



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103241720 A

(43) 申请公布日 2013.08.14

(21) 申请号 201310186851.5

(22) 申请日 2013.05.20

(71) 申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路
253号

(72) 发明人 李国斌 苏毅 胡亮

(51) Int. Cl.

C01B 25/37(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,该方法采用酸溶液浸取磷酸淤渣,经分离,浸出液用碱溶液调溶液 pH,经沉淀、分离、洗涤得到非晶态磷酸铁产品,该方法工艺简单、处理时间短,设备要求简单,操作容易、安全。

1. 一种磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,其特征在于经过下列步骤:
 - A、按 2 ~ 4:1 的液固质量比,在酸溶液中加入磷酸淤渣进行浸出解离,经分离得浸出渣和浸出液;
 - B、在 A 步骤的浸出液中加入碱溶液,调节溶液的 PH 至 0.5 ~ 1.0 后继续搅拌反应 0.5 ~ 1h,经沉淀后,分离得到沉淀和沉淀液;
 - C、充分洗涤 B 步骤的沉淀至 PH 为 6 ~ 7,经干燥后,得非晶态磷酸铁产品。
2. 根据权利要求 1 所述磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,其特征在于:A 步骤中的浸出是在质量百分比浓度为 20 ~ 30% 的酸溶液中,浸出温度 50 ~ 80℃,搅拌速度 300 ~ 500rpm,浸取时间 4 ~ 6h 的条件下完成的。
3. 根据权利要求 2 所述磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,其特征在于:酸溶液为硫酸溶液。
4. 根据权利要求 1 所述磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,其特征在于:采用碱溶液调节系统 PH 过程是在室温,搅拌速度 300 ~ 500rpm 下完成。
5. 根据权利要求 1 所述磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,其特征在于:碱溶液为氨水、氢氧化钠溶液中的一种。

一种磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法

技术领域

[0001] 本发明属化工行业中二次资源利用的领域,具体为涉及湿法磷酸生产过程中产生的磷酸淤渣中磷的提取利用方法。

背景技术

[0002] 磷酸淤渣是湿法磷酸生产过程中,在稀磷酸(过滤酸)蒸发浓缩过程中产生的沉淀和湿法磷酸陈化、澄清、贮存过程中析出的继沉淀盐的混合物,主要成分为硫酸钙、铁、镁、铝的氧化物或磷酸盐及氟硅酸钾、钠等,几乎全由微细的结晶化合物组成,但这些微晶极为细小,其中含 35 ~ 45% P_2O_5 、15 ~ 20% Fe_2O_3 、8 ~ 13%CaO、5%左右 SO_4^{2-} 、3 ~ 5%F 及 3 ~ 5% K_2O 和 Na_2O 等。湿法磷酸生产中产生的淤渣,大量存在于生产系统中,使湿法磷酸生产的消耗上升,成本增加,高品质湿法磷酸的产出量下降等。

[0003] 由于磷酸淤渣中含有大量的 P_2O_5 ,目前湿法磷酸生产企业主要将磷酸淤渣及带有的磷酸一起(称为淤酸、渣酸或酸泥)返回生产系统回收利用,包括(1)返回磷酸浸出反应槽实行封闭循环运行,但由于渣酸成分复杂而会导致磷酸料浆过滤困难,液相磷酸粘度偏高,过滤系统特别是滤液泵结垢堵塞严重及渣酸输送泵及其管线堵死等问题;(2)用于生产 PMAP,但会导致产品太颗粒($\geq 1mm$)含量大幅增加,产品颜色不均匀如偏黑、偏灰、偏黄等问题;(3)用于生产过磷酸钙,但会导致过磷酸钙转化率低等问题,为了提高转化率,只能减少酸泥的加入量。

[0004] 本发明的目的就是开发一条将磷酸淤渣从湿法磷酸系统中分离后,直接利用磷酸淤渣生产具有较高附加值的磷酸盐产品,达到直接利用磷酸淤渣,从而减少磷酸淤渣对湿法磷酸生产系统和湿法磷酸利用的影响,提高湿法磷酸利用效率、降低成本的目的。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种磷酸淤渣制备非晶态磷酸铁的方法,该方法是利用工业副产物生产具有高附加值的磷酸盐的工艺方法,达到资源综合利用,实现循环经济、节能减排目的。

[0006] 本发明采用下列步骤来实现本发明目的:

A、按 2 ~ 4:1 的液固质量比,在酸溶液中加入磷酸淤渣进行浸出解离,经分离得浸出渣和浸出液;

B、在 A 步骤的浸出液中加入碱溶液,调节溶液的 PH 至 0.5 ~ 1.0 (为了避免铁以氢氧化铁的形式水解沉淀析出)后,继续搅拌反应 0.5 ~ 1h,经沉淀后,分离得到磷酸铁非晶态沉淀和沉淀液;

C、充分洗涤 B 步骤的磷酸铁非晶态沉淀至 PH 为 6 ~ 7,经干燥后,得非晶态磷酸铁产品。

[0007] 本发明方法中 A 步骤的浸出是在质量百分比浓度为 20 ~ 30% 的酸溶液中,浸出温度 50 ~ 80 $^{\circ}C$,搅拌 300 ~ 500rpm,浸取时间 4 ~ 6h 的条件下完成的,以使磷酸盐溶解进入

