

团 体 标 准

T/CIECCPA 073—2025

稀土精矿有价值元素综合回收技术规范

Technical specification for comprehensive recovery of valuable elements
from rare earth concentrates

2025 - 05 - 28 发布

2025 - 06 - 05 实施

中 国 工 业 节 能 与 清 洁 生 产 协 会 发 布

CLECCRA

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 工艺流程与技术要求	2
4.1 混合型稀土精矿	2
4.2 氟碳铈稀土精矿	3
4.3 独居石精矿	5
4.4 离子型稀土矿混合化合物	6
5 资源及环境要求	7
5.1 资源回收要求	7
5.2 环境要求	8
附 录 A （规范性） 计算方法	7
图 1 混合型稀土精矿高温酸法工艺流程图	2
图 2 混合稀土精矿酸碱浆化分解工艺流程图	3
图 3 氟碳铈稀土精矿冶炼工艺流程图	4
图 4 独居石精矿一体化综合回收工艺流程图	5
图 5 离子型稀土矿混合稀土化合物处理工艺流程图	6
表 1 稀土精矿有价元素综合回收评价指标	7

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。

本文件起草单位：包头稀土研究院、湖南中核金原新材料有限责任公司、红河学院、中国南方稀土集团有限公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、乐山盛和稀土有限公司、中稀（凉山）稀土有限公司、淄博包钢灵芝稀土高科技股份有限公司、北京低碳绿标信息技术咨询有限公司。

本文件主要起草人：崔建国、徐萌、王超、陈建堂、范兴祥、解若松、黄彬、李钊、邓向辉、侯睿恩、刘威、于晶雪、王哲、王金镛、宋贵平、曾永春、叶林、曾少华、刘宇波、张文婷、梁晓苏、李成功。

稀土精矿有价元素综合回收技术规范

1 范围

本文件规定了用于稀土精矿湿法冶炼过程中有价元素综合回收技术的工艺流程与技术要求、资源及环境要求。

本文件适用于采用湿法冶炼工艺处理稀土精矿回收有价元素的技术。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4148 混合氯化稀土
GB 8978 污水综合排放标准
GB 11806 放射性物品安全运输规程
GB 14500 放射性废物管理规定
GB 16297 大气污染物综合排放标准
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和填埋污染控制标准
GB 18871 电离辐射防护与辐射源安全基本标准
GB/T 26451 稀土工业污染物排放标准
GB/T 29435 稀土冶炼加工企业单位产品能源消耗限额
GB/T 32327 工业废水处理与回用技术评价导则
EJ/T 803 重铈酸盐技术条件
HJ 1114-2020 伴生放射性物料贮存及固体废物填埋辐射环境保护技术规范
XB/T 816-2023 稀土冶炼生产废水处理回用技术规范
T/CNIA 0005-2018 绿色设计产品评价技术规范 稀土湿法冶炼分离产品

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

稀土精矿 rare earth concentrate

稀土矿石经富集后，稀土含量达到冶炼要求的产品。包括混合型稀土精矿、氟碳铈稀土精矿、独居石精矿和离子型稀土矿混合稀土化合物。

3.2

稀土湿法冶炼 Rare earth hydrometallurgy

以稀土精矿或含稀土的物料为原料，通过分解、浸出、分离提纯、浓缩结晶、沉淀结晶、灼烧等至少一种工序生产稀土化合物的过程。

3.3

有价元素回收率 Recovery rate of valuable elements

稀土湿法冶炼生产过程中，获得相应有价元素产品中的有价元素总量与投入原料中有价元素的总量比值。

4 工艺流程与技术要求

4.1 混合型稀土精矿冶炼工艺

4.1.1 高温酸法工艺

4.1.1.1 高温酸法工艺流程

高温酸法工艺是将混合型稀土精矿与浓硫酸混合进行高温焙烧、水浸后得到硫酸稀土溶液，然后通过沉淀转型-酸溶或者萃取转型得到混合氯化稀土溶液，随后经分离、浓缩或沉淀、灼烧等工序生产稀土化合物，具体工艺流程见图1。

