



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108996527 B

(45)授权公告日 2020.01.10

(21)申请号 201811178725.4

审查员 周荃

(22)申请日 2018.10.10

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108996527 A

(43)申请公布日 2018.12.14

(73)专利权人 中国科学院青海盐湖研究所

地址 810008 青海省西宁市新宁路18号

(72)发明人 王敏 赵有璟 李燕 王怀有

杨红军

(74)专利代理机构 深圳市铭粤知识产权代理有

限公司 44304

代理人 孙伟峰 吕颖

(51)Int.Cl.

C01D 15/00(2006.01)

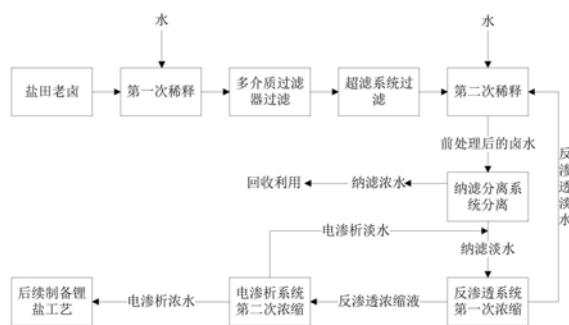
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

用于分离与富集锂的方法

(57)摘要

本发明涉及溶液分离与纯化技术领域,尤其是一种用于分离与富集锂的方法。该方法包括以下步骤:前处理:对盐田老卤进行稀释和过滤,得到前处理后的卤水;分离:将前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水;第一次浓缩:将纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水;第二次浓缩:将反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析浓水和电渗析淡水,电渗析浓水为富集有锂离子的溶液。本发明利用不同膜分离技术的优势,将几种不同的膜分离技术进行耦合,可实现提高镁锂分离效率、提高富集锂的效率的目的,且所富集的锂离子可达到制备高纯锂盐所需锂离子的浓度。



1. 一种用于分离与富集锂的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

前处理:对盐田老卤进行稀释和过滤,得到前处理后的卤水;其中,将所述盐田老卤进行第一次稀释后,依次送入多介质过滤器过滤、送入超滤系统过滤,再进行第二次稀释,得到所述前处理后的卤水;所述盐田老卤中锂离子的浓度为 $0.2\text{g/L}\sim 5.0\text{g/L}$ ,镁离子与锂离子的质量比为 $6\sim 180:1$ ;所述盐田老卤第一次稀释的倍数为 $0.5\sim 4.5$ 倍,经所述超滤系统过滤后进行第二次稀释的倍数为 $3.5\sim 20$ 倍;

分离:将所述前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水;

第一次浓缩:将所述纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水;所述反渗透系统由三段反渗透单元串联组成,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为 $38\sim 46:25\sim 35:20\sim 28$ ;所述纳滤淡水依次经过各段所述反渗透单元进行第一次浓缩,得到所述反渗透浓缩液和所述反渗透淡水;所述第一次浓缩的步骤中的操作压力为 $3.5\text{MPa}\sim 7.0\text{MPa}$ ,得到的所述反渗透浓缩液中锂离子浓度为 $3.0\text{g/L}\sim 5.0\text{g/L}$ ,所述反渗透浓缩液中镁离子与锂离子的质量比为 $0.07\sim 0.2:1$ ;

第二次浓缩:将所述反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析浓水和电渗析淡水,所述电渗析浓水为富集有锂离子的溶液。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述反渗透淡水循环回到所述前处理的步骤中、用于所述盐田老卤的稀释。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述分离的步骤中,所述纳滤分离系统采用一价离子选择性纳滤膜,所述纳滤分离系统包括至少两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由多段纳滤分离单元串联组成;所述前处理后的卤水先经过一级纳滤分离装置的多段所述纳滤分离单元进行镁锂分离,再经过下一级纳滤分离装置的多段所述纳滤分离单元进行镁锂分离,经过多级纳滤分离后,得到所述纳滤淡水和所述纳滤浓水,其中所述纳滤浓水通过能量回收装置回收利用。

4. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,所述纳滤分离系统包括两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由三段纳滤分离单元串联组成,在任一级所述纳滤分离装置中,三段所述纳滤分离单元的纳滤膜的数量比为 $35\sim 85:43\sim 70:25\sim 55$ ;所述纳滤分离系统的操作压力为 $1.0\text{MPa}\sim 5.0\text{MPa}$ ,所述纳滤淡水中锂离子的浓度为 $0.2\text{g/L}\sim 2.0\text{g/L}$ ,所述纳滤淡水中镁离子与锂离子的质量比为 $0.02\sim 0.5:1$ 。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述电渗析的步骤中,所述电渗析系统采用的离子选择膜为均相膜、半均相膜或非均相膜中的一种;所述电渗析淡水循环回到所述第一次浓缩的步骤中,用于对锂离子进行浓缩;所述电渗析浓水中锂离子的浓度为 $8\text{g/L}\sim 21\text{g/L}$ ,所述电渗析浓水中镁离子与锂离子的质量比为 $0.05\sim 1.0:1$ 。

6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,在所述电渗析的步骤中,所述电渗析系统采用的离子选择膜为均相膜,且阳离子选择膜为CMX均相膜,阴离子选择膜采用AMX均相膜;所述电渗析浓水中锂离子的浓度为 $14\text{g/L}\sim 21\text{g/L}$ ,所述电渗析浓水中镁离子与锂离子的质量比为 $0.07\sim 0.2:1$ 。

## 用于分离与富集锂的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于溶液分离与纯化技术领域,尤其涉及一种用于分离与富集锂的方法。

### 背景技术

[0002] 锂是一种非常重要的战略资源,作为最轻的金属元素,锂在自然界中有固体矿和液体矿两种存在形式。我国锂资源储量丰富,已探明的锂资源工业储量位居世界第二,其中卤水锂79%,仅青藏高原地区盐湖卤水锂的远景储量就与世界其他国家目前已探明的总储量相当。据估算,青海盐湖锂资源储量(以锂计)150万吨,居全国首位,故盐湖卤水提锂技术成为我国争夺能源战略高地的重中之重,是国家的重大战略需求。但就我国盐湖卤水的组成特点来看,从盐湖卤水中提取锂的难度很大。这主要是由于盐湖卤水的一个显著特点是高镁低锂(即镁离子的含量远高于锂离子的含量),大多数盐湖卤水中镁/锂质量比高于40,例如察尔汗盐湖镁/锂质量比高达1800,大柴旦盐湖为114,青海盐湖卤水的镁锂比也非常高。由于镁、锂的化学性质相近,大量镁的存在导致分离、提取锂的难度增大,因此实有必要开发盐湖卤水镁、锂等重要资源分离、提取的新方法。

[0003] 现有的镁锂分离方法主要包括:沉淀法、吸附法、萃取法等。在分离过程中,上述方法均具有一定程度的限制性。比如:沉淀法适用于镁锂比较低的卤水,当镁锂比较高时存在沉淀剂消耗过大,成本较高的问题;吸附法存在吸附剂的吸附量低,成本高的问题;萃取法对萃取剂的要求比较高,在萃取过程中容易产生环境污染及设备腐蚀等问题。除此之外,虽然上述方法能够在降低卤水镁锂比的过程中一定程度上实现锂的富集,但是最终获得的富锂卤水中锂离子含量尚未达到制备高纯锂盐的浓度、还需要进一步的富集浓缩。

[0004] 除上述分离方法之外,还有一些利用膜分离技术进行盐湖卤水中镁锂分离的相关研究。例如,申请号为03108088.X的中国发明专利介绍了一种利用纳滤法从盐湖卤水中分离镁和富集锂的方法。虽然该方法在一定程度上降低了盐湖卤水的镁锂比,实现了卤水锂的富集,但是最终获得的富锂卤水中锂离子含量还未达到制备高纯度锂盐所需的锂浓度,需继续进行锂的富集浓缩且分离过程中锂离子收率低。因此,实有必要对现有的镁锂分离技术进行优化,以解决锂离子的富集效率与工艺成本等问题。

### 发明内容

[0005] 为克服现有技术的不足,本发明人进行了潜心研究,在付出了大量创造性劳动和经过深入实验探索后,从而完成了本发明。

[0006] 本发明提供一种用于分离与富集锂的方法,所述方法包括以下步骤:

[0007] 前处理:对盐田老卤进行稀释和过滤,得到前处理后的卤水;

[0008] 分离:将所述前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水;

[0009] 第一次浓缩:将所述纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水;

