从典型的离子型稀土矿除杂渣中提取铝试验研究

王桂硕[1,2],刘会武[1,2],梁耕宇[1,2],刘忠臣[1,2],程　浩[1,2],张天溥[2]

(1.中核矿业科技集团有限公司,北京　101149;
2.核工业北京化工冶金研究院,北京　101149)

摘要:针对典型的离子型稀土矿除杂渣,研究了采用铵铝反应冷却结晶技术从中提取铝制备铵明矾。考察了硫酸铵用量、反应温度、反应时间、冷却结晶温度等工艺条件对铝结晶率的影响。结果表明:在铵铝物质的量比为 1.3/1、硫酸铵溶液质量浓度 760 g/L、反应温度 60 ℃、反应时间 120 min、冷却温度 5 ℃条件下,铝元素结晶率为 94.8%,所得铵明矾产品符合国家标准。该工艺可有效实现除杂渣中铝元素的高效提取回收,具有较好的经济效益。

关键词:离子型稀土矿;除杂渣;浸出;铝;回收;冷却结晶;铵明矾

中图分类号:TF803.21;TF821　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1009-2617(2026)01-0090-07

DOI:10.13355/j.cnki.sfyj.2026.01.013

离子吸附型风化壳矿床是我国特有的稀土矿,稀土元素主要呈离子状态,吸附在黏土表面[1]。目前典型的离子型稀土矿采冶工艺流程为硫酸铵溶液地浸—碳酸氢铵中和除杂—碳铵沉淀碳酸稀土—硫酸回调沉淀母液(用作配液或顶水)[2-4]。其中,中和除杂过程是采用碳酸氢铵将浸出液 pH 调节至 5.2～5.4,以除去溶液中 Al、Fe 等杂质,同时夹带和吸附部分稀土,形成主要成分为 Al_2O_3、SiO_2、REO、Fe_2O_3及微量铀和钍的除杂渣[5-7]。由于离子型稀土矿浸出液中 Al 浓度较高,除杂渣产生量较大,且稀土等有价元素存在夹带损失,因此会造成经济损失,同时也会带来安全环保压力。

针对除杂渣的二次资源中有价元素综合利用,国内外已有一些研究。如用 NaOH 浸出除杂渣中的铝,再用 HCl 浸出稀土,能实现铝和稀土的分步回收[6],该法需碱酸联合使用,试剂消耗较大;先采用 HCl 浸出除杂渣中的稀土,再用碳酸氢铵溶液调节酸浸液 pH 沉淀回收铝,能实现分步回收稀土和铝[7],但该法依赖于调节溶液 pH,以沉淀形式回收铝,选择性较差,铝产品质量不高。在硫酸体系中的铝可通过加入硫酸铵进行分离,二者可反应生成硫酸铝铵,硫酸铝铵再通过冷却结晶析出铵明矾,从而实现铝的回收[8-9]。该法是利用溶液中硫酸铝易与铵根离子形成硫酸铝铵复盐,根据硫酸铝铵复盐具有溶解度温度敏感性的特点,实现溶液中铝的高选择性分离回收,具有铝回收率高、杂质少等优势。

根据典型离子型稀土矿除杂渣的硫酸浸出液中元素组成特点及物化性质差异,提出采用复杂高酸多金属溶液中铵铝反应冷却结晶技术选择性分离回收其中的铝,再通过调节溶液中硫酸根及金属浓度,进一步回收溶液中铀、稀土等有价金属。考察了硫酸铵用量、反应温度、反应时间、冷却结晶温度等对铝结晶率的影响,确定了最佳工艺条件,以期为离子型稀土矿除杂渣减容减量及资源化回收利用提供一种可选择的技术方案。

1　试验部分

1.1　试验原料、试剂及设备

试验用离子型稀土矿除杂渣样品来自湖南省某离子型稀土矿生产企业,主要组成见表 1。可以看出:Al_2O_3质量分数为 42.08%,渣量巨大;REO 质量分数为 4.75%,具有较高的回收价值。

