

出国技术考察报告

美、法、日稀土技术考察

(一)

(内部资料·注意保存)

全国稀土推广应用领导小组

办 公 室

一九八一年十一月

前 言

由国家经委、科委、外贸部和冶金部四个单位组成的中国稀土考察团，一行十二人，于 1980 年 8 月 18 日至 10 月 2 日考察了美国、法国、日本的稀土工厂，科研和学校共二十四四个单位（计十二个工厂、十个研究所和两个大学 详见附（一）），并和二十三个厂商（详见附（二））进行了座谈。这次考察的任务除了解这三个国家的稀土工业技术发展水平外，同时通过与厂商座谈介绍我国稀土资源雄厚情况，调查国际市场对我国稀土的要求。

由于时间短，参观单位多，了解情况不甚详细，错误不足之处在所难免，希望读者指正。

国家经委 科委、外贸部和冶金部赴美、法、日稀土考察团

李东英	毕意明	刘耀宗
	济高	邹 琼
	文成	刘余九
唐克峰	达立诚	葛柱森

目 录

前 言	
一、美、法、日三国稀土资源及对我国稀土的需要	1
二、美国、法国、日本稀土工业技术	6
(一) 美、法、日三国稀土生产、科研技术水平	6
1. 稀土矿物资源	6
2. 矿石的前处理	7
3. 稀土萃取分离的技术水平	8
4. 高纯稀土氧化物的分析检验	9
5. 关于稀土新材料	11
(二) 我们同美、法、日三国在稀土生产和科研水平上 差距的认识和几点建议	16
1. 对国外水平和我们差距的认识	16
2. 我国稀土工业。技术水平和科研的差距	17
3. 几点初步建议	17
三、世界稀土市场	19
(一) 世界稀土市场概况	19
(二) 国际市场价格	26
(三) 扩大我国稀土市场的几点建议	26
附：见 (二)	
(一) 考察的工厂、研究单位	
(二) 参加座谈的厂商	
(三) 考察有关单位所了解的	
1. 日本钇公司	
2. 东京电气化学工业 (T	
3. 东北金属化学	
4. 三井金属矿业中央研究	
5. 日立中央研究所	
6. 井上 Japax 研究所	

7. 大阪大学化工部
8. 芒特帕斯矿区
9. 核公司化学制品研究部
10. 卢维尔斯工厂
11. Ray Theon
12. 美国通用电气公司石英和化学制品部及发光中心
13. 美国环境保护局
14. 阿尔商国立试验室
15. 格雷斯公司戴维逊化学部
16. 阿姆斯试验室
17. 联合石油公司科学技术部
18. 匹兹堡大学化学系
19. 罗纳普朗克公司 Auberibliers 研究中心

一、美、法、日三国稀土资源及对我国稀土需求

美、法、日是世界上三个稀土大国，三国的稀土产品（折合氧化物）占世界总量（我国未计在内）的百分之八十五以上，其中美国第一，年产量在16000吨左右；法国第二，约5000吨；日本第三，约3500吨。它们的工艺技术和产品质量都是世界第一流的。但在稀土资源方面，除美国有较丰富的轻稀土资源外，日本和法国的稀土原料都是百分之百依靠进口。

美国的稀土资源，在国外是占第一位的。著名的芒特帕斯（Mountain Pass 属联合石油 Union Oil 集团的钼公司 Molycorp），据介绍有工业储量290多万吨（氧化物），可供他们一百年使用，是个轻稀土（氟碳铈镧矿）资源，美国重稀土则多取源于放射性铀的副产品。原料品种不全是美国稀土资源的大缺点。因此美国稀土虽丰富，但仍需要进口。美国 Mountain Pass 的稀土精矿品位较高，含稀土氧化物可分别达到60%、70%和90%（经酸浸、焙烧后的产品），不但供本国使用，还行销日本和西德。据称他们垄断了世界稀土原料市场的60%。美国稀土产品的生产和应用也是占第一位的，每年消耗稀土数量占世界的一半以上，他的研究单位和相应的大学在稀土的基础科学研究和应用研究方面都处于领先地位。因此加强和他们的联系是会加快我们前进速度的，而且他们中间不少著名人士也表示愿意和我们合作，如美国爱欧华大学的艾姆斯研究室，匹兹堡大学化学系等都是非常热心友好的。

法国的罗纳—普朗克（Rhone Poulenc）集团垄断了法国的稀土工业。它的原料（独居石）完全依靠进口，主要来自澳大利亚、其次为印度、巴西，再次为肯尼亚、印尼和马来西亚。为了保证矿源畅通、法国采取多头引进的方针。Rhone Poulenc 是世界上著名的化工垄断集团之一，其资本和技术力量是雄厚的、竞争力强，因此它的产品还打入了美国市场，并且还在美国的得克萨斯州建立稀土生产工厂，以独居石为原料，预定在1981年投产，到1982—1983年发挥全能力。

