



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103539163 B

(45) 授权公告日 2016.03.02

(21) 申请号 201310527135.9

(22) 申请日 2013.10.31

(73) 专利权人 洛阳氟钾科技股份有限公司

地址 471400 河南省洛阳市嵩县饭坡乡工业集聚区洛阳氟钾科技股份有限公司

(72) 发明人 余福元 张鲁鲁 崔文青 石瑞 任晓聪

(74) 专利代理机构 郑州德勤知识产权代理有限公司 41128

代理人 黄军委

(51) Int. Cl.

C01D 5/00(2006.01)

(56) 对比文件

CN 103172074 A, 2013.06.26,

CN 101704687 A, 2010.05.12,

GB 135545 A, 1919.01.24,  
CN 1259487 A, 2000.07.12,  
CN 1118333 A, 1996.03.13,  
CN 1146982 A, 1997.04.09,

审查员 李召

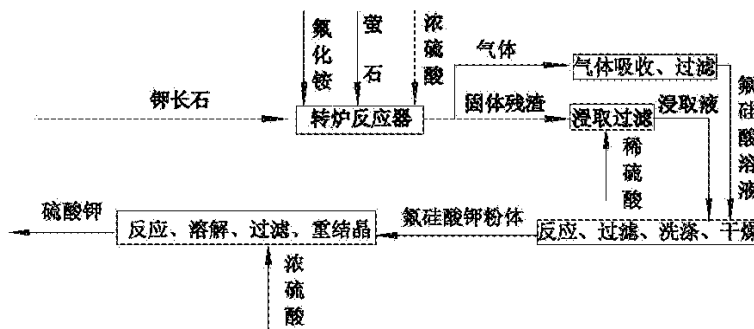
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

利用钾长石制取硫酸钾的工艺

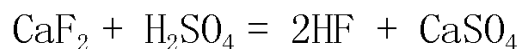
(57) 摘要

本发明提供利用钾长石制取硫酸钾的工艺,包括以下步骤:(1)反应:将钾长石、萤石、氟化铵、98%的硫酸充分混合后反应;(2)气体吸收:将反应产生的气体引入除尘过滤器中除尘,经除尘过滤后依次通入一、二级吸收塔中并通过吸收液进行吸收;(3)反应残渣的浸取:将固体残渣通过出料螺旋转入浸取槽,用稀硫酸溶液浸取;(4)氟硅酸钾的制备:向浸取液中加入氟硅酸溶液,制得氟硅酸钾粉体;(5)硫酸钾的制备:氟硅酸钾粉体和浓硫酸投入煅烧炉中,反应后残渣用清水将残渣溶解、过滤并对滤液重结晶得到硫酸钾产品。本发明实现了难溶性钾盐到可溶性钾盐的转变,制备出了高纯度的硫酸钾,解决了我国可溶性钾资源不足的问题。



1. 利用钾长石制取硫酸钾的工艺,其特征之处在于包括以下步骤:

(1) 反应:将钾长石、萤石、氟化铵、98%的硫酸充分混合后,加入到转炉反应器中,在180~250℃和自生压力下反应,反应原理为:



其中,钾长石、萤石、氟化铵、98%的硫酸质量比为1:0.3~0.5:1.12~1.73:1.6~1.8;

(2) 气体吸收:将反应产生的气体引入除尘过滤器中除尘,经除尘过滤后依次通入一、二级吸收塔中并通过吸收液进行吸收,生成白色沉淀和氟硅酸溶液,经离心分离、洗涤以及干燥制得白炭黑产品,所得滤液为氟硅酸溶液;其中吸收液为10~30%的乙醇水溶液;反应原理为: $3\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{H}_2\text{SiF}_6 + \text{SiO}_2 \downarrow$ ;

(3) 反应残渣的浸取:将所述转炉反应器中反应后的固体残渣通过出料螺旋转入浸取槽,在90~110℃下,用体积分数为8~10%的稀硫酸溶液浸取,然后对浸取后的溶液进行过滤得到浸取液;

(4) 氟硅酸钾的制备:将浸取液经泵打到氟硅酸钾反应釜中调节温度在55~65℃,按照化学计量关系加入步骤(2)中制得的氟硅酸溶液生成氟硅酸钾沉淀,氟硅酸过量20~100%,经过陈化,再经压滤机过滤、洗涤并干燥制得氟硅酸钾粉体;

(5) 硫酸钾的制备:将步骤(4)中制得的氟硅酸钾粉体和浓硫酸投入煅烧炉中,氟硅酸钾与硫酸的摩尔之比为1:1.05~1.1,在150~300℃下反应0.5~1h,产生的气体依次通入一、二级吸收塔吸收,反应后残渣的主要成分为硫酸钾并且含有少量二氧化硅,用清水将残渣溶解,然后过滤并对滤液重结晶得到硫酸钾产品。

