

ICS XXXXX
CCS X XXX

团 体 标 准

T/CIECCPA XXX—20XX

钕铁硼废料有价值元素回收（收率）技术

Technology for valuable elements from recyclable (recycling rate)
scraps of neodymium iron boron

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中 国 工 业 节 能 与 清 洁 生 产 协 会 发 布

目 录

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语与定义 1

 3.1 钹铁硼废料 1

 3.2 有价元素 1

 3.3 收率 2

4 种类与含量 2

 4.1 外观与种类 2

 4.2 外观检验 2

 4.3 一般规定 2

5 有价元素回收工艺 2

 5.1 工艺流程 2

 5.2 工艺消耗量 3

 5.3 有价元素的浸出率 3

 5.4 回收的有价元素 3

 5.5 回收的测定方法 4

6 环境管理 4

7 检测规则 4

 7.1 采样与制样 4

 7.2 送检样品取样 5

 7.3 出厂要求 5

 7.4 组批 5

 7.5 检验项目 5

 7.6 型式检验 5

 7.7 判定规则 6

8 标志、标签 6

 8.1 标志 6

 8.2 标签 6

9 包装、运输、贮存 6

 9.1 包装 6

 9.2 运输 6

 9.3 贮存 6

表 1 钹铁硼废料回收的有价元素 3

表 2 固体辅料取样件数与总包装件数的关系 5

表 3 内部抽检的半成品及成品样取样件数与总包装件数的关系 5

前 言

本文件按照 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》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件主要起草单位：赣州稀土友力科技开发有限公司、中国科学院赣江创新研究院、中稀天马新材料科技股份有限公司、华宏科技下属吉安鑫泰科技股份有限公司（添加南北方有规模有效益的头部企业共同为起草单位）。

本文件主要起草人：肖卫东、李平、陈皆良、钟红芸、曾杨友、胡巍钟、华明有（配合起草单位添加起草人）。

钕铁硼废料有价元素回收（收率）技术

1 范围

本文件规定了有价元素回收利用的钕铁硼废料的术语与定义、钕铁硼废料有价元素回收工艺、取制样与测试分析方法和收率标准、环境与安全要求等。

本文件适用于钕铁硼废料中有价元素的回收。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23588 钕铁硼生产加工回收料

XB/T 612.1 钕铁硼废料化学分析方法 第1部分：稀土氧化物总量的测定重量法

XB/T 612.2 钕铁硼废料化学分析方法 第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体光谱法

XB/T 612.3 钕铁硼废料化学分析方法 第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

XB/T 617.4 钕铁硼合金化学分析方法 第4部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法

GB/T 2946 氯化铵

GB 8978 污水综合排放标准

GB 9078 工业窑炉大气污染物排放标准

GB 16297 大气污染物综合排放标准

GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准

GB 18597 危险废物贮存污染控制标准

GB 18599 一般工业固体废物贮存、处置场污染控制标准

GB 26451 稀土工业污染物排放标准

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和储存

XB/T 806 钕铁硼生产加工回收料稀土元素回收利用技术规范

3 术语与定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1 钕铁硼废料 scraps of neodymium iron boron

钕铁硼生产加工回收料、钕铁硼拆解回收料、钕铁硼焙烧再生原料等的总称

3.2 有价元素 valuable elements

具有回收价值的元素，包括钕铁硼废料中提取的稀土元素和非稀土元素，包括铜、钴、镍、镓、硼、铁、氯化铵等。

3.3 收率 recycling rate

在相关的化学工业生产中，投入单位数量原料获得的实际生产的产品产量与理论计算的产品产量的比率。

4 种类与含量

4.1 外观与种类

按 GB/T 23588 的方案执行。

4.2 外观检验

在自然光下，用目视法判定检查外观是否符合钕铁硼废料的标准要求。

4.3 一般规定

在钕铁硼废料回收过程中不应刻意掺杂、不应混有垃圾及其他危险物品。

5 有价元素回收工艺

5.1 工艺流程

钕铁硼废料经预处理、控温氧化、盐酸优溶除杂、萃取分离、稀土沉淀与煅烧制造稀土氧化物产品、氯化铵废水制氯化铵产品等工艺流程。

5.1.1 预处理

在预处理过程中，针对钕铁硼废料中拆解料，采用高温退磁、球磨等方式，将物料细磨至粒度至 200 目以下，过程中重金属粉尘收集率不低于 95%，有机废气脱除效率不低于 90%；

5.1.2 控温氧化

在控温氧化过程中，将钕铁硼废料氧化，稀土、铁氧化率均大于 80%，采用余热锅炉设备收集废料燃烧过程产生的热量，热量利用率不低于 70%；氧化后的钕铁硼熟料经磨机粉碎后粉尘排放量低于 10 mg/m³；

