



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102140576 A

(43) 申请公布日 2011.08.03

(21) 申请号 201110042020.1

(22) 申请日 2011.02.21

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130000 吉林省长春市人民大街 5625
号

(72) 发明人 张志峰 李红飞 国富强 冯亚云
孟淑兰

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
代理人 魏晓波 逯长明

(51) Int. Cl.

C22B 3/04 (2006.01)

C22B 23/00 (2006.01)

C22B 34/34 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,包括以下步骤:a)在氧化剂存在下,将细磨后的镍钼矿石在酸液中浸出,过滤后,得到浸出液,所述氧化剂为氯酸钠或氯酸钾;b)向所述浸出液中加入第一碱性化合物,将浸出液的pH值调至1.5~3.5,过滤后分别得到沉淀和上清液;c)向所述上清液中加入第二碱性化合物,将所述上清液的pH值调至5~7,过滤后得到含镍化合物;d)将所述沉淀在碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液,将所述含钼浸出液经过萃取和反萃取处理后,得到含钼化合物。本发明以氯酸钾或氯酸钠为氧化剂,钼和镍的浸出率较高,对钼和镍的回收率也均较高。

1. 一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,包括以下步骤:
 - a) 在氧化剂存在下,将细磨后的镍钼矿石在酸液中浸出,过滤后,得到浸出液,所述氧化剂为氯酸钠或氯酸钾;
 - b) 向所述浸出液中加入第一碱性化合物,将浸出液的 pH 值调至 1.5 ~ 3.5,过滤后分别得到沉淀和上清液;
 - c) 向所述上清液中加入第二碱性化合物,将所述上清液的 pH 值调至 5 ~ 7,过滤后得到含镍化合物;
 - d) 将所述沉淀在碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液,将所述含钼浸出液经过萃取和反萃取处理后,得到含钼化合物。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述酸液的质量为所述镍钼矿石质量的 10% ~ 300%,所述酸液为工业硫酸或工业盐酸。
3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述氧化剂的质量为所述镍钼矿石质量的 20% ~ 200%。
4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述步骤 a) 中,所述浸出的温度为 50°C ~ 100°C,所述浸出的时间为 0.5h ~ 5h。
5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述第一碱性化合物为石灰和碳酸钠中的一种或两种。
6. 根据权利要求 5 所述的方法,其特征在于,所述步骤 b) 中,加入所述第一碱性化合物时的温度为 50°C ~ 100°C,所述第一碱性化合物加入完毕后静置 0.5h ~ 3h 再进行过滤。
7. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述第二碱性化合物为氢氧化钠或碳酸钠。
8. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述步骤 d) 具体包括:
 - d1) 将所述沉淀在 50°C ~ 100°C 的碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液;
 - d2) 用酸液将所述含钼浸出液的 pH 值调节至 1 ~ 4;
 - d3) 用阴离子交换柱萃取所述步骤 d2) 得到的含钼浸出液,得到负载钼的阴离子交换柱;
 - d4) 以氨水为反萃取剂洗脱所述负载钼的阴离子交换柱,得到含钼化合物。
9. 根据权利要求 8 所述的方法,其特征在于,所述步骤 d1) 中,所述碱液为氢氧化钠和碳酸钠的混合溶液,浸出的温度为 50°C ~ 100°C,所述浸出的时间为 0.5h ~ 3h。
10. 根据权利要求 8 所述的方法,其特征在于,所述步骤 d4) 中,所述氨水的质量浓度为 1% ~ 30%。

一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法

技术领域

[0001] 本发明属于矿物提取技术领域,尤其涉及一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法。

背景技术

[0002] 镍钼矿是一种多金属复杂矿资源,主要分布在我国湘、鄂、渝、黔、川、贵、陕、甘等矿带中。镍钼矿中钼含量约为 2.5%~11%,镍含量约为 0.7%~7.7%,还含有碳、硫、铁等其他元素。