收稿日期:2025-06-17;**修订日期**:2025-09-04

基金项目:中国铀业有限公司-东华理工大学核资源与环境国家重点实验室联合创新基金资助项目(2023NRE-LH-04)。

第一作者简介:王桂硕(1994—),男,硕士,工程师,主要研究方向为湿法冶金。

除杂渣的 XRD 图谱如图 1 所示，XRD 图谱显示信号强度较弱，并伴有明显的背景噪声，信噪比(SNR)显著降低，这主要由于除杂渣为中和沉淀渣，其结晶度不足，相组成复杂且存在大量的非晶态成分所致。经比对可知，图谱中的衍射峰与数据库中 $Al_3[(Si,Fe)_2O_5](OH)_4$ 的标准卡片 PDF＃50-1625和 $Al_2(SO_4)_3\cdot 17H_2O$ 的标准卡片 PDF＃71-1797 匹配，表明渣中主要物相为硅铝酸盐及水合硫酸铝。

表 1　离子型稀土矿除杂渣的主要化学组成

Table 1　Main chemical composition of purification slag derived from ionic rare earth ore　%

Al_2O_3	SO_3	REO	SiO_2	CaO	Fe_2O_3	F	K_2O
42.08	31.63	4.75	3.28	0.31	0.27	0.27	0.18
WO_3	Cl	MgO	TiO_2	P_2O_5	NiO	PbO	ZrO_2
0.08	0.06	0.04	0.03	0.01	0.01	0.01	0.01

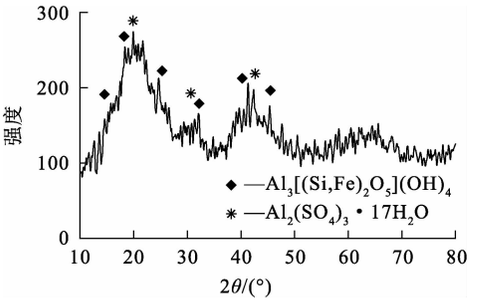


图 1　离子型稀土矿除杂渣的 XRD 图谱

Fig. 1　XRD pattern of purification slag derived from ionic rare earth ore

试剂：硫酸(98%)，分析纯，国药集团化学试剂有限公司；硫酸铵(99%)，分析纯，国药集团化学试剂有限公司；去离子水由实验室自制。

设备：搅拌浸出反应设备，IKA-RCT-Digital 型；莱博 CF41 程控型加热制冷恒温循环器，用于浸出液铵铝反应及冷却结晶试验；烧杯、夹套玻璃反应釜等，从蜀牛公司定制。

1.2　试验原理

根据金属氢氧化物溶度积及沉淀 pH 可知，$Al(OH)_3$ 在 pH＝3.0～4.7 范围内能沉淀完全，碳酸稀土在 pH＝4.5～7.5 之间沉淀，而氢氧化稀土一般在 pH≥6.0 开始沉淀[10]。因此，除杂渣中主要组成为氢氧化铝、碳酸稀土及部分夹杂的硫酸盐。用硫酸浸出除杂渣过程中发生的主要反应方程式为：

$$RE_2(CO_3)_3+6H^+\longrightarrow 2RE^{3+}+3CO_2\uparrow+3H_2O \quad (1)$$

$$Al(OH)_3+3H^+\longrightarrow Al^{3+}+3H_2O \quad (2)$$

$Al_2(SO_4)_3$ 与 K^+、Na^+ 和 NH_4^+ 的硫酸盐可结合生成一种溶解度更小的复盐，其溶解度随温度变化敏感，复盐可通过冷却结晶析出[11-12]。$Al_2(SO_4)_3$ 与 $(NH_4)_2SO_4$ 反应生成硫酸铝铵，冷却结晶析出为十二水合硫酸铝铵，反应方程式为：

$$Al_2(SO_4)_3+(NH_4)_2SO_4+24H_2O=\!=\!= 2(NH_4)Al(SO_4)_2\cdot 12H_2O\downarrow \quad (3)$$

影响铵明矾结晶率及晶型的因素主要有硫酸铵用量、硫酸铵加入方式、反应温度、反应时间，冷却结晶温度等[13-15]。

1.3　试验方法

除杂渣样品经过碾压后，在恒温水浴锅中与水混合搅拌均匀，在 350 r/min 的搅拌速度下，缓慢加入硫酸进行浸出。浸出后料液用布氏漏斗过滤进行固液分离，浸出渣经盘洗后滤液与洗水合并。用 ICP-AES 分析浸出渣、浸出液中 REO、Al 等各元素含量，计算各元素浸出率。

