



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115215362 B

(45) 授权公告日 2024.06.25

(21) 申请号 202210726006.1

(22) 申请日 2022.06.24

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115215362 A

(43) 申请公布日 2022.10.21

(73) 专利权人 河北纽思泰伦环保科技有限公司

地址 050000 河北省石家庄市高新区长江大道319号石家庄国际人才城3楼B5号

(72) 发明人 彭光辉

(74) 专利代理机构 北京汇智英财专利代理有限公司

11301

专利代理师 张俊阁

(51) Int. Cl.

C01F 11/18 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1762817 A, 2006.04.26

CN 101723458 A, 2010.06.09

CN 1065641 A, 1992.10.28

CN 105293555 A, 2016.02.03

审查员 龙燕飘

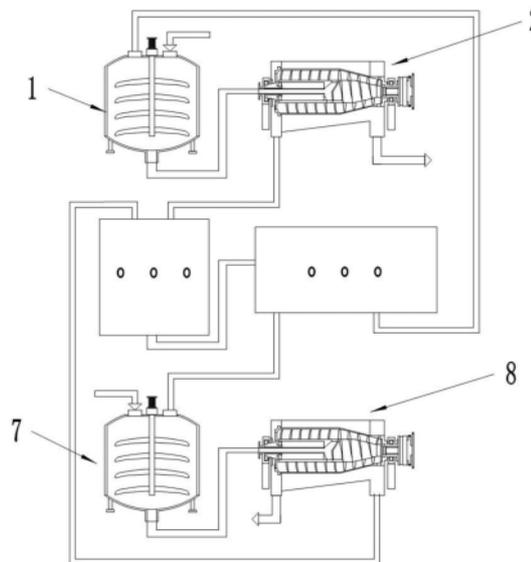
权利要求书1页 说明书9页 附图2页

(54) 发明名称

一种天青石熟料连续浸取工艺及生产碳酸铈的方法

(57) 摘要

本发明提供一种天青石熟料连续浸取工艺及生产碳酸铈的方法,天青石熟料加入到第一浸取罐中,第一浸取罐中的浸取液利用第n离心机脱水后的滤液;第n浸取罐中的浸取液为热水,物料为第一离心分离后的固体物料。本发明采用连续走料,逆流浸取方法,且第n浸取罐中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力,使得硫化铈、氢氧化铈的产量更高,进而可提高碳酸铈的收率。将第一分离机分离得到的分离液在60-80℃下加入盐酸溶液,使得分离液中的硫化铈、氢氧化铈与盐酸反应生成氯化铈,再将氯化铈溶液降温结晶,提高氯化铈的纯度;结晶后的氯化铈再与碳酸氢铵反应生成碳酸铈,使得最终制得的碳酸铈纯度高。



1. 一种生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

1) 将天青石熟料通过连续浸取工艺制得的从第一离心机中分离得到的分离液在60-80℃加入盐酸溶液,调整pH为1-2,搅拌1-2h后加入到离心机b中,收集分离液;

2) 将步骤1)得到分离液以降温的速度为10-20℃/h的降温至40-60℃,再以20-30℃/h降温至20-40℃,最后以降温速度为5-10℃降温至10-20℃;

3) 将步骤2)结晶后的物料溶于20-30℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

4) 将步骤3)得到的固体物料溶于80-100℃的水中,再加入碳酸氢铵溶液,反应2-4h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶;

所述分离液是采用天青石熟料连续浸取工艺制成;

所述天青石熟料连续浸取工艺包括n个浸取罐、n个离心泵及浸取液水箱,其中, $n \geq 2$;

当 $n=3$ 时,具体的连续浸取工艺为:将天青石熟料加入到第一浸取罐,用第二离心机的分离液进行浸取,浸取后的混合液进入到第一离心机中进行离心,收集离心后的分离液,离心后的固体物料进入到第二浸取罐;

第二浸取罐用第三离心机的分离液进行浸取,浸取后的混合液进入到第二离心机中进行离心,离心后的分离液进入到第一浸取罐,固体物料进入到第三浸取罐;

第三浸取罐中用水进行浸取,浸取后的浸取液进入第三离心机中进行离心,离心后的分离液进入到第二浸取罐,收集离心后的固体物料;

第n浸取罐中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力;

其中,第一浸取罐内浸取温度为90-100℃,浸取时间2-3h;

第二浸取罐内浸取温度为100-120℃,浸取压力为0.12-0.2MPa,浸取时间为1-2h;

