



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104003365 B

(45) 授权公告日 2015. 11. 18

(21) 申请号 201410205024. 0

(22) 申请日 2014. 05. 15

(73) 专利权人 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 苏毅 李国斌 胡亮 李沪萍
罗康碧

(51) Int. Cl.

C01B 25/37(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 103241720 A, 2013. 08. 14,

CN 1202456 A, 1998. 12. 23,

GB 702109 1954. 01. 06,

高春艳等. 湿法磷酸淤渣的分离技术. 《化肥工业》. 2002, 第 29 卷 (第 2 期), 第 3 - 8 页.

审查员 周莹

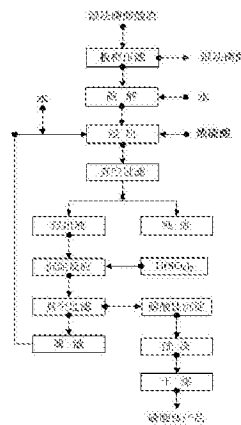
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

湿法磷酸沉积渣制备磷酸钛的方法

(57) 摘要

本发明是一种湿法磷酸沉积渣制备非晶态磷酸钛的方法, 该方法采用板框压滤机分离酸渣, 分离沉积渣用硫酸溶液分解浸出, 分离后, 浸出液加硫酸钛过饱和溶液沉淀, 经分离、洗涤并与 120℃ 干燥 6 小时得到非晶态磷酸钛产品; 硫酸浸取工艺条件为: 固液质量体积比 1:5 ~ 1:10, Ca:H₂SO₄ 摩尔比 1:1.2 ~ 1:2.0, 自然温度, 反应 6 ~ 8 小时; 浸出液沉淀反应条件为搅拌速度 200 ~ 500rpm、室温、Ti⁴⁺:PO₄³⁻ 摩尔数比 3:4, 时间 4 ~ 6 小时。



1. 一种湿法磷酸沉积渣制备磷酸钛的方法,其特征在于经过下列步骤:

A、将含有湿法磷酸的酸渣混合物采用板框压滤机压滤分离,得到固体沉积渣滤饼,滤液作为湿法磷酸使用;

B、对于步骤A得到的固体沉积渣滤饼,按固液质量体积比为1:1加入水并进行破解处理,然后将经破解处理后的物料在搅拌速度为400rpm,室温的条件下加入到预先已加入水或分离磷酸钛后的循环液的反应器中,保持固液质量体积总比为1:5~1:10,然后加入浓硫酸,调节物料中Ca:H₂SO₄摩尔比至1:1.2~1:2.0,于室温下反应6~8小时后,真空过滤分离得到浸出液;用硫酸钛配制硫酸钛过饱和溶液作为沉淀磷酸钛的钛源溶液;

C、对于步骤B得到的浸出液,在搅拌速度200~500rpm、室温的条件下加入硫酸钛过饱和溶液,使体系中的Ti⁴⁺和PO₄³⁻的摩尔数比为3:4,反应4~6小时,促进磷酸钛沉淀的生成;

D、对于步骤C得到的混合物料,采用真空过滤分离固体物料,过滤后滤渣用固体物料体积2倍的水洗涤5次,然后于120℃干燥6小时得到磷酸钛产品。

2. 根据权利要求1所述的湿法磷酸沉积渣制备磷酸钛的方法,其特征在于:所述步骤D得到的滤液返回步骤B用于浸出固体沉积渣滤饼,循环使用。

湿法磷酸沉积渣制备磷酸钛的方法

技术领域

[0001] 本发明属化工行业中工业渣利用的研究领域,具体为涉及利用湿法磷酸浓缩和静置沉积过程中产生的沉积渣制备磷酸钛的方法。

背景技术

[0002] 湿法磷酸沉积渣是在过滤得到的稀湿法磷酸蒸发浓缩和浓湿法磷酸陈化、澄清、贮存过程中产生的继沉淀混合物,由极细小的微晶组成,主要成分为含 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。由于渣中含有大量的 P_2O_5 等有价元素,是一种具有较高价值的二次资源。对于湿法磷酸沉积渣,目前湿法磷酸生产企业主要是将其及带有的磷酸一起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;其次是用于生产 PMAP,但渣的加入会导致产品大颗粒 ($\geq 1mm$) 组分含量的大幅增加,产品颜色不均匀如偏黑、偏灰、偏黄等问题;第三是用于生产过磷酸钙,但会导致过磷酸钙转化率低等问题,为了提高转化率,只能减少渣的加入量。

[0003] 磷酸钛具有无毒、防锈性能好、附着力强、对紫外反射能力强、增白效果好以及耐热阻燃等优点,可作为白色颜料和填料应用于涂料、橡胶、塑料和造纸,作为催化剂应用于石油化工和有机合成,还可用于染料和制革工业等。目前磷酸钛主要是采用分析纯的磷酸和钛试剂为原料进行合成,未见采用湿法磷酸渣为磷源制备磷酸钛的报道。