将浸出液置于 2 L 的玻璃反应釜中，采用 IKA 搅拌器，以 200 r/min 的速度搅拌，反应温度通过加热制冷恒温循环器将导热油在反应釜夹套中循环实现程序控温。浸出液加热至反应温度后，直接加入硫酸铵或硫酸铵溶液，反应一段时间后降温至 5 ℃，将料液从釜中取出过滤、分离，采用 ICP-AES 分析结晶母液中铝元素含量，按式(4)计算铝结晶率。结晶用 5 ℃冷水洗涤，自然风干后称质量，分析产品纯度。

$$\eta=\left(1-\frac{\rho_1 V_1}{\rho_0 V_0}\right)\times 100\% \quad (4)$$

式中：η—铝结晶率，%；V_0—浸出液体积，L；ρ_0—浸出液中铝质量浓度，g/L；V_1—结晶母液体积，L；ρ_1—结晶母液中铝质量浓度，g/L。

2　试验结果与讨论

2.1　除杂渣的硫酸浸出试验结果

除杂渣主要成分为易被硫酸分解的氢氧化铝、碳酸稀土等，此外还有部分硫酸根。从体系一致性考虑，试验选用硫酸作为浸出剂，并考察酸用量、液固体积质量比、浸出温度、浸出时间等条件

对铝浸出率的影响，各因素对铝浸出率影响如图 2 所示。可以看出：酸用量、液固体积质量比对铝浸出率有较大影响。综合考虑浸出效率、浸出液中元素浓度等因素，最终确定浸出条件为：酸用量 80%，液固体积质量比 3∶1，常温，浸出时间 30 min。在该条件下，铝浸出率达 90.8%，浸出渣产率为 20%，有效实现了除杂渣的减容及有价元素的提取。

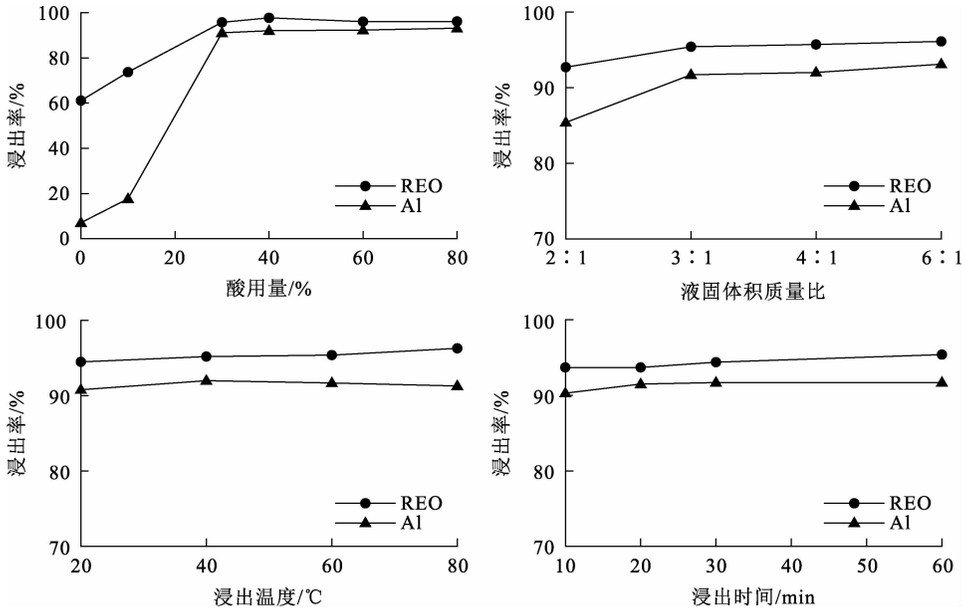


图 2 各因素对铝浸出率的影响

Fig. 2 Effects of various factors on leaching rate of aluminum

除杂渣的硫酸浸出液的主要化学组成及 pH 见表 2。可知：Al 质量浓度为 49.2 g/L，NH_4^+ 质量浓度为 1.18 g/L，制备硫酸铝铵时需再添加含铵试剂；REO 质量浓度为 3.65 g/L，待铵铝反应冷却结晶制备铵明矾后，含 REO 的结晶母液可返回稀土生产线，实现 REO 的资源回收。

