



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115786735 A

(43) 申请公布日 2023. 03. 14

(21) 申请号 202211589226.0

(22) 申请日 2022.12.09

(71) 申请人 重庆康普化学工业股份有限公司
地址 401254 重庆市长寿区化中大道7号

(72) 发明人 汤启明 邹潜 李霜 邓滔 刘念
刘金辉

(74) 专利代理机构 重庆仟佰度专利代理事务所
(普通合伙) 50295

专利代理师 廖龙春

(51) Int. Cl.

C22B 26/12 (2006.01)

C22B 3/40 (2006.01)

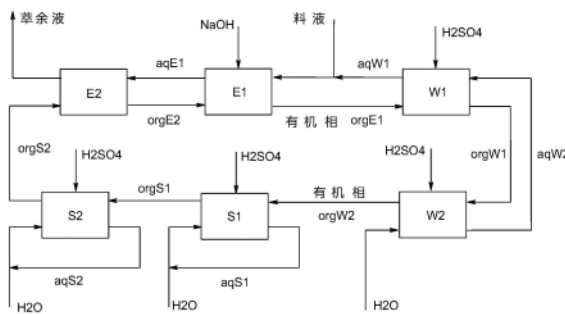
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

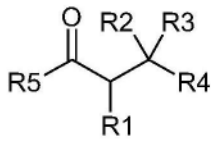
一种锂萃取剂及其萃取方法

(57) 摘要

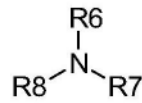
本发明属于锂的提取技术领域,具体涉及一种锂萃取剂及其萃取方法,锂萃取剂包括β-二酮和改质剂,改质剂包括叔胺萃取剂、醛、酮和脂肪醇中的一种或两种以上,脂肪醇的碳原子数为8-20,醛和酮的化学结构中含有基团R1~R5,叔胺萃取剂的化学结构中含有基团R6~R8,R1~R3、R5各选自H、Ar、C_nH_{2n+1}(n=1-10),Ar中含有基团R19~R23,R19~R23为H或CH₃,R4=C_nH_{2n+1}(n=1-15),R6~R8为C_nH_{2n+1}(n=5-20)。本发明避免使用价格昂贵的三烷基氧化膦,有效降低了萃取剂成本。本发明的锂萃取方法使用了上述萃取剂,简单高效,充分发挥了溶剂萃取技术提锂的优势。



1. 一种锂萃取剂,其特征在于:包括 β -二酮和改质剂,所述改质剂包括叔胺萃取剂、醛、酮和脂肪醇中的一种或两种以上,所述脂肪醇的碳原子数为8-20,所述醛和酮的结构如式(I)所示,所述叔胺萃取剂的结构如式(II)所示;



式(I)

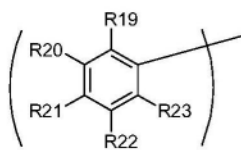


式(II)

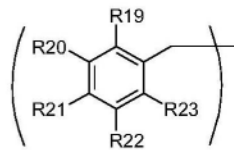
式(I)中,R1、R2、R3、R5各自独立的选自以下基团:H、Ar、 C_nH_{2n+1} 、 C_nH_{2n+1} 中的 $n=1-10$, $R4=C_nH_{2n+1}$, $n=1-15$;

式(II)中,R6、R7、R8各自独立的为 C_nH_{2n+1} , $n=6-20$;

其中,Ar的结构如式(III)或式(IV)所示;



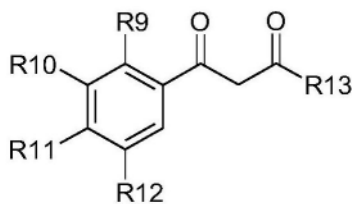
式(III)



式(IV)

式(III)和式(IV)中,R19、R20、R21、R22、R23各自独立的为H或 CH_3 。

2. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述 β -二酮的结构如式(V)所示;



式(V)

式(V)中,R9、R10、R11、R12各自独立的为H或 CH_3 , $R13=C_nH_{2n+1}$, $n=5-15$ 。

3. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述醛的化学结构中,R5=H,R1、R2、R3各自独立的为H或1-3个碳原子的直链烷基,R1、R2、R3和R4的碳原子数总和在4~15之间。

4. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述酮的化学结构中,R5为苯基,R1、R2、R3各自独立的为H或1-3个碳原子的直链烷基,R1、R2、R3和R4的碳原子数总和在3~10之间。

5. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:式(II)中,R6、R7和R8的碳原子数总和在20~30之间。

6. 根据权利要求2所述的锂萃取剂,其特征在于:式(V)中,R9、R10、R11和R12均为H,R13的碳原子数在5~10之间。

7. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述改质剂中,醛和酮的质量之和与 β -二酮的质量之比为0.5~2.5:1;或,酮与 β -二酮的质量之比为0.5~2.5:1。

8. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述改质剂中,醛与酮的质量之比为0~1.5:1。

9. 根据权利要求1所述的锂萃取剂,其特征在于:所述改质剂中,叔胺萃取剂与 β -二酮的质量之比为1~2:1;

和/或,所述改质剂中,脂肪醇与 β -二酮的质量之比为1~3:1。

10. 一种锂萃取方法,其特征在于:包括采用包含权利要求1-9中任一项所述的锂萃取剂的萃取有机相,对含锂溶液进行萃取。

一种锂萃取剂及其萃取方法

技术领域

[0001] 本发明属于锂的提取技术领域,具体涉及一种锂萃取剂及其萃取方法。

背景技术

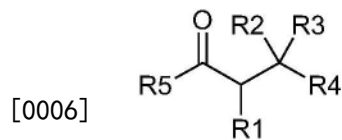
[0002] 随着锂电池的高速发展和应用,锂及其化合物在化工、医药、电子等工业领域的应用日益广泛。在锂盐需求量急剧上升的大背景下,锂提取技术日新月异,层出不穷。由于溶剂萃取技术成熟、工艺简单可靠,能够大幅度降低提锂成本,因此,锂萃取技术在锂资源综合利用中优势明显。

[0003] β -二酮是常见的锂萃取剂,不含三氟甲基的 β -二酮(例如Mextral54)萃锂的pH值在10以上,且需使用三烷基氧化膦(TRPO)作协萃剂。TRPO的价格非常昂贵,如果采用 β -二酮和TRPO的协萃体系萃锂,萃取剂的价格会使溶剂萃取技术提锂的方案丧失优势。相比之下,磷酸三丁酯虽然便宜,但是在高pH条件下容易降解,代替TRPO作为协萃剂存在潜在的风险。此外,由于萃余液或多或少夹带有萃取剂的组分,萃取剂中的有机磷化合物不仅会增加环境污染的级别,还会增加三废处理的难度,从而间接增加提锂的成本。

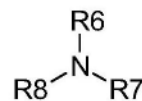
发明内容

[0004] 本发明意在提供一种锂萃取剂及其萃取方法,以解决溶剂萃取技术提锂成本高的问题。

[0005] 为了达到上述目的,本发明的方案为:一种锂萃取剂,包括 β -二酮和改质剂,所述改质剂包括叔胺萃取剂、醛、酮和脂肪醇中的一种或两种以上,所述脂肪醇的碳原子数为8-20,所述醛和酮的结构如式(I)所示,所述叔胺萃取剂的结构如式(II)所示;



式(I)

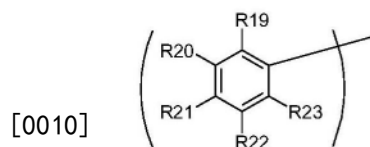


式(II)

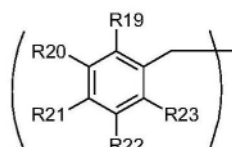
[0007] 式(I)中,R1、R2、R3、R5各自独立的选自以下基团:H、Ar、 C_nH_{2n+1} 、 C_nH_{2n+1} 中的 $n=1-10$, $R4=C_nH_{2n+1}$, $n=1-15$;

[0008] 式(II)中,R6、R7、R8各自独立的为 C_nH_{2n+1} , $n=6-20$;

[0009] 其中,Ar的结构如式(III)或式(IV)所示;



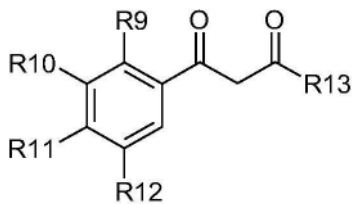
式(III)



