

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102230082 B

(45) 授权公告日 2012. 12. 26

(21) 申请号 201110183480. 6

US 5787332 A, 1998. 07. 28, 全文.

(22) 申请日 2011. 07. 01

CN 1057678 A, 1992. 01. 08, 全文.

(73) 专利权人 广州有色金属研究院
地址 510651 广东省广州市天河区长兴路
363 号

白炜等. 巴尔哲低品位复杂稀土精矿的浸出研究. 《中国稀土学报》. 2010, 第 28 卷 554-558.

审查员 王敏

(72) 发明人 刘勇 刘牡丹 刘珍珍

(74) 专利代理机构 广东世纪专利事务所 44216
代理人 千知化

(51) Int. Cl.

C22B 3/08 (2006. 01)

C22B 3/20 (2006. 01)

C22B 34/24 (2006. 01)

C22B 59/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101440429 A, 2009. 05. 27, 全文.

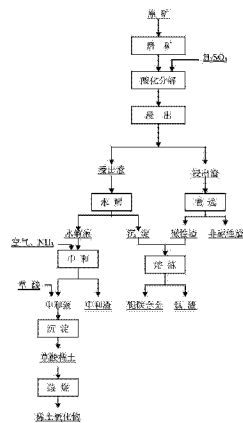
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种稀有金属矿回收稀土、铈的方法

(57) 摘要

一种稀有金属矿回收稀土、铈的方法。其特征是由以下步骤组成：原矿磨矿，添加浓硫酸酸化分解；加水浸出，固液分离后得到浸出液及浸出渣；浸出液加水，煮沸，固液分离得到水解液和沉淀；磁选分离浸出渣，得到磁性渣及非磁性渣；沉淀与磁性渣混匀熔炼，获得铈铁合金和钛渣；用氨水调节水解液的 pH，固液分离后得到中和液及中和渣；添加草酸至中和液，获得草酸稀土沉淀，煅烧沉淀后得到稀土氧化物。本发明的方法适用于稀土、铈、钛共生的复杂稀有金属矿的综合利用，可同时回收矿石中的稀土、铈和钛等，实现由复杂稀有金属矿直接制备稀土氧化物、铈铁合金和 TiO₂ 含量 30% 以上的钛渣，稀土氧化物含量 92% 以上，稀土总回收率大于 70%。本发明的方法工艺简单可行，生产成本低，具有广泛的应用前景。



CN 102230082 B

1. 一种稀有金属矿回收稀土、铌的方法,其特征是由以下步骤组成:

(1)原矿磨矿至-140目,按酸矿质量比4/5~6/5添加浓硫酸混匀,在200~500℃下酸化分解60~150min;

(2)按4/1~8/1的液固比加水至步骤1得到的酸化分解物料,在60~100℃下浸出60~120min,固液分离后得到浸出液及浸出渣,按浸出液/水的体积比为1/1~3/2加水,煮沸60~180min,固液分离得到水解液和沉淀;采用5000~10000 Oe的场强磁选浸出渣,得到磁性渣及非磁性渣,非磁性渣堆存处置;

(3)将步骤2得到的沉淀与磁性渣混匀,在1500~1800℃熔炼10~60min获得铌铁合金和钛渣;

(4)在通入空气的条件下,用氨水将步骤2得到的水解液的pH调节为2.5~3.5,固液分离后得到中和液及中和渣,中和渣堆存处置;

(5)按稀土/草酸质量比为1/1~1/1.2,添加草酸至步骤4得到的中和液,获得草酸稀土沉淀,在800~950℃煅烧沉淀30~60min后得到稀土氧化物。

一种稀有金属矿回收稀土、铌的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种稀有金属矿的湿法冶金方法,特别涉及一种稀有金属矿回收稀土和铌的方法。

