



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102602991 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 25

(21) 申请号 201210054268. 4

(22) 申请日 2012. 03. 05

(71) 申请人 四川大学

地址 610207 四川省成都市双流县川大路 2 段 2 号

(72) 发明人 刘代俊 毛雪华 张鹏 张建钧

(74) 专利代理机构 成都科海专利事务有限责任公司 51202

代理人 吕建平

(51) Int. Cl.

C01G 23/08 (2006. 01)

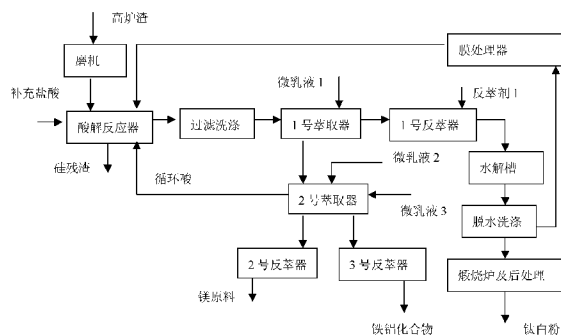
权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图 2 页

(54) 发明名称

循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其主要内容包括,利用盐酸对富钛高炉渣或钛铁矿进行酸解,酸解反应得到酸解清液用有机微乳液进行萃钛,酸解清液中的钛被有机微乳液中的微乳膜构成的微细液珠收集在内,被分离为有机萃取液与萃余液,得到的有机萃取液用反萃剂将钛反萃出,得到的反萃钛液经水解煅烧得到金红石型钛白粉。萃余液中的铁、铝、镁、钒等杂质,采用有机微乳液萃取除去,得到的再生盐酸可返回酸解工序。本发明的方法,克服了现有技术的钛白粉生产方法存在的硫酸循环能耗高,难以实现工业化的问题,在生产钛白粉的同时可生产多种副产品,使原料中的资源得到了综合回收利用,从根本上解决了高炉渣对环境的污染问题。



1. 一种循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于主要包括以下工艺步骤:

(1) 富钛高炉渣 / 钛铁矿粉末加入到酸解槽用盐酸于 75 ~ 105℃ 进行酸解,酸解料浆经分离、洗涤得到的酸解清液送入下一道工序;

(2) 酸解清液加入到钛萃取器用萃钛有机微乳液于 30-50℃ 进行萃钛反应,将酸解清液中的钛萃出,有机微乳液与酸解清液的质量比为 (0.5 ~ 8) : 1,充分反应后得到的有机萃取液与萃余液分别排出钛萃取器;

(3) 有机萃取液加入到反萃取器用反萃剂于 30-50℃ 进行反萃钛反应,将有机萃取液中的钛反萃出,有机萃取液与反萃剂的质量比为 (2 ~ 10) : 1,充分反应后得到的反萃钛液排出反萃取器;

(4) 反萃钛液加入水解器于 95-101℃ 进行水解,水解进行至水解度不低于 95% 结束;

(5) 水解完成经分离洗涤后,固体送入煅烧设备于 850-1000℃ 进行煅烧,即得到金红石型钛白粉;

(6) 萃余液送入到杂质萃取器加入杂质萃取有机微乳液进行脱杂萃取反应,将萃余液中的杂质萃出,杂质萃取有机微乳液与萃余液的质量比为 (2 ~ 8) : 1,充分反应后从杂质萃取器排出,经固液分离处理得到的再生盐酸返回酸解槽循环使用,固体杂质经进一步的处理回收利用。

2. 根据权利要求 1 所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于所述杂质萃取器设计有 1 个以上的杂质萃取段,用于分别萃取铁、铝、镁和钒中不同的杂质,在不同的杂质萃取段内加入萃取相应杂质的有机微乳液,含有不同杂质的料液分别从杂质萃取器的不同萃取段排出。

3. 根据权利要求 2 所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于从杂质萃取器不同萃取段排出的含有不同杂质的料液,经固液分离得到的固相进入各自的反萃器,加入不同的反萃剂制取不同的产品。

4. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于水解完成后的分离洗涤液经微乳液膜或膜精馏提浓后返回酸解槽作为酸解盐酸循环使用。

5. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于有机微乳液在加入钛萃取器前用水和碱液加以溶胀,使其形成包有碱性液体的内相,从反萃取器排出的反萃钛液用离心机进行固液分离或浓密,得到的固相或高浓度料浆经闪速煅烧或喷雾煅烧制取超细钛白粉。

6. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于当原料含铁较高时,由酸解槽出来的料浆经分离、洗涤得到的酸解清液先于 -10 ~ 5℃ 下结晶除铁反应后再送入钛萃取器进行钛萃取反应。

7. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于在原料的酸解过程,盐酸的质量浓度控制在 15 ~ 34%。

8. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征在于原料粉末粒度为 200 ~ 80 目,且其中 80% 小于 180 目。

9. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征

在于用于从酸解清液中萃取钛的有机微乳液和从萃余液中萃取杂质的有机微乳液由选自仲碳伯胺、磷酸三丁脂、二-(2-乙基己基)磷酸、三正辛基氧化膦、仲烷基伯胺、异戊醇、烷基酚聚氧乙烯醚、聚氧乙烯山梨醇脂肪酸酯、十二烷基苯磺酸钠、二壬基萘磺酸、环烷酸、多支链二十烷基伯胺和甲基异丁基甲酮中不少于 2 种的物质和稀释剂组成。

10. 根据权利要求 1 至 3 之一所述的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,其特征  
在于从有机萃取液中反萃钛的反萃剂为水、稀碱水、稀盐酸溶液或稀硫酸溶液。

## 循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及钛白粉的生产方法,特别是涉及以富钛高炉渣 / 钛铁矿为原料采用循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法。属资源综合利用与环保领域。

### 背景技术

[0002] 钛是世界各国都十分重视的重要战略资源之一。中国的钛资源主要来自于钒钛磁铁矿,约占全国总储量的 86%,主要集中在四川攀枝花地区。目前中国钒钛磁铁矿中钛的利用率仅 10-16%,大部分经高炉熔炼后被富集在高炉渣中排掉。高炉渣一般含  $TiO_2$  约 20-25wt%,另外还含有硅、钙、钒、铝、硫等原素。其中钙、铝、镁的存在,不仅对盐酸的循环使用具有重要影响,而且也是可利用的重要资源。目前攀枝花地区的高炉渣堆积量以每年 300 万吨的速率增加,总量已近 1 亿吨。这不仅污染了长江上游的金沙江,也危及到金沙江的河床与周边生态环境,成为严重的环境问题。开发研究钒钛磁铁矿的综合利用技术,使钒钛磁铁矿中的资源得到综合回收利用,具有极大的经济效益和社会效益。

[0003] 目前已有一些研究机构 and 高等院校对高炉渣提钛作了大量的研究工作,取得了一些研究成果,但这些研究成果或因经济成本问题,或因高炉渣含有大量其它元素使处理过程极为困难,因而未能实现工业化。本发明的发明人在国家自然科学基金委员会和攀枝花有关方面的支持下,对攀钢高炉渣的组成,酸解、水解等过程进行了较为系统的研究,同时进行了富钛高炉渣提钛的应用开发研究,取得了一系列研究成果,申请了中国发明专利并获得了专利授权(专利权人为四川大学,专利号为 ZL200510021390.1、ZL200610020838.2)。发明人在先完成的富钛高炉渣提钛研究工作,主要是采用硫酸作为酸解介质制备富钛料和钛白粉。所取得的研究成果虽然可以实现废酸循环使用和现有钛白粉厂废酸的再利用,但废酸循环能耗较高,加上硫资源价格攀升,难以实现工业化。因此需要开拓新的思路,为富钛高炉渣提钛及综合利用走出一条新路,实现直接利用富钛高炉渣生产颜料级钛白粉,解决富钛高炉渣对环境的污染和钒钛磁铁矿资源的综合回收利用问题。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术的富钛高炉渣 / 钛铁矿提钛方法存在的能耗高、难以实现工业化生产的技术现状,本发明的目的旨在提供一种以富钛高炉渣 / 钛铁矿为原料采用循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,以解决高炉渣对环境的污染和钒钛磁铁矿资源的综合回收利用困难的问题。

[0005] 本发明的主要思路,是利用盐酸在一定条件下对富钛高炉渣或钛铁矿进行酸解,酸解反应得到酸解清液用有机微乳液进行萃钛,酸解清液中的钛被有机微乳液中的微乳膜构成的微细液珠收集在内,被分离为有机萃取液与萃余液,得到的有机萃取液用反萃剂将钛反萃出,得到的富集钛液经水解煅烧得到金红石型钛白粉。萃余液中含有的铁、铝、镁、钒等杂质,采用微乳萃取将杂质除去,得到的再生盐酸可返回酸解工序循环使用。