表 2 除杂渣的硫酸浸出液的主要化学组成及 pH

Table 2 Main chemical composition of sulfuric acid leaching solution purification slag and pH

pH	ρ_B/(g·L^{-1})				
	REO	Al	Fe	NH_4^+	SO_4^{2-}
0.97	3.65	49.2	1.38	1.18	196

2.2 铵铝物质的量比对铝结晶率的影响

由式(3)可知，当溶液中硫酸铝浓度一定时，铵根浓度直接决定铝能否反应完全。实际生产中受诸多因素影响，需使铵根过量，以确保反应充分进行。因此，试验通过加入硫酸铵，调节铵铝物质的量比分别为 1/1、1.1/1、1.3/1、1.5/1 和 2/1，并在反应温度 60 ℃、反应时间 120 min、冷却温度5 ℃条件下，考察铵铝物质的量比对铵铝结晶率影响，结果如图 3 所示。

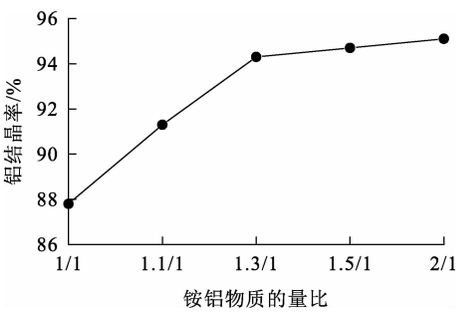


图 3 铵铝物质的量比对铝结晶率的影响

Fig. 3 Effect of molar ratio of ammonium to aluminum on crystallization rate of aluminum

由图 3 可知，随铵铝物质的量比增大，铝结晶率不断升高：当铵铝物质的量比由 1/1 增大至 1.3/1 时，铝结晶率由 87.8%升至 94.3%，提升幅度明显；而随铵铝物质的量比继续增至 2/1 时，铝结晶率提升幅度较小。基于反应热力学平衡定律，当反应体系中硫酸铝浓度一定、铵根浓度过量

时，有利于体系中的铝结晶反应正向进行，因此可知，硫酸铵过饱和度决定了铝结晶率。但当体系中铵根、铝离子过饱和度过高时，结晶反应推动力过大，结晶自发进行，极易爆发成核，形成大量的铵明矾晶体，导致晶体聚集形成流动性较差的浆体，产品结晶度低，固液分离困难。综合考虑，确定适宜的硫酸铵用量为铵铝物质的量比＝1.3/1。

2.3　反应温度对铝结晶率的影响

较高的反应温度有利于溶液中离子扩散，加快反应速率，改善料浆流动性，同时影响结晶反应的平衡常数。试验以固体形式加入硫酸铵，控制铵铝物质的量比为 1.3/1，在反应时间 120 min、冷却温度 5 ℃条件下，考察反应温度对铝结晶率的影响，结果如图 4 所示。

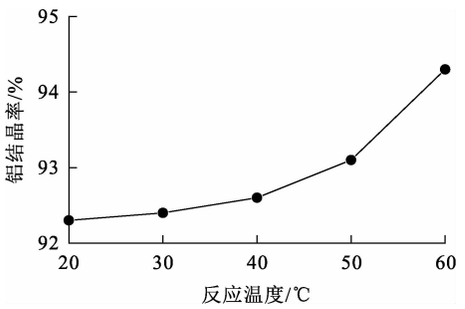


图 4　反应温度对铝结晶率的影响

Fig. 4　Effect of reaction temperature on crystallization rate of aluminum

由图 4 可知：反应温度升高对铵铝反应结晶有促进作用，温度由 20 ℃至 60 ℃时，铝结晶率由 92.3%升至 94.3%，提升幅度不大，这是由于浸出液中含有硅酸盐、腐植酸等杂质，常温下溶液黏度较大，流动性差导致。在结晶过程中，当温度较高时铵明矾溶解度较高，冷却过程中溶解度接近饱和，晶体析出，晶体逐渐生长；而温度较低时，铵明矾溶解度较低，导致大量细小晶核快速析出，细小结晶产品粘连在一起无法长大，造成产品结晶度不高且结晶率较低。综合考虑，确定铵铝反应结晶的适宜反应温度为 60 ℃。