第三浸取罐内浸取温度为120-150℃,浸取压力为0.15-0.3MPa,浸取时间0.5-1h。

2. 根据权利要求1所述的生产碳酸锶的方法,其特征在于,步骤1)之前还包括将收集的分离液加入到反应釜中,在温度为30-40℃,加入氨水调整pH值至10-13,保温2-4h,加入离心机d中,收集分离液。

3. 根据权利要求1所述的生产碳酸锶的方法,其特征在于,碳酸氢钠溶液的质量浓度为10-20%,加入速度120-150mL/h。

4. 根据权利要求1所述的生产碳酸锶的方法,其特征在于,碳酸氢铵溶液的加入量与氯化锶溶液的体积1-2倍。

5. 根据权利要求1所述的生产碳酸锶的方法,其特征在于,盐酸溶液的溶度为10-20%。

6. 根据权利要求1所述的生产碳酸锶的方法,其特征在于,天青石熟料加入到第一浸取罐前,先进行粉碎过50-200目筛。

一种天青石熟料连续浸取工艺及生产碳酸锶的方法

技术领域

[0001] 本发明属于碳酸锶生产领域,特别涉及一种天青石熟料连续浸取工艺及生产碳酸锶的方法。

背景技术

[0002] 碳酸锶是一种无机化合物,化学式为 SrCO_3 ,白色粉末或颗粒、无臭无味。主要用于制造彩电阴极射线管、电磁铁、锶铁氧体、烟火、荧光玻璃、信号弹等,也是生产其他锶盐的原料;用作专用PTC热敏电阻元件(开关启动、消磁、限流保护、恒温发热等)生产的基础粉料。

[0003] 目前采用天青石生产碳酸锶包括两种方法,一种是复分解法,另一种是煤还原法;其中复分解法包括,将天青石粉碎后与纯碱溶液反应2h,反应温度 100°C 。碳酸钠起始浓度20%,碳酸钠加入量为理论量的110%,矿粉粒度80目,在此条件下,分解率可达97%以上,经过滤,滤液中硫酸钠浓度可达24%。粗制碳酸锶用水打浆,加盐酸调浆至pH为3,在温度 $90-100^\circ\text{C}$ 下经2-3h,加入除钡剂除钡,再用氨水调浆液至pH6.8-7.2除杂,过滤后滤液用碳酸氢铵或碳酸铵溶液沉淀出碳酸锶,再过滤除去氯化铵溶液,滤饼经干燥,制得碳酸锶成品。

[0004] 煤还原法为,天青石和煤粉经粉碎,以通过20目的作为原料,矿煤比为1:(0.6-0.7),在温度 $1100-1200^\circ\text{C}$ 下还原焙烧,经0.5-1.0h,焙烧物经两次浸取,一次水洗,浸取温度 90°C ,每次浸3h,浸液经过滤,滤渣经盐酸溶浸后进一步回收锶,滤液中加芒硝溶液除钡,再加入碳酸氢铵或碳酸钠溶液进行反应生成碳酸锶沉淀(或直接用二氧化碳碳化),再经分离、干燥、球磨粉碎,制得碳酸锶成品。

[0005] 但是上述两种方法碳酸锶的收率均在80%左右,在浸取过程中还有部分天青石未参与反应,目前这部分天青石作为废渣被丢弃,造成资源的浪费。

发明内容

[0006] 本发明的主要目的在于提供一种天青石熟料连续浸取工艺及生产碳酸锶的方法,能够提高碳酸锶的收率,以解决资源浪费的问题。

[0007] 一种天青石熟料连续浸取工艺,

[0008] 包括n个浸取罐、n个离心泵及浸取液水箱,其中, $n \geq 2$;

[0009] 将天青石熟料加入到第一浸取罐,用第n离心机的分离液进行浸取,浸取后的混合液进入到第一离心机中进行离心,收集离心后的分离液,离心后的固体物料进入到第n浸取罐;

[0010] 第n浸取罐用热水进行浸取,浸取后的混合液进入到第n-1离心机中进行离心,离心后的分离液进入到第n-1浸取罐;

[0011] 第n浸取罐中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力。

[0012] 优选地, $n=3$ 时,第一浸取罐内浸取温度为 $90-100^\circ\text{C}$,浸取时间2-3h;