5.1.3 盐酸优溶除杂

在盐酸优溶除杂过程中，稀土溶出率不低于 99%；溶出完成后将未溶渣和盐酸优溶液固液分离，未溶渣中稀土元素含量不高于 0.5%；盐酸优溶液经氧化后，通过水解方法将盐溶液中铁、铝杂质元素脱除，得到稀土料液，稀土料液中 REO 含量不低于 60g/L，铁、铝含量不高于 200 ppm、500ppm。

5.1.4 萃取分离

在萃取分离过程中，采用 P507 萃取方式分离稀土，采用氨水或石灰、液碱皂化，洗反合并洗涤，盐酸反萃，采用萃取富集铜、镍、钴、镓等有价元素。该工序收率大于 99.5%。

5.1.5 稀土沉淀与煅烧

在稀土沉淀与煅烧过程中，将氯化稀土溶液采用碳酸沉淀剂及草酸沉淀剂进行沉淀，形式可采用单级沉淀或连续沉淀；煅烧过程采用推板窑或者回转窑进行焙烧，可采用连续化沉淀、连续化煅烧方式制稀土氧化物；碳酸稀土，沉淀母液中氯化铵含量不低于 120g/L；氧化稀土产品吨产品天然气耗量不高于 250m³。

5.1.6 氯化铵、氯化钙产品制备

通过对原水进行预处理，去除废水中的 cod、重金属及硼，采用 MVR 蒸发制造氯化铵、氯化钙产品，氯化铵、氯化钙产品质量达到农业、工业级标准。

5.2 工艺消耗量

全工艺吨稀土氧化物酸耗不高于 8 吨，稀土回收率>97%，铁、硼、铜、镍、钴、镓资源化利用率>98%，能耗为吨标煤消耗量不高于 1.7 吨/吨氧化稀土，水耗量不高于 50 吨/吨稀土氧化物。

5.3 有价元素的浸出率

5.3.1 稀土元素的浸出率

取盐酸优溶液 0.2 mL，用 100 mL 容量瓶定容，用 0.45 μm 水系滤头过滤，随后用 ICP-OES 测量稀释液中稀土浓度；取盐酸全溶液 0.2 mL，用 100 mL 容量瓶定容，用 0.45 μm 水系滤头过滤，随后用 ICP-OES 测量稀释液中稀土浓度。稀土元素的浸出率 I 表示如下：

$$I = \frac{C_1}{C} \times 100\%$$

其中 C₁ 为盐酸优溶液稀释后的稀土元素浓度，C 为盐酸全溶液稀释后的稀土元素浓度

5.3.2 非稀土元素的浸出率

其他有价元素的浸出率测定方法参考稀土元素的浸出率的计算公式。

5.4 回收的有价元素

表 1 钕铁硼废料回收的有价元素

种类	回收的有价元素
稀土元素	镧 La
	铈 Ce
	镨 Pr
	钕 Nd
	镨钕氧化物
	钐 Sm
	铕 Eu
	钆 Sc
	铈 Y
	钆 Gd
	铽 Tb
	镝 Dy
	铥 Ho

非稀土元素	铒 Er
	铥 Tm
	镱 Yb
	镥 Lu
	钴 Co
	硼 B
	铜 Cu
	镍 Ni
	镓 Ga
	铁 Fe
	氯化铵

5.5 回收的测定方法

稀土总量的分析按 XB/T 612.1 的规定进行；
稀土元素氧化物配分量分析按 XB/T 612.2 的规定进行；
钴、硼、铜、镍含量的分析按 XB/T 612.3 的规定进行；
铁含量的分析按 XB/T 617.4 的规定进行。
氯化铵产品应符合 GB/T 2946-2018 标准的要求。
氯化钙产品应符合 GB/T 26520-2021 标准的要求。
在回收测定方法的检验过程中，应当使用验证样品对检测方法进行验证，以确保分析结果的准确性和可靠性。

6 环境管理

回收过程产生的大气污染物排放应符合 GB 16297、GB 9078 的要求。
回收过程产生的一般工业固体废物贮存应符合 GB 18599 的要求执行。
回收过程产生的危险废物贮存应符合 GB 18597 的要求执行。
回收过程产生的废水排放应符合 GB 26451-2011 标准的要求。
回收过程产生的生活污水、初期雨水的排放应符合 GB 8978-1996 一级标准的要求。
回收过程中有声源产生的噪声应符合 GB 12348-2008 3 类标准的要求。

