

硫酸法钛白石膏的纯化工艺研究*

朱静平, 罗 茜, 刘 洪

(西昌学院 轻化工程学院, 四川 西昌 615013)

【摘 要】钛白石膏中铁的存在是影响其使用性能的主要因素, 分别使用萃取剂 P_{507} 的萃取法和溶液中加入丙酮的溶解度法来除铁, 结果表明: P_{507} 在溶液温度为 25°C , 相比 $A/O=2/1$, 体积分数30%, 平衡时间45min时铁的去除率只能达63.97%左右。丙酮法操作简单, 可以得到纯白的钛白石膏。因此, 可作为钛白石膏除铁的主要方法。

【关键词】钛白石膏; 纯化; 萃取法; 丙酮法

【中图分类号】TQ132.3 **【文献标识码】**A **【文章编号】**1673-1891(2012)02-0067-03

钛白粉被认为是目前世界上性能最好的一种白色颜料, 广泛应用于涂料、塑料、造纸、化纤、印刷油墨、橡胶、化妆品等行业, 其工业生产方法主要有硫酸法和氯化法^[1]。硫酸法生产钛白因技术成熟、操作简单、产品品种齐全等优点, 被国内广泛采用。但是, 硫酸法钛白生产的废副产物太多。据统计, 生产1t钛白粉要排出质量分数20%左右的废酸6t, 含量为2%的硫酸废水80t左右, 目前回收利用量甚少^[2,3]。就浓度为2%的稀废硫酸而言, 由于没有回收利用价值, 可直接利用石灰或电石渣中和, 处理后的废水达标排放或部分回收, 同时副产大量的钛白石膏^[3]。钛白石膏的主要成分是二水石膏, 杂质主要是铁、镁、铝、钛、硅, 其中含量最高的铁主要以 Fe_2O_3 存在^[2]。因此, 开展钛白石膏的综合开发利用研究, 既能使硫酸钙材料得到充分利用, 也能延长天然石膏资源利用时间, 实现可持续发展, 还能保护生态环境。要充分利用钛白石膏就要对其纯化, 除去影响石膏颜色的主要杂质三氧化二铁。

除铁方法主要有重结晶法、沉淀法、有机物萃取法等^[3]。前两者工艺繁琐, 产率低, 能耗高; 沉淀法, 过滤困难, 操作不便^[2]。有机物萃取法是新兴的除铁方法, 具有选择性高、能耗低和污染少等优点, 在湿法冶金中得到了广泛的应用。从环境保护和资源保护角度考虑, 萃取法不仅可以除铁, 而且要考虑回收铁^[3]。理论上, Fe^{3+} 是最容易除去的金属离子之一, 几乎各种类型的萃取剂都能用于铁的萃取, 并且铁离子常优于其他金属离子进入有机相^[4]。由于钛白石膏粒度细小, 难溶于水及有机溶剂, 但易溶于酸。因此, 可以通过有机溶剂萃取除铁的方法以及利用硫酸钙在有机溶剂中溶解度降低而析出硫酸钙的特性来提纯钛白石膏。钛白石膏的化学成份见表1^[5]。

表1 石膏的化学成份(质量分数, %)

原料名称	CaO	Fe_2O_3	Al_2O_3	TiO_2	SiO_2	MgO
化学石膏	32.47	2.90	0.12	0.03	0.24	0.02
钛白石膏	30.36	7.79	0.82	4.32	2.01	0.87

本文以 P_{507} 作萃取剂以及丙酮作溶剂进行钛白石膏的纯化比较试验, 以期找出钛白石膏的最优纯化工艺, 为钛白石膏的有效利用提供依据。

1 实验方法

1.1 仪器

DF-101S型集热式磁力搅拌器(江苏省金坛市正基仪器有限公司); 722型光栅分光光度计(四川仪表九厂); 恒温干燥箱HX·GZ-450B(中国江苏, 连云港医疗器械设备厂)。

1.2 试剂

钛白石膏, P_{507} , 磺化煤油由西南某工厂提供; 三氧化二铁, 浓盐酸, 盐酸羟胺, 醋酸钠, 邻菲罗啉, 浓硫酸, 丙酮, 以上除三氧化二铁为光谱纯外, 其余均为分析纯。