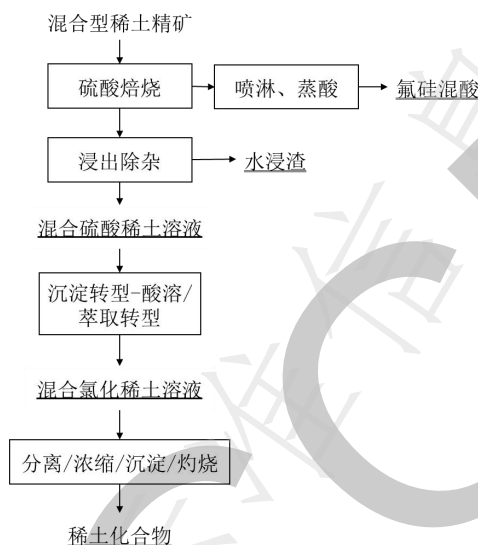


图1 混合型稀土精矿高温酸法工艺流程图

4.1.1.2 硫酸焙烧

将混合型稀土精矿、浓硫酸和铁精粉混合进行高温焙烧，得到焙烧矿。

4.1.1.3 尾气回收

硫酸焙烧过程中产生的烟气通过除尘、多级喷淋得到混酸，再经过蒸酸得到氟硅混酸与硫酸。

4.1.1.4 浸出除杂

焙烧矿与水按比例混合进行浸出，浸出结束后通过过滤、洗涤得到硫酸稀土浸出液与水浸渣。

4.1.1.5 硫酸稀土转型

混合硫酸稀土溶液通过沉淀转型-酸溶或者萃取转型，得到混合氯化稀土溶液和转型废水。

4.1.1.6 工艺控制要求

- 高温焙烧温度在500℃-700℃，酸矿比1.1-1.5:1，时间为2h-4h；
- 焙烧烟气通过多级喷淋得到混酸溶液，再经减压蒸馏得到60%-70%硫酸溶液与10%氟硅混酸，SO₂尾气可通过碱吸收或者有机胺回收制备硫酸；
- 浸出过程中水与焙烧矿质量比为8~12:1，常温浸出，浸出时间为1~3小时。

4.1.2 酸碱浆化分解工艺

4.1.2.1 酸碱浆化分解工艺流程

酸碱浆化分解工艺是将混合型稀土精矿通过盐酸化选除钙、硫酸浆化分解含氟矿物、硫酸稀土转型、碱分解独居石及酸溶等工序得到混合氯化稀土溶液，通过分离、浓缩或沉淀、灼烧等工序生产稀土化合物，浆化分解尾气通过冷凝、喷淋回收氟硅混酸，洗碱水冷却结晶回收磷酸三钠，具体工艺流程见图2。

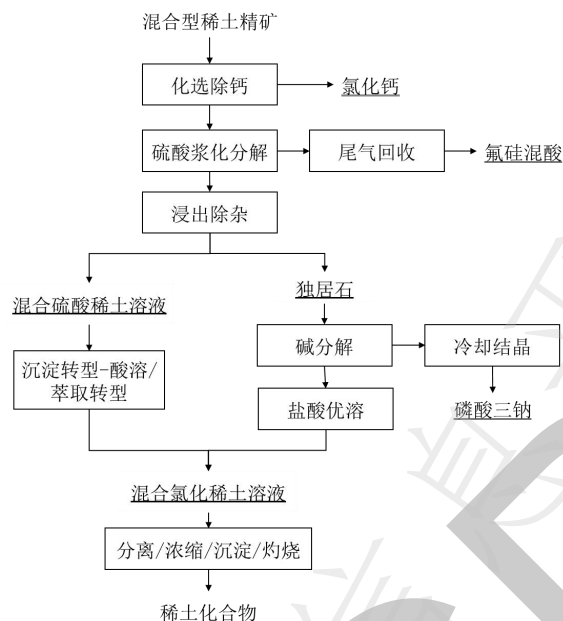


图2 混合稀土精矿酸碱浆化分解工艺流程图

4.1.2.2 化选除钙

将混合稀土精矿与盐酸溶液混合后进行加热，反应结束后过滤、洗涤得到化选矿与化选废水，化选废水通过除杂后得到氯化钙。

4.1.2.3 硫酸浆化分解

将混合型稀土精矿与硫酸溶液按比例混合，进行搅拌加热，反应结束后过滤、洗涤得到酸浸液与酸浸渣，酸浸渣为硫酸稀土结晶物与独居石，酸浸液可以补充硫酸继续与混合稀土精矿反应。

