



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103342376 B

(45) 授权公告日 2015.07.01

(21) 申请号 201310302480.2

(22) 申请日 2013.07.11

(73) 专利权人 中北大学

地址 030051 山西省太原市尖草坪区学院路
3号

(72) 发明人 齐明思 张峰 曹雄

(51) Int. Cl.

C01F 7/02(2006.01)

C01B 33/113(2006.01)

(56) 对比文件

CN 101913632 A, 2010.12.15,

CN 1920067 A, 2007.02.28,

CN 102502735 A, 2012.06.20,

CN 1923695 A, 2007.03.07,

范艳青等. 粉煤灰硫酸化焙烧提取氧化铝的
研究. 《铜业工程》. 2010, (第2期), 33-38页.

Lina Miao 等. Extraction of alumina
powders from the oil shale ash by
hydrometallurgical technology. 《Powder
Technology》. 2010, 第207卷 343-347页.

审查员 汤继彦

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种煤矸石中提取有价金属的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于包括以下步骤:A、粗碎及细磨:将煤矸石粗碎成颗粒后细磨成粒径小于1mm的细颗粒;B、活化:将步骤A中的细颗粒放入炉内活化0.5-1小时;C、酸熔:将步骤B中经过活化后的细颗粒放入容器中并加入硫酸溶液,在搅拌状态下加热至880-950℃,反应0.5-1小时,得到溶液和煤矸石酸解渣;D、固液分离:趁热将步骤C中的溶液采用滤饼过滤;E、萃取:把滤液加入到萃取液中,振荡0.3-1小时,静置分层;取下层液体加热至80-120℃,浓缩、冷却、结晶、破碎成颗粒;F、加热成型:对步骤E中的结晶颗粒加热,直到变成粉末,把所述粉末置于管式炉中密闭加热,即得有价金属固体氧化铝。

1. 一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于包括以下步骤:

A、粗碎及细磨:将煤矸石粗碎成颗粒后细磨成粒径小于 1mm 的细颗粒;

B、活化:将步骤 A 中的细颗粒放入 500-600℃的炉内活化 0.5-1 小时;

C、酸熔:将步骤 B 中经过活化后的细颗粒放入容器中并加入硫酸溶液,在搅拌状态下加热至 880-950℃,反应 0.5-1 小时,得到溶液和煤矸石酸解渣;将煤矸石酸解渣放入三口烧瓶中并加入烧碱溶液;在搅拌状态下加热升温至 80-100℃,在反应过程中,对蒸发水蒸汽冷凝回流;持续反应 1.5-2 小时,将反应后的浆料倒入大烧杯中,沉降后采用滤饼过滤,得到水玻璃溶液;将水玻璃溶液按比例用水稀释,置于三口烧瓶中,用水浴加热,升温至 70-90℃;通入 CO₂混合气体,搅拌,速度为 200 转/分,反应 0.5-1 小时;将反应后的浆料倒入大烧杯中,沉降后弃去上层清液,沉淀经真空抽滤;将滤饼放入烘箱中于 100-120℃干燥,粉碎,即得白炭黑;

D、固液分离:趁热将步骤 C 中的溶液采用滤饼过滤;

E、萃取:把步骤 D 的滤液加入到萃取液中,振荡 0.3-1 小时,静置分层;取下层液体加热至 80-120℃,浓缩、冷却、结晶、破碎成颗粒;

F、加热成型:对步骤 E 中的结晶颗粒加热,直到变成粉末,把所述粉末置于管式炉中密闭加热,即得有价金属固体氧化铝。

2. 根据权利要求 1 所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于步骤 A 中煤矸石粗碎成颗粒时的粒径小于 20mm。

3. 根据权利要求 1 所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于所述的 CO₂混合气体为 CO₂与空气的混合气体。

一种煤矸石中提取有价金属的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种煤矸石中提取有价金属的工艺。

背景技术

[0002] 煤矸石是我国目前排放和堆放量最大的固体废弃物,全国煤矸石总堆放量约 45 亿 t,造成极大的环境污染和资源浪费。合理利用煤矸石,不仅可以回收有用矿物、生产建筑材料以及一些常见的化学产品外,还可以提取 Al_2O_3 、 SiO_2 等高附加值产品。煤矸石中的矿物组成主要为高岭石,其中的 Al_2O_3 含量可达 20%~30%,是一种潜在的铝资源。天然赋存未经自燃的煤矸石,几乎不具有化学反应活性,很难直接加以提取利用。过去,人们采用煤矸石酸溶→ $AlCl_3$ 水解→碱溶去铁→碳化析出 $Al(OH)_3$ →洗涤→干燥→焙烧工艺提取 Al_2O_3 ,但是此方法工艺复杂,并且能耗高,不利于工业生产。

发明内容

[0003] 本发明的目的是为了克服现有技术中的不足之处,提供一种工艺简单,耗能低,适用于工业化生产的煤矸石中提取有价金属的工艺。

[0004] 为了达到上述目的,本发明采用以下方案:

[0005] 一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于包括以下步骤:

[0006] A、粗碎及细磨:将煤矸石粗碎成颗粒后细磨成粒径小于 1mm 的细颗粒;

[0007] B、活化:将步骤 A 中的细颗粒放入 500-600℃ 的炉内活化 0.5-1 小时;

[0008] C、酸溶:将步骤 B 中经过活化后的细颗粒放入容器中并加入硫酸溶液,在搅拌状态下加热至 880-950℃,反应 0.5-1 小时,得到溶液和煤矸石酸解渣;

[0009] D、固液分离:趁热将步骤 C 中的溶液采用滤饼过滤;

[0010] E、萃取:把步骤 D 的滤液加入到萃取液中,振荡 0.3-1 小时,静置分层;取下层液体加热至 80-120℃,浓缩、冷却、结晶、破碎成颗粒;