式(IV)

[0011] 式(III)和式(IV)中,R19、R20、R21、R22、R23各自独立的为H或 CH_3 。

[0012] 可选地,所述 β -二酮的结构如式(V)所示;



[0013]

式(V)

[0014] 式(V)中,R9、R10、R11、R12各自独立的为H或CH₃,R13=C_nH_{2n+1},n=5-15。

[0015] 可选地,所述醛的化学结构中,R5=H,R1、R2、R3各自独立的为H或1-3个碳原子的直链烷基,R1、R2、R3和R4的碳原子数总和在4~15之间。

[0016] 可选地,所述酮的化学结构中,R5为苯基,R1、R2、R3各自独立的为H或1-3个碳原子的直链烷基,R1、R2、R3和R4的碳原子数总和在3~10之间。

[0017] 可选地,式(II)中,R6、R7和R8的碳原子数总和在20~30之间。

[0018] 可选地,式(V)中,R9、R10、R11和R12均为H,R13的碳原子数在5~10之间。

[0019] 可选地,所述改质剂中,醛和酮的质量之和与 β -二酮的质量之比为0.5~2.5:1;或,酮与 β -二酮的质量之比为0.5~2.5:1。

[0020] 可选地,所述改质剂中,醛与酮的质量之比为0~1.5:1。

[0021] 可选地,所述改质剂中,叔胺萃取剂与 β -二酮的质量之比为1~2:1。

[0022] 可选地,所述改质剂中,脂肪醇与 β -二酮的质量之比为1~3:1。

[0023] 本方案还提供了一种锂萃取方法,包括采用包含上述锂萃取剂的萃取有机相,对含锂溶液进行萃取。

[0024] 本方案的工作原理及有益效果在于:本方案中的锂萃取剂未使用有机磷化合物三烷基氧化磷,不仅降低了萃取剂的成本,从而直接降低了溶剂萃取技术提锂成本,还降低了对环境污染的级别,从而降低三废处理成本,间接降低了提锂成本,因此,本方案能够充分发挥溶剂萃取技术提锂的优势。并且,本方案对含锂溶液的萃取率可达97.6%,萃取率高。

附图说明

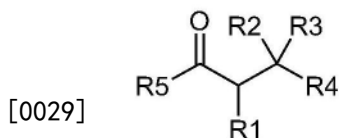
[0025] 图1为本发明实施例一中一种锂萃取方法的工艺流程图。

具体实施方式

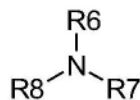
[0026] 下面通过具体实施方式进一步详细说明:

[0027] 本发明提供一种锂萃取剂,包括 β -二酮和改质剂,改质剂包括叔胺萃取剂、醛、酮和脂肪醇中的一种或两种以上。改质剂中,醛和酮的质量之和或酮与 β -二酮的质量之比为0.5~2.5:1,醛与酮的质量之比为0~1.5:1;叔胺萃取剂与 β -二酮的质量之比为1~2:1;脂肪醇与 β -二酮的质量之比为1~3:1。

[0028] 脂肪醇的碳原子数为8-20,醛和酮的结构如式(I)所示,叔胺萃取剂的结构如式(II)所示;



式 (I)

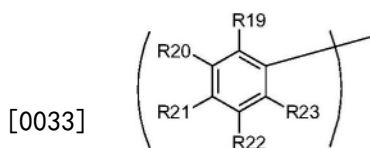


式 (II)

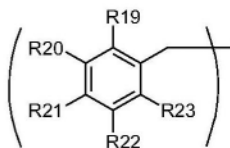
[0030] 式 (I) 中, R1、R2、R3、R5 各自独立的选自以下基团: H、Ar、 C_nH_{2n+1} , C_nH_{2n+1} 中的 $n=1-10$, $R4=C_nH_{2n+1}$, $n=1-15$;

[0031] 式 (II) 中, R6、R7、R8 各自独立的为 C_nH_{2n+1} , $n=6-20$; 优选地, R6、R7 和 R8 的碳原子数总和在 20~30 之间。

[0032] 其中, Ar 的结构如式 (III) 或式 (IV) 所示;