日本的稀土工业过去主要掌握在分散的中小厂商手中，近年来大的财团如

三井、三菱、住友、伊藤忠、信越也开始重视稀土原料工业的开发，日本的稀土原料全靠进口，以去年（1979）为例：日本共进口各种稀土原料5700多吨，折合氧化物3500吨，其中从美国Molycorp进口的原料占三分之二（2300吨）全部由三菱商事代理。此外三菱化成公司，正在马来西亚建厂，年产氯化稀土四千吨，相当于处理独居石四千吨，原料一半来自本地，一半要从澳大利亚进口。这个厂今年四月动工，预定明年年底建成，建成之后，日本氯化稀土的进口量，预计将大为减少。

我国稀土原料进入日本市场是1978年。据日方统计，这一年从我方进口氯化稀土七十吨，次年（1979）猛增到1037吨，今年1—4月共进口了511吨（相当年进口1400~1500吨规模），约占日本进口氯化稀土的58%，但在整个稀土原料进口额中只占13%强，居于次要地位，当马来西亚的氯化稀土厂投产后，竞争将是激烈的。

通过这次对三个国家的考察，主要达到了以下目的：

1) 在世界上三个主要稀土生产国中介绍了我国稀土资源的雄厚力量，并对比了世界上其它资源，验证了我国的稀土资源，不但数量是世界第一，而且品种齐全、独具特点；

2) 提高了我国稀土工业在国际上的地位；

3) 明确了国际市场对我国稀土原料的要求和意见，找到了改进的方向；

4) 初步建立了联系，探讨了双方都能接受的合作方式，为进一步发展关系打下基础；

5) 了解了当前稀土科学技术正在进行的研究工作和发展方向。

我国的稀土资源过去不为世人所知，国外统计资料中对我国的稀土资源是没有记载的。自从前年开始对外开放后，才渐渐透露出去，这样大的稀土资源是他们过去所想象不到的。英、法、德、日没有稀土资源，自不在话下，就是美国的稀土原自认是世界第一，其资源也仅相当包头矿的十几分之一。除我国外，全世界的稀土资源（工业加远景）储量是3400多万吨，还小于包头主、东矿体中的稀土工业储量（3500万吨）。包头矿如再加上围岩和远景的一亿吨又将比全世界总量多三、四倍。我国稀土资源的另一特点是品种齐全，凡是世界上属于优质的稀土矿（独居石、氟碳铈镧矿、磷钇矿）我国都有，而且还有像含电子工业急需的钇、钆、铈、镱特别富的江西离子型的稀土资源，当前在世界上还没有第二处。这些情况在这次与三个国家的稀土界会谈时，都得到公认，但带来的反映是复杂的。

1) 对有这样的稀土资源和潜在的生产能力表示震惊（日本人语）。担心中国大量出口稀土产品会冲击国际市场，造成“混乱”，或担心大量出口，将影响其价格和利润（美国钼公司意见）。

2) 原想将我国限制为原料的出口国，在技术上进行封锁，或对技术合作索价甚昂。如美国（钼公司）的合作方案，要求在合作的十五年中，对我国生

产稀土的增产部分要抽头十二年；法国则想以矿石处理的技术来换取对我国稀土的出口的批准权；日本（三德金属）则一再宣传要合作得参加他们的稀土“家族”。但在我们介绍了我国解放以后三十年来稀土科学和工业的发展情况并分送了我国稀土产品的样本和样品后，对方明白想用技术封锁来控制是办不到的，承认在平等互惠的原则下进行合作，对双方都是有好处的。

我国的稀土原料在国际市场的反映是好的，如氯化稀土的质量，美国和日本都满意，特别是以包头矿为原料的产品，含氧化钕比美国、印度的都高，所以在国际市场上很受欢迎，如能再压低价格则将是所向无敌的。再有对江西的稀土富集物，由于含钇高，或含钐、钕高，美、日、法都非常感兴趣，都希望能够立即定货，愿意签订长期合同，但对包头的稀土精矿一时还不适应，因成分复杂，与他们传统使用的稀土原料（独居石或氟碳铈铀矿）不一样，我们必须研究解决如何对口问题。同样包头产的稀土合金如不降低含钕量，则也难以出口。

美、日、法三国的稀土厂商都表示愿意和我们合作，但都希望一家独揽，具有排他性。在贸易方面，多次表示愿成为我国稀土矿产的国外代理，表现最积极的有日本的和光物产（原是印度稀土的代理）、白水通商。日商岩井已与我五金矿产进出口总公司签订了三年供氯化稀土1000吨的合同。

