



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102786082 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 21

(21) 申请号 201210193916. 4

(22) 申请日 2012. 06. 12

(66) 本国优先权数据

201210102072. 8 2012. 04. 09 CN

(71) 申请人 中国科学院过程工程研究所

地址 100190 北京市海淀区中关村北二条 1  
号

(72) 发明人 谢朝晖 朱庆山

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 梁晓霏

(51) Int. Cl.

C01G 23/047(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

一种人造金红石的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种人造金红石的制备方法, 利用盐酸浸出还原钛精矿制备人造金红石, 在钛精矿酸浸处理过程中添加金红石晶种。所述方法首先将钛精矿进行还原焙烧, 冷却后进行盐酸浸出, 同时加入金红石晶种, 盐酸浸出完成后的浆液经过滤、洗涤、干燥、煅烧, 得到人造金红石。本发明适用于利用攀枝花地区高钙镁钛精矿制备人造金红石。制得的人造金红石产品品位高、细粉率低、杂质含量少, 能够更好地满足沸腾氯化工艺的要求。

1. 一种人造金红石的制备方法,利用盐酸浸出还原钛精矿制备人造金红石,其特征在于,在钛精矿酸浸处理过程中添加金红石晶种。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述金红石晶种为普通金红石粉或酸浸钛精矿后直接得到的金红石水解产物;优选地,所述金红石晶种为金红石水解产物经过煅烧后得到的金红石粉。

3. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(1) 首先将钛精矿在还原气氛下进行还原焙烧,焙烧完成后冷却;

(2) 加入盐酸浸出钛精矿,同时加入金红石晶种;

(3) 盐酸浸出完成后的浆液经过滤、洗涤、干燥,煅烧,得到人造金红石。

4. 如权利要求3所述的方法,其特征在于,在所述步骤(1)前对钛精矿进行氧化焙烧。

5. 如权利要求3或4所述的方法,其特征在于,在步骤(2)所述酸浸之前或酸浸过程中对钛精矿进行机械活化;

优选地,机械活化方式采用球磨进行。

6. 如权利要求3-5之一所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述的还原焙烧温度为 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ ,优选 $750^{\circ}\text{C}\sim 850^{\circ}\text{C}$ ,进一步优选 $800^{\circ}\text{C}$ ;

优选地,还原焙烧时间为 $0.5\sim 2.5\text{h}$ ,优选 $45\text{min}\sim 2\text{h}$ ,进一步优选 $1.5\text{h}$ ;

优选地,所述还原气氛所含有的还原性气体为 $\text{H}_2$ 和/或 $\text{CO}$ ,进一步优选 $\text{CO}$ 。

7. 如权利要求3-6之一所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述的盐酸浓度为 $15\text{wt}\%\sim 30\text{wt}\%$ ,优选 $18\text{wt}\%\sim 25\text{wt}\%$ ,进一步优选 $20\text{wt}\%$ ;

优选地,酸浸温度为 $80^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ ,优选 $95^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ ,进一步优选 $100^{\circ}\text{C}$ ;

优选地,酸浸时间为 $4\sim 12\text{h}$ ,优选 $6\sim 10\text{h}$ ,进一步优选 $8\text{h}$ ;

优选地,加入的金红石晶种占钛精矿重量的 $0.5\%\sim 6.0\%$ ,优选 $1.5\%\sim 4.0\%$ ,进一步优选 $2.0\%$ 。

8. 如权利要求3-7之一所述的方法,其特征在于,步骤(3)所述的煅烧温度为 $200^{\circ}\text{C}\sim 800^{\circ}\text{C}$ ,优选 $500^{\circ}\text{C}\sim 750^{\circ}\text{C}$ ,进一步优选 $750^{\circ}\text{C}$ ;

优选地,煅烧时间为 $0.5\sim 3\text{h}$ ,进一步优选 $1\text{h}$ 。

9. 如权利要求3-8之一所述的方法,其特征在于,酸浸过程中所用的盐酸液经过回收、处理、再生,循环使用。

10. 如权利要求1-9之一所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(1) 首先将钛精矿进行氧化焙烧,再在 $700^{\circ}\text{C}\sim 900^{\circ}\text{C}$ 还原气氛下进行还原焙烧,还原时间为 $0.5\sim 2.5\text{h}$ ;焙烧完成后冷却;

