行业标准《高纯金属镱》（送审稿）编制说明

一、工作简况

1.1立项目的及意义

稀土金属在高新技术领域应用广泛，尤其是高纯、超高纯稀土金属，作为研究开发及制备高性能稀土新材料与器件的关键核心基础材料，是获得高性能磁性材料、发光材料、能源材料、电子材料等功能材料的物质保障。如应用于超磁致伸缩材料的金属铽/镝、微纳电子集成电路的稀土高K栅介质材料金属镱/铒/镧、重费米子超导的镱和铈、OLED显示的镱等，对稀土金属的纯度及特定杂质含量都提出了极高的要求，无不体现出“金属纯度”与“材料性能”的紧密关联性以及高纯、超高纯稀土金属作为关键核心基础材料在高新技术产业发展中的至关重要性。尤其是近几年电子信息领域，特别是半导体领域的快速发展，对金属镱的纯度提出了更高的要求，金属镱的应用量及产业规模也呈现快速上升趋势。

高纯稀土金属的制备技术不断进步，如“十二五”期间，有研稀土新材料股份有限公司等单位在稀土金属的深度提纯技术领域获得重大突破。成功突破了4N级超高纯稀土金属制备共性关键技术及成套装备，建成了年产16吨的超高纯稀土金属中试线，高纯金属镱产品中15种稀土金属杂质的总量<5.82*μg/g*，相对纯度>99.9994 wt.%；75种杂质总量<71.97 *μg/g*，镱的绝对纯度>99.992 wt.%，该产品已达到国际领先水平。目前，国内高纯金属镱的生产厂家及用户单位有：有研稀土新材料股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院、赣州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、赣州晨光稀土新材料股份有限公司等等。

但到目前为止，国内贸易一个统一的产品标准，因此制定高纯金属镱的产品标准很有必要。本标准的制定，可为高纯金属镱产品贸易提供更合理的仲裁依据，规范高纯金属镱贸易；为高纯金属镱产品的指标控制提供新的指导意义，有利于集成电路的稀土高K栅介质材料、OLED显示等生产单位提供最佳生产原材料，促进稀土产业的健康发展。

1.2任务来源

根据工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知(工信厅科[2018]31号)文件，《高纯金属镱》行业标准修订计划正式下达，项目编号为2018-0635T-XB，完成年限为2019年。本标准制定任务由有研稀土新材料股份有限公司牵头起草单位，参与起草报名单位为包头稀土研究院、乐山有研稀土新材料有限公司、湖南稀土金属材料研究院、江西金世纪新材料股份有限公司、赣州晨光稀土新材料有限公司等。

1.3编制单位

有研稀土新材料股份有限公司是2001年由北京有色金属研究总院作为主发起人对稀土材料国家工程研究中心（简称稀土中心）进行整体改制而设立的股份公司。有研稀土及其前身稀土中心、稀土冶金研究所是我国最早从事稀土研究的单位之一。60年来，自主开发了500多项稀土冶炼、分离提纯、稀土金属及合金以及稀土磁、光、催化功能材料等工程化技术，研究成果50%以上应用于工业生产。获得省部以上科技奖励162项，其中国家级奖励40项；向国内外转让稀土冶金及材料先进技术70余项（170余次），为我国稀土工业体系的建立和发展做出了突出贡献。全世界生产的60%以上的稀土产品均采用有研稀土的技术，行业影响力不断提升。

在高纯金属制备领域，有研稀土新材料股份有限公司始终处于国内研制、生产的前列，现已开创除钷以外的整套超高纯稀土金属的提纯装备和工业化技术，建立了超/高纯稀土金属及合金制品生产线，高纯和超高纯稀土金属产品分别达300吨和16吨的年生产能力，该套技术及产品已达到国际领先水平。

有研稀土职工总数324人，其中科技人员150人，占职工总数的46.30%；大专以上学历科技人员126人，占职工总数的38.89％；院士2人，高级职称以上人员62人。是一支理论基础扎实、工作经验丰富、结构合理的创新型研发团队。公司一直积极参与标准的制修订工作，先后牵头/参与制定了《稀土术语-稀土金属及合金》、《稀土术语-稀土矿产品及化合物》、《钕铁硼速凝薄片合金》、《钇铝合金》、《金属钬》、《高纯金属镝》、《高纯金属铽》等60多项稀土国际标准、国家标准、行业标准，为本项目的顺利实施提供坚实的技术基础和人员保障。

