(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 119797372 A
(43)申请公布日 2025.04.11

(21)申请号 202411931295.4

(22)申请日 2024.12.26

(71)申请人 江西赣锋锂业集团股份有限公司
地址 338000 江西省新余市经济开发区龙腾路

(72)发明人 李良彬 叶明 黄金彬 黎盼盼 郭玉琴 廖莹 王厚英 朱亮亮 李玲玲 王欣荣 彭琴 宋强

(74)专利代理机构 南昌华策专利代理事务所(普通合伙) 36151
专利代理师 陈志辉

(51)Int.Cl.
C01B 33/12(2006.01)
C01B 33/18(2006.01)

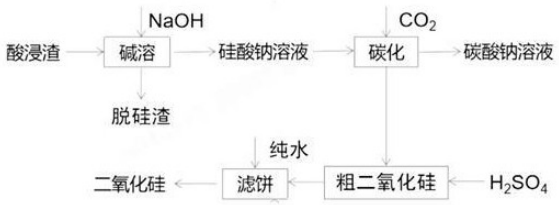
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法

(57)摘要

本发明提供一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,包括以下步骤:(1)将酸浸渣与可溶性碱溶液溶解反应得到硅酸钠溶液;(2)向硅酸钠溶液中通入CO_2气体,进行二次碳化分离获得粗SiO_2沉淀;(3)将粗SiO_2沉淀经过H_2SO_4酸洗、水洗、固液分离后,将分离出的固相经干燥、焙烧得到高纯二氧化硅。本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,工艺流程简单、原料价格低廉、合成成本低、合成过程在工业上简单易行,能耗较低。



CN 119797372 A

1.一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1)将红土镍矿酸浸渣与可溶性碱溶液反应得到硅酸钠溶液;

(2)向硅酸钠溶液中通入CO_2气体,进行碳化分离获得粗SiO_2沉淀;

(3)将粗SiO_2沉淀经过H_2SO_4酸洗、水洗、固液分离后,将分离出的固相经干燥、焙烧得到高纯二氧化硅。

2.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:在步骤(1)中,所述红土镍矿酸浸渣包括硅离子、铝离子、镁离子和铁离子;所述硅离子的质量百分比为62%~73%,所述铝离子的质量百分比为2%~4%,所述镁离子的质量百分比为8%~16%,所述铁离子的质量百分比为2%~8%;

优选的,所述硅离子的质量百分比为64%~71%,所述铝离子的质量百分比为2.3%~3.5%, 所述镁离子的质量百分比为10%~14%,所述铁离子的质量百分比为3%~7%。

3.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(1)中所述可溶性碱溶液包括氢氧化钠、氢氧化钾中的至少一种,所述可溶性碱溶液的质量百分比为5%~30%,

优选的,所述可溶性碱溶液的质量百分比为10~ 25%。

4.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(1)中溶解反应温度为60~90℃,所述氢氧化钠溶液的浓度为5~30%;

优选的,所述步骤(1)中溶解反应温度为65~85℃。

5.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(2)中碳化温度为60~90℃,碳化时间为1~3h。

6.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(2)中碳化分二次,第一次碳化pH为10.8~13.5,第二次碳化pH为8.5~9.5。

7.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(3)中H_2SO_4为0.1~0.3 mol/L。

8.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(3)中干燥温度为100~110℃。

9.根据权利要求1所述的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,其特征在于:所述步骤(3)中焙烧温度为300~500℃,时间为1~3h。

一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及回收利用技术领域,尤其涉及一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法。

背景技术

[0002] 酸浸渣是红土镍矿经常压酸浸提镍之后剩余的尾渣,主要组成为SiO_2等。进入21世纪,随着不锈钢,特钢,动力电池等领域的发展,镍的需求量大幅提升。特别是在新能源领域,由于镍能提高电池的能量密度,动力电池高镍化已成为行业趋势。为满足世界镍资源的需求,红土镍矿的开采将会逐年增加。酸法处理红土镍矿提取镍元素后,大量酸浸渣被排出,如果这些酸浸渣得不到充分利用,又会形成新的废弃物。因此,加强酸浸渣利用将是世界各国面临的共同课题。红土镍矿酸浸渣的主要成分为SiO_2、该成分占65%以上,在硅资源利用方面具有极高的资源化价值。目前大量红土镍矿渣以露天堆存为主,不仅占用宝贵土地,而且还会对周围环境和地下水造成污染,因此,探索高效的提取工艺,开发新的硅产品具有很大的战略意义。

