稀土行业标准《稀土火法冶炼回收料》编制说明

1. 工作简况

1.1 任务背景

在稀土火法冶炼生产过程中，会同时产生许多具有稀土元素回收价值的废渣（即回收料），包括稀土金属熔盐电解法产生的电解渣和热还原工艺产生的还原渣。目前国内采用电解工艺生产稀土金属的年产量在35000~45000吨左右，产出的稀土电解渣每年约2200吨左右；采用钙热还原工艺生产稀土金属的年产量约260吨左右，产出的还原渣每年约250吨左右；采用镧热还原蒸馏工艺生产稀土金属的年产量约850吨左右，产出的还原渣每年约800吨左右。这些回收料经处理后可再次利用，作为一些稀土产品的原料。

为贯彻落实《国务院关于促进稀土行业持续健康发展的若干意见》要求，针对稀土火法冶炼回收料，国内早已形成贸易、回收加工产业链，主要用于稀土元素的回收再利用。为能更好地给产业链供需双方带来方便，促进不可再生矿产资源的回收再利用，拟申请稀土火法冶炼回收料产品标准。该系列标准的建立将进一步完善我国稀土标准体系，同时也为稀土金属及其合金发展解决后顾之忧，对国内、国外该类产品的质量提供一个可借鉴的标准参照。

1.2 任务来源

根据稀土标委[2020] 35号文件“关于转发2020年第二批稀土国家、行业标准制（修）订项目计划的通知”，《稀土火法冶炼回收料》行业标准计划正式下达，计划号为2020-0461T-XB，完成年限为2020年。本标准牵头起草单位为虔东稀土集团股份有限公司，参与起草单位包括：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、赣州有色冶金研究所、江西南方稀土高技术股份有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、内蒙古希捷环保科技有限责任公司、甘肃稀土新材料股份有限公司、包头稀土研究院、乐山有研稀土高技术有限公司、中化地质矿山总局浙江地质勘查院、江西泰斯特新材料测试评价中心、中稀天马新材料科技股份有限公司、江苏南方永磁科技有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司。

1.3 标准项目编制工作组单位简况

虔东稀土集团股份有限公司（以下简称虔东集团），是一家专业从事稀土各类产品生产经营的民营企业。经过30多年的快速发展，虔东集团由最初的金属冶炼企业发展成为一家集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品开发和稀土加工装备制造为一体的稀土开发综合性企业集团，旗下拥有赣州科力稀土新材料有限公司、东利高技术、科瑞精密磁材等11家子公司和控股公司。公司已初步建立了完整的科研、试验、生产、检测体系和具有国内先进水平的稀土分离、稀土金属、稀土磁性材料、稀土结构陶瓷、稀土发光材料、稀土催化剂、稀土资源回收、稀土加工设备制造等生产线。主要生产稀土化合物、稀土金属、稀土合金、磁性材料、荧光粉、钇锆结构陶瓷、稀土催化剂和稀土深加工设备等60余种产品。公司自1988年创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了1个国家“863计划”项目、3个国家“星火计划”项目、3个国家“火炬计划”项目、1个国家“重点新产品”项目、1个国家“创新基金计划”项目等70多个国家、省、市级新产品的研制和开发。

近年来虔东集团主持制修订了多项标准：《钕铁硼废料》、《稀土复合钇锆粉》、《金属铈》、《镨钕氧化物》、《金属钐》、《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，参与了多项稀土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。

1.4 主要工作过程

1.4.1 虔东稀土集团股份有限公司专项研究小组工作：

根据任务落实会议精神，我公司组建了《稀土火法冶炼回收料》行标起草工作小组，工作进度安排情况如下：

1）2020年4月-2020年8月：标准编制前的查询、调研、论证及项目落实；

2）2020年9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10月：形成预审稿，进行标准的预审，预审后根据预审会意见修改预审稿，并再次征求意见，形成送审稿；

4）2020年11月：召开标准审定会，根据审定会专家提出的意见归纳整理，完成报批稿。

1.4.2 标准预审会会议纪要

2020年10月20日-21日，全国稀土标准化技术委员会第六次标准工作会议在江苏苏州召开，此次会议对虔东稀土集团股份有限公司承担的《稀土火法冶炼回收料》行业标准进行了预审，会上专家给出了相关意见和建议，汇总如下：