[0004] 本发明的目的就是开发一条将湿法磷酸沉积渣从湿法磷酸系统直接分离,然后利用沉积渣中含有的有价元素磷生产具有较高附加值的磷酸盐产品,达到直接利用湿法磷酸沉积渣,从而减少湿法磷酸沉积渣对湿法磷酸生产系统的影响,提高湿法磷酸利用效率、降低生产负荷和成本的目的。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种湿法磷酸沉积渣制备磷酸钛的方法,该方法利用磷酸生产过程中产生的含磷工业渣生产具有高附加值的磷酸盐的工艺路线,达到资源有效利用,改善现有湿法磷酸生产工艺,提高经济效益的目的。

[0006] 本发明采用下列步骤来实现:

[0007] A、将含有湿法磷酸的酸渣混合物采用板框压滤机压滤分离,得到固体沉积渣滤饼,该滤饼即为湿法磷酸沉积渣,滤液作为湿法磷酸使用;

[0008] B、对于步骤 A 得到的固体沉积渣滤饼,按固液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理,然后将经破解处理后的物料在搅拌速度为 400rpm,室温的条件下加入到预先已加入水或分离磷酸钛后的循环液的反应器中,保持固(滤饼)液质量体积总比为 1:5~1:10,然后加入浓硫酸,调节物料中 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比至 1:1.2~1:2.0,于自然温度条件下反应 6~8 小时后,真空过滤分离得到浸出液;用硫酸钛配制硫酸钛过饱和溶液作为沉淀磷酸钛的

钛源溶液；

[0009] C、对于步骤B得到的浸出液，在搅拌速度 200～500rpm、室温的条件下加入硫酸钛过饱和溶液，使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4，反应 4～6 小时，促进磷酸钛沉淀的生成；

[0010] D、对于步骤 C 得到的混合物料，采用真空过滤分离固体物料，过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次，然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品。

[0011] 本发明中所述步骤D得到的滤液返回步骤B用于浸出固体沉积渣滤饼，循环使用。

[0012] 本发明具有下列优点和效果：采用上述方案，可有效利用湿法磷酸沉积渣中含有的有价成分磷源，制备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，设备要求简单，操作容易、安全等特点。

附图说明

[0013] 图 1 为本发明工艺流程示意图。

具体实施方式

[0014] 下面通过附图和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局限于所述内容。

[0015] 实施例 1:采用板框压滤机将含有湿法磷酸的酸渣混合物压滤分离，得到固体沉积渣滤饼(湿法磷酸沉积渣)，然后按固(滤饼)液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理，经破解处理后的滤饼物料在搅拌速度为 400rpm，室温的条件下加入到预先已加入水的反应器中，保持固(滤饼)液质量体积总比 1:5，然后加入浓硫酸，调节物料中 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比至 1:1.6，于室温下反应 6 小时后，真空过滤分离得到浸出液；在搅拌速度 300rpm、室温的条件下将硫酸钛过饱和溶液加入到浸出液中，使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4，反应 4 小时，生成磷酸钛沉淀，混合物料采用真空过滤分离固体物料，过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次，然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品；该样品经分析为非晶态磷酸钛，含 Ti27.31%，P23.48%。

[0016] 实施例 2:采用板框压滤机将含有湿法磷酸的酸渣混合物压滤分离，得到固体沉积渣滤饼，然后按固(滤饼)液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理，经破解处理后的滤饼物料在搅拌速度为 400rpm，室温的条件下加入到预先已加入水的反应器中，保持固(滤饼)液质量体积总比 1:10，然后加入浓硫酸，调节 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比为 1:2.0，于自然温度条件下反应 8 小时后，真空过滤分离得到浸出液；在搅拌速度 500rpm、室温的条件下将硫酸钛过饱和溶液加入到浸出液中，使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4，反应 5 小时，生成磷酸钛沉淀，混合物料采用真空过滤分离固体物料，过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次，然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品。该样品经分析为非晶态磷酸钛，含 Ti27.19%，P23.54%。

[0017] 实施例 3:采用板框压滤机将含有湿法磷酸的酸渣混合物压滤分离，得到固体沉积渣滤饼，然后按固(滤饼)液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理，经破解处理后的滤饼物料在搅拌速度为 400rpm，室温的条件下加入到预先已加入水的反应器中，保持固(滤饼)液质量体积总比 1:7，然后加入浓硫酸，调节 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比到 1:1.4，于自然温度条件下

反应 7 小时后,真空过滤分离得到浸出液;在搅拌速度 200rpm、室温的条件下将硫酸钛过饱和溶液加入到浸出液中,使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4,反应 6 小时,生成磷酸钛沉淀,混合物料采用真空过滤分离固体物料,过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次,然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品。该样品经分析为非晶态磷酸钛,含 Ti27.24%, P23.58%。