(2) 冷却后进行盐酸浸出,用 $15\text{wt}\%\sim 30\text{wt}\%$ 的盐酸在 $80^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 温度下进行 $4\sim 12\text{h}$ ,同时加入占钛精矿重量 $0.5\%\sim 6.0\%$ 的细粉状金红石晶种,在此过程中进行球磨;

(3) 盐酸浸出完成后的浆液经过滤、洗涤、干燥;干燥后所得固体物在 $200^{\circ}\text{C}\sim 800^{\circ}\text{C}$ 的空气气氛中煅烧,得到人造金红石;酸浸过程中所用的盐酸液经过回收、处理、再生,循环使用。

## 一种人造金红石的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化工冶金技术领域,尤其涉及一种人造金红石的制备方法。

### 背景技术

[0002] 将人造金红石、高钛渣等富钛料通过沸腾氯化工艺制备的四氯化钛( $\text{TiCl}_4$ ),是生产海绵钛、钛材及钛合金的直接原料。我国钛资源集中在四川攀枝花地区,储量丰富,但由于攀枝花钛精矿中钙镁含量高达 7~11%,在氯化条件下会生成熔融状  $\text{CaCl}_2$ 、 $\text{MgCl}_2$ ,破坏沸腾氯化生产  $\text{TiCl}_4$  过程的沸腾状态。因此,需要用盐酸浸出法将钛精矿中的 Ca、Mg、Fe 杂质脱除,获得高品位富钛料。但是酸浸过程中会产生大量的  $\text{TiO}_2$  微细粉,这个现象通常称之为“酸浸粉化”。微细粉粒度基本在  $10\ \mu\text{m}$  以下,不易在沸腾氯化过程中流化,气固相接触效果差,且易被炉气带走,因而不适合用作沸腾氯化原料。

[0003] 针对采用攀枝花地区钛精矿制备人造金红石的技术,国内在二十世纪八十年代进行了“选冶联合直接加压浸出法”和“预氧化-流态化盐酸常压浸出法”两项半工业性试验。“选冶联合直接加压浸出法”,是将攀枝花钛精矿用稀盐酸加压浸取,溶解铁、钙、镁等杂质,经过滤和煅烧,得到钙镁含量小于 0.5%、品位大于 87% 的人造金红石。该工艺以生产细颗粒的钛黄粉为目的,因此产品细粉率较高。“预氧化-流态化盐酸常压浸出法”是把攀枝花钛铁矿在回转窑氧化焙烧,冷却后加入流态化浸出塔,用稀盐酸三段逆流浸取,再经洗涤、过滤、煅烧等工序制得人造金红石。虽然该工艺的酸浸细粉率低于前述“加压浸出法”,但仍有 20% 以上的细粉。在 2000 年后攀钢研究院又进行了“预氧化-加压浸出法”工业试验,但是酸浸过程中产生金红石细粉率仍有 14.2%,仍不能满足沸腾氯化要求。

[0004] 盐酸浸出钛铁矿制备人造金红石,是国际上制备富钛料的主要方法,适用于处理钙镁含量高的钛铁矿原料。美国 Kerr-McGee 公司专利 US 4199552 提出“还原-盐酸循环浸出法”,首先在回转窑中将钛铁矿中的  $\text{Fe}^{3+}$  还原成  $\text{Fe}^{2+}$ 。还原料冷却后用 18%~20% 的盐酸溶解掉钛铁矿中 Fe、Mn、Mg、Ca 等杂质。经过滤和水洗,在  $870^\circ\text{C}$  煅烧成人造金红石。该方法可除去大多数的杂质,获得高品位的人造金红石,但是该方法没有涉及如何降低产品细粉率的问题。加拿大 QIT 公司的系列专利(US Pat. 5063032、5389355、5830420),采用“氧化还原-加压盐酸浸出”,先将密闭电炉熔炼获得含  $\text{TiO}_2$  80% 的钛渣,钛渣破碎后用电炉煤气在  $950^\circ\text{C}$  ~  $1100^\circ\text{C}$  下进行氧化、还原焙烧( $900^\circ\text{C}$  ~  $950^\circ\text{C}$ ),之后再用电炉煤气二段加压浸出,再经碱浸出处理除硅,经煅烧后获得含  $\text{TiO}_2$  95% 的产品 UGS 渣。还原处理是将矿石中的铁还原为二价铁,有利于铁的浸出;还原前增加氧化可以破坏钛精矿的岩相结构,生成金红石微晶,从而降低钛的溶出率。

