稀土国家标准《镧铈金属》（送审稿）编制说明

一、工作简况

1.1立项的目的和意义

镍氢电池是目前国内外混合动力汽车的首选电池。镍氢电池中储氢合金的主要来源是稀土金属镧和金属铈。有研究表明， Ce部分替代La，可使得合金相晶胞体积减小，吸氢量减少，合金在吸/放氢过程中晶格膨胀率减小，使合金的微粉化程度和腐蚀变得缓慢，从而提高了合金的容量保持率。此外，Ce在合金表面形成保护性氧化膜也有利于改善合金电极的循环稳定性。目前中国已开发成功九个系列，32个规格的镍氢电池产品，形成了年产3000吨储氢合金材料和3亿安时镍氢电池的生产规模，年产值约30亿元人民币的镍氢电池产业。

该项目符合《国务院关于印发 “十三五”国家科技创新规划的通知 国发〔2016〕43号》文件中对稀土新材料和新能源汽车的规划要求。

目前常用的元素替代法是混溶法，即分别生产出各种合金组分的单质，然后再按照一定的比例将其混合，通过高温熔炼炉将其制备成目标合金。由于La、Ce都是采用熔盐电解制备而得，分别制备单La、单Ce流程长、成本高，而且合金组分不均匀。此外，单质La、Ce化学活性极强，在空气中极易氧化，Ce尤甚。在长途运输过程中，Ce存在自燃的风险。如果在电解过程中，适当控制熔体中La、Ce的浓度比例和阴极析出速率，制得一定组分的LaCe合金，不仅可为储氢合金提供低成本母合金原料，而且可有效降低单La、单Ce的化学活性，抑制其氧化和燃烧行为，具有较好的应用前景。

镧铈金属产量高，应用广，但没有一个标准来规范产品质量，而是作为混合稀土金属标准的一个牌号存在。混合稀土金属是包括镧铈金属、富铈混合稀土金属和镨钕金属等一大类标准，不应替代单独的产品标准。制定该产品标准有利于镧铈金属的大量生产和销售，使市场处于有序、合理竞争的状态，进而促进稀土产业的发展。

1.2任务来源

根据国家标准委关于下达2018年第三批国家标准制修订计划的通知（国标委发〔2018〕60号），“国标委”《镧铈金属》国家标准制定计划正式下达，项目计划编号为20182093-T-469，完成年限为2019年。全国稀土标准化技术委员会于2018年12月4日在福建省福州市召开的《2018年度第六次稀土标准工作会议》上完成了《镧铈金属》国家标准的任务进度、具体的时间节点安排及参与单位等具体问题的落实。《镧铈金属》国家标准由乐山有研稀土新材料有限公司牵头负责标准制订，报名参加起草单位有：包头稀土研究院 、有研稀土新材料股份有限公司、赣州晨光稀土新材料资源股份有限公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、宁波复能新材料股份有限公司、内蒙古稀奥科贮氢合金有限公司等，同时确定标准制定工作进度，2019年4月15日前起草单位提出标准意见稿发至各有关单位及稀土标委会秘书处征求意见；于2019年5月31日前起草单位完成意见汇总， 2019年7月31日完成预审，2019年10月30日前完成预审会上所提出的意见修改，2019年11月进行审定。

1.3起草单位

项目承担单位乐山有研稀土新材料有限公司（以下简称“乐山有研”）位于乐山市峨边彝族自治县，是有研稀土新材料股份有限公司独资的国有企业，2006年8月28日成立。

乐山有研主要从事稀土金属及合金制备生产，生产能力3000t/a，产能位居全国前十位，是西南地区最大的稀土金属及合金生产企业之一，项目采用绿色、环保的氧化物电解工艺，主要产品有金属镧、金属铈、金属镨、金属钕和镨钕合金等。

