



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114318019 A

(43) 申请公布日 2022.04.12

(21) 申请号 202210227887.2

G22B 1/02 (2006.01)

(22) 申请日 2022.03.10

(71) 申请人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路932号

(72) 发明人 牛飞 刘桂华 潘军 申雷霆  
齐天贵

(74) 专利代理机构 长沙七源专利代理事务所  
(普通合伙) 43214

代理人 周晓艳 张勇

(51) Int. Cl.

G22B 59/00 (2006.01)

G22B 21/00 (2006.01)

G22B 3/44 (2006.01)

G22B 3/04 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其将硫酸铵原地浸矿所得的矿山浸出液通过添加过量碳酸盐进行沉淀;所得沉淀加碱混合后焙烧,将含铝杂质转化为偏铝酸钠;焙烧后的渣样经热水洗涤,偏铝酸钠溶于水进入溶液,剩余渣相即为稀土氧化物。该制备方法先将稀土和含铝杂质共同沉淀,再加碱焙烧使含铝杂质转型,再通过洗涤除铝得到稀土氧化物,具有流程短、操作简单、稀土回收率高、除铝效率高的优点。

1. 一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,包括:

(1) 将硫酸铵原地浸矿所得的矿山浸出液通过添加过量碳酸盐和/或碳酸氢盐调整溶液pH至偏碱性,使溶液中的稀土离子和 $Al^{3+}$ 完全沉淀;

(2) 所得沉淀与NaOH或NaOH与 $Na_2CO_3$ 的混合物混匀焙烧,将含铝杂质转化为偏铝酸钠;

(3) 焙烧后的渣样置于水溶液或稀的铝酸钠溶液中搅拌浸出,偏铝酸钠溶于水进入溶液,剩余渣相即为稀土氧化物。

2. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(1)的溶液pH值控制在7~11。

3. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(2)中,添加的碱与沉淀中 $Al_2O_3$ 的摩尔比为1.2:1~3:1,其中,添加的碱以 $Na_2O$ 计。

4. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(2)中,焙烧温度范围为200~700℃,焙烧时间为30min~4h。

5. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(3)中,稀的铝酸钠溶液的碱浓度 $< 50g/L$ ,所述碱浓度是以 $Na_2O$ 计;苛性分子比 $\geq 2$ ,苛性分子比是指铝酸钠溶液中氧化钠和氧化铝的摩尔比。

6. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(3)中,浸出的液固比为2~10,液固比是指100mL溶液的体积与加入的固体的质量之比,单位为mL/g。

7. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(3)中,浸出温度为40~90℃,搅拌时间为30min~3h,搅拌速率为50~900 r/min。

8. 如权利要求1所述的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,其特征在于,所述步骤(3)得到的浸出液通过晶种分解得到 $Al(OH)_3$ ,回收 $Al(OH)_3$ 之后的除铝浸出液返回步骤(3)浸出焙烧渣样。

## 一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及有色金属冶金技术领域,尤其涉及一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法。

### 背景技术

[0002] 离子型稀土矿中富含的中重稀土元素,因其优异的光、电、磁等特性,被广泛应用于国防军工、新型材料、航空航天等领域,是我国的战略性资源。

[0003] 目前,采用原地浸矿技术处理离子型稀土矿所得浸出液中,稀土(以REO计)含量可达1g/L以上,而同时 $Al^{3+}$ 浓度也达到约0.5g/L左右,在稀土的沉淀富集过程中,由于稀土和铝的沉淀pH接近,会导致稀土沉淀中含铝杂质含量超标,进一步导致萃取容量降低,乳化现象严重,严重影响稀土的萃取分离效率。