1. 3术语和定义中增加“电解渣”和“还原渣”的定义；
2. 表1中删除“其他回收料”这一分类，熔盐电解回收料包含的品名中增加一个“其他”，并将“扫地灰”和“回收粉尘”放入“其他”品名中；热还原回收料增加“穿炉料”和“其他”两个品名，并将钙热还原渣的稀土总量范围由“0.5%~3%”改为“0.5%~4%”；
3. 4.2及7.2中“稀土火法冶炼回收料中不允许混有易爆品及危险毒物”改为“稀土火法冶炼回收料中不应混有与生产无关的夹杂物”；
4. 4.3.1中稀土总量范围由“3%~99%”改为“0.5%~99%”；
5. 表2中分类和品名要与表1一致，钙热还原渣中Al的含量由“0.02~1.0”改为“＜1.5”，Fe和Si的含量均由“0.02~1.0”改为“＜1.0”，“F”和“Ca”的含量按98%的CaF2进行折算；
6. 删除5.3 外观质量；
7. 6.1和6.2对换顺序，先组批后检查验收；
8. 组批中“稀土火法冶炼回收料应成批提交检验，每批应由类别、组成成分相同的稀土火法冶炼回收料组成”改为“稀土火法冶炼回收料每批应由类别相同，成分相近的稀土火法冶炼回收料组成。每批回收料应粉碎后制样，成批提交检验”；
9. 6.4增加制样过程，6.4.2中“每件（袋）取样量不少于200g”改为“每件（袋）取样量不少于50g”；
10. “6.5检验结果判定”改为“6.5检验结果判定”，“化学成分分析结果与本文件规定不符时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复试验，如仍有任一项结果不合格，则判该批产品为不合格”改为“从该批产品中取双倍试样进行重复试验，确定样品检验结果”；
11. 7.2运输和贮存过程中增加“应注意防潮”要求；
12. 7.3 e）中删除“和供方质量检验部门印记”。

1.4.3 标准审定会会议纪要

1. 标准编制原则

2.1 编制原则和依据

1. 本文件根据GB/T1.1-2020《标准化工作导则》的规定编写；
2. 充分满足行业需求的原则。

2.2 根据工艺确定技术指标

稀土火法冶炼回收料目前主要来源于电解法和热还原法两种工艺，综合考虑两种工艺情况，确定主要技术指标。

2.3 确定标准适用的范围

本文件规定了稀土火法冶炼回收料的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和贮存及随行文件。本文件适用于采用熔盐电解或热还原工艺产生的稀土火法冶炼回收料。

三、确定标准主要内容

3.1 分类

稀土火法冶炼回收料的分类见表1。

表1 稀土火法冶炼回收料的分类

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 分类 | 品名 | 主成分 | 稀土氧化物总量  参考范围  （REO，%） |
| 熔盐电解回收料 | 电解渣 | REF3、RE、RExOy | 1~60% |
| 穿槽泄漏熔盐（电解槽漏液） | REF3、LiF、RExOy、RE | 5%~60% |
| 包装打磨料（抛光粉） | REF3、RE、RExOy | 15%~90% |
| 其他（如扫地灰、回收粉尘） | REF3、RExOy、LiF | 1%~50% |
| 热还原回收料 | 镧热还原渣（如镧钐渣、镧镱渣） | La2O3、La、Sm2O3、Sm、Yb2O3、Yb等 | ≥80% |
| 钙热还原渣（如铽钙渣、镝钙渣） | CaF2、少量RE、CaCO3 | 0.5%~4% |
| 穿炉料 | REF3、RExOy、RE | 20%-30% |
| 其他 | REF3、RExOy、RE | 5%~30% |