[0005] CN 101935065A 涉及一种将从钒钛磁铁矿中选出的岩矿型高钙镁钛精矿加工成满足沸腾氯化法生产要求的人造金红石的制备方法。所述方法包括如下步骤:a. 对钛精矿进行氧化,然后再进行还原焙烧,得到氧化-还原钛精矿;b. 在惰性气氛下对氧化-还原钛精矿进行机械活化,得到氧化-还原-机械活化钛精矿;c. 常压下用盐酸浸出氧化-还原-机械活化钛精矿;d. 过滤、洗涤;e. 烘干、煅烧。该发明方法只是解决了原方法中多步磁选、工

艺复杂的问题,对于降低酸浸细粉率并无解决办法。

[0006] CN 101412536 和 CN 101244841A 公开了一种采用氧化还原-盐酸浸出法处理攀枝花钛矿制备人造金红石的工艺。根据该法进行的试验结果表明,这种技术可进一步降低酸浸细粉率,取得了很大进步。尽管如此,用攀枝花钛精矿制备人造金红石的酸浸细粉率高的技术问题并没有完全解决,酸浸后仍然产生少量细粉,影响产品品质及资源利用率,并且氧化还原处理温度高、时间长,工艺复杂,提高了生产成本。就目前检索的大量专利资料而言,尚未发现有针对酸浸细粉率高而影响沸腾氯化过程的研究。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的在于针对现有制备人造金红石的方法存在的产品细粉率高、工艺复杂、能耗大、成本高等问题,提出了一种诱导结晶盐酸直接浸出钛精矿制备人造金红石的方法。本方法适用于利用攀枝花地区高钙镁钛精矿制备人造金红石。

[0008] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

[0009] 本发明提供了一种人造金红石的制备方法,利用盐酸浸出还原钛精矿制备人造金红石,在钛精矿酸浸处理过程中添加金红石晶种。

[0010] 金红石是较纯的二氧化钛,一般含二氧化钛在 95% 以上,是提炼钛的重要矿物原料,但在地壳中储量较少。它具有耐高温、耐低温、耐腐蚀、高强度、小比重等优异性能,被广泛用于军工航空、航天、航海、机械、化工、海水淡化等方面。金红石本身是高档电焊条必须的原料之一,也是生产金红石型钛白粉的最佳原料。其化学组成:TiO<sub>2</sub>, Ti 60%,有时含 Fe、Nb、Ta、Cr、Sn 等。

[0011] 人造金红石又称合成金红石,系指利用化学加工方法,将钛铁矿中的大部分铁成分分离出去所生产的一种在成分上和结构性能上与天然金红石相同的富钛原料,其 TiO<sub>2</sub> 含量视加工工艺之不同波动在 91% ~ 96%,是天然金红石的优质代用品,大量用于生产氯化法二氧化钛,也可用于生产四氯化钛、金属钛以及搪瓷制品和电焊条药皮,还可用于生产人造金红石黄颜料。

[0012] 研究表明,造成产品粉化的原因有两方面,除酸浸过程中搅拌造成的少量粉化之外,主要是“化学粉化”。当钛精矿在盐酸中浸出时,矿物溶解生成 TiOCl<sub>2</sub>。在溶液酸性降低时,会发生 TiO<sub>2</sub> 水解析出。当盐酸初始溶液浓度较高时,溶液中 Ti<sup>4+</sup> 过饱和度较高而发生 TiO<sub>2</sub> 均态成核。由于晶核数量众多,长大形成细小的结晶颗粒。当盐酸初始浓度较低时, TiO<sub>2</sub> 会在矿粒表面发生非均态成核生长。由于水解产物与钛精矿的晶格不同,二者的结合并不牢固,加之矿粒局部不断溶解,使 TiO<sub>2</sub> 晶粒所依附的矿粒层溶解,水解 TiO<sub>2</sub> 晶粒极易从矿粒表面脱落、形成孤立的细粉颗粒而加剧粉化。