- [0013] 第二浸取罐内浸取温度为100-120℃,浸取压力为0.12-0.2MPa,浸取时间为1-2h;
- [0014] 第三浸取罐内浸取温度为120-150℃,浸取压力为0.15-0.3MPa,浸取时间0.5-1h。
- [0015] 优选地,天青石熟料加入到第一浸取罐前,先进行粉碎过50-200目筛。
- [0016] 本发明还提供了一种生产碳酸锶的方法,包括:
- [0017] 1) 将上述收集的分离液在60-80℃加入盐酸溶液,调整pH为1-2,搅拌1-2h后加入到离心机b中,收集分离液;
- [0018] 2) 将步骤1)得到的分离液降温至10-20℃结晶;
- [0019] 3) 将步骤2)结晶后的物料溶于20-30℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;
- [0020] 4) 将步骤3)得到的固体物料溶于80-100℃的水中,再加入碳酸氢铵溶液,反应2-4h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。
- [0021] 优选地,步骤1)之前还包括将收集的分离液加入到反应釜中,在温度为30-40℃,加入氨水调整pH值至10-13,保温2-4h。
- [0022] 优选地,将步骤1)得到分离液以降温的速度为10-20℃/h的降温至40-60℃,再以20-30℃/h降温至20-40℃,最后以降温速度为5-10℃降温至10-20℃。
- [0023] 优选地,碳酸氢钠溶液的质量浓度为10-20%,加入速度120-150mL/h。
- [0024] 优选地,碳酸氢铵溶液的加入量与氯化锶溶液的体积1-2倍。
- [0025] 优选地,盐酸溶液的浓度为10-20%。
- [0026] 本发明的有益效果:
- [0027] 1) 天青石熟料加入到第一浸取罐中,第一浸取罐中的浸取液利用第n离心机脱水后的滤液;第n浸取罐中的浸取液为热水,物料为第一离心分离后的固体物料。本发明采用连续走料,逆流浸取方法,且第n浸取罐中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力,使得硫化锶、氢氧化锶的产量更高,进而可提高碳酸锶的收率。
- [0028] 2) 将第一分离机分离得到的分离液在60-80℃下加入盐酸溶液,使得分离液中的硫化锶、氢氧化锶与盐酸反应生成氯化锶,再将氯化锶溶液降温结晶,提高氯化锶的纯度;结晶后的氯化锶再与碳酸氢铵反应生成碳酸锶,使得最终制得的碳酸锶纯度、收率高,提高了锶资源的利用率,避免了造成资源的浪费。

附图说明

- [0029] 图1为本发明天青石熟料连续浸取工艺流程图;
- [0030] 图2为3个浸取罐时青石熟料连续浸取工艺流程图。
- [0031] 附图说明:
- [0032] 1、第一浸取罐;2、第一离心机;3、第二浸取罐;4、第二离心机;5、第三浸取罐;6、第三离心机;7、第n浸取罐;8、第n离心机。

具体实施方式

- [0033] 参见图1-2,本发明一种天青石熟料连续浸取工艺,包括n个浸取罐、n个离心泵及浸取液水箱,其中, $n \geq 2$;
- [0034] 将天青石熟料加入到第一浸取罐1,用第n离心机8的分离液进行浸取,浸取后的混

合液进入到第一离心机2中进行离心,收集离心后的分离液,离心后的固体物料进入到第n浸取罐7;

[0035] 第n浸取罐7用热水进行浸取,浸取后的混合液进入到第n-1离心机中进行离心,离心后的分离液进入到第一浸取罐1;

[0036] 第n浸取罐7中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力。

[0037] 上述,天青石熟料加入到第一浸取罐1中,第一浸取罐1中的浸取液利用第n离心机8脱水后的滤液;第n浸取罐7中的浸取液为热水,物料为第一离心分离后的固体物料。本发明采用连续走料,逆流浸取方法,且逆流浸取过程中第n浸取罐7中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力,使得硫化锶、氢氧化锶的转化率更高,进而可提高碳酸锶的收率。

[0038] 需要说明的是,n个分离机均为卧式真空机。

[0039] 为了提高天青石的浸取效果,天青石熟料加入到第一浸取罐1前,先进行粉碎过50-200目筛。

[0040] 在具体实施时,n个离心机的结构相同,n个浸取罐的结构相同,浸取罐顶部设置有物料口和进液口,底部设置有出口;n个离心机的结构相同,离心机上方设置有固体出口和液相出口;第一浸取机构的浸取罐进液口与第n浸取机构离心机的液相出口连接;第一浸取机构的离心机固体出口与第n浸取机构的浸取罐的物料口连接;第n浸取机构的浸取罐进液口与水箱连接。

