



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108330301 A

(43)申请公布日 2018.07.27

(21)申请号 201711441920.7

(22)申请日 2017.12.27

(71)申请人 四川江铜稀土有限责任公司

地址 615600 四川省凉山彝族自治州冕宁县复兴镇稀土工业园区

(72)发明人 陈云 颜豪威 顾晓明

(74)专利代理机构 成都九鼎天元知识产权代理有限公司 51214

代理人 韩雪

(51) Int. Cl.

G22B 59/00(2006.01)

G22B 3/22(2006.01)

G22B 3/12(2006.01)

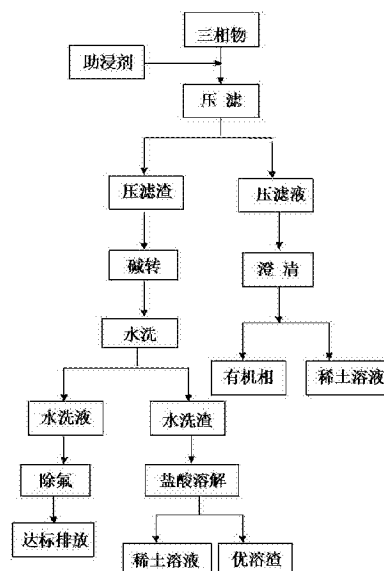
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法

(57)摘要

本发明公开了一种氟碳铈稀土精矿湿法分离中含氟三相乳化物的处理方法,涉及氟碳铈矿冶炼分离领域。其包括收集三相乳化物,向其中加入助浸剂,过滤得到第一滤液和第一滤渣;第一滤渣高温碱转后水洗得水洗液和水洗渣;水洗液经除氟剂沉淀除氟后排放;水洗渣经酸溶液溶解后过滤得第二滤液和第二滤渣;第一滤液经静置分层,分别回收上层有机相合下层稀土水相。该方法对氟碳铈矿冶炼分离中形成的三相乳化物进行破乳后固液分离,然后分别从固液两态中分别得到有机相,水相和稀土相;有机相回收利用,水相除氟后排放,稀土相收集利用,使资源得到综合回收利用,降低了企业的生产成本,增加了效益;三相乳化物通过处理后,废水达标排放,有利于环保。



CN 108330301 A

1. 氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,其包括如下步骤:
 - (1) 收集三相乳化物,向其中加入助浸剂,过滤得到第一滤液和第一滤渣;
 - (2) 第一滤渣经碱转后水洗,得到水洗液和水洗渣;水洗液经除氟剂沉淀除氟后排放;水洗渣经酸溶液溶解后过滤得第二滤液和第二滤渣;
 - (3) 第一滤液经静置澄清并分层,分别回收上层有机相合下层为稀土水相。
2. 根据权利要求1所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,步骤(1)中,所述助浸剂为4-6mol/L的氢氧化钠溶液。
3. 根据权利要求2所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,氢氧化钠溶液与所述三相乳化物的体积之比为0.5-2:1。
4. 根据权利要求1所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,步骤(2)中,碱转包括:向所述第一滤渣中加入碱液,在90-110℃条件下加热2-4小时,过滤得到碱转液和碱转渣;所述碱转渣为氢氧化稀土。
5. 根据权利要求4所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,所述碱液为浓度为3-5mol/L的氢氧化钠溶液,所述碱液与第一滤渣的体积为1:1-3。
6. 根据权利要求5所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,水洗即用自来水冲洗所述碱转渣,得到水洗渣和水洗液。
7. 根据权利要求6所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,合并所述水洗液与所述碱转液,静置分层,上层有机相回收利用,下层为水相加入除氟剂,沉淀除氟后排放。
8. 根据权利要求7所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,所述除氟剂为含钙试剂。
9. 根据权利要求6所述的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其特征在于,向水洗渣中缓慢加入质量分数为31-37%盐酸溶液溶解,终点时液体中盐酸浓度控制在小于等于1mol/L,过滤得到第二滤液和第二滤渣;第二滤液为稀土溶液。

氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氟碳铈稀土精矿湿法分离领域,尤其是一种氟碳铈矿冶炼分离中含氟的三相乳化物的处理方法。

背景技术

[0002] 氟碳铈矿是全球稀土产业的主要矿种,具有代表性的矿山主要有美国芒廷帕斯稀土矿山、四川牦牛坪矿山、以及包头白云鄂博混合稀土矿和山东微山湖稀土矿。包头稀土矿为混合型稀土矿,其中氟碳铈矿:独居石大致比例为3:1,四川氟碳铈矿和山东微山湖矿属于单一的氟碳铈矿,这两种类型的稀土矿REO在50%左右(以稀土氧化物计),氟在6%左右。

[0003] 四川氟碳铈稀土矿采用“氧化焙烧-盐酸浸出-高温碱转化-水洗压滤-盐酸第二次浸出-浸出液净化除杂-萃取分离-沉淀-煅烧”工艺。单一的氟碳铈矿经过处理后进入萃取的液体中含有氟离子等杂质离子。

[0004] 稀土萃取分离过程中产生三相乳化物是不可避免的,其主要原因是稀土进槽料液除杂难易程度等因素有关。该类三相乳化物形成的主要原因是料液中含有一定量的 F^- 、 Ba^{2+} 、 SO_4^{2-} 等杂质,这些杂质随着萃取分离运行而逐渐富集,当聚集到一定量时便形成稳定的油包水形聚合物,即为三相乳化物。三相乳化物存在水相和有机相之间,影响稀土的萃取分离,严重时引起管道的堵塞并造成停机。

[0005] 四川氟碳铈矿经化学处理后,其料液含氟等杂质难以除尽,三相乳化物的产生尤为严重。国内外对萃取过程中产生的三相乳化物处理已有许多研究,比如三相乳化物的预防、三相乳化物的后处理等等。但对氟碳铈矿在萃取分离过程而引起三相乳化物的处理我们目前尚未见诸报道。对该类三相乳化物多数厂家是搁置旁边,或是掩埋,或是焚烧,极不利环保。因而我们认为对该类三相乳化物处理研究十分必要。

发明内容

[0006] 本发明的发明目的在于:针对上述存在的问题,提供一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,该方法对氟碳铈矿冶炼分离中形成的三相乳化物进行破乳后固液分离,然后分别从固液两态中分别得到有机相,水相和稀土相;并将有机相回收利用,水相除氟后排放,稀土相收集利用,一方面使资源得到综合回收利用,降低了企业的生产成本,增加了效益;另一方面,三相乳化物通过处理后,废水达标排放,有利于环保。

[0007] 本发明采用的技术方案如下:

氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,其包括如下步骤:

- (1)收集三相乳化物,向其中加入助浸剂,过滤得到第一滤液和第一滤渣;
- (2)第一滤渣经碱转后水洗,得到水洗液和水洗渣;水洗液经除氟剂沉淀除氟后排放;水洗渣经酸溶液溶解后过滤得第二滤液和第二滤渣;
- (3)第一滤液经静置澄清并分层,上层为有机相,下层为稀土水相。

[0008] 由于采用了上述技术方案,助浸剂使三相乳化物破乳,初步离析为固液两相,过滤

得到第一滤液和第一滤渣；第一滤液和第一滤渣中均含有有机相、水相和稀土相。第一滤渣经过碱转和水洗，实现第二次固液分离，滤液为废水，废水除氟后排放，避免污染环境，滤渣中含有稀土，稀土溶于酸溶液实现分离。第一滤液中的水相和有机相经静置分层后，有机相回收利用，稀土溶解于水相。一方面，有机相回收利用，并且分离得到稀土溶液，实现资源的综合回收利用，降低了企业的生产成本，增加了效益；另一方面，废水达标排放，有利于环保。