近年来，乐山有研抓住稀土产业淘汰落后产能的政策导向，初步实现了产业升级调整，在技术水平、产品品质等方面达到了国内较高水平，一举实现在国内市场的快速扩张，并得到国内外客户的高度认可，形成了国内外市场良性发展的可喜局面。

作为长期从事稀土材料开发应用单位，乐山有研先后参与了《金属铈》、《金属钪》、《金属镱》、《氧化钪》、《镧铈金属》、《氟化铈》、《高纯金属镝》、《高纯金属铽》、等7项稀土标准的制订工作。拥有多名经验丰富的标准制修订专家。

乐山有研的技术依托来自母公司有研稀土，母公司现有员工500余人，博士、硕士等研究生学历以上员工超过20%。拥有稀土冶金与材料著名专家张国成、黄小卫院士，国家杰出工程师、稀土冶金材料著名专家李红卫教授，同时还拥有享受政府特贴专家、科技部中青年科技创新领军人才、新世纪百千万人才国家级人选等高层次科技人才10余人次，2014年被中组部、中宣部、科技部和人社部联合授予“全国专业技术人才先进集体”荣誉称号。

因此，乐山有研完全具备了承担此次制订镧铈金属标准的能力。迄今为止，国外还没有与镧铈金属产品相对应的标准，这次制订后的标准将充分反映了当前国内各镧铈金属生产企业的技术水平，便于生产，宜于应用。

1.4工作进度安排

具体时间计划如下：

1. 标准编制前的查询、调研、论证：2018年11月～2019年1月；
2. 向标准参与单位采集基础数据：2019年2月～3月
3. 将标准征求意见稿发送各稀土单位广泛征求意见： 2019年4～5月；
4. 意见汇总形成预审稿： 2019年6月；
5. 预审时间： 2019年7月；
6. 审定时间： 2019年11月。
7. 报批时间 2019年12月

二、编制原则和依据及标准主要内容

2.1 编制原则和依据

标准负责起草单位在任务落实会上广泛地征求了与会专家和代表的意见，确定了制订的方案；确定了标准起草原则、主要内容框架和依据：

1. 依据国家相关的法律、法规；
2. 查询相关标准和收集国内外客户的相关技术要求，积极向相关国际标准、世界领头企业的技术标准要求靠拢，做到标准的先进性；
3. 根据目前国内镧铈金属生产企业的具体情况及技术水平，结合用户的要求及镧铈金属应用技术的发展趋势，确定技术指标，力求做到标准的合理性、实用性，与时俱进；
4. 按照GB/T 1.1，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。

2.2 标准主要内容

本标准规定了镧铈金属产品的要求、试验方法、检验规则与标志、包装、运输、贮存及质量证明书。本标准适用于电解法、熔配法生产的、供制作储氢合金及有色金属合金等用的镧铈金属。

产品按照化学成分分为LaCe-nCeA、LaCe-nCeB两个牌号，n为60至70之间的整数。稀土产品牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

根据市场的要求，化学成分表中除了对RE、La、Ce、稀土杂质的指标作了规定，还对非稀土杂质Fe、Si、Al、Mn、Ti、Ca、Mg、C、S等几个常见杂质做了规定；

产品中稀土总量的分析方法参照GB/T 14635的规定进行。

产品中铈（Ce）的分析方法按照GB/T XXXX 《镧铈金属及其化合物化学分析方法 第1部分：铈量的测定》规定的方法进行。

产品中其他稀土杂质的分析方法按照GB/T XXXX 《镧铈金属及其化合物化学分析方法第 2 部分：稀土量的测定》规定的方法进行。

产品中非稀土杂质的分析方法按GB/T 12690规定的方法进行。

三、主要技术内容说明

3.1数据收集情况及标准制定过程

根据工作计划乐山有研通过广泛调研、了解市场生产情况和用户应用情况。走访了国内主要生产企业，于2019年2月22日向报名参加起草单位发邮件采集基础数据，采集格式见表一。截止到2019年4月10日，共收集到5家回复意见，具体回复内容见表二、表三、表四。根据各企业所生产的镧铈金属产品的实际情况和用户的需求，对产品标准做出初步的规定。

