



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103183366 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 03

(21) 申请号 201310138044. 6

(22) 申请日 2013. 04. 19

(66) 本国优先权数据

201310002154. X 2013. 01. 05 CN

(71) 申请人 江西赣锋锂业股份有限公司

地址 338015 江西省新余市新余经济开发区
龙腾路

申请人 宜春赣锋锂业有限公司

(72) 发明人 李良彬 袁中强 刘明 王彬

郁兴国 胡萍 罗光华

(74) 专利代理机构 北京中北知识产权代理有限公司

公司 11253

代理人 焦烨璠

(51) Int. Cl.

C01D 15/04 (2006. 01)

C01D 15/10 (2006. 01)

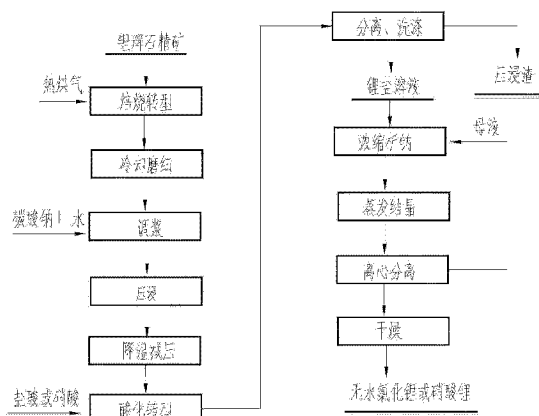
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法

(57) 摘要

本发明公开了纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法,包括以下工艺流程:(1)焙烧转型;(2)冷却磨细;(3)调浆;(4)压浸;(5)降温减压;其特征在于:还顺次包括骤:(6)压滤分离;(7)酸化转型;(8)分离、洗涤;(9)浓缩析钠;(10)蒸发结晶;(11)离心分离;(12)干燥。本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法工艺简单、成本低、资源利用率高。



1. 纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法,包括以下工艺流程:

(1) 焙烧转型:将锂辉石精矿($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$)置于内热式回转炉内,温度控制在在 1150-1250℃的高温下进行焙烧转型,使锂辉石精矿由 α 型转为 β 型;

(2) 冷却磨细:将步骤(1)焙烧后的原料冷却到常温,再将其磨细到 50-325 目的锂辉石;

(3) 调浆:将纯碱与步骤(2)得到的磨细后的锂辉石加入计量的水调配成料浆,并控制钠锂摩尔比为 2-7,液固比为 3-5,所述碱性盐的重量计入液相内;

(4) 压浸:利用高压蒸汽给步骤(3)得到的料浆加热,使所述料浆温度升到 180-270℃,并保持恒温恒压时间为 0.5-3.5h,所述高压蒸汽的压力为 0.8 ~ 6Mpa,压浸出碳酸锂;

(5) 降温减压:冷却步骤(4)得到的料浆减压至常压状态,并降温至 60 ~ 90℃;

其特征在于:还顺次包括以下步骤:

(6) 压滤分离:将步骤(5)冷却后的压浸料浆进行压滤分离,得到锂辉石压浸渣和母液,母液返回至步骤(3)进行调浆;

(7) 酸化转型:将步骤(6)得到的锂辉石压浸渣置入转型釜中,加入步骤(8)返回的洗水或纯净水调配成锂辉石料浆,所述锂辉石料浆的液固重量比为 2 ~ 3,并向转型釜中加入计量的酸,搅拌反应 0.5-1.5h,将碳酸锂完全转化为可溶性锂盐,然后再往转型釜中加入 NaOH,搅拌中和 0.5-1.5h,直至调节溶液的 PH 到 7-10;

(8) 分离、洗涤:将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到滤液和滤渣,滤渣经过三次洗涤后丢弃,清洗滤渣后的洗水返回步骤(7);

(9) 浓缩析钠:将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.29-1.31g/cm³,然后冷却至 60℃以下搅拌反应 0.5-1.5h 进行析钠,压滤后得到锂盐净化液;

(10) 蒸发结晶:将步骤(9)获得的锂盐净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆体积百分比浓度为 30-60%;

(11) 离心分离:将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水,得到含水量为 2 ~ 5 的锂盐湿料,所述含水量为质量百分比 WT%;

