稀土行业标准《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝》

（预审稿）编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

2020年9月，根据《工业和信息化部办公厅关于印发2020 年第一批行业标准制修订项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕114 号）、《工业和信息化部办公厅关于印发2020 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕181 号）文件，《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物》行业标准新制定计划正式下达，计划号为2020-0053T-XB，完成年限为2021年。本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口，由有研稀土高技术有限公司、北京工业大学、包头稀土研究院、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、赣州湛海新材料有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司共同负责起草。

（二）主要参加单位和工作成员及其所做的工作

1、主要参加单位情况

有研稀土新材料股份有限公司（简称有研稀土）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”进行整体改制而设立的股份公司，是首家在中关村科技园区德胜科技园的注册高新技术企业，被评为中关村国家自主创新示范区“十百千工程”重点培育企业。

有研稀土一直积极参与标准的制修订工作，先后牵头/参与制定了《氟化镝》、《氟化钕》、《稀土术语-稀土金属及合金》、《稀土术语-稀土矿产品及化合物》、《快淬钕铁硼永磁粉》、《粘结钕铁硼永磁材料》、《钕铁硼速凝薄片合金》、《稀土工业污染物排放标准》、《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。公司多位同志多次参与制修订国务院新闻办《中国的稀土状况与政策》白皮书，工信部《稀土行业发展规划（2016-2020年）》、《稀土行业规范条件》、科技部《稀土化合物及金属技术发展战略研究报告》，中国工程院科技咨询项目《稀土功能材料及应用发展战略研究》等稀土政策以及重点报告，为稀土行业发展献言献策。可为本项目的顺利实施提供坚实的技术基础和人员保障。

标准牵头起草单位为有研稀土新材料股份有限公司，负责完成标准草案标准。参与单位包括有研稀土高技术有限公司、北京工业大学、包头稀土研究院、中国北方稀土（集团） 高科技股份有限公司、 赣州湛海新材料有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司和赣州科明高技术有限公司等在内的生产与应用单位对《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝》标准提出了修改意见，并由牵头单位组织完成标准草案的修订并形成最终标准征求意见稿。

2、主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 起草人 | 单位 | 工作职责 |
| 吴道高、陈德宏、卢文礼、胡权霞 | 有研稀土新材料股份有限公司 | 负责调研、验证、标准起草、预审、审定报批工作 |
| 杨秉政、岳明、付建龙、解萍、罗威、黄秀莲、朱晓婷 | 有研稀土高技术有限公司、北京工业大学、包头稀土研究院、中国北方稀土（集团） 高科技股份有限公司、 赣州湛海新材料有限公司、安徽大地熊新材料股份有限公司和赣州科明高技术有限公司 | 参与标准起草，提供相关数据 |

（三）主要工作过程

1、起草阶段

2020年9月，全国稀土标准化技术委员在陕西省西安市召开了 “2020 年第五次稀土标准制修订工作会”，对本项目进行了任务落实。有研稀土新材料股份有线公司单位立即成立了标准编制工作组，对目标任务进行分解，明确成员的任务要求，制定工作计划和进度安排。

2020.10~2020.11：调研、查阅资料，了解国内关于烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物产品的生产动态及市场应用情况，并对相关资料进行消化吸收，编制出《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物》标准初稿、编制说明等，组织相关人员进行讨论，对标准初稿进行完善；发出《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物》标准的征求意见稿。

2020.12~2021.03：根据反馈回来的意见和建议，完善标准的征求意见稿，修订后形成预审稿，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。

2021.03~2021.04：稀土标委会将预审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，召开标准预审会。

2021.05~2021.07：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，标准编制小组达成一致意见后形成《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物》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。

2021.07~2021.08：稀土标委会将《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物》送审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见， 召开标准审定会。

