



(51) МПК
C22B 26/12 (2006.01)
C22B 3/24 (2006.01)
C02F 1/28 (2006.01)
B01D 15/04 (2006.01)
C01D 15/04 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22B 26/12 (2025.01); C22B 3/24 (2025.01); C02F 1/285 (2025.01); B01D 15/08 (2025.01); C01D 15/04 (2025.01)

(21)(22) Заявка: 2024134264, 15.11.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.11.2024

Дата регистрации:
26.06.2025

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.11.2024

(45) Опубликовано: 26.06.2025 Бюл. № 18

Адрес для переписки:

111524, Москва, ул. Электродная, 2, стр. 1, эт.
5, пом. VI, ком. 39, АО "Гиредмет"

(72) Автор(ы):

Головко Валерий Васильевич (RU),
 Савельев Дмитрий Сергеевич (RU),
 Фуреев Илья Леонидович (RU),
 Вацура Фёдор Ярославович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество "Государственный
 научно-исследовательский и проектный
 институт редкометаллической
 промышленности "Гиредмет" (АО
 "Гиредмет") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: RU 2763955 C1, 11.01.2022. RU
 2824635 C1, 12.08.2024. US 20240035117 A1,
 01.02.2024. US 11578414 B2, 14.02.2023. WO
 2017039724 A1, 09.03.2017. WO 2022040630 A1,
 24.02.2022.

(54) СПОСОБ СЕЛЕКТИВНОГО СОРБЦИОННОГО ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИТИЯ ИЗ ПРОДУКТИВНЫХ РАСТВОРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области гидрометаллургии лития и может быть использовано для извлечения лития из природных рассолов и сточных вод нефтегазодобывающих, химических, химико-металлургических и биохимических производств. В способе собирают в единый сорбционно-десорбционный модуль четыре колонны, заполненные катионообменной смолой. Осуществляют подачу исходного литийсодержащего раствора в первую колонну с получением на выходе в первой колонне очищенного литийсодержащего раствора, одну часть которого подают в колонну, в которой происходит сорбция лития сорбентом, а другую часть отводят на получение карбоната лития. На выходе из первой колонны осуществляют

определение содержания примесей в очищенном литийсодержащем растворе. При проскоке примесей процесс подачи исходного литийсодержащего раствора останавливают. После этого осуществляют перегрузку сорбента во вторую колонну и осуществляют десорбцию примесей из сорбента. Затем перегружают сорбент в третью колонну для промывки сорбента водой. Перегружают промытый сорбент в четвертую колонну, из которой его перегружают в первую колонну, после чего возобновляют подачу исходного раствора. Обеспечивается повышение чистоты литиевого концентрата, а также снижение количества стадий. 1 з.п. ф-лы, 1 ил., 1 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 26/12 (2006.01)
C22B 3/24 (2006.01)
C02F 1/28 (2006.01)
B01D 15/04 (2006.01)
C01D 15/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C22B 26/12 (2025.01); C22B 3/24 (2025.01); C02F 1/285 (2025.01); B01D 15/08 (2025.01); C01D 15/04 (2025.01)

(21)(22) Application: **2024134264, 15.11.2024**

(24) Effective date for property rights:
15.11.2024

Registration date:
26.06.2025

Priority:

(22) Date of filing: **15.11.2024**

(45) Date of publication: **26.06.2025** Bull. № 18

Mail address:

**111524, Moskva, ul. Elektrodnaya, 2, str. 1, et. 5,
pom. VI, kom. 39, AO "Giredmet"**

(72) Inventor(s):

**Golovko Valerij Vasilevich (RU),
Savelev Dmitrij Sergeevich (RU),
Fureev Ilya Leonidovich (RU),
Vatsura Fedor Yaroslavovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Aktsionernoe obshchestvo "Gosudarstvennyj
nauchno-issledovatel'skij i proektnyj institut
redkometallicheskoj promyshlennosti
"Giredmet" (AO "Giredmet") (RU)**