4.1.2.4 尾气回收

硫酸浆化分解混合型稀土精矿过程中产生大量氟化氢与四氟化硅气体，通过冷凝、喷淋等工艺回收氢氟酸与氟硅酸混酸产品。

4.1.2.5 硫酸稀土浸出

酸浸渣与水按比例混合，酸浸渣中硫酸稀土结晶物溶解到水中，浸出结束后通过过滤、洗涤得到硫酸稀土浸出液与独居石。

4.1.2.6 碱分解

独居石矿与液碱混合进行反应，反应结束后过滤、洗涤得到碱饼与洗碱水。

4.1.2.7 盐酸优溶

溶出罐中加入盐酸后升至指定温度，缓慢加入碱饼，当溶液达到一定酸度后停止投料，反应结束后进行固液分离，得到混合氯化稀土溶液和浸出渣。

4.1.2.8 冷却结晶

洗碱水通过冷却结晶后固液分离得到磷酸三钠和滤液，滤液蒸发浓缩后可回用于碱分解工序中。

4.1.2.9 工艺控制要求

- 化选除钙盐酸浓度：3-6mol/L，温度为85℃-95℃，液固比为2~4:1；
- 硫酸浆化分解中硫酸溶液浓度范围为50%~70%，反应温度为120℃~160℃，液固比3~6:1；
- 硫酸稀土浸出过程中水与精矿质量比为8~12:1，常温浸出，浸出时间为1~3小时；
- 独居石碱分解中液碱浓度在40%~65%，温度为120~180℃，反应时间为2~12小时；
- 盐酸溶解氢氧化稀土过程中控制溶液pH值为1~2之间，温度在70℃以上；
- 磷酸三钠结晶过程将洗碱水冷却至40℃以下过滤得到磷酸三钠。

4.2 氟碳铈稀土精矿冶炼工艺

4.2.1 氟碳铈稀土精矿冶炼工艺流程

氟碳铈稀土精矿普遍采用氧化焙烧-酸浸-碱转工艺,氟碳铈稀土精矿氧化焙烧后经盐酸全溶/优溶、碱转得到混合/少铈稀土溶液,通过分离、浓缩或沉淀、灼烧等工序生产稀土化合物,碱转废水通过处理回收氟化钙或者氟化钠,具体工艺流程见图3。