[0004] 现有的除铝技术主要有萃取除铝、中和沉淀除铝等。其中萃取法多是利用环烷酸作为萃取剂来进行除铝,但存在流程长或除铝不彻底的问题。中和沉淀除铝是利用 $Al(OH)_3$ 和氢氧化稀土( $RE(OH)_3$ )沉淀pH值的差异,通过分步沉淀,来提纯稀土,但由于稀土元素种类多,在沉淀 $Al(OH)_3$ 的同时往往也会导致一部分稀土沉淀,导致稀土损失较大,稀土损失率为可达5%,甚至更多。此外,为了避免稀土和铝的损失,往往不会将溶液pH调得过高,然而这却导致溶液中的铝离子难以完全脱除。因此,中和沉淀除铝的方法存在稀土损失大,除铝不完全的缺点。

### 发明内容

[0005] 本发明的主要目的在于提供一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,旨在解决现有离子型稀土矿山浸出液除铝过程中稀土损失大、铝残留量高的技术问题。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供的一种从离子型稀土矿山浸出液中分离稀土和铝的方法,包括:

(1)将硫酸铵原地浸矿所得的矿山浸出液通过添加过量碳酸盐和/或碳酸氢盐调整溶液pH至偏碱性,使溶液中的稀土离子和 $Al^{3+}$ 完全沉淀;

(2)所得沉淀与NaOH或NaOH与 $Na_2CO_3$ 的混合物混匀焙烧,将含铝杂质转化为偏铝酸钠;

(3)焙烧后的渣样置于水溶液或稀的铝酸钠溶液中搅拌浸出,偏铝酸钠溶于水进入溶液,剩余渣相即为稀土氧化物。

[0007] 优选地,所述步骤(1)的溶液pH值控制在7~11。

[0008] 优选地,所述步骤(2)中,添加的碱与沉淀中 $Al_2O_3$ 的摩尔比为1.2:1~3:1,其中,添加的碱以 $Na_2O$ 计。

[0009] 优选地,所述步骤(2)中,焙烧温度范围为200~700℃,焙烧时间为30min~4h。

[0010] 优选地,所述步骤(3)中,稀的铝酸钠溶液的碱浓度 $< 50g/L$ ,所述碱浓度是以 $Na_2O$ 计;苛性分子比 $\geq 2$ ,苛性分子比是指铝酸钠溶液中氧化钠和氧化铝的摩尔比。

[0011] 优选地,所述步骤(3)中,浸出的液固比为2~10,液固比是指100mL溶液的体积与加入的固体的质量之比,单位为mL/g。

[0012] 优选地,所述步骤(3)中,浸出温度为40~90℃,搅拌时间为30min~3h,搅拌速率为50~900 r/min。

[0013] 优选地,所述步骤(3)得到的浸出液通过晶种分解得到 $Al(OH)_3$ ,回收 $Al(OH)_3$ 之后的除铝浸出液返回步骤(3)浸出焙烧渣样。

[0014] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

1) 流程短、稀土损失小、除铝效果好;

2) 将稀土矿山浸出液pH调整至偏碱性,可使溶液中的稀土和铝完全沉淀,提高稀土的回收率;

3) 通过添加NaOH或NaOH与 $Na_2CO_3$ 的混合物焙烧,可促进含铝杂质物相定向转化偏铝酸钠,后续用水溶液或稀的铝酸钠溶液浸出除铝,操作简单,亦可提高除铝率和系统中水的利用率;

4) 除铝后的溶液可进一步通过晶种分解得到氢氧化铝产品,实现杂质铝的回收利用,同时晶种分解后的溶液可返回循环浸出除铝。

## 具体实施方式

[0015] 结合以下实施例对本发明的内容进行详细说明。

### [0016] 实施例1

离子型稀土矿山浸出液中稀土和铝的质量浓度分别为1.94g/L和0.68g/L,取50L矿山浸出液,加入碳酸氢铵调整溶液pH至7.5,有沉淀生成,静置一定时间后过滤洗涤可得滤渣S1。滤渣S1与NaOH混合,NaOH的添加量(以 $Na_2O$ 计)与渣中 $Al_2O_3$ 的摩尔比为1.5:1,混合均匀后置于400℃马弗炉中焙烧,焙烧时间为1.5h,可得焙烧渣S2。焙烧渣S2置于水溶液中浸出,浸出过程的液固比为5,温度为60℃,搅拌时间为2h,搅拌速率为200 r/min。反应后过滤洗涤可得滤渣S3和滤液L1。过程中稀土的回收率为95.8%,铝的脱除率为96.8%。滤渣S3烘干后的氧化稀土质量百分比为93.8%,杂质 $Al_2O_3$ 的质量百分比低于0.5%,符合离子型稀土矿混合稀土氧化物国家标准(GB/T 20169-2006)的要求。