[0006] 本发明提供的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,主要包括以下工艺步

骤：

[0007] (1) 富钛高炉渣 / 钛铁矿粉末加入到酸解槽用盐酸于 75 ~ 105℃ 进行酸解, 酸解料浆经分离、洗涤得到的酸解清液送入下一道工序；

[0008] (2) 酸解清液加入到钛萃取器用萃钛有机微乳液于 30-50℃ 进行萃钛反应, 将酸解清液中的钛萃出, 有机微乳液与酸解清液的质量比为 (0.5 ~ 8) : 1, 充分反应后得到的有机萃取液与萃余液分别排出钛萃取器；

[0009] (3) 有机萃取液加入到反萃取器用反萃剂于 30-50℃ 进行反萃钛反应, 将有机萃取液中的钛反萃出, 有机萃取液与反萃剂的质量比为 (2 ~ 10) : 1, 充分反应后得到的反萃钛液排出反萃取器；

[0010] (4) 反萃钛液加入到水解器于 95-101℃ 进行水解, 水解进行至水解度不低于 95% 结束；

[0011] (5) 水解完成经分离洗涤后, 固体送入煅烧设备于 850-1000℃ 进行煅烧, 即得到金红石型钛白粉；

[0012] (6) 萃余液送入杂质萃取器加入杂质萃取有机微乳液进行脱杂萃取反应, 将萃余液中的杂质萃出, 杂质萃取有机微乳液与萃余液的质量比为 (2 ~ 8) : 1, 充分反应后从杂质萃取器排出, 经固液分离处理得到的再生盐酸返回酸解槽循环使用, 固体杂质经进一步的处理回收利用。

[0013] 在本发明的上述技术方案中, 所述杂质萃取器最好是设计有 1 个以上的杂质萃取段, 用于分别萃取铁、铝、镁和钒中不同的杂质, 在不同的杂质萃取段内加入萃取相应杂质的有机微乳液, 含有不同杂质的料液分别从杂质萃取器的不同萃取段排出。杂质萃取器中萃取段的个数取决于萃余液中杂质种类数量, 即取决于高炉渣或钛铁矿原料中杂质种类数量, 可为 1 个杂质萃取段, 也可为 2 个或 2 个以上的杂质萃取段, 但一般不超过 4 个杂质萃取段。萃余液中的杂质萃取, 也可采取只设计有 1 个萃取段的杂质萃取器进行处理, 根据要处理的萃余液中杂质的种类数量设置相应数量的杂质萃取器。

[0014] 萃余液在不同的杂质萃取段与有机微乳液进行脱杂萃取反应后, 含有不同杂质的有机液体直接从萃取段排出, 进入各自的反萃器, 加入不同的反萃剂制取不同的产品。对于设置有多个萃取段的杂质萃取器, 萃余液通常要依次进入杂质萃取器不同的萃取段萃取脱出所含杂质。

[0015] 在本发明的上述技术方案中, 水解完成后的分离洗涤液 (残余盐酸) 可经微乳液膜或膜精馏提浓后返回酸解槽作为酸解盐酸循环使用。

[0016] 采用本发明的方法生产超细钛白粉, 有机微乳液在加入钛萃取器前最好先用水和碱液加以溶胀, 使其形成包有碱性液体的内相。从反萃取器排出的反萃钛液最好采用离心机进行固液分离或浓密, 特别是采用高速离心机进行固液分离。有机微乳液经溶胀处理后, 酸解清液中的钛在被有机微乳液富集于其内相的同时, 在其内相同时进行水解, 由于微乳包裹膜层的限制, 颗粒被限制在预定粒度, 一般可控制在 50-300nm。颗粒团经过微乳的摆动效应打开后, 再经高速离心机分离, 然后经闪速煅烧可得到微纳级或纳米级超细钛白粉。由于粉末粒度小, 采用过滤分离效果不佳, 因此需特别采用高速离心机进行固液分离。

[0017] 采用本发明的方法生产钛白粉, 当原料含铁较高时, 由酸解槽出来的料浆经分离、洗涤得到的酸解清液, 最好是先于 -10 ~ 5℃ 下结晶除铁反应后再送入钛萃取器进行钛萃