7 检测规则

7.1 采样与制样

7.1.1 稀土废料和原矿的取样及制样

稀土废料和原矿应逐件取样，每袋的取样点应随机，取样深度应达到包装长度的 3/4。超细粉，炉渣及其他有大颗粒物料应每隔 20 小袋或 25 小袋随机抽 1 袋打开包装倒出检查（对于没有大颗粒的物料，必要时也可开启封口倒出检查）。对有大颗粒的料，需捶碎并碾成粉状制样。取好的样品应在取样袋中抛摇均匀，然后倒入制样盘用四分法混匀，均匀分取 4~5 袋小样，每袋小样重量不少于 50 g。分取的小样应先用适宜的自封袋密封保存，然后装入纸质样品外袋中，并在外袋上标明样品名称、供货方、批号、重量、日期、分析项目及双方确认签字，最后用胶带密封。封好的样品，由供方拿走其中 1~2 袋，剩余小样中 1 袋送外检，1 袋先做水分然后送化验室检测，1 袋保存备查。

7.1.2 固体辅料的取样及制样

固体辅料（如草酸、碳酸氢钠、碳酸钠、氯酸钠等）的取样及制样取样件数视总包装件数而定（具体参照下表），需抽取重量不少于 100 g 的样品，装入塑料袋中摇匀，然后分出 1 袋不少于 50 g 的小样送检。

表 2 固体辅料取样件数与总包装件数的关系

包装件数	20以下	21-60	61-100	100以上
取样件数	10	20	25	30

7.1.3 液体辅料的取样及制样

液体辅料（如盐酸、液碱、磺化煤油、P507、环烷酸、异辛醇、N235 等）取样时应将取样管插入至液面以下液体深度的 3/4 处，总取样量不少于 400 mL（桶装料每桶取样不少于 50mL），用塑料桶或烧杯摇匀后分装成不少于 400 ml 的小样送检。

7.2 送检样品取样

7.2.1 内部抽检的半成品及成品样

对于内部抽检的半成品及成品样，其取样件数视总包装件数而定（具体参照下表），取样应具有随机性。取好的样品应在取样袋中抛摇均匀，用牛角勺立即舀入合适的自封袋中密封以防吸潮，剩余的样品倒回车间回收。

表 3 内部抽检的半成品及成品样取样件数与总包装件数的关系

包装件数	20以下	21-60	61-100	100以上
取样件数	10	20	25	30

7.2.2 直接销售的半成品及成品样

对于直接销售的半成品及成品样，应在装车之前并且双方人员都在场的情况下对每袋样品进行取样，取好的样品在取样袋中抛摇均匀，分取 4~5 袋重量不少于 25 g 的小样。分取的小样应先用适宜的自封袋密封，然后装入纸质样品外袋中，并在外袋上标明样品名称、供货方、批号、重量、日期、分析项目及双方确认签字，最后用胶带密封。封好的样品，由供方拿走其中 1~2 袋，剩余小样中 1 袋送外检，1 袋先做水分（或灼减）然后送化验室检测，1 袋保存备查。

7.3 出厂要求

回收的出厂产品由本公司质量检验部门按照本文件规定逐批进行检验，经检验合格并签发合格证书后方可出厂。

7.4 组批

同一批原料、同一班次生产的产品为一批。

7.5 检验项目

检验项目为本文件要求中的全部内容。

7.6 型式检验

型式检验一年进行一次，检验项目为本文件中所有技术要求，当有下列情况之一时，亦需经行型式检验：

- a) 原料及配方有较大的改变时；
- b) 生产工艺及设备有较大改变时；
- c) 停产半年以上再回复生产时；
- d) 国家质量监督部门提出型式检验要求时。

7.7 判定规则

试验结果全部合格则判定为合格，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新在同批次产品中自两倍量的采样单元数的包装中采样核验，核验结果即使只仍有一项指标不符合本文件要求时，则判定该批产品为不合格。

8 标志、标签

8.1 标志

产品包装袋上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号（或生产日期）、本文件编号。

8.2 标签

8.2.1 钹铁硼废料

每批钹铁硼废料外包装上应注明供给方名称、钹铁硼废料分类、净含量、批号。

8.2.2 出厂的产品

每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号（或生产日期）。

9 包装、运输、贮存

9.1 包装

产品为散装，如有包装需要，按照 GB 39176 规定的钹铁硼废料包装标准要求，与客户协商确定包装方式和净含量。

9.2 运输

按照 GB 39176 的标准要求，在运输过程中应有遮盖物，注意防潮、防雨。

9.3 贮存

按照 GB 39176 的标准要求，应贮存在通风、干燥的库房内，注意防潮、防雨。