

# 富镍钴铁浸出液除杂及磷酸铁制备研究<sup>①</sup>

胡美世, 陈靖, 罗骏, 李光辉, 彭志伟, 张鑫, 陈彦虎, 饶明军

(中南大学 资源加工与生物工程学院, 湖南 长沙 410083)

**摘要:** 以镍钴铁粉经硫酸氧化浸出所得浸出液为研究对象, 调整电位后采用中和沉淀法优先去除溶液中的  $Al^{3+}$  和  $Cr^{3+}$ , 实现  $Fe^{2+}$  与  $Al^{3+}$  高效分离, 净化液再经氧化后采用磷酸沉铁制备水合磷酸铁产品, 富镍钴的净化液再用于制备氢氧化镍钴。结果表明, 在溶液  $pH=4.5$ 、反应温度  $25\text{ }^{\circ}C$ 、反应时间  $10\text{ min}$  条件下,  $Al$  和  $Cr$  去除率分别为  $100\%$  和  $97.15\%$ ,  $Fe$  损失率为  $2.42\%$ ; 净化液在溶液  $pH$  值  $2.1$ 、沉淀时间  $10\text{ min}$ 、沉淀温度  $25\text{ }^{\circ}C$  条件下沉铁,  $Fe$  沉淀率为  $97.30\%$ ,  $Ni$  和  $Co$  损失率分别为  $0.36\%$  和  $0.64\%$ ; 沉淀产物为无定形且带结晶水的磷酸铁, 经  $700\text{ }^{\circ}C$  煅烧  $2\text{ h}$  后转变为无水  $FePO_4$ , 其杂质含量和铁磷比符合  $HG/T\ 4701-2021$  中 I 型无水磷酸铁的标准。

**关键词:** 磷酸盐沉淀法; 磷酸铁; 氧化浸出; 沉铁; 除杂; 镍钴铁; 氢氧化镍钴

中图分类号: TF111

文献标志码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2025.01.018

文章编号: 0253-6099(2025)01-0097-06

## Purification of Nickel-Cobalt-Iron Rich Leachate and Preparation of Iron Phosphate

HU Meishi, CHEN Jing, LUO Jun, LI Guanghui, PENG Zhiwei, ZHANG Xin, CHEN Yanhu, RAO Mingjun

(School of Minerals Processing & Bioengineering, Central South University, Changsha 410083, Hunan, China)

**Abstract:** The leachate obtained from the oxidation leach of nickel-cobalt-iron powder with sulfuric acid was taken in the study for preparing iron phosphate. After potential adjustment,  $Al^{3+}$  and  $Cr^{3+}$  in the leachate were removed by neutralization and precipitation to achieve an efficient separation of  $Fe^{2+}$  and  $Al^{3+}$ . The purified solution was then oxidized and used to prepare ferric phosphate hydrate by iron precipitation with phosphoric acid. Finally, the purified Ni-Co-rich solution was used to prepare nickel-cobalt hydroxide. It is found that firstly, with  $pH$  of the leachate at  $4.5$ ,  $10\text{ min}$  of reaction at  $25\text{ }^{\circ}C$  can lead to the removal rates of  $Al$  and  $Cr$  reaching  $100\%$  and  $97.15\%$ , with loss rate of  $Fe$  at  $2.42\%$ ; secondly, the obtained purified solution is subjected to  $10\text{-min}$  iron precipitation at  $25\text{ }^{\circ}C$  with  $pH$  of  $2.1$ , resulting in iron precipitation rate of  $97.30\%$ , loss rates of  $Ni$  and  $Co$  at  $0.36\%$  and  $0.64\%$ , respectively; the precipitate, amorphous iron phosphate with water of crystallization, is then subjected to  $2\text{-h}$  calcination at  $700\text{ }^{\circ}C$  and converted to anhydrous  $FePO_4$ , with both impurity content and iron-phosphorus ratio up to the standard of type I anhydrous iron phosphate in  $HG/T\ 4701-2021$ .