(54) **METHOD FOR SELECTIVE SORPTION EXTRACTION OF LITHIUM FROM PRODUCTIVE SOLUTIONS**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to hydrometallurgy of lithium and can be used to extract lithium from natural brines and waste water from oil and gas production, chemical, chemical-metallurgical and biochemical industries. In the method, four columns filled with cation-exchange resin are assembled into a single sorption-desorption module. Initial lithium-containing solution is fed into a first column to obtain a purified lithium-containing solution at the output of the first column, one part of which is fed into the column in which lithium is sorbed by a sorbent and the other part is taken for production of lithium carbonate. Content of impurities in the purified lithium-containing

solution is determined at the output of the first column. When impurities penetrate, the process of supplying the initial lithium-containing solution is stopped. Further, the sorbent is reloaded into a second column and desorption of impurities from the sorbent is carried out. Then, sorbent is reloaded into third column for sorbent washing by water. Washed sorbent is reloaded into the fourth column, from which it is reloaded into the first column, after which the supply of the initial solution is resumed.

EFFECT: high purity of the lithium concentrate and fewer steps.

2 cl, 1 dwg, 1 ex

RU 2 842 445 C1

RU 2 842 445 C1

Изобретение относится к области гидрометаллургии лития и может быть использовано для извлечения лития из природных рассолов и сточных вод нефтегазодобывающих, химических, химико-металлургических и биохимических производств.

5 Известен способ извлечения лития из рассолов на основе кристаллического алюмината лития $\text{LiCl}_2\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, синтезированного внутри пор макропористой ионообменной смолы и использования данного сорбента в сорбционных колонках с неподвижным фильтрующим слоем, с элюированием (десорбцией) лития и последовательным пропуском элюата через систему колонок для его
10 концентрирования (см. патент US 4291001, C01D 15/00, 22.09.1981). С этой целью к элюату добавляют соль неконкурирующего металла, например, NaCl или CaCl_2 . Система колонок эксплуатируется при условии нагревания рассола до температуры более 60°C .

Недостатками способа являются сложность аппаратного оформления (система колонн), использование соли для концентрирования элюата, высокие энергетические
15 затраты, т.к. необходимо использование только нагретых рассолов для извлечения лития.

Известен способ получения хлорида лития из растворов и установка для его осуществления, с использованием гранулированного сорбента (см. международная заявка WO 03/037794, МПК C01D 15/04. Оpubл. 08.05.2003). Использование
20 гранулированного сорбента на основе дефектной разновидности соединения $\text{LiCl} \cdot 2\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ вместо кристаллических гранул, содержащих гидратированное соединение $\text{LiCl}/\text{Al}(\text{OH})_3$, позволяет проводить все без исключения операции процесса обогащения при комнатной температуре, получая при этом первичный литиевый концентрат с
25 содержанием LiCl 5,2-6,0 г/л и общим содержанием примесей ($\text{MgCl}_2 + \text{CaCl}_2$) не более 5,0 г/л, что позволяет в дальнейшем концентрировать его по хлориду лития до ≥ 300 г/л и использовать для получения LiCl и Li_2CO_3 . При этом использование установки с движущимся слоем гранулированного сорбента позволяет предельно минимизировать
30 массу единовременной его загрузки.

Также известен способ селективного сорбционного извлечения лития из рассолов (см. патент RU 2050330, МПК C02F 1/28, опубл. 20.12.1995) путем контактирования
рассола с гранулированным сорбентом на основе хлорсодержащего двойного гидроксида алюминия лития с последующей десорбцией лития обессоленной водой с
35 получением в качестве элюата раствора хлорида лития.

Недостатком данных способов является использование в процессе обогащения движущегося гранулированного слоя сорбента, что приводит к механическому износу
за счет истирания гранул, который составляет в год более 37% от массы единовременной загрузки сорбента. Кроме того, для реализации способа обогащения с движущимся
40 слоем сорбента требуется сложное и уникальное оборудование.

Известен способ получения литиевого концентрата из литиеносных природных рассолов и его переработка (см. патент RU 2516538, МПК C01D 15/04, опубл. 20.05.2014), включающий получение литиевого концентрата путем сорбционного обогащения
рассола по литию в сорбционно-десорбционном обогатительном модуле с применением
45 гранулированного сорбента на основе хлорсодержащей разновидности двойного гидроксида алюминия и лития; отмывку насыщенного хлоридом лития гранулированного сорбента от рассола; десорбцию хлорида лития с сорбента с получением первичного литиевого концентрата - раствора хлорида лития с примесями хлоридов магния и кальция, ионообменную очистку литиевого концентрата от примесей,

концентрирование раствора хлорида лития, получение кондиционного хлорида лития.