1.3 实验步骤

钛白石膏用盐酸溶解后, 用 P_{507} 萃取法除铁, 分别试验了萃取时间、温度、体积分数、相比对萃取效果的影响; 溶解度法除铁时, 探讨了丙酮/料液比不同的除铁效果。试样中铁的含量采用分光光度法进行测定。

2 实验结果与讨论

2.1 萃取时间对 P_{507} 萃取效果的影响

温度为 25°C , P_{507} 的体积分数为40%, 相比 $O/A=1:1$ 时考察不同萃取时间对萃取效果的影响, 实验结果见图1。

由图1可知, P_{507} 对 Fe^{3+} 的萃取速率较慢, 萃取时间在55min时达到萃取反应平衡, 此时萃取率达到37.63%, 此后萃取率开始下降。因此, 萃取时间确

收稿日期: 2012-04-17

*基金项目: 四川省环境保护科技研究项目(项目编号: 2009HBY009)。

作者简介: 朱静平(1981-), 女, 讲师, 硕士, 主要从事化学、环境化学的研究。

定为1h。

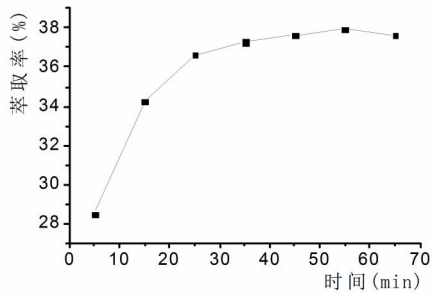


图1 时间对萃取效果的影响

2.2 温度对P₅₀₇萃取效果的影响

在P₅₀₇的体积分数为40%、相比O/A=1:1、萃取反应时间1h时,考察不同萃取温度对Fe³⁺萃取效率的影响,实验结果如图2所示。

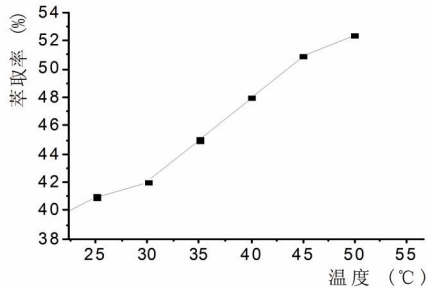


图2 温度对萃取效果的影响

由图2可知,随着温度的升高,P₅₀₇对Fe的萃取速率逐渐升高,证明萃取反应是吸热反应。但是温度升高萃取剂溶解量增大,油相和水相分层时间加长,当达到45℃时几乎很难分层;同时萃取剂的挥发增大,消耗量增加。因此,萃取反应的温度确定为25℃。