背景技术

[0002] 稀土和铌是信息、生物、能源等高新技术领域和国防建设的重要基础材料,在冶金、电子、石油化工及航空航天等产业中起着重要作用,是涉及到国家安全的战略资源。澳大利亚、加拿大和我国白云鄂博、云南、山西等地均蕴藏丰富的稀土铌共生矿,这类资源的普遍特点是矿石中稀土、铌含量较低,同时含有较高的铁、磷等元素,而且稀土呈伴生状态,解离困难,采用物理选矿难以有效实现稀土和铌的分离与富集,至今尚无经济、有效的手段实现这类资源的开发利用。某地一种复杂稀有金属矿含有稀土、铌、钽、钛、锆等多种稀有金属元素,由于矿石经历强烈的风化蚀变,矿物次生变化复杂,原生和次生形成的矿物种类多,矿物间互相包裹,嵌布关系紧密、复杂,是典型的复杂难处理矿。工艺矿物学研究结果表明,该矿石主要矿物成分为纤磷钙铝石,其含量为 53.49%,其次是褐铁矿,含量为 30% 左右。原矿稀土平均品位为 2.93%,矿石中稀土不以独立矿物存在,主要以类质同象形式赋存于纤磷钙铝石和褐铁矿中,两者中稀土的占有率分别为 88.4% 和 10.8%。原矿中 Nb_2O_5 的平均品位为 2.12%,铌的独立矿物主要有铌铁矿和钽铌烧绿石,两者中铌的占有率只有 24.23%;而包裹于褐铁矿中铌的占有率为 24.50%,纤磷钙铝石中铌的占有率为 43.49%。探索试验结果表明,由于矿石中稀土和铌以风化蚀变的残余物存在,矿物嵌布粒度细、含量低,并与纤磷钙铝石和褐铁矿包裹、交生,形成类质同象的嵌布关系,导致稀土和铌矿物单体解离困难,采用物理选矿难以实现两者的分离和富集。

发明内容

[0003] 本发明针对上述稀有金属矿中稀土和铌难以通过物理选矿分离和富集的现状,提出一种湿法冶金回收稀土和铌的方法。本发明的技术方案由以下步骤组成:

[0004] (1)原矿磨矿至 -140 目,按酸矿质量比 4/5 ~ 6/5 添加浓硫酸混匀,在 200~500℃ 下酸化分解 60~150min;

[0005] (2)按 4/1~8/1 的液固比加水至步骤 1 得到的酸化分解物料,在 60~100℃ 下浸出 60~120min,固液分离后得到浸出液及浸出渣。按浸出液 / 水的体积比为 1/1~3/2 加水,煮沸 60~180min,固液分离得到水解液和沉淀;采用 5000~10000 Oe 的场强磁选浸出渣,得到磁性渣及非磁性渣,非磁性渣堆存处置;

[0006] (3)将步骤 2 得到的沉淀与磁性渣混匀,在 1500~1800℃ 熔炼 10~60min 获得铌铁合金和钛渣;

[0007] (4)在通入空气的条件下,用氨水将步骤 2 得到的水解液的 pH 调节为 2.5~3.5,固液分离后得到中和液及中和渣,中和渣堆存处置;

[0008] (5)按稀土 / 草酸质量比为 1/1~1/1.2,添加草酸至步骤 4 得到的中和液,获得草

酸稀土沉淀,在 800~950℃煅烧沉淀 30~60min 后得到稀土氧化物。

[0009] 本发明的方法可有效实现从复杂稀有金属矿中提取稀土和铌的原理在于:1. 硫酸酸化分解原矿破坏了矿石中各矿物紧密结合的嵌布结构,稀土、铌、钛、铁、磷、铝等矿物形成可溶性的硫酸盐,经浸出后进入溶液;2. 根据铌、钛硫酸盐易水解的特性,降低酸度使铌、钛形成水解沉淀,从而实现溶液中铌、钛的分离与回收;3. 通过氧化、中和处理,溶液中铁、铝等杂质形成复盐进入固相,为溶液中稀土的回收创造良好的条件。

[0010] 本发明的优点主要在于:适用于稀土、铌、钛共生的复杂稀有金属矿的综合利用,特别适合于处理一种由于强烈风化蚀变,矿物次生变化复杂,原生和次生形成的铌、钛矿物种类多,稀土呈伴生状态,矿物间互相包裹,嵌布关系紧密、复杂,采用物理选矿难以分离与富集的复杂稀有金属矿。本发明的方法可同时回收矿石中的稀土、铌和钛等,实现由复杂稀有金属矿直接制备稀土氧化物、铌铁合金和 TiO_2 含量 30% 以上的钛渣,稀土氧化物含量 92% 以上,稀土总回收率大于 70%。本发明的方法工艺简单可行,生产成本低,具有广泛的应用前景。

