



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114427040 A

(43) 申请公布日 2022. 05. 03

(21) 申请号 202210044713.2

C04B 33/132 (2006.01)

(22) 申请日 2022.01.14

(71) 申请人 江西理工大学

地址 341000 江西省赣州市红旗大道86号

(72) 发明人 黄万抚 欧家才 黄金李鸿

李新冬 王泽凯 曾超聪

(74) 专利代理机构 南宁胜荣专利代理事务所

(特殊普通合伙) 45126

代理人 关文龙

(51) Int. Cl.

G22B 59/00 (2006.01)

G22B 3/08 (2006.01)

G22B 3/44 (2006.01)

G22B 1/00 (2006.01)

C01F 17/20 (2020.01)

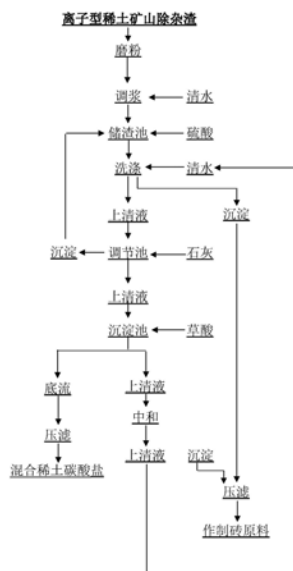
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法

(57) 摘要

本发明公开了一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,包括以下步骤:(1)磨粉、调浆;(2)酸浸;(3)洗涤;(4)调节pH值;(5)稀土产品沉淀;(6)中和。本发明提出了新的工艺流程,将其中的稀土资源进行回收,产出离子型混合稀土草酸盐矿产品,矿山的稀土选矿回收率可达82%以上,且工艺无环境污染隐患,取得较好的经济效益和社会效益。



1. 一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 磨粉、调浆

将除杂池池底的除杂渣用磨粉机进行磨粉,将磨粉后的除杂渣放到储渣池,加入清水进行调浆;

(2) 酸浸

在储渣池中加入酸,边加入酸边鼓入压缩空气进行搅拌,控制池中的pH值进行反应;

(3) 洗涤

在除渣池中加入清水进行洗涤,同时进行搅拌,将渣中被酸浸后产出的酸稀土洗涤进入上清液,洗涤产生的上清液抽取至调节池;

(4) 调节pH值

在调节池中调节上清液的pH值,调节pH值后产生的沉淀返回储渣池进行酸浸处理,回收其中的稀土;

(5) 稀土产品沉淀

将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,用酸将里面的稀土进行沉淀,压滤后得到离子型混合稀土酸盐产品;

(6) 中和

将沉淀稀土产品后的上清液进行中和,即作为清水返回至洗涤作业循环使用,中和产生的沉淀渣压滤后当做废泥送制砖厂作为制砖原料。

2. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(1)中磨粉的粒度控制为小于100目。

3. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(1)中按渣水比为1:1.2~1.4加入清水进行调浆。

4. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(2)中所述酸为硫酸,硫酸的浓度为98%。

5. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(2)中控制池中的pH值在2~2.5。

6. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(2)中控制池中的pH值进行反应的时间为5.5~6.3小时。

7. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(3)中在除渣池中加入清水后渣水比为1:8~1:10。

8. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(3)中进行多次酸浸--洗涤循环操作,直到渣头中的稀土含量降至0.25%以下,把含量在0.25%以下的渣头进行压滤,当废泥送至制砖厂作为制砖原料。

9. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(4)中在调节池中加入石灰或氢氧化钠,调节上清液的pH值至4.2~4.4。

10. 根据权利要求1所述的离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,其特征在于,步骤(5)中沉淀过程中控制pH值在2~2.5,酸用量为1.7~2t/tREO,所述酸为草酸。

一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法

技术领域

[0001] 本发明属于矿渣处理技术领域,具体涉及一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法。

背景技术

[0002] 现行的离子型稀土矿山生产中,无论是采用铵盐浸出工艺或是镁盐浸出工艺,在除杂过程中都会产生大量除杂渣,其中的稀土(REO)含量为1.5~2.5%。目前,离子型稀土矿山的除杂渣都是廉价出售到专门的稀土渣处理厂与其他类型的高品位稀土渣混合处理,或是直接送给制砖厂当做制砖原料,导致了稀土的浪费,降低了稀土选矿回收率,也降低了稀土矿山企业的经济效益。

发明内容

[0003] 本发明提供一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,以解决如何提高稀土选矿回收率的问题。

