稀土行业标准《超细氧化镝粉》（送审稿）编制说明

1. 工作简况

1.1 任务背景

超细氧化镝粉主要用于制备荧光粉激活剂、激光材料、磁光存贮材料、电子陶瓷材料、大磁致伸缩合金 、镝灯等用。近些年随着电子技术和新材料等许多新兴产业的迅猛发展，超细氧化镝粉的需求量也不断增加，相应的对超细氧化镝产品的质量控制也有了更迫切的需求。氧化镝粉超细化后，表现出许多特性，如小尺寸效应、高比表面效应、量子效应、极强的光、电、磁性质、超导性、高化学活性等，能大大提高材料的性能和功能，开发出许多新材料。目前超细氧化镝粉产品已形成了一定的规模，包括中国、美国、日本和韩国等在内的一些国家都有了一定数量的固定的生产厂家或用户

2015年5月国务院发布了《国务院关于印发〈中国制造2025〉的通知》（国发[2015]28号）和2017年1月工业和信息化部发布了《工业和信息化部、发展改革委、科技部、财政部关于印发新材料产业发展指南的通知》（工信部联规〔2016〕454号）涉及的新材料中的“纳米材料”作为战略前沿材料以及2017年9月工业和信息化部发布了《工业和信息化部关于印发重点新材料首批次应用示范指导目录（2017年版）》（工信部原[2017]168号）目录中11种稀土功能材料作为“关键战略材料”，超细氧化镝粉作为一种稀土功能材料，属于新材料发展对象范畴。该标准的制定，将为规范超细氧化镝粉市场带来很好的指导作用，推进产业良性发展。

目前尚无超细氧化镝粉国际化标准，也无国家、行业标准。此标准的制定能填补行业内标准空白，让生产厂家更好地控制工艺，规范超细氧化镝粉产品市场。

1.2 任务来源

《超细氧化镝粉》稀土行业标准是由赣州湛海新材料科技有限公司和国家钨与稀土产品质量监督检验中心牵头在全国稀土标准化技术委员会2017年上饶年会中申请立项，稀土标准化技术委员会审议了该行业标准的立项事宜。根据“关于转发2018年第一批稀土行业标准制修订计划的通知（稀土标委[2018]23号）”，《超细氧化镝粉》行业标准计划正式下达，计划号为2018-0637T-XB，完成期限2019年，由赣州湛海新材料科技有限公司和国家钨与稀土产品质量监督检验中心牵头起草。2018年8月8日至10日在内蒙古自治区包头市召开“2018年第四次稀土标准工作会议”，会上确定了《超细氧化镝粉》标准时间安排，并确定有研稀土新材料股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西理工大学、山东国瓷功能材料股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、信丰县包钢新利稀土有限责任公司、包头稀土研究院、广东省材料与加工研究所、广东珠江稀土有限公司、中国测试技术研究院、赣州晨光稀土新材料股份有限公司为参加起草单位。

1.3 标准项目编制工作组单位简况

赣州湛海新材料科技有限公司（以下简称“公司”）成立于2001年，主要生产高纯单一稀土氧化物或盐类（绝对纯度可达4N5，相对纯度5N～6N）、特殊理化性能的超细稀土粉体（亚微米&纳米粉体）、特殊形貌、大颗粒（中值粒径≥20um）稀土氧化物粉体或盐类等稀土功能材料，相关性能指标达到国际先进水平，生产规模684吨/每年。科研实力方面：2016年，公司获批建设 “赣州市级研发工程中心（湛海超高纯及纳米等特种稀土化合物材料工程技术研究中心）” 并通过验收，与南昌大学、江西理工大学、国家钨与稀土产品质量监督检验中心等高校、科研院所建立了稳定的产学研合作关系；2016年度公司与江西理工大学共同合作开发的《特殊物性氧化钇粉体绿色协同可控制备技术研究》也获得省科技重大项目支持。公司拥有自主的授权实用新型专利4项、授权发明专利4项。公司商标被评为2016年度省级著名商标品牌；2017年度获得高新技术企业证书；公司项目高纯稀土碳酸盐和氧化物的物理调控与应用获得中国稀土科学技术奖二等奖；超高纯原子级氧化钆产品为中核集团指定供应产品。公司配备了ICP、激光粒度仪、比表面仪等一批具有先进水平的仪器设备。

国家钨与稀土产品质量监督检验中心是隶属于江西省质监局的正处级事业单位。中心实验室面积5000多平方米，配备了包括ICP-Mass、ICP、激光粒度仪等一批具有国际先进水平的大型仪器设备。引进了一批高素质人才,其中博士3人，硕士16人。中心通过国家级认证的检测能力有19类80个产品278个参数，通过省级认证的检测能力有120个产品1292项参数，检测能力已覆盖钨、稀土、铜铝、氟盐化工等多个赣州支柱产业，关键检验项目的能力和水平达到国内领先水平，服务范围覆盖了国内几乎所有的钨稀土主产地及美国、英国、日本等20多个国家和地区。