Недостатком данного способа является то, что отмывку насыщенного хлоридом лития гранулированного сорбента от рассола осуществляют первичным литиевым концентратом или раствором хлорида натрия, что в случае с первичным литиевым концентратом приведет к дополнительному загрязнению порядка 15% объема производимого первичного литиевого концентрата примесями хлоридов магния и кальция и, соответственно, дополнительным затратам на его очистку, а в случае с раствором хлорида натрия - к необходимости нести постоянные затраты на приобретение хлорида натрия (поваренной соли) и утилизацию отработанного раствора хлорида натрия, а также затраты на содержание и обслуживание реагентного хозяйства (емкостного, насосного оборудования), что в конечном счете повышает себестоимость произведенного товарного литийсодержащего продукта (карбоната, хлорида, фторида, бромида, моногидрата гидроксида и др.).

Известен способ по патенту RU 2688593, C02F 1/28, C01D 15/00, 21.05.2019, который включает подачу литийсодержащего рассола в вертикально установленную колонну, заполненную гранулированным неорганическим сорбентом, представляющим собой хлорсодержащий двойной гидроксид алюминия и лития, до насыщения сорбента по литию, десорбцию лития путем подачи в колонну обессоленной воды в количестве, равном 90-130% от объема используемого сорбента, в направлении, обратном направлению подачи исходного литийсодержащего рассола с получением первичного литиевого концентрата хлорида лития с примесями хлоридов магния и кальция, очистку литиевого концентрата от примесей, возврат рассола после промывки в поток исходного литийсодержащего рассола, подаваемого в колонну на сорбцию.

Недостатком способа является то, что на стадии отмывки деминерализованной водой насыщенного литием сорбента без слива рассола теряется до 30% сорбированного лития, который переходит в водный раствор промывки при снижении концентрации солевого фона. Данные обстоятельства требуют возвращения лития в рецикл и приводят к снижению емкости сорбента.

Наиболее близким к предложенному техническому решению является способ сорбционного извлечения лития из литийсодержащих рассолов (см. патент RU 2763955, C22B 26/12, C01D 15/04, C02F 1/28, C22B 7/00, C22B 3/42, 11.01.2022), включающий подачу исходного литийсодержащего рассола в сорбционно-десорбционный обогатительный модуль, представляющий собой по меньшей мере одну вертикально установленную колонну, заполненную неорганическим гранулированным сорбентом хлорсодержащим двойным гидроксидом алюминия и лития, промывку насыщенного сорбента, десорбцию лития с сорбента обессоленной водой с получением обогащенного литием раствора, отличающийся тем, что перед промывкой осуществляют слив остатков литийсодержащего рассола из колонны, промывку осуществляют при скорости не менее 6 колоночных объемов в час, в объеме, равном 150-250% от объема сорбента, находящегося в колонне, в направлении, совпадающем с направлением подачи исходного литийсодержащего рассола, десорбцию лития с сорбента осуществляют в направлении, совпадающем с направлением подачи исходного раствора.

Однако, для получения концентратов лития высокой чистоты, например, пригодных для производства литиевых батарей, в вышеупомянутом способе необходимо проведение дополнительных стадий очистки, введение посторонних реагентов и дополнительного оборудования, что увеличивает операционные расходы. Товарный десорбат, полученный в сорбционно-десорбционном обогатительном модуле, имеет высокие содержания примесей: кальция на уровне 0,01-0,09%, магния - 0,04-0,27%, натрия - 0,82-3,83%, калия

- 0,09-0,31%, сульфатов - 0,05-0,27%. Из такого раствора невозможно получение концентрата лития, пригодного для производства литиевых аккумуляторов.

Предлагаемый способ получения литиевого концентрата из литиеносных природных рассолов и его переработки в хлорид лития или карбонат лития сохраняет все
5 преимущества прототипа и устраняет его основные недостатки.

Задачей настоящего изобретения является разработка эффективного способа переработки литийсодержащего рассола.

Технический результат заявленного изобретения

Изобретение обеспечивает повышение селективности и коэффициента сорбционного
10 извлечения лития из рассолов и сточных вод, упрощение технологической схемы за счет уменьшения количества технологических операций и количества применяемых химических реагентов для очистки, а также повышение чистоты готовой продукции.

