**稀土行业标准《氟化铈》（送审稿）编制说明**

1 工作简况

1.1 立项背景

我国是稀土生产大国，其中铈类产品占稀土产量的近半，传统行业多用于生产玻璃澄清剂、抛光粉等，应用受限，附加值较低。研究铈类产品的新用途、新工艺，提高其附加值，对稀土工作者来说，任重而道远。

随着各类稀土新材料如稀土储氢材料、储电材料、稀土磁性材料、稀土合金等新材料的出现，为铈类产品的广泛应用打开了提高其价值的通道。在新材料应用中，铈都是以金属铈的形式使用。金属铈的提取一般由稀土氯化物电解、稀土氧化物电解和金属热还原制得，其中氯化物电解工艺因对环境污染较大，已被淘汰。

氟化铈是在熔盐电解法和金属热还原法制备金属铈时主要的原料之一，每年国内用量在1000吨以上，生产及使用厂家众多，如有研稀土、北方稀土、赣州晨光、甘肃稀土、湖南稀土院、四川江铜稀土等。各企业或自己生产，或委托加工，或外购，来源不一，质量各异。

多年来氟化铈没有行业统一行业标准，唯一能参照的是XB/T 209-2012《氟化轻稀土》，但其中稀土总量、氟含量、稀土杂质、非稀土杂质等指标与生产实际中的氟化铈相差较大，并不能完全套用。

制定氟化铈的行业标准，明确产品中各项指标及检测方法，有利于减少贸易纠纷，提高金属铈产品质量的稳定性、统一性。制定氟化铈的行业标准也有利于促进稀土材料的有序、健康发展，符合《中国制造2025》及《“十三五”国家科技创新规划》中坚持绿色发展、发展新材料技术的指导思想。

国务院办公厅印发的《国家标准化体系建设发展规划（2016～2018年）》标准化工作重点中提出“完善钢铁、有色金属、石化、化工、建材、黄金、稀土等原材料工业标准，加快标准制修订工作，充分发挥标准的上下游协同作用，加快传统材料升级换代步伐。全面推进新材料标准体系建设，重点开展新型功能材料、先进结构材料和高性能复合材料等标准研制，积极开展前沿新材料领域标准预研，有效保障新材料推广应用，促进材料工业结构调整”。本标准的提出，完全符合完善稀土产品标准体系、夯实标准化基础的总体要求。

1.2 任务来源

根据全国稀土标准化技术委员会（稀标委[2018]23号）文件转发“工业和信息化部办公厅关于印发2018年第一批稀土行业标准制修订计划的通知”（工信厅科[2018]31号）的要求，由四川乐山锐丰冶金有限公司牵头负责起草稀土行业标准《氟化铈》，并在2018年8月包头工作会议上确定了参加起草单位。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 计划编号 | 行业标准名称 | 牵头/负责起草单位 | 报名参加起草或验证单位 | 项目周期 |
| 2018-0638T-XB | 氟化铈 | 四川乐山锐丰冶金有限公司 | 包头稀土研究院、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司、赣州有色冶金研究院、四川江铜稀土有限责任公司、四川省冕宁方兴稀土有限公司、包头华美稀土高科有限公司、赣州湛海工贸有限公司、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、乐山有研稀土新材料有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司。 | 2019 |

1.3 起草单位简介

**四川省乐山锐丰冶金有限公司**

四川省乐山锐丰冶金有限公司成立于2001年6月，位于交通便捷、盐化工发达的乐山市五通桥区盐磷化工产业园，紧邻乐宜高速，距乐山港、成乐高速仅20公里。公司占地面积49000㎡，注册资金857.14万元，资产逾2.3亿元。目前公司拥有中高级技术人员38人，员工200余人，年产值超亿元，利税超千万，是集产品研发、生产为一体的稀土深加工企业，年可处理稀土精矿5500吨REO/年。主要生产纯度99%镨钕氧化物（用于磁性材料）；纯度99.95%氧化镧（主要用于石油催化材料、镧玻璃）；纯度99.995%氧化铈（主要用于催化剂、玻璃澄清剂、抛光粉等）；稀土富集物（主要用于稀土硅铁、脱色剂等）；超细抛光粉（主要用于水晶、玻璃、手机屏、液晶屏等抛光）；稀土氯化物等四十余种规格的产品。产品销往包头、江西、山东、广东、浙江、武汉、荷兰、美国、意大利、韩国、日本、斯洛文尼亚等多个地区和国家。

