



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106976851 A

(43)申请公布日 2017.07.25

(21)申请号 201710360580.9

(22)申请日 2017.05.21

(71)申请人 石家庄学院

地址 050035 河北省石家庄市高新技术开
发区长江大道6号石家庄学院

(72)发明人 史兰香 张宝华 刘斯婕 郭瑞霞

(51) Int. Cl.

C01B 25/37(2006.01)

C01B 25/40(2006.01)

C05B 17/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法

(57)摘要

本发明公开了一种从锌锰系或锌系磷化处理金属表面产生的磷化渣中制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法。其过程包括：用酸溶解磷化渣，然后用碱调pH1-2，分离出磷酸铁。再将剩余液浓缩，根据磷酸根含量，按一定比例加入85%磷酸和尿素，于110℃和120℃分段加热缩合，制备聚磷酸铵肥料。上述反应生成的氯化铵可起到聚磷酸铵制备过程中降低反应温度的作用，磷化渣中所含少量的铁锌锰等离子不必除去，留在聚磷酸铵肥料中充当养分。本发明所制备的磷酸铁含量>98%。制备的聚磷酸铵肥料，磷(P₂O₅)含量15%~30%，氮含量15-28%，溶解度≥22g/100mL水，具有缓溶性和长效性。

1. 一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 将一定量的磷化渣用酸溶解,过滤除去不溶物,用碱调pH1-2,析出磷酸铁沉淀,过滤,用水洗涤5-6次,干燥,得到磷酸铁;

(2) 测定步骤(1)的滤液中磷酸盐含量,浓缩,按一定比例加入85%磷酸和尿素,100℃反应5分钟,110℃反应5分钟,120℃反应5分钟,逐渐降温,即可得到本发明的聚磷酸铵肥料。

2. 根据权利要求1所述的一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于,步骤(1)中所述的酸为盐酸、盐酸与其它酸的混合物。

3. 根据权利要求1所述的一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于,步骤(1)中所述的碱为氨水、氨水与其它碱的混合物。

4. 根据权利要求1所述的一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于,步骤(1)中产生的副产物氯化铵存在于步骤(1)的滤液中,在步骤(2)的缩合反应中,具有降低缩合反应温度和减少副产物缩二脲生成量的作用,步骤(2)的缩合反应不需要再另外添加具有降低反应温度作用的添加剂。

5. 根据权利要求1所述的一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于,步骤(2)中所述的85%磷酸、磷酸铵盐和尿素的质量比为1:1.2~1.3:1.8~2.2。

6. 根据权利要求1所述的一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,其特征在于,磷化渣中所含的铁锌锰等离子不必除去,留在聚磷酸铵肥料中充当养分。

一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工和环境保护技术领域,具体涉及一种利用磷化渣制备磷酸铁和水溶性聚磷酸铵肥料的方法。

背景技术

[0002] 磷化是金属涂装前必经的表面处理过程。磷化渣是磷化过程产生的固体废弃物,主要成分是磷酸铁和磷酸锌,另外还含有少量的镍、锰、铜等离子。成分复杂,处理不当,会对环境造成污染。研究从磷化渣中提取有用资源,减少污染,意义重大。

[0003] 磷酸铁是制备磷酸铁锂电池材料的原料,也是陶瓷金属釉料配方中的着色剂,若能从磷化渣中将磷酸铁提取出来,不仅可以减轻环境污染,还可以产生经济效益。对磷化渣的处理方法较多,例如,中国专利201410082710.3提供了一种无害化处理磷化渣作为防锈填料的方法;再如:中国专利201210488837.6提供了一种从磷化废渣中提取磷酸铁的方法,值得借鉴。

[0004] 低聚磷酸铵水溶性好,作为肥料,利用率高,易于制备复合肥料,适合滴灌,在发达国家广泛应用。我国农用磷酸铵处于起步阶段,仅有少量生产,生产技术不够成熟。从磷化渣中提取磷酸铁后,仍有部分的铁、锌、锰和磷酸盐资源需要回收,本发明将其加工成农用聚磷酸铵肥料,变废为宝。