[0041] 其中每个浸取罐中均设置有搅拌器,搅拌器包括设置在浸取罐顶部的驱动机构,驱动机构的输出端设置有搅拌轴,搅拌轴伸入至浸取罐内,搅拌轴上设置有搅拌叶片,在搅拌叶片的作用下可使得水与天青石充分接触,提高天青石的浸取效果。本发明对搅拌器的搅拌速率没有限定,优选转速为50-100r/min。

[0042] 天青石熟料的制备方法为,将天青石和配煤分别粉碎过50-100目筛,先将配煤加入到煅烧炉中,煅烧炉的温度达到1000-1300℃,加入天青石,煅烧2-4min,冷却至室温。其中,天青石与配煤的质量比为1:(0.6-1)。

[0043] 在具体实施时,当n=3时,第一浸取罐1内浸取温度为90-100℃,浸取时间2-3h;第二浸取罐3内浸取温度为100-120℃,浸取压力为0.12-0.2MPa,浸取时间为1-2h;第三浸取罐5内浸取温度为120-150℃,浸取压力为0.15-0.3MPa,浸取时间0.5-1h。本发明不同的浸取罐采用不同的浸取温度和压力,且第n浸取罐7中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力,该设定能够提高天青石中有效成分的浸出,进而可提高碳酸锶的产量。

[0044] 本发明还提供了一种生产碳酸锶的方法,包括:

[0045] 1) 将权利要求1-3任一项第一分离机分离得到的分离液的温度保持在60-80℃加入盐酸溶液,调整pH为1-2,搅拌1-2h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0046] 2) 将步骤1)得到的分离液降温至10-20℃结晶;

[0047] 3) 将步骤2)结晶后的物料溶于20-30℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0048] 4) 将步骤3)得到的固体物料溶于80-100℃的水中,再加入碳酸氢铵溶液,反应2-4h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0049] 上述,分离液在60-80℃下加入盐酸溶液,使得分离液中的硫化锶、氢氧化锶与盐酸反应生成氯化锶,再将氯化锶溶液降温结晶,提高氯化锶的纯度;结晶后的氯化锶再与碳酸氢铵反应生成碳酸锶,使得最终制得的碳酸锶纯度高。

[0050] 在具体实施时,步骤1)之前还包括第一离心机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为30-40℃,加入氨水调整pH值至10-13,保温2-4h,加入离心机d中,收集分离液;可将分离液中的Ca、Mg、Fe等以氢氧化物形式沉淀的物质,再进行过滤分离,可使得最终产物碳酸化锶的纯度高。

[0051] 在具体实施时,步骤2)的降温结晶具体为,将步骤1)得到分离液以降温的速度为10-20℃/h的降温至40-60℃,再以20-30℃/h降温至20-40℃,最后以降温速度为5-10℃降温至10-20℃,采用上述三阶段降温过程,使得分离液温度逐渐降低,能够有效获得高质量结晶产物,同时提高碳酸锶质量的稳定性。

[0052] 步骤4)之前还包括将结晶后的氯化锶溶于20-30℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;该过程能够出去氯化锶中Ca²⁺,提高碳酸锶的纯度。

[0053] 在具体实施时,碳酸氢钠溶液的质量浓度为10-20%,加入速度120-150mL/h。碳酸氢铵溶液的加入量与氯化锶溶液的体积的1-2倍。盐酸溶液的浓度为10-20%。

[0054] 为了进一步解释本发明,列举以下实施例进一步说明。

[0055] 天青石来自青海大风山,SrSO₄含量41.23%。

[0056] n个浸取罐的结构相同,具体参见附图1,浸取罐顶部设置有物料口和进液口,底部设置有出口;n个离心机的结构相同,离心机上方设置有固体出口和液相出口;第一浸取机构的浸取罐进液口与第n浸取机构离心机的液相出口连接;第一浸取机构的离心机固体出口与第n浸取机构的浸取罐的物料口连接;第n浸取机构的浸取罐进液口与水箱连接。每个浸取罐中均设置有搅拌器,搅拌器包括设置在浸取罐顶部的驱动机构,驱动机构的输出端设置有搅拌轴,搅拌轴伸入至浸取罐内,搅拌轴上设置有搅拌叶片,在搅拌叶片的作用下可使得水与天青石充分接触,提高天青石的浸取效果。本发明对搅拌器的搅拌速率为100r/min。

