行业标准《氟化铽》（送审稿）编制说明

一、工作简况

1.任务来源

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2021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[2021] 159号）及全国稀土标准化技术委员会关于印发《各向同性稀土粘接永磁粉磁特性测量方法》等8项国家、行业标准及外文版计划任务落实会议纪要通知（稀土标委[2021] 53号），行业标准《氟化铽》标准制定任务计划正式下达，项目由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口，由虔东稀土集团股份有限公司负责起草，项目计划编号为2021-0729T-XB，周期为24个月。

2.项目编制组简况

2.1编制组成员单位

编制组由虔东稀土集团股份有限公司、赣州步莱铽新资源有限公司、包头稀土研究院、有研稀土高技术有限公司、中稀天马新材料科技股份有限公司、宁波复能新材料股份有限公司、山东南稀金石新材料有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、中天捷晟（天津）新材料科技有限公司共11家单位组成。

2.2负责起草单位简介

**虔东稀土集团股份有限公司**：是本项目负责起草单位，虔东稀土集团股份有限公司，始创于1988年，致力于稀土资源及其应用产品开发和产业化，是稀土基础材料、稀土功能材料及应用、稀土加工装备等领域的高科技企业。公司已建立了较完整的科研、试验、生产、检测体系，具有国内先进水平的稀土分离、金属、磁性材料、结构陶瓷、发光材料、催化剂材料、资源回收和加工设备制造等生产线。公司已形成集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品和稀土加工装备制造为一体的稀土应用开发产业链。公司自创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”、国家“星火计划”、国家“火炬计划”、国家“重点新产品”、国家“创新基金计划”等70多项国家、省、市级新产品的研制和开发项目。公司已获得各类专利127件，其中有效发明专利48件，主持国家和行业标准30余件。公司已通过ISO9001、ISO14001、ISO16949、安全生产标准化、知识产权标准化体系、AEO认证、CNAS认证，是国家高新技术企业，拥有国家级企业技术中心、国家级博士后工作站、江西省陶瓷材料重点实验室、省级示范院士工作站等国家、省级科研、人才平台。公司先后被评为“全国优秀民营科技企业”、“国家级高新技术企业”、“全国两化融合示范企业”、“国家技术创新示范企业”、“全国工业品牌培育示范企业”、“江西省‘百强企业’”、“赣州市市长质量奖”、“国家火炬计划重点高新技术企业”、“江西省资源节约先进集体”、“江西省信息化工作先进单位”、“光彩之星”、“企业文化建设优秀单位”、“‘十五’制造业信息化重点示范企业”、“‘十五’期间“安全生产先进单位”、“中国质量诚信企业”等荣誉称号。公司以“创造价值、成就希望、奉献社会”为宗旨，以“勤奋、务实、创新、发展”为精神，凭借在行业领先的技术水平及市场拓展能力，面向全球稀土市场提供高性能增值产品和多元化解决方案，力争为社会发展提供最好的稀土应用产品和服务！

2.3主要工作成员及承担工作情况

本标准主要起草人及承担工作情况见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 龚斌、姚南红 | 标准框架的设计；标准文本的编制；组织标准意见的征集和处理；参与稀标委组织的讨论会、预审会和审定会，完成标准的报批材料。 |
|  | 氟化铽样品的收集、邮寄；分析结果数据分析。 |
|  | 氟化铽样品的分析比对；对标准征求意见稿、各阶段文本提出修改意见。 |

3.主要工作过程

3.1 预研阶段

2020年10月，虔东稀土集团股份有限公司根据国内氟化铽实际贸易及使用情况，结合国内氟化铽生产、使用厂家的调研情况，提出了《氟化铽》标准研制计划。

3.2 立项阶段

2020年11月25日，虔东稀土集团股份有限公司向全体委员会议提交了《氟化铽》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证结论为同意行业标准立项。有秘书处组织委员网上投票，投票通过后转报工业和信息化部，并挂网向社会公众公开征求意见。

2021年12月，全国稀土标准化技术委员会下达了《氟化铽》行业标准制定任务，项目计划编号为2021-0729T-XB，周期为24个月，由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