1.4工作进度安排

根据任务落实会议精神，我公司组建了高纯金属镱行业标准修订小组，主要由高纯镱生产部门、质管办、市场部技术人员组成。具体时间安排如下：

（1）征求意见稿： 2019年 04 月 16 日

（2）预 审 稿： 2019年 06 月 29 日

（3）送 审 稿： 2019年 09 月 28 日

（4）审定会时间： 2019年 10 月 31 日

接到任务后，起草单位通过广泛调研、了解市场生产情况和用户应用情况。走访了国内高纯金属镱主要生产企业，根据各企业所生产的高纯金属镱产品的实际情况，起草了《高纯金属镱》标准（草案），形成了标准征求意见稿。

2019年4月，并向19家稀土生产企业、科研院所征求意见，收到回函单位数16家，回函并有建议或意见的单位14家，无意间单位2家。起草单位根据征求的意见，对标准草案作了认真的修改，形成审定稿。

2019年7月召开标准预审会，有研稀土与其他8家单位，共达成13条修改意见。根据各企业的反馈情况，进一步修改完善，形成了本审定稿，具体意见见意见汇总表。

二、编制原则和依据及标准主要内容

2.1 编制原则和依据

标准负责起草单位在任务落实会上广泛地征求了与会专家和代表的意见，确定了修订的方案；确定了标准起草原则、主要内容框架和依据：

* 依据国家相关的法律、法规；
* 查询相关标准和收集国内外客户的相关技术要求，积极向相关国际标准、世界领头企业的技术标准要求靠拢，做到标准的先进性；
* 根据目前国内高纯金属镱生产企业的具体情况及技术水平，结合用户的要求及应用技术的发展趋势，力求做到标准的合理性、实用性，与时俱进；
* 按照GB/T 1.1，稀土标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

2.2 标准主要内容

本标准产品分类主要按产品绝对纯度为依据规定分为五个牌号，分别适用于不同性能集成电路用栅介质材料、重费米子超导材料材、OLED显示等的使用范围。这种分类是应调研时生产厂家和用户要求划分的。本标准的分类旨在为生产、使用方提出最佳建议，拟达到效率最大化。这种分类有利技术创新以便使用中发现不同牌号产品的其他有益功能。

本标准技术指标按各高纯镱生产单位的习惯与用户使用要求化繁就简，抓主要关键指标，以追求经济合理性和可操作性。

根据市场的要求，化学成分表中除了对Yb、稀土杂质的指标作了规定，还对非稀土杂质Fe、Si、Ca、Mg、Al、Ni、Ti、Mn、Zn、Pd、Cu、C、O、N、Cl、（Ta，Nb，Mo和W合量）等关键性杂质做了规定。

三、主要技术内容说明

1、主要技术指标

本标准术语首次制定，从以下条款做出了规定。

1、范围

本标准规定了高纯金属镱的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于以真空还原-蒸馏法、真空蒸馏/升华法制得的高纯金属镱，主要用于生产稀土高K栅介材料、重费米子超导材料、显示材料等功能材料。

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）适用于本文件。

GB XXXX 稀土产品的包装、标志、运输及贮存

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 18115.14稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法镱中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镥和钇量的测定

XB/T XXX-20XX 高纯稀土金属化学分析方法痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法

3、产品分类

产品按化学成分分为H-Yb-4Na、H-Yb-3Na8、H-Yb-3Na5、H-Yb-3Na-A、H-Yb-3Na-B五个牌号，产品化学成分应符合表1的规定。

表1 产品化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | | H-Yb-4Na | H-Yb-3Na8 | H-Yb-3Na5 | H-Yb-3Na-A | H-Yb-3Na-B |
| 化学成分（质量分数）/% | Yb，不小于 | | | 99.99 | 99.98 | 99.95 | 99.9 | 99.9 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质合量 | | 0.001 | 0.002 | 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| 非稀土杂质 | Fe | 0.0005 | 0.002 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Si | 0.0005 | 0.0015 | 0.003 | 0.005 | 0.005 |
| Ca | 0.001 | 0.002 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Mg | 0.001 | 0.002 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Al | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.005 | 0.005 |
| Ni | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.002 |
| Ti | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.002 |
| Mn | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.005 | 0.005 |
| Zn | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.005 | 0.005 |
| Pb | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.002 |
| Cu | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.002 |
| C | 0.005 | 0.01 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| O | 0.005 | 0.01 | 0.02 |
| N | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Cl | 0.0005 | 0.001 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Ta、Nb、Mo和W的合量 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.002 |

4、化学成分及检测

化学成分表中除了对稀土杂质总量指标做了规定，还对Fe、Si、Ca、Al、Ni等19种杂质指标进行规定，包括C、N、O等气体杂质，并去规定了高纯金属镱绝对纯度的计算方法。