Получение первичного литиевого концентрата осуществляется путем селективного извлечения лития из литийсодержащего раствора, с использованием гранулированного
15 ионообменного синтетического полимера, катионита.

Технический результат достигается тем, что в способ сорбционного извлечения лития из литийсодержащих растворов, включающий подачу исходного литийсодержащего
рассола в сорбционно-десорбционный модуль, представляющий собой соединенные между собой колонны, заполненные у сорбентом, сорбцию лития и промывку сорбента,
20 при этом собирают в единый сорбционно-десорбционный модуль первую колонну, предназначенную для сорбции примесей, вторую колонну, предназначенную для десорбции примесей из сорбента, третью колонну, предназначенную для промывки сорбента и четвертую колонну, предназначенную для сорбции лития, затем колонны, представляющие собой напорные противоточные колонны, заполняют сорбентом в
25 качестве которого используют катионообменную смолу, далее осуществляют подачу исходного литийсодержащего раствора в первую колонну, с получением на выходе из первой колонны потока очищенного литийсодержащего раствора, одну часть которого подают в четвертую колонну, в которой происходит сорбция лития сорбентом, а другую часть отводят из сорбционно-десорбционного модуля на получение карбоната лития,
30 причем на выходе из первой колонны осуществляют определение содержания примесей в упомянутом очищенном литийсодержащем растворе через одинаковые промежутки времени и, при определении содержания в нем какой-либо из примесей в количестве более 0,5 мг/л, процесс подачи исходного литийсодержащего раствора останавливают, после чего осуществляют перегрузку сорбента во вторую колонну, в которую подают
35 разбавленный раствор серной кислоты, во второй колонне осуществляют десорбцию примесей из сорбента, затем сорбент перегружают в третью колонну, где осуществляют промывку сорбента водой, а затем перегружают промытый сорбент в четвертую колонну, из которой его перегружают в первую колонну, после чего возобновляют подачу исходного раствора.

40 Выходной поток из второй колонны подают в исходный литийсодержащий раствор.

Повышение селективности и коэффициента сорбционного извлечения лития из рассолов и сточных вод обеспечивается тем, что в заявленном способе осуществляют сорбцию примесей из исходного раствора сорбентом, предварительно полностью насыщенный литием. Все примеси, присутствующие в исходном растворе имеют большее
45 сродство к сорбенту, по сравнению с литием, поэтому происходит не только очистка раствора от примесей, но и обогащение раствора по литию за счет вытеснения его с сорбента.

Использование серийно выпускаемой катионообменной смолы в качестве сорбента

способствует снижению себестоимости извлечения лития, за счет более низкой стоимости сорбента, по сравнению с прототипом.

Заявленное изобретение поясняется чертежом.

На чертеже показана аппаратная схема сорбционно-десорбционного обогатительного модуля, в котором реализуется заявленный способ.

Сорбционно-десорбционный модуль (см. чертеж) состоит из четырех колонн, каждая из которых представляет собой вертикально установленную сорбционную напорную колонну (СНК) с зажатым слоем сорбента. Сорбционно-десорбционный модуль состоит из:

- 10 - первой колонны 1, предназначенной для сорбции примесей;
- второй колонны 2, предназначенной для десорбции примесей;
- третьей колонны 3, предназначенной для промывки сорбента;
- четвертой колонны 4, предназначенной для сорбции лития.

Сорбционные напорные колонны (СНК) - это колонны, в которых растворы 15 подаются в нижнюю часть под давлением, где они фильтруются через слой сорбента снизу вверх и выходят из колонны через верхние дренажи. В нижней части колонны СНК расположены распределительное устройство для подачи исходного раствора и аэролифт для откачки сорбента, в верхней части - дренажное устройство для вывода раствора и штуцер для загрузки сорбента.

20 К первой колонне 1 подключены следующие линии:

- линия подачи исходного литийсодержащего раствора;
- линия отвода сорбента (показана на чертеже пунктирной линией) во вторую колонну 2;
- линия отвода выходного потока в четвертую колонну 4, к которой подключена 25 линия, предназначенная для отвода части выходного потока на получение карбоната лития.

Выходной поток из первой колонны 1, представляет собой очищенный раствор, который является первичным концентратом лития, пригодным для получения лития батарейного качества.