**Key words:** phosphate precipitation; iron phosphate; oxidation leach; iron precipitation; impurity removal; nickel-cobalt-iron; mixed hydroxide precipitate (MHP)

镍因其优良的性质被广泛应用于不锈钢、镍基合金、电镀及电池等领域<sup>[1]</sup>。目前可供开采的镍矿石主要为硫化镍矿和红土镍矿<sup>[2]</sup>, 随着硫化镍矿的不断开采与消耗, 红土镍矿逐渐成为镍生产的主要原料<sup>[3]</sup>。为高效利用红土镍矿资源, 尤其是中低品位的褐铁矿

型红土镍矿, 本课题组前期开发了红土镍矿选择性固态还原-磁选工艺<sup>[4]</sup>, 磁选获得的镍钴铁合金粉末可用于电炉冶炼不锈钢<sup>[5]</sup>。该工艺具有能耗低、回收率高和原料适应性强等优点, 但镍钴铁粉直接用于冶炼不锈钢, 其中同步富集的钴并未获得充分地资源化利用。

① 收稿日期: 2024-08-31

基金项目: 国家自然科学基金(52174288, 51804346)

作者简介: 胡美世(1999—), 女, 江西上饶人, 硕士研究生, 研究方向为镍钴资源提取和矿产资源高效利用。E-mail: 376766827@qq.com

通信作者: 饶明军(1984—), 男, 江西广丰人, 博士, 教授, 研究方向为复杂铁矿/二次资源清洁高效利用。E-mail: mj.rao@csu.edu.cn

在硫酸镍、硫酸钴需求强劲、镍铁产能过剩的背景下,开辟镍钴铁粉增值化利用新路径,可以进一步发挥该工艺优势。因此提出了以镍钴铁粉为原料、经硫酸浸出制备氢氧化镍钴的技术路线<sup>[6]</sup>,浸出过程中 Ni、Co、Fe 都被溶解于溶液中,通过化学沉淀法将浸出液中铁离子选择性沉淀后得到富镍钴溶液,用于制备氢氧化镍钴。

目前从溶液中除铁的常用方法是化学沉淀法(包括黄铁矾法、针铁矿法、赤铁矿法、中和沉淀法等)<sup>[7-8]</sup>、磁铁矿法、磷酸盐法等。随着磷酸铁锂材料的发展,作为前驱体材料的磷酸铁需求增加<sup>[9]</sup>,研究人员使用磷酸盐法去除溶液中的铁<sup>[10-12]</sup>,以期得到 FePO<sub>4</sub>,该方法利用 FePO<sub>4</sub> 溶解度远小于其他金属磷酸盐的性质,从而将 Fe<sup>3+</sup> 选择性地从溶液中脱除。

本文以镍钴铁粉“硫酸+过氧化氢”体系常压浸出液为研究对象,经电位调整后用中和沉淀法优先去除溶液中的铝和铬,净化液用磷酸除铁,该方法的铁去除率高,镍、钴损失率小,在实现铁与镍、钴选择性分离的同时还实现了铁的增值化利用,为镍钴铁粉的高效利用提供了新思路。

## 1 试验

### 1.1 原料

镍钴铁粉经硫酸+过氧化氢体系浸出后获得富镍钴铁溶液,浸出液中各元素质量浓度见表1。浸出液中含有大量铁,其以 Fe<sup>2+</sup> 和 Fe<sup>3+</sup> 形式存在于溶液中。同时浸出液中还含有 Ni、Co、Al 和 Cr 等其他离子。

表1 浸出液中各元素质量浓度

Ni <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>
9.77	0.77	0.42	1.27	0.84	0.34	29.90	21.56

### 1.2 试验方法

浸出液制备磷酸铁工艺路线如图1所示。先将浸出液加热至85℃,使用pH计持续监测溶液pH值,将镍钴铁粉+铁粉加入溶液中,至浸出液中 Fe<sup>3+</sup> 全部被还原成 Fe<sup>2+</sup>,中止反应,抽滤得到电位调整后液;取50 mL 电位调整后液至150 mL 烧杯中,加入3 mol/L 氢氧化钠溶液至目标 pH 值,在一定温度下反应一段时间后,停止加热搅拌,抽滤得到除铝、铬后液;取50 mL 除铝、铬后液至150 mL 烧杯中,加入与溶液中铁离子物质的量比1:1的17%磷酸溶液,充分混合后使用蠕动泵缓慢加入与溶液中亚铁离子物质的量比1:0.6的

3%过氧化氢溶液至 Fe<sup>2+</sup> 全部氧化为 Fe<sup>3+</sup> 后,使用3 mol/L 氢氧化钠溶液调整溶液至目标 pH 值时开始计时,在一定温度下反应一段时间后,抽滤得到沉铁后液和沉淀产物。