[0003] 现有技术公开了多种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,如申请号为 95110744.5 的中国专利文献公开了采用机械选矿和低温选择性还原相结合的方法分离镍钼矿中的镍和钼,首先将原矿破碎、球磨、分级后,采用重选的方法将镍钼初步分离;然后抑制镍浮选钼;再将矿石在 400℃~700℃下焙烧脱硫,继续在 800℃~1100℃的条件下还原后选镍,该方法可获得两种炉料,一种炉料含钼 11%、含镍 2%,另一种炉料含钼 3%,含镍 8%。申请号为 88102597.6 的中国专利文献公开的方法中,首先将镍钼矿在 530℃~570℃焙烧,然后用浓硫酸在加热条件下熟化 2h~3h,然后在 85℃浸出 1.5h,并加入氨水分离相,得到母液;对所述母液进行萃取后可回收钼,继续萃取除铁、结晶后得到硫酸镍。申请号为 97107568.9 的中国专利文献公开了一种用碳酸钠转化处理黑色页岩分离钼镍的方法,首先将黑色页岩脱硫焙烧,粉碎后加入 50%的碳酸钠和 30%的水进行调浆,然后经过高温转化、水浸分离,得到镍精矿和含有钼的浸液,浸液经净化、沉钼处理后即得到钼酸钙盐。上述三种方法虽然能够将钼、镍分离提取,但是均采用焙烧的方法进行脱硫,不仅需要高温、对设备要求较高,而且会产生 SO₂,造成环境污染。

[0004] 申请号为 99114736.7 的中国专利文献公开了一种采用弱碱和氧化剂对钼镍共生矿直接浸出的方法,将原矿经过球磨后,不经过焙烧,用弱碱和氧化剂加热浸提、过滤、萃取、反萃取后得到钼酸铵,将萃取后得到的萃余液酸化、浓缩后可得到硫酸镍,其中,钼的回收率为 80%,镍的回收率为 88%。申请号为 99114737.5 的中国专利文献公开了一种采用稀酸和氧化剂对钼镍共生矿直接浸出的方法,将原矿经过球磨后,不经过焙烧,用稀酸和氧化剂加热浸提、萃取、反萃取后得到钼酸铵,将萃取后得到的萃余液酸化、浓缩后可得到硫酸镍,其中,钼的回收率为 90%,镍的回收率为 93%。申请号为 200610031788.8 的中国专利文献公开了一种以碱性溶液作为浸出溶液对经过细磨的镍钼矿进行浸出,在浸出过程中向矿浆中加入空气、富氧空气或氧气,将钼、钨、钒等金属元素浸出,镍、铜等元素保留在渣中,钼的浸出率可达 94%~98%。上述方法均无需进行焙烧,不会产生 SO₂ 污染环境,但是,上述方法对钼和镍的回收率较低,得到的产品纯度也较低。

发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明要解决的技术问题在于提供一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,本发明提供的方法对钼和镍的回收率较高,工艺流程简单、生产成本低。

[0006] 本发明提供了一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,包括以下步骤:

[0007] a) 在氧化剂存在下,将细磨后的镍钼矿石在酸液中浸出,过滤后,得到浸出液,所述氧化剂为氯酸钠或氯酸钾;

[0008] b) 向所述浸出液中加入第一碱性化合物,将浸出液的 pH 值调至 1.5 ~ 3.5,过滤后分别得到沉淀和上清液;

[0009] c) 向所述上清液中加入第二碱性化合物,将所述上清液的 pH 值调至 5 ~ 7,过滤后得到含镍化合物;

[0010] d) 将所述沉淀在碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液,将所述含钼浸出液经过萃取和反萃取处理后,得到含钼化合物。

[0011] 优选的,所述酸液的质量为所述镍钼矿石质量的 10% ~ 300%,所述酸液为工业硫酸或工业盐酸。

[0012] 优选的,所述氧化剂的质量为所述镍钼矿石质量的 20% ~ 200%。

[0013] 优选的,所述步骤 a) 中,所述浸出的温度为 50°C ~ 100°C,所述浸出的时间为 0.5h ~ 5h。

[0014] 优选的,所述第一碱性化合物为石灰和碳酸钠中的一种或两种。

[0015] 优选的,所述步骤 b) 中,加入所述第一碱性化合物时的温度为 50°C ~ 100°C,所述第一碱性化合物加入完毕后静置 0.5h ~ 3h 再进行过滤。

[0016] 优选的,所述第二碱性化合物为氢氧化钠或碳酸钠。

[0017] 优选的,所述步骤 d) 具体包括:

[0018] d1) 将所述沉淀在 50°C ~ 100°C 的碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液;

[0019] d2) 用酸液将所述含钼浸出液的 pH 值调节至 1 ~ 4;

[0020] d3) 用阴离子交换柱萃取所述步骤 d2) 得到的含钼浸出液,得到负载钼的阴离子交换柱;