式 (III)



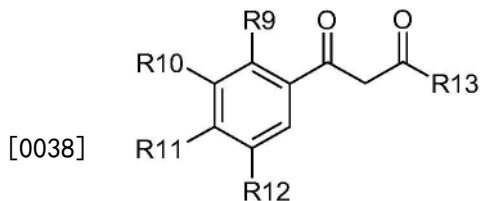
式 (IV)

[0034] 式 (III) 和式 (IV) 中, R19、R20、R21、R22、R23 各自独立的为 H 或 CH_3 。

[0035] 醛的化学结构中, $R5=H$, R1、R2、R3 各自独立的为 H 或 1-3 个碳原子的直链烷基, R1、R2、R3 和 R4 的碳原子数总和在 4~15 之间。

[0036] 酮的化学结构中, $R5$ 为苯基, R1、R2、R3 各自独立的为 H 或 1-3 个碳原子的直链烷基, R1、R2、R3 和 R4 的碳原子数总和在 3~10 之间。

[0037] β -二酮的结构如式 (V) 所示;



式 (V)

[0039] 式 (V) 中, R9、R10、R11、R12 各自独立的为 H 或 CH_3 , 优选地, R9、R10、R11 和 R12 均为 H, $R13=C_nH_{2n+1}$, $n=5-15$, 优选地, $n=5-10$ 。

[0040] 本发明还提供一种锂萃取方法, 包括采用包含上述锂萃取剂的萃取有机相, 对含锂溶液进行萃取。

[0041] 实施例 1

[0042] 本实施例中, 改质剂包括叔胺萃取剂、酮和脂肪醇。

[0043] 本实施例中, 脂肪醇为异十三醇; 酮为苯己酮, 即 R1、R2、R3 均为 H, R4 为 C_3H_7 , R5 为 Ar, 且 Ar 的结构如式 (III) 所示, R19、R20、R21、R22、R23 均为 H; 叔胺萃取剂为三辛癸胺, 即 R6、R7 均为 C_8C_{17} , R8 为 $C_{10}H_{21}$; β -二酮为 1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮, 即 R9、R10、R11、R12 均为 H, R13 为 C_7H_{15} 。

[0044] 本实施例中, 酮 (苯己酮) 与 β -二酮 (1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮) 的质量之比为

2.06:1,叔胺萃取剂(三辛癸胺)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.45:1,脂肪醇(异十三醇)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.89:1。

[0045] 本实施例还提供一种锂萃取方法,包括以下步骤:

[0046] 1.准备步骤

[0047] 步骤一、配制萃取有机相:按照苯己酮:三辛癸胺:异十三醇:1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮=2.06:1.45:1.89:1的质量比,配制萃取剂,再取萃取剂250mL,使用加氢煤油稀释至450mL,得到萃取有机相。该萃取有机相中萃取剂浓度为55.5% (v/v)。

[0048] 步骤二、初始萃取(E0):取含锂料液300mL,与萃取有机相450ml混合5min,在混合的初始30秒内,加入10mL 30% (w/w)氢氧化钠水溶液,混合温度为35℃。然后停止搅拌,2.5分钟完成分相。分出有机相(org0)进入第一圈有机相循环的E1,分出水相(aq0)进入第一圈有机相循环的E2。测得水相aq0的pH值为12.57。其中,含锂料液的成分如表1所示。

[0049] 表1含锂料液的成分

成分	Li	Na	Ca	Mg	pH(H ⁺)
含量	1.52g/L	59.04g/L	0.49ppm	2.48ppm	12.9

[0051] 2.第一圈有机相循环(按照图1所示的工艺流程进行有机相循环)

[0052] 步骤一、第一次萃取(E1):取含锂料液300mL,与有机相org0混合5min,在混合的初始30秒内,加入10mL 30% (w/w)氢氧化钠水溶液,混合温度为35℃。然后停止搅拌,2.5分钟完成分相。分出有机相(orgE1)进行第一次洗涤(W1),分出水相(aqE1)进入下一圈E2。测得水相aqE1的pH值为12.65。

[0053] 步骤二、第一次洗涤W1:取纯化水150mL,与有机相orgE1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸(H₂SO₄) 2mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgW1)和水相(aqW1)。测得aqW1的pH为11.5。aqW1进入下一圈有机相循环的E1。OrgW1进入W2。