美国的钼公司和商业金属（Cometals）也都积极表示愿为我国稀土在美国的代理。

法国的罗纳—普朗克公司表示愿在逐步积累的方式下进行合作。

至于稀土的用户则希望能够直接和我国挂钩，如日本的东京电气化学公司（TDR）、美国的Ronson和Grace等。

在与三国的稀土专家会谈中，使我们感到普遍对稀土的发展前途是充满信心的，这也是为什么尽管当前世界的用量（不过三万吨）和市场（不过一万多吨）容量并不大，产值也不高，但是有识之士，仍重视稀土工业的发展。过去稀土的应用由于受资源少的限制，不能大发展（美国钼公司的芒特帕斯资源又被认为奇货可居，抬高市场价格），现在有中国这样大的稀土资源为后盾，剩下的问题是如何降低成本，推广用途。

3）在开拓用途扩大生产的前景方面，国外认为在数量上，有广阔前途的。一个是在冶金（包括高强度低合金钢和球墨铸铁），一个是石油化工所需含稀土的触媒，数量将愈来愈多。在玻璃陶瓷方面的应用也将随光通讯的发展发挥稀土的重要作用。

至于单一稀土潜力还远没有充分挖掘。稀土钴磁性材料正在不断更新，贮氢材料更是方兴未艾，荧光材料将使未来照明更加丰富多彩。在半导体和超导方面正在探索中。

通过这次访问，也了解到国外对我们稀土产品存在问题的反映，如稀土产

品的对口问题，我国当前对外贸易的多头并进问题，长期稳定地供货问题等。

综合以上情况，对如何充分发挥我国稀土资源优势，促进稀土技术贸易的发展，提出以下几点看法：

1) 联合起来，统一对外。这次我们在国外考察期间，接触到的外国厂商，对我们当前的外贸的多头对外感到迷惑不解，牵涉到稀土方面，外商就经常问我们两个进出口公司（外贸部的五金矿产进出口总公司和冶金部的中国冶金进出口公司）到底找哪一家。谁是对外的总口，现在各省市也在对外，同时国内的生产，基建科研，标准等也亟待协调。因此建议在原全国稀土应用领导小组的基础上，扩大职能（不只是应用推广，兼及规划协调），扩大组成成分，改全国稀土应用领导小组为全国稀土领导小组，领导小组成员应把与稀土有关的省市（如上海、江西、湖南、广东）的计委主任都包括进来。在全国稀土领导小组的领导下组织全国稀土协会，把有关稀土的生产、科研、教育、应用和贸易等单位 and 代表人物都吸收进来，在充分尊重各方面自主权，发扬优势，民主自愿的前提下，协调规划分工，统一对外。改进领导方法，方便基层，成为服务性机构。其中设有从事国外情报研究和交流，市场分析，政策研究，图书资料的复制传播等工作单位。在涉及基层单位与外贸的关系时本着经委的“四联合，两公开”（联合办公、安排生产、对外洽谈、出国考察；出口价公开，生产成本公开）原则办理。

2) 统一安排稀土工业规划。根据各地资源特点和国内外的需求情况，统一制订生产科研基建协作的规划。生产和建设应以包头、上海和江西为基点合理分工协作，逐步改造扩建为近代化的稀土大厂，成为世界的重点稀土产品供应基地。要创名牌货，注意产品质量、包装和运输，开展负责到底的服务性工作。认真研究国内外对产品性能的要求和使用的目的，大力开展国内的稀土产品应用推广工作，只有国内的市场繁荣起来，出口才有坚强的后盾。

价格政策关系重大，对外要统一协调，规定最低价格，以免外商钻空子；对内价格最好只规定最高限价，可向下浮动，以保护竞争，有力推广。

3) 大力开展国际合作。要让我国丰富的稀土资源能为人类的发展做出更大贡献，能得到充分的利用，同时也为我国四个现代化赚得更多外汇，需要进行积极的国际合作。鉴于我们过去的情报和市场情况都了解得很不够，至今还没有经常的正式渠道，想独自去摸索不是个好办法，可否开始采用委托国外代理的办法，聘请有经验的专家顾问，特别是外籍华人中的专家学者，不少有经验的热心人士，他们的力量可以借用，还有现在派出的留学生实习生中也可选拔培养，成为驻外的代表，逐步发展形成我方的专门派出机构。聘请外国学者、专家前来讲学，顺便可洽谈顾问代理等事，人选如：

美国的匹兹堡大学化学系主任华莱士(W. E. Wallace)教授。他曾表示愿意来中国讲学。

美国钼公司的芒特帕斯厂前总经理柯尔(James .W . Cole) 向我驻美使馆表示愿为稀土工业顾问事访华洽谈。

日本大阪大学的盐川教授也是很出名的，可以延聘。

涉外工作的保密问题，全国要统一口径，江西稀土资源世间独一无二，在一定期间应严格保密，对外不能开放。

定期会谈的方式，这次美国，法国和日本的一些单位都表示愿意采用这种办法。以交流相互感兴趣的事宜，必要时可签订具体协议。美国的钼公司、法国的罗纳—普朗克、日本的三井等都是定期会谈的对象。需要以书面的形式签订协议，要请有关领导方面批准。在稀土协会成立后可由它出面办理。