水相。

[0008] 本发明中所述酸溶液为硫酸溶液。

[0009] 本发明方法 B 步骤中采用碱溶液调节系统 PH 过程是在室温, 搅拌速度 300 ~ 500rpm 下完成。

[0010] 本发明中所述碱溶液为氨水、氢氧化钠溶液中的一种。

[0011] 本发明具有下列优点和效果: 采用上述方案, 可有效利用磷酸淤渣中含有的有价成分磷源及铁源, 提取具有高附加值磷酸铁盐产品, 实现资源的二次利用, 该法具有工艺流程简单、处理时间短, 设备要求简单, 操作容易、安全等特点。

具体实施方式

[0012] 下面通过实施例对本发明作进一步详细说明, 但本发明保护范围不局限于所述内容。

[0013] 实施例 1

A、在烧杯中加入质量百分比浓度为 20% 的硫酸溶液 400 克, 按 4:1 的液固质量比, 加入磷酸淤渣 100 克, 在温度 80°C、搅拌速度 400rpm 的条件下浸出 6h, 使淤渣中的磷酸盐溶解进入水溶液相中, 经分离得浸出渣和浸出液;

B、对于 A 步骤得到的浸出液, 在室温、搅拌速度为 400rpm 条件下, 缓慢加入氨水调节系统 PH 值至 0.5, 然后继续搅拌反应 0.5h, 经分离得沉淀和沉淀液;

C、步骤 B 分离得到的沉淀, 用水充分洗涤至 PH 为 7, 然后经干燥得到样品, 该样品经分析为非晶态二水磷酸铁, 含 Fe 29.24%, P 16.03%。

[0014] 实施例 2

A、在烧杯中加入质量浓度为 30% 硫酸溶液 400 克, 按 2:1 的液固质量比, 加入磷酸淤渣 200 克, 在温度 50°C、搅拌速度 500rpm 的条件下浸出 4h, 使淤渣中的磷酸盐溶解进入水溶液相中, 经分离得浸出渣和浸出液;

B、对于 A 步骤得到的浸出液, 在室温、搅拌速度为 300rpm 条件下, 缓慢加入氨水调节系统 PH 值至 0.5, 然后继续搅拌反应 1.0h, 经分离得沉淀和沉淀液;

C、步骤 B 分离得到的沉淀, 用水充分洗涤至 PH 为 6, 然后经干燥得到样品, 该样品经分析为非晶态二水磷酸铁, 含 Fe 29.06%, P 16.01%。

[0015] 实施例 3

A、在烧杯中加入质量浓度为 25% 硫酸溶液 600 克, 按 3:1 的液固质量比, 加入磷酸淤渣 200 克, 在温度 70°C、搅拌速度 300rpm 的条件下浸出 5h, 使淤渣中的磷酸盐溶解进入水溶液相中, 经分离得浸出渣和浸出液;

B、对于 A 步骤得到的浸出液, 在室温、搅拌速度为 500rpm 条件下, 缓慢加入氨水调节系统 PH 值至 1.0, 然后继续搅拌反应 0.8h, 经分离得沉淀和沉淀液;

C、步骤 B 分离得到的沉淀, 用水充分洗涤至 PH 为 6.5, 然后经干燥得到样品, 该样品经分析为非晶态二水磷酸铁, 含 Fe 29.37%, P 16.02%。

[0016] 实施例 4

A、在烧杯中加入质量浓度为 24% 硫酸溶液 400 克, 按 2:1 的液固质量比, 加入磷酸淤渣 200 克, 在温度 60°C、搅拌速度 350rpm 的条件下浸出 5h, 使淤渣中的磷酸盐溶解进入水溶液

相中,经分离得浸出渣和浸出液;

B、对于 A 步骤得到的浸出液,在室温、搅拌速度为 400rpm 条件下,缓慢加入质量浓度 20% 的氢氧化钠溶液调节系统 PH 值至 0.5,然后继续搅拌反应 1h,经分离得沉淀和沉淀液;

C、步骤 B 分离得到的沉淀,用水充分洗涤至 PH 为 7,然后经干燥得到样品,该样品经分析为非晶态二水磷酸铁,含 Fe29.12%, P16.05%。

[0017] 实施例 5

A、在烧杯中加入质量浓度为 28% 硫酸溶液 300 克,按 3:1 的液固质量比,加入磷酸淤渣 100 克,在温度 75°C、搅拌速度 450rpm 的条件下浸出 5.5h,使淤渣中的磷酸盐溶解进入水溶液相中,经分离得浸出渣和浸出液;

B、对于 A 步骤得到的浸出液,在室温、搅拌速度为 350rpm 条件下,缓慢加入质量浓度 20% 的氢氧化钠溶液调节系统 PH 值至 0.8,然后继续搅拌反应 0.6h,经分离得沉淀和沉淀液;

C、步骤 B 分离得到的沉淀,用水充分洗涤至 PH 为 7,然后经干燥得到样品,该样品经分析为非晶态二水磷酸铁,含 Fe29.21%, P16.04%。