产品为块状或丝状，呈银灰色金属光泽。产品表面应清洁，目视无可见夹杂物。

产品中稀土杂质和非稀土杂质含量的分析方法按照GB/T 18115.14、GB/T 12690和XB/T XXX-20XX（高纯稀土金属化学分析方法痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法）的规定进行。

5、取制样

5.1产品的取样数量按表2的规定进行。

表2 产品的取样数量

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 每批重量 / kg | ≤10 | ＞10～50 | ＞50～100 | ＞100～200 | ＞200～500 | ＞500 |
| 取样件数 / 块 | 2 | 3 | 4 | 5 | 8 | 10 |

5.2 取样方法

分析氧含量，在氩气保护气氛下从金属锭中间截面位置上锯切试样，取样量不少于10g，取好的块状样品应立即密封保存。分析其他元素含量时，根据检查分析手段不同，选择屑状或者块状。

屑状样品取样要求：用直径5～10mm的钻头在金属锭上下两面各钻三点以上，钻点均匀分布，弃去深度0.5～1.0mm的表面钻屑，然后钻取试样，取样量不少于10g，将所得试样迅速混匀缩分至所需数量，并立即密封保存。蒸馏产品取样时，也可制取块状样品，取样时弃去深度0.5～1.0mm的表层，取样量不少于10g，将所得试样迅速混匀缩分至所需数量，并立即密封保存。

块状样品取样要求：如果GDMS分析标准里面有说明，则按照GDMS标准执行，如果没有，需和GDMS分析单位核实取样要求。

6、包装、标志及质量证明书

6.1产品的标志、包装、运输、贮存

应符合GB XXXX 《稀土产品的包装、标志、运输及贮存》的规定。

6.2 质量证明书

每批产品应附质量证明书，注明：

a) 供方名称；

b) 产品名称和牌号；

c) 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。

2、标准征求意见及答复

起草单位征求了共19家稀土生产企业、科研院所的意见，并根据预审会意见，主要答复汇总如下：

● 封面发布单位应为“中华人民共和国工业和信息化部”，右上角标准号改为：XB/TXXX-XXXX。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 前言本标准是按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草的应改为：本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 1、范围，本标准适用于以“真空还原-蒸馏法、真空蒸馏/升华法”制得的高纯金属镱，这段“真空还原-蒸馏法、真空蒸馏/升华法”，是一种方法，还是两种方法有些让人看不懂，首选顿号，代表两种方法，既，真空还原-蒸馏法是一种方法，真空蒸馏/升华法是另外一种方法，蒸馏又叫升华是吧，那么，问题来了，在没有真空还原这一步的情况下，单独使用真空蒸馏能够制备出高纯金属镱吗，这句文字是否用重新整理，使人读明白？

——不采纳，该表达是业内认可的表达方法。

● 1范围，“本标准规定了高纯金属镱的技术要求、试验方法……”删除“技术”二字。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 2规范性引用文件，增加“GB XXXX 稀土产品的包装、标志、运输及贮存”，并移至第一行。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 2规范性引用文件，“XB/T XXX-20XX 高纯稀土金属化学分析方法痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法”标准有可能延后，对该标准发布有影响，稀标委建议先看下“XB/T XXX-20XX 高纯稀土金属化学分析方法痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法”标准的进度，再确定如何解决。

——审定会讨论。

● 2规范性引用文件，增加氧含量的测试方法。

——不采纳，非稀土杂质测试方法按GB/T 12690 的规定执行，其中包含了气体杂质的测定。

● 2规范性引用文件，稀土金属及其氧化物中飞稀土杂质化学分析方法，“飞”改为“非”。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 3.1产品分类， “3.1.1牌号”和“3.1.2牌号表示方法”调换顺序。

——不采纳，与高纯稀土金属Dy、Tb标准在结构上保持一致。

● 3.2化学成分，建议将H-Yb-4Na 中“Ni、Ti、Cu、Mn”的杂质含量修改为都小于0.0003%。Pb的杂质含量修改为0.0010%；经过GDMS检测大量高纯金属镱产品发现“Ni、Ti、Cu、Mn”的杂质含量修改为都小于0.0001%；而Pb杂质在5—10ppm之间；调整Mg、Mn、Pb和C、N、O含量。