3.3起草阶段

任务下达后，虔东稀土集团股份有限公司内部建立标准起草团队，并联合参编单位建立《氟化铽》标准项目微信讨论群。根据现行市场氟化铽的需求，确定了标准的适用范围、技术要求、实验方法、检验规则、 包装、运输、贮存及随行文件内容，形成《氟化铽》标准征求意见稿及其编制说明。标准编制单位讨论意见如下：

1、“1范围”有研稀土新材料股份有限公司、有研稀土高技术有限公司提出“建议删除“主要供制备金属铽、含铽合金、磁致伸缩材料及渗铽工艺等用”中磁致伸缩材料，原因是氟化铽不是磁致伸缩材料的直接原材料；建议删除与“金属铽、含铽合金”名称不对等的“渗铽工艺””。部分采纳, 删除用于磁致伸缩材料；“渗铽工艺”改为“钕铁硼磁体渗铽工业等用”。

2、“5技术要求中，表1氟化铽的化学成分” 赣州晨光稀土新材料有限公司、山东南稀金石新材料有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、有研稀土高技术有限公司、包头稀土研究院、中稀天马新材料科技股份有限公司对产品牌号、F含量、REO、等指标提出意见，此部分将在标准预审时充分讨论。

3、“6试验方法”有研稀土新材料股份有限公司、有研稀土高技术有限公司，提出“建议统一“XXX的分析方法、XXX的测定”表述用语”，采纳；包头稀土研究院，提出“氟化铽中氧含量（O）的测定按 GB/T 12690.4的规定进行不妥，此方法为测定稀土金属及氧化物中氧含量，建议样品的前处理部分给出附录，其他部分按12690.4的规定进行。”采纳；中稀天马新材料科技股份有限公司，提出“6.1.7水分，烘干温度应该为350℃，烘干时间2.5小时为宜” 不采纳，参照同类氟化物产品标准。

4、“7检验规则”包头稀土研究院提出“化学成分分析结果不符合本文件规定时，则判该批产品为不合格。”建议修改为“化学成分分析结果不符合本文件规定时，则从该批产品中取双倍试样对不合格产品进行重复检验，如仍有任一不合格项，则判该批产品为不合格。””采纳。

5、“附录A”， 赣州湛海新材料科技有限公司提出“A.1.3.4、A.2.3.4，建议使用聚四氟乙烯烧杯和聚四氟乙烯表面皿”，部分采纳，不盖表面皿。删除A.2.3.4；山东南稀金石新材料有限公司提出“A.1.3.4将烧杯改成150mL聚四氟乙烯烧杯；2、表面皿建议不盖表面皿（日常操作过程中盖过表面皿，非稀土杂质高，表面皿还腐蚀”，采纳；

3.4征求意见阶段

3.4.1 意见征集稿Ⅰ征集

2022年10月9日，虔东稀土集团股份有限公司将征求意见稿Ⅰ发给行业内多家单位征求意见，发放单位覆盖科研院所、生产企业、应用单位等。

2022年10月21日，共收到18家单位的反馈意见，其中5家单位表示无意见，13家单位提供了反馈意见表，详见《征求意见稿 意见汇总处理表》。经汇总各方意见，形成标准预审稿。

2022年10月25日《氟化铽》标准在中国有色金属标准质量信息网上公开征求意见。

3.4.2预审阶段

2022年10月27日全国稀土标准化技术委员会组织召开了2022年第八次工作会议（线上会议），会上对《氟化铽》行业标准进行了预审，与会代表对该标准的征求意见处理表、编制说明、预审稿等预审阶段材料进行了认真细致的讨论，现将与会专家的意见和建议汇总如下：