(12) 干燥:将步骤(11)获得的锂盐湿料在 150-250℃下干燥 1-2.5h,得到无水锂盐产品。

2. 根据权利要求 1 所述的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法,其特征在于:所述(6)步骤中加入酸的量的计算公式为:

$$V_{\text{酸}} = (m_{\text{锂辉石}} \times \text{Li}_2\text{O}\% \times 95\% \times M_{\text{酸}} \times 2 \times 1.1) / (30 \times \omega_{\text{酸}}\% \times \rho_{\text{酸}})$$
, 其中, $V_{\text{酸}}$ 为加入酸的体积,单位为升; $m_{\text{锂辉石}}$ 为投入的锂辉石重量,单位为 Kg; $\text{Li}_2\text{O}\%$ 为锂辉石中氧化锂的质量百分比 wt%; 95% 为压浸浸出率; $M_{\text{酸}}$ 为加入酸的分子量; 1.1 表示加入酸过量 10%; 30 为氧化锂的分子量; $\omega_{\text{酸}}$ 为加入酸的质量百分数 wt%; $\rho_{\text{酸}}$ 为加入酸的密度,单位为 Kg/l。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法,其特征在于:所述步骤(6)中的酸为 HCl 或 HNO_3 。

纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及提取锂盐的制备方法,特别是涉及纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法。

背景技术

[0002] 工业上制取锂盐的方法主要分为两类:

[0003] 一类是从含锂卤水中,通过对卤水中其他有价金属的矿物进行综合提取利用,使卤水中的锂得到富集,最终可以得到 Li_2CO_3 或 $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等锂盐产品,但是,由于国内盐湖卤水大部分具有低镁锂比的特点,开发难度大,卤水提锂的工业化实施困难;

[0004] 另一类方法是通过对主要的含锂矿石——锂辉石和锂云母的火法或湿法处理,破坏其原有脉石结构,使其中的 Li_2O 以可溶锂盐的形式溶解出来,可以得到诸如 Li_2SO_4 和其它形式的锂盐。从锂辉石中提取锂盐具有物料流通量小、生产效率高、能耗低、锂的回收率高等优点,所以目前以锂辉石为原料提锂是较广泛采用的方法。

[0005] 目前利用锂辉石提锂的方法主要有硫酸法和石灰法,石灰法因能耗高、回收率低、生产成本高等缺点已经较少采用。而硫酸法则因要消耗大量的硫酸和碱,存在工业流程长、对设备要求高、而且污染环境等缺点。

[0006] 中国专利 CN201010279730.1 公开了一种从锂辉中提取锂盐的方法,该专利采用碳酸钠压浸法从锂辉石提锂制备电池级碳酸锂,锂辉石经碳酸钠压浸后得到的碳酸锂和渣一起置入碳化釜中进行深度碳化,将碳酸锂完全转化为可溶的碳酸氢锂,经过滤分离碳酸氢锂与压浸渣,再将碳酸氢锂溶液加热分解得到高纯碳酸锂。该法存在两个缺点,一是碳酸锂与渣混和在一起,通过碳化难以完全将碳酸锂转化为碳酸氢锂,导致部分碳酸锂进入渣中而弃去,降低了锂回收率,二是,采用该法只能制备电池级碳酸锂,要制备无水氯化锂、硝酸锂则需经过酸化、蒸发浓缩、干燥等步骤,相对于本专利制备无水氯化锂和硝酸锂的方法增加了工序,导致生产成本增加。

发明内容

[0007] 本发明是为了解决现有技术中的不足而完成的,本发明的目的是提供一种工艺简单、成本低、资源利用率高的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法。

[0008] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法,包括以下工艺流程:

[0009] (1) 焙烧转型:将锂辉石精矿($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$)置于内热式回转炉内,温度控制在在 $1150\text{--}1250^\circ\text{C}$ 的高温下进行焙烧转型,使锂辉石精矿由 α 型转为 β 型;

[0010] (2) 冷却磨细:将步骤(1)焙烧后的原料冷却到常温,再将其磨细到 50-325 目的锂辉石;

[0011] (3) 调浆:将纯碱与步骤(2)得到的磨细后的锂辉石加入计量的水调配成料浆,并控制钠锂摩尔比为 2-7,液固比为 3-5,所述碱性盐的重量计入液相内;

[0012] (4) 压浸:利用高压蒸汽给步骤(3)得到的料浆加热,使所述料浆温度升到 $180\text{--}270^\circ\text{C}$,并保持恒温恒压时间为 0.5-3.5h,所述高压蒸汽的压力为 $0.8 \sim 6\text{Mpa}$,压浸出