2.4　反应时间对铝结晶率的影响

反应时间是决定反应是否达到平衡的重要影响因素。试验以固体形式加入硫酸铵，控制铵铝物质的量比为 1.3/1，在反应温度 60 ℃、冷却温度 5 ℃条件下，考察反应时间对铝结晶率的影响，结果如图 5 所示。

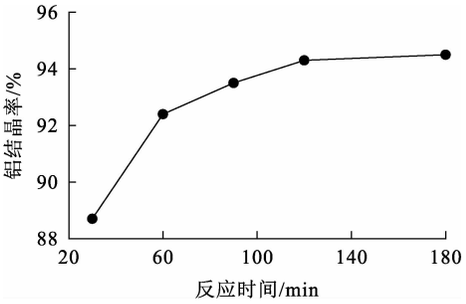


图 5　反应时间对铝结晶率的影响

Fig. 5　Effect of reaction time on crystallization rate of aluminum

由图 5 可知，随反应时间延长，铝结晶率先升高后趋于稳定：反应时间由 30 min 延长至 120 min时，铝结晶率由 88.7%升至 94.3%；反应时间继续延长至 180 min 时，铝结晶率没有明显提升。这说明反应 120 min 时，铵铝反应已充分进行，继续延长反应时间对铝结晶率及铵明矾产品晶型没有明显影响。综合考虑，确定适宜的反应时间为 120 min。

2.5　冷却结晶温度对铝结晶率的影响

冷却结晶温度直接关系到铵明矾溶解度，是影响铝结晶率的重要因素之一。试验以固体形式加入硫酸铵，控制铵铝物质的量比为 1.3/1，在反应温度 60 ℃、反应时间 120 min 条件下，考察冷却结晶温度对铝结晶率的影响，结果如图 6 所示。

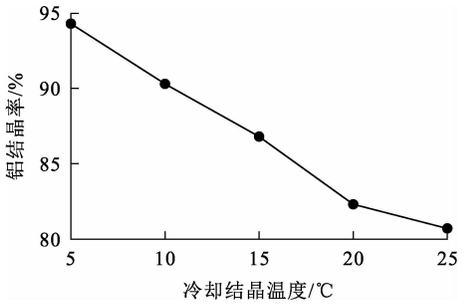


图 6　冷却结晶温度对铝结晶率的影响

Fig. 6　Effect of cooling crystallization temperature on crystallization rate of aluminum

由图 6 可知：随冷却结晶温度升高，铝结晶率明显下降，冷却结晶温度由 5 ℃升至 25 ℃时，铝结晶率从 94.3%降至 80.7%。当体系中硫酸铝和硫酸铵浓度一定时，冷却结晶终点温度直接影响铵明矾溶解度：结晶温度越低，铵明矾溶解度越低，铝结

晶率越高，铵明矾结晶产量越大，但制冷能耗增加，会导致成本增大。综合考虑铵明矾产量与生产成本，确定适宜的冷却结晶温度为 5 ℃。

2.6 硫酸铵加入方式对铝结晶率的影响

从浸出液中制备铵明矾包括液相铵铝反应及铵明矾冷却结晶 2 个过程。为精准调控硫酸铝铵反应结晶过程，防止局部过饱和成核，保证晶核产生和晶粒生长更充分均匀，试验分别采用固体（硫酸铵质量分数 99%）和溶液（在常温、40、60、90 ℃下配制的质量浓度分别为 769、810、874、1 000 g/L 的硫酸铵饱和溶液）2 种方式加入硫酸铵，并考察不同硫酸铵加入方式对铝结晶率的影响，结果见表 3。试验条件为铵铝物质的量比为 1.3/1，反应温度60 ℃，反应时间 120 min，冷却温度为 5 ℃。

表 3 硫酸铵加入方式对铝结晶率的影响

Table 3 Effect of addition method of ammonium sulfate on crystallization rate of aluminum

硫酸铵加入方式	硫酸铵质量分数/%	硫酸铵质量浓度/(g·L^{-1})	铝结晶率/%
溶液		769	94.8
		810	93.6
		874	92.5
		1 000	92.1
固体	99		94.3