### [0017] 实施例2

离子型稀土矿山浸出液中稀土和铝的质量浓度分别为1.52g/L和0.36g/L,取50L矿山浸出液,加入碳酸氢铵调整溶液pH至9.0,有沉淀生成,静置一定时间后过滤洗涤可得滤渣S1。滤渣S1与NaOH和 $Na_2CO_3$ 混合,NaOH与 $Na_2CO_3$ 的摩尔比为5,碱的添加量(以 $Na_2O$ 计)与渣中 $Al_2O_3$ 的摩尔比为1.8:1,混合均匀后置于500℃马弗炉中焙烧,焙烧时间为40min,可得焙烧渣S2。焙烧渣S2置于水溶液中浸出,浸出过程的液固比为4,温度为80℃,搅拌时间为1.5h,搅拌速率为300 r/min。反应后过滤洗涤可得滤渣S3和滤液L1。过程中稀土的回收率为97.2%,铝的脱除率为97.9%。滤渣S3烘干后的氧化稀土质量百分比为95.2%,杂质 $Al_2O_3$ 的质量百分比低于0.5%,符合离子型稀土矿混合稀土氧化物国家标准(GB/T 20169-2006)的要求。

### [0018] 实施例3

离子型稀土矿山浸出液中稀土和铝的质量浓度分别为1.12g/L和0.49g/L,取50L

矿山浸出液,加入碳酸氢铵调整溶液pH至10.5,有沉淀生成,静置一定时间后过滤洗涤可得滤渣S1。滤渣S1与NaOH混合,NaOH的添加量(以 $\text{Na}_2\text{O}$ 计)与渣中 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔比为2.1:1,混合均匀后置于600℃马弗炉中焙烧,焙烧时间为30min,可得焙烧渣S2。焙烧渣S2置于水溶液中浸出,浸出过程的液固比为3,温度为90℃,搅拌时间为1h,搅拌速率为250 r/min。反应后过滤洗涤可得滤渣S3和滤液L1。过程中稀土的回收率为98.5%,铝的脱除率为97.9%。滤渣S3烘干后的氧化稀土质量百分比为96.3%,杂质 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的质量百分比低于0.5%,符合离子型稀土矿混合稀土氧化物国家标准(GB/T 20169-2006)的要求。

#### [0019] 实施例4

离子型稀土矿山浸出液中稀土和铝的质量浓度分别为1.52g/L和0.36g/L,取50L矿山浸出液,加入碳酸氢铵调整溶液pH至10,有沉淀生成,静置一定时间后过滤洗涤可得滤渣S1。滤渣S1与NaOH混合,NaOH的添加量(以 $\text{Na}_2\text{O}$ 计)与渣中 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔比为2.1:1,混合均匀后置于600℃马弗炉中焙烧,焙烧时间为30min,可得焙烧渣S2。焙烧渣S2置于铝酸钠溶液中浸出,铝酸钠溶液的碱浓度为36.8g/L,苛性分子比为3.5,浸出过程的液固比为5,温度为90℃,搅拌时间为1.5h,搅拌速率为300 r/min。反应后过滤洗涤可得滤渣S3和滤液L1。过程中稀土的回收率为98.2%,铝的脱除率为97.5%。滤渣S3烘干后的氧化稀土质量百分比为96.6%,杂质 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的质量百分比低于0.5%,符合离子型稀土矿混合稀土氧化物国家标准(GB/T 20169-2006)的要求。