



(21) 申请号 202210701277.1

(22) 申请日 2022.06.20

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115109947 A

(43) 申请公布日 2022.09.27

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

专利权人 贵州省有色金属和核工业地质勘查局

贵州省煤田地质局实验室

(72) 发明人 吴林 向震中 薛洪富 黄智龙

苏之良 曾道国 叶霖 黄威虎

吴涛 金中国

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所

52100

专利代理师 刘楠

(51) Int.Cl.

G22B 34/24 (2006.01)

G22B 3/08 (2006.01)

G22B 1/02 (2006.01)

G22B 21/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 107236860 A, 2017.10.10

CN 108023134 A, 2018.05.11

US 2017/0356067 A1, 2017.12.14

李光伟等. 富铌渣硫酸浸出液中铌的分离工艺研究. 稀土. 2013, 第34卷(第4期), 第57-62页.

刘牡丹等. 富铌钛硫酸溶液中铌钛的分离提取工艺研究. 稀有金属与硬质合金. 2016, 第44卷(第6期), 第10-12、17页.

审查员 杨悦霖

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法,该方法采用先对玄武岩风化壳样品进行活化+浸出工艺,进行选择性的浸出铝,实现预先脱除铝,大大减少了后续铌浸出液中杂质铝离子的含量;然后再采用焙烧+浸出工艺,实现有效分解玄武岩风化壳样品中的钛矿物,有效溶解浸出铌。

1. 一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法,其特征在于:该方法采用先对玄武岩风化壳样品进行活化+浸出工艺,进行选择性的浸出铝,实现预先脱除铝,大大减少了后续铌浸出液中杂质铝离子的含量;然后再采用焙烧+浸出工艺,实现能有效分解玄武岩风化壳样品中的钛矿物,有效溶解浸出铌;

所述活化方式采用煅烧活化;

所述焙烧工艺中烧结剂采用硫酸铵;

所述浸出工艺中浸出剂采用硫酸溶液;

包括以下步骤:

步骤一、将玄武岩风化壳样品破碎后并放入马弗炉中进行煅烧活化;

步骤二、将步骤一中所得的煅烧渣加入硫酸溶液中进行加热搅拌浸出,反应结束后,过滤得到铝浸出液和富铌浸出渣;

步骤三、将富铌浸出渣与硫酸铵研磨混合放入马弗炉中分阶段焙烧;

步骤四、将步骤三中焙烧渣加入硫酸溶液中进行加热搅拌浸出,过滤得到铌浸出液和浸出渣;

所述玄武岩风化壳样品破碎粒级为0.1 mm ~0.01 mm;煅烧温度为500°C~600°C;煅烧时间为1 h~3 h;

所述步骤二中硫酸溶液体积浓度为20%~30%,反应温度为70°C~100°C,搅拌强度为300 r/min,反应时间为3 h~5 h;所述煅烧渣与硫酸溶液的固液比为1:4~1:8;

所述步骤三中富铌浸出渣与硫酸铵按质量比1:1~1:8;

所述分阶段焙烧是先在温度280°C~320°C的条件下活化焙烧45 min ~55 min,再继续加热至380°C~420°C的条件下活化焙烧25 min ~35 min;

所述步骤四中硫酸溶液体积浓度为10%~30%,反应温度为70°C~100°C,搅拌强度为300 r/min,反应时间为0.5 h~2 h;所述焙烧渣与硫酸溶液的固液比为1:2~1:8。

## 一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及稀有元素铌的分离富集技术领域,具体为一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法。

### 背景技术

[0002] 全球铌矿资源丰富,且分布相对集中,巴西居世界之首(约占95%),其次是加拿大,在中国只有少量分布(USGS,2020)。而我国铌消费量超过了全球总消费量的四分之一,且90%以上依赖进口。又由于品位低、粒度细、可选性差且回收率低,我国铌矿多不具备直接开采利用价值。我国面临铌资源紧缺,对外依存度高的问题,故加强潜在铌资源的研究,加快铌矿资源的开发利用具有重要的研究意义。

