



Dorit Protze (Autor)

Lithiumgewinnung über eine Calcinierung von Salzsee-Kristallisaten



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/8468>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	I
Danksagung	II
Abkürzungsverzeichnis.....	III
Verzeichnis der Mineralnamen	IV
Inhaltsverzeichnis.....	V
1 Einleitung und Problemstellung	1
2 Stand der Literatur.....	3
2.1 Lithiumvorkommen.....	3
2.2 Lithiumgewinnung aus Salzseen.....	4
2.2.1 Fraktionierte Kristallisation	4
2.2.2 Sorption	7
2.2.3 Membranverfahren.....	7
2.2.4 Herstellung von Li ₂ CO ₃ , LiOH und LiCl.....	10
2.3 Thermische Zersetzung von Salzen und Hydraten der Kristallivate aus Salzseen.....	13
2.3.1 Magnesiumchlorid-Hydrate	13
2.3.2 Lithiumchlorid-Hydrate	19
2.3.3 Dinatriumtetraborat-Hydrate.....	21
2.3.4 Magnesiumsulfat-Hydrate	23
2.3.5 Natriumnitrat	25
2.4 Löslichkeit von Lithium- und Magnesium-Salzen in unterschiedlichen Lösungsmitteln.....	27
2.5 System Mg(OH) ₂ -MgSO ₄ ·H ₂ O.....	29
2.6 Phasen- und Schmelzdiagramme	29
2.7 Technische Prinzipien beim Calcinieren von Rohstoffen.....	34
2.7.1 Feststoffcalcination	34
2.7.2 Sprühcalcination	36

Inhaltsverzeichnis

3 Untersuchungen zum Calcinieren eines Salzgemisches vom Typ „Salar de Uyuni“.....	38
3.1 Auswahl des Salzgemischs.....	38
3.2 Entwicklung des Ofenkonzeptes	39
3.3 Entwicklung eines Drehrohrofens mit kontinuierlichem Materialdurchsatz.....	39
3.3.1 Technische Parameter des Ofens	39
3.3.2 Ofeneinstellungen	41
3.3.3 Abgaswäscher	42
3.3.4 Ofenumbau	43
3.3.5 Materialaufgabe	49
3.4 Synthetisches Salzgemisch zur Calcinierung.....	50
3.5 Materialbilanz.....	54
4 Charakterisierung der calcinierten Produkte.....	56
4.1 Oberflächenbeschaffenheit	56
4.2 MgO-Reaktivitätsuntersuchung	58
4.3 Fraktionierung.....	59
4.4 Nasschemische Analysen	61
4.4.1 Tagesfraktionen vor der Fraktionierung.....	61
4.4.2 Fein- und Grobanteil nach der Fraktionierung	63
4.4.3 Vereinigung des Grobanteils	67
4.5 Pulverröntgendiffraktometrie (P-XRD).....	69
4.6 Schlussfolgerungen	76
5 Untersuchungen zu einzelnen thermischen Reaktionen	77
5.1 Thermoanalytische Untersuchung der Gasfreisetzung	77
5.2 Bildung von Lithiumsulfat und dem Doppelsalz $\text{Li}_2\text{Mg}_2(\text{SO}_4)_3$	79
6 Mögliche Reaktionen des Röstgutes mit Wasser	85
6.1 Magnesium-Orthoborat (Kotoit).....	85
6.2 Doppelsalz $\text{Li}_2\text{Mg}_2(\text{SO}_4)_3$	89
6.3 Untersuchung zur 3-1-8-Sulfatphasenbildung	91

Inhaltsverzeichnis

7 Auslaugung des Röstproduktes	94
7.1 Voruntersuchungen an Tagesfraktionen	94
7.1.1 Versuchsübersicht.....	94
7.1.2 Versuchsdurchführung und Beobachtungen	97
7.1.3 Analysenergebnisse und Auswertung	97
7.2 Vereinigter Grobanteil	101
7.2.1 Versuchsübersicht.....	101
7.2.2 Durchführung und Auswertung.....	102
7.2.3 Gesamtbilanz nach zwei Laugungsschritten.....	112
7.3 Schlussfolgerungen	113
8 Prozessschemata und Energiebetrachtungen.....	114
9 Prozessvariationen und Bewertung	127
9.1 Variation des Mg:Li-Massenverhältnis und des Sulfat-Gehaltes.....	127
9.2 Bor	129
9.3 Nitrat.....	129
9.4 Vergleichende Betrachtung mit den klassischen Prozessen	129
10 Zusammenfassung und Ausblick	132
11 Experimentelles	135
11.1 Chemikalien	135
11.2 Analysenmethoden und Geräte.....	136
11.2.1 Nasschemische Analysen	136
11.2.2 Flammenphotometrie	137
11.2.3 Ionenchromatographie (IC)	137
11.2.4 Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....	137
11.2.5 Pulverröntgendiffraktometrie (P-XRD)	138
11.2.6 Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	138
11.2.7 Thermoanalyse (TG/DTA) gekoppelt mit Massenspektrometrie (MS).....	138
11.2.8 Raman-Spektroskopie.....	138

Inhaltsverzeichnis

11.2.9 Bestimmung der spezifischen Oberfläche (BET)	139
11.2.10 MgO-Reaktivitätsbestimmung mittels Zitronensäuretest.....	139
Literaturverzeichnis.....	140
Tabellenverzeichnis.....	XIII
A Anhang	A-1
A 1 Datenbasis HMW84Li2.DAT	A-1
A 2 Nasschemische Analysen der Calcinate	A-8
A 3 P-XRD-Aufnahmen	A-12
A 4 Einwaagen und Durchführung.....	A-27
A 5 Analysenergebnisse der Laugungsversuche.....	A-31