公司拥有完善的质检、管理体系和先进独特的工艺流程、配套完善的设施设备，产品质量稳居国内一流水平。2014年公司与四川大学、成都理工大学、四川万凯丰稀土新能源科技有限公司、绵阳西磁磁电有限公司以及成都八九九科技有限公司六家联合开发“高品质稀土功能材料的研究与开发”的科研项目。2017年10月被评为国家高新技术企业、四川省企业技术中心。公司现拥有六项已授权专利。

公司实施了ISO9001质量管理体系并通过了认证；获得海关进出口货物收发货人报关注册登记证书，并备案登记“对外贸易经营者备案登记表”；通过资质单位的“安全评价”并备案。2011年度投资近两千万元，升级、优化环保设施，2012年5月通过国家环保部环保核查，并获得国家“稀土生产指令性计划”；2012年12月纳入国家工信部稀土行业准入公告；2012年7月加入中国稀土行业协会；2012年11月完成“少铈氯化稀土、玻璃澄清剂、抛光粉节能减排技改项目”环评并取得批复（川环审批[2012]723号）；2014年5月“少铈氯化稀土、玻璃澄清剂、抛光粉节能减排技改项目”通过省环保厅验收。2014年11月加入全国稀土标准化技术委员会，并主持和参与多项稀土产品标准的制修定工作；2015年2月完成第一轮清洁生产审核验收工作，2017年12月完成第二轮清洁审核验收工作，确保环保、清洁生产的可持续运行。

本着诚信携手、共创共赢、专业高效的原则，四川省乐山锐丰冶金有限公司在新的起点上，坚持团结、环保、持续健康发展的目标奋进。

1.4 本标准工作过程

我公司在项目申报初期，组织人员调研了国内氟化铈生产、使用厂家，查询相关资料，了解国内外氟化铈的生产动态及应用领域的变化，在此基础上形成了标准草案。

2018年8月，包头会议确定了标准的参加起草单位后，建立了《氟化铈》行标制订工作组的微信群，邀请了各起草单位的标准化工作人员及工程技术人员参加。大家各抒己见，对《氟化铈》草案进行了热烈的的讨论，提出了很多富有建设性的意见。根据各位专家的意见，对草案进行了修改完善，形成了《氟化铈》标准征求意见稿，并于2018年11月9日发送至34家稀土企业征求意见。根据各企业的反馈意见，对征求意见稿进行了修改、补充和完善，最终于2018年11月下旬形成《氟化铈》标准预审稿、标准征求意见稿意见汇总处理表及编制说明，并于2018年11月26日前上传至稀土标委会秘书处，由秘书处挂网征求意见。

本标准于2018年12月4日，在福州稀土标标准工作会议上进行了预审，在预审会上，专家就本标准的适用范围、规范性引用文件、部分元素的含量范围及部分检测项目的分析方法引用等提出了修改意见。

福州会议后，编制单位按照预审会专家的意见对标准预定稿进行了修改补充，在预审稿的基础上修订了以下主要内容：修订了标准的适用范围、调整了规范性引用文件的顺序、删除了原标准中氯根的要求、调整了2N5及2N两个牌号中铁与钙的含量范围（参照GB/T 4155-2012《氧化铈》）、针对样品的前处理与现行标准不一致的问题增加了附录、通过试验规定了水分的测量温度。

