稀土行业标准《超细氧化钆粉》（预审稿）编制说明

一、工作简况

1.1 任务背景

当前，国内稀土冶炼分离技术已经非常成熟，形成了各类常规稀土材料的技术标准，为我国稀土材料相关行业发展提供了重要的技术参考，使我国稀土材料在国际稀土产业界占有了不可替代的重要地位。但是，我国对于超细稀土特殊稀土功能材料的运用及创新技术非常缺乏，这类产品的国家、行业标准也处于空白，超细稀土氧化粉是二十一世纪初逐步发展并壮大起来的一种新产品，目前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，在2018年工信部出台的《重点新材料首批次应用示范指导目录（2018年版）》（工信部原【2018】262号）把超细粉体稀土氧化物列为关键战略材料，且在《新材料标准领航行动计划(2018-2020年)》（国质检标联【2018】77号）文件中明确要构建由先进基础材料、关键战略材料、前沿新材料三个标准子体系构成的新材料产业标准体系。

超细氧化钆粉的应用：1、其水溶性顺磁络合物在医疗上可提高人体的核磁共振（NMR）成像信号。 2、基硫氧化物可用作特殊亮度的示波管和X射线荧光屏的基质栅网。 3、在纳米氧化钆镓石榴石中的纳米氧化钆对于磁泡记忆存储器是理想的单基片。 4、在无Camot循环限制时，可用作固态磁致冷介质。 5、用作控制核电站的连锁反应级别的抑制剂，以保证核反应的安全。另外，纳米氧化钆与纳米氧化镧一起使用，有助于玻璃化区域的变化和提高玻璃的热稳定性。纳米氧化钆还可用于制造电容器、X射线增感屏。世界上目前正在努力开发纳米氧化钆及其合金在磁制冷方面的应用，现已取得突破性进展。超细氧化钆粉材料集中应用在高科技新材料领域，附加值高，应用面广，潜力巨大，商业前景十分看好。

查阅相关文献资料，国内外没有相关标准。为了规范超细氧化钆粉产品市场，提升超细氧化钆粉产品质量，有必要建立相应的超细氧化钆粉产品行业标准，为生产方、用户、贸易方提供有效指导。

1.2 任务来源

根据稀土标委[2020] 45号文件“关于印发《金属氢化物-镍电池负极用稀土贮氢合金材料电化学性能的测试三电极体系测试法》等16项国家、行业标准和国家标准外文 版计划任务落实会议纪要的通知”，超细氧化钆粉标准制订正式下达，计划号为2020-0052T-XB，完成年限2021年。本标准牵头起草单位为赣州湛海新材料科技有限公司，报名参加起草单位有：有研稀土新材料股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、江西理工大学、虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院、广东珠江稀土有限公司。

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≥20μm）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。近年来公司主导制订了《超细氧化镝粉》行业标准，参与了多项稀土国家标准与行业标准的制修订，在稀土标准的制修订方面，累积了一定的经验。

有研稀土新材料股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、江西理工大学、虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院、广东珠江稀土有限公司等单位也是超细粉体的生产加工，科研与应用单位，在稀土标准的制修订方面有充足的经验。对标准提出了一定的修改意见，对标准的完成做出了重要贡献。

1.4 标准工作进度安排

根据任务落实会议精神，我公司组建了《超细氧化钆》行标起草工作小组，工作进度安排情况如下：

1）2019年11月-2020年10月：标准编制前的查询、调研及论证；

2）2020年10月-2020年12月：组织相关人员对标准初稿及编制说明进行讨论，形成征求意见稿。并向标准起草参与单位、生产厂家、应用厂家征求意见，进行意见汇总；

3）2020年12月-2021年1月：形成预审稿；

4）2020年1月-2020年5月：预审稿挂网广泛征求意见，召开标准预审会。

二、标准编制原则

1. 积极借鉴采用国际和国外先进标准的原则；
2. 有利于促进科技进步，提高产品质量的原则；
3. 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
4. 符合客户的需要，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
5. 根据目前国内超细氧化钆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；
6. 按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》，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。

三、确定标准主要内容

3.1 确定标准适用的范围

本文件规定了超细氧化钆粉的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存及质量证明书。

本文件适用于化学法制得的平均粒径不大于1μm的超细氧化钆粉，可供电子材料、磁泡记忆存储材料和玻璃等领域使用。

3.2 分类与牌号

3.2.1 产品分类和牌号

产品按粒径分为Gd2O3-SM和Gd2O3-N两个牌号。

3.2.2 牌号表示方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Gd2O3 - ××  |  |  |
|  |  | 表示产品的规格 |
|  | 氧化钆化学式 |

注：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。

示例：Gd2O3-N表示产品为平均粒径<100nm的超细氧化钆粉。

3.3 技术要求

3.3.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1规定。需方如有特殊要求，供需双方可另行协议。

表1 产品化学成分表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品牌号 | Gd2O3-SM | Gd2O3-N |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | 98 | 98 |
| Gd2O3/REO，不小于 | 99.99 | 99.99 |
| Gd2O3 | 余量 |
| 稀土杂质合量，不大于 | 0.01 | 0.01 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.0010 | 0.0010 |
| SiO2 | 0.0050 | 0.010 |
| CaO | 0.0020 | 0.0020 |
| Al2O3 | 0.0050 | 0.0050 |
| Cl- | 0.020 | 0.020 |
| Na2O | 0.050 | 0.050 |
| 灼减和水分（质量分数）/%，不大于 | 2.0 |
| 注：稀土杂质指除Pm、Sc以外的稀土杂质元素。 |

3.3.2 物理性能

 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 产品物理性能表

|  |  |
| --- | --- |
| 物理性能 | 产品牌号 |
| Gd2O3-SM | Gd2O3-N |
| 平均粒径(TEM/SEM) | 100nm~1μm | <100nm |
| 分散度(D90-D10/2D50) | <1 | - |
| 比表面积(m2/g) | 2 ~ 10 | >10 |

3.3.3 外观与形貌

3.3.3.1 产品为白色粉末。

3.3.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

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

3.4 标准解释

3.4.1 牌号说明

超细氧化钆粉产品是以普通氧化钆为原料的深加工产品，主要特征是超细，即平均粒径在亚微米或纳米等级。在国际上，纳米级颗粒是指粒径在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的英文Nanometer的首字母N表示；而亚微米级颗粒是指粒径在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的英文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不同粒径等级超细氧化钆粉产品。

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。根据该指导目录，本文件提出分散度(D90-D10)/(2D50)该项指标，并推荐其要求为小于1。

1. 标准水平分析

随着下游产业的快速发展，超细氧化钆粉市场需求也与日俱增，有必要建立相应的超细氧化钆粉产品行业标准，为生产方、用户、贸易方提供有效指导。标准的制定有利于规范超细氧化钆粉产品市场，提升超细氧化钆粉产品质量，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。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。

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、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，应对超细氧化钆粉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

随着下游产业的快速发展，超细氧化钆粉市场需求也与日俱增。查阅相关文献资料，国内外没有相关标准。为了规范超细氧化钆粉产品市场，提升超细氧化钆粉产品质量，有必要建立相应的超细氧化钆粉产品行业标准，为生产方、用户、贸易方提供有效指导。

 赣州湛海新材料科技有限公司

 2021年3月