30 К линии подачи исходного литийсодержащего раствора подключена линия отвода выходного потока (десорбата) из второй колонны 2, а также линия отвода выходного потока из четвертой колонны 4.

Вторая колонна 2 снабжена линией подачи раствора серной кислоты, линией отвода сорбента в третью колонну 3 и линией отвода выходного потока (десорбата).

35 К линии отвода выходного потока из второй колонны 2 подсоединены: линия отвода выходного потока из третьей колонны 3, линия подачи выходного потока из второй колонны 2 в исходный литийсодержащий раствор (в буферную емкость исходного литийсодержащего раствора).

40 При этом линия отвода выходного потока из второй колонны 2, а также линия подающая выходной поток второй колонны 2 в исходный литийсодержащий раствор снабжены вентилями (на чертеже не показаны).

Линия отвода сорбента из нижней части второй колонны 2 соединена с верхней частью третьей колонны 3.

45 Третья колонна 3 снабжена в нижней части линией подачи промывочной воды, а также снабжена линией отвода выходного потока (отработавшей промывочной воды).

Линия отвода промытого водой сорбента из нижней части третьей колонны 3 соединена с верхней частью четвертой колонны 4.

Линия отвода сорбента из нижней части четвертой колонны 4 соединена с верхней

частью первой колонны 1.

Четвертая колонна 4 имеет линию, предназначенную для сброса выходного потока (маточного раствора) в исходный литийсодержащий раствор.

Заявленный способ может быть осуществлен следующим образом.

5 Литий селективно извлекают из исходного сырья в сорбционно-десорбционно модуле, с применением сорбента - катионообменной смолы (гранулированный синтетический сорбент- сильноокислый сульфокатионит в литиевой форме).

10 В качестве исходного сырья может быть использован исходный литийсодержащий раствор, представляющий собой природный рассол (например, попутно добываемую пластовую воду при добыче нефти; воду геотермальных источников, рассол салара и т.д.) или сточные воды нефтегазодобывающих, химических и металлургических производств.

15 Все четыре колонны собирают в единый сорбционно-десорбционно модуль и заполняют сорбентом - катионообменной смолой (гранулированный синтетический сорбент - сильноокислый сульфокатионит в литиевой форме). Сорбцию осуществляют в колоннах с зажатым слоем сорбента при направлении подающего потока снизу вверх.

Исходный литийсодержащий раствор подают в первую колонну 1 на сорбцию примесей. В первой колонне 1 происходит вытеснение лития с сорбента (катионообменной смолы) в исходный раствор за счет сорбции примесей, имеющих 20 большее сродство к сорбенту. Так как все присутствующие в растворе примеси имеют большее сродство к смоле, по сравнению с литием, то происходит полная очистка исходного литийсодержащего (продуктивного) раствора от примесей, с одновременным концентрированием раствора по литию в 7-10 раз, в зависимости от концентрации примесей в исходном растворе.

25 Выходной поток из первой колонны 1, делят на две части: одну часть потока выводят из сорбционно-десорбционного модуля и используют для получения карбоната лития, а другую часть направляют в четвертую колонну 4, на сорбцию лития (на насыщение литием регенерированного сорбента).

30 При этом выходной поток из четвертой колонны 4 направляют в оборот, в исходный литийсодержащий раствор. В процессе сорбции примесей в первой колонне 1 проводят периодическое определение концентрации лития и примесей (сульфатов, калия, кальция, натрия и т.д.) любым способом (например, высокоэффективной жидкостной хроматографией) в выходном потоке первой колонны 1, посредством отбора проб 35 через одинаковые промежутки времени (через каждые 5 минут) и проведения анализа отобранной пробы. При этом примеси в выходном растворе из первой колонны 1 не должны обнаруживаться в течение 80-90 минут.

Сорбцию примесей в первой колонне 1 ведут до «проскока» примесей. «Проскоком» считается минимально определяемая концентрация вещества (примеси), которая может 40 быть определена конкретным методом определения примесей (например, методом жидкостной хроматографии), применяемым в данном конкретном случае.