碳酸锂；

[0013] (5) 降温减压：冷却步骤(4)得到的料浆减压至常压状态，并降温至 60 ~ 90℃；

[0014] 其特征在于：还顺次包括以下步骤：

[0015] (6) 压滤分离：将步骤(5)冷却后的压浸料浆进行压滤分离，得到锂辉石压浸渣和母液，母液返回至步骤(3)进行调浆；

[0016] (7) 酸化转型：将步骤(6)得到的锂辉石压浸渣置入转型釜中，加入步骤(8)返回的洗水或纯净水调配成锂辉石料浆，所述锂辉石料浆的液固重量比为 2 ~ 3，并向转型釜中加入计量的酸，搅拌反应 0.5-1.5h，将碳酸锂完全转化为可溶性锂盐，然后再往转型釜中加入 NaOH，搅拌中和 0.5-1.5h，直至调节溶液的 pH 到 7-10；

[0017] (8) 分离、洗涤：将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到滤液和滤渣，滤渣经过三次洗涤后丢弃，清洗滤渣后的洗水返回步骤(7)；

[0018] (9) 浓缩析钠：将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.29-1.31g/cm³，然后冷却至 60℃ 以下搅拌反应 0.5-1.5h 进行析钠，压滤后得到锂盐净化液；

[0019] (10) 蒸发结晶：将步骤(9)获得的锂盐净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆体积百分比浓度为 30-60%；

[0020] (11) 离心分离：将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水，得到含水量为 2 ~ 5% 的锂盐湿料，所述含水量为质量百分比；

[0021] (12) 干燥：将步骤(11)获得的锂盐湿料在 150-250℃ 下干燥 1-2.5h，得到无水锂盐产品。

[0022] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法还可以是：

[0023] 所述(6)步骤中加入酸的量的计算公式为：

[0024]
$$V_{\text{酸}} = (m_{\text{锂辉石}} \times \text{Li}_2\text{O}\% \times 95\% \times M_{\text{酸}} \times 2 \times 1.1) / (30 \times \omega_{\text{酸}}\% \times \rho_{\text{酸}})$$
，其中， $V_{\text{酸}}$ 为加入酸的体积，单位为升； $m_{\text{锂辉石}}$ 为投入的锂辉石重量，单位为 Kg； $\text{Li}_2\text{O}\%$ 为锂辉石中氧化锂的质量百分比 wt%；95% 为压浸浸出率； $M_{\text{酸}}$ 为加入酸的分子量；1.1 表示加入酸过量 10%；30 为氧化锂的分子量； $\omega_{\text{酸}}$ 为加入酸的质量百分数 wt%； $\rho_{\text{酸}}$ 为加入酸的密度，单位为 Kg/l。

[0025] 所述步骤(6)中的酸为 HCl 或 HNO₃。

[0026] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法，其通过上述步骤后，相对于现有技术而言，浸后的母液通过直接酸化转型制备出纯度较高的氯化锂或硝酸锂，而现有技术将母液深度碳化转化为碳酸氢锂，热分解制备出碳酸锂，然后再经酸化转型制备氯化锂或硝酸锂产品。因此，本工艺具有工艺简单实用、生产成本低、资源利用高的优点，具有较好的经济和社会效益，适合于工业化提锂的优点。

附图说明

[0027] 图 1 本发明纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0028] 下面结合附图的图 1 对本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法作进一步详细说明。

[0029] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法, 请参考图 1, 包括以下工艺流程:

[0030] (1) 焙烧转型: 将锂辉石精矿 ($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$) 置于内热式回转炉内, 温度控制在在 1150-1250℃ 的高温下进行焙烧转型, 使锂辉石精矿由 α 型转为 β 型;

[0031] (2) 冷却磨细: 将步骤(1)焙烧后的原料冷却到常温, 再将其磨细到 50-325 目的锂辉石;

[0032] (3) 调浆: 将纯碱与步骤(2)得到的磨细后的锂辉石加入计量的水调配成料浆, 并控制钠锂摩尔比为 2-7, 液固比为 3-5, 所述碱性盐的重量计入液相内;

[0033] (4) 压浸: 利用高压蒸汽给步骤(3)得到的料浆加热, 使所述料浆温度升到 180-270℃, 并保持恒温恒压时间为 0.5-3.5h, 所述高压蒸汽的压力为 0.8 ~ 6Mpa, 压浸出碳酸锂;

[0034] (5) 降温减压: 冷却步骤(4)得到的料浆减压至常压状态, 并降温至 60 ~ 90℃;

[0035] 其特征在于: 还顺次包括以下步骤:

[0036] (6) 压滤分离: 将步骤(5)冷却后的压浸料浆进行压滤分离, 得到锂辉石压浸渣和母液, 母液返回至步骤(3)进行调浆;

[0037] (7) 酸化转型: 将步骤(6)得到的锂辉石压浸渣置入转型釜中, 加入步骤(8)返回的洗水或纯净水调配成锂辉石料浆, 所述锂辉石料浆的液固重量比为 2 ~ 3, 并向转型釜中加入计量的酸, 搅拌反应 0.5-1.5h, 将碳酸锂完全转化为可溶性锂盐, 然后再往转型釜中加入 NaOH, 搅拌中和 0.5-1.5h, 直至调节溶液的 pH 到 7-10;

