



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109052477 A

(43)申请公布日 2018.12.21

(21)申请号 201811211655.8

(22)申请日 2018.10.18

(71)申请人 谭琴

地址 341000 江西省赣州市章贡区长征大道17号中庭广场东座2810室

(72)发明人 丁伟 邹元焘 王松林 郭荣金
冯志文

(74)专利代理机构 赣州智府晟泽知识产权代理
事务所(普通合伙) 36128

代理人 夏琛莲

(51)Int.Cl.

C01G 41/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺

(57)摘要

本发明公开了一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其工艺包括去杂-碱煮-中和-浓缩-提纯-干燥,本工艺中采用酸碱中和原理对钨酸与NaOH溶液进行完全反应,减少了原料的浪费,同时采用多次浓缩提纯和清洗的方式对钨酸钠进行除杂提纯,使得本工艺中制备的钨酸钠纯净度较高。

1. 一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,其加工工艺过程包括:

(1) 去杂:将原料钨块碾磨至2200-2500目,置于搅拌桶中加入浓H₂SO₄梯度搅拌,以三氧化钨为阳极电极、以石墨烯修饰的碳棒为阴极电极通电催化反应,静置60-100min,过滤出溶杂质,制备的钨酸溶液备用;

(2) 碱煮:将步骤(1)钨酸溶液置于反应釜中进行碱煮,加入过量热碱液液NaOH,在压力50-85Kpa,温度85-105℃,反应完全;

(3) 中和:打开反应釜,利用余热,在PH计检测下持续向溶液中滴加钨酸溶液,直至PH在7即止,所得溶液即为钨酸钠溶液;

(4) 浓缩:将钨酸钠溶液通过蒸发进行浓缩,直至钨酸钠析晶,得到粗钨酸钠;

(5) 提纯:将钨酸钠置于蒸馏水中溶解,使用砂芯过滤装置对其进行过滤,进一步除杂,除杂后再蒸发浓缩析出高纯钨酸钠晶体,再使用有机溶液对其进行清洗3-7次;

(6) 干燥:将钨酸钠置于烘箱烘干,温度60-85℃,烘干时间为80-120min。

2. 根据权利要求1所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述步骤(1)中梯度搅拌的程序包括低速搅拌、中速搅拌和高速搅拌。

3. 根据权利要求2所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min。

4. 根据权利要求1所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述步骤(2)过量热碱液液为过量8%的热碱液液。

5. 根据权利要求4所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述热碱液液为对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃。

6. 根据权利要求1所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述步骤(4)蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠。

7. 根据权利要求1所述的用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其特征在于,所述步骤(5)中有机溶液为无水乙醇。

一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及化学领域,特别是涉及一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺。

背景技术

[0002] 钨酸钠是一种化学品,为无色结晶或白色结晶性粉末,在干燥空气中风化,100℃时失去结晶水,其为生产仲钨酸铵的重要生产原料。

[0003] CN201710802876.1本发明公开了一种环保型钨酸钠制备工艺及其应用,通过含钨废料提取、制备钨酸钠溶液、钨料去杂、钨酸钠溶液浓缩及钨酸钠烘干等步骤从含钨废料提取钨酸钠,本发明一种环保型钨酸钠制备工艺及其应用,工艺简单,绿色环保的生产过程,产品纯度高,广泛适合在颜料行业及医疗行业使用。

[0004] CN201080005895.8本发明提供:通过供给由硝酸钠或亚硝酸钠构成的氧化剂(4)以使含钨材料(3)和氧化剂(4)在含氧气氛中相互接触,从而连续地生成反应产物(9)以制备钨酸钠的方法;使用该方法收集钨的方法;以及制备钨酸钠的装置。本发明还提供:制备钨酸钠水溶液的方法,其中将还原剂投入到含有上述反应产物的熔液(9)中,随后将所述熔液(9)溶解于水中;以及使用该方法收集钨的方法。

[0005] 上述专利在制备钨酸钠上存在纯净度不高的问题,这会对以钨酸钠作为原料的产品品质产生影响。

发明内容

[0006] 一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其加工工艺过程包括:

[0007] (1) 去杂:将原料钨块碾磨至2200-2500目,置于搅拌桶中加入浓H₂SO₄梯度搅拌,以三氧化钨为阳极电极、以石墨烯修饰的碳棒为阴极电极通电催化反应,静置60-100min,过滤出溶杂质,制备的钨酸溶液备用;

[0008] (2) 碱煮:将步骤(1)钨酸溶液置于反应釜中进行碱煮,加入过量热碱液液NaOH,在压力50-85Kpa,温度85-105℃,反应完全;