[0021] d4) 以氨水为反萃取剂洗脱所述负载钼的阴离子交换柱,得到含钼化合物。

[0022] 优选的,所述步骤 d1) 中,所述碱液为氢氧化钠和碳酸钠的混合溶液,浸出的温度为 50°C ~ 100°C,所述浸出的时间为 0.5h ~ 3h。

[0023] 优选的,所述步骤 d4) 中,所述氨水的质量浓度为 1% ~ 30%。

[0024] 与现有技术相比,本发明以酸液为浸出溶液,在氯酸钾或氯酸钠为氧化剂的条件下将细磨后的镍钼矿石浸出,然后通过分级沉淀法将镍和钼分离,再将通过萃取和反萃取将钼分离,分别得到含镍化合物和含钼化合物。本发明无需将镍钼矿焙烧,较为清洁,不会产生 SO₂ 污染环境。本发明以氯酸钾或氯酸钠为氧化剂,钼和镍的浸出率较高;然后采用分级沉淀法,通过调节浸出液的 pH 值使钼和镍分别沉淀,分别进行处理后得到含镍化合物和含钼化合物,对钼和镍的回收率均较高。实验表明,通过本发明提供的方法,镍的收率可达 97%,钼的收率可达 93%。另外,本发明提供的方法工艺流程简单,原料简单易得,生产成本低。

具体实施方式

[0025] 本发明提供了一种从镍钼矿中提取镍和钼的方法,包括以下步骤:

[0026] a) 在氧化剂存在下,将细磨后的镍钼矿石在酸液中浸出,过滤后,得到浸出液,所述氧化剂为氯酸钠或氯酸钾;

[0027] b) 向所述浸出液中加入第一碱性化合物,将浸出液的 pH 值调至 1.5 ~ 3.5,过滤后分别得到沉淀和上清液;

[0028] c) 向所述上清液中加入第二碱性化合物,将所述上清液的 pH 值调至 5 ~ 7,过滤后得到含镍化合物;

[0029] d) 将所述沉淀在碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液,将所述含钼浸出液经过萃取和反萃取处理后,得到含钼化合物。

[0030] 本发明以氯酸钠或氯酸钾为氧化剂,以酸液为浸出溶液将所述镍钼矿石浸出,过滤后得到浸出液,然后通过分级沉淀法将镍和钼分离,再将通过萃取和反萃取将钼分离,分别得到含镍化合物和含钼化合物。

[0031] 本发明以镍钼矿为原料,所述镍钼矿可以为镍钼硫化矿、镍钼硫化矿与钼氧化矿的混合矿、镍钼硫化矿与钼精粉的混合矿、镍钼硫化矿与其他矿石的混合矿。本发明将所述镍钼矿按照本领域技术人员熟知的方法破碎、球磨后,即可用于钼和镍的分离和提取。按照本发明,所述镍钼矿石的粒径优选小于 0.154mm,更优选小于 0.150mm,最优选小于 0.10mm。

[0032] 按照本发明,所述球磨后的镍钼矿石在氧化剂存在的条件下在酸液中浸出,具体包括以下步骤:

[0033] 向所述球磨后的镍钼矿石加入水进行打浆,得到矿浆;

[0034] 向所述矿浆中加入酸液,然后向所述矿浆中缓慢加入氧化剂浸出。

[0035] 在所述浸出过程中,所述镍钼矿石的质量与所述水的质量比优选为 1 : 1 ~ 1 : 10,更优选为 1 : 1 ~ 1 : 8,最优选为 1 : 1 ~ 1 : 5。

[0036] 在所述浸出过程中,所述酸液优选为盐酸和硫酸中的一种或两种,更优选为工业盐酸或工业硫酸;当所述酸液为硫酸和盐酸的混合溶液时,本发明对所述硫酸和盐酸的比例没有特殊限制。所述酸液的质量优选为所述镍钼矿石质量的 10% ~ 300%,更优选为 20% ~ 200%,最优选为 50% ~ 100%。

[0037] 在所述浸出过程中,所述氧化剂为氯酸钾或氯酸钠,优选为氯酸钠;所述氧化剂的质量优选为所述镍钼矿石质量的 20% ~ 200%,更优选为 50% ~ 150%,最优选为 70% ~ 100%。