1.4 工作进度安排

根据任务落实会议精神，我公司组建了《超细氧化镝粉》行标起草工作小组，主要由生产部、技术部、品质管理、经营部人员组成。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 07 月 16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，我公司通过广泛调研、了解市场生产情况和用户应用情况。同时，根据当前生产水平，经过市场的充分论证，并通过建立超细氧化镝粉标准微信交流群，邀请了相关领域专家进行意见征集，形成了标准征求意见稿。

1. 标准编制原则和依据
2. 积极借鉴采用国际和国外先进标准的原则；
3. 有利于促进科技进步，提高产品质量的原则；
4. 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
5. 符合客户的需要，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
6. 根据目前国内超细氧化镝粉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；
7. 按照GB/T 1.1-2009，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。
8. 标准主要技术内容说明

3.1 确定标准适用的范围

本标准规定了超细氧化镝粉的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于化学法制得的平均粒径不大于1μm的超细氧化镝粉，供高端电子陶瓷、磁光存贮材料和荧光粉激活剂等领域使用。

3.2 产品分类和牌号

产品按化学成分分为4N和2N5两类，按粒径大小分为SM(100 nm~1μm)和N(<100 nm)两类，分为Dy2O3-4N-SM、Dy2O3-4N-N、Dy2O3-2N5-SM和Dy2O3-2N5-N四个牌号。

3.2.1 牌号表示方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Dy2O3 - ×× - ×× |  |  |
|  | 第三层次 | 表示产品粒径规格 |
| 第二层次 | 表示产品相对纯度 |
| 第一层次 | 表示产品名称 |

注1：为便于区分牌号的层次，防止各技术参数之间相互混淆，第一层次与第二层次之间用分隔符“-”区分开。

注2：当化学成分（质量分数）要求相同时，以粒径规格的不同区分产品，第二层次与第三层次之间用分隔符“-”区分开。

示例：

Dy2O3-4N-N表示产品为相对纯度99.99%，平均粒径<100nm的超细氧化镝粉。

* 1. 理化指标

3.3.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表1 化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | Dy2O3-4N-SM | Dy2O3-4N-N | Dy2O3-2N5-SM | Dy2O3-2N5-N |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | | 99 | 99 | 99 | 99 |
| Dy2O3/REO，不小于 | | 99.99 | 99.99 | 99.5 | 99.5 |
| Dy2O3 | | 余量 | 余量 | 余量 | 余量 |
| 稀土杂质合量，不大于 | | 0.01 | 0.01 | 0.5 | 0.5 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.001 | 0.001 | 0.005 | 0.005 |
| SiO2 | 0.003 | 0.003 | 0.01 | 0.01 |
| CaO | 0.0025 | 0.0025 | 0.02 | 0.02 |
| Al2O3 | 0.005 | 0.005 | 0.03 | 0.03 |
| 灼减和水分（质量分数）/%，不大于 | | | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| 注1：“稀土杂质”是指除去主稀土元素Dy以及Sc、Pm以外的稀土元素。  注2：表内化学成分检测均为去除水分和灼减后测定。  注3：Cl-由供需双方另行协商确定。 | | | | | | |

3.3.2 物理性能

3.3.2.1 产品的物理性能应符合表2的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表2 物理性能

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 物理性能 | 产品牌号 | | | |
| Dy2O3-4N-SM | Dy2O3-2N5-SM | Dy2O3-4N-N | Dy2O3-2N5-N |
| 平均粒径 | 100nm~1μm | 100nm~1μm | <100nm | <100nm |
| (D90-D10)/(2D50) | <1 | <1 | - | - |
| 比表面积(m2/g) | 3~15 | 3~15 | >15 | >15 |

3.3.2.2 电镜下产品应为单一形貌，分为立方形、近球形、纺锥形、片状、棒状、链状、针状等。

3.3.3 外观

3.3.3.1 产品为白色或淡黄色粉末。

3.3.3.2 产品必须洁净，无目视可见夹杂物。

3.4 标准解释

3.4.1 牌号说明

超细氧化镝粉产品是普通氧化镝产品的深加工产物，主要突出的特征是超细，即平均粒径在亚微米或纳米等级。在国际上，纳米级颗粒就是粒径在0.1纳米到100纳米之间的微粒，对应在产品的牌号上使用纳米英文Nanometer的首字母N表示；而亚微米级颗粒就是粒径在100纳米到1微米之间的微粒，对应在产品的牌号上使用亚微米英文Sub-Micron的首字母SM表示，这是国际公认的。