[0038] (8) 分离、洗涤: 将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到滤液和滤渣, 滤渣经过三次洗涤后丢弃, 清洗滤渣后的洗水返回步骤(7);

[0039] (9) 浓缩析钠: 将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.29-1.31g/cm³, 然后冷却至 60℃ 以下搅拌反应 0.5-1.5h 进行析钠, 压滤后得到锂盐净化液;

[0040] (10) 蒸发结晶: 将步骤(9)获得的锂盐净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆体积百分比浓度为 30-60%;

[0041] (11) 离心分离: 将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水, 得到含水量为 2 ~ 5% 的锂盐湿料, 所述含水量为质量百分比;

[0042] (12) 干燥: 将步骤(11)获得的锂盐湿料在 150-250℃ 下干燥 1-2.5h, 得到无水锂盐产品。

[0043] 具体分析: 所述步骤(2)冷却磨细中, 磨细的目数越大越好, 目数越大越利于锂的浸出, 但是目数越大能耗越高, 因此目数的优选取值范围为 50 ~ 325 目, 当目数在该范围内能耗和浸出率比较合理。

[0044] 所述步骤(6)加酸转型的原理为:



[0047] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法, 其通过上述步骤后, 相对于现有技术而言, 其具有具有工艺简单实用、生产成本低、资源利用高的优点, 具有较好的经济和社会效益, 适合于工业化提锂的优点。

[0048] 本发明的纯碱压浸法从锂辉石提取锂盐的方法, 在前面技术方案的基础上还可以

是：

[0049] 所述(6)步骤中加入酸的量的计算公式为：

[0050] $V_{\text{酸}} = (m_{\text{锂辉石}} \times \text{Li}_2\text{O}\% \times 95\% \times M_{\text{酸}} \times 2 \times 1.1) / (30 \times \omega_{\text{酸}}\% \times \rho_{\text{酸}})$ ，其中， $V_{\text{酸}}$ 为加入酸的体积，单位为升； $m_{\text{锂辉石}}$ 为投入的锂辉石重量，单位为 Kg； $\text{Li}_2\text{O}\%$ 为锂辉石中氧化锂的质量百分比 wt%；95%为压浸浸出率； $M_{\text{酸}}$ 为加入酸的分子量；1.1表示加入酸过量 10%；30为氧化锂的分子量； $\omega_{\text{酸}}$ 为加入酸的质量百分数 wt%； $\rho_{\text{酸}}$ 为加入酸的密度，单位为 Kg/l。还可以是所述步骤(6)中的酸为 HCl 或 HNO_3 。

[0051] 实施例 1

[0052] (1) 将 1000Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内，在 1250℃ 高温下进行转化焙烧，使其由 α 型转为 β 型；

[0053] (2) 冷却磨细：焙烧后的料尚有较高的余热，因此将其换热冷却到常温；在压浸过程中为使焙料与料液有足够的接触面，再将焙烧磨细到 325 目，分析氧化锂的含量为 5.63%。

[0054] (3) 调浆：将 800Kg 纯碱与 1000Kg 磨细的锂辉石加入 3200Kg 水调配成浆，控制钠锂摩尔比为 4，液固比为 4，纯碱重量计入液相。

[0055] (4) 压浸：利用高压蒸汽将料浆升温到 270℃，高压蒸汽的相应压力为 2.4Mpa，恒温恒压时间为 3.5h。

[0056] (5) 降温减压：步骤(4)的压浸料浆减压至常压状态，并将压浸后的料浆降温到 90℃。

[0057] (6) 压滤分离：将步骤 5 得到的压浸料浆进行压滤分离，得到滤液 3.9m³，压锂辉石压浸渣 1300Kg，滤液返回至步骤(3)用于调浆；

[0058] (7) 酸化转型：将步骤(6)得到的 1300Kg 锂辉石压浸渣(含锂辉石干基为 1000kg)置入转型釜中，加入纯净水 2m³ 配成锂辉石料浆(液固重量比为 2.30)，并向转釜中加入 400L30% (wt%) 的盐酸，搅拌反应 1.5h，将碳酸锂完全转化为氯化锂，然后再往转型釜中加入 100L35% (wt%) NaOH，搅拌中和 1.5h，调节溶液的 pH 为 10；

[0059] (8) 分离、洗涤：将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 2.5m³ 滤液和 1300Kg 滤渣，滤渣经过三次洗涤后弃去，清洗滤渣后的洗水返回步骤(7)；