[0004] 为解决以上技术问题,本发明采用以下技术方案:

[0005] 一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,包括以下步骤:

[0006] (1) 磨粉、调浆

[0007] 将除杂池池底的除杂渣用磨粉机进行磨粉,将磨粉后的除杂渣放到储渣池,加入清水进行调浆;

[0008] (2) 酸浸

[0009] 在储渣池中加入酸,边加入酸边鼓入压缩空气进行搅拌,控制池中的pH值进行反应;

[0010] (3) 洗涤

[0011] 在除渣池中加入清水进行洗涤,同时进行搅拌,将渣中被酸浸后产出的酸稀土洗涤进入上清液,洗涤产生的上清液抽取至调节池;

[0012] (4) 调节pH值

[0013] 在调节池中调节上清液的pH值,调节pH值后产生的沉淀返回储渣池进行酸浸处理,回收其中的稀土;

[0014] (5) 稀土产品沉淀

[0015] 将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,用酸将里面的稀土进行沉淀,压滤后得到离子型混合稀土酸盐产品;

[0016] (6) 中和

[0017] 将沉淀稀土产品后的上清液进行中和,即作为清水返回至洗涤作业循环使用,中和产生的沉淀渣压滤后当做废泥送制砖厂作为制砖原料。

[0018] 优选地,步骤(1)中磨粉的粒度控制为小于100目。

[0019] 优选地,步骤(1)中按渣水比为1:1.2~1.4加入清水进行调浆。

- [0020] 优选地,步骤(2)中所述酸为硫酸,硫酸的浓度为98%。
- [0021] 优选地,步骤(2)中控制池中的pH值在2~2.5。
- [0022] 优选地,步骤(2)中控制池中的pH值进行反应的时间为5.5~6.3小时。
- [0023] 优选地,步骤(3)中在除渣池中加入清水后渣水比为1:8~1:10。
- [0024] 优选地,步骤(3)中进行多次酸浸--洗涤循环操作,直到渣头中的稀土含量降至0.25%以下,把含量在0.25%以下的渣头进行压滤,当废泥送至制砖厂作为制砖原料。
- [0025] 优选地,步骤(4)中在调节池中加入石灰或氢氧化钠,调节上清液的pH值至4.2~4.4。
- [0026] 优选地,步骤(5)中沉淀过程中控制pH值在2~2.5,酸用量为1.7~2t/tREO,所述酸为草酸。
- [0027] 本发明具有以下有益效果:
- [0028] (1) 本发明产出的废渣中的稀土含量小于0.25%,可以当做废泥直接送制砖厂作为制砖原料使用;所有工业用水均在系统内循环,不会对外界环境造成污染。
- [0029] (2) 本发明提出了新的工艺流程,将其中的稀土资源进行回收,产出离子型混合稀土草酸盐矿产品,矿山的稀土选矿回收率可达82%以上,取得较好的经济效益和社会效益。

附图说明

- [0030] 图1是本发明的离子型稀土矿山除杂渣的处理工艺流程图。

具体实施方式

[0031] 以下由特定的具体实施例说明本发明的实施方式,熟悉此技术的人士可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点及功效,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

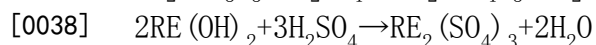
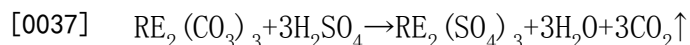
[0032] 一、除杂渣硫酸浸出及稀土产品沉淀研究

[0033] (一) 除杂渣硫酸浸出

[0034] 1、原理

[0035] 除杂渣中稀土以碳酸盐沉淀或氢氧化物沉淀的形式存在,可用酸从固相溶解入液相,再通过草酸沉淀法回收。常用的无机酸有硝酸、盐酸和硫酸。硝酸价格较高且氧化性较强,对设备要求较高;盐酸和硫酸虽然都能有效地溶解稀土,但目前离子型稀土矿山在用的生产工艺中主要用硫酸铵作为浸出剂,从与生产主流程适应的角度出发,选择硫酸作为浸出剂更合适。

[0036] 硫酸从除杂渣中浸出稀土和铝的反应式为:



[0039] 2、试验方法

[0040] 将除杂试验产出的沉淀(除杂渣)烘干后,每次取200g装入烧杯,加入30ml清水调浆,然后用浓硫酸进行浸出,搅拌后静置30分钟,最后用400ml清水分两次进行洗涤,过滤后得到含稀土的洗涤液。控制不同的硫酸浸出过程pH值,分别测定除杂渣及洗涤液中稀土的