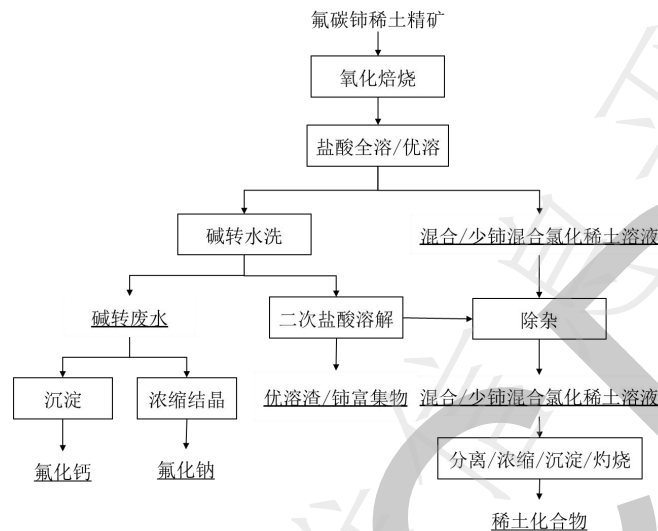


图3 氟碳铈稀土精矿冶炼工艺流程图

4.2.2 氧化焙烧

氟碳铈稀土精矿在一定温度下受热分解释放出二氧化碳气体,三价铈被氧化成四价铈,得到多孔隙焙烧矿,主要成份是稀土氧化物、氟化物和氟氧化物。

4.2.3 盐酸全溶

盐酸分解焙烧矿中的稀土氧化物,四价铈还原为三价铈得到混合氯化稀土溶液,氯离子被氧化生成氯气,可通过酸雾喷淋塔进行吸收处理。

4.2.4 盐酸优溶

盐酸分解焙烧矿中的非铈稀土氧化物,少量四价铈还原为三价铈得到少铈混合氯化稀土溶液,氯离子被氧化生成氯气,可通过酸雾喷淋塔进行吸收处理。

4.2.5 碱转水洗

将盐酸优溶/全溶后未分解矿物与氢氧化钠按一定比例混合,其中氟化稀土与氢氧化钠反应生成氢氧化稀土,产物是氢氧化稀土、氟化钠、未分解矿物和剩余氢氧化钠。碱转产物加入清水洗涤,去除氟化钠和剩余氢氧化钠,得到氢氧化稀土及未分解矿物,合格后的水洗渣浆进入第二次盐酸溶解。

碱转废水可与氯化钙溶液沉淀制备氟化钙产品,也可直接除杂、浓缩、结晶得到氟化钠产品。

4.2.6 二次盐酸溶解

碱转水洗得到的氢氧化稀土及未分解矿物,加入计算量的盐酸,氢氧化稀土与盐酸反应,过滤得到混合氯化稀土溶液/少铈混合氯化稀土溶液,浸出渣为优溶渣/铈富集物。

4.2.7 工艺控制要求

- a) 氧化焙烧的温度范围在620~660℃之间;
- b) 盐酸优溶的固液比在3~5:1之间,常温浸出,浸出时间为4~5小时;