При определении содержания в пробе какой-либо из примесей в количестве, составляющем более 0,5 мг/л, т.е. после «проскока» примесей, процесс подачи исходного литийсодержащего раствора останавливают. Затем производят перегрузку насыщенного сорбента по следующей схеме: из первой колонны 1 во вторую колонну 2, из второй 45 колонны 2 в третью колонну 3; из третьей колонны 3 в четвертую колонну 4; из четвертой колонны 4 в первую колонну 1. Перегрузка сорбента по колоннам 1,2,3,4 производится одновременно.

Выходной поток из первой колонны 1, представляющий собой очищенный раствор,

который имеет высокое содержание лития (не менее 10 г/л) и который почти не содержит примесей (имеет только следы примесей с содержанием их в очищенном выходном потоке менее 0,5 мг/л), является первичным концентратом лития, пригодным для получения лития батарейного качества.

5 Экспериментально установлено то, что необходимо останавливать процесс при определении содержания какой либо из примесей более 0,5 мг/л, поскольку при содержании в потоке, выходящем из первой колонны 1 примесей составляющих более 0,5 мг/л не достигается получение кондиционных концентратов лития высокой чистоты, пригодных для производства литиевых батарей.

10 Перегрузку сорбента осуществляют в описанном ниже порядке.

После окончания процесса сорбции примесей насыщенный сорбент, насыщенный примесями в первой колонне 1 перегружают во вторую колонну 2, где осуществляют десорбцию примесей. Десорбция примесей производится водным разбавленным раствором серной кислоты, предпочтительно имеющим концентрацию 2-5% масс.

15 Открывают вентиль на линии, соединяющей выходную линию второй колонны 2 и буферную емкость исходного раствора и закрывают вентиль на линии отвода выходного потока (десорбата) из второй колонны 2 на получение товарных продуктов натрия, кальция, калия.

На выходе из второй колонны 2 осуществляют анализ выходного потока (десорбата) с определением в нем лития и примесей (натрия, калия, кальция и т.д.). Содержание определяют, например, высокоэффективной жидкостной хроматографией. Как только в выходном потоке из второй колонны 2 анализ покажет наличие примесей в определенном количестве, составляющем более 70% от их концентрации в исходном растворе, то закрывают вентиль, расположенный на линии, соединяющей выходную 25 линию второй колонны 2 и буферную емкость исходного раствора, после чего открывают вентиль, расположенный на линии отвода выходного потока (десорбата) из второй колонны 2 и направляют десорбат, выходящий из второй колонны 2, на попутное получение сульфатов калия, натрия и кальция.

Количество примесей составляющее более 70% от их концентрации в исходном 30 растворе, является достаточным для того, чтобы было возможно эффективно получить из упомянутого выходного потока второй колонны 2 кондиционные сульфаты калия, натрия и кальция.

Из второй колонны 2 очищенный от примесей сорбент перегружают в третью колонну 3, где осуществляют промывку сорбента водой. Выходной поток третьей колонны 3 35 (отработавшую после промывки воду) подают из третьей колонны 3 в исходный раствор.

Далее промытый водой сорбент перегружают в четвертую колонну 4, где происходит насыщение сорбента литием посредством подачи в четвертую колонну 4 выходного раствора из первой колонны 1, который имеет высокое содержание лития.

40 Насыщенный литием сорбент из четвертой колонны 4 направляют на сорбцию примесей в первую колонну 1.

Маточный раствор после сорбции лития в четвертой колонне 4 направляют в исходный раствор.

После перегрузки сорбента возобновляется подача исходного раствора.

Пример осуществления заявленного способа

45 Способ сорбционного извлечения лития реализовывали в сорбционно-десорбционном модуле, состоящем из четырех колонн типа СНК с зажатым слоем сорбента, в качестве которого был использован сульфокатионит марки «ТОКЕМ-160» (катионит ТОКЕМ-160 ТУ 2227-023-72285630-2011). Как показали испытания, сорбент «ТОКЕМ-160»

обладает высоким селективным действием к примесным конкурирующим ионам, большим временем защитного действия по отношению к примесям.

Сорбционно-десорбционный модуль, был подключен к буферной емкости для исходного литийсодержащего раствора, а также к насосу для подачи исходного литийсодержащего раствора в первую колонну типа СНК. В первую колонну подавали исходный литийсодержащий раствор для осуществления сорбции примесей из исходного раствора. Исходный литийсодержащий раствор имел следующий состав, г/л: 0,622 лития; 3,65 железа; 3,43 алюминия; 0,15 магния; 0,44 кальция; 0,19 натрия; 0,423 калия; 0,017 рубидия; Рн - 4,8.