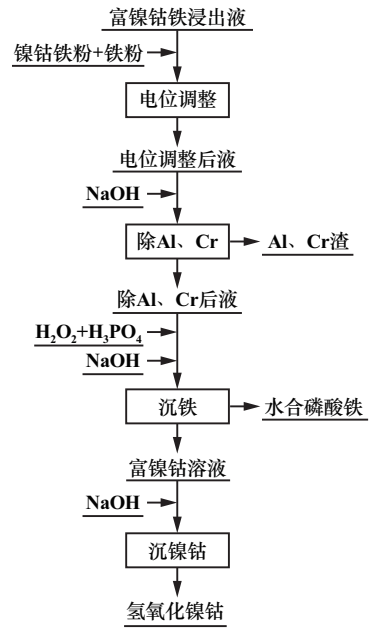


图1 制备磷酸铁的工艺路线

Fig. 1 Process route for preparation of iron phosphate

## 2 结果与讨论

### 2.1 浸出液的预处理

浸出液中铁以 Fe<sup>2+</sup> 和 Fe<sup>3+</sup> 形式存在,因此在中和沉淀法去除铝和铬之前需对浸出液进行电位调整,使用镍钴铁粉将溶液中的 Fe<sup>3+</sup> 全部还原成 Fe<sup>2+</sup>。电位调整后液中各离子质量浓度见表2。

表2 电位调整后液中各离子质量浓度

Ni <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>
10.21	0.72	1.81	1.02	0.86	0.51	67.44

### 2.2 铝和铬的去除

#### 2.2.1 反应 pH 值的影响

从浸出液中合成磷酸铁产品的质量很大程度上取决于 Al<sup>3+</sup> 和 Cr<sup>3+</sup> 这2个杂质元素的去除程度,Fe<sup>2+</sup> 可以与 Al<sup>3+</sup> 和 Cr<sup>3+</sup> 通过中和沉淀法实现分离。在反应温度45℃、反应时间30 min、搅拌速率300 r/min条件下,考察了沉淀 pH 值对去除率的影响,结果如图2所示。由图2可知,随着 pH 值升高,Al、Cr 去除率增加,Fe 损失

率变化不明显。pH=3 时,Al、Cr 去除率分别为 6.63%、8.46%,Fe 损失率为 1.69%。pH=4 时,Al、Cr 去除率分别为 76.36%、86.64%,Fe 损失率为 2.82%。pH=4 远小于 Fe<sup>2+</sup>的沉淀 pH 值,理论上不会造成 Fe<sup>2+</sup>的大量损失,但铁损失率却达到了 2.82%,这可能是在空气中进行沉淀,会有部分 Fe<sup>2+</sup>被空气中的氧气氧化成 Fe<sup>3+</sup>,从而与 Al<sup>3+</sup>一起沉淀。pH=4.5 时,Al、Cr 去除率均达到 100%,Fe 损失率 3.17%。为了保证 Al 和 Cr 去除率,反应 pH 值选择 4.5。

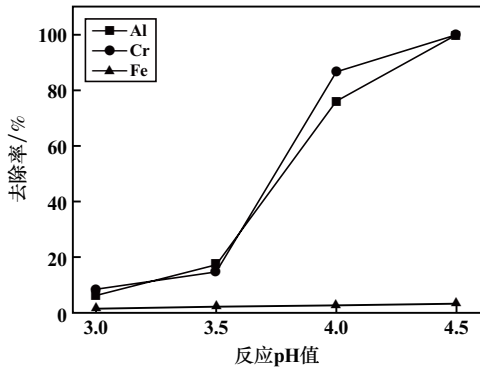


图 2 反应 pH 值对去除率的影响

Fig.2 Effect of pH for reaction on removal rate

### 2.2.2 反应温度的影响

在反应时间 30 min、反应 pH 值 4.5、搅拌速率 300 r/min 条件下,考察了反应温度对去除率的影响,结果如图 3 所示。由图 3 可知,随着温度升高,Al 和 Cr 去除率变化不大,但 Fe 损失率明显增加,这是因为在较高温度下,Fe<sup>2+</sup>更易被氧化成 Fe<sup>3+</sup>,从而造成 Fe 的损失,同时 Fe(OH)<sub>3</sub> 的产生也会增加其他元素的损失。适宜的反应温度为 25 ℃。