取反应。

[0018] 在本发明的上述技术方案中,原料粉末粒度一般为 200 ~ 80 目 (0.08 ~ 0.18mm),最好其中 80% 小于 180 目。

[0019] 在本发明的上述技术方案中,钛萃取、有机萃取钛液的反萃取和萃余液的杂质萃取既可在立式或卧式的萃取塔内完成,也可在连续串联多槽内完成。

[0020] 在本发明的上述技术方案中,原料加入酸解槽用盐酸进行酸解,酸解过程盐酸的质量浓度一般控制在 15 ~ 34%。

[0021] 在本发明的上述技术方案中,酸解过程中的盐酸与原料的质量用量比、所述有机微乳液与酸解清液的质量用量比、所述有机萃取液与反萃剂的质量用量比以及所述杂质萃取有机微乳液与萃余液的质量用量比,都可通过化学计算和实验调整进行确定。一般地来说,盐酸的用量至少不应不低於原料酸解反应所需要的量;有机微乳液与酸解清液的质量比可控制在 (0.5 ~ 8) : 1;有机萃取液与反萃剂的质量比可控制在 (2 ~ 10) : 1;杂质萃取有机微乳液与萃余液的质量比可控制在 (2 ~ 8) : 1。

[0022] 本发明用于从酸解清液中萃取钛的有机微乳液和从萃余液中萃取杂质的有机微乳液,可由选自下述物质中不少于 2 种的物质和稀释剂组成,所述下述物质包括:TBP(磷酸三丁脂)、D2EHPA(二-(2-乙基己基)磷酸)、TOPO(三正辛基氧化膦)、N1923(仲烷基伯胺)、异戊醇、TX(烷基酚聚氧乙烯醚)、tween(聚氧乙烯山梨醇脂肪酸酯)、SDBS(十二烷基苯磺酸钠)、DNNSA(二壬基萘磺酸)、Versatic 911(环烷酸)、JM-T(多支链二十烷基伯胺)、MIBK(甲基异丁基甲酮)等。稀释剂可以是煤油或其它惰性溶剂。

[0023] 用于从酸解清液中萃钛的有机微乳液,优先选用的配方为:异戊醇含量 0.12 ~ 4mol/l, N1923 的含量 0.5 ~ 8mol/l, TX-10 的质量含量 0.01 ~ 0.2%, tween 的质量含量 0.005 ~ 0.01%, SDBS 的质量含量 0.02 ~ 0.04%,其余为稀释剂煤油或其它惰性溶剂。

[0024] 用于萃取萃余液中杂质的有机微乳液,其组成组分可因萃取的杂质成分不同而选取不同的配方。萃取铁铝杂质的有机微乳液的优先选用的配方为:TOPO 的含量为 0.01 ~ 0.064mol/l, D2EHPA 的含量为 0.15 ~ 0.8mol/l, TX-15 的质量含量 0.01 ~ 0.2%, SDBS 的质量含量 0.02 ~ 0.04%,其余为稀释剂煤油或其它惰性溶剂;用于萃取镁杂质的有机微乳液的优先选用的配方为:JM-T 的含量为 1 ~ 4mol/l, Versatic911 含量为 0.5 ~ 2mol/l、MIBK 的含量为 0.05 ~ 0.4mol/l, tween18 的质量含量 0.005 ~ 0.01%,其余为稀释剂煤油或其它惰性溶剂;用于萃取钒杂质的有机微乳液的优先选用的配方为:D2EHPA 的含量为 0.2 ~ 0.8mol/l, TBP 的含量为 0.1 ~ 0.6mol/l, TX-9 的质量含量 0.01 ~ 0.2%, tween-65 的质量含量 0.005 ~ 0.01%, SDBS 的质量含量 0.02 ~ 0.04%,其余为稀释剂煤油或其它惰性溶剂。

[0025] 用于从有机萃取液中反萃钛的反萃剂,可以是水,也可以是水加少量的烧碱兑制成稀碱溶液、稀盐酸溶液和稀硫酸溶液等。

[0026] 本发明提供的以富钛高炉渣/钛铁矿为原料采用循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,以有机微乳液萃取酸解清液中的钛组分,酸解清液中的钛被有机微乳液中的微乳膜构成的微细液珠收集在内,将酸解清液分离为含钛有机萃取液和萃余液,有机萃取液用反萃剂将钛反萃出,得到的富集钛液经水解、分离和煅烧得到金红石型钛白粉,萃余液用杂质萃出有机微乳液将杂质萃出,得到的再生盐酸返回酸解工序循环使用,使作为酸解

