

T/BSRS

北京市辐射安全研究会团体标准

T/BSRS 135—2025

独居石/磷钇矿碱法生产稀土回收料 优溶渣

Recyclable material in the processing rare earth from monazite/xenotime - selective
dissolution residue

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以北京市辐射安全研究会出版的正式标准为准。

2025 - 06 - 24 发布

2025 - 06 - 24 实施

目 次

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
5 试验方法	2
6 检验规则	3
7 包装、运输与产品质量证书	4

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。

本文件起草单位：湖南盛电新材料有限公司、江西省地质局实验测试大队（江西核工业环境保护中心有限公司）、永修县赣宇有色金属再生有限公司、山西同冠新材料有限公司。

本文件主要起草人：刘宇晖、吴群、舒定丰、赵永恒、禹斌华、尹海华、何庆生、方拉明、陈建波、胡恪、舒星、郭海云、欧阳宇平、温建、唐沅桥、赵华平、谢振山。

引 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《循环经济促进法》《中华人民共和国放射性污染防治法》和《放射性废物安全管理条例》，规范独居石/磷钇矿碱法生产稀土过程中产生的回收料优溶渣的综合回收利用，制定本文件。

全国团体标准信息平台

独居石/磷钇矿碱法生产稀土回收料 优溶渣

1 范围

本文件规定了独居石/磷钇矿精矿碱法生产稀土过程中产生的回收料优溶渣综合回收利用的技术要求、实验方法、检验规则。

本文件适用于独居石/磷钇矿精矿碱法生产稀土过程中产生的回收料优溶渣的综合回收利用。

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 6730.72 铁矿石 砷、铬、镉、铅和汞含量的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）

GB/T 8152.13 铅精矿化学分析方法 第13部分：铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11713 高纯锆 γ 能谱分析通用方法

GB 11806 放射性物品安全运输规程

GB/T 13070 铀矿石中铀的测定 电位滴定法

GB/T 18114.1 稀土精矿化学分析方法 第1部分：稀土氧化物总量的测定 重量法

GB/T 18114.8 稀土精矿化学分析方法 第8部分 十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

DZ/T 0394.1 铀矿化学分析方法 第1部分：铀、钍含量测定 敞口酸溶—电感耦合等离子体 原子发射光谱法

EJ/T 267.2 铀矿石中铀的测定 硫酸亚铁还原 / 钒酸铵氧化滴定法

EJ/T 267.3 铀矿石中铀的测定 三氯化钛还原 / 钒酸铵氧化滴定法

EJ/T 267.4 低品位铀矿石中铀的测定 三正辛基氧磷（或三烷基氧磷）萃取分离、2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法

EJ/T 267.5 铀矿石中铀的测定 氯化亚锡还原 / 钒酸铵氧化滴定法

HJ 1114 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（试行）

YS/T 358.12 钽铁、铌铁精矿化学分析方法.第12部分:湿存水量的测定.重量法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

独居石精矿 monazite concentrate

外观为土黄色细砂状，是一种含有稀土的磷酸盐矿物的稀土精矿。化学式可表示为 $(\text{Ce, La, Th}) (\text{PO}_4)_3$ ，常伴生有钍、铀等放射性元素，因此具有一定的放射性。

3.2

磷钇矿精矿 xenotime concentrate

磷钇矿精矿是一种三氧化二钇 (Y_2O_3) 含量较高且伴生有铟、铈、镧、铈和钍等元素的稀土精矿，化学式可以表示为 YPO_4 。晶体结构为四方晶系，晶体形态多样，可呈四方柱状、双锥状或它们的聚形，集合体则可能呈散染粒状或致密块状。磷钇矿可以呈现为黄褐、红、灰色等多种色调，并具有玻璃至油脂的光泽。其硬度在4到5之间，密度则在4.4至5.1克/立方厘米范围内。