[0003] 在川滇黔地区二叠系峨眉山玄武岩顶部与上覆龙潭组或宣威组底部不整合面广泛发育的区域性古风化壳中发现Nb的超常富集, $Nb_2O_5$ 平均含量 $220\mu g/g$ ,已超过风化壳型铌(钽)矿床的工业品位 $160\mu g/g \sim 200\mu g/g$ (《稀有金属矿产地质勘查规范DZ/T 0202-2002》),储量丰富,目前尚未得到合理的开发利用,具有重要的资源意义。

[0004] 该风化壳中的铌主要赋存于含钛矿物中,矿物之间嵌布粒度细,传统的选矿方法难以将其有效分离,现有的选冶研究少,比较薄弱,浸出率不高,缺乏有效的浸出工艺。中国授权发明专利《一种从粘土岩回收铝和硅并富集铌和钛的方法》(申请号201710344242.6)公开了一种从该风化壳中富集铌的新方法,该方法获得了比原样富集5~8倍的富铌物料,但并没有实现铌的有效浸出分离。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法,预先脱除并回收铝,减少铌浸出液中铝离子的含量,有效降低后续浸出液中铌的分离难度,以克服现有技术的不足。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种玄武岩风化壳中铌浸出的方法,该方法采用先对玄武岩风化壳样品进行活化+浸出工艺,进行选择性的浸出铝,实现预先脱除铝,大大减少了后续铌浸出液中杂质铝离子的含量;然后再采用焙烧+浸出工艺,实现有效分解玄武岩风化壳样品中的钛矿物,有效溶解浸出铌。

[0007] 作为本发明的进一步方案:所述活化方式采用煅烧活化。

[0008] 作为本发明的进一步方案:所述焙烧工艺中烧结剂采用硫酸铵。

[0009] 作为本发明的进一步方案:所述浸出工艺中浸出剂采用硫酸溶液。

[0010] 作为本发明的进一步方案包括以下步骤:

[0011] 步骤一、将玄武岩风化壳样品破碎后并放入马弗炉中进行煅烧活化;

[0012] 步骤二、将步骤一所得的煅烧渣加入硫酸溶液中进行加热搅拌浸出,反应结束后,过滤得到铝浸出液和富铌浸出渣;

[0013] 步骤三、将富铌浸出渣与硫酸铵研磨混合放入马弗炉中分阶段焙烧;

[0014] 步骤四、将步骤三中焙烧渣加入硫酸溶液中进行加热搅拌浸出,过滤得到铈浸出液和浸出渣。

[0015] 作为本发明的进一步方案:所述玄武岩风化壳样品破碎粒级为 $-0.1\text{mm} \sim -0.01\text{mm}$ ;煅烧温度为 $500^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ ;煅烧时间为 $1\text{h} \sim 3\text{h}$ 。

[0016] 作为本发明的进一步方案:所述步骤二中硫酸溶液体积浓度为 $20\% \sim 30\%$ ,反应温度为 $70^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ ,搅拌强度为 $300\text{r}/\text{min}$ ,反应时间为 $3\text{h} \sim 5\text{h}$ ;所述煅烧渣与硫酸溶液的固液比为 $1:4 \sim 1:8$ 。

[0017] 作为本发明的进一步方案:所述步骤三中富铈浸出渣与硫酸铵按质量比 $1:1 \sim 1:8$ 。

[0018] 作为本发明的进一步方案:所述分阶段焙烧是先在温度 $280^{\circ}\text{C} \sim 320^{\circ}\text{C}$ 的条件下活化焙烧 $45\text{min} \sim 55\text{min}$ ,再继续加热至 $380^{\circ}\text{C} \sim 420^{\circ}\text{C}$ 的条件下活化焙烧 $25\text{min} \sim 35\text{min}$ 。

[0019] 作为本发明的进一步方案:所述步骤四中硫酸溶液体积浓度为 $10\% \sim 30\%$ ,反应温度为 $70^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ ,搅拌强度为 $300\text{r}/\text{min}$ ,反应时间为 $0.5\text{h} \sim 2\text{h}$ ;所述焙烧渣与硫酸溶液的固液比为 $1:2 \sim 1:8$ 。