介质的盐酸得到循环,克服了现有技术以硫酸作为酸解介质,硫酸通过蒸发实现循环,硫酸盐分解困难,硫酸循环能耗高,加上硫资源价格攀升,难以实现工业化的问题。本发明的方法,在制取颜料级钛白粉的同时,可直接回收富钛高炉渣/钛铁矿原料中的钙、硅、铁、铝、镁、钒等其他组分,得到金属镁、五氧化二钒、铁铝氧化物等产品,以及可以作为高强度建筑材料的硅残渣,在一条生产线上可同时生产多种产品,使富钛高炉渣/钛铁矿中的资源都得到综合利用,从根本上解决了高炉渣对环境的污染问题和钒钛磁铁矿资源综合回收利用困难的问题。

[0027] 本发明提供的循环盐酸微乳法生产颜料级钛白粉的方法,可以钒钛磁铁矿高炉渣为原料生产颜料级钛白粉,也可用难选钒钛磁铁矿或钛精矿作为原料生产颜料级钛白粉。同时既可以生产一般粒度的颜料级钛白粉,也可以生产超细粒度的颜料级钛白粉。发明人以全新的思路为钒钛磁铁矿高炉渣的处理走出了一条新路,即在生产高质量的金红石型钛白粉同时,实现了盐酸的低能耗循环。

#### 附图说明

[0028] 附图 1 是本发明一个实施例的工艺流程示意图。

[0029] 附图 2 是本发明另一个实施例的工艺流程示意图。

[0030] 附图 3 是本发明再另一个实施例的工艺流程示意图。

#### 具体实施方式

[0031] 下面结合工艺流程图并通过实施例对本发明作进一步的详细说明,但本发明的具体实施方式不限于实施例所描述的方式。

[0032] 在下面的实施例中,所涉及到的组分用量百分比、用量份数,除特别说明外,均为质量百分比和质量份数。

[0033] 实施例 1

[0034] 本实施例的流程如附图 1 所示,是利用富钛高炉渣生产金红石型钛白粉以及回收原料中的其他资源。

[0035] (1)  $\text{TiO}_2$  质量含量为 25% (一般为 20 ~ 42%) 的高炉渣 100 质量份,磨细过筛 200 目,加入解反应器中用盐酸进行酸解,酸解过程盐酸的质量浓度控制约为 20% (一般控制在 15 ~ 34% 范围),盐酸的用量按液固质量比 4 : 1 (液固比一般控制在 4 ~ 8 : 1 范围) 加入,温度约为 85°C (一般控制在 80 ~ 105°C 范围),时间为 120min 左右。酸解后的料浆经过滤和洗涤,所得酸解清液进入下一道工序,所得硅残渣经处理可用作高强度建筑材料。

[0036] (2) 酸解清液进入 1 号萃取器,将萃钛有机微乳液 1 加入到 1 号萃取器,进行萃钛反应。酸解清液中的钛被有机微乳液中的微乳膜构成的微细液珠收集在内,形成含钛有机萃取液,得到的有机萃取液从 1 号萃取器排出,剩下的含杂质的酸液即为萃余液,也从萃取器排出。两相质量比 O/A (即有机微乳液相与酸解清液质量相比) 为 3 (一般控制在 0.5 ~ 8 范围),温度约 40°C (一般控制在 30 ~ 50°C 范围),停留时间约 40min。

[0037] (3) 有机萃取液进入到 1 号反萃取器与反萃剂 1 相互作用,有机萃取液中的钛被反萃出,得到的反萃钛液排出 1 号反萃取器。反萃剂 1 为水 (或水加少量盐酸),两相这里比 O/A (有机萃取液相与反萃剂相比) 为 4 (一般控制在 2 ~ 10 范围),温度约 40°C (一般控

制在 30 ~ 50℃ 范围), 反应时间 40min(一般控制在 30 ~ 60min)。钛液浓度约大于 20g/L。

[0038] (4) 反萃钛液送入水解槽进行水解, 水解温度为 98℃ (一般控制在 95 ~ 101℃), 水解至水解度达到 95% 以上。

[0039] (5) 水解完成后经过滤机分离洗涤后, 固体颗粒进入煅烧炉, 于约 900℃ (一般控制在 850 ~ 980℃ 范围) 煅烧约 40min 左右, 得到金红石型钛白粉。