[0060] (9) 浓缩析钠：将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至密度为 1.31g/cm³，然后冷却至 50℃，搅拌反应 1.5h 进行析钠，压滤后得到 0.3m³ 氯化锂净化液；

[0061] (10) 蒸发结晶：将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 60% (体积百分比)；

[0062] (11) 离心分离：将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水，得到含水量为 3.8% (wt%) 的氯化锂湿料；

[0063] (12) 干燥：将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 250℃ 下干燥 2.5h，得到无水氯化锂产品，产品编号为 A1。

[0064] 实施例 2：

[0065] (1) 将 1500Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内，在 1150℃ 高温下进行转化焙烧，使其由 α 型转为 β 型；

[0066] (2) 冷却磨细：焙烧后的料尚有较高的余热，因此将其换热冷却到常温；在压浸过

程中为使焙烧后的料与料液有足够的接触面,再将焙烧后的料磨细到 50 目,分析氧化锂的质量百分含量为 5.15%;

[0067] (3)调浆:将 600Kg 纯碱与步骤(2)得到的 1500Kg 磨细的锂辉石加入 5400Kg 水调配成浆,控制钠锂摩尔比为 2.2,液固比为 4,纯碱重量计入液相;

[0068] (4)压浸:利用高压蒸汽将步骤(3)得到的料浆升温到 180℃,高压蒸汽的相应压力为 1.0Mpa,保持恒温恒压时间为 0.5h;

[0069] (5)降温减压:步骤(4)的压浸料浆减压至常压状态,并将压浸后的料浆降温到 60℃;

[0070] (6)压滤分离:将步骤(5)得到的压浸料浆进行压滤分离,得到滤液 6m³,锂辉石压浸渣 2000Kg,滤液即母液返回至步骤(3)用于调浆;

[0071] (7)酸化转型:将步骤(6)得到的 2000Kg 锂辉石压浸渣(含锂辉石干基为 1500kg)置入转型釜中,加入步骤(8)返回的洗水 3m³ 配成锂辉石料浆(液固重量比为 2.33),并向转釜中加入 720L25% (wt%) 的盐酸,搅拌反应 0.5h,将碳酸锂完全转化为可溶性氯化锂,然后再往转型釜中加入 175L30% (wt%) NaOH,搅拌中和 0.5h,调节溶液的 pH 为 10;

[0072] (8)分离、洗涤:将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 3.8m³ 滤液和 1900Kg 滤渣,滤渣经过三次洗涤后弃去,清洗滤渣后的洗水返回步骤(7);

[0073] (9)浓缩析钠:将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.29g/cm³,然后冷却至 30℃,搅拌反应 0.5h 进行析钠,压滤后得到 0.45m³ 氯化锂净化液;

[0074] (10)蒸发结晶:将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 30% (体积百分比);

[0075] (11)离心分离:将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水,得到含水量为 4.2% (wt%) 的氯化锂湿料;

[0076] (12)干燥:将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 150℃下干燥 1h,得到无水氯化锂产品,产品编号为 A2。

[0077] 实施例 3:

[0078] (1)将 800Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内,在 1200℃高温下进行转化焙烧,使其由 α 型转为 β 型;

[0079] (2)冷却磨细:焙烧后的料尚有较高的余热,因此将其换热冷却到常温;在压浸过程中为使焙烧后的与料液有足够的接触面,再将焙烧后的磨细到 260 目,分析氧化锂的质量百分含量为 5.58%。

[0080] (3)调浆:将 640Kg 纯碱与 800Kg 磨细的锂辉石加入 2560Kg 水调配成料浆,控制钠锂摩尔比为 4,液固比为 4,纯碱重量计入液相。

[0081] (4)压浸:利用高压蒸汽将步骤(3)得到料浆升温到 200℃,高压蒸汽的相应压力为 1.6Mpa,保持恒温恒压时间为 2h。

[0082] (5)降温减压:步骤(4)的料浆减压至常压状态,并将压浸后的料浆降温到 70℃。

[0083] (6)压滤分离:将步骤(5)得到的压浸料浆进行压滤分离,得到锂辉石压浸渣和母液,其中母液 3m³,锂辉石压浸渣 1000Kg,滤液即母液返回至步骤 3 用于调浆;

[0084] (7)酸化转型:将步骤(6)得到的 1000Kg 锂辉石压浸渣(含锂辉石干基 800kg)置入转型釜中,加入步骤(8)返回的洗水 1.6m³ 洗水调成锂辉石料浆(液固重量比为 2.25),并