发明内容

[0003] 针对以上技术问题,本发明提出的一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法。

[0004] 为了实现上述目的,本发明采用了如下技术方案:

本发明提供一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,包括如下步骤:

(1)将红土镍矿酸浸渣与可溶性碱溶液反应得到硅酸钠溶液;

(2)向硅酸钠溶液中通入CO_2气体,进行碳化分离获得粗SiO_2沉淀;

(3)将粗SiO_2沉淀经过H_2SO_4酸洗、水洗、固液分离后,将分离出的固相经干燥、焙烧得到高纯二氧化硅。

[0005] 进一步的,在步骤(1)中,所述红土镍矿酸浸渣包括硅离子、铝离子、镁离子和铁离子;所述硅离子的质量百分比为62%~73%,所述铝离子的质量百分比为2%~4%,所述镁离子的质量百分比为8%~16%,所述铁离子的质量百分比为2%~8%;

优选的,所述硅离子的质量百分比为64%~71%,所述铝离子的质量百分比为2.3%~3.5%, 所述镁离子的质量百分比为10%~14%,所述铁离子的质量百分比为3%~7%。

[0006] 进一步的,所述步骤(1)中所述可溶性碱溶液包括氢氧化钠、氢氧化钾中的至少一种,所述可溶性碱溶液的质量百分比为5%~30%,

优选的,所述可溶性碱溶液的质量百分比为10~ 25%。

[0007] 进一步的,所述步骤(1)中溶解反应温度为60~90℃,所述氢氧化钠溶的浓度为5~30%;

优选的,所述步骤(1)中溶解反应温度为65~85℃。

[0008] 进一步的,所述步骤(2)中碳化温度为60~90℃,碳化时间为1~3h。

[0009] 进一步的,所述步骤(2)中碳化分二次,第一次碳化pH为10.8～13.5,第二次碳化pH为8.5～9.5。

[0010] 进一步的,所述步骤(3)中H_2SO_4为0.1～0.3 mol/L。

[0011] 进一步的,所述步骤(3)中干燥温度为100～110℃。

[0012] 进一步的,所述步骤(3)中焙烧温度为300～500℃,时间为1～3h。

[0013] 本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,工艺流程简单、原料价格低廉、合成成本低、合成过程在工业上简单易行,能耗较低。通过本发明方法合成的二氧化硅材料具有较高纯度,是制造玻璃、石英玻璃、水玻璃、光导纤维、电子工业的重要部件、光学仪器、工艺品和耐火材料的原料。

[0014] 本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,第一,以红土镍矿酸浸渣为原料回收硅,为红土镍矿酸浸渣的处理提供了一种新思路。第二,以红土镍矿酸浸渣为原料,高效利用了酸浸渣中二氧化硅,避免了尾渣二次污染,实现了资源的合理利用。第三,采用NaOH溶液提取酸浸渣中的硅,反应条件温和,能耗少,处理成低。第四,采用CO_2气体碳化硅酸钠溶液生产二氧化硅,操作简单,有效的排出了杂质元素。

附图说明

[0015] 图1为本发明红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0016] 请参阅图1,本发明提供一种红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,包括如下步骤:

(1)将红土镍矿酸浸渣与可溶性碱溶液反应得到硅酸钠溶液;

(2)向硅酸钠溶液中通入CO_2气体,进行碳化分离获得粗SiO_2沉淀;