[0038] 为了使镍和钼的浸出率较大,所述镍钼矿石优选在搅拌的条件下在含有氧化剂的酸液中浸出,所述浸出的温度优选为 50°C ~ 100°C,更优选为 60°C ~ 90°C,最优选为 70°C ~ 80°C;所述浸出的时间优选为 0.5h ~ 5h,更优选为 1h ~ 4h,最优选为 2h ~ 3h。

[0039] 在浸出过程中,钼和镍在氧化剂和酸液的作用下溶解于酸液中,而其他不溶元素则留在矿石中。浸出完成后,过滤得到的溶液,得到浸出液。

[0040] 得到浸出液后,采用分级沉淀法分离回收其中的钼和镍。首先向所述浸出液中加入第一碱性化合物,将浸出液的 pH 值调至 1.5 ~ 3.5,使钼沉淀,过滤后分别得到沉淀和上清液,其中,沉淀为含钼沉淀,上清液为含有镍的上清液。

[0041] 所述第一碱性化合物优选为石灰和碳酸钠中的一种或两种,更优选为石灰;当所述第一碱性化合物为石灰和碳酸钠的混合物时,本发明对所述石灰和碳酸钠的比例没有任何限制。用第一碱性氧化物将所述浸出液的 pH 值调节至 1.5 ~ 3.5,优选为 2 ~ 3,浸出液中的钼离子发生沉淀。为了使钼离子沉淀完全,加入所述第一碱性化合物时的温度优选为 50°C ~ 100°C,更优选为 60°C ~ 90°C,最优选为 70°C ~ 80°C。第一碱性化合物加入完毕后,

优选将所述浸出液静置 0.5h ~ 3h,更优选静置 1h ~ 2.5h,最优选为 1.5h ~ 2h 后,将所述浸出液过滤,得到含钼的沉淀和含镍的上清液,分别对所述沉淀和上清液进行处理后,即可得到含钼化合物和含镍化合物。

[0042] 向上述得到的上清液中加入第二碱性化合物,将所述上清液的 pH 值调至 5 ~ 7,此时,镍离子发生沉淀,过滤后即可得到含镍化合物。按照本发明,所述第二碱性化合物为碳酸钠或氢氧化钠,优选为氢氧化钠。用第二碱性化合物将所述上清液的 pH 值调节为 5 ~ 7,优选为 5.5 ~ 6.5,更优选为 5.8 ~ 6.3。根据第二碱性化合物的不同,得到的含镍化合物也不同,如当第二碱性化合物为氢氧化钠时,得到的含镍化合物为氢氧化镍;当第二碱性化合物为碳酸钠时,得到的含镍化合物为碳酸镍。

[0043] 浸出液过滤后得到的沉淀中含有钼,将所述沉淀在碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液,将所述含钼浸出液经过萃取和反萃取处理后,得到含钼化合物,具体包括以下过程:

[0044] 将所述沉淀在 50°C ~ 100°C 的碱液中浸出,过滤后得到含钼浸出液;

[0045] 用酸液将所述含钼浸出液的 pH 值调节至 1 ~ 4;

[0046] 用阴离子交换柱萃取所述 pH 值为 1 ~ 4 的含钼浸出液,得到负载钼的阴离子交换柱;

[0047] 以氨水为反萃取剂洗脱所述负载钼的阴离子交换柱,得到含钼化合物。

[0048] 向所述沉淀中加入碱液,使其中的钼浸出,过滤后,得到含钼浸出液。所述碱液优选为氢氧化钠和碳酸钠的混合溶液,其中,所述氢氧化钠和碳酸钠的质量比优选为 10 : 1 ~ 1 : 10,更优选为 8 : 1 ~ 1 : 8,最优选为 5 : 1 ~ 1 : 5。为了使钼浸出完全,所述浸出的温度优选为 50°C ~ 100°C,更优选为 60°C ~ 90°C,最优选为 70°C ~ 80°C;所述浸出的时间优选为 0.5h ~ 3h,更优选为 1h ~ 2.5h,最优选为 1.5h ~ 2h。在用碱液浸出含钼沉淀的过程中,所述浸出的温度即为所述碱液的温度。

[0049] 得到含钼浸出液后,用酸液将所述含钼浸出液的 pH 值调节至 1 ~ 4,优选为 2 ~ 3,便于其中的钼的萃取。所述酸液优选为硫酸和盐酸中的一种或两种,当所述酸液为硫酸和盐酸的混合液时,本发明对所述硫酸和盐酸的比例没有特殊限制。