c) 碱转反应温度大于95℃，反应时间8小时。水洗合格的pH为7~8；

d) 二次盐酸浸出的固液比在3~4:1之间，常温浸出，浸出时间在3~4小时。

4.3 独居石精矿冶炼工艺

4.3.1 独居石精矿冶炼工艺流程

独居石精矿通过磨矿、碱分解、盐酸酸溶、铀回收、中和沉钍、稀土回收等工艺回收稀土、铀、钍等资源，具体工艺流程见图4。

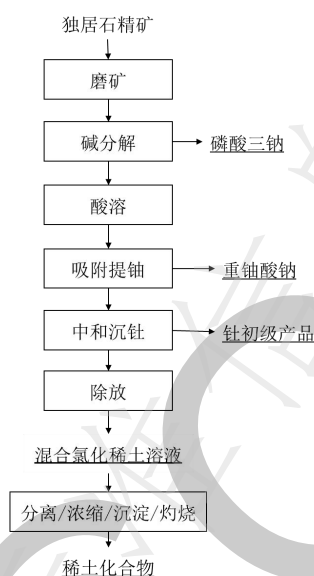


图4 独居石精矿一体化综合回收工艺流程图

4.3.2 磨矿

独居石精矿经研磨设备处理使精矿粒度满足工艺技术要求。干法磨矿需配备除尘设施。

4.3.3 碱分解

碱液与精矿磨后物料混合进行分解反应，得到碱饼和含磷碱液，含磷碱液经过除杂制备磷酸三钠产品。

4.3.4 盐酸酸溶

碱饼加盐酸浸出，控制浸出反应余酸。

4.3.5 铀回收

含铀滤液经分离纯化、碱沉制备铀产品。铀产品的质量应满足EJ/T 803的要求。

4.3.6 中和除钍

铀回收余液与酸溶渣混合制浆进行酸度回调，沉淀物为钍初级产品。

4.3.7 稀土回收

稀土溶液经放射性去除制备氯化稀土产品，氯化稀土产品的质量应满足GB/T 4148 的要求。

4.3.8 三废处理

4.3.8.1 废水处理

工艺过程中产生的工艺废水大部分返回相应工序使用，无法回用的部分可采用吸附处理工艺，冷凝水返回工艺流程使用。

4.3.8.2 废气处理

在各工序设置全面通风系统和局部通风系统收集工艺过程产生的废气。放射性废气采用机械通风方式降低室内浓度，全面通风集中排放；非放射性废气经中和淋洗后达标排放。

4.3.8.3 废渣处理

各工序产生的放射性废渣建立台账管理，并按HJ 1114要求贮存、处置。

4.3.9 辐射防护

参照《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》（GB 18871），按照工作人员职业照射剂量要求，将工作场所分为监督区和控制区，以便于辐射防护管理和职业照射控制。

进入控制区的工作人员应必须佩戴个人剂量计，并定期对控制区的职业照射情况进行监督和评价；定期监测控制区内的辐射环境状况，以确定是否需要采取防护措施和制定安全规定，或是否需要更改控制区的边界。

4.3.10 工艺控制要求

- a) 磨矿工序中磨后物料粒度控制 $45\mu\text{m}$ ，过筛率99%以上；
- b) 碱分解工序中碱浓度50%~65%，温度控制 $130\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，反应时间8~12 h，碱分解率控制98%以上；
- c) 盐酸酸溶工序中控制液固比2~4:1，余酸浓度 $0.05\sim 0.3\text{ mol/L}$ ；
- d) 中和沉钪工序控制回调pH 3.8~4.4；
- e) 稀土回收工序控制稀土溶液中REO浓度在220 g/L左右。

4.4 离子型稀土矿混合化合物冶炼工艺

4.4.1 离子型稀土矿混合化合物冶炼工艺

离子型稀土矿混合化合物通过酸溶、除杂、澄清得到混合氯化稀土溶液，通过分离、浓缩或沉淀、灼烧等工序生产稀土化合物。

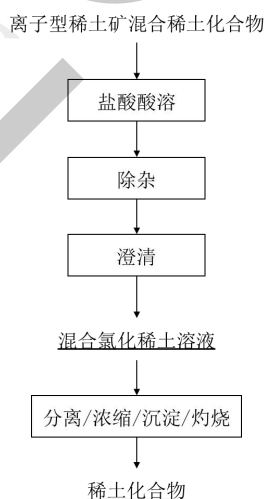


图5 离子型稀土矿混合稀土化合物处理工艺流程图

4.4.2 调浆

将离子型稀土矿混合稀土化合物与适量的水混合调浆。

4.4.3 盐酸溶解

在矿物浆液中缓慢加入适量盐酸，并进行长时间搅拌料液终点pH值在1-2。

4.4.4 除杂

在料液中加入合适的化合物进行除杂，除去料液中大部分的杂质离子，过滤后得到酸溶渣和氯化稀土溶液。

4.4.5 澄清

滤液澄清后得到纯净氯化稀土溶液。

4.4.6 工艺控制要求

- 盐酸溶解过程中，原料耗比：1:2.5(T)；
- 除杂过程加入合适的化合物进行除杂；
- 料液澄清时间为24h；
- 混合氯化稀土溶液：REO浓度 $\geq 169\text{g/L}$ 。

5 资源及环境要求

5.1 资源回收要求

表1 稀土精矿有价元素综合回收评价指标

矿物种类	工艺	指标	单位	基准值	判定依据
混合稀土精矿	高温酸法工艺	REO回收率	%	93	现场数据
		F回收率	%	95	现场数据
	酸碱浆化分解工艺	REO回收率	%	97	现场数据
		F回收率	%	95	现场数据
		P ₂ O ₅ 回收率	%	80	现场数据
		CaO回收率	%	90	现场数据
氟碳铈稀土精矿	氧化焙烧-酸溶-碱转工艺	REO回收率	%	93	现场数据
		F回收率	%	90	现场数据
独居石精矿	一体化综合回收工艺	REO回收率	%	93	现场数据
		P ₂ O ₅ 回收率	%	90	现场数据
		U回收率	%	83	现场数据
离子型稀土矿混合稀土化合物	酸溶工艺	REO回收率	%	98	现场数据

