂质，但各生产企业在生产镝/铽靶的过程中生产工艺、使用设备及辅助材料均有差别，考虑到以上杂质在磁控溅射过程中会影响用户产品的成分配分，避免用户与生产商之间产生纠纷，所以对以上杂质含量做了限定：Dy/Tb–4N牌号产品中Fe杂质不大于0.001%、Si杂质不大于0.001%、Na杂质不大于0.001%、Mg杂质不大于0.001%、Al杂质不大于0.001%、Ca杂质不大于0.003%、Ni杂质不大于0.001%、Cu杂质不大于0.001%、杂质Ta、Mo和W的合量不大于0.003%；Dy/Tb–3N牌号产品中Fe杂质不大于0.01%、Si杂质不大于0.01%、Na杂质不大于0.01%、Mg杂质不大于0.01%、Al杂质不大于0.01%、Ca杂质不大于0.03%、Ni杂质不大于0.01%、Cu杂质不大于0.01%、杂质Ta、Mo和W的合量不大于0.005%；Dy/Tb–2N牌号产品中Fe杂质不大于0.1%、Si杂质不大于0.1%、Na杂质不大于0.1%、Mg杂质不大于0.1%、Al杂质不大于0.1%、Ca杂质不大于0.3%、Ni杂质不大于0.1%、Cu杂质不大于0.1%、杂质Ta、Mo和W的合量不大于0.008%；b. 第一次征求意见稿中我们只规定了Ta杂质的含量范围，而[福建省长汀金龙稀土有限公司](http://www.baidu.com/link?url=GfJG9nHwNq9o8HID0IxGadn2GDnBKvO06ccfY-s45SKDHv3vNS9aHlKsc9mTRKhH" \t "_blank)、蒂姆（北京）新材料科技有限公司的建议是Mo、W杂质与Ta很难分离，建议改成Ta、Mo和W的合量；c. 第一次征求意见稿中我们还规定了K杂质的含量范围，这是因为我们之前测试我院生产的金属靶材发现了该项杂质，但其含量并不高，随后编制小组又调研了包头金山磁材有限公司，宁德招宝磁业，京磁材料科技股份有限公司，宁波百琪达智能科技股份有限公司，宁波韵升股份有限公司，包头市金蒙稀土有限责任公司等用户单位，他们给出的意见是在钕铁硼镀膜时K杂质影响不大，建议取消对K杂质范围的限定，后经编制小组讨论，采纳用户单位的建议； d. 经过大量调研和检测，C、N杂质如果大量存在在产品中，会增加产品的硬度，从而降低了产品的溅射效率，因此对杂质C、N范围进行了限定：Dy/Tb–4N牌号产品中C杂质不大于0.005%，N杂质不大于0.01%；Dy/Tb–3N牌号产品中C杂质不大于0.01%，N杂质不大于0.02%；Dy/Tb–2N牌号产品中C杂质不大于0.02%，N杂质不大于0.04%； S、O等杂质如果大量存在在产品中，会增加产品的脆性，这就可能使产品在使用过程中形成爆靶，导致镀膜不均匀，因此对杂质S、O范围进行了限定：Dy/Tb–4N牌号产品中O杂质不大于0.02%，S杂质不大于0.005%；Dy/Tb–3N牌号产品中O杂质不大于0.03%，S杂质不大于0.01%；Dy/Tb–2N牌号产品中O杂质不大于0.04%，S杂质不大于0.05%。该部分杂质范围意见来自宁德招宝磁业，京磁材料科技股份有限公司，安泰科技股份有限公司，宁波百琪达智能科技股份有限公司，宁波韵升股份有限公司等用户单位。

结合生产厂家及用户单位的意见和建议，综合考虑，确定产品中非稀土杂质为Fe、Si、Na、Mg、Al、Ca、Ni、Cu、（Ta、Mo和W的合量）、C、S、O、N，其主要内容见表1。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | Dy/Tb–4N | Dy/Tb–3N | Dy/Tb–2N |
| 化学成分（质量分数）/% | RE,不小于 | 99.0 | 99.0 | 99.0 |
| 杂质含量，不大于 | (Dy/Tb)/RE, 不小于 | 99.99 | 99.9 | 99.0 |
| 非稀土杂质 | Fe | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Si | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Na | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Mg | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Al | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Ca | 0.003 | 0.03 | 0.3 |
| Ni | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| Cu | 0.001 | 0.01 | 0.1 |
| C | 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| S | 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| O | 0.02 | 0.03 | 0.05 |
| N | 0.01 | 0.02 | 0.04 |
| Ta、Mo和W的合量 | 0.003 | 0.005 | 0.008 |

2 、标准讨论会

全国稀土标准化技术委员会于2018年8月在内蒙古包头市召开了《镝/铽金属靶材》等国家标准的任务落实会。与会代表对《镝/铽金属靶材》标准制定的方案进行了认真的讨论，确定了该标准制定的工作进度。会后组织相关人员调研、查阅资料，了解国内外镝/铽靶的生产的动态及应用领域的变化，编写标准初稿、编制说明。2019年03月组织相关技术人员对标准初稿及编制说明进行讨论，形成第一次征求意见稿，发送至9家单位，在收到第一次征求意见稿回复之后，切实认识到调研工作还需深入，继而在2019年05月又加大力度对生产厂家、应用厂家广泛征求意见，并组织技术人员对标准第二次征求意见稿进行讨论，进行意见汇总，于2019年6月形成第二次征求意见稿并发送至17家单位，随后对第二次征求意见稿的意见进行汇总，形成预审稿。