4) 建议由稀土领导小组召开一次全国稀土工作会议以落实上述成立稀土协会、稀土领导小组、统一规划、协同对外事宜。

二、美国、法国、日本的稀土工业技术

(一) 美、日、法三国稀土生产和科研技术水平

1. 稀土矿物资源

日本和法国没有稀土资源，他们的稀土工业原料完全是依靠进口。日本每年约进口美国的氟碳铈铀矿及其它稀土产品约 2300 吨，稀土原料和产品的总进口量约 3500 吨，法国年进口独居石约 9000~10000 吨，稀土资源国主要是美国。根据钼公司介绍芒特帕斯矿山的氟碳铈铀矿的工业储量为 3628 万吨，平均含 R_2O 8%，故折合 R_2O 工业储量 290 万吨，若年开采量以 27 万吨计，可开采一百多年。我国白云鄂博矿的 R_2O 工业储量为 3500 万吨，即相当芒特帕斯矿储量的 12 倍。日、美、法三国的稀土厂对我国如此巨大的稀土资源十分重视，唯恐我国以廉价的稀土产品向世界市场倾销，因此，日本、法国的稀土生产厂以及美国除钼公司以外的稀土生产厂如格雷斯公司和隆森公司都十分希望从我国进口稀土原料。

许多稀土生产厂虽然都想进口我国包头稀土精矿，但因矿中磷铁钙的含量均偏高，不能适应他们现有的矿石分解工艺，表示希望我们提高精矿质量或解决处理工艺后在现有设备基础上少加变动方能予以进口利用。我国包头稀土精矿目前在质量上次于美国芒特帕斯的氟碳铈铀矿。

芒特帕斯精矿的优点是纯度高，分解工艺简单，只需焙烧而不耗用烧碱或硫酸，因此，用以生产稀土产品成本较低。我国包头稀土精矿也是以氟碳铈铀矿为主的矿物，但因独居石未进行选分，铁矿、萤石未选净，故磷铁钙的含量偏高。我国包头稀土精矿与美国钼公司氟碳铈铀矿的典型分析对比列于表 1

从表 1 数据可知，如将包头稀土精矿所含铁矿、萤石和独居石选净除去，得到纯度较高的氟碳铈铀矿，就能和芒特帕斯矿质量相比，发挥我国的资源优势，有利于降低我国其它稀土产品的成本，扩大国内应用。

近年来由于萤光材料和永磁材料以及电子技术的迅速发展，对含钇、钆、铈、钕、钐等稀土氧化物的需求量正在大幅度上升，故此类氧化物现已成为世界贸易市场上的短线物资，价格也在逐年上升。我国江西省含钇、钆、铈、钕等特别富的稀土矿是提供上述材料所需稀土氧化物的极好资源。三国的稀土生

表 1 包头稀土精矿和美国氟碳铈精矿典型组成

组 成	包头稀土精矿(抽样) %	美国氟碳铈精矿 %
TRO	60	55-60
SrO	—	6.0
CaO	6-6.5	5.0
BaO	1.4	1.5
F	~7	4.0
SiO ₂	1.6	0.4
Fe ₂ O ₃	6-7	0.5
P ₂ O ₅	6-6.5	0.9
MgO	—	<0.5
Na ₂ O	—	<0.5
K ₂ O	—	<0.5
ThO ₂	0.12	最大 0.1
灼减 (CO ₂)	—	24

注：RO表示稀土混合氧化物

产厂包括美国的钼公司对此表示很大的兴趣。如何利用这一资源优势，发展我国自己的高纯氧化物的生产，这是我们需要研究的课题。

2. 矿石的前处理

在矿石的前处理方面主要是参观芒特帕斯矿山，该矿区位于美国西南部加利福尼亚的沙漠地区，矿区分三个主要部分：即采矿场、选矿厂和冶炼厂，其工艺流程早有报导，与国内相比无显著差别，但设备大型化自动化的工业水平较我国高。其特点是人少、产量大，设备安排紧凑，占地面积小。

1 采矿场概况：露天开采，现有四个掌子面，矿石爆破后，即用电铲和翻斗车运到破碎场，分两段破碎，先用颚式破碎机，再用锥形破碎机破碎。矿料用长达百余米的活动皮带输送机输送。此外还有筛分与收尘装置，全部设备露天安装。

此采矿场的特点是每班五人操作，每日一班，每班工作八日，休息四日，即可供选矿厂日耗原矿 1600吨之需，故实际班产量应在 2400吨以上，生产效率很高。如此高的生产效率，主要是依靠操作连续化和设备大型化。例如矿料搬运车，每车可运矿石 60~80吨。