[0040] (6) 从 1 号萃取器排出的萃余液 (主要是盐酸和各种杂质) 进入设计有两段萃取段的 2 号萃取器, 在萃取器的两个萃取段内分别用萃取铁铝杂质的有机微乳液 2 和萃取镁杂质的有机微乳液 3 进行杂质萃取, 脱除杂质后的盐酸重新送入酸解反应器作为酸解盐酸循环。富含镁杂质和铁铝杂质的有机相分别从不同萃出段排出, 送去进一步处理。

[0041] (7) 从 2 号萃取器出来的有机相分别进入到 2 反萃器和 3 号反萃器。在 2 号反萃器可用盐酸反萃以得到氯化铁铝液体, 用来制备净水剂化学品。在 3 号反萃器用硫酸反萃以得到硫酸镁液体, 用来制备硫酸镁固体化学品。同时相应的有机相获得再生。

[0042] (8) 水解后得到的部分废酸经膜处理器或膜精馏提浓后作为循环酸返回反应器。

[0043] 本实施例所使用的有机微乳液分别为:

[0044] 用于萃取钛的有机微乳液 1 的组成为: TOPO 含量 0.4mol/l, TX-10 的质量含量 0.08%, SDBS 的质量含量 0.02%, 其余为稀释剂煤油。

[0045] 用于萃取铁铝杂质的有机微乳液 2 的组成为: TBP 的含量为 0.015mol/l, D2EHPA 的含量为 0.4mol/l, TX-15 的质量含量 0.05%, SDBS 的质量含量 0.02%, 其余为稀释剂煤油。

[0046] 用于萃取镁杂质的有机微乳液 3 组成组分为, JM-T 的含量为 2mol/l, Versatic911 含量为 0.5mol/l, MIBK 的含量为 0.1mol/l, tween18 的质量含量 0.005%, 其余为稀释剂煤油。

[0047] 实施例 2

[0048] 本实施例的流程如附图 2 所示, 是利用富钛高炉渣生产纳米级或亚纳米级金红石型钛白粉以及回收原料中的其他资源。

[0049] 本实施例的流程, 除从 1 号萃取器排出的有机萃取液的处理工艺与实施例 1 中的流程不同之外, 其他部分的流程均与实施例 1 中的流程相同。在本实施例中, 加入到 1 号萃取器的有机微乳液, 在其加入到 1 号萃取器前需要用水和少量碱液加以溶胀, 使其形成包有碱性液体的内相。从 1 号萃取器排出的有机萃取液, 将其温度升高至 70 ~ 80℃, 使其微乳内相在一定程度上解体, 然后将其送入到高速离心机, 将微泡中已水解的水合二氧化钛微粒分离出来。分离液送到喷雾式水解器水解后, 在 850℃ 左右完成煅烧, 水解度达到 100% 以上。在喷雾式水解器挥发出来的含氯化氢的水蒸汽, 经冷凝吸收后进入膜处理系统回收盐酸, 送入到酸解反应器。从 1 号萃取器出来的萃余液的处理, 与实施例 1 的处理方法相同。

[0050] 本实施例所使用的有机微乳液分别为:

[0051] 用于萃取钛的有机微乳液 1 的组成为: 异戊醇含量 2.0mol/l, N1923 含量 1.0mol/l, TX-10 的质量含量 0.20%, SDBS 的质量含量 0.04%, 其余为稀释剂煤油。

[0052] 用于萃取铁铝杂质的有机微乳液 2 的组成为: D2EHPA 的含量为 0.32mol/l, TX-15 的质量含量 0.06%, SDBS 的质量含量 0.04%, 其余为稀释剂煤油。



[0053] 用于萃取镁杂质的有机微乳液 3 组成组分为, JM-T 的含量为 4mol/l, Versatic911 含量为 1mol/l、tween18 的质量含量 0.01%, 其余为稀释剂煤油。