[0054] 步骤三、第二次洗涤W2:取纯化水150mL,与有机相orgW1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸0.5mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgW2)和水相(aqW2)。测得aqW2的pH为11.3。aqW2进入下一圈有机相循环的W1。OrgW2进入S1。

[0055] 步骤四、第一次反萃S1:取纯化水150mL,与有机相orgW2混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸3mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgS1)和水相(aqS1)。测得aqS1的pH为9.8。下一圈有机相循环的S1仍旧用aqS1反萃。OrgS1进入S2。

[0056] 步骤五:第二次反萃S2:取纯化水150mL,与有机相orgS1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸0.5mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgS2)和水相(aqS2)。测得aqS2的pH为9.5。下一圈有机相循环的S2仍旧用aqS2反萃。OrgS2进入E2。

[0057] 步骤六:第二次萃取E2:将300mL水相aq0与有机相orgS2混合5min,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgE2)。水相即为本次有机相循环的萃余液。有机相orgE2进入下一圈有机相循环的E1。测得萃余液pH为12.55。

[0058] 3. 第二圈有机相循环(按照图1所示的工艺流程进行有机相循环)

[0059] 步骤一、第一次萃取(E1):取含锂料液300mL,加入上一圈有机相循环的150mL水相aqW1,共450mL。与上一圈有机相循环的orgE2混合5min,在混合的初始30秒内,加入10mL30%(w/w)氢氧化钠水溶液,混合温度为35℃。然后停止搅拌,2.5分钟完成分相。分出有机相(orgE1)进行第一次洗涤(W1),分出水相(aqE1)进入下一圈E2。测得水相aqE1的pH值为12.57。

[0060] 步骤二、第一次洗涤W1:将上一圈有机相循环的150mL水相aqW2,与有机相orgE1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸2mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgW1)和水相(aqW1)。测得aqW1的pH为11.5。aqW1进入下一圈有机相循环的E1。OrgW1进入W2。

[0061] 步骤三、第二次洗涤W2:取纯化水150mL,与有机相orgW1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸0.5mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgW2)和水相(aqW2)。测得aqW2的pH为11.3。aqW2进入下一圈有机相循环的W1。OrgW2进入S1。

[0062] 步骤四、第一次反萃S1:将上一圈有机相循环的150mL水相aqS1与有机相orgW2混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸3mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgS1)和水相(aqS1)。测得aqS1的pH为9.8。下一圈有机相循环的S1仍旧用aqS1反萃。OrgS1进入S2。

[0063] 步骤五:第二次反萃S2:将上一圈有机相循环的150mL水相aqS2与有机相orgS1混合5min,在混合的初始30秒内,加入9mol/L硫酸0.5mL,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgS2)和水相(aqS2)。测得aqS2的pH为9.5。下一圈有机相循环的S2仍旧用aqS2反萃。OrgS2进入E2。

[0064] 步骤六:第二次萃取E2:将上一圈有机相循环的水相aqE1与有机相orgS2混合5min,混合温度为35℃。然后停止搅拌,3分钟完成分相。分出有机相(orgE2)。水相即为本次有机相循环的萃余液。有机相orgE2进入下一圈有机相循环的E1。测得萃余液pH为12.55。

[0065] 按照图1所示的工艺流程重复有机相循环8圈,萃取有机相和水相均混合5min,混合时添加30%(w/w)氢氧化钠水溶液或9mol/L硫酸调节pH值,萃取有机相每一圈循环所消耗的氢氧化钠、硫酸和萃取平衡pH值如表2所示。

[0066] 表2氢氧化钠和硫酸消耗以及萃取平衡pH值

萃取单元	E1	E2	W1	W2	S1	S2
酸/碱消耗	8-10mL	-	2mL	0.5mL	3mL	0.5mL
平衡pH	12.3-12.8	12.3-12.8	11.3-11.6	11.0-11.5	9.7-10.3	9.5-10.0

[0068] 本实施例中,第8圈有机相循环的萃余液中锂浓度为69ppm,萃取率为95.5%。反萃水相aqS1中锂和钠的浓度分别为17.6g/L和0.74g/L,可用于碳酸锂的制备。