向转釜中加入 225L40% (wt%) 的盐酸,搅拌反应 1h,将碳酸锂完全转化为氯化锂,然后再往转型釜中加入 70L40% (wt%) NaOH,搅拌中和 1h,调节溶液的 pH 为 7。

[0085] (8)分离、洗涤:将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 2m^3 滤液和 980Kg 滤渣,滤渣即母液经过三次洗涤后弃去,清洗滤渣后的洗水返回步骤(7)。

[0086] (9)浓缩析钠:将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 $1.30\text{g}/\text{cm}^3$,然后冷却至 40°C ,搅拌反应 1h 进行析钠,压滤后得到 0.2m^3 氯化锂净化液;

[0087] (10)蒸发结晶:将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 50% (体积百分比);

[0088] (11)离心分离:将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水,得到含水量为 4.8% (wt%) 的氯化锂湿料。

[0089] (12)干燥:将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 200°C 下干燥 2.3h,得到无水氯化锂产品,产品编号为 A3。

[0090] 实施例 4:

[0091] (1)将 2000Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内,在 1200°C 高温下进行转化焙烧,使其由 α 型转为 β 型;冷却磨细:焙烧后的料尚有较高的余热,因此将其换热冷却到常温;在压浸过程中为使焙烧后的料与料液有足够的接触面。

[0092] (2)再将焙烧后的料磨细到 250 目,分析氧化锂的质量百分含量为 5.36%。

[0093] (3)调浆:将 1200Kg 纯碱与 2000Kg 磨细的锂辉石加入 6800Kg 水调配成浆,控制钠锂摩尔比为 3.2,液固比为 4,纯碱重量计入液相。

[0094] (4)压浸:利用高压蒸汽将料浆升温到 250°C ,高压蒸汽的相应压力为 2.2Mpa,恒温恒压时间为 3h。

[0095] (5)降温减压:步骤(4)的压浸料浆减压至常压状态,并将压浸后的料浆降温到 40°C 。

[0096] (6)压滤分离:将步骤(5)得到的压浸料浆进行压滤分离,得到滤液 8m^3 ,压浸渣 2600Kg,滤液即母液返回至步骤 3 用于调浆;

[0097] (7)酸化转型:将步骤(6)得到的 2600Kg 锂辉石压浸渣(含锂辉石干基为 2000kg)置入转型釜中,加入步骤(8)返回的洗水 4m^3 配成锂辉石料浆(液固重量比为 2.3),并向转釜中加入 728.57L35% (wt%) 的盐酸,搅拌反应 1h,将碳酸锂完全转化为氯化锂,然后再往转型釜中加入 291.17L30% (wt%) NaOH 溶液,搅拌中和 1h,调节溶液的 pH 为 9;

[0098] (8)分离、洗涤:将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 5.1m^3 滤液和 2500kg 滤渣,滤渣经过三次洗涤后弃去,清洗滤渣后的洗水返回步骤(7);

[0099] (9)浓缩析钠:将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 $1.31\text{g}/\text{cm}^3$,然后冷却至 50°C ,搅拌反应 1h 进行析钠,压滤后得到 0.7m^3 氯化锂净化液;

[0100] (10)蒸发结晶:将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 45% (体积比);

[0101] (11)离心分离:将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水,得到含水量为 4.33% (wt%) 的氯化锂湿料。

[0102] (12)干燥:将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 200°C 下干燥 2h,得到无水氯化锂产品,产品编号为 A4。

[0103] 实施例 5：

[0104] (1) 将 1000Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内，在 1180℃ 高温下进行转化焙烧，使其由 α 型转为 β 型；

[0105] (2) 冷却磨细：焙烧后的料尚有一定的余热，因此将其换热冷却到常温；在压浸过程中为使焙烧后的料与料液有足够的接触面，再将焙烧后的料磨细到 150 目，分析氧化锂的质量百分含量为 5.52%。

[0106] (3) 调浆：将 600Kg 纯碱与 1000Kg 磨细的锂辉石加入 3400Kg 水调配成浆，控制钠锂摩尔比为 3.1，液固比为 4，纯碱重量计入液相。

[0107] (4) 压浸：利用高压蒸汽将料浆升温到 220℃，高压蒸汽的相应压力为 1.9Mpa，恒温恒压时间为 2.5h。

[0108] (5) 降温减压：步骤(4)的压浸料浆减压至常压状态，并将压浸后的料浆降温到 85℃。

[0109] (6) 压滤分离：将步骤(5)得到的压浸料浆进行压滤分离，得到滤液 3.4m³，锂辉石压浸渣 1300Kg，滤液即母液返回至步骤(3)用于调浆；

[0110] (7) 酸化转型：将步骤(6)得到的 1300Kg 锂辉石浸渣(含锂辉石干基为 1000kg)置入转型釜中，加入步骤(8)返回的洗水 2m³ 配成锂辉石料浆(液固比为 2.3)，并向转釜中加入 450L20% (wt%) 的盐酸，搅拌反应 1h，将碳酸锂完全转化为氯化锂，然后再往转型釜中加入 80L35% (wt%) NaOH，搅拌中和 1h，调节溶液的 pH 为 7。