[0057] 天青石熟料的制备方法为,将天青石和配煤分别粉碎过50目筛,先将配煤加入到煅烧炉中,煅烧炉的温度达到1300℃,加入天青石,煅烧4h,冷却至室温。其中,天青石与配煤的质量比为1:0.8。

[0058] 实施例1

[0059] 天青石熟料连续浸取工艺,包括3个浸取罐、3个离心泵及浸取液水箱;

[0060] 将天青石熟料先进行粉碎过50目筛,再加入第一浸取罐1,用第二离心机4的分离液进行浸取,浸取温度为90℃,浸取时间3h,浸取后的混合液进入到第一离心机2中进行离心,收集分离液,离心后的固体物料进入到第二浸取罐3;

[0061] 第二浸取罐3用第三离心机6的分离液进行浸取,浸取温度为100℃,浸取时间1h,浸取压力为0.12MPa,浸取后的混合液进入到第二离心机4中进行离心,离心后的分离液进入到第一浸取罐1,固体物料进入到第三浸取罐5;

[0062] 水箱中的水加入到第三浸取罐5中,其中水的加入量是天青石熟料质量的2倍,浸取温度为120℃,浸取时间1h,浸取压力为0.15MPa;浸取后的浸取液进入第三离心机6中进行离心,离心后的分离液进入到第二浸取罐3,收集离心后的固体物料。

[0063] 实施例2

[0064] 天青石熟料连续浸取工艺,包括3个浸取罐、3个离心泵及浸取液水箱;

[0065] 将天青石熟料先进行粉碎过200目筛,再加入到第一浸取罐1,用第二离心机4的分离液进行浸取,浸取温度为100℃,浸取时间3h,浸取后的混合液进入到第一离心机2中进行离心,收集分离液,离心后的固体物料进入到第二浸取罐3;

[0066] 第二浸取罐3用第三离心机6的分离液进行浸取,浸取温度为120℃,浸取时间2h,浸取压力为0.15MPa,浸取后的浸取液进入到第二离心机4中进行离心,离心后的分离液进入到第一浸取罐1,固体物料进入到第三浸取罐5;

[0067] 水箱中的水加入到第三浸取罐5中,其中水的加入量是天青石熟料质量的2倍,浸取温度为150℃,浸取时间1h,浸取压力为0.2MPa;浸取后的浸取液进入第三离心机6中进行离心,离心后的分离液进入到第二浸取罐3,收集离心后的固体物料。

[0068] 实施例3

[0069] 天青石熟料连续浸取工艺,包括2个浸取罐、2个离心泵及浸取液水箱;

[0070] 将天青石熟料先进行粉碎过150目筛,再加入到第一浸取罐1,用第二离心机4的分离液进行浸取,浸取温度为100℃,浸取时间2.5h,浸取后的混合液进入到第一离心机2中进行离心,收集分离液,离心后的固体物料进入到第二浸取罐3;

[0071] 水箱中的水加入到第二浸取罐3中,其中水的加入量是天青石熟料质量的2倍,浸取温度为120℃,浸取时间2h,浸取压力为0.15MPa,浸取后的浸取液进入到第二离心机4中进行离心,离心后的分离液进入到第一浸取罐1,收集离心后的固体物料。

[0072] 实施例4

[0073] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0074] 1) 将实施例1中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为30℃,加入氨水调整pH值至12,保温2h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到60℃后加入质量浓度为10%的盐酸溶液,调整pH为2,搅拌2h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0075] 2) 将分离液以降温的速度为20℃/h的降温至60℃,再以30℃/h降温至20℃,最后以降温速度为10℃降温至10℃;

[0076] 3) 将结晶后的物料溶于20℃无水乙醇中,无水乙醇加入量是结晶后物料质量的2倍,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0077] 将固体物料溶于80℃水中,再以速度150mL/h加入质量浓度为10%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0078] 实施例5

[0079] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0080] 1) 将实施例3中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为40℃,加入氨水调整pH值至10,保温4h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到80℃后加入质量浓度为20%的盐酸,调整pH为1,搅拌1h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0081] 2) 将分离液以降温的速度为10℃/h的降温至40℃,再以20℃/h降温至30℃,最后以降温速度为10℃降温至20℃;