[0010] 第二次浓缩:将所述反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析

浓水和电渗析淡水,所述电渗析浓水为富集有锂离子的溶液。

[0011] 进一步地,所述反渗透系统由多段反渗透单元串联组成,所述纳滤淡水依次经过各段所述反渗透单元进行第一次浓缩,得到所述反渗透浓缩液和所述反渗透淡水,所述反渗透淡水循环回到所述前处理的步骤中、用于所述盐田老卤的稀释。

[0012] 进一步地,所述反渗透系统由三段反渗透单元串联组成,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为22~62:15~45:5~43;所述第一次浓缩的步骤中的操作压力为2.0MPa~10.0MPa,得到的所述反渗透浓缩液中锂离子浓度为2.0g/L~10g/L,所述反渗透浓缩液中镁离子与锂离子的质量比为0.05~3.0:1。

[0013] 优选地,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为38~46:25~35:20~28;所述第一次浓缩的步骤中的操作压力为3.5MPa~7.0MPa,得到的所述反渗透浓缩液中锂离子浓度为3.0g/L~5.0g/L,所述反渗透浓缩液中镁离子与锂离子的质量比为0.07~0.2:1。

[0014] 进一步地,所述前处理的步骤是:将所述盐田老卤进行第一次稀释后,依次送入多介质过滤器过滤、送入超滤系统过滤,再进行第二次稀释,得到所述前处理后的卤水。

[0015] 进一步地,在所述前处理步骤中,所述盐田老卤中锂离子的浓度为0.2g/L~5.0g/L,镁离子与锂离子的质量比为6~180:1;所述盐田老卤第一次稀释的倍数为0.5~4.5倍,经所述超滤系统过滤后进行第二次稀释的倍数为3.5~20倍。

[0016] 优选地,在所述前处理步骤中,所述盐田老卤中锂离子的浓度为2.5g/L~4.0g/L,镁离子与锂离子的质量比为6~55:1;所述盐田老卤第一次稀释的倍数为2.5倍,经所述超滤系统过滤后进行第二次稀释的倍数为7.5倍。

[0017] 进一步地,在所述分离的步骤中,所述纳滤分离系统采用一价离子选择性纳滤膜,所述纳滤分离系统包括至少两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由多段纳滤分离单元串联组成;所述前处理后的卤水先经过一级纳滤分离装置的多段所述纳滤分离单元进行镁锂分离,再经过下一级纳滤分离装置的多段所述纳滤分离单元进行镁锂分离,经过多级纳滤分离后,得到所述纳滤淡水和所述纳滤浓水,其中所述纳滤浓水通过能量回收装置回收利用。

[0018] 进一步地,所述纳滤分离系统包括两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由三段纳滤分离单元串联组成,在任一级所述纳滤分离装置中,三段所述纳滤分离单元的纳滤膜的数量比为35~85:43~70:25~55;所述纳滤分离系统的操作压力为1.0MPa~5.0MPa,所述纳滤淡水中锂离子的浓度为0.2g/L~2.0g/L,所述纳滤淡水中镁离子与锂离子的质量比为0.02~0.5:1。

[0019] 优选地,在任一级所述纳滤分离装置中,三段所述纳滤分离单元的纳滤膜的数量比为55~65:52~68:35~45;所述纳滤分离系统的操作压力为3.6MPa~4.5MPa,所述纳滤淡水中锂离子的浓度为0.5g/L~1.2g/L,所述纳滤淡水中镁离子与锂离子的质量比为0.05~0.2:1。

[0020] 进一步地,在所述电渗析的步骤中,所述电渗析系统采用的离子选择膜为均相膜、半均相膜或非均相膜中的一种;所述电渗析淡水循环回到所述第一次浓缩的步骤中,用于对锂离子进行浓缩;所述电渗析浓水中锂离子的浓度为8g/L~21g/L,所述电渗析浓水中镁离子与锂离子的质量比为0.05~1.0:1。

[0021] 优选地,在所述电渗析的步骤中,所述电渗析系统采用的离子选择膜为均相膜,且

阳离子选择膜为CMX均相膜,阴离子选择膜采用AMX均相膜;所述电渗析浓水中锂离子的浓度为14g/L~21g/L,所述电渗析浓水中镁离子与锂离子的质量比为0.07~0.2:1。

[0022] 本发明的有益效果如下:

[0023] 首先,本发明利用不同膜分离技术的优势,将几种不同的膜分离技术进行耦合,使盐田老卤依次经过超滤系统、纳滤系统、反渗透系统和电渗析系统的处理,实现镁锂分离以及锂的富集。具体是:通过超滤系统滤去全部机械杂质;通过纳滤系统实现镁离子与锂离子的充分分离、提高锂离子的浓度,经过纳滤后,纳滤淡水中镁离子与锂离子的质量比已经从最初盐田老卤中的6~180:1大幅降低至0.02~0.5:1,可见本发明的分离步骤高效地实现了镁锂分离;再通过反渗透系统对锂离子进行浓缩,以降低整个方法工艺的能耗、提高整个工艺和系统的合理性,最后再通过电渗析系统进一步浓缩含锂浓缩液,使锂离子含量由最初盐田老卤的0.2g/L~5.0g/L大幅提升至8g/L~21g/L,真正实现锂离子的富集,不仅提高了富集效率,而且保证富集后锂离子的浓度可达到制备高纯度锂盐的要求。综上,经过本专利发明人的系统研究,提出了上述膜分离系统的耦合顺序,能够保证充分利用不同系统的工艺特点,实现盐湖卤水的镁锂分离以及锂的高效浓缩富集,达到制备高纯锂盐所需锂离子的浓度。

[0024] 其次,本发明的方法在第一次浓缩步骤中,采用了由多段反渗透单元串联组成的反渗透系统,通过多段反渗透操作,有效地在反渗过程中提高锂离子浓度。尤其是本发明还对多段反渗透单元中各段反渗透膜的数量配比进行了研究与限定,以更加充分地降低反渗透碳水中锂离子的透过率。

[0025] 再次,本发明在分离步骤中,采用多段、多级的纳滤分离方式,同时还采用了高效、可在超高压条件下工作的纳滤膜。将前处理后的卤水送入纳滤分离系统的高压侧,利用纳滤膜两侧的压差以及纳滤膜对一价、二价离子选择性的差异可实现卤水中镁锂较为充分的分离,由此可有效降低卤水中镁离子和锂离子的质量比,并有助于提高纳滤淡水中锂离子的浓度。不仅如此,通过多级设置的纳滤分离装置,可对前处理后的卤水进行多级纳滤,通过多级纳滤后,使得盐田老卤的镁锂比得到大幅下降,实现高效的镁锂分离。

[0026] 最后,本发明对纳滤过程产生的纳滤浓水和反渗过程产生的反渗淡水进行回收和循环利用,可有效降低整个方法的能耗、减少废水的排放和节省工艺成本。

## 附图说明

[0027] 图1是实施例一用于分离与富集锂的方法的流程图。

## 具体实施方式

[0028] 本发明实施例中的盐田老卤来自青海地区硫酸盐型盐湖,该盐田老卤中锂离子的浓度为2.5g/L,镁离子的浓度为125g/L,镁离子与锂离子的质量比为50:1。

[0029] 实施例一

[0030] 本实施例提供一种用于分离与富集锂的方法,结合图1所示为本实施例的流程,本实施例的方法包括以下步骤:

[0031] 前处理:将上述盐田老卤进行第一次稀释,稀释倍数为2.5倍,将第一次稀释后的盐田老卤先送入多介质过滤器过滤除去部分泥沙等机械杂质,再送入有机超滤系统过滤进

行完全除杂,然后进行第二次稀释,第二次稀释的稀释倍数为7.5倍,得到前处理后的卤水。

[0032] 分离:将前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中纳滤淡水中锂离子的浓度为1.1g/L,镁离子的浓度降低至0.13g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.118:1。具体是:

[0033] 该纳滤分离系统采用一价离子选择性纳滤膜,纳滤分离系统包括两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由三段纳滤分离单元串联组成。前处理后的卤水先经过第一级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行镁锂分离,再经过第二级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行进一步地镁锂分离,经过两级纳滤分离操作后,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中的纳滤浓水通过能量回收装置回收利用,以减少废水的排放。在本实施例的纳滤分离装置中,三段纳滤分离单元的纳滤膜的数量比依次为55~65:52~68:35~45,纳滤分离系统的操作压力为3.6MPa~4.5MPa,采用上述各段纳滤膜的数量配比,能够更有效地实现镁锂分离,同时由于本实施例的纳滤分离可在大于3.6MPa的超高压条件下进行分离,故有助于进一步提高镁锂分离效果、提高纳滤淡水中锂离子含量。

[0034] 第一次浓缩:将纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中反渗透浓缩液中锂离子的浓度为5.0g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.11:1。具体是:

[0035] 该反渗透系统由三段反渗透单元串联组成,每段反渗透单元分别含有不同数量的反渗透膜,纳滤淡水依次经过各段反渗透单元进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中的反渗透淡水循环回到前处理的步骤中、用于盐田老卤的稀释,以提高反渗透淡水的利用率。在本实施例的反渗透系统中,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为38~46:25~35:20~28,第一次浓缩的操作压力为7.0MPa。通过采用多段、不同反渗透膜数量配比的方式,能够充分降低反渗透淡水中锂的透过率,有助于反渗透浓缩液中锂的富集。

[0036] 第二次浓缩:采用均相膜作为电渗析系统的离子选择膜,将反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析浓水和电渗析淡水,其中电渗析浓水中锂离子的浓度为21g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.115:1,由此,经过二次浓缩后,使本实施例富集的锂离子浓度已达到制备高纯锂盐所需的锂离子浓度,可用于后续制备锂盐工艺步骤。另外,电渗析淡水则循环回到第一次浓缩的步骤中,用于对锂离子进行浓缩,具体是电渗析淡水与从分离步骤中得到的纳滤淡水进行共混,通过第一次浓缩的反渗透系统实现对残余锂的回收和对电渗析淡水的再利用。

[0037] 本实施例中采用的盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成如下表1所示:

[0038] 表1实施例一中盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成

[0039]

阶段	离子浓度 (g/L)		镁离子与锂离子的质量比
	Mg <sup>2+</sup>	Li <sup>+</sup>	
盐田老卤	125	2.5	50
纳滤淡水	0.13	1.1	0.118
反渗透浓缩液	0.55	5.0	0.11
电渗析浓水	2.40	21	0.115

[0040] 本实施例的方法实现了硫酸盐型盐湖卤水的镁锂分离及锂的高效富集,最终得到的电渗析浓水(也即第二次浓缩液)由于其中具有较高的锂离子浓度,因此可直接用于制备高纯锂盐。在整个镁锂分离过程中锂离子的收率大于87%,整个锂离子浓缩过程中锂离子的收率大于95%,可见本实施例的方法可有效提高整个过程中锂离子的利用率。

[0041] 实施例二

[0042] 本实施例提供一种用于分离与富集锂的方法,包括以下步骤:

[0043] 前处理:将上述盐田老卤进行第一次稀释,稀释倍数为2.5倍,将第一次稀释后的盐田老卤先送入多介质过滤器过滤除去部分泥沙等机械杂质,再送入有机超滤系统过滤进行完全除杂,然后进行第二次稀释,第二次稀释的稀释倍数为7.5倍,得到前处理后的卤水。

[0044] 分离:将前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中纳滤淡水中锂离子的浓度为0.27g/L,镁离子的浓度降低至0.11g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.42:1。具体是:

[0045] 该纳滤分离系统采用一价离子选择性纳滤膜,纳滤分离系统包括两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由三段纳滤分离单元串联组成。前处理后的卤水先经过第一级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行镁锂分离,再经过第二级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行进一步地镁锂分离,经过两级纳滤分离操作后,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中的纳滤浓水通过能量回收装置回收利用,以减少废水的排放。在本实施例的纳滤分离装置中,三段纳滤分离单元的纳滤膜的数量比依次为55~65:52~68:35~45,纳滤分离系统的操作压力为4.5MPa,采用上述各段纳滤膜的数量配比,能够更有效地实现镁锂分离,同时由于本实施例的纳滤分离可在4.5MPa的超高压条件下进行分离,故有助于进一步提高镁锂分离效果、提高纳滤淡水中锂离子含量。

[0046] 第一次浓缩:将纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中反渗透浓缩液中锂离子的浓度为2.8g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.40:1。具体是:

[0047] 该反渗透系统由三段反渗透单元串联组成,每段反渗透单元分别含有不同数量的反渗透膜,纳滤淡水依次经过各段反渗透单元进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中的反渗透淡水循环回到前处理的步骤中、用于盐田老卤的稀释,以提高反渗透淡水的利用率。在本实施例的反渗透系统中,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为22~34:15~22:32~43,第一次浓缩的操作压力为7.0MPa。通过采用多段、不同反渗透膜数量配比的方式,能够充分降低反渗透淡水中锂的透过率,有助于反渗透浓缩液中锂的富集。