由表 3 可知，加入质量浓度为 769 g/L 的硫酸铵溶液时，铝结晶率为 94.8%，高于以固体方式加入的铝结晶沉淀率(94.3%)。这是因为在高铝浓度的浸出液中加入过量的硫酸铵时，初始混合后溶液中铵根及硫酸根浓度较高，可促进反应向生成难溶解的硫酸铝铵进行。但加入质量浓度高于 769 g/L 硫酸铵溶液时，铝结晶沉淀率逐渐降低。这是因为硫酸铵溶液过高易导致瞬时过饱和度极高，造成晶核爆发式生长、杂质包裹等问题；且当溶液体系进入冷却降温阶段时，硫酸铝铵溶解度会进一步降低；此外过高的硫酸铵浓度还会引起初始铝离子浓度降低、初级晶核过多、溶液粘连等问题，会抑制硫酸铝铵进一步冷却结晶，从而造成铝结晶率降低、硫酸铝铵结晶度较差。因此，采用加入适宜浓度的硫酸铵溶液的方式，可避免溶液中局部铵明矾过饱和，使液相铵铝反应更充分，从而使晶核有足够时间生长；此外，稀释作用也能使料浆流动性得到改善，避免晶粒粘连，从而使晶核生长更充分，得到结晶度更好的铵明矾产品。

不同硫酸铵加入方式下铵明矾结晶产品的 XRD 图谱如图 7 所示。可知：当硫酸铵以固体形式加入时，铵明矾衍射峰强度较弱，衍射峰明显宽化，表明铵明矾结晶度较差，这可能是由于以固体方式加入易导致晶体生长不充分、晶粒细小所致；而以硫酸铵以溶液加入时，铵明矾衍射峰强度较强，衍射峰较窄，表明铵明矾结晶度高，晶粒较大。综合考虑铝结晶率与产品结晶度，确定硫酸铵以质量浓度为 769 g/L 的溶液形式加入。

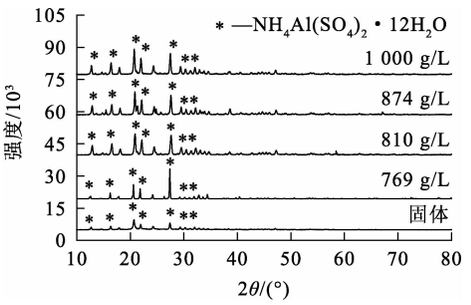


图 7 不同硫酸铵加入方式下铵明矾结晶产品的 XRD 图谱

Fig. 7 XRD patterns of ammonium alum crystal products at different ammonium sulfate addition methods

2.7 铵明矾产品分析

经本研究所制备得到的铵明矾产品主要组成见表 4，铵明矾产品的 XRD 图谱如图 8 所示。可知，试验制得的铵明矾产品各项指标均符合硫酸铝铵产品国家标准 GB 1886.342—2021。

表 4 铵明矾产品分析

Table 4 Analysis of aluminum alum sulfate product mg/kg

项目	$NH_4Al(SO_4)_2$*	As	Se	Pb	F
本产品	98.5	<0.10	<0.10	<0.10	<0.5
国标	≥96.5	≤2.0	≤30.0	≤5.0	≤30.0

*. 单位为%。

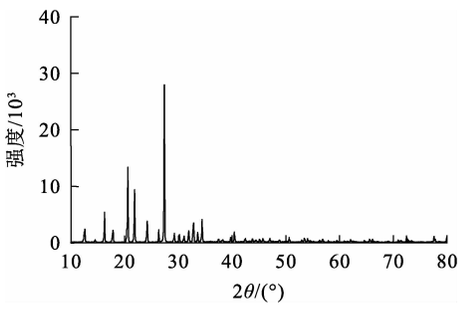


图 8 铵明矾产品的 XRD 图谱

Fig. 8 XRD pattern aluminum alum product

3　结论

针对典型离子型稀土矿除杂渣的硫酸浸出液，采用铵铝反应冷却结晶工艺分离回收铝是可行的。利用铵明矾溶解度差异及温度敏感性，对反应和结晶条件精准调控，通过液相铵铝反应，冷却结晶制备硫酸铝铵，能有效实现铝元素的分离回收。适宜的结晶条件为铵铝物质的量比1.3/1，硫酸铵溶液质量浓度 760 g/L，反应温度 60 ℃，反应时间120 min，冷却结晶温度 5 ℃。在该条件下，铝结晶率为 94.8%，所制备铵明矾产品符合国标。硫酸铵用量、反应时间及冷却结晶温度对铝结晶率影响显著，反应温度及硫酸铵溶液质量浓度对铝结晶率影响相对较小。该技术可直接应用于离子型稀土矿除杂渣处理处置，能实现除杂渣减量化、资源化，减轻稀土企业环保压力，并具有一定的经济效益，不足之处在于铵明矾产品经济价值相对较低，需进一步加工生产高附加值的铝产品。