[0069] 实施例2

[0070] 本实施例与实施例1的区别之处在于:本实施例中萃取剂的改质剂与实施例1中萃取剂的改质剂不同。本实施例中萃取剂的改质剂包括叔胺萃取剂、醛、酮和脂肪醇。

[0071] 本实施例中,醛为2-乙基己醛,即R2、R3、R5为H,R1为C₂H₅,R4为C₃H₇。叔胺萃取剂、酮和脂肪醇均与实施例1相同。

[0072] 本实施例中,醛(2-乙基己醛)与酮(苯己酮)的质量之比为36:64,醛与酮的质量之和(2-乙基己醛+苯己酮的质量之和)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1:1,叔胺萃取剂(三辛癸胺)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.45:1,脂肪醇(异十三醇)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.89:1。

[0073] 本实施例提供的一种锂萃取方法,与实施例1提供的一种锂萃取方法相比,不同的地方如下,其余步骤相同:

[0074] 一、配制萃取有机相:按照2-乙基己醛:苯己酮:三辛癸胺:异十三醇:1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮=0.36:0.64:1.45:1.89:1的质量比,配制萃取剂,再取萃取剂210mL,使用加氢煤油稀释至450mL,得到萃取有机相。该萃取有机相中萃取剂浓度为46.7% (v/v)。

[0075] 二、萃取有机相每一圈循环所消耗的氢氧化钠、硫酸和萃取平衡pH值如表3所示。

[0076] 表3氢氧化钠和硫酸消耗以及萃取平衡pH值

[0077]

萃取单元	E1	E2	W1	W2	S1	S2
酸/碱消耗	7-8mL	-	1.5-2mL	0.5mL	3mL	0.5mL
平衡pH	12.3-12.8	12.3-12.8	11.3-11.6	11.0-11.5	9.7-10.3	9.5-10.0

[0078] 本实施例中,第8圈有机相循环的萃余液中锂浓度为37ppm,萃取率为97.6%。aqS1中锂和钠的浓度分别为19.8g/L和0.55g/L,可用于碳酸锂的制备。

[0079] 实施例3

[0080] 本实施例与实施例1的区别之处在于:本实施例中萃取剂的改质剂与实施例1中萃取剂的改质剂不同。本实施例中萃取剂的改质剂只包括叔胺萃取剂和酮。叔胺萃取剂、 β -二酮与实施例1相同。酮为苯壬酮,即R1、R2、R3均为H,R4为C₆H₁₃,R5为Ar,且Ar的结构如式(III)所示,R19、R20、R21、R22、R23均为H。

[0081] 本实施例中,酮(苯壬酮)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.8:1,叔胺萃取剂(三辛癸胺)与 β -二酮(1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.4:1。

[0082] 本实施例提供的一种锂萃取方法,与实施例1提供的一种锂萃取方法相比,不同的地方如下,其余步骤相同:

[0083] 一、配制萃取有机相:按照苯壬酮:三辛癸胺:1-苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮=1.8:1.4:1的质量比,配制萃取剂,再取萃取剂225mL,使用加氢煤油稀释至450mL,得到萃取有机相。该萃取有机相中萃取剂浓度为50.0% (v/v)。

[0084] 二、萃取有机相每一圈循环所消耗的氢氧化钠、硫酸和萃取平衡pH值如表4所示。

[0085] 表4氢氧化钠和硫酸消耗以及萃取平衡pH值

[0086]

萃取单元	E1	E2	W1	W2	S1	S2
酸/碱消耗	9mL	-	2mL	0.5mL	3mL	0.5mL
平衡pH	12.3-12.8	12.3-12.8	11.3-11.6	11.0-11.5	9.7-10.3	9.5-10.0

[0087] 本实施例中,第8圈有机相循环的萃余液中锂浓度为46ppm,萃取率为97.0%。aqS1中锂和钠的浓度分别为18.4g/L和0.62g/L,可用于碳酸锂的制备。