2) 选矿厂概况：选矿厂先将粗碎的原矿由贮矿槽通过皮带运输机送入棒磨机进一步磨细到符合粒度要求，然后浮选选出精矿和尾矿，再用浮选自尾矿中

选出重晶石作为付产品，但重晶石需用量不大，多送至专用尾矿坝堆存。

由于其精选操作采用闭路精选工艺，无中矿产出，因此，尾矿中含RO达2%。

自破碎场运来的粗碎原矿用 $\varnothing 0.4 \times 0.3$ 米的棒磨机连续湿磨，流出料浆用弧形筛(DSM Screen)筛出粗粒返回棒磨机形成闭路作业。

浮选机尺寸估计 $2 \times 4 \times 2$ 米，每排四组，每组四槽，共四排，计64个浮选槽。其中一排用于精选重晶石，所得精矿用两台 $\varnothing 4 \times 2$ 米，转速为0.25转/分的真空转鼓过滤机过滤，滤饼厚8~10毫米，含水份30%。得到的滤饼经 $\varnothing 1.5 \times 16$ 米转窑干燥后，一部分直接包装出厂，一部分送精矿料仓(2台)，再放入水泥车送冶炼厂加工。精矿产出率为10%，平均含RO 62%，选矿回收率为75~80%。

3) 冶炼厂概况：芒特帕斯冶炼厂包括精矿的酸泡、焙烧、酸浸和萃取，生产铈镧富集物和高纯氧化铈。冶炼厂厂区的左前方现正在兴建钇钆分离车间，预计1981年年底建成，目前产出的铈镧钆和钇钆富集物送罗维尔斯厂进行分离。大部分设备系露天安装，萃取未让参观。估计厂房宽12米，长50米，高10米。高纯氧化铈的生产设备也在此厂房内，整个厂区占地约10000米²。可年产氧化铈7500吨，氧化铈8~9吨，可见生产能力和生产效率都很高。因设备安装紧凑，精矿焙烧用竖炉，故占地面积小。与我国比较，国内各厂一般人数较多，产量较低，厂房占地面积较大，管理费用高，这些都是成本高的一个重要原因，很值得注意。

芒特帕斯矿区三个部分的工作人员总计仅有150人，其中管理人员50人，年处理精矿为5万吨，折合RO 30000吨，实际产量一般为15000~16000吨。看来我国稀土产品要在国内推广应用或是打开国际市场，争取外汇，必须首先提高质量降低成本，发展较有基础的大厂，提高工业技术水平。

3. 稀土萃取分离的技术水平

目前国外稀土萃取分离工艺技术水平集中表现在如下几方面。

1) 萃取设备：萃取设备都采用混合澄清槽，但萃取工艺过程，如法国罗纳普朗克公司的拉罗歇尔厂通过在线分析全电子计算机控制，已实现了工艺条件最佳化，料液流量自动化。

据罗纳称他们所用数学模型为热力学模型，而美国钼公司则用经验模型，所需基础数据部分来自资料，部分用小型试验求得，用微处理机求取最佳工艺条件，最后扩大试验验证。钼公司认为安装在线分析和计算机控制，投资大，如产量小，不经济。

在美国我们参观了卢维尔斯工厂的萃取中间试验工场，试验用萃取槽尺寸为 $10 \times 50 \times 25$ 厘米，流量用带有数字显示的转子流量计和涡轮流量计，据称流量可以自控，每日积累误差很小，但未设在线分析。

钼公司罗维尔斯试验车间的萃取槽，用聚乙烯整体压制的，渗漏现象少，

而在法国罗纳试验中心看到的萃取槽用整块有机玻璃车成的。在日本信越武生工厂萃取高纯钇用的萃取槽用塑料整体压制，混合室的搅拌轴用填料密封。日本钇公司，信越武生厂以及美国钼公司的萃取工艺设备，虽然没有实现电子计算机控制，但都实现了流量自控，萃取槽尽量密封，车间干净无明显有机气味。

2) 工艺水平：萃取分离的稀土产品多，纯度高。钼公司的罗维尔斯工厂萃取分离 4~5N Y_2O_3 为 136 吨/年，3N~4N La_2O_3 、 Sm_2O_3 、 Pr_6O_{11} 、 Nd_2O_3 和 Gd_2O_3 高纯单一稀土氧化物总计 227 吨/年

用萃取分离提取 5~6N 的 Nd_2O_3 ，说明萃取工艺水平的进展。钼公司罗维尔斯试验厂，采用 4N 的 Nd_2O_3 进料，通过 160 级萃取分离，可生产 5~6 N 的 Nd_2O_3 ，这一点值得注意。

高纯稀土产品的生产工艺上，目前比较普遍的趋势是用萃取法代替离子交换法，但日本钇公司和信越武生工厂提取高纯钇时，萃取和离子交换法两种工艺并用，并认为两者的成本差距不大（在日本 EDTA 价格为 1000 日元/公斤，重碳酸价格 600 日元/公斤）。钇公司自 EDTA 淋洗液中回收 EDTA 收率达 96%。目前美国 Ames 实验室鲍伟尔博士仍在进行的高温离子交换试验应予注视。