[0111] (8) 分离、洗涤：将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 2.4m³ 滤液和 1300kg 滤渣，滤渣经过三次洗涤后弃去，清洗滤渣后的洗水返回步骤(7)。

[0112] (9) 浓缩析钠：将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.31g/cm³，然后冷却至 50℃，搅拌反应 1.5h 进行析钠，压滤后得到 0.2m³ 氯化锂净化液；

[0113] (10) 蒸发结晶：将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 40% (体积比)；

[0114] (11) 离心分离：将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水，得到含水量为 4.1% (wt%) 的氯化锂湿料。

[0115] (12) 干燥：将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 220℃ 下干燥 1.5h，得到无水氯化锂产品，产品编号为 A5。

[0116] 实施例 6

[0117] (1) 将 1000Kg 锂辉石精矿置于内热式回转炉内，在 1250℃ 高温下进行转化焙烧，使其由 α 型转为 β 型；

[0118] (2) 冷却磨细：焙烧后的料尚有一定的余热，因此将其换热冷却到常温；在压浸过程中为使焙烧后的料与料液有足够的接触面，再将焙烧后的料磨细到 250 目，分析氧化锂的质量百分含量为 5.28%。

[0119] (3) 调浆：将 700Kg 纯碱与 1000Kg 磨细的锂辉石加入 2300Kg 水调配成浆，控制钠锂摩尔比为 3.75，液固比为 3，纯碱重量计入液相。

[0120] (4) 压浸：利用高压蒸汽将料浆升温到 220℃，高压蒸汽的相应压力为 1.9Mpa，恒温恒压时间为 2.5h。

[0121] (5) 降温减压：步骤(4)的压浸料浆减压至常压状态，并将压浸后的料浆降温到

85℃。

[0122] (6) 压滤分离 : 将步骤(5)得到的压浸料浆进行压滤分离, 得到滤液 2.7m³, 锂辉石压浸渣 1300Kg, 滤液即母液返回至步骤(3)用于调浆;

[0123] (7) 酸化转型 : 将步骤(6)得到的 1300Kg 锂辉石浸渣(含锂辉石干基为 1000kg)置入转型釜中, 加入纯净水 2.5m³ 配成锂辉石料浆(液固比为 2.8), 并向转釜中加入 340L45% (wt%) 的硝酸, 搅拌反应 1h, 将碳酸锂完全转化为硝酸锂, 然后再往转型釜中加入 93L35% (wt%) NaOH, 搅拌中和 1h, 调节溶液的 pH 为 7。

[0124] (8) 分离、洗涤 : 将步骤(7)转型后的料浆经压滤得到 2.5m³ 滤液和 1300kg 滤渣, 滤渣经过三次洗涤后弃去, 清洗滤渣后的洗水返回步骤(7)。

[0125] (9) 浓缩析钠 : 将经过步骤(8)得到的滤液蒸发浓缩至溶液的密度为 1.31g/cm³, 然后冷却至 50℃, 搅拌反应 1.5h 进行析钠, 压滤后得到 0.3m³ 硝酸锂净化液;

[0126] (10) 蒸发结晶 : 将步骤(9)获得的氯化锂净化液进行蒸发浓缩结晶至晶浆浓度为 40% (体积比);

[0127] (11) 离心分离 : 将步骤(10)获得的晶浆放入离心机内脱水, 得到含水量为 3.7% (wt%) 的氯化锂湿料。

[0128] (12) 干燥 : 将步骤(11)获得的氯化锂湿料在 230℃下干燥 1.5h, 得到无水氯化锂产品, 产品编号为 A6。

[0129] 对上述实施例 1 ~ 6 获得的氯化锂和硝酸锂产品进行检测, 得到技术指标

[0130] 如下:

[0131]

	主含量 (%)	杂质指标 (%) (质量分数)							
		Na+K	Fe ₂ O ₃	CaCl ₂	MgCl ₂	SO ₄ ²⁻	H ₂ O	酸不溶物	白度
A1	99.3	0.18	0.0012	0.0110	0.0087	0.0065	0.48	0.0078	87
A2	99.0	0.23	0.0019	0.0180	0.0094	0.0083	0.67	0.0094	86
A3	99.2	0.21	0.0017	0.0160	0.0089	0.0075	0.54	0.0091	90
A4	99.2	0.23	0.0017	0.0160	0.0091	0.0081	0.53	0.0087	92
A5	99.2	0.22	0.0018	0.0170	0.0093	0.0079	0.59	0.0082	86
A6	99.1	0.23	0.0013	0.0120	0.0076	0.0077	0.55	0.0076	90