[0054] 实施例 3

[0055] 本实施例的流程如附图 3 所示, 是利用难选钒钛磁铁矿或钛精矿直接生产金红石型钛白粉以及回收原料中其他资源。

[0056] 本实施例的流程, 与实施例 1 的工艺流程不同的方, 一是从酸解反应器排出的酸解料浆经过滤洗涤得到酸解清液, 先进入到冷冻结晶器, 于 0℃ 左右 (一般控制在 -10 ~ 5℃) 结晶反应 120min 左右 (一般控制在 60 ~ 180min 范围), 使其所含的二氯化铁和三氯化铁结晶析出, 经离心机分离, 得到氯化铁和初步净化的酸解清液, 其中氯化铁经喷雾分解, 可得到高品位三氧化二铁, 即铁精矿; 若要得到铁红只需在分解前对液体进行分离杂质提纯即可。铁杂质得到初步净化的酸解清液进入 1 号萃取器, 加入萃钛有机微乳液 1 将酸解清液中的钛萃出; 二是从 1 号萃取器排出的萃取余液送入 2 号萃取器, 在其一个萃取段中加入钒杂质萃取有机微乳液, 在另一个萃取段加入铁杂质萃取有机微乳液, 将萃取余液所含的钒杂质萃出, 富含钒杂质和铁等杂质的有机相分别从 2 号萃取器的两个萃取段中排出, 含钒杂质的有机相进入 3 号反萃取器, 用氯化铵和氯化钠混合溶液进行反萃, 得到含偏钒酸钠的液体, 可用于进一步制备五氧化二钒固体化学品。含铁杂质的有机相进入 2 号反萃取器, 用盐酸进行反萃取得到氯化铁等纯净液体, 可用于进一步制备铁红等化学品。同时相应的有机相获得再生。除此之外, 其他各步骤均与实施例 1 相同。

[0057] 本实施例所使用的有机微乳液分别为:

[0058] 用于萃取钛的有机微乳液 1 的组成为: N1923 含量 8.0mol/l, TX-100 的质量含量 0.15%, tween65 的质量含量 0.008%, SDBS 的质量含量 0.03%, 其余为稀释剂煤油。

[0059] 用于萃取铁和钒杂质的有机微乳液 2 的组成为: D2EHPA 含量 0.5mol/l, TBP 含量为 0.5mol/l, TX-10 的质量含量 0.2%, tween65 的质量含量 0.005%, SDBS 的质量含量 0.04%, 其余为稀释剂煤油。然后通过吸附的方法将钒单独分离。