——不采纳，产品要求既要反映出技术难度，也要充分考虑整体行业水平，服务于整个稀土行业。

● 3.2化学成分，杂质合量，不大于0.01，（表中杂质合量是0.0145）。

——不采纳，充分考虑了实际存在个别杂质特别难除但整体上满足合量低于限定值的情况，将个别难除杂质的上限放宽。

● 3.2化学成分，产品中加入F的指标，因为用La热还原或Ce热还原，电解La或Ce会含有F，如果用户对金属Yb没有F的要求，就同意征求意见稿。

——不采纳，金属Yb中F含量很低，且用户对F含量并没有特殊要求。

● 3.2化学成分，一般都能达到99.95%纯度，建议取消H-Yb-3Na-A这档的规格。

——不采纳，充分考虑行业水平，依然保留该规格。

● 3.2化学成分，删除“化学成分表”中“杂质合量，不大于”一栏，及“镱（Yb）的绝对纯度由计算得出，即[(100-Σ表1所列杂质含量)%]”。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 3.2化学成分，表1中Yb的上标a去掉，表中最后一行内容的上标a删掉。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 3.3.1 产品形状改为“产品为块状或丝状”。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 4.1化学成分，产品中稀土杂质含量的分析方法按GB/T 18115.9，应按GB/T 18115.14。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 4.1化学成分，“XB/T XXX-20XX 高纯稀土金属化学分析方法痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法”该方法是测定哪些杂质元素的含量？需明晰。

——不采纳，表中所列杂质除C、O、N外均可才用GDMS测定。

● 4.1化学成分，增加“4.1.3镱（Yb）的绝对纯度由计算得出，即[(100-Σ表1所列杂质含量)%] 。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 5.4.1化学成分分析的仲裁取样件数按表2的规定进行，“化学成分分析的仲裁取样件数按表2的规定进行”为稀标委给的模板内容，但是未规定常规取样，是否删除“仲裁”两字需再定。

——审定会讨论。

● 5.4.2化学成分分析的取样方法， “分析氧含量，在保护气氛下从金属锭中间截面位置上锯切试样”更改为“分析氧含量，在氩气保护气氛下从金属锭中间截面位置上锯切试样”，明确了用氩气作为保护气氛气体。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 5.4.2化学成分分析的取样方法，分析其他元素时的取样方法及取样标准内容需更改，更改原则如下：① 根据检查分析手段不同，选择削状或者块状；② 关于块状取样要求，如果GDMS分析标准里面有说明，则按照GDMS标准执行，如果没有需和GDMS分析单位核实取样要求。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

● 5.4.1化学成分分析的仲裁取样件数按表2的规定进行因为考虑蒸馏法生产存在杂质分布不均匀的现象，取样块数建议增加。

——不采纳，已考虑杂质不均匀因素，取样规则与其他稀土金属保持一致。

● 6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书，6.1-6.3合并为“6.1产品的标志、包装、运输、贮存”。

——已采纳，并按照意见进行了修改。

四、标准水平分析

本标准与国家标准《高纯金属镝》和《高纯金属铽》（待发布）进行了对标，并参考该国家标准中化学成分及其测试方法标准等而制定，是我国高纯稀土金属行业标准体系的重要组成部分。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

随着现代工业的发展，金属镱的应用将越来越广泛。制订后的高纯金属镱标准将充分反映当前国内各生产企业的技术水平，便于生产，宜于应用。制订后的标准可为金属镱产品贸易提供仲裁的依据；为金属镱产品的指标控制提供指导意义。制订的高纯金属镱标准符合现有国家产业政策，对于解决稀土贸易纠纷发挥一定的作用。

六、是否涉及专利及知识产权的说明

本文件修订过程中没有检索到专利和知识产权问题。

七、重大分歧意见的处理过程

本标准属于有色金属领域专业基础标准，编制组根据修订前确定的编制原则进行标准修订，在标准修订稿征求意见过程中未发生重大分歧意见。

八、作为强制性、推荐性国行业准的建议

制订后的《高纯金属镱》标准非常适应市场的需求，因此，建议本标准作为推荐性行业标准发布实施。

九、贯彻标准的要求和措施建议

制订后的标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，主办各种形式的培训班，才能让稀土企业及相关贸易单位充分认识和理解制订后的标准条款，进而加以应用。

十、废止现行有关标准的建议

无其他予以说明的事项。

十一、其他应予以说明的事项

无其他应予以说明的事项。

十二、推广应用的预期效果

本标准对当前以真空还原-蒸馏法、及其经真空蒸馏/升华提纯制得的高纯金属镱的主要性能参数进行了规定和要求，这些指标不仅可以为高纯金属供应商的生产提供指导，规范国内高纯金属镱的市场，保护供需双方的利益，为高纯金属镱产品贸易提供仲裁的依据。因此，本标准的制定和执行将有力推动我国高纯金属镱产业，以及下游稀土功能材料产业链的的健康快速发展，为高纯金属镱的指标控制提供指导意义。

有研稀土新材料股份有限公司

二〇一九年九月九日