有研稀土新材料股份有限公司随后深入调研国内烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物生产和应用等企业，深入了解烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物产品生产、市场和应用情况，关注烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物产品生产控制、产品质量等技术指标要求，并对各类信息进行分析汇总，已于2021年1月形成了标准的征求意见稿和编制说明。

2、征求意见阶段

2020年11月，编制组通过发函形式对《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝）征询意见。本标准发送《征求意见稿》的单位数25个，回函的单位数16个，函并有建议或意见的单位数8个。专家提出意见主要如下：

（1）“烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物”建议改为“烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化镝、氟化铽”；

（2）术语和定义中建议定义“晶界扩散”；

（3）产品按功能类别和产品名称分类更为合适

（4）建议在粒度左侧增加一列“物理性能”；

（5）建议合并描述表中“稀土杂质含量不大于”与“非稀土杂质含量不大于”顺序；

（6）修改稀土总量、氟含量和非稀土杂质含量的分析方法。

征求意见范围广泛且具代表性，编制组根据征求到的专家意见对《征求意见稿》进行修改完善，于2021年3月形成了《烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝》（送审稿）。

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；

（二）先进性：根据目前烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物生产及市场应用具体情况，并结合实际现状，力求做到标准的合理性、实用性，对国内稀土生产企业及相关行业的技术进步产生积极的促进作用。

（三）适用性：为了使烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物生产企业的生产得到规范，保证产品生产质量，使下游磁性材料企业对稀土氟化物技术指标有所借鉴，制订该项烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物行业标准。本标准属于新制订行业标准，预期目标是研究制订出合理、实用、与时俱进的烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物标准。本标准适用于采用氟化氢干法氟化制备的稀土氟化物主要应用烧结钕铁硼磁体晶界扩散，标准适应性强。

（四）充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容、确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准的主要内容、确定的依据

Tb/Dy等重稀土元素取代烧结钕铁硼主相晶粒内的Nd，将提高主相磁晶各向异性场，大幅增加磁体矫顽力。传统添加Dy/Tb的方法为在钕铁硼主相中加入，Dy/Tb元素添加量大且会造成剩磁及磁能积大幅下降。晶界扩散技术可以让重稀土只进入烧结磁体的晶界相，在保证剩磁不降低的情况下可大幅提高磁体矫顽力，同时在达到同样磁性能的情况下也有利于降低重稀土使用量。稀土氟化物渗铽镝技术作为钕铁硼磁体晶界扩散的重要方法之一，重稀土氟化物表面涂覆法具有工艺简单、整体成本低等优势，成为近年来钕铁硼生产企业应用主流技术工艺。

随着国内外高性能钕铁硼永磁制产业化技术不断发展，对晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝的要求也更加严苛。目前重稀土氟化物仅氟化镝具有行业标准，且现行氟化镝标准（XB/T 215-2015）仅适用于干法制得的用于制备金属镝、镝铁合金、冶金及特种钢等的氟化镝，产品指标主要针对冶炼行业制订，并未针对晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝产品进行规定。通过调研包头天和磁材、中科三环、宁波韵升等高性能钕铁硼生产企业，主要是对晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝产品在粒度和对磁性能影响较大的杂质含量等方面的要求。烧结钕铁硼晶界扩散用重稀土氟化物要求粒度较小且均匀，以保证表面涂覆的均匀性，同时对敏感杂质元素有着更为严苛的要求。

本文件拟建立烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝的行业标准，主要规定了烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物的化学成分、粒度等产品指标，另外还对烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物的试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书等方面进行规范。本文件适用于采用氟化氢干法氟化制备的烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝。

（二）试验验证基础及调研基础

针对烧结钕铁硼晶界扩散用重稀土氟化镝、氟化铽对某些特定有害杂质元素、粒度等指标有具体的要求，标准制定牵头单位有研稀土新材料有限公司充分与包头天和磁材、中科三环、宁波韵升等下游应用企业沟通，形成了烧结钕铁硼磁体晶界扩散用氟化铽、氟化镝标准征求意见稿，并向涵盖赣州晨光稀土新材料股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、赣州科明高技术有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司的生产企业和宁波韵升股份有限公司、钢铁研究总院、包头天和磁材科技股份有限公司、中科三环和赣州富尔特等下游应用单位进行广泛征求意见，最终形成了如下技术指标：