注：现场数据采用附录A方式计算。

单位产品酸/碱消耗量应符合《稀土冶炼行业清洁生产评价指标体系》中清洁生产评价指标的Ⅰ级指标。

单位产品新鲜水消耗应符合《稀土冶炼行业清洁生产评价指标体系》中清洁生产评价指标的Ⅰ级指标。

单位产品综合能耗应符合GB 29435中稀土冶炼加工企业单位产品能耗先进值。

企业的原辅材料及能源使用量、产品产量、废水、废气和固体废物产出量及相关技术经济指标等，以法定月报或年报表为准。污染物产生指标的采样和检测按照相关技术规范执行，并采用国家或行业标准监测方法，详见GB 26451。

5.2 环境要求

- a) 稀土精矿酸碱处理生产过程中产生的废水通过处理后，处理后排放应符合 GB 8978、GB/T 26451、GB/T 32327 和 XB/T 816-2023 的要求。
- b) 稀土精矿酸碱处理生产过程中产生的废气通过处理后，处理后排放应符合 GB/T 26451 和 GB 16297 的要求。
- c) 稀土精矿酸碱处理生产过程中产生的一般固体废物应按照 GB 18599 的要求进行贮存、处置。危险固废按 GB 18597 要求进行收集、贮存、运输、处置。含放射性固体废物按照 GB 14500，应建坝稳定存放或就地浅埋，然后土壤覆盖植被，或定期交给有处理资质的厂家进行回收或无害化处理，但不得与一般固废一起堆存；需要转移的，或按 GB 11806 有关规定执行。
- d) 稀土精矿生产企业应建立完善的污染防治制度，定期维护环境保护设施，建立完善的废气处理、废水治理、固体废物处置等环境保护相关记录。

附录 A

(规范性)

计算方法

A.1 稀土回收率的计算

稀土回收率以 R_{REO} 计，按式 (A.1) 计算

$$R_{REO} = \frac{m_{REO}}{M_{REO}} \times 100\% \quad (A.1)$$

式中：

m_{REO} —回收得到的混合氯化稀土和稀土富集物中稀土元素 i 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

M_{REO} —稀土精矿中稀土元素 i 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

A.2 氟回收率的计算

氟元素回收率以 R_F 记，按式 (A.2) 计算

$$R_F = \frac{m_F}{M_F} \times 100\% \quad (A.2)$$

式中：

m_F —回收得到的氢氟酸与氟硅酸混酸或氟化钙产品中氟元素 F 的质量数值，单位为千克 (Kg)。

M_F —稀土精矿中氟元素 F 的质量数值，单位为千克 (Kg)。

A.3 磷回收率的计算

磷元素回收率以 R_P 记，按式 (A.3) 计算

$$R_P = \frac{m_P}{M_P} \times 100\% \quad (A.3)$$

式中：

m_P —回收得到的磷酸三钠中磷元素 P 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

M_P —稀土精矿中磷元素 P 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

A.4 钙回收率的计算

钙元素回收率以 R_{Ca} 记，按式 (A.3) 计算

$$R_{Ca} = \frac{m_{Ca}}{M_{Ca}} \times 100\% \quad (A.4)$$

式中：

m_{Ca} —回收得到的氯化钙产品中钙元素 Ca 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

M_{Ca} —稀土精矿中钙元素 Ca 的质量数值，以氧化物计，单位为千克 (Kg)。

A.5 铈回收率的计算

铈元素回收率以 R_U 记，按式（A.3）计算

$$R_U = \frac{m_U}{M_U} \times 100\% \quad (\text{A.5})$$

式中：

M_U —回收得到的铈产品中铈元素 U 的质量数值，以氧化物计，单位为千克（Kg）。

M_U —稀土精矿中铈元素 U 的质量数值，以氧化物计，单位为千克（Kg）。