[0050] 将所述含钼浸出液的 pH 值调节至 1 ~ 4 后,萃取其中的钼。本发明对萃取钼所用的萃取剂煤油特殊限制,可以为本领域技术人员熟知的 TBP、N235 或 P350 等萃取剂。本发明优选以阴离子交换柱对所述含钼浸出液进行萃取,得到负载钼的阴离子交换柱。

[0051] 萃取得到含钼浸出液中的钼后,对所述萃取液进行反萃取。本发明对所述反萃取剂没有特殊限制,优选为氨水,所述氨水的浓度优选为 1% ~ 30%,更优选为 5% ~ 25%。在以阴离子交换柱对所述含钼浸出液进行萃取,得到负载钼的阴离子交换柱后,优选以氨水为反萃取剂洗脱所述负载钼的阴离子交换柱,得到以水溶液形式存在的含钼化合物,所述含钼化合物为钼酸铵。

[0052] 为了提高所述钼酸铵的纯度,本发明优选向所述钼酸铵溶液中加入氯化镁进行除杂,所述氯化镁的质量优选为所述钼酸铵溶液质量的 1 倍 ~ 3 倍,更优选为 1.5 倍 ~ 2.5 倍。

[0053] 将除杂后的钼酸铵溶液按照本领域技术人员熟知的方法进行蒸发、结晶后,得到钼酸铵晶体。

[0054] 与现有技术相比,本发明以酸液为浸出溶液,在氯酸钾或氯酸钠为氧化剂的条件

下将细磨后的镍钼矿石浸出,然后通过分级沉淀法将镍和钼分离,再将通过萃取和反萃取将钼分离,分别得到含镍化合物和含钼化合物。本发明无需将镍钼矿焙烧,较为清洁,不会产生 SO_2 污染环境。本发明以氯酸钾或氯酸钠为氧化剂,钼和镍的浸出率较高;然后采用分级沉淀法,通过调节浸出液的 pH 值使钼和镍分别沉淀,分别进行处理后得到含镍化合物和含钼化合物,对钼和镍的回收率均较高。实验表明,通过本发明提供的方法,镍的收率可达 97%,钼的收率可达 93%。另外,本发明提供的方法工艺流程简单,原料简单易得,生产成本低。

[0055] 为了进一步说明本发明,以下结合实施例对本发明提供的从镍钼矿中提取镍和钼的方法进行详细描述。

[0056] 以下各实施例中,含镍和钼的硫化矿为湖南湘西的钼镍矿其中,钼含量为 3.5%、镍含量为 2.8%、铁含量为 14%;其他各原料均为市售产品。

[0057] 实施例 1

[0058] 将 100g 含镍和钼的硫化矿破碎至粒径小于 0.154mm 的粉矿,将 300g 水加入到所述粉矿中打浆,再加入 300g 工业盐酸,然后缓慢加入 50g 高氯酸钾,升温至 90°C 、搅拌浸出 2h,过滤后得到浸出液;向所述浸出液中加入石灰,调节其 pH 值至 2 后搅拌 30min,过滤后得到富钼渣和富镍上清液;

[0059] 向所述富镍上清液中加入碳酸钠至 pH 值为 5,过滤后得到沉淀物;对所述沉淀物进行成分分析,其为碳酸镍,其中镍的含量为 22.05%,镍的收率为 96.03%;

[0060] 向所述富钼渣中加入 100mL 水打浆,然后加入 50g 碳酸钠和 50g 氢氧化钠,加热至 70°C ,搅拌 1h,过滤后得到富钼上清液和铁渣;用硫酸将所述富钼液的 pH 值调节至 2 后,过 D314 阴离子树脂交换柱吸附钼,当阴离子交换柱流出液中钼含量大于 0.01g/L 时,用 7% 的氨水洗脱阴离子交换柱中的钼,得到粗钼酸铵溶液;向所述粗钼酸铵溶液中加入 MgCl_2 除杂,过滤、蒸发后得到晶体,对所述晶体进行成分分析,其为钼酸铵,其中钼的含量为 58.32%,钼的收率为 92.85%。