1、理化性能

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物主要为氟化镝、氟化铽。本标准对产品中Fe、Si、Ca、Al、O等非稀土杂质，Gd、Ho、Er、Tm、Yb、Y等稀土杂质，F含量和稀土总量进行了规定。氟化物中稀土总量的测定按GB/T 14635的规定进行， 氟含量的测定按XB/T 615的规定进行，氟化铽、氟化镝中稀土杂质含量的测定除前处理部分外分别按GB/T 18115.8、GB/T 18115.9的规定进行，样品的前处理部分按附录A的规定进行，硅含量的测定按GB/T 12690.7的规定进行，铁、铝、镍含量的测定除前处理部分外按GB/T 12690.5的规定进行，样品的前处理部分按附录B的规定进行，钙含量的测定除前处理部分外按GB/T 12690.15的规定进行，样品的前处理部分按附录C的规定进行，水分量的测定按GB/T 12690.3的规定进行。

本标准对氟化铽、氟化镝产品粒度进行了规定，分析方法按GB/T 20170.1 的规定进行。其中，粒度D50≤6μm、D90≤12μm、D99≤15μm、Dmax≤30μm。

表1 产品的理化性能

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | TbF3 - G | DyF3 - G |
| 物理性能 | 粒度分布/μm | D50，不大于 | 6 | |
| D90，不大于 | 12 | |
| D99，不大于 | 15 | |
| Dmax，不大于 | 30 | |
| 化学成分（质量分数）/% | REO | | 85.5±0.5 | 84.5±0.5 |
| Dy2O3(Tb4O7)/REO，不小于 | | 99.9 | |
| F | | 25.5±1 | 25.0±1 |
| 稀土杂质含量，不大于 | Gd2O3 | 0.010 | |
| Tb4O7 | 基体 | 0.015 |
| Dy2O3 | 0.015 | 基体 |
| Ho2O3 | 0.015 | |
| Er2O3 | 0.005 | |
| Tm2O3 | 0.005 | |
| Yb2O3 | 0.010 | |
| Y2O3 | 0.010 | |
| 其他稀土杂质 | 0.030 | |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.035 | |
| SiO2 | 0.020 | |
| CaO | 0.025 | |
| NiO | 0.050 | |
| Al2O3 | 0.020 | |
| O | 0.10 | |
| W（H2O），不大于 | | 0.5 | |

2、其他内容规定

产品为白色粉末，无目视可见的夹杂物。本标准还规定了、数值修约、检验规格以及标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利和知识产权问题。

五、预期达到的社会效益

（一）项目的必要性简述

烧结钕铁硼永磁材料由于其优异的磁性能广泛应用于电子、电力机械、医疗器械、玩具、包装、五金机械、航天航空等领域，是21世纪清洁能源开发中必不可少也是迄今为止无法替代的永磁材料。

Tb/Dy等重稀土元素取代烧结钕铁硼主相晶粒内的Nd，将提高主相磁晶各向异性场，大幅增加磁体矫顽力。传统添加Dy/Tb的方法为在钕铁硼主相中加入，Dy/Tb元素添加量大且会造成剩磁及磁能积大幅下降。晶界扩散技术可以让重稀土只进入烧结磁体的晶界相，在保证剩磁不降低的情况下可大幅提高磁体矫顽力，同时在达到同样磁性能的情况下也有利于降低重稀土使用量。作为钕铁硼磁体晶界扩散的重要方法之一，重稀土氟化物表面涂覆法具有工艺简单、整体成本低等优势，近年来得到行业的普遍应用，我国晶界扩散用重稀土氟化物年需求量10吨以上，并呈现快速增长的趋势。目前我国还没有关于烧结钕铁硼晶界扩散用稀土氟化物产品的相关标准，极大影响了烧结钕铁硼晶界扩散用稀土氟化物的推广、生产、销售和应用，也不能有效促进我国稀土新材料创新发展。