参考文献：

[1] 徐光宪. 稀土：上册[M]. 北京冶金工业出版社，1995.

[2] 肖燕飞，黄小卫，冯宗玉，等. 离子吸附型稀土矿绿色提取技术研究进展[J]. 稀土，2015，36(3)：109-115.
XIAO Yanfei，HUANG Xiaowei，FENG Zongyu，et al. Progress in the green extraction technology for rare earth from ion-adsorption type rare earths ore[J]. Chinese Rare Earths，2015，36(3)：109-115.

[3] 邱廷省，伍红强，方夕辉，等. 风化壳淋积型稀土矿提取除杂技术现状及进展[J]. 稀土，2012，33(4)：81-85.
QIU Tingsheng，WU Hongqiang，FANG Xihui et al. The current situation and trends of the technology for impurity removal of weathering crust ion-absorbed type rare earth ores[J]. Chinese Rare Earths，2012，33(4)：81-85.

[4] 邱廷省，樊泽豪，龙琪邦，等. 离子型稀土矿浸取剂阴离子对稀土和杂质铝浸出行为的影响[J]. 矿产保护与利用，2024，44(5)：1-8.
QIU Tingsheng，FAN Zehao，LONG Qibang，et al. Influence of ionic rare earth ore leaching agent anions on the leaching behaviour of rare earths and impurity aluminium[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources，2024，44(5)：1-8.

[5] 欧阳救荣，曾小石，刘康，等. 离子型稀土矿浸出液除杂与沉淀过程固液强化分离研究[J]. 中国稀土学报，2023，41(4)：765-773.
OUYANG Jiurong，ZENG Xiaoshi，LIU Kang，et al. Enhanced solid-liquid separation of impurity removal and precipitation process from leaching solution of ion-adsorption rare earth ore[J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths，2023，41(4)：765-773.

[6] 何正艳，马萍萍，左琴，等. 风化壳淋积型稀土矿除杂渣中分步回收稀土和铝的研究[J]. 矿冶工程，2021，41(3)：87-91.
HE Zhengyan，MA Pingping，ZUO Qin，et al. Stepwise recovery of rare earth and aluminum from impurities removed residue of weathered crust elution-deposited rare earth ore[J]. Mining and Metallurgical Engineering，2021，41(3)：87-91.

[7] 何正艳，林展同，左琴，等. 从风化壳淋积型稀土矿除杂渣中酸浸稀土和铝[J]. 湿法冶金，2021，40(2)：116-119.
HE Zhengyan，LIN Zhantong，ZUO Qin，et al. Leaching of rare earths and aluminum from purification slag of weathered crust elution-deposited rare earth ore using hydrochloric acid[J]. Hydrometallurgy of China，2021，40(2)：116-119.

[8] 徐耀兵，王勤辉，施正伦，等. 含钒灰渣酸浸液结晶铵明矾的工艺条件[J]. 过程工程学报，2009，9(5)：927-931.
XU Yaobing，WANG Qinhui，SHI Zhenglun，et al. Crystallization conditions of ammonium aluminum sulfate from acid leachate of the ash containing vanadium[J]. The Chinese Journal of Process Engineering，2009，9(5)：927-931.

[9] 赵瑜，谢宇琪，郭彦霞，等. 利用粉煤灰硫酸浸取液制备十二水硫酸铝铵[J]. 环境工程学报，2015，9(12)：6034-6040.
ZHAO Yu，XIE Yuqi，GUO Liaoxia，et al. Preparation of ammonium aluminum sulfate dodecahydrate from sulphuric acid leaching solution of coal fly ash[J]. Chinese Journal of Environmental Engineering，2015，9(12)：6034-6040.