(3)将粗SiO_2沉淀经过H_2SO_4酸洗、水洗、固液分离后,将分离出的固相经干燥、焙烧得到高纯二氧化硅。

[0017] 进一步的,步骤(1)中所述硅离子的质量百分比优选为62%～73%,进一步优选为64%～71%,更优选为66%～70%;所述铝离子的的质量百分比优选为2%～4%, 进一步优选为2.3%～ 3.5%, 更优选为2.5%～3.3%; 所述镁离子的浓度优选为8%～16%, 进一步优选为10%～14%,更优选为11%～13%; 所述铁离子的浓度优选为2%～8%, 进一步优选为3%～7%,更优选为4%～6%。

[0018] 在本发明中,使用可溶性碱液溶解红土镍矿酸浸渣,所述碱液的质量分数优选为5％～30％,进一步优选为10～ 25％,更优选为15～20％;所述碱液优选包含氢氧化钠溶液、氢氧化钾溶液中的一种或几种。

[0019] 在本发明中,步骤(1)所述中溶解反应温度优选为60～90℃,进一步优选为65～85℃,更优选为70～80℃。

[0020]

实验参数	渣中硅的质量分数/%	碱液的质量分数/%	溶解温度/℃	碱溶硅收率/%
1	62	5	60	58.12%
2	64	10	65	72.33%
3	66	15	80	92.18%

在本发明中,步骤(2)所述中碳化反应温度优选为60～90℃,进一步优选为65～85℃,更优选为70～80℃;碳化时间优选为为1～3h,进一步优选为1.5～2.8h,更优选为1.8～2.5h。

[0021] 在本发明中,步骤(2)所述中第一次碳化pH优选为10.8～13.5,进一步优选为12.0～13.0,更优选为12.3～12.8;第二次碳化pH优选为8.5～9.5,进一步优选为8.7～9.4,更优选为8.8～9.3。

[0022]

实验参数	碳化温度/℃	碳化时间/h	第一次碳化pH	第二次碳化pH	粗二氧化硅纯度/%
1	60	1.0	13.5	9.5	84.86%
2	65	1.5	13.0	9.4	88.93%
3	80	2.0	12.5	8.8	92.18%

在本发明中,步骤(3)所述中H_2SO_4优选为0.1～0.3 mol/L,进一步优选为0.13～0.28 mol/L,更优选为0.15～0.26 mol/L。

[0023] 在本发明中,步骤(3)所述中干燥温度优选为100～110℃,进一步优选为102～108℃,更优选为103～107℃。

[0024] 在本发明中,步骤(3)所述中焙烧温度优选为300～500℃,进一步优选为350～450℃,更优选为380～420℃;焙烧时间优选为1～3h,进一步优选为1.5～2.5h,更优选为1.8～2.3h。

[0025]

实验参数	H_2SO_4浓度/mol/L	干燥温度/℃	焙烧温度/℃	焙烧时间/h	二氧化硅纯度/%
1	0.1	100	300	1.0	92.88%
2	0.15	103	350	1.5	93.42%
3	0.2	105	400	2.0	95.56%

本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法的反应原理分析如下:

A:$SiO_2+2OH^- \rightarrow SiO_3^{2-}+H_2O$

B:$SiO_3^{2-}+CO_2 \rightarrow CO_3^{2-}+SiO_2$

实施例

[0026] 取一定量的酸浸渣与15%的氢氧化钠溶液按照固液比1:2混合,在80℃下溶解反应1h得到硅酸钠溶液;在温度为80℃下,向硅酸钠溶液中边搅拌边通入CO_2气体,CO_2通气速度为20mL/min,调节第一次碳化分离时的pH为13,去除溶液中的杂质元素,第一次碳化分离完成后,调节第二次碳化分离时的pH为9.0,搅拌反应1h则可获得粗SiO_2沉淀;将粗SiO_2沉淀与0.15mol/L稀硫酸溶液按照固液比1:3混合溶解反应0.5h,反应结束,趁热过滤,再用纯水淋洗直至pH接近中性,得到滤饼,将其在100℃下干燥1h,再在350℃下焙烧1h,冷却后得到纯度为93.42%的二氧化硅。