2.3 体积分数对P₅₀₇萃取效果的影响

在温度为25℃、相比O/A=1:1、萃取反应时间1h时,考察不同萃取体积分数对Fe³⁺萃取效率的影响,实验结果如图3所示。

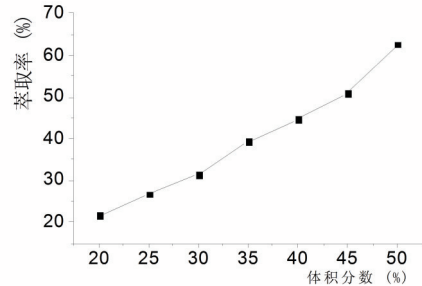


图3 体积分数对萃取效果的影响

由图3可知,随着P₅₀₇浓度的升高,Fe的萃取率

也增大。当P₅₀₇的体积分数达到30%以后,虽然Fe的萃取率在不断增大,但是有机相和水相分离困难,为了达到更好的除铁效果,选择P₅₀₇的体积分数为30%。

2.4 相比对P₅₀₇萃取效果的影响

在温度为25℃、体积分数为30%、萃取反应时间1h时,考察不同萃取相比对Fe³⁺萃取效率的影响,实验结果如图4所示。

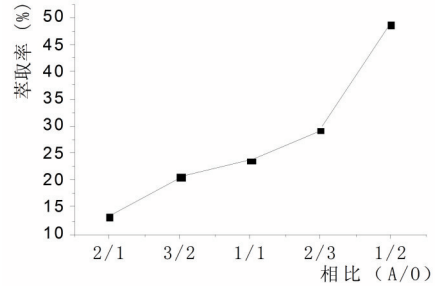


图4 相比对萃取效果的影响

由图4可知,随着相比A/O的降低,Fe的萃取率增大,但A/O降低后有机相处理料液的能力就逐渐降低了。因此,选择合适的A/O=2/1。

2.5 丙酮与料液比对除铁效果的影响

在盐酸溶液中,随温度的降低,硫酸钙的溶解度也降低,但是要获得低温,需要消耗大的能量。因此,丙酮法选择在常温下进行。

在常温下搅拌5min,不同丙酮加入量将影响沉淀量,实验结果如表1所示。

表2 丙酮与料液比对沉淀量的影响

加入量	1/1	2/1	3/1	4/1	5/1
沉淀情况	未沉淀 完全	未沉淀 完全	基本沉淀 完全	基本 无沉淀	基本 无沉淀

由表2可知,在丙酮/料液=3/1下,硫酸钙沉淀完全。

3 结论

(1)30% P₅₀₇-70%磺化煤油有机相在溶液温度为25℃,相比A/O=2/1,平衡时间45min最佳条件下,可对铁进行去除,但去除率只能达63.97%左右。

(2)丙酮法操作简单,能效比较高,可以得到纯白的钛白石膏。选择更加便宜的溶剂将会大大降低处理成本,获取更大的经济效益,可作为工业生产上除铁主要方法。

注释及参考文献:

- [1] 龚家竹. 钛白粉生产工艺技术进展[J]. 无机盐工业, 2003, 35(6): 5-7.
- [2] 魏绍东, 冯圣军, 魏艳. 钛白废酸的治理与浓缩综述[J]. 无机盐工业, 2007, 39(2): 15-17.
- [3] 胡木刚, 马术文, 王之静, 等. 钛白废酸废水治理及副产石膏应用探讨[J]. 中国资源综合利用, 2003(9): 2-8.

[4]汪家鼎,陈家镛.溶剂萃取手册[M].北京:化学工业出版社,2001.

[5]刘洪,郝朝阳,朱静平.钛白石膏的物相组成及其脱水性能的研究[J].西昌学院学报(自然科学版),2010,9(3):29-31.

Study on Purification Technology of Titanium Gypsum

ZHU Jing-ping, LUO Qian, LIU Hong

(School of Applied and Chemical Engineering, Xichang College, Xichang, Sichuan 615013)

Abstract: The Fe in Titanium Gypsum is the major factor for its usability. The P507 extraction and acetone method were compared to find the optimal purification technology from Titanium Gypsum. The results showed, under the optimal conditions of 25 °C, A/O=2/1, the volume fraction of 30%, equilibrium time was 45 min. The extraction rate of Fe is 63.97% by using P507. Acetone method was more simple than extraction method. It can get pure Titanium Gypsum. So it can be used as the industrial production of the best method for removing iron application.

Key words: Titanium Gypsum; Purification; Extraction method; Acetone method

(上接56页)

注释及参考文献:

[1][美]C.H.爱德华.张鸿林译.微积分发展史[M].北京:北京出版社,1989.

[2]龚昇,张声雷.简明微积分[M].合肥:中国科学技术出版社,1997.

[3]华东师范大学数学系.数学分析(第三版)[M].北京:高等教育出版社,2001.

[4]梅向明,黄敬之.微分几何(第二版)[M].北京:高等教育出版社,1988.

[5]强文久等.数学分析的基本概念与方法[M].北京:高等教育出版社,1989.

[6][日]塹江城夫,桑原等.微积分讲解[M].四川:四川人民出版社,1983.

[7][德]戴根等.微积分题解(第二卷)[M].北京:人民教育出版社,1981.

The Application of the Calculus in Calculation About Geometry

FENG Yi-hu, ZHANG Zong-biao

(Bozhou Teachers' College, Bozhou, Anhui 236800)

Abstract: The application of Calculus in length, area, and volume were discussed in this paper from three aspects, starting from the simple geometric problems to complicated by Calculus, which proved the importance of the application of Calculus in Geometric Calculation.

Key words: Calculus; Length; Square; Volume