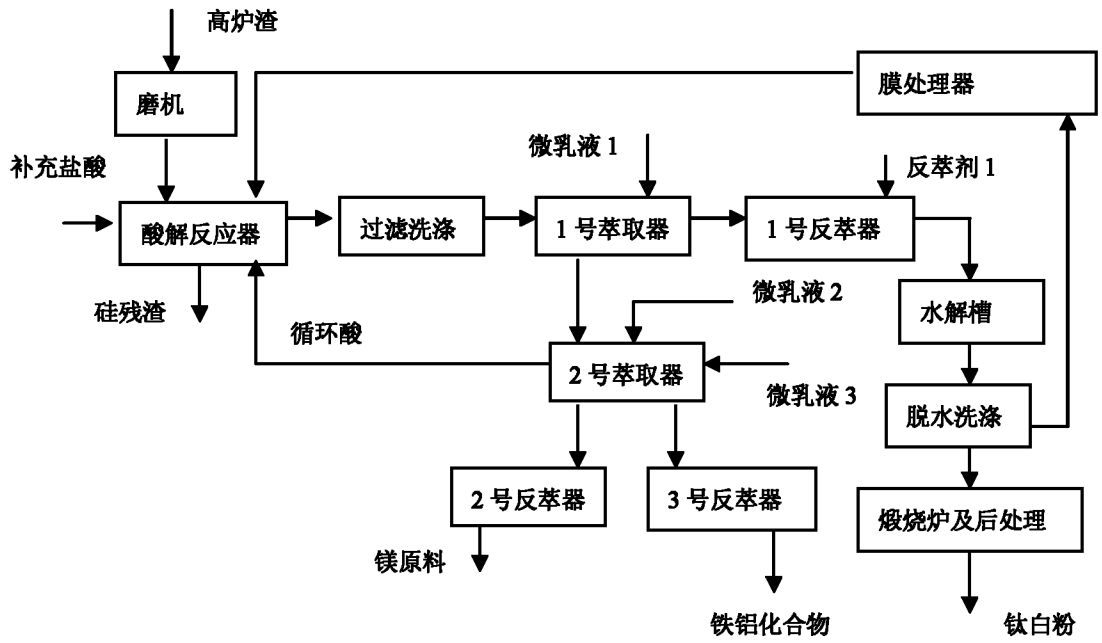


图 1

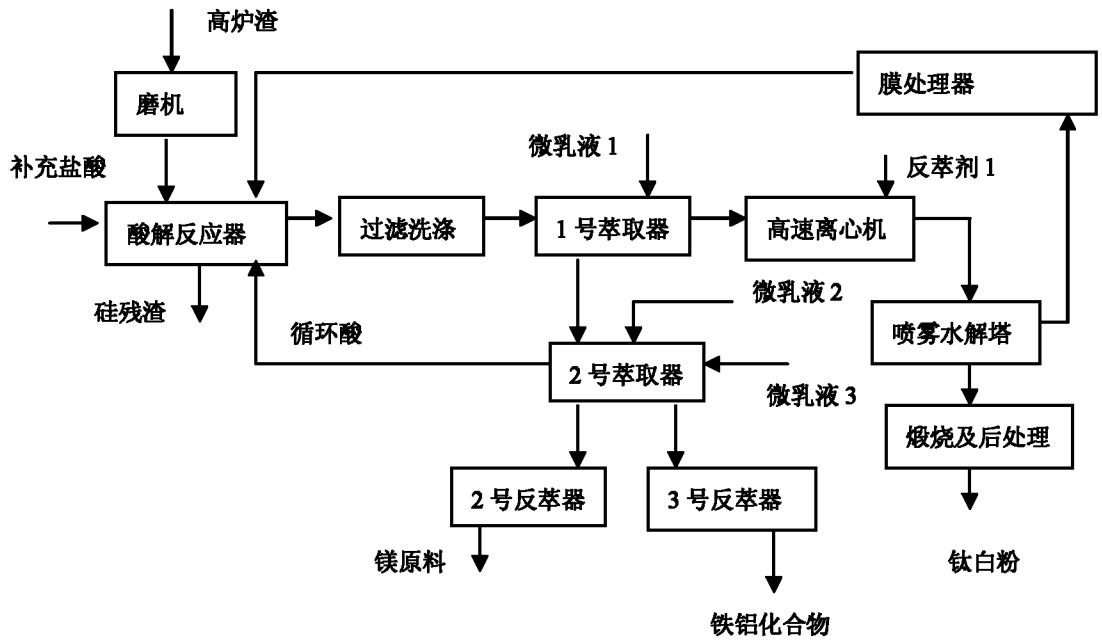


图 2

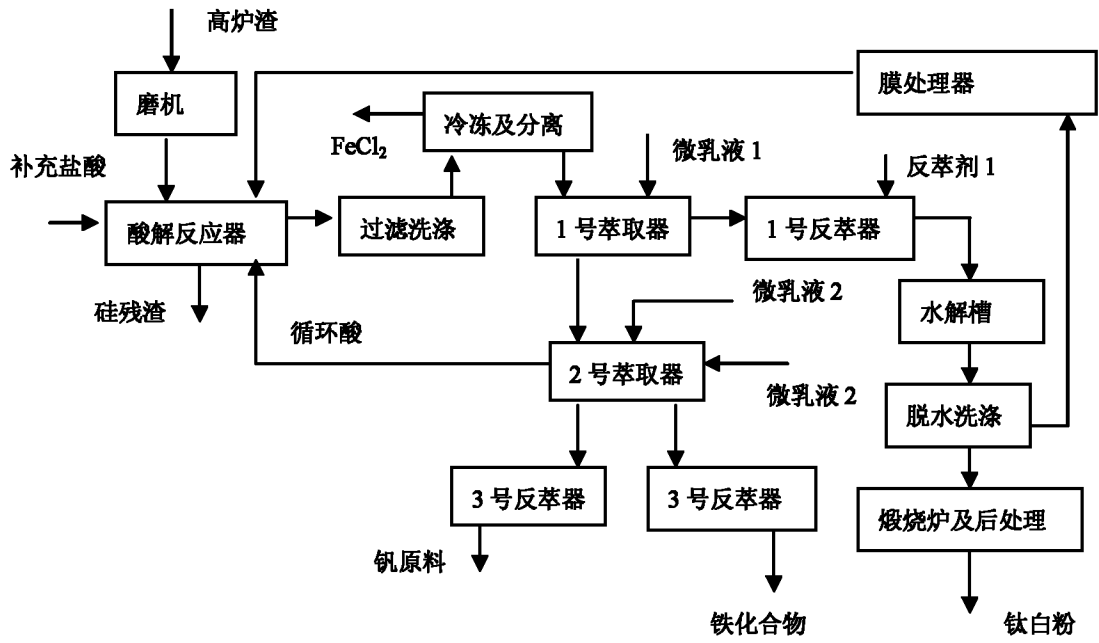


图 3