В течении 80 минут сорбции концентрация лития в выходящем из колонны растворе достигла 6,15 г/л, при этом примесных элементов в растворе практически не было обнаружено. Концентрация лития в выходном растворе, по сравнению с исходным раствором, увеличилась почти в 10 раз за счет вытеснения лития из сорбента примесными элементами, которые имеют большее сродство к сорбенту.

Состав выходного раствора первой колонны, г/л: 6,15 лития; 0,00 железа; 0,00035 алюминия; 0,00 магния; 0,0004 кальция; 0,0015 натрия; 0,00 калия; 0,00015 рубидия.

Сорбция примесей проводилась до появления следов натрия в выходном растворе, т.к. натрий появляется первым из всех примесей (анализ выходного раствора проводился на состав каждые 5 минут).

После очистки от примесей, чистый выходной раствор разделялся на два потока. Один направлялся на насыщение чистого сорбента литием. Другой - на получение карбоната лития батарейного качества. Сорбент после насыщения литием направлялся на сорбцию примесей в первую колонну. Насыщенный примесями сорбент направлялся на десорбцию примесей во вторую колонну по ходу движения сорбента. Десорбция проводилась 3% раствором серной кислоты. После десорбции сорбент направлялся на промывку водой в третью колонну по ходу движения сорбента и после отмывки направлялся в четвертую колонну на насыщение литием, после чего направлялся в первую колонну на сорбцию примесей. После десорбции, десорбат направлялся на получение сульфатов калия, натрия, кальция.

Как видно из представленных выше сведений, способ, осуществляемый в объеме совокупности существенных признаков, включенных в формулу изобретения, обеспечивает достижение заявленного технического результата, и имеет следующие преимущества по сравнению с прототипом:

- повышение эффективности извлечения лития из литийсодержащих рассолов за счет значительного снижения содержания примесей в первичном концентрате лития, снижение потерь лития с промывными водами, повышение рабочей емкости сорбента;

- отсутствие сброса растворов кислот и щелочей и растворов дополнительных реагентов, необходимых для способа-прототипа при доочистке хлорида лития от примесей кальция, магния, натрия, калия и других элементов;

- снижение стоимости и удельного расхода сорбента.

(57) Формула изобретения

1. Способ сорбционного извлечения лития из литийсодержащих растворов, включающий подачу исходного литийсодержащего рассола в сорбционно-десорбционный модуль, представляющий собой соединенные между собой колонны, заполненные сорбентом, сорбцию лития и промывку сорбента, отличающийся тем, что собирают в единый сорбционно-десорбционный модуль первую колонну, предназначенную для сорбции примесей, вторую колонну, предназначенную для

десорбции примесей из сорбента, третью колонну, предназначенную для промывки сорбента, и четвертую колонну, предназначенную для сорбции лития, затем колонны, представляющие собой напорные противоточные колонны, заполняют сорбентом, в качестве которого используют катионообменную смолу, далее осуществляют подачу
5 исходного литийсодержащего раствора в первую колонну с получением на выходе из первой колонны потока очищенного литийсодержащего раствора, одну часть которого подают в четвертую колонну, в которой происходит сорбция лития сорбентом, а другую часть отводят из сорбционно-десорбционного модуля на получение карбоната лития, причем на выходе из первой колонны осуществляют определение содержания примесей
10 в упомянутом очищенном литийсодержащем растворе через одинаковые промежутки времени и при определении содержания в нем какой-либо из примесей в количестве более 0,5 мг/л процесс подачи исходного литийсодержащего раствора останавливают, после чего осуществляют перегрузку сорбента во вторую колонну, в которую подают разбавленный раствор серной кислоты, во второй колонне осуществляют десорбцию
15 примесей из сорбента, затем сорбент перегружают в третью колонну, в которой осуществляют промывку сорбента водой, а затем перегружают промытый сорбент в четвертую колонну, из которой его перегружают в первую колонну, после чего возобновляют подачу исходного раствора.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что выходной поток из второй колонны подают
20 в исходный литийсодержащий раствор.

25

30

35

40

45

