



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104630490 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 20

---

(21) 申请号 201510067411. 7

(22) 申请日 2015. 02. 10

(71) 申请人 江西稀有金属钨业控股集团有限公司

地址 330046 江西省南昌市北京西路 118 号

(72) 发明人 林国荣 李继红

(74) 专利代理机构 南昌新天下专利商标代理有限公司 36115

代理人 施秀瑾

(51) Int. Cl.

C22B 7/02(2006. 01)

C22B 7/04(2006. 01)

---

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种制备钨酸铵的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种以煅烧铵钨化合物的尾气为原料来制备钨酸铵的方法，包括回收煅烧铵钨化合物尾气工序，回收液分解工序，固液分离工序；回收尾气包括一级在烟道前段旋风式回收，二级在烟道中段水逆流冷凝回收尾气，三级在烟道后段采用电导率≤50 μs/Cm 的去离子水喷淋回收尾气；将尾气的回收液与氨水渣一起转入反应釜，液固比为 (5~3)/1，浓度控制在 5%~10%，反应釜升至 80~100℃，并保温 5~15h 后，密封状态下静置 2~5h；将上清溶液泵入钨酸铵溶液贮槽，转入仲钨酸铵结晶工序；本发明以煅烧铵钨化合物的尾气为原料来制备钨酸铵，减少尾气污染，变废为宝，制得高质量的钨酸铵。

1. 一种制备钨酸铵的方法,是以煅烧铵钨化合物的尾气为原料,包括回收煅烧铵钨化合物尾气工序,回收液分解工序,固液分离工序;

(一) 回收煅烧铵钨化合物尾气工序共分三级回收尾气:

①、一级是在烟道前段采用旋风式回收尾气;

②、二级是在烟道中段采用水逆流冷凝回收尾气;

③、三级是在烟道后段采用电导率 $\leqslant 50 \mu\text{s}/\text{cm}$ 的去离子水喷淋回收尾气;

④、上述三级以串联的方式连接,烟道内维持微负压,24小时清理一次回收仓氨水渣;

(二) 回收液分解工序:

①、将尾气回收系统的回收液与氨水渣一起转入反应釜,液固比为(5~3)/1;

②、测定溶液中的游离氨浓度,浓度控制在5%~10%,浓度低于8%~10%,补加浓氨水;浓度高于8%~10%,补加去离子水;

③、开启位于反应釜底部及周围蒸的汽夹层加热装置,反应釜内的溶液温度升至80~100℃后,保温5~15h;

(三) 固液分离工序;达到保温的时间要求后,放料至静置槽,密封状态下静置2~5h;将上清溶液泵入钨酸铵溶液贮槽,转入仲钨酸铵结晶工序;

(四) 钨酸铵溶液贮槽的下沉渣过滤后转入碱氢氧化钠分解工序;铵钨化合物经氨分解后,还存在些难以分解的炉结料,为了回收其中的有价金属钨,必须用碱性更强的氢氧化钠去分解,转化成钨酸钠成品。

2. 根据权利要求1所述一种制备钨酸铵的方法,其特征在于:所述将尾气回收系统的回收液与氨水渣一起转入反应釜,液固比优选为4~3.5/1。

3. 根据权利要求1所述一种制备钨酸铵的方法,其特征在于:所述测定溶液中的游离氨浓度,浓度优选控制为8%~10%。

4. 根据权利要求1所述一种制备钨酸铵的方法,其特征在于:所述反应釜内的溶液温度优选升至90~100℃后,优选保温12~15h。

5. 根据权利要求1所述一种制备钨酸铵的方法,其特征在于:所述固液分离工序中,放料至静置槽,密封状态下优选静置2~2.5h。

## 一种制备钨酸铵的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用化工生产过程中排放的尾气，特别是以煅烧铵钨化合物的尾气为原料来制备钨酸铵的方法。在本说明书中，术语“氨水渣”是指煅烧铵钨化合物过程中的烟道灰。

### 背景技术

[0002] 煅烧铵钨化合物是钨粉末冶金原材料的来源方式，煅烧铵钨化合物的尾气中含有大量的水蒸汽、氨及氨水渣，往往以返炉方式处理，但会引起钨氧化、钨产品外观差、煅损超标、粒度分布跨度大等问题。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种以煅烧铵钨化合物的尾气为原料来制备钨酸铵的方法。