1、“2规范性引用文件”中,将GB 39176《稀土产品的包装、标志、运输和贮存》调至首行。

2、“5.1 化学成分”， REO、F的指标另外安排会议继续讨论；“ω（H2O）”，修改为“250℃挥发分”。

3、6.1.3中将“氟”修改为“氟（F）”。

4、6.1.6中，“设备需满足附录C的规定要求”修改为“样品的前处理部分按附录C的规定进行”。

5、 6.1.7中，“水分量（H2O）”，修改为“250℃挥发分”。

6、 “6.2 外观质量”中，“用目视检查”修改为“目视检查”。

7、“7.1.2”中，“如检验结果与本文件规定不符时，应在收到产品之日起2个月内向供方提出，”。修改为“如检验结果与本文件规定不符时，应在收到产品之日起1个月内向供方提出”。

8、“7.4.1”中，“化学成分和外观质量的取样件数按表2的规定进行”修改为“化学成分和外观质量的取样件数按最小包装单元的100%取样。”。

9、“附录A、B”中，“除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。优先使用有证标准溶液。”格式修改首行空2字符。

10、A.1.3.1 及B.1.3.1中，“称样量0.5775g”修改为“0.5770g，精确至0.0001g”

11、附录C增加前处理步骤。

12、增加附录D, 挥发分（250℃）量的测定方法。

3.4.3讨论会阶段

2022年11月30日，起草单位虔东稀土集团股份有限公司组织有研稀土新材料股份有限公司、赣州歩莱铽新资源有限公司、包头稀土研究院等11家起草单位继续讨论化学成分指标，稀标委秘书处出席会议，会议纪要如下：

1. 会上对氟化铽的REO的指标给出2种方案，以“理论值±分析误差”，即86.57%±0.6%表示，或者以86%±1%表示。为了确定行业中氟化铽的REO具体范围，会上决定由虔东稀土、赣州步莱铽、有研稀土、包头稀土研究院、中天捷晟五家参与单位各提供一个样品进行比对，检测项目情况如下：



1. 表中“250℃”挥发分的表述不对，挥发分是指有机质的挥发，应改为“灼减量”表述。

2022年12月12日-2023年2月2日，5个氟化铽样品完成实验室间结果比对。

3.4.4意见征集稿Ⅱ征集

2023年2月8日，虔东稀土集团股份有限公司将预审会后形成的征求意见稿Ⅱ发给行业内多家单位征求意见，发放单位覆盖生产企业、应用单位、科研院所等。发送单位包括中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司等18家单位。

截至2023年2月20日，收到回复的单位数18个，回复并有建议或意见的单位数12个，详见《征求意见稿Ⅱ意见汇总处理表》。

2023年2月21日，《氟化铽》在中国有色金属标准质量信息网上公开征求意见。

3.5审定阶段

。

3.6报批

。

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：本标准根据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 20001.10-2014《标准编写规则 第4部分：产品标准》的要求进行编写；

（二）适用性：征集并汇总了生产企业及使用企业的意见，查阅文献及技术要求，使本标准尽可能符合氟化铽生产、使用企业的实际需求；

（三）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，为氟化铽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。

三、标准主要内容及其确定依据

1、范围

氟化铽有湿法工艺和干法工艺，湿法工艺生产电解用氟化稀土生产工艺在《产业结构调整指导目录（2011年本）》中明确为淘汰类项目，但氟化铽用于金属铽还原工艺，不属于电解工业，故本标准考虑的产品涵盖了干法和湿法工艺，统称为化学法。氟化铽是生产金属铽及含铽合金的原料，也用于钕铁硼磁体掺铽工艺使用。根据以上用途，确定了本标准氟化铽的范围。

2、产品牌号的确定

氟化铽由氧化铽和氟化氢反应制得，现行国家标准GB/T 12144-2009《氧化铽》中有六个牌号，分别为：2N5、3N、3N5、4N、4N5及5N。根据原料的标准，确定氟化铽最低牌号定为TbF3-2N5。氟化铽是生产金属铽的原料，现行国家标准GB/T 20893金属铽最高牌号为4N。因此，综合以上因素，确定本标准氟化铽为三个牌号，分别为：TbF3-4N、TbF3-3N、TbF3-2N5。