含量,计算各自的稀土总量,进而计算出稀土回收率,以确定合适的酸浸过程pH值。

[0041] 3、试验结果与讨论

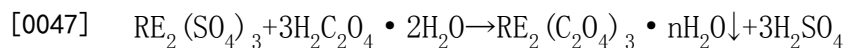
[0042] 在浸出温度为常温、加入硫酸浓度为98%、浸出时间为30分钟条件下,控制加入硫酸的量使过程pH分别为3.5、3、2.5、2、1.5,分别计算稀土回收率,进而确定pH对除杂渣中稀土回收率的影响,实验结果如下表所示。

酸浸 pH	除杂渣			洗涤液			稀土 回收率 (%)
	重量 (g)	稀土含量 (%)	稀土总量 (g)	体积 (mL)	稀土浓度 (g/L)	稀土总量 (g)	
[0043] 1.5	200	2.2	4.40	420	8.95	3.76	85.4
2	200	2.2	4.40	420	9.0	3.78	85.9
2.5	200	2.6	5.20	415	10.16	4.22	81.2
3	200	1.9	3.80	415	7.08	2.94	77.4
3.5	200	2.1	4.20	410	7.44	3.05	72.5

[0044] 从上表试验结果可以看出,随着加入硫酸量的增大,pH值不断降低,稀土的回收率不断在提高,在pH达到2后保持基本平衡。加入硫酸量越大,pH值越低,与除杂渣中稀土反应的 H^+ 越多,反应越完全,稀土的回收率就越高;但硫酸加入量进一步增大至 H^+ 相对过量,此时可溶性稀土已完全溶解进入溶液,稀土回收率不再提高。同时,随着硫酸加入量进一步增大,会显著提高杂质离子浸出率,不利于后期的稀土回收及提纯。此外,加入硫酸量越大,pH值越低,其挥发性和腐蚀性越强,对设备的耐腐蚀要求越高,也不利于生产。综合考虑,确定控制酸浸过程的最佳pH为2,此时除杂渣中的稀土回收率已基本为最高值,可达到85.9%,可指导最佳工艺,获得最佳的经济效益。

[0045] (二) 稀土产品沉淀原理

[0046] 将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,加入草酸将里面的稀土进行沉淀,沉淀反应如下:



[0048] 当控制pH在2至2.5时,稀土可与草酸反应生成草酸稀土沉淀,而铝、钙、镁等杂质在此pH条件下呈离子状态存在于溶液中,达到稀土与杂质分离的目的。pH不在2至2.5时,其他的杂质沉淀增多,不利于获得较纯的产品。

[0049] 沉淀经压滤后即得到离子型混合稀土草酸盐产品。

[0050] 下面通过更具体的实施例加以说明。

[0051] 实施例1

[0052] 如图1所示,一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,包括以下步骤:

[0053] 1、磨粉、调浆

[0054] 将除杂池池底的除杂渣(稀土含量1.6%)用磨粉机进行磨粉,粒度控制为小于100目,将磨粉后的除杂渣放到储渣池,按渣水比1:1.2加入清水进行调浆。

[0055] 2、酸浸

[0056] 在储渣池中缓慢加入工业硫酸(浓度为98%),边加入硫酸边鼓入压缩空气进行搅

拌,控制池中的pH值在2.5,除杂渣中含稀土品位越高,控制pH值越低,注意应使渣头颜色稍微变成淡红色为好。反应时间6.1小时。

[0057] 3、洗涤

[0058] 在除渣池中加入清水进行洗涤(渣水比为1:8),同时进行搅拌,将渣中被酸浸后产出的硫酸稀土洗涤进入上清液,洗涤产生的上清液抽取至调节池。可以进行多次酸浸--洗涤循环操作,直到渣头中的稀土含量降至0.25%。把含量在0.25%的渣头进行压滤,当废泥送至制砖厂作为制砖原料。

[0059] 4、调节pH

[0060] 在调节池中加入石灰或氢氧化钠,将上清液的pH调至4.4。调节pH后产生的沉淀返回储渣池进行酸浸处理,回收其中的稀土。

[0061] 5、稀土产品沉淀

[0062] 将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,用草酸将里面的稀土进行沉淀,压滤后得到离子型混合稀土草酸盐产品。沉淀过程中控制pH值在2.5,草酸用量为1.8t/tREO。

[0063] 6、中和

[0064] 沉淀稀土产品后的上清液加石灰进行中和至pH为6.2,即可作为清水返回至洗涤作业循环使用,中和产生的沉淀渣压滤后当做废泥送制砖厂作为制砖原料。

[0065] 实施例2

[0066] 如图1所示,一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,包括以下步骤:

[0067] 1、磨粉、调浆

[0068] 将除杂池池底的除杂渣(稀土含量1.8%)用磨粉机进行磨粉,粒度控制为小于100目,将磨粉后的除杂渣放到储渣池,按渣水比1:1.3加入清水进行调浆。

[0069] 2、酸浸

[0070] 在储渣池中缓慢加入工业硫酸(浓度为98%),边加入硫酸边鼓入压缩空气进行搅拌,控制池中的pH值在2,除杂渣中含稀土品位越高,控制pH值越低,注意应使渣头颜色稍微变成淡红色为好。反应时间6小时。

[0071] 3、洗涤

[0072] 在除渣池中加入清水进行洗涤(渣水比为1:9),同时进行搅拌,将渣中被酸浸后产出的硫酸稀土洗涤进入上清液,洗涤产生的上清液抽取至调节池。可以进行多次酸浸--洗涤循环操作,直到渣头中的稀土含量降至0.22%。把含量在0.22%的渣头进行压滤,当废泥送至制砖厂作为制砖原料。

[0073] 4、调节pH

[0074] 在调节池中加入石灰或氢氧化钠,将上清液的pH调至4.3。调节pH后产生的沉淀返回储渣池进行酸浸处理,回收其中的稀土。

[0075] 5、稀土产品沉淀

[0076] 将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,用草酸将里面的稀土进行沉淀,压滤后得到离子型混合稀土草酸盐产品。沉淀过程中控制pH值在2,草酸用量为1.9t/tREO。

[0077] 6、中和

[0078] 沉淀稀土产品后的上清液加石灰进行中和至pH为7,即可作为清水返回至洗涤作业循环使用,中和产生的沉淀渣压滤后当做废泥送制砖厂作为制砖原料。

[0079] 实施例3

[0080] 如图1所示,一种离子型稀土矿山除杂渣的处理方法,包括以下步骤:

[0081] 1、磨粉、调浆

[0082] 将除杂池池底的除杂渣(稀土含量2%)用磨粉机进行磨粉,粒度控制为小于100目,将磨粉后的除杂渣放到储渣池,按渣水比1:1.4加入清水进行调浆。

[0083] 2、酸浸

[0084] 在储渣池中缓慢加入工业硫酸(浓度为98%),边加入硫酸边鼓入压缩空气进行搅拌,控制池中的pH值在2.5,除杂渣中含稀土品位越高,控制pH值越低,注意应使渣头颜色稍微变成淡红色为好。反应时间5.8小时。

[0085] 3、洗涤

[0086] 在除渣池中加入清水进行洗涤(渣水比为1:10),同时进行搅拌,将渣中被酸浸后产生的硫酸稀土洗涤进入上清液,洗涤产生的上清液抽取至调节池。可以进行多次酸浸--洗涤循环操作,直到渣头中的稀土含量降至0.24%。把含量在0.24%的渣头进行压滤,当废泥送至制砖厂作为制砖原料。

[0087] 4、调节pH

[0088] 在调节池中加入石灰或氢氧化钠,将上清液的pH调至4.2。调节pH后产生的沉淀返回储渣池进行酸浸处理,回收其中的稀土。

[0089] 5、稀土产品沉淀

[0090] 将调节池中的上清液抽取至产品沉淀池,用草酸将里面的稀土进行沉淀,压滤后得到离子型混合稀土草酸盐产品。沉淀过程中控制pH值在2.5,草酸用量为2t/tREO。

[0091] 6、中和

[0092] 沉淀稀土产品后的上清液加石灰进行中和至pH为6.5,即可作为清水返回至洗涤作业循环使用,中和产生的沉淀渣压滤后当做废泥送制砖厂作为制砖原料。

[0093] 对比例1

[0094] 采用中国专利申请文献“一种降低稀土渣放射性的回收处理方法(公开号:CN111575485A)”中实施例2的方法降低稀土渣放射性的回收处理。

[0095] 统计实施例1-3和对比例1方法获得的稀土回收率,结果如下表所示:

组别	稀土回收率(%)
实施例1	82.3
实施例2	85.9
实施例3	83.7
对比例1	70.2

[0097] 由上表可知,采用本发明新的工艺流程,将其中的稀土资源进行回收,产出离子型混合稀土草酸盐矿产品,矿山的稀土选矿回收率可达82%以上,比现有技术(对比文件1)获得的回收率至少提高17.2%,可见本发明的新工艺具有显著的进步,其中实施例2为最优实施例,有利于指导最佳的工艺,获得最佳的经济效益。