附图说明

[0011] 本发明的技术方案流程图。

具体实施方式

[0012] 实施例 1: REO (RE 为稀土) 含量 2.93%, Nb_2O_5 含量 2.12%, TiO_2 含量 7.05%, 铁品位 26.3% 的原矿磨矿至 -140 目后,按 4/5 的酸矿质量比与浓硫酸混匀,在 500℃ 的温度下酸化分解 60min。经酸分解后的物料按 4/1 的液固比加水,在 80℃ 下浸出 90min,固液分离后得到浸出液及浸出渣,稀土浸出率为 84.42%,铌的浸出率为 75.75%,钛的浸出率为 12.31%。在 5000 Oe 的场强下分选浸出渣,得到磁性渣及非磁性渣,磁性渣中 Nb_2O_5 含量为 1.5%, TiO_2 含量为 22.89%;按浸出液/水的体积比 1/1 加水至浸出液,煮沸 60min,固液分离后得到水解液及沉淀,沉淀中 Nb_2O_5 含量为 38.22%, TiO_2 含量为 16.34%;将沉淀与磁性渣混匀后,在 1500℃ 熔炼 60min 可获得 Nb_2O_5 含量为 21.66%、铁品位 39.15% 的铌铁合金和 TiO_2 含量 34.75% 的钛渣,铌的回收率为 62.17%;在通入空气的条件下,加氨水调节水解液的 pH 值至 2.5,固液分离后得到中和液及中和渣;按稀土/草酸质量比为 1/1.2,添加草酸至中和液,获得草酸稀土沉淀,在 850℃ 煅烧沉淀 90min 后可得到 REO 含量 92.4% 的稀土氧化物,稀土总回收率为 71.86%。

[0013] 实施例 2: REO 含量 2.93%, Nb_2O_5 含量 2.12%, TiO_2 含量 7.05%, 铁品位 26.3% 的原矿磨矿至 -140 目后,按 1/1 的酸矿质量比与浓硫酸混匀,在 400℃ 的温度下酸化分解 120min。经酸分解后的物料按 6/1 的液固比加水,在 60℃ 下浸出 120min,固液分离后得到浸出液及浸出渣,稀土的浸出率为 85.69%,铌的浸出率为 73.24%,钛的浸出率为 14.21%。在 7000 Oe 的场强下分选浸出渣,得到磁性渣及非磁性渣,磁性渣中 Nb_2O_5 含量为 1.63%, TiO_2 含量为 23.14%;按浸出液/水的体积比 6/5 加水至浸出液,煮沸 120min,固液分离后得到水解液及沉淀,沉淀中 Nb_2O_5 含量为 39.3%, TiO_2 含量为 19.02%;将沉淀与磁性渣混匀后,在 1600℃ 熔炼 30min 可获得 Nb_2O_5 含量为 22.38%、铁品位 40.32% 的铌铁合金和 TiO_2 含量 35.12% 的钛渣,铌的回收率为 63.25%;在通入空气的条件下,加氨水调节水解液的 pH 值至 3,固液分离

后得到中和液及中和渣。按稀土 / 草酸质量比为 1/1.5, 添加草酸至中和液, 获得草酸稀土沉淀, 在 900℃ 煅烧沉淀 60min 后可得到 REO 含量 93.24% 的稀土氧化物, 稀土总回收率为 70.35%。

[0014] 实施例 3: REO 含量 2.93%, Nb_2O_5 含量 2.12%, TiO_2 含量 7.05%, 铁品位 26.3% 的原矿磨矿至 -140 目后, 按 6/5 的酸矿质量比与浓硫酸混匀, 在 200℃ 的温度下酸化分解 150min。经酸分解后的物料按 8/1 的液固比加水, 在 100℃ 下浸出 60min, 固液分离后得到浸出液及浸出渣, 稀土的浸出率为 86.38%, 铌的浸出率为 76.24%, 钛的浸出率为 13.27%。在 10000 Oe 的场强下分选浸出渣, 得到磁性渣及非磁性渣, 磁性渣中 Nb_2O_5 含量为 1.54%, TiO_2 含量为 23.62%; 按浸出液 / 水的体积比 3/2 加水至浸出液, 煮沸 180min, 固液分离后得到水解后液及沉淀, 沉淀中 Nb_2O_5 含量为 36.55%, TiO_2 含量为 16.91%; 将沉淀与磁性渣混匀后, 在 1800℃ 熔炼 10min 可获得 Nb_2O_5 含量为 21.02%、铁品位 41.36% 的铌铁合金和 TiO_2 含量 36.34% 的钛渣, 铌的回收率为 61.26%。在通入空气的条件下, 加氨水调节水解液的 pH 值至 3.5, 固液分离后得到中和液及中和渣。按稀土 / 草酸质量比为 4/5, 添加草酸至中和液, 获得草酸稀土沉淀, 在 950℃ 煅烧沉淀 30min 后可得到 REO 含量 92.87% 的稀土氧化物, 稀土总回收率为 70.54%。