[0088] 实施例4

[0089] 本实施例与实施例1的区别之处在于:本实施例中萃取剂的改质剂与实施例1中萃

取剂的改质剂不同,本实施例中 β -二酮的结构与实施例1中 β -二酮的结构不同。改质剂的不同主要体现在叔胺萃取剂和酮的结构不同,本实施例中的酮为对甲基苯丁酮,即R1、R2、R3均为H,R4为CH₃,R5为Ar,且Ar的结构如式(III)所示,R19、R20、R22、R23均为H,R21为CH₃;本实施例中的叔胺萃取剂为三辛胺,即R6、R7和R8均为C₈C₁₇;本实施例中的 β -二酮为1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮,即R10、R11均为H,R9、R12均为CH₃;R13为C₇H₁₅。

[0090] 本实施例中,酮(对甲基苯丁酮)与 β -二酮(1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量比为1.6:1,叔胺萃取剂(三辛胺)与 β -二酮(1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.2:1,脂肪醇(异十三醇)与 β -二酮(1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.7:1。

[0091] 本实施例提供的一种锂萃取方法,与实施例1提供的一种锂萃取方法相比,不同的地方如下,其余步骤相同:

[0092] 一、配制萃取有机相:按照对甲基苯丁酮:三辛胺:异十三醇:1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮=1.6:1.2:1.7:1的质量比,配制萃取剂,再取萃取剂230mL,使用加氢煤油稀释至450mL,得到萃取有机相。该萃取有机相中萃取剂浓度为51.1% (v/v)。

[0093] 二、萃取有机相每一圈循环所消耗的氢氧化钠、硫酸和萃取平衡pH值如表5所示。

[0094] 表5氢氧化钠和硫酸消耗以及萃取平衡pH值

[0095]

萃取单元	E1	E2	W1	W2	S1	S2
酸/碱消耗	10-11mL	-	2.2mL	0.5mL	3mL	0.5mL
平衡pH	12.3-12.8	12.3-12.8	11.3-11.6	11.0-11.5	9.7-10.3	9.5-10.0

[0096] 本实施例中,第8圈有机相循环的萃余液中锂浓度为52ppm,萃取率为96.6%。aqS1中锂和钠的浓度分别为19.1g/L和0.58g/L,可用于碳酸锂的制备。

[0097] 实施例5

[0098] 本实施例与实施例1的区别之处在于:本实施例中萃取剂的改质剂与实施例1中萃取剂的改质剂不同,本实施例中 β -二酮的结构与实施例1中 β -二酮的结构不同。本实施例中,改质剂只含叔胺萃取剂和脂肪醇,叔胺萃取剂、脂肪醇与实施例1相同。本实施例中的 β -二酮为1-(2,5-二甲基)苯基-3-叔壬基-1,3-丙二酮,即R10、R11均为H,R9、R12均为CH₃;R13为C₉H₁₉。

[0099] 本实施例中,叔胺萃取剂(三辛癸胺)与 β -二酮(1-(2,5-二甲基)苯基-3-叔壬基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.2:1,脂肪醇(异十三醇)与 β -二酮(1-(2,5-二甲基)苯基-3-异庚基-1,3-丙二酮)的质量之比为1.2:1。

[0100] 本实施例提供的一种锂萃取方法,与实施例1提供的一种锂萃取方法相比,不同的地方如下,其余步骤相同:

[0101] 一、配制萃取有机相:按照三辛癸胺:异十三醇:1-(2,5-二甲基)苯基-3-叔壬基-1,3-丙二酮=1.2:1.2:1的质量比,配制萃取剂,再取萃取剂250mL,使用加氢煤油稀释至450mL,得到萃取有机相。该萃取有机相中萃取剂浓度为55.5% (v/v)。

[0102] 二、萃取有机相每一圈循环所消耗的氢氧化钠、硫酸和萃取平衡pH值如表6所示。

[0103] 表6氢氧化钠和硫酸消耗以及萃取平衡pH值

[0104]

萃取单元	E1	E2	W1	W2	S1	S2
酸/碱消耗	10-11mL	-	2.3mL	0.5mL	3mL	0.5mL

平衡pH	12.3-12.8	12.3-12.8	11.3-11.6	11.0-11.5	9.7-10.3	9.5-10.0
------	-----------	-----------	-----------	-----------	----------	----------

[0105] 本实施例中,第8圈有机相循环的萃余液中锂浓度为61ppm,萃取率为96.0%。aqS1中锂和钠的浓度分别为19.5g/L和0.63g/L,可用于碳酸锂的制备。

