

硼酸铝晶须熔块中回收硫酸钾实验

白延峰 高世扬 夏树屏

(中国科学院青海盐湖研究所, 西安, 710043)^[20]

摘要 采用硼酸和无水明矾及硫酸钾压块、焙烧、制备硼酸铝熔块。将浸取溶液进行二次蒸发并结晶, 硫酸钾回收率大于95%, 纯度为99.93%, 表明明矾中硫酸钾能得到充分利用。

关键词 硼酸铝晶须 硫酸钾 回收

分类号 TQ131.13

从原料的综合利用和高值化观点, 我们制备硼酸铝($9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$)晶须是采用我国丰产资源明矾和硼酸为原料, 可以在空气中高温焙烧制备硼酸铝, 也可将 SO_3 气体吸收为稀硫酸和回收硫酸钾。当制备硼酸铝时, 加入过量的硫酸钾, 容易生长成晶须^[1]。因此考虑硫酸钾的回用问题是工艺中的一个不可缺少的部分, 为此我们进行了下面的实验。

1 实验

1.1 $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ 熔块的制备

称以脱水明矾 30.943g, 硼酸 1.8525g 和硫酸钾 2.6104g, (按 $n_{\text{Al}}/n_{\text{B}}=4:1, n_{(\text{Al}+\text{B})}/n_{\text{K}_2\text{SO}_4}=1:0.5$), 原料总质量为 35.4065g。将称好的原料在球磨机上以 100-120r/min 的转速球磨 4 小时, 混合均匀, 用聚乙烯薄膜将混合好的原料包好, 用园柱形不锈钢模具 ($d=35.5\text{mm}, h=23\text{mm}$), 在 6MPa 下加压成形, 将压好的样块放入刚玉坩埚中。在连接有高精度控制器的高温炉中控制升温速率, 即以 $30\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$ 从室温升至 973K, 再以 $7.5\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$ 的升温速率从 973K 升至 1423K, 然后以 $3\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$ 的升温速率升至 1423K。在 1423K 时的反应物在硫酸钾熔盐中恒温 4 小时, 断电后, 自然冷却至室温, 样品仍保持原压块形状(可供浸溶实验用)。将此熔块用水进行浸溶, 真空抽滤法分离固液相, 用水洗涤固体至 SO_4^{2-} , 烘干后得到白色粉末晶体^[2]。

1.2 浸取液的制备

根据我们对硼酸铝烧结熔块的浸溶条件研究结果^[3-4], 在工艺操作上, 选择温度为 60°C , 搅拌速率为 600r/min, 在 0.25mol/L 硫酸进行熔块中 K_2SO_4 的浸溶, 浸溶时间需要 3 小时就能完全。用于该实验的浸取液是从浸溶实验中得到的。

[20] 收稿日期: 1999-02-01

1.3 浸取液中回收硫酸钾

1.3.1 浸取液的组成

采用四苯化钠重量法测定 K^+ 的含量,硫酸钡重量法测定 SO_4^{2-} , 有关浸取液的组成分析结果列于表 1。

表 1 浸取液的组成分析

温度/ $^{\circ}C$	11.8	密度/ $kg \cdot m^{-3}$	1079.8
沸点/ $^{\circ}C$	* 93.8	$\rho(K^+)/g \cdot L^{-1}$	44.69
$\rho(SO_4^{2-})/g \cdot L^{-1}$	54.89	$\rho(K_2SO_4)/g \cdot L^{-1}$	99.57

*注:在西宁测定

1.3.2 蒸发浓缩结晶分离硫酸钾

使用 1000mL 容量瓶量取 3000mL(3226g) 上述浸取液放入 5000mL 烧杯中,在 1000W 电炉上用调压器将电压高速调至 175V 加热,在不断搅拌下达到沸点温度($93.8^{\circ}C$),进行蒸发直至有 K_2SO_4 结晶析出时停止加热,迅速冷至室温,剩余浓缩料液 1445g,蒸发掉水份 1781g,抽滤分离固液相,得固体 K_2SO_4 201g,母液量 1209g,烘干后得 186.9g K_2SO_4 。

滤液进行二次蒸发,母液用量为 1175g,体积为 1083mL,操作同上,蒸到总容积约 120mL 时,停止加热,迅速冷却到室温($17^{\circ}C$),剩余 242g,抽滤分离,得到二次母液 137.8g(124mL),固体(湿重) 102.7g,烘干($180^{\circ}C$)后 97.7g;对二次得到的母液进行密度测量,取液样分析 K^+ 和 SO_4^{2-} 含量,并对两次结晶得到的 K_2SO_4 进行化学分析^[5],结果列于表 2:

表 2 蒸发液及结晶 K_2SO_4 的化学分析

	一次蒸发	二次蒸发
密度/ $0.001g \cdot cm^{-3}$	1085.1($15^{\circ}C$)	1108.76($17^{\circ}C$)
母 K^+	47.39	47.35
液 SO_4^{2-}	58.22	58.20
固 K_2SO_4	100.12%	99.93%
相		

2 结果与讨论

通过浸取液的蒸发浓缩液结晶分离,共得到 K_2SO_4 284.6g,收率 95%。通过对结晶得到的 K_2SO_4 的化学分析可以看出,得到的 K_2SO_4 纯度高,可在晶须制备中循环使用。蒸发剩余的浓缩液可进行喷雾干燥,所得 K_2SO_4 可作为一般无氯钾肥使用。

参 考 文 献

- [1] Gao Shiyang, Sun Yuhua, Xia Shuping. 14th IUAC conference on chemical thermodynamics, OSAKE Japan, 1996. 255.
[2] S. P. Ray. U. S. Pat, 04804.
[3] 白延峰, 高世扬, 夏树屏, 李青凤. 盐湖研究, 1996, 4(2): 41-48.
[4] 白延峰, 高世扬, 夏树屏, 李青凤. 盐湖研究. 1998, 6(2-3): 37-42.
[5] 中国科学院青海盐湖所. 盐和卤水的分析方法, 北京: 科学出版社, 1988.

MELTING RECOVERY OF POTASSIUM SULFATE FROM SALT BLOCK ALUMINIUM BORATE

Bai Yanfeng Gao Shiyang Xia Shuping

(Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Science, Xining 810008)

Abstract

Aluminium borate melting block was prepared by the combination of boric acid, anhydrous alum and potassium sulfate. Recovery of potassium sulfate has been investigated. The results are obtained that the recovery rate is above 95% and the product potassium sulfate has a purity of 99.93%.

Keywords Aluminum Borate, Recovery of Potassium Sulfate.