稀土永磁材料作为21世纪新兴产业发展中必不可少的关键材料，也是美日欧等发达国家新材料产业中的战略材料。《中国制造2025》指出关键战略材料包括稀土功能材料是实现战略新兴产业创新驱动发展战略的重要物质基础。《新材料产业发展指南》将高性能永磁等稀土功能材料作为关键战略材料，对推动技术创新，支撑产业升级，建设制造强国具有重要战略意义。国务院印发的关于“十三五”国家科技创新规划的通知，部署启动新的重大科技项目，重点推进新材料的研发及应用，内容包括研制稀土新材料、军用新材料等，突破制备、评价、应用等核心关键技术。烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物作为制备高性能稀土永磁材料的重要基础原料，建立相关标准有助于推动稀土永磁材料产业发展。

因此，制定晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝行业标准有利于规范、引导和监督稀土氟化物产品市场，适应市场的变化，促进整个稀土行业健康发展；同时有利于推动重稀土氟化物表面涂覆工艺在稀土永磁行业内的推广应用，对保护和节约我国保贵的重稀土资源具有重要意义。

（二）项目的可行性简述

有研稀土是我国最早从事稀土研究的单位之一，是国内外著名的全方位从事稀土冶炼分离、提纯工艺技术和稀土磁、光、电、生物、催化等功能材料制备技术的研究、工程化和产业化技术开发的单位，承担过多项国家重点项目，是我国稀土材料领域领军企业。已建成年产能300吨中重稀土氟化物生产线，烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物产品在多家知名磁材企业推广并稳定应用。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物目前国内外无相关规范标准，因此该标准制订可填补相关空白。新制定本标准将对烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物生产企业、下游应用企业起到良好的规范作用。本标准经过查阅大量国内外文献资料，并走访、调研国内主要稀土氟化物生产企业、下游应用企业等，并经过专家会议讨论、征求意见稿外送征求意见等环节，是综合了国内专家的意见后，进行完善、修改、制订的，产品技术指标达到国内领先水平，满足下游主流游钕铁硼生产企业应用。因此，本标准引领烧结钕铁硼磁体晶界扩散用稀土氟化物产业发展发现，主要技术指标均达到国际先进水平。

近年来开发出的晶界扩散渗镝、渗铽技术可以让重稀土只进入烧结磁体的晶界相，在保证剩磁不降低的情况下可大幅提高磁体矫顽力，同时在达到同样磁性能的情况下也有利于重稀土使用量的降低，大幅节约磁体成本。2017年全球钕铁硼永磁材料产量 13.28 万吨，高性能钕铁硼产量4.5万吨，其中我国钕铁硼永磁材料产量为 11.23 万吨，高性能钕铁硼产量2.50万吨，分别占比84.94%和55.6%。据公开数据整理，2020年全球稀土永磁材料产量将超过18万吨，其中，高性能钕铁硼产量可达5万吨以上，晶界扩散用重稀土氟化物作为高性能钕铁硼的重要原料，市场年需求量预计将达到百吨级以上。因此，制定晶界扩散用稀土氟化铽、氟化镝行业标准有利于规范、引导和监督稀土氟化物产品市场，适应市场的变化，促进整个稀土行业健康发展；同时有利于推动重稀土氟化物表面涂覆工艺在稀土永磁行业内的推广应用，对保护和节约我国保贵的重稀土资源具有重要意义。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，本标准的制订与现有的标准及制订中的标准协调配套，无重复交叉现象。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准发布后3个月实施。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其它应予说明的事项

无。

有研稀土新材料股份有限公司

2021年6月1日