[0082] 3) 将结晶后的物料溶于30℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0083] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度120mL/h加入质量浓度为20%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应2h,再加入离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0084] 实施例6

[0085] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0086] 1) 将实施例2中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为35℃,加入氨水调整pH值至13,保温3h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到70℃后加入质量浓度为15%的盐酸,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0087] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃;

[0088] 3) 将结晶后的物料溶于25℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0089] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0090] 实施例7

[0091] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0092] 1) 将实施例2中第一分离机分离得到的分离液在温度70℃加入质量浓度为15%的盐酸溶液,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0093] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃;

[0094] 3) 将结晶后的物料溶于25℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0095] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0096] 实施例8

[0097] 生产碳酸锶的方法,包括:

[0098] 1) 将实施例2中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为35℃,加入氨水调整pH值至13,保温3h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到70℃后加入质量浓度为15%的盐酸,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0099] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至10℃;

[0100] 3) 将结晶后的物料溶于25℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0101] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0102] 实施例9

[0103] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0104] 1) 将实施例2中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为35℃,加入氨水调整pH值至13,保温3h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到70℃后加入质量浓度为15%的盐酸,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0105] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃;

[0106] 3) 将结晶后物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0107] 实施例10

[0108] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0109] 1) 将实施例3中第一分离机分离得到的分离液加入到反应釜中,在温度为35℃,加入氨水调整pH值至13,保温3h,加入分离机d中,收集分离液;将该分离液加热到70℃后加入质量浓度为15%的盐酸,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0110] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃;

[0111] 3) 将结晶后的物料溶于25℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0112] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0113] 实施例11

[0114] 生产碳酸锶的方法,其特征在于,包括:

[0115] 1) 将实施例3中第一分离机分离得到的分离液在70℃加入质量浓度为15%的盐酸溶液,调整pH为1,搅拌1.5h后加入到离心机b中,收集分离液;

[0116] 2) 将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃;

[0117] 3) 将结晶后的物料溶于25℃无水乙醇中,并加入到离心机c中,收集固体物料;

[0118] 将固体物料溶于100℃水中,再以速度130mL/h加入质量浓度为15%的碳酸氢铵溶液,碳酸氢铵的加入量以摩尔数计过量20%,反应3h,再加入到离心机c中收集沉淀物,干燥得到碳酸锶。

[0119] 以实施例6为基础,设定对比例,具体如下:

[0120] 对比例1

[0121] 与实施例6的区别仅在于,第一浸取罐1、第二浸取罐3与第三浸取罐5的浸取温度、压力、时间相同,浸取温度为100℃,浸取时间3h,浸取压力为常压。

[0122] 对比例2

[0123] 与实施例6的区别仅在于,第一浸取罐1、第二浸取罐3与第三浸取罐5的浸取温度、压力、时间相同,浸取温度为150℃,浸取时间1h,浸取压力为0.2MPa。

[0124] 对比例3

[0125] 与实施例6的区别仅在于,第二浸取罐3内浸取温度为120℃,浸取时间2h,浸取压力为0.15MPa。

[0126] 对比例4

[0127] 与实施例6的区别仅在于,第三浸取罐5内浸取温度为150℃,浸取时间1h,浸取压力为0.2MPa。

[0128] 对比例5

[0129] 与实施例6的区别仅在于,将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以10℃/h降温至20℃,最后以降温速度为5℃降温至10℃。