[0004] 一种制备钨酸铵的方法，以煅烧铵钨化合物的尾气为原料，包括回收煅烧铵钨化合物尾气工序，回收液分解工序，固液分离工序；

(一) 回收煅烧铵钨化合物尾气工序共分三级回收尾气：

- ①、一级是在烟道前段采用旋风式回收尾气；
- ②、二级是在烟道中段采用水逆流冷凝回收尾气；
- ③、三级是在烟道后段采用电导率 $\leqslant 50 \mu\text{s}/\text{Cm}$ 的去离子水喷淋回收尾气；
- ④、上述三级以串联的方式连接，烟道内维持微负压，24 小时清理一次回收仓氨水渣；

(二) 回收液分解工序：

①、将尾气回收系统的回收液与氨水渣一起转入反应釜，液固比为(5~3)/1；

②、测定溶液中的游离氨浓度，浓度控制在5%~10%，浓度低于8%~10%，补加浓氨水；浓度高于8%~10%，补加去离子水；

③、开启位于反应釜底部及周围蒸的汽夹层加热装置，反应釜内的溶液温度升至80~100℃后，保温5~15h；

(三) 固液分离工序；达到保温的时间要求后，放料至静置槽，密封状态下静置2~5h；将上清溶液泵入钨酸铵溶液贮槽，转入仲钨酸铵结晶工序；

(四) 钨酸铵溶液贮槽的下沉渣过滤后转入碱氢氧化钠分解工序；铵钨化合物经氨分解后，还存在些难以分解的炉结料，为了回收其中的有价金属钨，必须用碱性更强的氢氧化钠去分解，转化成钨酸钠成品。

[0005] 所述将尾气回收系统的回收液与氨水渣一起转入反应釜，液固比优选为4~3.5/1。

[0006] 所述测定溶液中的游离氨浓度，浓度优选控制为8%~10%。

[0007] 所述反应釜内的溶液温度优选升至90~100℃后，优选保温12~15h。

[0008] 所述固液分离工序中，放料至静置槽，密封状态下优选静置2~2.5h。

[0009] 本发明的有益效果是：本发明以煅烧铵钨化合物的尾气为原料来制备钨酸铵，减少尾气污染，变废为宝，制得高质量的钨酸铵。

[0010] 下面结合实施例对本发明进一步说明。

### 具体实施方式

[0011] 实施例 1：一种制备钨酸铵的方法，是以煅烧铵钨化合物的尾气为原料，包括回收煅烧铵钨化合物尾气工序，回收液分解工序，固液分离工序；

(一) 回收煅烧铵钨化合物尾气工序共分三级回收尾气：

①、一级是在烟道前段采用旋风式回收尾气；

②、二级是在烟道中段采用水逆流冷凝回收尾气；

③、三级是在烟道后段采用电导率 $\leq 50 \mu\text{s}/\text{Cm}$  的去离子水喷淋回收尾气；

④、上述三级以串联的方式连接，烟道内维持微负压，24 小时清理一次回收仓氨水渣。

[0012] (二) 回收液分解工序：

①、将尾气回收系统的回收液与氨水渣一起转入反应釜，液固比为 4~3.5/ 1；

②、测定溶液中的游离氨浓度，浓度控制在 8%~10%，浓度低于 8%~10%，补加浓氨水；浓度高于 8%~10%，补加去离子水；

③、开启位于反应釜底部及周围蒸的汽夹层加热装置，反应釜内的溶液温度升至 90~100℃后，保温 12~15h。

[0013] (三) 固液分离工序；达到保温的时间要求后，放料至静置槽，密封状态下静置 2~2.5h；将上清溶液泵入钨酸铵溶液贮槽，转入仲钨酸铵结晶工序。

[0014] (四) 钨酸铵溶液贮槽的下沉渣过滤后转入碱氢氧化钠分解工序；铵钨化合物经氨分解后，还存在些难以分解的炉结料，为了回收其中的有价金属钨，必须用碱性更强的氢氧化钠去分解，转化成钨酸钠成品。