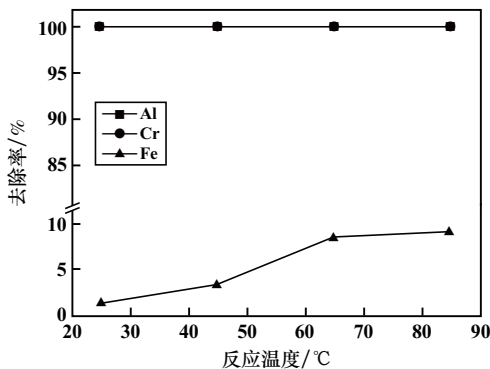


图 3 反应温度对去除率的影响

Fig.3 Effect of reaction temperature on removal rate

### 2.2.3 反应时间的影响

在反应温度 25 ℃、反应 pH 值 4.5、搅拌速率 300 r/min 条件下,考察了反应时间对去除率的影响,结果

如图 4 所示。由图 4 可知,随着时间延长,Al 和 Cr 去除率变化不大,但 Fe 损失率明显增加,这主要是 Fe<sup>3+</sup>的生成导致的。在保证 Al 和 Cr 去除率的情况下应尽可能减少其他金属离子的损失,确定适宜的反应时间为 10 min,该条件下 Al 和 Cr 去除率分别为 100%和 97.15%,Fe 损失率为 2.42%。

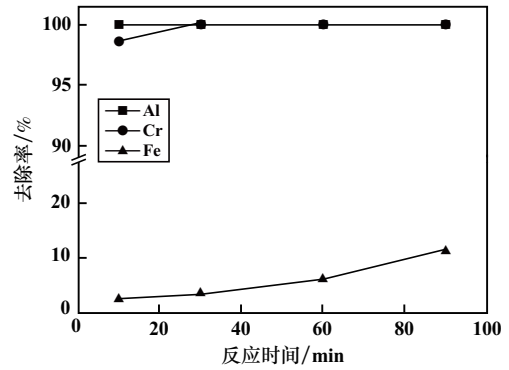


图 4 反应时间对去除率的影响

Fig.4 Effect of reaction time on removal rate

### 2.2.4 除铝、铬综合实验

根据单因素实验确定适宜的除铝、铬参数为:反应 pH 值 4.5、反应时间 10 min、反应温度 25 ℃。此条件下批量制备了除铝、铬后液,同时使用硫酸溶液调整其 pH 值至 2 以下,此时该溶液主要元素质量浓度见表 3。

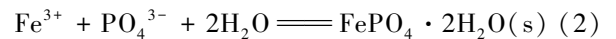
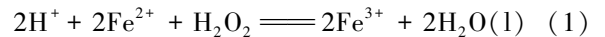
表 3 除铝、铬后液主要元素质量浓度

Table 3 Concentration of each element in solution

after removal of Al and Cr							g/L	
Ni <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	
9.22	0.66	1.69	0.04	0.74	0.02	57.21	0.91	

### 2.3 磷酸铁的合成与表征

去除 Al 和 Cr 之后的溶液为 Fe<sup>2+</sup>/Ni<sup>2+</sup>/Co<sup>2+</sup> 共存体系,使用 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 将 Fe<sup>2+</sup>氧化成 Fe<sup>3+</sup>后加入磷酸选择性沉淀 Fe<sup>3+</sup>以获得磷酸铁。



#### 2.3.1 沉淀 pH 值的影响

在搅拌速率 300 r/min、沉淀温度 25 ℃、沉淀时间 30 min 条件下,探究了沉淀 pH 值对沉淀率的影响,结果如图 5 所示。从图 5 可知,随着沉淀 pH 值上升,Fe 沉淀率明显增加,Ni、Co 损失率小幅增加,这可能是生成的大量磷酸铁颗粒与这些离子的碰撞与吸附概率变高导致的。为了保证磷酸铁产品的品质,同时减少有价金属的损失,沉淀 pH 值选择 2.1。

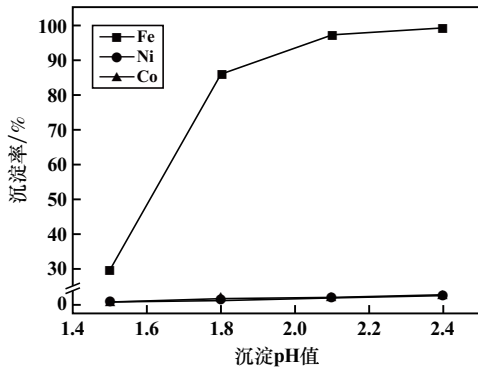


图5 沉淀 pH 值对沉淀率的影响

Fig.5 Effect of pH on precipitation rate

### 2.3.2 沉淀温度的影响

pH=2.1、沉淀时间 30 min、搅拌速率 300 r/min 条件下,探究了沉淀温度对沉淀率的影响,结果如图 6 所示。由图 6 可知,随着温度升高,Fe 沉淀率及 Ni、Co 损失率均有所升高。适宜的沉淀温度为 25 ℃。