国内萃取法的推广应用，在降低成本方面已取得显著成绩，目前正在研究的最佳工艺应继续进行，但同时离子交换亦应深入研究，给予其新的生命力。国外也并未把离子交换全部放弃，还在继续研究工作。

4. 高纯稀土氧化物的分析检验

分析检验是高纯稀土产品过程中的一个重要环节，据法国罗纳普朗克公司称，分析检验往往比分离提纯更加困难。由于稀土生产厂商之间的激烈竞争，稀土产品的销售、价格和数量，甚至产品的内控质量指标和检测方法都带些保密。据美国钼公司称：分析方法虽不属于专利范围，但各稀土生产厂的分析方法都不公开，自认为自己的分析方法好，无统一公认的分析方法。

美国钼公司主要是用 X 射线激发的光学光谱和原子吸收法，现正在研究并开始部分采用直流等离子光谱。他们认为对于高纯稀土氧化物最好多备几种分析方法，以便相互核对。至于 X 射线荧光光谱主要用于中控。

X 射线激发光学光谱，在钼公司卢维尔斯工厂分析室看过表演和介绍，以后在 Ames 实验室也看到过实物和介绍，最后在法国也了解到他们也有此种方法。但美国的高纯单一稀土生产厂 Nucor 则宣称他们的全部稀土产品用发射光谱检测。

X 射线激发的光学光谱，据介绍在市场上无现成商品仪器出售，是用买来的单元部件自行装配。主要部件有电子枪，样品室，光栅及光电倍增管，此外还有电源，计算线路和分析结果打印等配件。主要原理是试样在 X 射线照射下能发生二次发射，利用其二次发射中心的磷光经过分光扫描所得谱线来检测微量杂质。此法最适用于在 Y_2O_3 、 La_2O_3 、 Gd_2O_3 等氧化物中测定微量其它

稀土元素，但不适用于测定 Eu_2O_3 中的稀土杂质，这是由于 Eu_2O_3 本身有较强的二次发射磷光，对其它稀土杂质的特性谱线干扰大。

仪器中所用光栅有两种，一种适用于 $180\sim 300\text{nm}$ (low blaze)，一种适用于 $300\sim 750\text{nm}$ (High blaze)，可用旋钮选择，但 Nd、Yb 等元素的特性谱线位于 $800\sim 1100\text{nm}$ ，则须更换光栅。扫描速度可调。电子枪 50Kv ， 40mA ，用于冰冷却至 -60°C ，背景干扰少。

钼公司声称用此法测定高纯氧化钇中稀土杂质已近十年，现将他们口头介绍的灵敏度与我国直接光谱和化学光谱的灵敏度对比如下：

表 2 氧化钇中测定稀土杂质的灵敏度 (ppm)

名 称	发射光谱	X射线激发 光学光谱	化学光谱
Pr	10	0.2	0.17
Nd	3	0.7	0.05
Sm	1	0.2	0.017
Eu	0.5	0.06	0.01
Gd	3	2.5	0.05
Tb	10	0.01	0.17
Dy	0.5	0.01	0.17
Ho	3	不能测	0.17
Er	1	7	0.17
Tm	0.5	0.8	0.17
Yb	0.1	0.8	0.0017

等离子光谱的研究国外也在积极进行，钼公司的卢维尔斯厂分析室内有一台直流等离子光谱仪，经介绍正在进行试验研究，并在 1980 年 9 月在波士顿的全国光谱激发和分析会议中提出一份报告，据称测 ThO_2 的灵敏度高。

Ames 实验室则在进行高频感应等离子光谱的研究工作。他们认为 Icp 比 Dcp 更优越，Icp 的主要优点是：

(1) 灵敏度高，可测 ppb 级的微量杂质；(2) 激发温度高（等离子体温度 10000°C ，试样温度 8000°C ），故基体元素和各种杂质元素间的相互作用少，干扰少，可不作或少作背景校正；(3) 不用电极，故污染源少。唯一缺点是仪器价格较高。法国罗纳称新买的等离子光谱仪最近才到货，故尚未开始工作。

此外在 Ames 实验室还看到激光质谱正在进行试验，所用仪器系在 Nuclide 厂生产的质谱仪基础上自行改装的，有 YAG 激光器。由于激光光束能量高度集中达 $10^9\text{瓦}/\text{厘米}^2$ ，故离子化效率很高。

分光光度法是一个较老的分析方法，但钼公司和法国罗纳均仍在使用。法国罗纳称在仪器性能较稳定的情况下，加长比色槽长度，可以得到较好的灵敏度，他们用的比色槽长达 25 ~ 30 厘米。

以上说明，国外分析仪器的的发展十分迅速，这些仪器现已大都备有微处理机，可以直接显示或打印分析数据，故工作效率高。这也是其生产科研能够领先的一重要关键。我国稀土工业要提高水平，降低成本，推广应用或打入国际市场，亦必须要抓测试分析，抓仪器制造。目前国内分析仪器的生产水平尚不高，仪器质量差，故现阶段应考虑引进一些分析仪器还是必要的。

