



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102557086 B

(45) 授权公告日 2014.03.05

(21) 申请号 201210036491.6

(22) 申请日 2012.02.18

(73) 专利权人 贵州大学

地址 550025 贵州省贵阳市花溪区贵州大学
北校区科学技术处

(72) 发明人 邱跃琴 刘向御 张覃 李龙江
刘冰

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所
52100

代理人 顾书玲 程新敏

(51) Int. Cl.

B09B 3/00 (2006.01)

C01F 5/02 (2006.01)

C01B 25/12 (2006.01)

(56) 对比文件

US 3512927 A, 1970.05.19, 实施例 1.

吴彩斌等. 我国磷矿石的处理工艺研究. 《云南冶金》. 2000, 第 29 卷 (第 4 期), 第 21 页第 2.5 节.

邱跃琴等. 白云质磷矿石浮选尾矿消化试验研究. 《化工矿物与加工》. 2010, (第 12 期), 第 17-18 页第 4.2 节, 第 5 节.

审查员 韩宇

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法, 将磷矿尾矿煅烧, 煅烧产物经消化处理后得到消化浆液和消化产物, 用摇床对消化产物进行分离, 所得精矿为磷精矿, 中矿和尾矿为富镁产物, 对富镁产物进行酸浸得到富镁浸出液和浸渣, 将富镁浸出液和消化浆液混合, 除杂, 碳化, 制得轻质氧化镁; 对磷精矿和浸渣中富含的五氧化二磷加以回收, 本发明不仅有效回收了磷矿尾矿中含磷矿物, 还制取了轻质氧化镁产品, 达到了综合利用磷矿尾矿的目的, 五氧化二磷的总回收率可达 98.88%, 浸出液和消化浆液经处理后制得的轻质氧化镁中氧化镁的含量为 93.09%, 质量符合标准 HG/T2573-94 中合格品的要求。

1. 一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:将磷矿尾矿在700-1000℃下煅烧,煅烧产物经消化处理后得到消化浆液和消化产物;用摇床对消化产物进行分离,所得精矿为磷精矿、尾矿为富镁产物;富镁产物用盐酸进行酸浸得到富镁浸出液和浸渣;将富镁浸出液和消化浆液混合,除杂,碳化,制得轻质氧化镁;对磷精矿和浸渣中富含的五氧化二磷加以回收。

2. 按照权利要求1所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:将磷矿尾矿在800-900℃下煅烧0.5-2小时。

3. 按照权利要求2所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:将磷尾矿在850℃下煅烧1小时。

4. 按照权利要求1所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:煅烧产物按1g:60-80ml的固液比加水,在60-80℃、搅拌速度800-900r/min的条件下消化30-60min。

5. 按照权利要求4所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:煅烧产物按1g:70ml的固液比加水,在70℃、搅拌速度800-900r/min的条件下消化40min。

6. 按照权利要求1所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:富镁产物按1g:40-60ml的固液比加盐酸溶液,在20-40℃、pH值2-6、搅拌速度800-900r/min的条件下酸浸30-60min。

7. 按照权利要求6所述从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法,其特征在于:富镁产物按1g:50ml的固液比加1:1盐酸,在20℃、pH值4、搅拌速度800-900r/min的条件下反应30-60min。

一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磷矿尾矿的综合回收技术领域,特别是设计一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法。

背景技术

[0002] 磷矿尾矿中 P_2O_5 含量约为 8.52%, MgO 含量约为 16%, 其主要矿物为白云石, 其次为氟磷灰石、石英和伊利石等。按每年产生 50 万吨尾矿计算, 每年将有 4.69 万吨 P_2O_5 和 8.86 万吨 MgO 随尾矿堆存而未被利用。尾矿的堆存不仅占用大量的土地, 尾矿砂中的有关成分以及残留的选矿药剂对生态环境会造成严重的危害。随着高品位磷矿资源量的逐渐减少, 综合开发磷矿尾矿中的磷资源显的弥足珍贵。目前对磷矿尾矿回收利用的研究主要集中于再选、建材产品和伴生矿物的加工与利用。磷矿尾矿的再选主要是浮选法, 但浮选法中所使用的高效捕收剂和抑制剂的开发存在难度, 并且药剂对环境影响较大。建材产品的开发虽然使磷矿尾矿得到了利用, 但是附加值低, 资源没有得到合理利用。伴生矿物的加工与利用, 常见是用酸浸法处理磷矿尾矿, 但是耗酸量大, 萃取和除杂难度大。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是解决现有磷矿尾矿回收利用方法中存在的各种缺陷, 提供一种从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法, 该方法对磷的回收率高, 轻质氧化镁完全符合标准 HG/T2573-94 中合格品的要求。

[0004] 为了解决上述技术问题, 本发明采用如下的技术方案:

[0005] 本发明从磷矿尾矿中回收磷并制备轻质氧化镁的方法: 将磷矿尾矿在 700-1000℃ 下煅烧, 煅烧产物经消化处理后得到消化浆液和消化产物; 用摇床对消化产物进行分离, 所得精矿为磷精矿、尾矿为富镁产物; 富镁产物用盐酸进行酸浸得到富镁浸出液和浸渣; 将富镁浸出液和消化浆液混合, 除杂, 碳化, 制得轻质氧化镁; 对磷精矿和浸渣中富含的五氧化二磷加以回收。