[0009] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，步骤(1)中，所述助浸剂为4-6mol/L的氢氧化钠溶液。

[0010] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，氢氧化钠溶液与所述三相乳化物的体积之比为0.5-2:1。

[0011] 由于采用了上述技术方案，氢氧化钠改变了水油界面的性质，使乳滴破裂，初步形成固液两相。

[0012] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，步骤(2)中，碱转包括：向所述第一滤渣中加入碱液，在90-110℃条件下加热2-4小时，过滤得到碱转液和碱转渣；所述碱转渣为氢氧化稀土。

[0013] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，所述碱液为浓度为3-5mol/L的氢氧化钠溶液，所述碱液与第一滤渣的体积为1:1-3。

[0014] 由于采用了上述技术方案，碱转将稀土转化为盐酸可以溶解的氢氧化稀土沉淀，以分离稀土相与有机相和水相。

[0015] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，水洗即用自来水冲洗所述碱转渣，得到水洗渣和水洗液。

[0016] 由于采用了上述技术方案，自来水洗去碱转渣表面的杂质，保证碱转渣的纯度。

[0017] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，合并所述水洗液与所述碱转液，静置分层，上层有机相回收利用，下层为水相加入除氟剂，沉淀除氟后排放。

[0018] 由于采用了上述技术方案，再次实现有机相与水相的分离，有机相回收利用，水相经除氟后排放，避免污染环境。

[0019] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，所述除氟剂为含钙试剂。

[0020] 由于采用了上述技术方案，含钙试剂中的钙离子和氟离子结合形成氟化钙沉淀，从而除去氟离子。

[0021] 本发明的一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法，向水洗渣中缓慢加入质量分数为31-37%盐酸溶液溶解，终点时液体中盐酸浓度控制在小于等于1mol/L，过滤得到第二滤液和第二滤渣；第二滤液为稀土溶液。

[0022] 由于采用了上述技术方案，碱转渣中的稀土相溶于盐酸中，除去难溶性杂质。

[0023] 综上所述，由于采用了上述技术方案，本发明的有益效果是：

1. 对氟碳铈矿湿法分离过程中的含氟三相乳化物进行破乳处理，避免其直接搁置、掩埋或是焚烧而污染环境。

[0024] 2. 破乳后固液分离，然后分别从固液两相中回收有机相和稀土相，实现资源的综合回收利用，降低了企业的生产成本，增加了效益。

[0025] 3. 破除处理后得到的废水经除氟处理后排放,有利于环保。

附图说明

[0026] 本发明将通过例子并参照附图的方式说明,其中:

图1是本发明的氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0027] 本说明书中公开的所有特征,或公开的所有方法或过程中的步骤,除了互相排斥的特征和/或步骤以外,均可以以任何方式组合。

[0028] 本说明书(包括任何附加权利要求、摘要)中公开的任一特征,除非特别叙述,均可被其他等效或具有类似目的的替代特征加以替换。即,除非特别叙述,每个特征只是一系列等效或类似特征中的一个例子而已。

[0029] 实施例1

本实施例提供一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,该方法对氟碳铈矿冶炼分离中形成的三相乳化物进行破乳后固液分离,然后分别从固液两态中分别得到有机相,水相和稀土相;并将有机相回收利用,水相除氟后排放,稀土相收集利用,一方面使资源得到综合回收利用,降低了企业的生产成本,增加了效益;另一方面,三相乳化物通过处理后,废水达标排放,有利于环保。该方法具体包括如下步骤:

步骤一:收集氟碳铈矿冶炼分离中的三相乳化物,按照4mol/L氢氧化钠溶液与三相乳化物的体积比为2:1向三相乳化物中加入4mol/L氢氧化钠溶液,搅拌反应2小时,过滤得到第一滤液和第一滤渣。