2019年4月初，最终形成了《氟化铈》的标准送审稿，上传至稀土标委会秘书处，挂网征求意见。

本标准于2019年4月17日，在嘉兴稀土标准工作会议上进行了审定，审定会专家提出了以下意见：

(1) 前言中标准起草单位和起草人应按各起草单位和起草人在本标准中的参与程度排序。

(2) 范围“本标准适用于化学法制得的供生产金属铈、玻璃与晶体材料等用的氟化铈。”中“晶体材料”由建议单位（赣州湛海）再确认后决定是否保留。

(3) 4.1.3“稀土杂质含量的分析方法按GB/T 18115.2的规定进行”修改为“稀土杂质含量的分析方法除前处理部分外按GB/T 18115.2的规定进行”。

(4) 4.1.5“Fe2O3、Al2O3、NiO含量的分析方法按GB/T 12690.5的规定进行”修改为“Fe2O3、Al2O3、NiO含量的分析方法除前处理部分外按GB/T 12690.5的规定进行”。

(5) 4.1.6“CaO含量的分析方法按GB/T 12690.15的规定进行”修改为“CaO含量的分析方法除前处理部分外按GB/T 12690.15的规定进行”。

(6) 4.1.7“水分量的分析方法按GB/T 12690.3的规定进行，烘干温度为250±5℃”修改为“H2O含量的分析方法按GB/T 12690.3的规定进行，烘干温度为250℃~255℃”。

(7) 附录A 标题改为“氟化铈中稀土杂质含量分析时的前处理”，文中章节序号需调整，溶解样品时所用试剂需列出。

(8) 附录B标题改为“氟化铈中Fe2O3、Al2O3、NiO含量分析时的前处理”，文中章节序号需调整，溶解样品时所用试剂需列出。

(9) 附录C标题改为“氟化铈中CaO含量分析时的前处理”，文中章节序号需调整，溶解样品时所用试剂需列出。

审定会结束后，我们根据各起草单位在本标准起草过程中的提出有效意见的数量、回复意见的及时性等参与程度，对各起草单位重新进行了排序，并获得了各起草单位的基本认可。

根据专家提出的本标准的产品能否适用于晶体材料，由提出单位查证后确认，本标准不适用于晶体材料，因此在产品的适用范围内删除了晶体材料。

针对审定会专家提出的产品杂质的分析方法描述及附录部分不符合规范的意见，起草单位对对此部分进行了修改，并将修改后的版本上传于《氟化铈》行标制订工作微信群内，征求各参与起草单位意见。参与起草单位专家对修改后附录部分提出了具体的意见，根据专家意见，起草单位完善了本标准，于2017年7月底形成了《氟化铈》标准送审稿，上传至稀土标委会秘书处，挂网征求意见。

本标准将于2019年8月15~16日，在赣州稀土标准工作会议上进行补充审定。

2 标准制订原则

2.1 规范性

本次制定应符合有色金属产品标准编写规则的要求（GB/T1.1 标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写、GB/T1.3 产品标准编写规定、GB/T20001.4 标准编写规则 第4部分 化学分析方法和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》）；

2.2 适宜性

征集并汇总生产企业及使用企业的意见，查阅文献及用户技术要求，使本标准尽可能符合氟化铈生产、使用企业的实际需求；

2.3 先进性

本标准的制定时，重点考虑了工艺优化、技术进步对产品稀土产品质量的影响、根据下游客户需求及产品发展趋势，确保标准的技术先进性。该标准为国内首次提出，填补了国内标准空白。通过标准的建立，为氟化铈的生产提供了最基本的技术依据，节省了大量人力物力，创造出良好的社会效益和可观的经济效益。

3 标准主要内容及确定依据

3.1主要内容与适用范围

规定了氟化铈产品的要求、试验方法、检验规则与标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

根据技术资料的汇总及用户技术指标的要求确定了标准的适用范围，本标准标准适用于化学法制得的供生产金属铈、冶金、特种钢、玻璃与晶体材料等用的氟化铈。

3.2规范性引用文件

引用文件全部是标准正文中需要的内容，部分标准是参照执行。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