表一 镧铈金属数据收集表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Fe | Al | Si | Mo | W | Ti | Ca | Mg | S | C | 稀土杂质 |
| 厂家检验标准 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 客户要求 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 厂家检测数据 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

表二 镧铈金属厂家检验标准

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位名称 | 杂质含量/%，不大于 | | | | | | | | | | |
| Fe | Al | Si | Mo | W | Ti | Ca | Mg | S | C | 稀土杂质 |
| 四川江铜 | 0.3 | 0.05 | 0.05 | — | — | — | 0.05 | — | 0.05 | 0.05 | 各0.1 |
| 有研稀土 | 0.2 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.02 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 各0.1 |
| 赣州晨光 | 0.10 | 0.030 | 0.020 | 0.050 |  | 0.050 | 0.020 | 0.010 | 0.010 | 0.03 | 各0.10 |
| 包头稀土院 | 0.2 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.03 | 0.05 | 0.02 | 0.03 | 合量0.5 |

表三 镧铈金属客户要求

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位名称 | 杂质含量/%，不大于 | | | | | | | | | | |
| Fe | Al | Si | Mo | W | Ti | Ca | Mg | S | C | 稀土杂质 |
| 四川江铜 | 0.3 | — | 0.05 | — | — | — | — | — | — | 0.05 | — |
| 有研稀土 | 0.15 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.02 | 0.01 | 0.05 | — | 0.03 | 各0.1 |
| 赣州晨光 | 0.10 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |  | 0.050 | 0.020 | 0.020 | 0.010 | 0.05 | 各0.10 |
| 包头稀土院 | 0.2 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.03 | 0.05 | 0.02 | 0.03 | 合量1 |
| 内蒙古稀奥科 | 0.15 | — | 0.03 | — | — | 0.01 | — | 0.03 | 0.02 | 0.05 | 合量1.5 |

表四 镧铈金属厂家检验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位名称 | 杂质含量/% | | | | | | | | | | |
| Fe | Al | Si | Mo | W | Ti | Ca | Mg | S | C | 稀土杂质 |
| 四川江铜 | 0.20 | 0.01 | 0.017 | — | — | — | <0.01% | <0.01% | 0.012 | 0.044 | 各0.05 |
| 有研稀土 | 0.12 | 0.03 | 0.018 | ≤0.05 | ≤0.05 | ≤0.02 | <0.01 | <0.01 | ≤0.02 | 0.026 | 各≤0.1 |
| 赣州晨光 | ＜0.10 | ＜0.030 | ＜0.020 | ＜0.050 |  | ＜0.050 | ＜0.020 | ＜0.010 | ＜0.010 | ＜0.03 | 各≤0.10 |
| 包头稀土院 | 0.12 | 0.03 | 0.02 | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.02 | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.02 | 0.14 | 合量≤0.5 |
| 桂林矿产 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 合量0.35% |

经过市场的充分论证，并征求稀标委意见，形成了标准征求意见稿。在2019年4月10日，将《镧铈金属》标准征求意见稿发至包头稀土研究院、四川江铜稀土有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、稀标委等44家单位进行意见收集，大部分单位对《镧铈金属》标准征求意见稿表示默认同意无回复。收到了5家单位的回复意见，分别是包头稀土研究院、四川江铜稀土有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司和内蒙古稀奥科贮氢合金有限公司，他们都对《镧铈金属》标准征求意见稿提出了具体修改意见。在汇总各参与单位的意见后，形成了预审稿。