[0013] 可见,酸浸过程产生金红石细粉的根本原因,在于缺乏适当的结晶沉积表面。由此,发明人根据物理化学“诱导结晶”原理,提出如下解决方法:在钛铁矿酸浸处理过程中向酸浸溶液中添加 TiO<sub>2</sub> 晶种,作为水解金红石的析晶表面。晶种的作用是促进溶液在较低的 Ti<sup>4+</sup> 离子浓度下发生析晶,避免因 Ti<sup>4+</sup> 过饱和度较高而以 TiO<sub>2</sub> 均态成核方式析晶。由于晶种颗粒的数量是可控的,因此可以保证单个晶体颗粒生长到较大尺寸。实验表明,在添加晶种之后,钛精矿酸浸后金红石细粉形成率有了明显降低。

[0014] 本发明所述的金红石晶种可以是酸浸钛精矿后直接得到的金红石水解产物,或者

是这种水解产物经过煅烧后得到的金红石粉,还可以是其它来源的普通金红石粉,如天然金红石。

[0015] 本发明所提供的诱导结晶盐酸浸出法制备人造金红石的方法,具体包括以下步骤:

[0016] (1) 首先将钛精矿在还原气氛下进行还原焙烧,焙烧完成后冷却;

[0017] (2) 加入盐酸浸出钛精矿,同时加入金红石晶种;

[0018] (3) 盐酸浸出完成后的浆液经过滤、洗涤、干燥,煅烧,得到人造金红石。

[0019] 为了有效地破坏钛精矿岩相结构,在所述步骤(1)前对钛精矿进行氧化焙烧。

[0020] 在上述方法中,对钛精矿进行还原焙烧处理有三个目的:1)破坏矿石岩相结构,使之产生较多结构缺陷(孔隙、微裂纹、相变引发的应力等);2)将钛铁矿中的Fe还原为低价态;3)促进Ti化合物晶型转变。以上三个方面都有助于提高钛精矿的酸溶性。钛精矿在盐酸溶液中溶解后,其中的Ti元素转变为 $TiOCl_2$ ,在晶种的诱导下发生水解,析晶成为 $TiO_2$ 水合物。通过控制晶种颗粒数量,可控制水解 $TiO_2$ 晶体颗粒尺寸。

[0021] 为了提高钛精矿的盐酸浸出效果,在步骤(2)所述酸浸之前或酸浸过程中对钛精矿进行机械活化。矿物在机械力作用下会产生晶格畸变和局部破坏,并形成各种缺陷,导致其内能增大,反应活性增强,从而可以实现矿物在较低浸取剂浓度和温度下的浸出。机械活化方式采用球磨进行。

[0022] 本发明步骤(1)所述的还原焙烧温度为 $700^{\circ}C \sim 900^{\circ}C$ ,例如可选择 $702^{\circ}C, 735^{\circ}C, 780^{\circ}C, 822^{\circ}C, 860^{\circ}C, 885^{\circ}C, 898^{\circ}C$ 等,优选 $750^{\circ}C \sim 850^{\circ}C$ ,进一步优选 $800^{\circ}C$ 。

[0023] 进一步地,还原焙烧时间为 $0.5 \sim 2.5h$ ,例如 $35min, 58min, 1.2h, 1.6h, 2h, 2.2h, 2.45h$ 等,优选 $45min \sim 2h$ ,进一步优选 $1.5h$ 。

[0024] 更进一步地,所述还原气氛所含有的还原性气体为 $H_2$ 和/或 $CO$ ,优选 $CO$ 。

[0025] 本发明步骤(2)所述的盐酸浓度为 $15wt\% \sim 30wt\%$ ,例如 $16wt\%, 18.5wt\%, 22wt\%, 26wt\%, 29wt\%$ 等,优选 $18wt\% \sim 25wt\%$ ,进一步优选 $20wt\%$ 。