5. 关于稀土新材料

这次在考察日本、美国和法国稀土工业和贸易市场的过程中，参观了解了日本和美国部分的稀土——钴永磁、稀土抛光粉的生产情况，同时通过座谈了解了稀土萤光粉，以及正在研制中的部分稀土新材料的情况，兹就有关这方面的技术水平等问题分述如下：

1) 稀土钴合金永磁材料：参观了生产此类材料的三个厂家：日本的东北电气化学 (TDK) 成田工厂；信越化学武生工厂下属永磁体生产车间和美国 Raytheon 公司。这三家生产稀土钴永磁合金的工艺特点均采用合金熔炼法，只是使用的单体设备，质量控制有些差别。其中 TDK 成田厂是 1978 年建成的新厂，生产过程连续化程度较高，工艺规程控制严格，设备较先进。看来能代表目前采用合金熔炼法生产 $\text{Sm}-\text{Co}$ 合金永磁体工艺水平。

TDK 成田厂的工艺过程和特点如图 1

TDK 成田厂 1:5 系和 2:17 系的稀土钴永磁体的生产能力各为 4 吨，目前的产量前者为一吨，后者为四吨。武生厂只生产 2:17 系的永磁体，生产能力保密。而 Raytheon 公司则以买来的 SmCo_5 粉末为原料，主要生产军工用的性能稳定、保温度系数低的高质量产品。从 TDK 的工艺流程和信越武生、美国 Raytheon 公司的生产技术水平与我国生产 $\text{Sm}-\text{Co}$ 永磁技术水平相比，他们的工艺技术具有以下特点：

(1) 采用自动化和效率高的单体设备：如采用气流粉碎机，用液氮和甲苯使粉末输送管道化，减少了粉末和空气的接触。合金粉末在磁场下成型时，使用自动成型机，省去了人工加料和操作退模。磁性能测试使用 YEWD $\odot$ TYPE 3259-3 测试仪，可以自动记录和计算退磁曲线，并用电子计算机打出数据。测一个样的退磁曲线及 B_r 、 H_c 及 $(HB)_{\max}$ 值只需 1~2 分钟，而我国则要 5~10 分钟。

(2) 工艺条件及产品质量从头至尾严格控制：合金熔炼至成品各工艺步骤中采取各种严格的防止空气中氧等杂质对合金粉末和成型的半成品污染的有利措施。如真空包装和半成品在烧结前的脱气，TDK 自行设计的分段连接烧结设备使 1120°C 烧结和随后的 900°C 热处理以及急冷，在温度控制上更近于理论要求等。从而有利于提高产品性能，严格控制规格质量。对烧结后的产品，