[0106] 综上所述,本发明中的锂萃取剂能够有效萃取含锂溶液中的锂元素,并且按照本发明中的锂萃取方法,能够使得锂的萃取率高达97.6%。不仅如此,本发明中的锂萃取剂未使用有机磷化合物三烷基氧化磷,降低了萃取剂的成本,同时降低了对环境的污染级别,从而降低了三废处理成本,能够直接以及间接地降低溶剂萃取技术提锂的成本,具有非常优秀的工业应用前景。

[0107] 以上的仅是本发明的实施例,该发明不限于此实施案例涉及的领域,方案中公知的具体结构及特性等常识在此未作过多描述,所属领域普通技术人员知晓申请日或者优先权日之前发明所属技术领域所有的普通技术知识,能够获知该领域中所有的现有技术,并且具有应用该日期之前常规实验手段的能力,所属领域普通技术人员可以在本申请给出的启示下,结合自身能力完善并实施本方案,一些典型的公知结构或者公知方法不应当成为所属领域普通技术人员实施本申请的障碍。应当指出,对于本领域的技术人员来说,在不脱离本发明结构的前提下,还可以作出若干变形和改进,这些也应该视为本发明的保护范围,这些都不会影响本发明实施的效果和本发明的实用性。本申请要求的保护范围应当以其权利要求的内容为准,说明书中的具体实施方式等记载可以用于解释权利要求的内容。

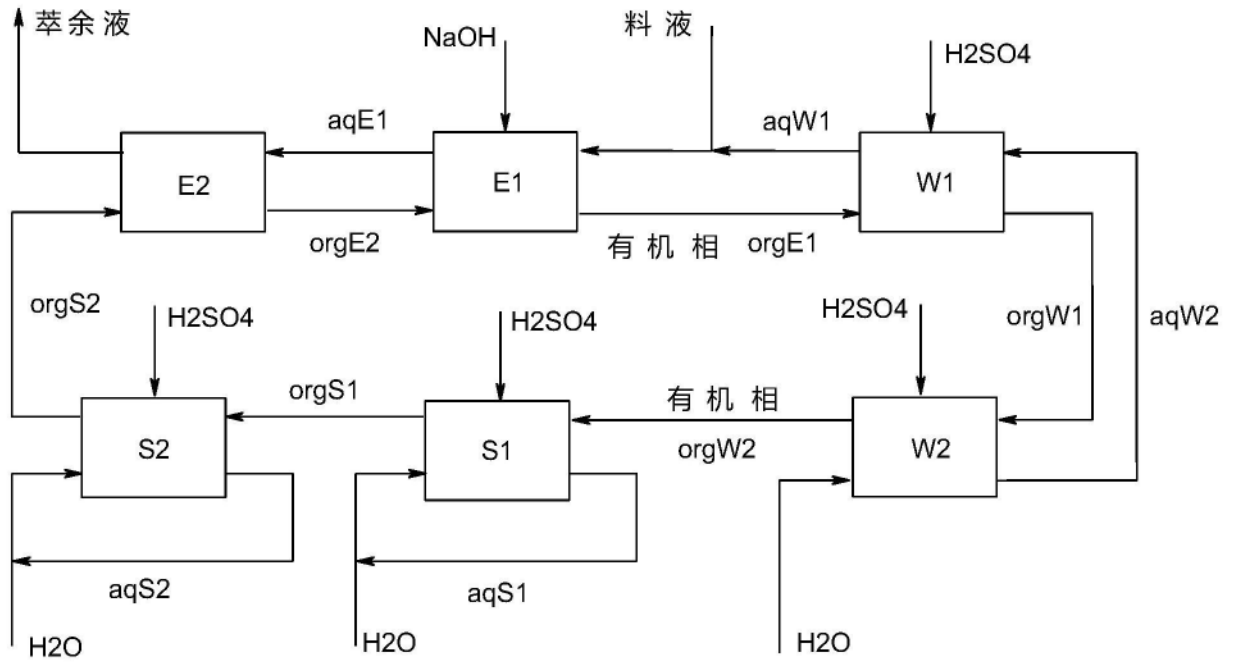


图1