GB/T 14635 稀土金属及其化合物中化学分析方法 稀土总量的测定

GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T 18115.2 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

XB/T 615 氟化稀土化学分析方法 氟量的测定 水蒸气蒸馏-EDTA滴定法

3.3 标准主要技术内容的确定及依据

3.3.1 产品分类

产品按化学成分分为四个牌号：CeF3-4N、CeF3-3N、CeF3-2N5、CeF3-2N，产品牌号表示方法符合GB/T 17803的规定。

3.3.2 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

**表1**

|  |  |
| --- | --- |
| 产品牌号 | 化学成分（质量分数）/ % |
| REO | CeO2/REO不小于 | F | 杂质含量，不大于 |
| 稀土杂质 | 非稀土杂质 | H2O |
| La2O3 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Y2O3 | 其它稀土合量 | Fe2O3 | SiO2 | CaO | Al2O3 | NiO |
| CeF3-4N | 86±1 | 99.99 | 28±1 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.02 | 0.005 | 0.01 | 0.01 | 0.5 |
| CeF3-3N | 86±1 | 99.9 | 28±1 | 0.1 | 0.02 | 0.05 | 0.03 | 0.03 | 0.05 | 0.5 |
| CeF3-2N5 | 86±1 | 99.5 | 28±1 | 0.5 | 0.02 | 0.05 | 0.5 | 0.03 | 0.05 | 0.5 |
| CeF3-2N | 86±1 | 99.0 | 28±1 | 1.0 | 0.04 | 0.05 | 0.5 | 0.03 | 0.05 | 0.5 |
| 注：其它稀土元素包括Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu。 |

3.3.3产品牌号的确定

氟化铈主要以氧化铈为原料制得，其中大部分用于生产金属铈、冶金及特种钢，在实际生产中其CeO2/REO的相对纯度在一般要求大于99%，部分氟化铈产品用于玻璃和晶体材料，其纯度要求大于99.99%。结合氧化铈的国标牌号，在此标准中，确定氟化铈按CeO2/REO的相对纯度分为四个牌号：CeF3-4N、CeF3-3N、CeF3-2N5、CeF3-2N。

3.3.4 技术指标的确定

技术指标的确定综合考虑了氟化铈原料（氧化铈）标准指标、氟化铈生产的工艺、以及氟化铈使用时对金属铈质量的影响程度，汇总了氟化铈生产使用过程中，上下游企业的质量要求，最终确定标准技术指标。

4 标准水平分析

《氟化铈》行业标准属首次的制订，目前尚无国际化的标准，随着生产技术进步、下游用户对产品要求的不断提高，该产品种类、质量要求也会发生变化。本标准处于国内领先水平，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。

5 标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

标准中未涉及专利。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

 本标准制订过程中各起草单位讨论热情积极，参与程度高。对各单位提出的意见经讨论后，能最大程度的保持一致，无重大分歧意见。仅对个别指标如何在实际检测中去操作，有不同提议，留待稀土标准工作会议上讨论，听取更广泛的意见以完善本标准。

7 国家标准作为强制或推荐性国家标准的建议

此次制订的《氟化铈》标准，建议为推荐性行业标准。

8 贯彻标准的要求和措施建议

本标准在制定过程中遵循了“规范性”、“适宜性”、与“先进性”原则，在充分调研生产企业产品现状及发展趋势、下游用户需求的基础上编制而成。主要技术指标通过调研、论证，已兼顾到多数企业的一般性要求和部分特殊要求，本标准不能包含全部特殊使用要求。

企业应按照本标准组织生产，若企业和客户还有更多的特殊要求，应在合同中协商规定。本标准具有良好的可贯彻性，因此不需要特殊的组织措施或技术措施。

9 预期效果

标准的制订将彻底解决氟化铈生产、检测、交易过程中多年无标准可依的现状，促进行业的健康有序发展。

10 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！

四川省乐山锐丰冶金有限公司

 2018年7月29日