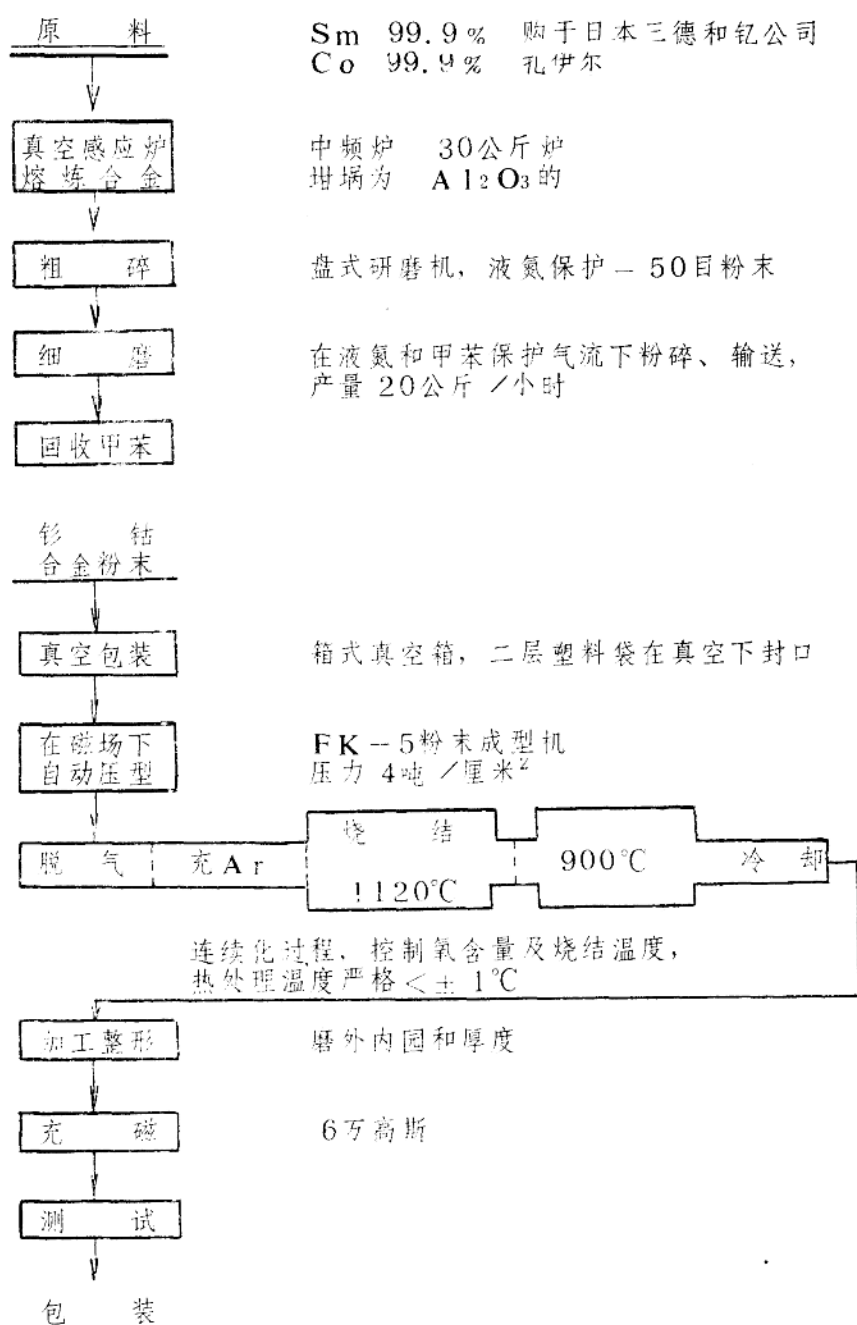


图 1 TDK 成田厂生产稀土—钴永磁材料的工艺过程和特点

每一个都经过精正表面加工，抽样进行性能测试。

(3) 稀土钴永磁合金的产品规格和品种多：生产的产品，最大磁能积可由 10 至 30 MGOe，不但磁性能较好地满足各种用途，而且磁性能的稳定性亦较高。据 Raytheon 公司介绍用 SmCo_5 永磁透镜设计的行波管，磁场稳定均匀，温度系数低，使用寿命可达 5—10 年之久。

(4) 稀土钴永磁材料实际应用的领域多和用量大：国外永磁材料已正式用于各种器件而达到稳定使用的有：扬声器、微型电机、电子表和石英钟、计算机末端机、测量器、磁透镜、微波器件、陀螺仪以及装饰品的磁体材料。据信越介绍日本的稀土钴永磁的年产量为 90—100 吨/年，约占世界产量的 $1/2$ 。据 1979 年包头会议的统计，我国的 Sm-Co 合金永磁体生产能力约 5 吨/年，用量为 2 吨/年，主要用于微波电讯，少量用于电子手表，用途不广泛。

(5) 生产厂家重视理论研究并利用理论研究的成果：美国 Raytheon 公司是第一个利用 Sm-Co 合金磁性能的理论研究成果，制成 SmCo_5 永磁体的厂家之一。目前 C. Searle 和 C. Shine 等人正在从事 RCO_5 磁性材料磁化微观过程的机理以及冶金工艺对磁性能的影响研究，他们的研究成果，将直接指导生产或者发展新的磁性材料。

2) 稀土萤光粉：这次考察未能参观萤光粉生产厂家，只听了大日本涂料公司小田源工厂厂长等人和美国通用电器公司的研究人员的情况介绍并进行了座谈。此外在参观日立中央制造研究所时，看了他们稀土萤光粉的试制样品。下面介绍有关的几个问题。

(1) 稀土三基色萤光灯的发展情况：大日本涂料公司，日立中央制造研究所，美国通用电器公司等单位都在进行三基色萤光粉的研究试制工作，并制造了萤光灯，在某些公共场所试点，并在市场上有少量产品出售，但远没有普及使用。

三基色萤光灯按红、兰、绿三种萤光粉的组成不同，分为二种：一种是三基色萤光粉只有红色粉用稀土萤光粉（如 $\text{Y}_2\text{O}_3: \text{Eu}^{+3}$ ），其它兰、绿色用非稀土萤光粉；第二种是红、兰、绿萤光粉都用稀土萤光粉的三基色萤光灯。两者的显色指数相当，但第二种萤光灯能节约电能 50% 以上。

目前美国通用电器公司，大日本涂料公司小田源厂只试制第一种三基色灯，其显色指数比普通白光灯高 1.3 倍，但价格高 3—5 倍，虽然在市场上有少量产品出售，但不能普及使用。据通用电器公司介绍，他们目前发展照明光源的重点是用改进了的显色性白光灯，其相对成本比第一种三基色灯低 2—15 倍。

日本小田源厂介绍的情况与通用电器公司介绍的一致。

日本第一种三基色萤光灯的销售量只占萤光灯总销售量的 3—5%，（萤光灯总销售量为二亿支）。

美国通用电器公司研究的第一种三基色和重点发展的白光灯的组分和技术