[10] 陈家镛. 湿法冶金手册[M]. 冶金工业出版社，2005.

[11] 包豪伟. 锂云母硫酸法制备碳酸锂工艺研究[D]. 赣州：江西理工大学，2024.

[12] 穆宇，高利坤，张裕书，等. 二段浸出萃余液结晶制备硫酸铝铵工艺：202010654973.2[P]. 2020-07-09.

[13] 罗丽斌. 一种生产高纯硫酸铝铵的方法：201711074265.6[P]. 2017-11-05.

[14] 黄燕华，王建浩，姚志远，等. 结晶法由硫辛酸厂含铝废水制备铵明矾[J]. 过程工程学报，2013，13(3)：436-441.
HUANG Yanhua，WANG Jianhao，YAO Zhiyuan，et al. Synthesis of ammonium alum from lipoic acid plant wastewater by crystallization[J]. The Chinese Journal of Process Engineering，2013，13(3)：436-441.

[15] 蔡卫权，夏庆，陈俊武，等. 一种从 FCC 废催化剂制备硫酸铝铵的方法：201810253731.5[P]. 2018-03-26.

Extraction of Aluminum from Purification Slag of Typical Ionic-type Rare Earth Ore

WANG Guishuo[1,2], LIU Huiwu[1,2], LIANG Gengyu[1,2], LIU Zhongchen[1,2], CHENG Hao[1,2], ZHANG Tianpu[2]

(1. *China Nuclear Mining Science and Technology Corporation, CNNC, Beijing* 101149, *China*;
2. *Beijing Research Institute of Chemical Engineering and Metallurgy, CNNC, Beijing* 101149, *China*)

Abstract: Aluminum ammonium reaction cooling crystallization technology was studied to extract aluminum from purification slag of typical ion-type rare earth ore and prepare ammonium alum. The effects of ammonium sulfate dosage, reaction temperature, reaction time, and cooling crystallization temperature on the aluminum crystallization rate were investigated. The results show that under the conditions of molar ratio of ammonium to aluminum of 1.3/1, mass concentration of ammonium sulfate solution of 760 g/L, reaction temperature of 60 ℃, reaction time of 120 min, and cooling temperature of 5 ℃, the aluminum crystallization rate is 94.8%, and the obtained ammonium alum product meets the national standard. The process can effectively achieve the efficient extraction and recovery of aluminum elements from the impurity slag, and has good economic benefits.

Key words: ionic-type rare earth ore; purification slag; leaching; aluminum; recovery; cooling crystallization; ammonium alum

(上接第 89 页)

Selective Extraction and Separation of Copper and Cobalt from Roasting-Leaching Solution of Pyrite Concentrate

LIU Jiaxing[1], XU Wentao[1], ZHOU Zhenhua[2], ZHANG Zhanfeng[2], YANG Shuaifeng[2], YANG Xiuying[2], LI Yupeng[2], HAN Baisui[1]

(1. *School of Minging Engineering, University of Science and Technology Liaoning, Anshan* 114051, *China*;
2. *Baotong Mining Company Limited, Chengde* 067000, *China*)

Abstract: To address the difficulty of separating copper and cobalt coexisting in the leaching solution of low-grade sulfide concentrates after roasting, a combined process of synergistic extraction-stripping-chemical precipitation was investigated to recover copper and cobalt. The results show that using P204+P507 as the extractant achieves copper extraction rate of 99.31% under the conditions of original station pH = 3, V_o : V_a = 1 : 1, and reaction time of 10 min. When N235 + C272 was used as the extractant at copper extract residue pH=4, V_o : V_a = 2 : 1 and reaction time of 10 min, the cobalt extraction rate reaches 99.63%. Using 0.2 mol/L H_2SO_4 as the stripping agent results in stripping efficiencies of 99.65% for copper and 98.65% for cobalt. With NaOH and Na_2CO_3 as precipitants, $Cu(OH)_2$ with a purity of 99.90% and $CoCO_3$ with a purity of 99.99% are obtained. The combined separation process can achieve efficient separation of copper and cobalt and produce high-purity products, providing a feasible technical approach for the comprehensive utilization of low-grade sulfur concentrate resources and having certain significance in alleviating the shortage of copper and cobalt resources in China.

Key words: copper; cobalt; separation; synergistic extraction; chemical precipitation