[0030] 步骤二:第一滤液静置至完全分层,分别回收上层有机相和下层稀土水相。

[0031] 步骤三:取第一滤渣,按照3mol/L的氢氧化钠溶液与第一滤渣的体积比为1:1向其中加入浓度为3mol/L的氢氧化钠溶液,并在110℃条件下加热2小时,过滤得到碱转液和碱转渣。取碱转渣,用自来水进行冲洗,得到水洗液和水洗渣,将水洗液与碱转液进行合并,静置分层后,上层有机相回收利用,下层水相加入除氟剂沉淀除氟后排放。

[0032] 步骤四:对水洗渣缓慢加入质量分数为31%盐酸溶液溶解,终点时液体的盐酸浓度控制在小于等于1mol/L,过滤得到第二滤液和第二滤渣;第二滤液为稀土溶液,第二滤渣为优溶渣。

[0033] 实施例2

本实施例提供一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,该方法对氟碳铈矿冶炼分离中形成的三相乳化物进行破乳后固液分离,然后分别从固液两态中分别得到有机相,水相和稀土相;并将有机相回收利用,水相除氟后排放,稀土相收集利用,一方面使资源得到综合回收利用,降低了企业的生产成本,增加了效益;另一方面,三相乳化物通过处理后,废水达标排放,有利于环保。该方法具体包括如下步骤:

步骤一:收集氟碳铈矿冶炼分离中的三相乳化物,按照5mol/L氢氧化钠溶液与三相乳化物的体积比为1:1向三相乳化物中加入5mol/L氢氧化钠溶液与,搅拌反应1h,采用压滤的方式过滤得到第一滤液和第一滤渣。

[0034] 步骤二:第一滤液静置至完全分层,分别回收上层有机相和下层稀土水相。

[0035] 步骤二:取第一滤渣,按照4mol/L的氢氧化钠溶液与第一滤渣的体积比为1:2向其中加入浓度为4mol/L的氢氧化钠溶液,并在100℃条件下加热3h,过滤得到碱转液和碱转渣。取碱转渣,用自来水进行冲洗,得到水洗液和水洗渣,将水洗液与碱转液进行合并,静置分层后,上层有机相回收利用,下层水相加入除氟剂沉淀除氟后排放。

[0036] 步骤四:对水洗渣缓慢加入质量分数为34%盐酸溶液溶解,终点时液体的盐酸浓度控制在小于等于1mol/L,过滤得到第二滤液和第二滤渣;第二滤液为稀土溶液,第二滤渣为优溶渣。

[0037] 实施例3

本实施例提供一种氟碳铈矿冶炼分离中三相乳化物的处理方法,该方法对氟碳铈矿冶炼分离中形成的三相乳化物进行破乳后固液分离,然后分别从固液两态中分别得到有机相,水相和稀土相;并将有机相回收利用,水相除氟后排放,稀土相收集利用,一方面使资源得到综合回收利用,降低了企业的生产成本,增加了效益;另一方面,三相乳化物通过处理后,废水达标排放,有利于环保。该方法具体包括如下步骤:

步骤一:收集氟碳铈矿冶炼分离中的三相乳化物,按照6mol/L氢氧化钠溶液与三相乳化物的体积比为0.5:1向三相乳化物中加入6mol/L氢氧化钠溶液,搅拌反应3h,采用压滤的方式过滤得到第一滤液和第一滤渣。

[0038] 步骤二:第一滤液静置至完全分层,分别回收上层有机相和下层稀土水相。

[0039] 步骤二:取第一滤渣,按照5mol/L的氢氧化钠溶液与第一滤渣的体积比为1:3向其中加入浓度为5mol/L的氢氧化钠溶液,并在90℃条件下加热4h,过滤得到碱转液和碱转渣。取碱转渣,用自来水进行冲洗,得到水洗液和水洗渣,将水洗液与碱转液进行合并,静置分层后,上层有机相回收利用,下层水相加入除氟剂沉淀除氟后排放。