为使得该标准在国际上也能有一定的适用性，故取SM与N两个不同粒径等级的牌号来区分超细氧化镝粉产品。

3.4.2 粒径分布

在国家发布的《重点新材料首批次应用示范指导目录》(2018年版)中，对稀土功能材料提出一定的要求，对于超细粉体稀土氧化物的分散度，(D90-D10)/(2D50)为0.5~1。作为对该指导目录的响应，本标准仍然保留(D90-D10)/(2D50)该项指标，并推荐其要求为小于1。

3.5 预审会

全国稀土标准化技术委员会于2019年7月24日~25日在云南省大理自治州召开了2019年度第四次稀土标准工作会议。有来自全国30余家单位，50余位代表参加了此次会议。本次会议分为稀土国、行标英文版翻译审定组和稀土国、行标预审组两个讨论组同时进行。稀土国、行标英文版翻译审定组由全国稀土标准化委员会秘书长高兰主持，审定了《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法第2部分: 稀土氧化物中灼减量的测定重量法》等7项国、行标英文版翻译计划项目。稀土国、行标预审组由全国稀土标准化委员会宋冠禹主持，预审了《镧铈金属》等7项国、行标计划项目，认真审查了标准草案的技术内容并提出修改意见。其中，对赣州湛海新材料有限有限公司负责主起草的稀土行业标准《超细氧化镝粉》进行了预审，提出了具体的修改意见和建议，对会议上提出的意见相关答复汇总如下：

* 范围部分，第二句修改为 “本标准适用于化学法值得的平均粒径不大于1μm的超细氧化镝粉……”，已采纳，并按照意见进行修改
* 规范性引用文件部分，引用“GB/T 19590-2011 纳米碳酸钙”。建议将引用的具体文本编写成附录，已采纳，增加附录A于标准后。
* 产品分类和牌号部分，专家建议牌号根据征求意见进行修改，与超细氧化钇粉标准中的牌号统一。该意见部分采纳。产品以化学成分区分由阿拉伯数字1、2修改为表示化学纯度的4N、2N5。在国际上对超细粉一般分为纳米级和亚微米级等。纳米级材料使用N表示，亚微米级材料使用SM表示，为方便国内外用户理解与使用，故保留根据产品粒径不同的牌号N与SM。
* 理化指标部分，专家建议物理性能与化学成分分列于不同的表格中。已采纳，已修改为“化学成分”与“物理性能”两个表格。
* 理化指标部分，对于平均粒径为100nm~1μm的产品要求(D90-D10)/(2D50)不大于1，部分专家认为该指标较难达到。此项来自于2018年版重点新材料首批次应用示范指导目录中对超细粉体稀土氧化物的要求，(D90-D10)/(2D50)为0.5~1，故此项仍然保留。
* 理化指标部分，表格格式需修改，已采纳并按照标准要求进行修改。
* 理化指标部分，由不同体系生产的产品，非稀土杂质Cl的含量会有很大的差异，使用盐酸体系得到的产品Cl含量比较高，无法达到要求。会议决定将该指标修改为根据下游用户要求协商解决。已采纳并按，并将此项指标列于化学成分表注中。
* 理化指标部分，有专家建议物理性能增加松装密度指标，有专家建议考核二值化形貌，对此进行必要性分析。根据主要客户的应用需求，不加入该项指标。
* 文本条款外观与形貌部分，专家建议“电镜下产品形貌分为单一立方形、近球形、纺锥形、片状、棒形、链状、针状等。”修改为“电镜下产品应为单一形貌，分为立方形、近球形、纺锥形、片状、棒形、链状、针状等。”已采纳，并按照意见进行修改。
* 文本条款分析方法中化学成分部分，“4.2.3整段修改为‘非稀土杂质的分析方法按GB/T 12690的规定进行。’” 已采纳，并按照意见进行修改。
* 由于GB/T 12690已包含水分与灼减量的分析方法，删除水分与灼减量的分析方法一段，将其内容并入“非稀土杂质的分析方法按GB/T 12690的规定进行”。已采纳，并进行修改。
* 文本条款分析方法中化学成分部分，“主稀土元素量Dy2O3为余量，由差减法求得，即100%－(Σ稀土杂质量+Σ非稀土杂质量)”修改为“主稀土元素Dy2O3的量为余量，由差减法求得，即100%－(Σ稀土杂质量+Σ非稀土杂质量)”。已采纳，并按照意见进行修改。
* 取样与制样部分，删除“仲裁”二字。已采纳，并按照意见进行修改。
* 文本条款6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书按现在文本进行，待国家标准《稀土产品的包装、标志、运输和贮存》新标准发布实施后将本章修改为引用新标准的规定。

1. 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，没有检索到专利和知识产权问题。

七、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。

八、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，应对超细氧化镝粉的特性有充分的了解，应认真解读该产品标准。

九、其他应予说明的事项

在标准制订过程中得到全国稀土标准化技术委员会秘书处及参加起草单位、提出过意见或建议单位的大力支持，在此表示衷心的感谢！

赣州湛海新材料科技有限公司

二〇一九年十月