[0009] (3) 中和:打开反应釜,利用余热,在PH计检测下持续向溶液中滴加钨酸溶液,直至PH在7即止,所得溶液即为钨酸钠溶液;

[0010] (4) 浓缩:将钨酸钠溶液通过蒸发进行浓缩,直至钨酸钠析晶,得到粗钨酸钠;

[0011] (5) 提纯:将钨酸钠置于蒸馏水中溶解,使用砂芯过滤装置对其进行过滤,进一步除杂,除杂后再蒸发浓缩析出高纯钨酸钠晶体,再使用有机溶液对其进行清洗3-7次;

[0012] (6) 干燥:将钨酸钠置于烘箱烘干,温度60-85℃,烘干时间为80-120min。

[0013] 优选的,所述步骤(1)中梯度搅拌的程序包括低速搅拌、中速搅拌和高速搅拌。

[0014] 优选的,所述低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min。

[0015] 优选的,所述步骤(2)过量热碱液液为过量8%的热碱液液。

[0016] 优选的,所述热碱液液为对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃。

[0017] 优选的,所述步骤(4)蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠。

[0018] 优选的,所述步骤(5)中有机溶液为无水乙醇。

[0019] 有益效果:本发明提供了一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其工艺包括去杂-碱煮-中和-浓缩-提纯-干燥,本工艺中采用酸碱中和原理对钨酸与NaOH溶液进行完全反应,减少了原料的浪费,同时采用多次浓缩提纯和清洗的方式对钨酸钠进行除杂提纯,使得本工艺中制备的钨酸钠纯净度较高,所述步骤(1)中梯度搅拌的程序包括低速搅拌、中速搅拌和高速搅拌,所述低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min,该工艺能够实现钨酸的充分反应,所述步骤(2)过量热碱液液为过量8%的热碱液液,该工艺能够保证将钨酸能够完全反应减少了原料的浪费,所述热碱液液为对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃,该工艺提前对反应物预热能够加快反应进程,减少了反应耗时,所述步骤(4)蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠,该工艺能够实现钨酸钠溶液的快速蒸发析晶,以制备出钨酸钠晶体,所述步骤(5)中有机溶液为无水乙醇,由于钨酸钠不溶于乙醇,因此使用乙醇对其进行清洗能够有效出去钨酸钠表面的杂质,且不损耗钨酸钠。

具体实施方式

[0020] 为使本发明实现的技术手段、创作特征、达成目的与功效易于明白了解,下面结合具体实施方式,进一步阐述本发明。

[0021] 实施例1:

[0022] 一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其工艺过程包括:

[0023] (1) 去杂:将原料钨块碾磨至2200目,置于搅拌桶中加入浓H₂SO₄梯度搅拌,梯度搅拌的程序包括低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min,以三氧化钨为阳极电极、以石墨烯修饰的碳棒为阴极电极通电催化反应,静置60min,过滤出溶杂质,制备的钨酸溶液备用;

[0024] (2) 碱煮:将步骤(1)钨酸溶液置于反应釜中进行碱煮,对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃,加入8%过量热碱液液NaOH,在压力50Kpa,温度85℃,反应完全;

[0025] (3) 中和:打开反应釜,利用余热,在PH计检测下持续向溶液中滴加钨酸溶液,直至PH在7即止,所得溶液即为钨酸钠溶液;

[0026] (4) 浓缩:将钨酸钠溶液通过蒸发进行浓缩,直至钨酸钠析晶,得到粗钨酸钠,蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠;

[0027] (5) 提纯:将钨酸钠置于蒸馏水中溶解,使用砂芯过滤装置对其进行过滤,进一步除杂,除杂后再蒸发浓缩析出高纯钨酸钠晶体,再使用无水乙醇对其进行清洗3次;

[0028] (6) 干燥:将钨酸钠置于烘箱烘干,温度60℃,烘干时间为80min。

[0029] 实施例2:

[0030] 一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其配方包括:

[0031] (1) 去杂:将原料钨块碾磨至2400目,置于搅拌桶中加入浓H₂SO₄梯度搅拌,梯度搅拌的程序包括低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min,以三氧化钨为阳极电极、以石墨烯修饰的碳棒为阴极电极通电催化反应,静置80min,过滤出溶杂质,制备的钨酸溶液备用;

[0032] (2) 碱煮:将步骤(1)钨酸溶液置于反应釜中进行碱煮,对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃,加入8%过量热碱液液NaOH,在压力68Kpa,温度95℃,反应完全;

[0033] (3) 中和:打开反应釜,利用余热,在PH计检测下持续向溶液中滴加钨酸溶液,直至PH在7即止,所得溶液即为钨酸钠溶液;