[0048] 第二次浓缩:采用均相膜作为电渗析系统的离子选择膜,将反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析浓水和电渗析淡水,其中电渗析浓水中锂离子的浓度为12g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.38:1,由此,经过二次浓缩后,使本实施例富集的锂离子浓度已达到制备高纯锂盐所需的锂离子浓度。另外,电渗析淡水则循环回到第一次浓缩的步骤中,用于对锂离子进行浓缩,具体是电渗析淡水与从分离步骤中得到的纳滤淡水进行共混,通过第一次浓缩的反渗透系统实现对残余锂的回收和对电渗析淡水的再利用。

[0049] 本实施例中采用的盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成如下表2所示:

[0050] 表2实施例中盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成

[0051]

阶段	离子浓度 (g/L)		镁离子与锂离子的质量比
	Mg <sup>2+</sup>	Li <sup>+</sup>	
盐田老卤	125	2.5	50
纳滤淡水	0.11	0.27	0.42
反渗透浓缩液	1.12	2.8	0.40
电渗析浓水	4.56	12	0.38

[0052] 本实施例的方法实现了硫酸盐型盐湖卤水的镁锂分离及锂的高效富集,最终得到的电渗析浓水(也即第二次浓缩液)由于其中具有较高的锂离子浓度,因此可直接用于制备高纯锂盐。在整个镁锂分离过程中锂离子的收率大于75%,整个锂离子浓缩过程中锂离子的收率大于80%,可见本实施例的方法可有效提高整个过程中锂离子的利用率。

[0053] 实施例三

[0054] 本实施例提供一种用于分离与富集锂的方法,包括以下步骤:

[0055] 前处理:将上述盐田老卤进行第一次稀释,稀释倍数为2.5倍,将第一次稀释后的盐田老卤先送入多介质过滤器过滤除去部分泥沙等机械杂质,再送入有机超滤系统过滤进行完全除杂,然后进行第二次稀释,第二次稀释的稀释倍数为7.5倍,得到前处理后的卤水。

[0056] 分离:将前处理后的卤水经过纳滤分离系统分离,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中纳滤淡水中锂离子的浓度为0.80g/L,镁离子的浓度降低至0.29g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.36:1。具体是:

[0057] 该纳滤分离系统采用一价离子选择性纳滤膜,纳滤分离系统包括两级纳滤分离装置,且每一级所述纳滤分离装置由三段纳滤分离单元串联组成。前处理后的卤水先经过第一级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行镁锂分离,再经过第二级纳滤分离装置的三段纳滤分离单元进行进一步地镁锂分离,经过两级纳滤分离操作后,得到纳滤淡水和纳滤浓水,其中的纳滤浓水通过能量回收装置回收利用,以减少废水的排放。在本实施例的纳滤分离装置中,三段纳滤分离单元的纳滤膜的数量比依次为45~60:45~60:30~50,纳滤分离系统的操作压力为4.5MPa,采用上述各段纳滤膜的数量配比,能够更有效地实现镁锂分离,同时由于本实施例的纳滤分离可在4.5MPa的超高压条件下进行分离,故有助于进一步提高镁锂分离效果、提高纳滤淡水中锂离子含量。



[0058] 第一次浓缩:将纳滤淡水经过反渗透系统进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中反渗透浓缩液中锂离子的浓度为4.0g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.36:1。具体是:

[0059] 该反渗透系统由三段反渗透单元串联组成,每段反渗透单元分别含有不同数量的反渗透膜,纳滤淡水依次经过各段反渗透单元进行第一次浓缩,得到反渗透浓缩液和反渗透淡水,其中的反渗透淡水循环回到前处理的步骤中、用于盐田老卤的稀释,以提高反渗透淡水的利用率。在本实施例的反渗透系统中,各段所述反渗透单元的反渗透膜的数量比为35~43:20~30:20~28,第一次浓缩的操作压力为7.0MPa。通过采用多段、不同反渗透膜数量配比的方式,能够充分降低反渗透淡水中锂的透过率,有助于反渗透浓缩液中锂的富集。