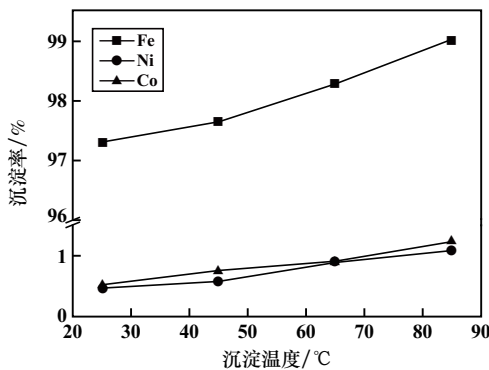


图6 沉淀温度对沉淀率的影响

Fig.6 Effect of temperature on precipitation rate

### 2.3.3 沉淀时间的影响

pH=2.1、沉淀温度 25 ℃、搅拌速率 300 r/min 条件下,探究了沉淀时间对沉淀率的影响,结果如图 7 所示。由图 7 可知,沉淀时间对各元素沉淀率影响不显

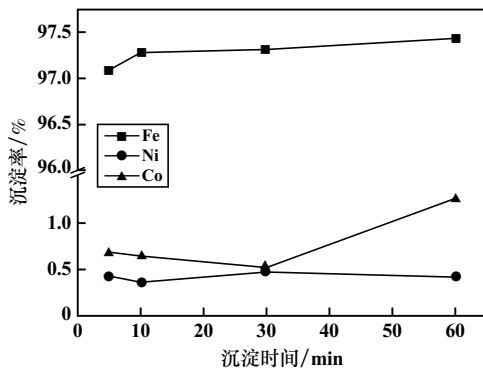


图7 沉淀时间对沉淀率的影响

Fig.7 Effect of precipitation time on precipitation rate

著。沉淀 10 min 时,Fe 沉淀率为 97.30%,Ni 和 Co 分别损失 0.36%和 0.64%。确定适宜的沉淀时间为 10 min。

### 2.3.4 磷酸铁合成综合实验

确定适宜的沉铁参数为:pH=2.1、沉淀时间 10 min、沉淀温度 25 ℃。在该条件下进行了批量实验<sup>[13]</sup>,得到沉淀产物和除铁后液,除铁后液中各元素质量浓度见表 4,沉淀产物 XRD 检测结果见图 8,SEM 图谱及粒度分布见图 9。

表4 沉铁后液中各元素质量浓度

Ni <sup>2+</sup>	Co <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	Al <sup>3+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Fe <sup>3+</sup>
2 860.0	190.0	530.0	0.7	230.0	4.0	50.0

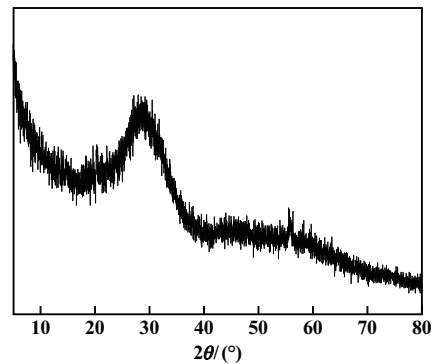
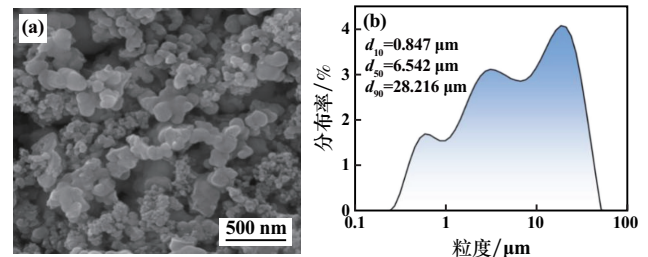