[0020] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0021] 1、本发明中玄武岩风化壳样品先经过煅烧活化,再采用硫酸可以选择性浸出铝,预先脱除并回收一部分铝,可以大大减少后续铈浸出液中主要杂质离子铝离子的含量,有利于铈浸出液的除杂分离;相比盐酸这种挥发性酸,更简单易操作,且铝浸出率更高;

[0022] 2、硫酸铵为烧结剂,能有效分解钛矿物,硫酸为浸出剂,可以有效溶解浸出铈,铈浸出率能达 $90\%$ 以上;

[0023] 3、所用原料目前尚未得到合理的开发利用,来源广。该方法提出的铈浸出工艺,未使用氢氟酸和强碱,铈浸出率高,硅全部进入渣中,成本低,简单易操作,后续还能综合回收铝和钛等优点。

### 具体实施方式

[0024] 下面本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述;显然,所描述的实施例仅仅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。

[0025] 实施例1

[0026] 称取 $20\text{g}$ 破碎至 $-0.074\text{mm}$ 的样品放入马弗炉中在 $600^{\circ}\text{C}$ 下煅烧 $2\text{h}$ ,将煅烧渣按固液比 $1:10$ 缓慢加入体积浓度为 $20\%$ 的硫酸中,在反应温度 $70^{\circ}\text{C}$ ,搅拌强度为 $300\text{r}/\text{min}$ ,反应时间 $3\text{h}$ 的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铝浸出液和富铈浸出渣;再将富铈浸出渣与硫酸铵按质量比 $1:1$ 研磨混合放入马弗炉中分两段焙烧,先在温度 $300^{\circ}\text{C}$ 的条件下活化焙烧 $50\text{min}$ ,再继续加热至 $400^{\circ}\text{C}$ 活化焙烧 $30\text{min}$ ,焙烧结束后,将焙烧渣按固液比 $1:10$ 缓慢加入体积浓度为 $10\%$ 的硫酸中,在反应温度 $70^{\circ}\text{C}$ ,搅拌强度为 $300\text{r}/\text{min}$ ,反应时间 $1\text{h}$ 的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铈浸出液和浸出渣,铈浸出率为 $89.82\%$ 。

[0027] 实施例2

[0028] 称取 $20\text{g}$ 破碎至 $-0.074\text{mm}$ 的样品放入马弗炉中在 $600^{\circ}\text{C}$ 下煅烧 $2\text{h}$ ,将煅烧渣按固液比 $1:10$ 缓慢加入体积浓度为 $20\%$ 的硫酸中,在反应温度 $100^{\circ}\text{C}$ ,搅拌强度为 $300\text{r}/\text{min}$ ,反应

时间4h的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铝浸出液和富铈浸出渣;再将富铈浸出渣与硫酸铵按质量比1:4研磨混合放入马弗炉中分两段焙烧,先在温度300℃的条件下活化焙烧50min,再继续加热至400℃活化焙烧30min,焙烧结束后,将焙烧渣按固液比1:10缓慢加入体积浓度为10%的硫酸中,在反应温度70℃,搅拌强度为300r/min,反应时间1h的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铈浸出液和浸出渣,铈浸出率为92.64%。

[0029] 实施例3

[0030] 称取20g破碎至-0.074mm的样品放入马弗炉中在600℃下煅烧2h,将煅烧渣按固液比1:10缓慢加入体积浓度为20%的硫酸中,在反应温度100℃,搅拌强度为300r/min,反应时间3h的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铝浸出液和富铈浸出渣;再将富铈浸出渣与硫酸铵按质量比1:8研磨混合放入马弗炉中分两段焙烧,先在温度300℃的条件下活化焙烧50min,再继续加热至400℃活化焙烧30min,焙烧结束后,将焙烧渣按固液比1:10缓慢加入体积浓度为10%的硫酸中,在反应温度70℃,搅拌强度为300r/min,反应时间1h的条件下进行搅拌浸出,浸出结束后,过滤得到铈浸出液和浸出渣,铈浸出率为85.64%。

[0031] 以上三个实施例仅为本技术方案公开参数范围内的具体三个较优例子,其他范围值的实施例本说明书中未作详细描述;然本领域技术人员可根据本申请的方案进行试验可得。

[0032] 尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。