1. 主要试验（或验证）的分析、综述报告

由于产品的原料为镝/铽金属，我单位生产工艺较为稳定，在生产过程中不会引入其他稀土杂质从而影响产品成分配分，故仅抽检几个批次试样做了稀土总量（REO）的分析以及稀土杂质含量的分析。分析结果显示各牌号（Dy/Tb–4N、Dy/Tb–3N、Dy/Tb–2N）产品的RE均大于99.0%，且Dy/Tb–4N牌号产品的(Dy/Tb)/RE≥99.99%；Dy/Tb–3N牌号产品的(Dy/Tb)/RE≥99.9%；Dy/Tb–4N牌号产品的(Dy/Tb)/RE≥99.0%。编制小组经过多次讨论，并与检测部门沟通后，于2018年下半年对我单位产品有针对性的取样送检，并侧重检测非稀土杂质的含量，送检结果指标均符合用户单位要求，送检结果见表2。因各家生产商所采用的原材料、生产工艺、使用设备及辅助材料均有差别，编制小组又结合其他生产企业和用户企业提供的指标，确定了非稀土杂质的含量范围。

表2 包头稀土研究院镝/铽金属靶材取样送检结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 送样号 | Fe | Si | Na | Mg | Al | Ca | Ni | Cu | C | S | O | N | Ta、Mo和W的合量 |
| % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % |
| Dy-2N | 180516 | 0.05 | 0.04 | 0.06 | 0.05 | 0.05 | 0.1 | 0.08 | 0.06 | 0.01 | 0.015 | 0.03 | 0.02 | 0.004 |
| Tb-2N | 180612 | 0.06 | 0.05 | 0.06 | 0.07 | 0.08 | 0.15 | 0.07 | 0.04 | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.03 | 0.003 |
| Dy-3N | 180919 | 0.009 | 0.006 | 0.007 | 0.006 | 0.005 | 0.02 | 0.005 | 0.006 | 0.008 | 0.006 | 0.02 | 0.01 | 0.002 |
| Tb-3N | 181127 | 0.007 | 0.008 | 0.005 | 0.009 | 0.004 | 0.02 | 0.005 | 0.007 | 0.006 | 0.006 | 0.015 | 0.015 | 0.002 |
| Dy-4N | 190311 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0005 | 0.001 | 0.0006 | 0.0005 | 0.003 | 0.002 | 0.01 | 0.006 | 0.001 |
| Tb-4N | 190313 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0005 | 0.001 | 0.0006 | 0.0005 | 0.003 | 0.002 | 0.01 | 0.005 | 0.001 |

四、标准水平分析

随着技术不断进步和相关产业转型升级，对镝/铽靶材需求量与日俱增。在不断发展的国际市场环境下以及国内市场发展的态势下，规范和引导我国靶材产业具有其必要性。本标准不但为镝/铽金属靶材产品的指标控制提供新的指导意义，还可促使生产方正确采用原材料，合理调整生产工艺，完善检测手段，为用户生产出更满意的产品来，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，并为生产、使用、贸易三方提供更高的技术依据。本产品完全满足钕铁硼磁控溅射镀膜生产需求，具有较高的推广价值。

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

本标准完全满足现行国家法规的要求，本标准根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则》的规定编写；充分满足市场并有利于创新发展的原则；本着通用性的原则，使得标准既要满足现有大多数产品的需要，同时充分考虑国内外相关技术发展趋势，使得本标准具有技术先进性的要求。标准文本内容表述合理，格式规范，与现行法律、法规完全相符。目前，国际及国内无此产品标准。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准未涉及相关知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

在本标准起草和编制过程中无重大分歧意见。

八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

 此次制订的《镝/铽金属靶材》行业标准建议为推荐性行业标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议，包括：

组织措施：为使标准更好地发挥技术指导作用，提高产品质量水平，建议做好宣传培训，使各企业掌握标准的各项技术要求，使标准的应用真正落到实处，不断提高产品质量，提高市场竞争力，同时对《镝/铽金属靶材》行业标准执行情况进行跟踪调查，及时发现标准中存在的问题，不断修订完善。

技术措施：本标准针对企业对钕铁硼磁控溅射镀膜要求制定，依托大量生产实践，对产品外观、成分做了合理要求，相关企业参照使用本套标准时，应认真解读系列方法标准，根据产品要求，选择最适宜的牌号要求。

十、废止现行有关标准的建议

无废止现行有关标准的建议。

十一、其他应予以说明的事项

无其他说明事项

十二、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

根据BCC(Business Communications Company)商业咨询公司的统计报告指出，镝/铽靶材年消费量在2.7个亿，据预测，镝/铽靶材市场规模年复合增长率可达到13%，而五年后镝/铽靶材的市场规模将超5亿元。相关产业发展前景的预期情况：现如今，国内高性能NdFeB产业规模达到3.1万吨，按目前2%和3%Dy用量每年3.1万吨全部制造成H以上系列，用Dy总量620吨-930吨（按Dy 1800元/千克价格计算），成本高达11.2亿-16.7亿元，用Dy量降至1%-1.5%，用Dy量会降至310吨-465吨，减少成本5.6-8.4亿元，并且全部为高剩磁，高磁能积，高矫顽力产品，市场竞争优势明显，效益明显。

推广应用该标准后，将会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；为镝/铽金属靶材产品贸易提供仲裁的依据；为镝/铽金属靶材的指标控制提供指导意义。

本标准在起草过程中得到了全国稀土标准技术委员会秘书处的悉心指导与帮助，同时对提供过数据、信息和建议的所有单位表示衷心感谢！

包头稀土研究院

二〇一九年七月