[0060] 第二次浓缩:采用均相膜作为电渗析系统的离子选择膜,将反渗透浓缩液经过电渗析系统进行第二次浓缩,得到电渗析浓水和电渗析淡水,其中电渗析浓水中锂离子的浓度为19g/L,镁离子与锂离子的质量比为0.35:1,由此,经过二次浓缩后,使本实施例富集的锂离子浓度已达到制备高纯锂盐所需的锂离子浓度。另外,电渗析淡水则循环回到第一次浓缩的步骤中,用于对锂离子进行浓缩,具体是电渗析淡水与从分离步骤中得到的纳滤淡水进行共混,通过第一次浓缩的反渗透系统实现对残余锂的回收和对电渗析淡水的再利用。

[0061] 本实施例中采用的盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成如下表3所示:

[0062] 表3实施例三中盐田老卤和分离浓缩各阶段中溶液的组成

[0063]

阶段	离子浓度 (g/L)		镁离子与锂离子的质量比
	Mg <sup>2+</sup>	Li <sup>+</sup>	
盐田老卤	125	2.5	50
纳滤淡水	0.29	0.80	0.36
反渗透浓缩液	1.43	4.0	0.36
电渗析浓水	6.6	19	0.35

[0064] 本实施例的方法实现了硫酸盐型盐湖卤水的镁锂分离及锂的高效富集,最终得到的电渗析浓水(也即第二次浓缩液)由于其中具有较高的锂离子浓度,因此可直接用于制备高纯锂盐。

[0065] 应当理解的是,上述实施例仅用于说明本发明而非意欲限制本发明的保护范围。同时,也应当理解的是,在阅读了本发明的技术内容之后,本领域技术人员可以在不脱离本发明原理的前提下,对发明的技术方案中的条件和步骤作适当改变,来实现最终的技术方案,所有的这些等同形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的保护范围之内。

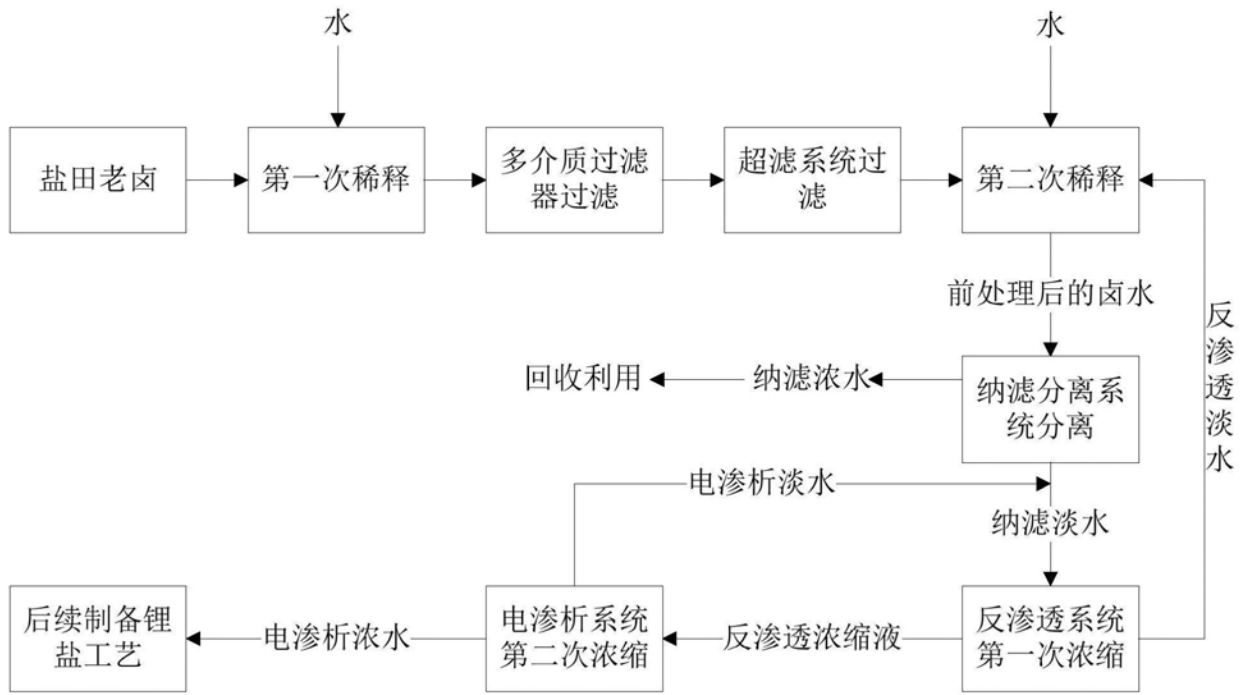


图1