[0132] 由上述技术指标可以得出的结论是: 制备的无水氯化锂和硝酸锂的产品纯度高, 无水氯化锂产品质量符合国家标准(GB/T10575-2007) LiCl ~ 1 要求, 无水硝酸锂产品质量符合用户需求。

[0133] 上述仅对本发明中的几种具体实施例加以说明, 但不能作为本发明的保护范围, 凡是依据本发明中的设计精神所作出的等效变化或修饰或等比例放大或缩小等, 均应认为落入本发明的保护范围。

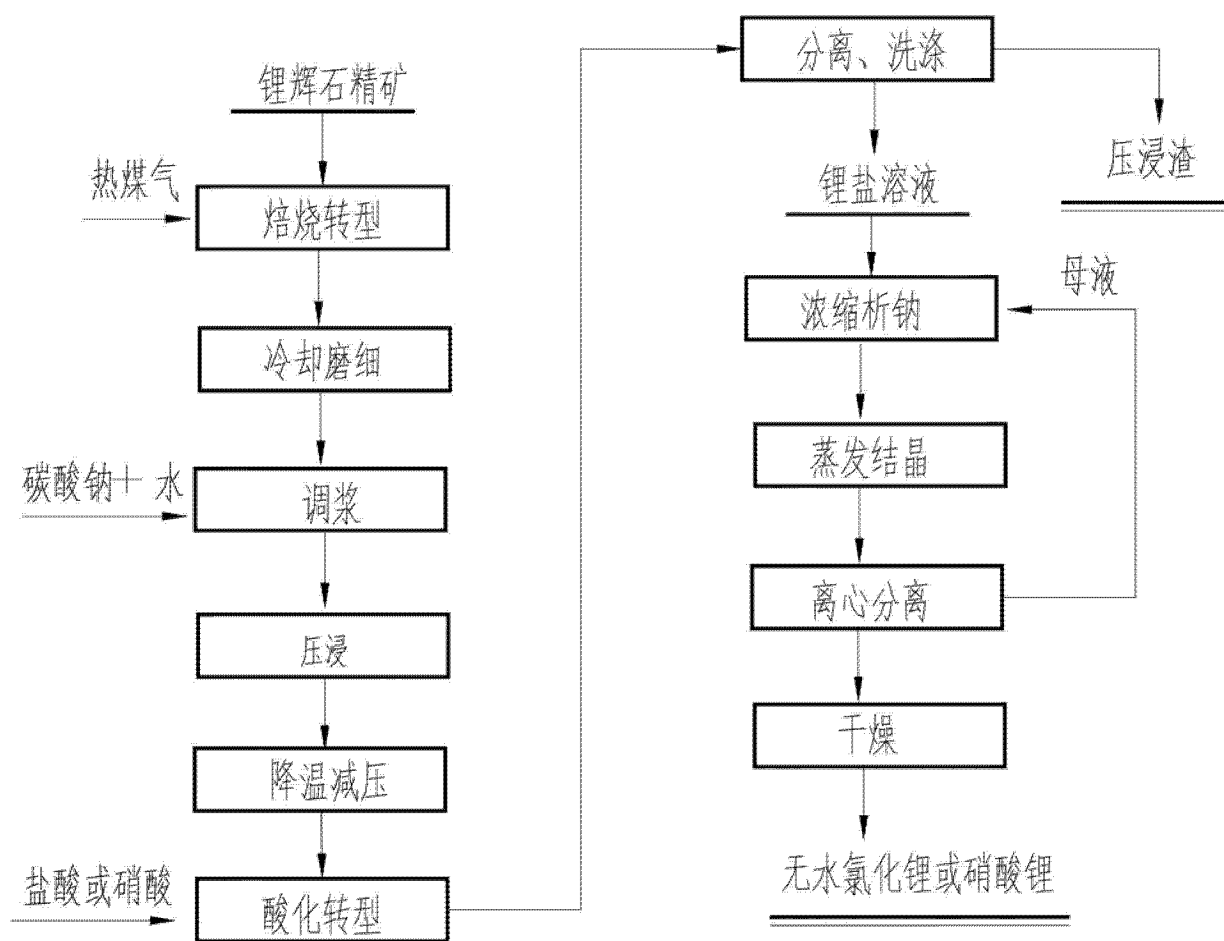


图 1