稀土行业标准《超细氧化钆粉》（送审稿）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发射光谱仪、激光粒度仪、比表面分析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，积累了一定的经验。

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。在标准的编制过程中提出了诸多修改意见，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）2021年1月-2021年5月：预审稿挂网广泛征求意见，收到意见回复后对意见进行汇总，对文本进一步修改；

5）2021年6月8日至6月11日：召开预审会，对本文件进行预审；

6）2021年6月12日至7月20日：对标准文本按照预审会的决议进行修改，并进行进一步征求意见；

1.5 预审会情况

全国稀土标准化技术委员会于2021年6月8日至6月11日在浙江省杭州市召开了2021年第二次工作会议，会上对赣州湛海新材料有限公司牵头起草的行业标准《超细氧化钆粉》进行了预审，与会代表对该标准的编制说明、征求意见汇总表、预审稿等预审阶段材料进行了认真的讨论，现将主要意见与结果汇总如下：

* + 正文文本1中“质量证明书”修改为“随行文件”。
	+ 正文文本2规范性引用文件中增加引用GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法；增加引用GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存。
	+ 正文文本中4.1修改为“参照GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法，产品按化学成分和粒径分为两个牌号：Gd2O3-4N-SM和Gd2O3-4N-N” 。
	+ 正文文本中4.2按照4.1中修改后的牌号进行修改和重新注释，已按照意见进行修改。
	+ 正文文本中5.1产品化学成分表中将“REO不小于98%”修改为“REO不小于99%”；删除“Gd2O3为余量”此行；增加“注2：表内所有化学成分检测均为去除水分和灼减后测定”。
	+ 正文文本中5.1产品化学成分表和5.2产品物理性能表中产品牌号按照4.1进行修改。
	+ 正文文本中5.3.3修改为“电镜下产品应为单一形貌，分为立方形或近球形、纺锤形、片状、棒状、链状、针状等”。
	+ 正文文本中6.1.3修改为“非稀土杂质、灼减和水分的分析方法按GB/T 12690的规定进行“。
	+ 删除正文文本6.1.4条款，原6.1.4条款内容为“主稀土元素(Gd2O3)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)]”。
	+ 正文文本6.2.2公式解释中将“粒度分布数”修改为“粒度体积累积分布”
	+ 正文文本中7.1.2修改为“需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起2个月内以书面形式提出，由供需双方协商解决”。
	+ 删除正文文本7.5.1条款，将并相应调整剩余条款号。原7.5.1条款内容为“检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。”
	+ 将正文文本中8的“质量证明书”修改为“随行文件”同时按照引用GB 39176标准进行修改。
	+ 在编制说明中解释关于粒径与化学成分对应的相关问题。

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分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

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，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

参照GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法，产品按化学成分和粒径分为三个牌号：Gd2O3-4N-SM、Gd2O3-4N-NA和Gd2O3-4N-NB。

3.2.2 牌号表示方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Gd2O3 - ××- ×× |  |  |
|  |  | 粒径规格 |
|  | 相对纯度 |
|  |  | 氧化钆化学式 |

示例：Gd2O3-4N-NA表示产品为相对纯度不小于99.99%，平均粒径50nm~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 | Gd2O3-4N-SM | Gd2O3-4N-NA | Gd2O3-4N-NB |
| 化学成分（质量分数）/% | REO，不小于 | 99 | 99 | 99 |
| Gd2O3/REO，不小于 | 99.99 | 99.99 | 99.99 |
| 稀土杂质合量，不大于 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 非稀土杂质含量，不大于 | Fe2O3 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0010 |
| SiO2 | 0.0050 | 0.010 | 0.0030 |
| CaO | 0.0020 | 0.0020 | 0.0020 |
| Al2O3 | 0.0050 | 0.0050 | 0.0050 |
| Cl- | 0.010 | 0.020 | 0.0050 |
| 灼减和水分（质量分数）/%，不大于 | 2.0 |
| 注1：“稀土杂质” 是指除去主稀土元素Gd 以及Sc、Pm以外的稀土元素。注2：表内所有化学成分检测均为去除水分和灼减后测定。 |

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 |
| Gd2O3-4N-SM | Gd2O3-4N-NA | Gd2O3-4N-NB |
| 平均粒径(TEM/SEM) | 100nm~1μm | 50~100nm | <50nm |
| 分散度(D90-D10/2D50) | <1 | - | - |
| 比表面积(m2/g) | 2 ~ 10 | 10~20 | >15 |

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，分为立方形或近球形、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。根据第二轮意见征集，有更高规格产品同样适用于本标准，故增加该产品于化学成分表和物理性能表中，由于新增加的产品同样属于纳米产品，按照前文所述以“N”表示。同时与原有产品区别故在“N”后直接加上“A、B”以区分两种产品，即“NA”和“NB”。

参照GB/T 17803-2015 稀土产品牌号表示方法，增加了符号“4N”用于表示产品的化学成分中稀土相对纯度为99.99%。即产品牌号分三段，第一段为氧化钆化学式；第二段表示产品的相对纯度；第三段表示产品平均粒径。以此方法区分现有产品。

综上所述，构成本标准中现有的三个牌号：Gd2O3-4N-SM、Gd2O3-4N-NA和Gd2O3-4N-NB。

3.4.2 化学成分说明

 超细氧化钆是由含有钆离子的溶液与沉淀剂在特殊工艺条件下反应得到前驱体，之后经过除杂和煅烧，最终得到超细氧化钆粉产品。在合成前驱体的过程中，颗粒越小的氧化钆沉淀前驱体在沉淀过程中更容易包裹或吸附杂质，且在接下来的除杂工序中也更难去除，所以对处于纳米颗粒的超细氧化钆粉的化学指标比处于亚微米颗粒的超细氧化钆粉的化学指标更加宽松。这是根据生产超细氧化钆粉现实工艺与客户需求共同确定的。

3.4.3 分散度说明

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。

以现有粒度检测方法，粒度检测下限为100nm，小于100nm的产品尚无类似于激光粒度检测方法能给出粒度累积分布，故仅对1μm~100nm的产品给出要求。

3.4.4 形貌说明

超细氧化钆粉产品可以根据客户的需要对形貌进行定制，但单一批次仅能有一个形貌，比如合成全部为近球形的超细氧化钆粉产品。根据现实客户的需求与现有合成工艺，形貌可在在立方形或近球形、纺锤形、片状、棒状、链状、针状中由客户自行选择。通过物理方法将大颗粒氧化钆进行粉碎后也能得到中心粒径在亚微米或纳米范围的氧化钆粉产品，但不能对形貌进行控制，得到的产品是杂乱无序的粒子，这是本标准规定的超细氧化钆粉与物理破碎法得到的氧化钆粉的最大区别之一。

3.4.5 比表面积说明

超细氧化钆粉产品有不同的粒径。通常粒径越小，比表面积越大。但是产品比表面积也和产品的形貌有一定关系，不同的形貌有不同的比表面积。通常来说近球形的粒子比表面积最小，而片状或其他形状的粒子比表面积均大于近球形的粒子，而且此效应在粒径越小时越明显。故在物理性能表中Gd2O3-4N-NA和Gd2O3-4N-NB产品比表面积数值有一定的重合。

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6月