图8 沉淀产物 XRD 图谱

Fig.8 XRD pattern of precipitate



(a) SEM 图谱; (b) 粒度分布

图9 沉淀产物 SEM 图谱和粒度分布

Fig.9 SEM pattern and particle size distribution of precipitate

由图 8 可见,XRD 图谱在 28°左右有一个“馒头峰”,说明该产物不具有完整的晶型结构。由图 9(a)可以看出,磷酸铁为不规则的片状颗粒,有明显的颗粒团聚,且颗粒大小相差明显;从图 9(b)可以进一步看出,颗粒粒度分布不均匀,这可能是在较低温度下,在沉淀 pH 值条件下磷酸铁颗粒瞬间产生,但并无生长条件,所得颗粒大小不均。

工业使用的磷酸铁电池主要有两种类型,分别为无水磷酸铁和二水磷酸铁。有研究表明,无定形的水合磷酸铁在 700 °C 下脱水可转变为无水磷酸铁,因此将沉淀产物在 700 °C 下煅烧 2 h,得到的煅烧产物 XRD 图谱如图 10 所示。可以看出经 700 °C 煅烧后的磷酸铁具有明显特征峰,与 FePO<sub>4</sub> 的标准 PDF#04-009-5619 对比可以确定其为 FePO<sub>4</sub> 晶体。煅烧得到的 FePO<sub>4</sub> 晶体主要元素及杂质含量见表 5。从表 5 可知,煅烧后的 FePO<sub>4</sub> 中 Fe 和 P 元素的含量均在标准 HG/T 4701—2021 I 型范围内,且铁磷比(Fe:P)为 1,其他杂质元素含量也在标准要求的范围之内。

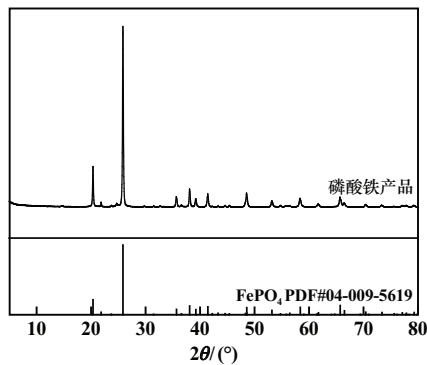


图 10 700 °C 下煅烧 2 h 所得磷酸铁产品 XRD 图谱

Fig. 10 XRD pattern of FePO<sub>4</sub> obtained by calcination at 700 °C for 2 h

表 5 无水磷酸铁主要元素及杂质含量(质量分数)

产品名称	Fe	P	Mn	Al	Mg	Cr
HG/T 4701—2021 I 型商业磷酸铁 产品 <sup>[14]</sup>	35.7~36.7	20.0~21.1	≤0.1	≤0.05	≤0.06	—
本文磷酸铁产品	36.19	20.07	0.043	0.019	0.053	0.003 4

## 2.4 镍钴的回收

25 °C 下,先将沉铁后液 pH 值调整至 5,除去溶液中剩余的 Fe 和 Cr,反应 30 min 后过滤得到滤液,进一步调整滤液 pH 值至 10,反应 30 min 后过滤得到氢氧化镍钴(MHP)。MHP 主要元素含量见表 6。可以发现干基 MHP 中 Ni 含量为 41.54%,Co 和 Mn 含量分别为 2.46%和 7.03%,同时还含有 1.07%的 Mg,其余杂质含量都很低,可以直接作为生产硫酸镍的原料。

表 6 氢氧化镍钴主要元素含量(质量分数)

Table 6 Content of each element in MHP %						
Ni	Co	Mn	Al	Mg	Cr	Fe
41.54	2.46	7.03	0.002	1.07	0.011	0.05

## 3 结论

1) 浸出液中铁以 Fe<sup>2+</sup> 和 Fe<sup>3+</sup> 形式存在,同时还含有 Al<sup>3+</sup>、Cr<sup>3+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 和 Co<sup>2+</sup>,需要经过电位调整再使用中沉淀法将铁和铝选择性脱除,磷酸盐沉淀法可以实现 Fe<sup>3+</sup> 与 Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup> 和 Mn<sup>2+</sup> 的选择性分离。

2) 在 pH=4.5、反应温度 25 °C、反应时间 10 min 条件下,Al 和 Cr 去除率分别为 100%和 97.15%,Fe 损失率 2.42%,达到了优先沉淀 Al 和 Cr 的目的。在沉淀 pH=2.1、沉淀时间 10 min、沉淀温度 25 °C 条件下,Fe 沉淀率为 97.30%,Ni 和 Co 损失率分别为 0.36%和 0.64%。