[0098] 尽管已经描述和叙述了被看作本发明的示范实施例,本领域技术人员将会明白,可以对其作出各种改变和替换,而不会脱离本发明的精神。另外,可以做出许多修改以将特定情况适配到本发明的教义,而不会脱离在此描述的本发明中心概念。所以,本发明不受限

于在此披露的特定实施例,但本发明可能还包括属于本发明范围的所有实施例及其等同物。

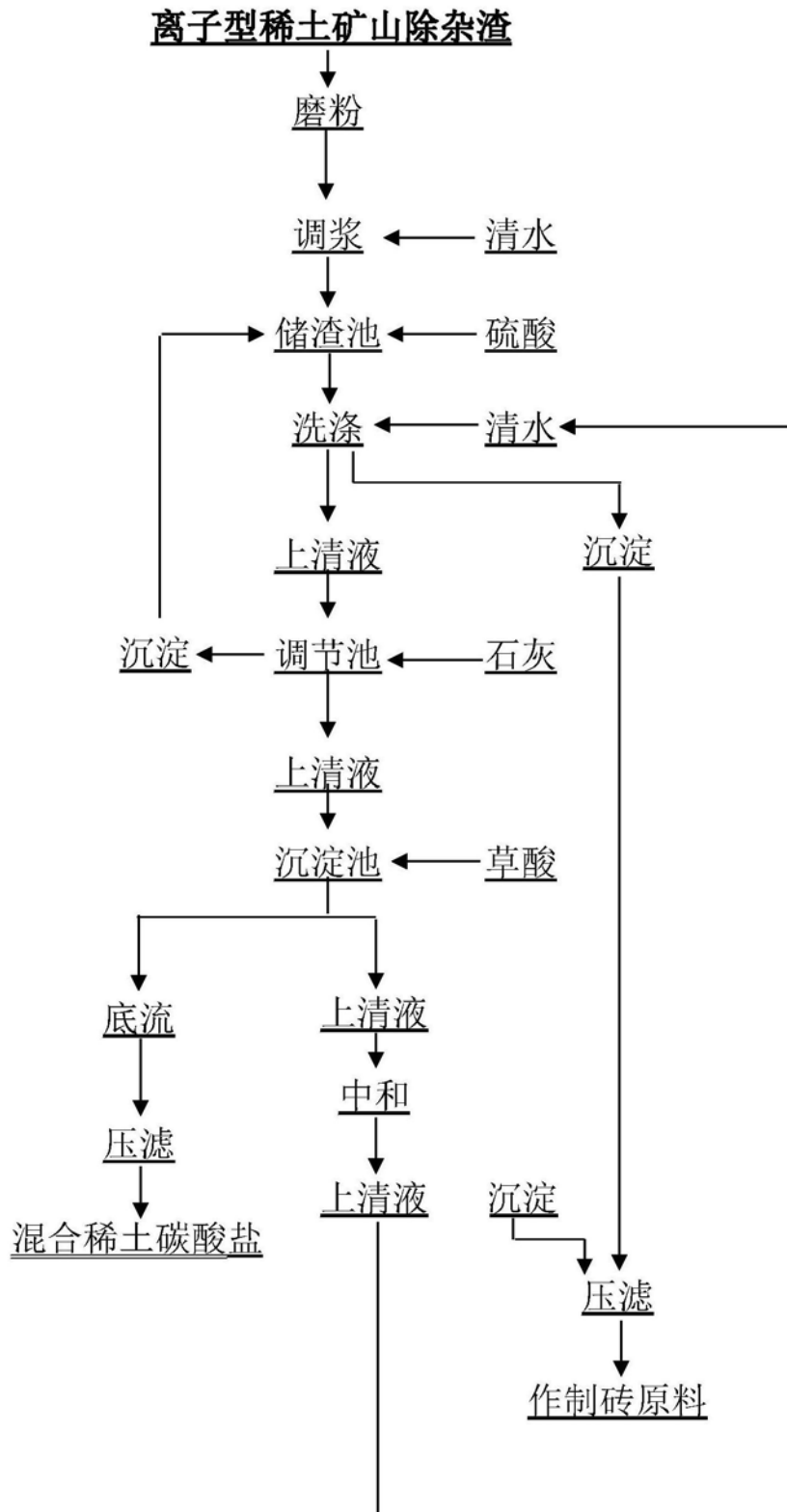


图1