[0040] 步骤四:对水洗渣缓慢加入质量分数为34%盐酸溶液溶解,终点时液体的盐酸浓度控制在小于等于1mol/L,过滤得到第二滤液和第二滤渣;第二滤液为稀土溶液,第二滤渣为优溶渣。

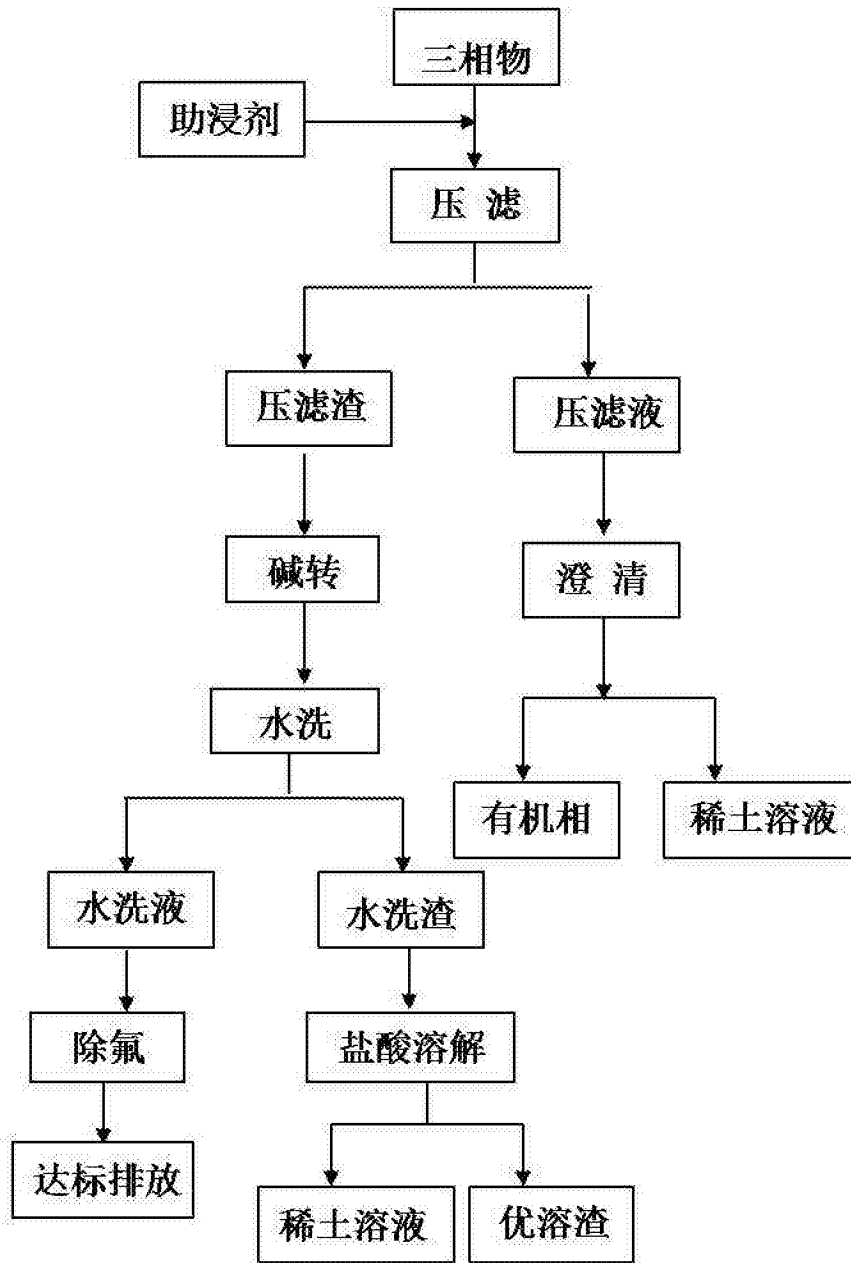


图1