在预审会上，评审专家对镧铈金属的牌号表示方法产生了分歧，有些专家认为，针对产品中铈的含量，应当设置固定的、连续的牌号，根据产品的检测结果，判定属于哪个牌号的产品；有些专家则认为，既然铈的含量在60%至70%之间都是合格产品，没必要人为设置固定牌号，可以根据产品的检测结果，直接用对应的整数表示产品的牌号。针对以上两种主要意见，会议决定再次向厂家和用户征求一次意见，以决定采用何种牌号的表示形式。会后，乐山有研编写了牌号征求意见函，并于2019年7月31日向44家会员单位征求意见。征求意见函的内容如下：

“各位专家、老师，大家好！

《镧铈金属》国家标准于2019年7月24日在大理召开了预审会，会上评审专家对镧铈金属的牌号表示方法产生了意见分歧，主要有两种观点。

第一种观点：

1. 参照《混合稀土金属》标准的表诉，根据产品中铈的含量不同，设置几个固定的牌号，再根据产品的检测结果，判定属于哪个牌号的产品；具体牌号见表一。

表一

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | LaCe-61Ce | LaCe-65Ce | LaCe-69Ce |
| La含量/% | 37~41 | 33~37 | 29~33 |
| Ce含量/% | 59~63 | 63~67 | 67~71 |

如果一批产品铈含量的平均值为63.1%，则该批产品的牌号为LaCe-65Ce；如果一批产品铈含量的平均值刚好为63%，则该批产品的牌号为LaCe-61Ce或者LaCe-65Ce；

第二种观点：

1. 既然铈的含量在60%至70%之间都是合格产品，没必要人为设置固定牌号，可以根据产品的检测结果，直接用对应的取整整数表示产品的牌号。具体牌号见表二。

表二

|  |  |
| --- | --- |
| 牌号 | LaCe-nCe |
| La含量/% | 余量 |
| Ce含量/% | n±2 |

n为60至70之间的整数。如果一批产品铈含量的平均值为63.1%或者63%，则该批产品的牌号为LaCe-63Ce；如果一批产品铈含量的平均值为64.8%，则该批产品的牌号为LaCe-65Ce。

请根据以上两种意见，选择您认为合理的牌号表示方法（直接填到下面的横线上），谢谢！

回复意见：

我们单位倾向于用方法 （选择A或B）来表诉产品的牌号。”

截止到2019年9月5日，共收到了17家单位的回复，9家单位选择非固定牌号，6家单位选择固定牌号，2家单位表示无意见。各单位的具体回复意见，见表五。

表五 牌号表示方法的回复意见

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 单位 | 意见 |
| 1 | 宁波科田磁业有限公司 | 非固定牌号 |
| 2 | [sxd9805@163.com](mailto:sxd9805@163.com) | 非固定牌号 |
| 3 | 虔东稀土 | 非固定牌号 |
| 4 | 江西赣县红金稀土有限公司 | 非固定牌号 |
| 5 | 安泰环境工程技术有限公司 | 非固定牌号 |
| 6 | 四川锐丰 | 非固定牌号 |
| 7 | 天津包钢稀土研究院有限责任公司 | 非固定牌号 |
| 8 | 有研稀土新材料股份有限公司 | 非固定牌号 |
| 9 | 四川江铜稀土有限责任公司 | 非固定牌号 |
| 10 | 包头稀土研究院 | 固定牌号 |
| 11 | 江西南方稀土高技术股份有限公司 | 固定牌号 |
| 12 | 赣州晨光稀土新材料资源股份有限公司 | 固定牌号 |
| 13 | 中国北方稀土（集团）高科技股份有 限公司 | 固定牌号 |
| 14 | 福建省长汀金龙稀土有限公司 | 固定牌号 |
| 15 | 信丰县包钢新利稀土有限责任公司 | 固定牌号 |
| 16 | 安徽大地熊 | 无意见 |
| 17 | 北京中科三环高技术股份有限公司 | 无意见 |