3) 沉淀产物为无定形且带结晶水的磷酸铁,经 700 °C 焙烧后转变为无水 FePO<sub>4</sub>,杂质含量和铁磷比符合 HG/T 4701—2021 中 I 型无水磷酸铁的标准。沉铁后所得的富镍钴溶液经过一步除杂制备氢氧化镍钴,氢氧化镍钴(干基)中 Ni 质量分数为 41.54%,而 Co 和 Mn 质量分数分别为 2.46%和 7.03%。

## 参考文献(References):

- [1] KLAPPER H S, ZADOROZNE N S, REBAK R B. Localized corrosion characteristics of nickel alloys: A review[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2017,30(4):296-305.
- [2] MESHRAM P, ABHILASH, PANDEY B D. Advanced review on extraction of nickel from primary and secondary sources[J]. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 2019,40(3):157-193.
- [3] LI J, YANG Y, WEN Y, et al. Leaching kinetics and mechanism of laterite with NH<sub>4</sub>Cl-HCl solution[J]. Minerals, 2020,10(9):754.
- [4] LI G H, SHI T M, RAO M J, et al. Beneficiation of nickeliferous laterite by reduction roasting in the presence of sodium sulfate[J]. Minerals Engineering, 2012,32:19-26.
- [5] RAO M J, LI G H, ZHANG X, et al. Reductive roasting of nickel laterite ore with sodium sulphate for Fe-Ni production. part II: Phase transformation and grain growth[J]. Separation Science and Technology, 2016,51(10):1727-1735.
- [6] RAO M J, CHEN J, ZHANG T, et al. Atmospheric acid leaching of powdery Ni-Co-Fe alloy derived from reductive roasting of limonitic laterite ore and recovery of battery grade iron phosphate[J]. Hydrometallurgy, 2023,218:106058.
- [7] 常龙娇,刘佳因,刘连利,等. 红土镍矿制备黄钠铁矾的研究[J]. 矿冶, 2018,27(3):56-59.  
CHANG Longjiao, LIU Jianan, LIU Lianli, et al. Preparation of sodium jarosite from nickel laterite[J]. Mining and Metallurgy, 2018, 27(3):56-59.
- [8] 王益昭,何贵香,付怀飞,等. 低品位氧化铜矿浸出液赤铁矿法除铁[J]. 矿冶工程, 2022,42(2):110-112.  
WANG Yizhao, HE Guixiang, FU Huaifei, et al. Iron removal from leach solution of low-grade copper oxide ore by hematite precipitation process[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2022, 42(2): 110-112.

- [9] 任相宇,刘少葵,刘勇奇,等.磷酸铁前驱体制备方法研究进展[J].矿冶工程,2022,42(3):92-95.  
REN Xiangyu, LIU Shaokui, LIU Yongqi, et al. Technical progress in preparation of iron phosphate precursor[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2022,42(3):92-95.
- [10] 施春红,张喜玲,杨春雪.磷酸盐分步沉淀不锈钢酸洗污泥浸出液铬铁镍[J].化工进展,2021,40(11):6378-6384.  
SHI Chunhong, ZHANG Xiling, YANG Chunxue, et al. Selective separation of Cr-Fe-Ni by phosphate precipitation from stainless steel pickling sludge leaching solution[J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2021,40(11):6378-6384.
- [11] 肖超,曾理,李义兵,等.磷酸盐沉淀法除铁过程热力学分析[J].中国有色金属学报,2018,28(3):637-643.  
XIAO Chao, ZENG Li, LI Yibing, et al. Thermodynamic analysis on removing iron by phosphate precipitation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2018,28(3):637-643.
- [12] 湛金,李鹏.用磷酸盐从硫化镍矿石浸出液中除铁试验研究[J].湿法冶金,2022,41(4):355-358.  
ZHAN Jin, LI Peng. Removal of ferric from nickel sulfide ore leachate using phosphate[J]. Hydrometallurgy of China, 2022,41(4):355-358.
- [13] 胡美世.镍钴铁粉浸出-净化-沉淀制备磷酸铁和氢氧化镍钴研究[D].长沙:中南大学,2024.  
HU Meishi. Preparation of FePO<sub>4</sub> and mixed hydroxide of nickel and cobalt from Ni-Co-Fe powder by leaching-purification-precipitation [D]. Changsha: Central South University, 2024.
- [14] HG/T 4701—2021.电池用磷酸铁[S].  
HG/T 4701—2021. Iron Phosphate for Battery[S].
- 引用本文:胡美世,陈靖,罗骏,等.富镍钴铁浸出液除杂及磷酸铁制备研究[J].矿冶工程,2025,45(1):97-102.  
HU Meishi, CHEN Jing, LUO Jun, et al. Purification of nickel-cobalt-iron rich leachate and preparation of iron phosphate[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025,45(1):97-102.