实施例

[0027] 取一定量的酸浸渣与15%的氢氧化钠溶液按照固液比1:3混合,在80℃下溶解反应2h得到硅酸钠溶液;在温度为80℃下,向硅酸钠溶液中边搅拌边通入CO_2气体,CO_2通气速度为20mL/min,调节第一次碳化分离时的pH为12.6,去除溶液中的杂质元素,第一次碳化分离完成后,调节第二次碳化分离时的pH为9.0,搅拌反应1h则可获得粗SiO_2沉淀;将粗SiO_2沉淀

与0.2mol/L稀硫酸溶液按照固液比1:3混合溶解反应0.5h,反应结束,趁热过滤,再用纯水淋洗直至pH接近中性,得到滤饼,将其在105℃下干燥1h,再在400℃下焙烧2h,冷却后得到纯度为95.56%的二氧化硅。

实施例

[0028] 取一定量的酸浸渣与15%的氢氧化钠溶液按照固液比1:3混合,在80℃下溶解反应2h得到硅酸钠溶液;在温度为80℃下,向硅酸钠溶液中边搅拌边通入CO_2气体,CO_2通气速度为20mL/min,调节第一次碳化分离时的pH为12.3,去除溶液中的杂质元素,第一次碳化分离完成后,调节第二次碳化分离时的pH为8.8,搅拌反应1h则可获得粗SiO_2沉淀;将粗SiO_2沉淀与0.25mol/L稀硫酸溶液按照固液比1:3混合溶解反应1h,反应结束,趁热过滤,再用纯水淋洗直至pH接近中性,得到滤饼,将其在105℃下干燥2h,再在400℃下焙烧2h,冷却后得到纯度为94.37%的二氧化硅。

[0029] 本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,工艺流程简单、原料价格低廉、合成成本低、合成过程在工业上简单易行,能耗较低。通过本发明方法合成的二氧化硅材料具有较高纯度,是制造玻璃、石英玻璃、水玻璃、光导纤维、电子工业的重要部件、光学仪器、工艺品和耐火材料的原料。

[0030] 本发明的红土镍矿酸浸渣制备高纯二氧化硅的方法,第一,以红土镍矿酸浸渣为原料回收硅,为红土镍矿酸浸渣的处理提供了一种新思路。第二,以红土镍矿酸浸渣为原料,高效利用了酸浸渣中二氧化硅,避免了尾渣二次污染,实现了资源的合理利用。第三,采用NaOH溶液提取酸浸渣中的硅,反应条件温和,能耗少,处理成低。第四,采用CO_2气体碳化硅酸钠溶液生产二氧化硅,操作简单,有效的排出了杂质元素。

[0031] 最后应说明的是:以上仅为本发明的优选实施例而已,并不限于本发明,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,所做的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

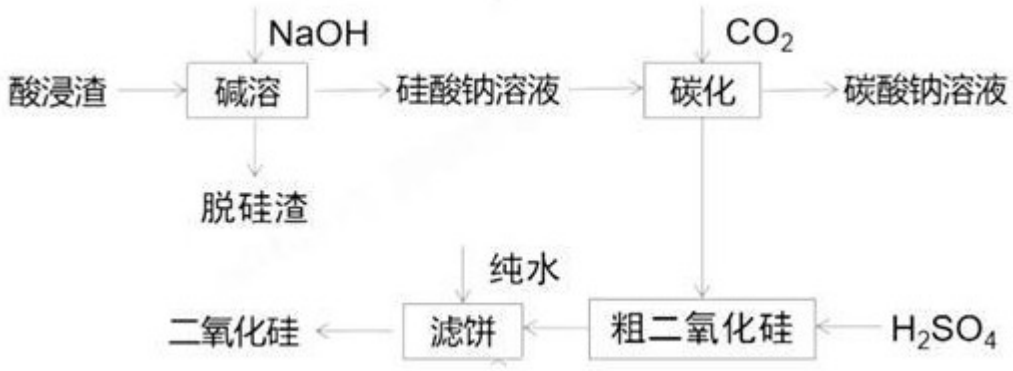


图 1