尽管选择固定牌号的单位占回复意见单位的少数，课题组经过认真研究，送审稿还是选择了采用固定牌号的表示方法。如果采用非固定牌号n来表示产品牌号，n为60至70之间的整数，不同牌号之间的间隔为1%，与成分表中规定的“n±2”相矛盾，造成同一配分的产品分属不同牌号的情况，给标准使用造成混乱。如果把“n±2”理解成一批产品的成分波动范围，标准中并未见这种表述，而且在实际生产的质量控制中，这样的波动范围太大，无法满足客户的需要，容易造成贸易纠纷。本科学严谨的态度，产品牌号表示方法还是采用固定牌号为宜。

3.2会议上专家意见情况

任务落实会：

全国稀土标准化技术委员会于2018年12月4日在福建省福州市召开了《镧铈金属》国家标准的任务落实会。本次会议参加会议的有 46家单位的 72名代表和专家参加。与会代表对镧铈金属标准制订的方案进行了认真的讨论，确定了制订的进度。

预审会：

全国稀土标准化技术委员会于2019年7月24日在云南省大理市召开了《镧铈金属》国家标准的预审会。本次会议参加会议的有 32家单位的 52名代表和专家参加。会代表对《镧铈金属》标准的预审稿进行了认真的讨论，对不足之处提出了具体修改意见，规范了标准文本。各专家的具体意见如下：

1. 在3.1产品分类中的“产品按照化学成分分为LaCe-nCeA、LaCe-nCeB两个牌号”修改为“……两类规格的牌号……”。
2. 对于自然数n的描述，增加一个示例。
3. 对于牌号的表示，是否使用“n”，还是用固定的整数表示，再征求一轮意见。
4. 标准中的表格要有表头。
5. “5.4取样与制样”的取样件数为5.4.1，取样方法为5.4.2。
6. 对于取样件数的规定，再征求意见时，广泛听取专家合理的建议。

四、标准水平分析

本标准在制定过程中广泛收集数据，征求意见，对配分类的稀土产品首次尝试用连续变动的自然数n代替固定数字的配分表示方法，虽然送审稿没有采用这种表示方法，但这一尝试对今后的此类产品牌号表示方法具有借鉴作用，是为开创性的工作。

在本标准的基础之上促使生产方正确采用原材料，合理调整生产工艺，完善检测手段，为用户生产出更满意的产品来，让使用方合理、高效率低消耗地使用本产品。它将会带来技术进步、品种增多、性能提高的竞争局面；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；为镧铈金属产品贸易提供仲裁的依据；为镧铈金属产品的指标控制提供指导意义。到目前为止，尚未检索到国际上的关于《镧铈金属》的标准可以参照。制订的《镧铈金属》标准将达到国际先进水平。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

随着现代工业的发展，镧铈金属的应用前景将越来越广泛。制订后的镧铈金属标准将充分反映了当前国内各生产企业的技术水平，便于生产，宜于应用。制订后的标准可为镧铈金属产品贸易提供仲裁的依据；为镧铈金属产品的指标控制提供指导意义。制订的镧铈金属标准符合现有国家产业政策，对于解决稀土贸易纠纷发挥一定的作用。

六、是否涉及专利及知识产权的说明

本文件制订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过程

本标准属于有色金属领域专业基础标准，编制组根据制订前确定的编制原则进行标准制订，在标准制订稿征求意见过程中未发生重大分歧意见。

八、作为强制性、推荐性国家标准的建议

制订后的《镧铈金属》标准非常适应市场的需求，因此，建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

九、贯彻标准的要求和措施建议

制订后的标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，主办各种形式的培训班，才能让稀土企业及相关贸易单位充分认识和理解制订后的标准条款，进而加以应用。

十、其他应予以说明的事项

无其他应予以说明的事项

十一、推广应用的预期效果

推广应用该标准后，它将会带来技术进步、品种增多、性能提高的竞争局面；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；为镧铈金属产品贸易提供仲裁的依据；为镧铈金属的指标控制提供指导意义。

乐山有研稀土新材料有限公司

二〇一九年八月二十八日