3.3 化学成分

3.3.1 稀土元素组成

稀土火法冶炼回收料包含一种或多种稀土元素，所含稀土总量范围为0.5%~99%。以电解或还原金属类别为稀土配分的主体元素范围为0%~99%。

3.3.2 非稀土元素的基本组成

稀土火法冶炼回收料中非稀土元素的含量因工艺引入杂质的来源不同，有所差异，基本组成见表2。

表2 稀土火法冶炼回收料中非稀土元素的基本组成

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分类 | 品名 | 非稀土元素组成范围（质量分数）/% | | | | | | | | | | |
| F | Al | Fe | Si | Ca | Mg | Li | C | Cr | Zn | Ni |
| 熔盐电解回收料 | 电解渣、穿槽泄漏熔盐（电解槽漏液）、包装打磨料（抛光粉）、其他（如扫地灰、回收粉尘） | 3.0~30.0 | ＜0.8 | ＜7.0 | 0.02~3.0 | 0.02~1 | ＜0.05 | ＜6.0 | ＜6.0 | ＜0.050 | ＜0.050 | ＜0.050 |
| 热还原回收料 | 镧热还原渣回收料 | - | ＜0.05 | ＜0.05 | ＜0.05 | ＜0.05 | - | - | - | ＜0.050 | ＜0.050 | ＜0.050 |
| 钙热还原渣回收料 | ＜48.0 | ＜1.5 | ＜1.0 | ＜1.0 | ＜50.0 | - | - | - | ＜0.050 | ＜0.050 | ＜0.050 |
| 穿炉料、其他 | ＜10.0 | ＜28.0 | 2.0~3.0 | ＜55.0 | 0.02~1.0 | ＜3.0 | ＜6.0 | ＜6.0 | ＜0.050 | ＜0.050 | ＜0.050 |

3.2 基本要求

稀土火法冶炼回收料中不应混有与生产无关的夹杂物。稀土火法冶炼回收单元应按照分类及化学成分对回收料进行分类回收。

1. 标准水平分析

随着稀土金属与稀土合金产品大量生产，产生了许多具有稀土元素回收价值的废渣（即回收料），包括稀土金属熔盐电解法产生的电解渣和热还原工艺产生的还原渣。为贯彻落实《国务院关于促进稀土行业持续健康发展的若干意见》要求，针对稀土火法冶炼回收料国内早已形成贸易、回收加工产业链，主要用于稀土元素的回收再利用。为能更好地给产业链供需双方带来方便，促进不可再生矿产资源的回收再利用，拟申请稀土火法冶炼回收料产品标准。该系列标准的建立将进一步完善我国稀土标准体系，同时也为稀土金属及其合金发展解决后顾之忧，对国内、国外该类产品的质量提供一个可借鉴的标准参照。目前尚无国际化标准，不涉及知识产权问题。

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

本文件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

本文件制定过程中，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

本文件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

文件颁布实施后，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文件内容，充分认识和理解制订的文件条款，进而加以应用。

——技术措施

该文件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，应对稀土火法冶炼回收料的特性有充分的了解，应认真解读该产品文件。

十、废止现行有关标准的建议

本文件为国内首次制定。

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

依据国家《稀土行业发展规划（2016-2020 年）》规划[27]，稀土冶炼分离产品（按

氧化稀土计）由2015 年的10万吨/年至2020 年的14万吨/年，年平均产量增长率达到8 %，稀土的供应与需求逐年增长。随着稀土功能材料等高科技领域的迅速发展，稀土金属（合金）的需求量也日益增加。然而，稀土氟化物-氟化锂-氧化稀土体系熔盐电解生产的稀土金属及稀土合金过程中，由于石墨高温粉化产生的夹带稀土的粉尘，此外周期性的金属出炉及炉内阳极损耗后更换阳极时等操作带出、溅出的熔盐亦成为了稀土熔盐废料，同时，过程中更换炉体炉衬后的清炉、穿炉、拆炉引入的杂质和原料中杂质在熔盐电解质中不断循环累积而更换熔盐造成的稀土熔盐废料，致使整个稀土熔盐电解工艺中稀土收率仅在95 %左右，其稀土损失量则为5 %。结合数据可知，每年由于稀土冶炼而造成的稀土损失（以氧化物计）大概0.665 万吨。如能将其回收，将产生较大的经济效益。由于稀土损失形式主要为粉尘及熔盐渣[32]，废弃物里不仅含有稀土，而且含有大量石墨粉、氟化钙、氧化铝、氧化铁等许多金属及非金属杂质。如能将其中损耗的稀土充分回收，则可显著降低稀土行业中稀土损失率，减少生产成本，提升经济效益。

虔东稀土集团股份有限公司

二0二0年十月