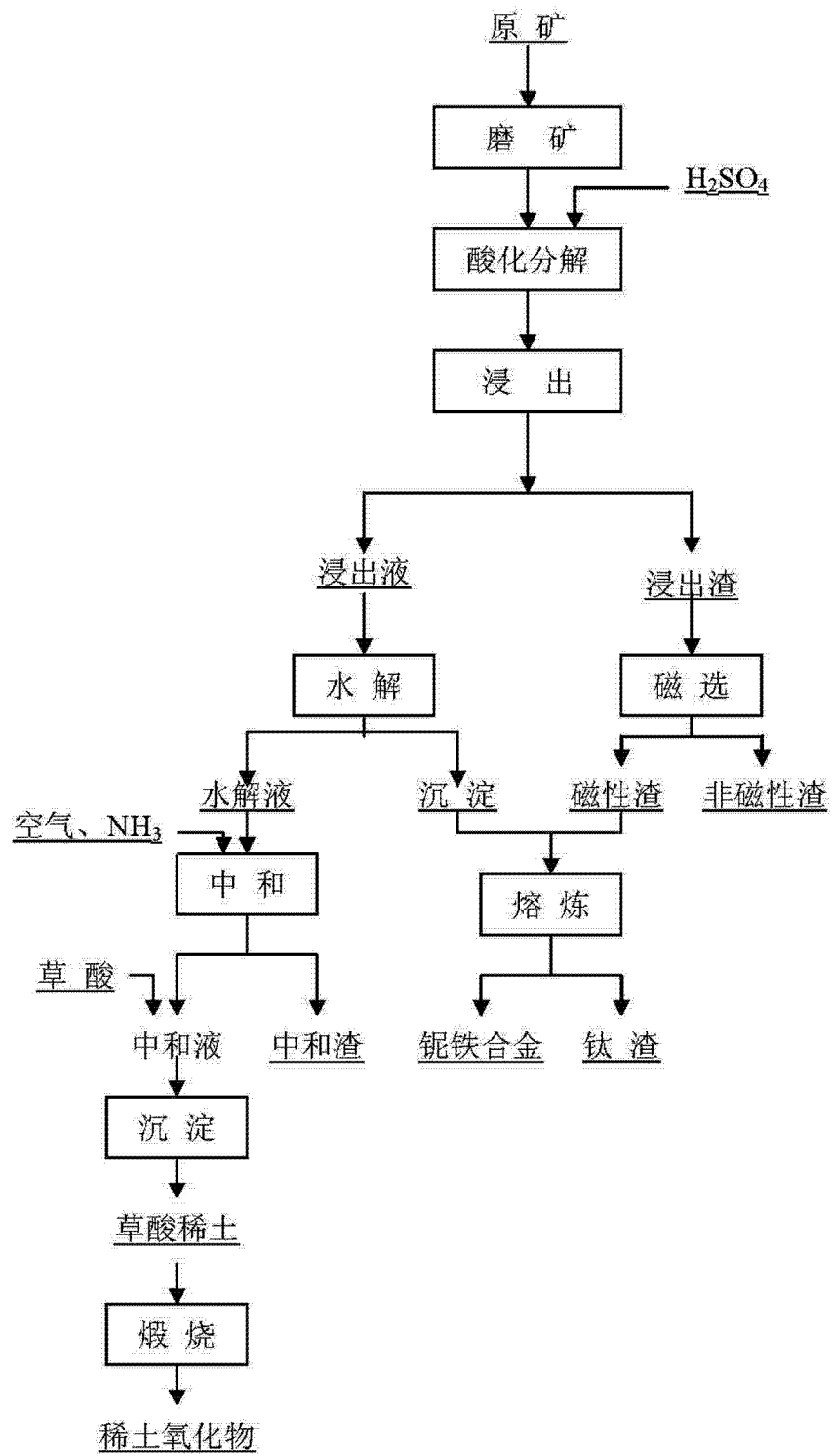


图 1