[0034] (4) 浓缩:将钨酸钠溶液通过蒸发进行浓缩,直至钨酸钠析晶,得到粗钨酸钠,蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠;

[0035] (5) 提纯:将钨酸钠置于蒸馏水中溶解,使用砂芯过滤装置对其进行过滤,进一步除杂,除杂后再蒸发浓缩析出高纯钨酸钠晶体,再使用无水乙醇对其进行清洗5次;

[0036] (6) 干燥:将钨酸钠置于烘箱烘干,温度75℃,烘干时间为100min。

[0037] 实施例3:

[0038] 一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其配方包括:

[0039] (1) 去杂:将原料钨块碾磨至2500目,置于搅拌桶中加入浓H₂SO₄梯度搅拌,梯度搅拌的程序包括低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min,以三氧化钨为阳极电极、以石墨烯修饰的碳棒为阴极电极通电催化反应,静置100min,过滤出溶杂质,制备的钨酸溶液备用;

[0040] (2) 碱煮:将步骤(1)钨酸溶液置于反应釜中进行碱煮,对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃,加入8%过量热碱液液NaOH,在压力85Kpa,温度105℃,反应完全;

[0041] (3) 中和:打开反应釜,利用余热,在PH计检测下持续向溶液中滴加钨酸溶液,直至PH在7即止,所得溶液即为钨酸钠溶液;

[0042] (4) 浓缩:将钨酸钠溶液通过蒸发进行浓缩,直至钨酸钠析晶,得到粗钨酸钠,蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠;

[0043] (5) 提纯:将钨酸钠置于蒸馏水中溶解,使用砂芯过滤装置对其进行过滤,进一步除杂,除杂后再蒸发浓缩析出高纯钨酸钠晶体,再使用无水乙醇对其进行清洗7次;

[0044] (6) 干燥:将钨酸钠置于烘箱烘干,温度85℃,烘干时间为120min。

[0045] 抽取各实施例的样品进行检测分析,并与现有技术进行对照,得出如下数据:

[0046]

	纯净度	生产周期	原料使用率	钨酸钠损耗率
实施例 1	97.4%	5.3h	95.4%	1.3%
实施例 2	98.2%	5h	96.7%	1.1%
实施例 3	96.9%	5.5h	93.2%	1.4%
现有技术指标	86.5%	8h	87.8%	3.5%

[0047] 根据上述表格数据可以得出,当实施实施例2参数时,本发明用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺的参数为纯净度98.2%,生产周期5h,原料使用率为96.7%,钨酸钠在生产过程中的损耗率为1.1%,而现有技术标准为纯净度86.5%,生产周期8h,原料使用率为87.8%,钨酸钠在生产过程中的损耗率为3.5%,因此本发明一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,生产的钨酸钠纯净度更高,生产周期更短,原料使用率更高,钨酸钠在生产过程中损耗率更低,因此本发明具备显著的优越性。

[0048] 本发明提供了一种用于制备仲钨酸铵的钨酸钠制备工艺,其工艺包括去杂-碱煮-中和-浓缩-提纯-干燥,本工艺中采用酸碱中和原理对钨酸与NaOH溶液进行完全反应,减少了原料的浪费,同时采用多次浓缩提纯和清洗的方式对钨酸钠进行除杂提纯,使得本工艺中制备的钨酸钠纯净度较高,所述步骤(1)中梯度搅拌的程序包括低速搅拌、中速搅拌和高速搅拌,所述低速搅拌为800r/min的转速搅拌8min,中速搅拌为1200r/min的转速搅拌15min,高速搅拌为2000r/min的转速搅拌10min,该工艺能够实现钨酸的充分反应,所述步骤(2)过量热碱液液为过量8%的热碱液液,该工艺能够保证将钨酸能够完全反应减少了原料的浪费,所述热碱液液为对NaOH进行预热处理,将其加热至50℃,该工艺提前对反应物预热能够加快反应进程,减少了反应耗时,所述步骤(4)蒸发浓缩工艺为:将钨酸钠溶液加热至70℃,保持温度5min,钨酸钠开始结晶,加热至90℃,保持20min,钨酸钠大量结晶,加热至100℃,钨酸钠失去结晶水呈无水钨酸钠,该工艺能够实现钨酸钠溶液的快速蒸发析晶,以制备出钨酸钠晶体,所述步骤(5)中有机溶液为无水乙醇,由于钨酸钠不溶于乙醇,因此使用乙醇对其进行清洗能够有效出去钨酸钠表面的杂质,且不损耗钨酸钠。

[0049] 以上所述的仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明创造构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。