[0130] 对比例6

[0131] 与实施例6的区别仅在于,将分离液以降温的速度为15℃/h的降温至50℃,再以25℃/h降温至10℃。

[0132] 测定实施例4-11及对比例1-6碳酸锶转化率,同时按照HG/T2969-2010对实施例4-11及对比例1-6得到的碳酸锶进行测定,结果见表1。

[0133] 表1试验结果

[0134]	含量 (%)								回收率%
	碳酸锶	碳酸钙	碳酸钡	钠	铁	氯	总硫	水分	
实施例 4	97.5	0.39	1.09	—	—	0.09	0.29	0.28	90.52
实施例 5	96.8	0.41	1.22	—	—	0.08	0.32	0.22	85.79
实施例 6	97.2	0.52	1.41	—	—	0.11	0.23	0.19	92.31
实施例 7	90.21	1.24	2.67	0.39	0.51	0.64	0.72	0.35	90.09
实施例 8	91.8	1.23	2.36	0.26	0.36	0.14	0.61	0.54	87.74
实施例 9	94.5	1.86	1.87	—	—	0.12	0.36	0.41	90.72
实施例 10	95.7	0.40	0.98	0.09	0.04	0.11	0.26	0.31	90.20
[0135] 实施例 11	88.36	1.32	2.71	0.44	0.48	0.63	0.63	0.41	84.12
对比例 1	96.1	0.33	0.96	—	—	0.10	0.28	0.31	65.81
对比例 2	95.8	0.36	1.11	0.03	—	0.12	0.33	0.28	72.96
对比例 3	97.1	0.42	0.99	—	—	0.10	0.28	0.33	80.14
对比例 4	96.7	0.31	1.21	—	—	0.11	0.33	0.28	81.63
对比例 5	94.2	1.45	2.01	0.16	0.21	0.23	0.45	0.65	89.63
对比例 6	93.8	1.36	1.98	0.19	0.32	0.32	0.60	0.53	88.25

[0136] 由表1可知,本发明不同的浸取罐采用不同的浸取温度和压力,且第n浸取罐7中浸取温度、浸取压力分别大于第n-1浸取罐的浸取温度和压力,能够提高天青石中碳酸锶回收率;采用三阶段降温过程以及酸性反应前进行碱性调整,可提高碳酸锶的纯度。

[0137] 以上说明内容仅为本发明较佳实施例,显然,所描述的实施例仅仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