[0061] 实施例 2

[0062] 将 100g 含镍和钼的硫化矿破碎至粒径小于 0.154mm 的粉矿,将 300g 水加入到所述粉矿中打浆,再加入 300g 工业硫酸,然后缓慢加入 50g 高氯酸钠,升温至 90°C 、搅拌浸出 2h,过滤后得到浸出液;向所述浸出液中加入工业碳酸钠,调节其 pH 值至 4 后搅拌 30min,过滤后得到富钼渣和富镍上清液;

[0063] 向所述富镍上清液中加入碳酸钠至 pH 值为 7,过滤后得到沉淀物;对所述沉淀物进行成分分析,其为碳酸镍,其中镍的含量为 21.83%,镍的收率为 96.57%;

[0064] 向所述富钼渣中加入 100mL 水打浆,然后加入 50g 碳酸钠和 50g 氢氧化钠,加热至 90°C ,搅拌 1h,过滤后得到富钼上清液和铁渣;用硫酸将所述富钼液的 pH 值调节至 4 后,过 D314 阴离子树脂交换柱吸附钼,当阴离子交换柱流出液中钼含量大于 0.01g/L 时,用 7% 的氨水洗脱阴离子交换柱中的钼,得到粗钼酸铵溶液;向所述粗钼酸铵溶液中加入 MgCl_2 除杂,过滤、蒸发后得到晶体,对所述晶体进行成分分析,其为钼酸铵,其中钼的含量为 61.21%,钼的收率为 93.13%。

[0065] 实施例 3

[0066] 将 100g 含镍和钼的硫化矿破碎至粒径小于 0.154mm 的粉矿,将 500g 水加入到所

述粉矿中打浆,再加入 500g 工业盐酸,然后缓慢加入 100g 高氯酸钾,升温至 90℃、搅拌浸出 2h,过滤后得到浸出液;向所述浸出液中加入石灰,调节其 pH 值至 3 后搅拌 30min,过滤后得到富钼渣和富镍上清液;

[0067] 向所述富镍上清液中加入碳酸钠至 pH 值为 6,过滤后得到沉淀物;对所述沉淀物进行成分分析,其为碳酸镍,其中镍的含量为 22.79%,镍的收率为 97.16%;

[0068] 向所述富钼渣中加入 100mL 水打浆,然后加入 50g 碳酸钠和 50g 氢氧化钠,加热至 80℃,搅拌 1h,过滤后得到富钼上清液和铁渣;用硫酸将所述富钼液的 pH 值调节至 2 后,过 D314 阴离子树脂交换柱吸附钼,当阴离子交换柱流出液中钼含量大于 0.01g/L 时,用 7% 的氨水洗脱阴离子交换柱中的钼,得到粗钼酸铵溶液;向所述粗钼酸铵溶液中加入 $MgCl_2$ 除杂,过滤、蒸发后得到晶体,对所述晶体进行成分分析,其为钼酸铵,其中钼的含量为 59.96%,钼的收率为 92.86%。

[0069] 实施例 4

[0070] 将 100g 含镍和钼的硫化矿破碎至粒径小于 0.154mm 的粉矿,将 300g 水加入到所述粉矿中打浆,再加入总质量为 200g 的工业盐酸和工业硫酸的混合酸,其中工业盐酸和工业硫酸的体积比为 1 : 1,然后缓慢加入 50g 高氯酸钠,升温至 90℃、搅拌浸出 2h,过滤后得到浸出液;向所述浸出液中加入石灰,调节其 pH 值至 3.5 后搅拌 30min,过滤后得到富钼渣和富镍上清液;

[0071] 向所述富镍上清液中加入碳酸钠至 pH 值为 6.5,过滤后得到沉淀物;对所述沉淀物进行成分分析,其为碳酸镍,其中镍的含量为 20.95%,镍的收率为 95.93%;

[0072] 向所述富钼渣中加入 100mL 水打浆,然后加入 50g 碳酸钠和 50g 氢氧化钠,加热至 70℃,搅拌 1h,过滤后得到富钼上清液和铁渣;用硫酸将所述富钼液的 pH 值调节至 2 后,过 D314 阴离子树脂交换柱吸附钼,当阴离子交换柱流出液中钼含量大于 0.01g/L 时,用 7% 的氨水洗脱阴离子交换柱中的钼,得到粗钼酸铵溶液;向所述粗钼酸铵溶液中加入 $MgCl_2$ 除杂,过滤、蒸发后得到晶体,对所述晶体进行成分分析,其为钼酸铵,其中钼的含量为 60.79%,钼的收率为 93.35%。

[0073] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。