3.3

回收料优溶渣 selective solution slag

独居石精矿/磷钇矿精矿采用碱法工艺处理后，经洗涤磷和余碱后的碱饼，经盐酸溶解，使稀土进入溶液，其它不溶物沉淀形成的含稀土的、带放射性的物料。

3.4

综合回收利用 comprehensive utilization

采用选冶联合工艺，从独居石精矿/磷钇矿精矿回收料优溶渣中回收稀土、锆英石、铀、金红石等一种或多种有价金属矿产品或化合物的活动。

4 技术要求

4.1 物理性质

4.1.1 泥土黄色或者棕黄色，泥状。

4.1.2 含水率不大于 45%。

4.2 化学成分

4.2.1 以回收稀土为主要目的回收料优溶渣中稀土含量 REO（干基）不小于 4.0%，且稀土配分与对应的独居石精矿/磷钇矿精矿保持基本一致。

4.2.2 以回收铀为主要目的，回收料优溶渣中铀（干基）含量不小于 0.1%。

4.2.3 回收料优溶渣 pH 小于等于 5.5。

4.2.4 回收料优溶渣中铊含量低于 0.001%，汞含量低于 0.01%，镉含量低于 0.5%，砷含量低于 1.0%。

4.3 其他要求

4.3.1 在回收料优溶渣的收集过程中不应刻意掺杂、不应混有垃圾以及危险物品。

4.3.2 在回收料优溶渣的收集过程中不应混有其他的放射性物质。

4.3.3 应根据优溶渣来源、批次等开展放射性水平监测，监测项目包括 ^{238}U （U）、 ^{226}Ra 、 ^{232}Th 等。

4.3.4 应对各类回收产品开展放射性水平监测，监测项目包括 ^{238}U 、 ^{226}Ra 、 ^{232}Th 等。

4.3.5 综合回收利用应遵循实践的正当性、防护与安全的最优化、剂量限制的辐射防护基本要求。

4.3.6 回收料综合回收利用工作人员应接受有关知识的培训，并采取相关辐射防护措施以确保限制辐射照射量。

4.3.7 综合回收利用应进行源头控制、循环利用，做到废物最小化，并采取工程和技术措施，确保废气、废水达标排放。

4.3.8 综合回收利用相关设施关闭后或转为他用时，应对受到放射性污染的厂房、设备、场地、周围环境进行治理，开展辐射监测，确保治理后满足相关要求。

5 试验方法

5.1 外观质量

目视进行外观质量的初步判定检查，检查是否含有其他杂物。

5.2 pH 检验

取 500 克渣样品，按 W 渣：W 水等于 1:1 搅拌洗涤 30min，洗水过滤后用 pH-S 酸度计测量。

5.3 化学成分

- 5.3.1 含水率的分析方法参照 YS/T 358.12 进行，应将 5.3 条款中干燥时间 2h 改为干燥时间 4h。
- 5.3.2 稀土总量（REO）的分析方法按 GB/T 18114.1 的规定进行。
- 5.3.3 稀土氧化物配分量的分析方法按 GB/T 18114.8 的规定进行。
- 5.3.4 铈的分析方法按 GB/T 8152.13 的规定进行。
- 5.3.5 汞、砷、镉的分析方法按照 GB/T 6730.72 的规定进行。

5.4 放射性检测

- 5.4.1 用于回收铀的目的，回收料优溶渣铀的测定按照 GB/T 13070、DZ/T 0394.1、EJ/T 267.2、EJ/T 267.3、EJ/T 267.4、EJ/T 267.5 等的规定进行。
- 5.4.2 不是用于回收铀，仅用于了解物料中放射性水平铀、钍、镭的分析方法按 GB/T 11713 的规定进行。

5.5 数值修约

数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验与检查

- 6.1.1 回收料优溶渣应由供方质量部门进行检验，也可委托其他检验部门进行检验，保证其质量符合本文件规定，并填写质量证明书。
- 6.1.2 需方应对收到的回收料优溶渣按照本标准的规定进行检验，如检验结果与本标文件规定不符时，应单独封存，在收到回收料优溶渣之日起 1 个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

6.2 组批

回收料优溶渣应成批提交检验，每批应由矿源、工艺条件基本相同的酸溶沉淀物料组成。

6.3 检验项目

每批回收料优溶渣应进行外观质量及化学成分的检验。

6.4 取样与制样

- 6.4.1 回收料优溶渣质量检验取样的取样数量按表 1 的规定进行。

表 1 回收料优溶渣取样件数

件（袋）数	1~5	6~49	50~100	>100
取样件（袋）数	件（袋）数的 100%	5	件（袋）数的 10% 只进不舍取整数	件（袋）数的平方根只进不舍取整数

- 6.4.2 每件（袋）取样按表 2 的规定进行。采用插钎斜插方式取样，取样深度不小于插钎长度的三分之二，取样量不小于整批货物重量的千分之一。袋装规格在 100 kg~1000 kg 以内的，取样时要求除底部外每面取样点数不小于 3。

表 2 回收料优溶渣化学成分分析取样要求

包装方式	规格/kg	插钎规格 Φ mm \geq	每件取样点数 \geq
袋装	≤ 100	17 \times 500	3
	>100~1000	20 \times 800	9

6.4.2 制样

按批次将每件（袋）所抽取到的样品倒出，混匀。将样品铺平呈长方形状，根据样品量平均划分 4 格~12 格（棋盘法），进行样品分装。装样时用样品勺在每格取等量样品，每份样品重量控制在 200 g~400 g。采用密封性好且厚度合适的样品袋，确保取制样过程中样品的水分不流失。

6.4.3 检验结果的判定

6.4.3.1 外观质量初步判定检查不符时，则判该批回收料为不合格。

6.4.3.2 根据回收的目的，分析结果与本文件定不符时，则从该批回收料中取双倍试样对不合格项目进行重复检验，如仍有任一项结果不合格，则判该批回收料为不合格。

7 包装、运输与产品质量证书

7.1 包装

7.1.1 每批回收料优溶渣外包装上应注明供方名称、回收料分类、批号、重量。

7.1.2 回收料优溶渣包装和货包应符合 GB 11806 的一般要求。

7.2 运输

7.2.1 回收料优溶渣在运输储存过程中应保证物料的安全性，产品运输、装卸、贮存过程中，防止物料泄漏洒落。

7.2.2 应使任何货包外表面的非固定污染保持在实际可行的尽量低的水平上，在常规运输条件下，这种污染不得超过 4 Bq/cm²；可以用在货包或集合包装表面的任意部位任何 300cm² 面积上取的非固定污染平均值来判断是否符合这一要求。

7.2.3 货包或集合包装的外表面上任一点的最高辐射水平应不超过 2mSv/h。

7.2.4 应定期检查经常用于运输放射性物品的运输工具和设备，以确定其污染水平。该检查的频度应视其受污染的可能性和所运输的放射性物品的数量而定。

7.2.5 回收料优溶渣的运输应该满足 GB 11806 的要求。当单个核素的放射性水平超过 10Bq/g 时，应由有放射性物品运输资质的单位承运。

7.3 贮存

7.3.1 回收料优溶渣及其加工产物中铀、钍系单个核素放射性活度浓度高于 1Bq/g 物料贮存设施的设计应符合 HJ 1114 相关要求。

7.3.2 放射性物料应该与非放射性物料分开存放。

7.4 质量证明书

每批回收料/回收产品应附质量证明书，注明以下信息：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和分类；
- c) 批号；
- d) 净重、件数；

- e) 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记;
- f) 本标准编号;
- g) 出厂日期。

全国团体标准信息平台