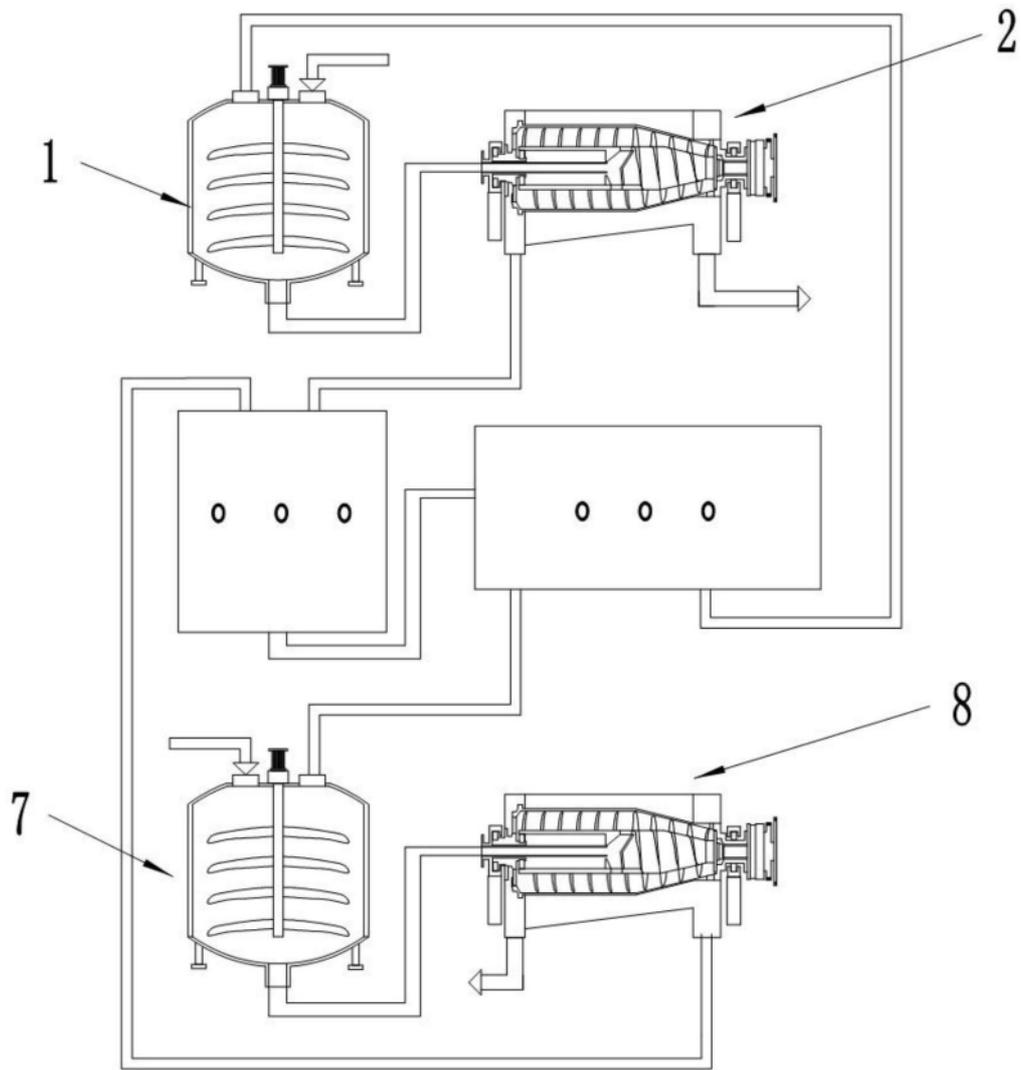


图1

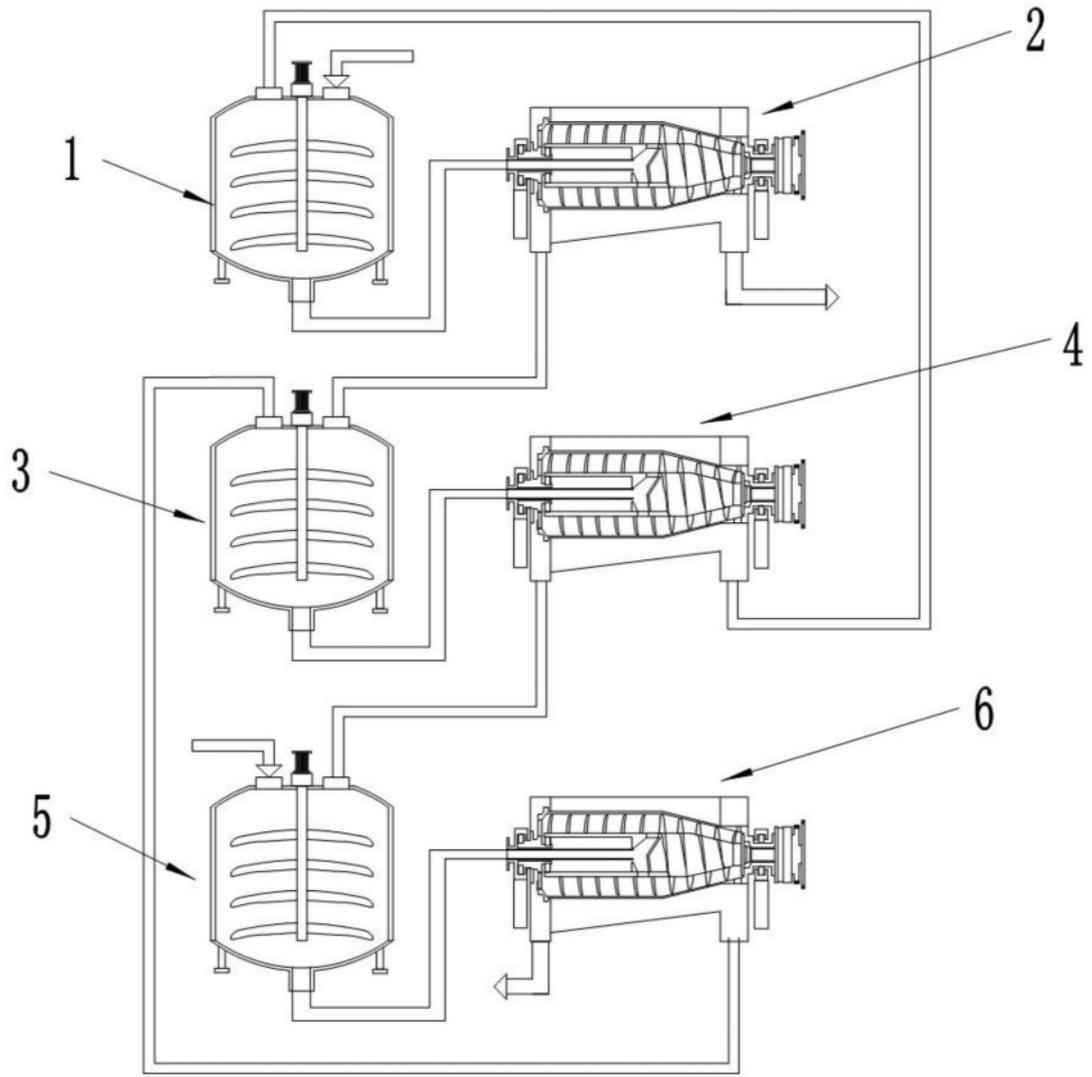


图2