3、技术要求的确定

1）氧化铽的质量直接影响氟化铽产品的技术要求，在生产过程中除考虑NiO（反应釜引入）的引入外，其他指标均为原料自身带入。

2）氟化铽理论折氧化铽REO为86.57%，理论含氟量为26.40%。结合实际氟化铽检测结果的数据，最终标准中REO含量确定为86±1，F含量确定为26±1。

3）O的指标是衡量氟化是否完全的重要依据。

四、标准中专利及涉及知识产权情况

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等情况

1项目的必要性简述

氟化铽是生产金属铽及铽类合金的重要原料，2021年金属铽的产量为393吨，折合氟化铽550吨。金属铽和铽铁合金常被用作高性能钕铁硼永磁材料的改性添加剂。

2017年7月，工信部发布了《重点新材料首批次应用示范指导目录（2017年版）》，11种稀土功能材料作为“关键战略材料”列入目录，而“钕铁硼永磁体”作为重点新材料名列第二。钕铁硼永磁材料自80年代问世以来，以优异的磁性能被广泛应用于汽车、风电、航空航天、军工等各个领域，近年来在风力发电、新能源汽车等方面的需求量不断增加，这对钕铁硼永磁材料的矫顽力和温度稳定性提出了更高的要求。

此外，随着高新技术产业的兴起，高纯稀土金属及合金靶材在新能源汽车、集成电路、新型显示、5G通讯等领域不断得到新的应用，铽金属靶材属于国家稀土稀有金属新材料研发和产业化项目重点支持的对象之一，通过稀土铽靶材薄膜渗透的方式可减少高价稀土金属用量90%。

查阅相关文献资料，国内外均没有相关标准。为了规范氟化铽产品市场，提升氟化铽产品质量，有必要建立相应的氟化铽产品行业标准，为生产方、用户、贸易方提供有效指导。

2项目的可行性简述

项目提出单位虔东稀土集团股份有限公司生产氟化铽至今已20余年，2021年产量在80吨左右，市场占有率达20%。虔东稀土集团股份有限公司生产金属铽也近20余年。因此，他既是氟化铽的生产单位也是使用单位，在制定氟化铽标准时有可靠的技术内容作支撑。

近年来虔东稀土集团股份有限公司主持制修订了多项标准：《金属钐》、《钕铁硼生产加工回收料》、《金属铈》、《氟化钇》、《氟化镨》、《钕铁硼废料化学分析方法》、《钕铁硼合金化学分析方法》、《稀土废渣废水化学分析方法》等等，参与了多项标准的起草及验证工作，在稀土标准的制修订方面，累积了丰富的经验。因此，无论是技术能力还是标准制定经验，虔东稀土集团股份有限公司都有一定的工作能力来承担该标准的主起草工作。

3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

氟化铽标准制定能为氟化铽价值评定、技术要求、试验方法、检验规则提供参考依据， 通过标准的建立，为相当一部分企业在氟化铽的分析活动中提供最基本的技术依据，节省大 量人力物力，创造出良好的社会效益和可观的经济效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，国内外无相同类型的标准。本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，强制性国家标准及相关标准的关系

本标准属于稀土行业推荐产品标准，领域内没有其他相关国家、行业标准。

本标准在制定时，在规范性引用文件上按我国标准体系作了调整和编辑，在标准的技术要求、试验方法、标志、包装、运输、贮存等方面与国内相关标准协调一致；《氟化铽》标志、包装、运输、贮存内容直接引用和贯彻执行了国家强制性标准 GB 3916 《稀土产品的包装、标志、运输和贮存》，从技术上保证了产品的包装、运输安全可靠，条文精炼表达清楚，技术要求全面，准确、科学、合理；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和相关法规，符合GB/T 1.1 的有关要求。

八、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。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

 本标准规定了氟化铽的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存及随行文件，属于产品标准，不属于安全性标准。根据标准化法和有关规定，建议本标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

——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，应对氟化铽的特性有充分的了解，应认真解读该产品标准。

——发布措施

建议本标准批准发布6个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为推荐性行业标准，首次制定，无废止建议。

十二、其他应予说明的事项

无。

虔东稀土集团股份有限公司

2023年2月