[0011] F、加热成型:对步骤 E 中的结晶颗粒加热,直到变成粉末,把所述粉末置于管式炉中密闭加热,即得有价金属固体氧化铝。

[0012] 如上所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于还包括以下步骤:

[0013] 将步骤 C 中的煤矸石酸解渣放入三口烧瓶中并加入烧碱溶液;在搅拌状态下加热升温至 80-100℃,在反应过程中,对蒸发水蒸汽冷凝回流;持续反应 1.5-2 小时,将反应后的浆料倒入大烧杯中,沉降后采用滤饼过滤,得到水玻璃溶液;将水玻璃溶液按比例用水稀释,置于三口烧瓶中,用水浴加热,升温至 70-90℃;通入 CO_2 混合气体,搅拌,速度为 200 转/分,反应 0.5-1 小时;将反应后的浆料倒入大烧杯中,沉降后弃去上层清液,沉淀经真空抽滤;将滤饼放入烘箱中于 100-120℃ 干燥,粉碎,即得白炭黑。

[0014] 如上所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于所述的酸溶液为硫酸。

[0015] 如上所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于步骤 A 中煤矸石粗碎

成颗粒时的粒径小于 20mm。

[0016] 如上所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于所述的水玻璃溶液与水的稀释比例为 3 : 1。

[0017] 如上所述的一种煤矸石中提取有价金属的工艺,其特征在于所述的 CO₂混合气体为 CO₂与空气的混合气体。

[0018] 综上所述,本发明相对于现有技术其有益效果是:

[0019] 本发明工艺简单,通过对煤矸石粗碎、细磨、活化、酸熔、固液分离、萃取、加热、加 NaOH 溶液、通 CO₂气体、搅拌、过滤、沉淀。即可得到氧化铝和白炭黑这两种有价金属。使煤矸石综合有效利用。本发明工艺耗能低,适用于工业化生产。

具体实施方式

[0020] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步描述:

[0021] 实施例 1

[0022] 采用煤矸石制备氧化铝:

[0023] A、粗碎及细磨:煤矸石经干燥后破碎成小于 20mm 的颗粒,再球磨成细度小于 5% 的粉体;

[0024] B、活化:取煤矸石粉适量平铺在已经加热到 500-600℃ 的炉内,煅烧 0.5-1 小时,取出自然冷却;

[0025] C、酸熔:将煅烧后的煤矸石置于三口烧瓶中,并加入计量好的酸溶液;在搅拌状态下加热升温至反应所需温度 880-950℃,在反应过程中,对蒸发水蒸气冷凝回流持续反应到规定时间:0.5-1 小时;

[0026] D、固液分离:将反应后的料浆趁热过滤,滤饼用清水洗涤 2-3 次,滤液稀释成规定浓度,测试滤液中铁离子和硫酸铝的含量;

[0027] E、萃取:把滤液加入到萃取液中,振荡至规定时间反应 0.5-1 小时;混合液移入粉液漏斗中,静置分层,上为有机相,下为水相。把水相移入烧杯中加热至规定温度 80-120℃,浓缩、冷却、结晶、破碎成颗粒小于 5mm;

[0028] F、加热成型:把结晶颗粒继续干热加热,直至液体变成粉末状;把粉末置于管式炉中密闭加热,即得有价金属固体氧化铝。

[0029] 实施例 2

[0030] 采用煤矸石制备氧化铝和白炭黑:

[0031] A、粗碎及细磨:煤矸石经干燥后破碎成小于 20mm 的颗粒,再球磨成细度小于 5% 的粉体;

[0032] B、活化:取煤矸石粉适量平铺在已经加热到 500-600℃ 的炉内,煅烧 0.5-1 小时,取出自然冷却;

[0033] C、酸熔:将煅烧后的煤矸石置于三口烧瓶中,并加入计量好的酸溶液;在搅拌状态下加热升温至反应所需温度 880-950℃,在反应过程中,对蒸发水蒸气冷凝回流持续反应到规定时间:0.5-1 小时;

[0034] D、固液分离:将反应后的料浆趁热过滤,滤饼用清水洗涤 2-3 次,滤液稀释成规定浓度,测试滤液中铁离子和硫酸铝的含量;

[0035] E、萃取：把滤液加入到萃取液中，振荡至规定时间反应 0.5-1 小时；混合液移入粉液漏斗中，静置分层，上为有机相，下为水相。把水相移入烧杯中加热至规定温度 80-120℃，浓缩、冷却、结晶、破碎成颗粒小于 5mm；

[0036] F、加热成型：把结晶颗粒继续干热加热，直至液体变成粉末状；把粉末置于管式炉中密闭加热，即得有价金属固体氧化铝；

[0037] G、将步骤 C 中的煤矸石酸解渣放入三口烧瓶中并加入烧碱溶液；

[0038] H、在搅拌状态下加热升温至 70-90℃，在反应过程中，对蒸发水蒸汽冷凝回流；持续反应 0.3-1 小时，将反应后的浆料倒入大烧杯中，沉降后采用滤饼过滤，得到水玻璃溶液；

[0039] I、将水玻璃溶液按 3 : 1 的比例用水稀释，置于三口烧瓶中，用水浴加热，升温至 70-90℃；通入 CO₂ 混合气体，搅拌，速度为 200 转 / 分，反应 0.5-1 小时；将反应后的浆料倒入大烧杯中，沉降后弃去上层清液，沉淀经真空抽滤；其中所述的所述的 CO₂ 混合气体为 CO₂ 与空气的混合气体；

[0040] J、将滤饼放入烘箱中于 100-120℃ 干燥，粉碎，即得白炭黑。