[0006] 优选的, 上述方法中: 将磷矿尾矿在 800-900℃ 下煅烧 0.5-2 小时。

[0007] 最佳的, 将磷尾矿在 850℃ 下煅烧 1 小时。

[0008] 进一步的, 前述方法中所述的消化为: 煅烧产物按 1g:60-80ml 的固液比加水, 在 60-80℃、搅拌速度 800-900r/min 的条件下消化 30-60min。优选将煅烧产物按 1g:70ml 的固液比, 在 70℃、搅拌速度 800-900r/min 的条件下消化 40min。

[0009] 前述方法中所述的酸浸为: 富镁产物按 1g:40-60ml 的固液比加盐酸溶液, 在 20-40℃、pH 值 2-6、搅拌速度 800-900r/min 的条件下酸浸 30-60min。优选富镁产物按 1g:50ml 的固液比加 1:1 盐酸, 在 20℃、pH 值 4、搅拌速度 800-900r/min 的条件下反应 30-60min。

[0010] 在上述技术方案中, 将磷矿尾矿进行煅烧可将其活化, 活化后反应活性高, 易于消化。消化产物中的含磷矿物处于底层, 富镁产物处于上层, 利用摇床分选, 精矿为磷精

矿,五氧化二磷回收率为 87.16%,尾矿中镁含量高,磷镁可实现较好的分离。对摇床所得中矿和尾矿进行酸浸,氧化镁的浸出率可达 99.65%,所得浸渣中五氧化二磷品位达到 30% 以上,回收率为 91.30%。磷精矿和浸渣用于回收五氧化二磷,消化浆液和富镁浸出液用于生产轻质氧化镁。

[0011] 与现有技术相比,本发明不仅有效回收了磷矿尾矿中的含磷矿物,还制取了轻质氧化镁产品,达到了综合利用磷矿尾矿的目的,将摇床分选所得中矿和尾矿进行酸浸,减小了现有酸浸工艺中的酸用量,提高酸浸渣中五氧化二磷的品位,而浸出液中五氧化二磷的含量很小,对轻质氧化镁的纯度影响小,五氧化二磷的总回收率可达 98.88%,浸出液和消化浆液经处理后制得的轻质氧化镁中氧化镁的含量为 93.09%,质量符合标准 HG/T2573-94 中合格品的要求。

具体实施方式

[0012] (1) 将磷矿尾矿在 850℃ 下煅烧 1 小时得到高活性的煅烧产物,煅烧产物按 1g : 70ml 的固液比加水,在搅拌速度 800 ~ 900r/min、温度 70℃ 下消化处理 40min,得到消化浆液和消化产物。

[0013] (2) 消化产物出现分层现象,含磷矿物处于底层,主要成分是氟磷灰石,五氧化二磷品位较高,富镁产物处于上层,根据消化产物的密度差异,利用摇床实现消化产物的较好分离,含磷矿物密度较大,成为摇床精矿,为磷精矿,五氧化二磷的回收率为 87.16%,富镁产物分布于尾矿。

[0014] (3) 富镁产物按 1g :50ml 的固液比加 1:1 盐酸,在 20℃、pH 值 4、搅拌速度 800-900r/min 的条件下反应 30-60min 得到富镁浸出液和浸渣,氧化镁浸出率较高,达到 99.65%,浸出液中五氧化二磷含量少,对轻质氧化镁的纯度影响小;浸渣中五氧化二磷品位也较高,可达 30% 以上,回收率为 91.3%,浸渣会出现分层,含磷矿物处于底层,上层为黄色泥状物,利用密度差异用水力沉降法分离,分离后五氧化二磷品位可进一步提高到 35% 以上。另外,只是将富镁产物进行酸浸,减少了酸的用量。

[0015] (4) 消化浆液显碱性,过滤后可用于调节富镁浸出液的 pH 值,用于制备轻质氧化镁。

[0016] 富镁浸出液中主要含 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等杂质金属离子,用消化浆滤液调整 pH 值为 4 ~ 5,选用双氧水作为氧化剂使其中的 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} ,再继续用消化浆滤液调整 pH 为 8 ~ 9,得 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 、 FePO_4 、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 沉淀,过滤除杂。除杂后滤液用 20% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 13,通入 CO_2 气体,当 pH 值下降到 6.8 ~ 7 之间时,碳化完成。对碳化浆液进行过滤,所得滤液(重镁水溶液)在 90℃ 下加热,析晶、过滤、洗涤,在 105℃ 下烘干,即得到碱式碳酸镁;800℃ 下煅烧 1h,即制得轻质氧化镁产品。氧化镁含量为 93.09%,质量符合标准 HG/T2573-94 中合格品的要求。

[0017] (5) 对磷精矿和浸渣中富含的五氧化二磷加以回收,五氧化二磷的总回收率可达到 98.88%,回收率高。