(上接第91页)

- [14] ZHENG J Y, ZHENG Z Q, LI L, et al. Acid-leaching mechanism of electroplating sludge: based on a comprehensive analysis of heavy-metal occurrence and the dynamic evolution of coexisting mineral phases[J]. Environmental science and pollution research international, 2023,30(53):113600-113608.
- [15] SALHI. Recovery of nickel and copper from metal finishing hydroxide sludges by ammoniacal leaching[J]. Mineral Processing and Extractive Metallurgy, 2010,119(3):147-152.
- [16] 宋强,童雄,谢贤,等.溶剂萃取法分离提取镍和钴的研究现状及展望[J].中国有色金属学报,2023,33(6):1957-1971.  
SONG Qiang, TONG Xiong, XIE Xian, et al. Research status and prospect of separation and extraction of nickel and cobalt by solvent extraction[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2023,33(6):1957-1971.
- [17] 马玉翔,李玲,王海瑜,等.皂化 P204、P507 对电镀含镍废水中镍离子萃取性能探究[J].山东化工,2023,52(24):27-28.  
MA Yuxiang, LI Ling, WANG Haiyu, et al. Study on nickel extraction properties from electroplating wastewater by saponified P204 and P507[J]. Shandong Chemical Industry, 2023,52(24):27-28.
- 引用本文:焦奥博,刘牡丹,吕先谨,等.高镍电镀污泥中镍的分离与硫酸镍的制备研究[J].矿冶工程,2025,45(1):86-91.  
JIAO Aobo, LIU Mudan, LYU Xianjin, et al. Separation of nickel from high-nickel electroplating sludge and preparation of nickel sulfate [J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025,45(1):86-91.

(上接第96页)

- [10] GUO W, WU J, LIU X, et al. Raman and X-ray photoelectron spectroscopy study on the influence of La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the melt structure of SiO<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO[J]. Ceramics International, 2022,48(18):25933-25939.
- [11] MCMILLAN P. A Raman spectroscopic study of glasses in the system CaO-MgO-SiO<sub>2</sub>[J]. American Mineralogist, 1984,69:645-659.
- [12] MYSEN B O, FRANTZ J D. Raman spectroscopy of silicate melts at magmatic temperatures: Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub> and Li<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub> binary compositions in the temperature range 25~1475 °C [J]. Chemical Geology, 1992,96:321-332.
- [13] MYSEN B O, FRANTZ J D. Structure of silicate melts at high temperature: In-situ measurements in the system BaO-SiO<sub>2</sub> to 1669 °C [J]. American Mineralogist, 1993,78:699-709.
- [14] LI Q, YANG S, ZHANG Y, et al. Effects of MgO, Na<sub>2</sub>O, and B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the viscosity and structure of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-bearing CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slags[J]. ISIJ International, 2017,57(4):689-696.
- [15] 李倩倩,吴婷,杨文,等.碱度对精炼渣理化性能及磷元素迁移的影响[J].炼钢,2022,38(3):20-25.  
LI Qianqian, WU Ting, YANG Wen, et al. Effect of basicity on physicochemical properties and phosphorus migration of refined slag [J]. Steelmaking, 2022,38(3):20-25.
- [16] FAN L, LIU C, JIANG M. Viscosity and its correlation to the ionic structure of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slags with various La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additions[J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 2022,53(2):1295-1307.
- [17] WANG Z, SOHN I. Influence of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> mass ratio and gas composition on the viscous behavior and structure of Cr-containing stainless steel slags[J]. Ceramics International, 2020,46:903-912.
- 引用本文:赵付恒,辛文彬,邓永春,等.二元碱度对 CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CeO<sub>2</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 渣系黏度和熔渣结构的影响[J].矿冶工程,2025,45(1):92-96.  
ZHAO Fuheng, XIN Wenbin, DENG Yongchun, et al. Effect of binary basicity on viscosity and structure of CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CeO<sub>2</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slag [J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025,45(1):92-96.