[0018] 实施例 4:采用板框压滤机将含有湿法磷酸的酸渣混合物压滤分离,得到固体沉积渣滤饼,然后按固(滤饼)液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理,经破解处理后的滤饼物料在搅拌速度为 400rpm,室温的条件下加入到预先已加入水的反应器中,保持固(滤饼)液质量体积总比 1:8,然后加入浓硫酸,调节 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比至 1:1.2,于自然温度条件下反应 8 小时后,真空过滤分离得到浸出液;在搅拌速度 400rpm、室温的条件下将硫酸钛过饱和溶液加入到浸出液中,使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4,反应 5 小时,生成磷酸钛沉淀,混合物料采用真空过滤分离固体物料,过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次,然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品。该样品经分析为非晶态磷酸钛,含 Ti27.28%, P23.46%。

[0019] 实施例 5:采用板框压滤机将含有湿法磷酸的酸渣混合物压滤分离,得到固体沉积渣滤饼,然后按固(滤饼)液质量体积比 1:1 加入水并进行破解处理,经破解处理后的滤饼物料在搅拌速度为 400rpm,室温的条件下加入到预先已加入分离磷酸钛后的循环液的反应器中,保持固(滤饼)液质量体积总比 1:9,然后加入浓硫酸,调节 $Ca:H_2SO_4$ 摩尔比为 1:1.5,于自然温度条件下反应 7 小时后,真空过滤分离得到浸出液;在搅拌速度 400rpm、室温的条件下将硫酸钛过饱和溶液加入到浸出液中,使体系中的 Ti^{4+} 和 PO_4^{3-} 的摩尔数比为 3:4,反应 5 小时,生成磷酸钛沉淀,混合物料采用真空过滤分离固体物料,过滤后滤渣用固体物料体积 2 倍的水洗涤 5 次,然后于 120℃干燥 6 小时得到磷酸钛产品。该样品经分析为非晶态磷酸钛,含 Ti27.20%, P23.51%。

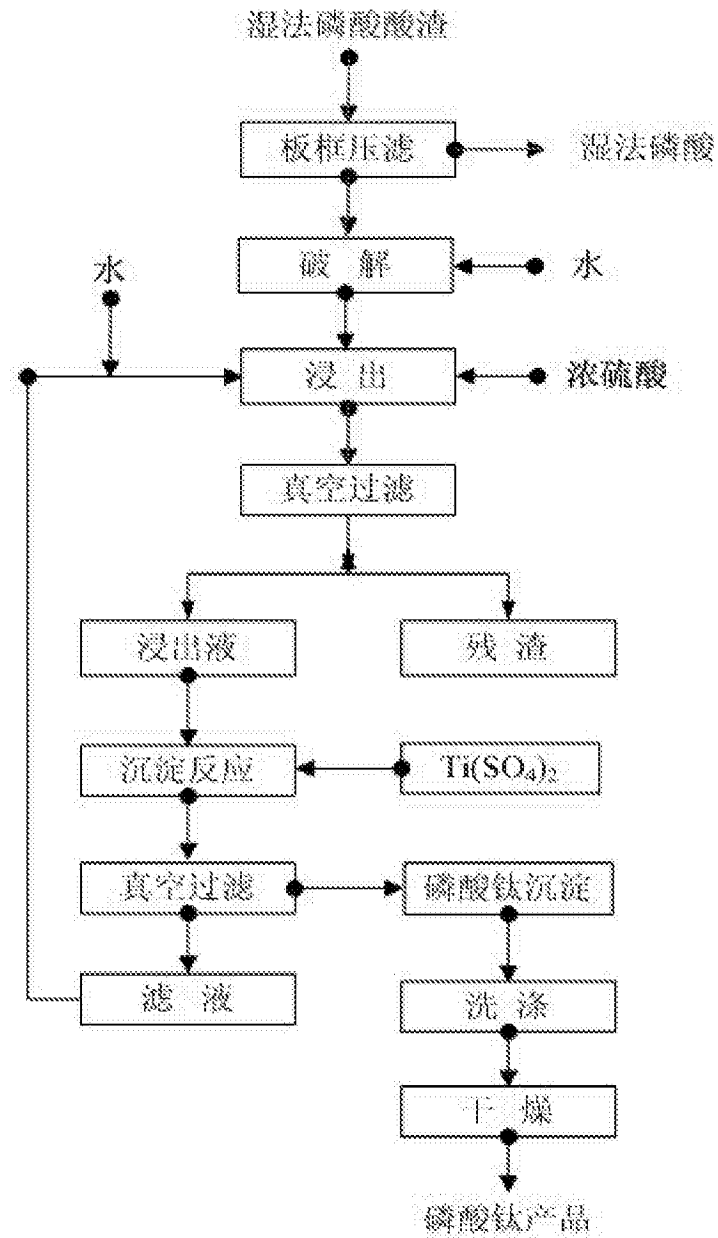


图 1