[0026] 进一步地,酸浸温度为 $80^{\circ}C \sim 150^{\circ}C$ ,例如 $82^{\circ}C, 88^{\circ}C, 92^{\circ}C, 107^{\circ}C, 120^{\circ}C, 128^{\circ}C, 140^{\circ}C, 148^{\circ}C$ 等,优选 $95^{\circ}C \sim 130^{\circ}C$ ,进一步优选 $100^{\circ}C$ 。

[0027] 更进一步地,酸浸时间为 $4 \sim 12h$ ,例如 $4.2h, 4.5h, 6.2h, 7h, 8.5h, 9.7h, 11h, 11.8h$ 等,优选 $6 \sim 10h$ ,进一步优选 $8h$ 。

[0028] 再进一步地,加入的金红石晶种占钛精矿重量的 $0.5\% \sim 6.0\%$ ,例如 $0.52\%, 1.2\%, 2.0\%, 3.0\%, 3.5\%, 5.0\%, 5.8\%$ 等,优选 $1.5\% \sim 4.0\%$ ,进一步优选 $2.0\%$ 。如果加入的晶种过少,会导致所提供的晶核数量不足,仍有细粉析出;晶种加入过多则晶粒尺寸发育不足。

[0029] 本发明步骤(3)所述的煅烧温度为 $200^{\circ}C \sim 800^{\circ}C$ ,例如 $202^{\circ}C, 300^{\circ}C, 365^{\circ}C, 480^{\circ}C, 550^{\circ}C, 630^{\circ}C, 702^{\circ}C, 760^{\circ}C, 795^{\circ}C$ 等,优选 $500^{\circ}C \sim 750^{\circ}C$ ,进一步优选 $750^{\circ}C$ 。

[0030] 进一步地,煅烧时间为 $0.5 \sim 3h$ ,例如 $0.52h, 0.8h, 1.1h, 1.6h, 2h, 2.2h, 2.55h, 2.9h$ 等,进一步优选 $1h$ 。

[0031] 步骤(3)所述的过滤、洗涤、干燥,均为本领域技术人员常用技术手段。能够实现本发明的目的的操作方式均可用于实施本发明,在此并无特殊限制。

[0032] 本发明所述的一种诱导结晶盐酸浸出法制备人造金红石的方法,工艺条件优化后包括以下步骤:

[0033] (1) 首先将钛精矿进行氧化焙烧,再在 700℃~900℃还原气氛下进行还原焙烧,还原时间为 0.5~2.5h;焙烧完成后冷却;

[0034] (2) 冷却后进行盐酸浸出,用 15wt%~30wt% 的盐酸在 80℃~150℃温度下进行 4~12h,同时加入占钛精矿重量 0.5%~6.0% 的细粉状金红石晶种,在此过程中进行球磨;

[0035] (3) 盐酸浸出完成后的浆液经过滤、洗涤、干燥;干燥后所得固体物在 200℃~800℃的空气气氛中煅烧,得到人造金红石。

[0036] 本发明酸浸过程中所用的盐酸液经过回收、处理、再生,循环使用。

[0037] 与已有技术方案相比,本发明具有以下有益效果:

[0038] 1、本发明工艺流程简单,不仅节约建厂投资,还可降低运行成本。

[0039] 2、本发明得到的人造金红石产品品位高、细粉率低、杂质含量少,能够更好地满足沸腾氯化工艺的要求。

[0040] 3、由于在酸浸过程中加入金红石晶种,形成了适当的结晶沉积表面,对盐酸浓度的要求不必太严格,增加了操作灵活性。

[0041] 下面对本发明进一步详细说明。但下述的实例仅仅是本发明的简易例子,并不代表或限制本发明的权利保护范围,本发明的权利范围以权利要求书为准。

### 具体实施方式

[0042] 为更好地说明本发明,便于理解本发明的技术方案,本发明的典型但非限制性的实施例如下:

[0043] 实施例一

[0044] 将攀枝花钛精矿在 800℃、CO 还原气氛中还原 45min,冷却后球磨 45min。然后将球磨后的钛精矿用 20wt% 盐酸溶液在 105℃温度下浸出,同时加入占钛精矿重量 2.5% 的金红石细粉作为晶种。该晶种是通过盐酸浸出钛精矿得到的金红石水解产物。酸浸 12h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 800℃的空气气氛中煅烧 1h,得到人造金红石。产物中 TiO<sub>2</sub> 含量为 92%,800 目筛(孔径 18 μm) 通过率 2.0%。

[0045] 实施例二

[0046] 将攀枝花钛精矿在 850℃下还原气氛中还原 1h,冷却后用 20wt% 盐酸溶液在 130℃温度下浸出。浸出液中加入占钛精矿重量 1.5% 的金红石细粉作为晶种。这种晶种是通过盐酸浸出钛精矿得到的金红石水解产物。酸浸 6h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 750℃的空气气氛中煅烧 1h,得到人造金红石。产物中 TiO<sub>2</sub> 含量为 94%,800 目筛(孔径 18 μm) 通过率 1.0%。

[0047] 实施例三

[0048] 将攀枝花钛精矿在 750℃下还原气氛中还原 2.5h,冷却后用 25wt% 盐酸溶液在 95℃温度下浸出。浸出液中加入占钛精矿重量 2.0% 的金红石细粉作为晶种。这种晶种是通过盐酸浸出钛精矿得到的金红石水解产物、再经过 500℃煅烧后得到的细粉。酸浸 8h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 700℃的空气气氛中煅烧 1h,得到人造金红石。产物中 TiO<sub>2</sub> 含量为 93%,800 目筛(孔径 18 μm) 通过率 1.0%。

[0049] 实施例四

[0050] 将攀枝花钛精矿在 900℃下还原气氛中还原 1h,冷却后用 20wt% 盐酸溶液在 130℃

温度下浸出。浸出液中加入占钛精矿重量 4.0% 的金红石细粉作为晶种。这种晶种是市场上购买的金红石粉、经过研磨并通过 500 目筛。酸浸 4h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 650°C 的空气气氛中煅烧 1h,得到人造金红石。产物中  $\text{TiO}_2$  含量为 93%,800 目筛(孔径 18  $\mu\text{m}$ ) 通过率 1.0%。

[0051] 实施例五

[0052] 首先将攀枝花钛精矿在 900°C 下进行氧化焙烧后,再在 700°C、 $\text{H}_2/\text{CO}$  还原气氛中还原 2h,冷却后用 30wt% 盐酸溶液在 80°C 温度下浸出。浸出液中加入占钛精矿重量 6.0% 的金红石细粉作为晶种。这种晶种是通过盐酸浸出钛精矿得到的金红石水解产物、再经过 500°C 煅烧后得到的细粉。酸浸 12h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 200°C 的空气气氛中煅烧 3h,得到人造金红石。产物中  $\text{TiO}_2$  含量为 93%,800 目筛(孔径 18  $\mu\text{m}$ ) 通过率 1.5%。

[0053] 实施例六

[0054] 将攀枝花钛精矿在 850°C 下还原气氛中还原 0.5h,冷却后搅拌球磨 45min。然后将球磨后的钛精矿用 15wt% 盐酸溶液在 150°C 温度下浸出。浸出液中加入占钛精矿重量 0.5% 的金红石细粉作为晶种。这种晶种是市场上购买的金红石粉、经过研磨并通过 500 目筛。酸浸 10h 后,浆液经过滤、洗涤、干燥,所得固体物最后在 750°C 的空气气氛中煅烧 0.5h,得到人造金红石。产物中  $\text{TiO}_2$  含量为 95%,800 目筛(孔径 18  $\mu\text{m}$ ) 通过率 2.0%。

[0055] 通过本发明制备方法得到的人造金红石,800 目筛(孔径 18  $\mu\text{m}$ ) 通过率仅为 2.0% 以下,证明本制备方法得到产品品位高、细粉率低,能够更好地满足沸腾氯化工艺的要求。

[0056] 申请人声明,本发明通过上述实施例来说明本发明的制备步骤,但本发明并不局限于上述制备步骤,即不意味着本发明必须依赖上述制备步骤才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了,对本发明的任何改进,对本发明所选用原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。