发明内容

[0005] 本发明的目的是针对现有技术的不足,提供一种从锌锰系或锌系磷化产生的磷化渣中制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法。操作简单,无二次污染。

[0006] 本发明的技术方案为:

一种利用磷化渣制备磷酸铁和聚磷酸铵肥料的方法,包括以下步骤:

(1) 将一定量的磷化渣用酸溶解,过滤除不溶物,用碱调pH1-2,析出磷酸铁沉淀,过滤,用水洗涤5-6次,干燥,得到磷酸铁;

(2) 测定步骤(1)的滤液中磷酸盐含量,浓缩,按一定比例加入85%磷酸和尿素,100℃反应5分钟,110℃反应5分钟,120℃反应5分钟,逐渐降温,得到本发明的聚磷酸铵肥料。

[0007] 上述步骤(1)中,所述的酸为盐酸、盐酸与其它酸的混合物。

[0008] 上述步骤(1)中,所述的碱为氨水、氨水与其它碱的混合物。

[0009] 上述步骤(1)中产生的副产物氯化铵存在于步骤(1)的滤液中,在步骤(2)的缩合反应中,具有降低缩合反应温度和减少副产物缩二脲生成量的作用,步骤(2)的缩合反应不需要再另外添加起降低反应温度作用的添加剂。

[0010] 上述步骤(2)中所述的85%磷酸、磷酸铵盐和尿素的质量比为1:1.2~1.3:1.8~2.2。

[0011] 本发明中,磷化渣中所含少量的铁锌锰等离子不必除去,留在聚磷酸铵肥料中充当养分。

[0012] 本发明的有益效果在于：

本发明的方法简便易行，制备的磷酸铁纯度较高，制备的聚磷酸铵肥料水溶性较好，有一定的经济价值。对磷化渣进行处理后，解决了污染问题，实现了资源回收利用。

具体实施方式

[0013] 结合具体实施例对本发明作进一步详细说明，但本发明的保护范围不限于下属实施例。

[0014] 实施例1

取干磷化渣100g，加入100mL浓盐酸和100mL水，搅拌溶解，用稀氨水(12.5wt%)调溶液pH1.0，过滤，大量水洗涤5次，干燥，得到含量98.8%的磷酸铁。

[0015] 将上述滤液浓缩至原体积的五分之一，加入13.8g的浓磷酸(85wt%)和27.7g尿素，加热至100℃反应5分钟，再升温至110℃反应5分钟，再升温至120℃反应5分钟，逐步降温，得到聚磷酸铵。磷(P₂O₅)含量23%，氮含量18%，溶解度27g/mL水。

[0016] 实施例2

取干磷化渣100g，加入40mL浓盐酸、60mL浓磷酸和100mL水，搅拌溶解，用稀氨水(12.5wt%)调溶液pH1.8，过滤，大量水洗涤5次，干燥，得到含量98.5%的磷酸铁。

[0017] 将上述滤液浓缩至原体积的五分之一，加入81.6g的浓磷酸(85wt%)和165g尿素，加热至100℃反应5分钟，再升温至110℃反应5分钟，再升温至120℃反应5分钟，逐步降温，得到聚磷酸铵。磷(P₂O₅)含量29%，氮含量21%，溶解度31g/mL水。

[0018] 实施例3

取干磷化渣100g，加入50mL浓盐酸、50mL浓硫酸和100mL水，搅拌溶解，用稀氨水(8wt%)调溶液pH1.0，再用(NH₄)₂CO₃(10wt%)溶液pH2.0，过滤，大量水洗涤5次，干燥，得到含量98.7%的磷酸铁。

[0019] 将上述滤液浓缩至原体积的五分之一，加入14.2g的浓磷酸(85wt%)和28.2g尿素，加热至100℃反应5分钟，再升温至110℃反应5分钟，再升温至120℃反应5分钟，逐步降温，得到聚磷酸铵。磷(P₂O₅)含量21%，氮含量17%，溶解度22g/mL水。