2. 根据权利要求1所述的利用钾长石制取硫酸钾的工艺,其特征之处在于:步骤(2)中,气体依次通到一、二级吸收塔中进行吸收的过程为循环吸收过程。

3. 根据权利要求1或2所述的利用钾长石制取硫酸钾的工艺,其特征之处在于:用步骤(3)中过滤出的固体生产加气砖。

## 利用钾长石制取硫酸钾的工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及钾长石分解综合利用技术,具体涉及一种利用钾长石制取硫酸钾的工艺。

### 背景技术

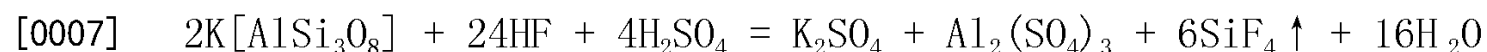
[0002] 使用肥料是现代农业生产中不可或缺的步骤,现有的肥料中,钾营养元素占据了非常重要的位置。我国是个农业大国,由于我国可溶性钾资源极其贫乏,难以满足国内需求,我国在农业施肥上氮钾比例严重失调。但是我国难溶性钾资源却很多,尤其是钾长石矿储量极其丰富,主要分布在云南、贵州、四川、湖南、湖北、河南、安徽、江西、山东和新疆等 19 个省区,因此,如何利用钾长石制造钾肥是亟待解决的问题。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是针对现有技术的不足,从而提供利用钾长石制取硫酸钾的工艺。

[0004] 为了实现上述目的,本发明所采用的技术方案是:利用钾长石制取硫酸钾的工艺,包括以下步骤:

[0005] (1) 反应:将钾长石、萤石、氟化铵、浓硫酸充分混合后,加入到转炉反应器中,在 180 ~ 250℃ 和自生压力下反应,反应原理为:



[0008] 其中,浓硫酸为 98% 的硫酸,钾长石、萤石、氟化铵、98% 的硫酸质量比为 1 : 0.3 ~ 0.5 : 1.12 ~ 1.73 : 1.6 ~ 1.8 ;

[0009] (2) 气体吸收:将反应产生的气体引入除尘过滤器中除尘,经除尘过滤后依次通入一、二级吸收塔中并通过吸收液进行吸收,生成白色沉淀和氟硅酸溶液,经离心分离、洗涤以及干燥制得白炭黑产品,所得滤液为氟硅酸溶液;其中吸收液为 10 ~ 30% 的乙醇水溶液;反应原理为:  $3\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{H}_2\text{SiF}_6 + \text{SiO}_2 \downarrow$  ;

[0010] (3) 反应残渣的浸取:将所述转炉反应器中反应后的固体残渣通过出料螺旋转入浸取槽,在 90 ~ 110℃ 下,用体积分数为 8 ~ 10% 的稀硫酸溶液浸取,然后对浸取后的溶液进行过滤得到浸取液;

[0011] (4) 氟硅酸钾的制备:将浸取液经泵打到氟硅酸钾反应釜中调节温度在 55 ~ 65℃,按照化学计量关系加入步骤(2)中制得的氟硅酸溶液生成氟硅酸钾沉淀,氟硅酸过量 20 ~ 100%,经过陈化,再经压滤机过滤、洗涤并干燥制得氟硅酸钾粉体;

[0012] (5) 硫酸钾的制备:将步骤(4)中制得的氟硅酸钾粉体和浓硫酸投入煅烧炉中,氟硅酸钾与硫酸的摩尔之比为 1:1.05 ~ 1.1,在 150 ~ 300℃ 下反应 0.5 ~ 1h,产生的气体依次通入一、二级吸收塔吸收,反应后残渣的主要成分为硫酸钾并且含有少量二氧化硅,用清水将残渣溶解,然后过滤并对滤液重结晶得到硫酸钾产品。

[0013] 基于上述,步骤(2)中,气体依次通到一、二级吸收塔中进行吸收的过程为循环吸

收过程。

[0014] 基于上述,用步骤(3)中过滤出的固体生产加气砖。

[0015] 本发明利用钾长石制取硫酸钾的工艺,与现有技术相比具有以下主要的优点:

[0016] ①本发明采用低温半干法分解钾长石的工艺,反应温度在 180 ~ 250℃,与高温法分解钾长石相比,反应条件温和,对设备的要求比较低。

[0017] ②本发明针对钾长石含有的钾元素属于难溶性钾资源的问题,提出一种用含氟助剂低温分解钾长石,通过溶解并加入氟硅酸溶液的方法将钾盐单独提取出来,进一步在 150 ~ 300℃下反应,之后通入浓硫酸制得硫酸钾通过结晶制得固体硫酸钾,实现了难溶性钾盐到可溶性钾盐的转变,制备出了高纯度的硫酸钾,提供了一种新思路,解决了我国可溶性钾资源不足的问题。生产过程无三废产生,能耗低、产出高、回收率高,实现了生产连续化,钾长石的有效成分也得到了充分的利用。

## 附图说明

[0018] 图 1 是本发明利用钾长石制取硫酸钾的工艺流程图。

## 具体实施方式

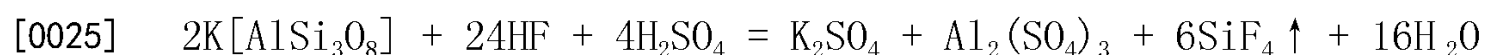
[0019] 下面通过具体实施方式,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

[0020] 利用钾长石制取硫酸钾的工艺的实施例

[0021] 实施例 1

[0022] 如图 1 所示,包括以下步骤:

[0023] (1) 反应:将钾长石、萤石、氟化铵、98% 的硫酸充分混合后,加入到转炉反应器中,在 180 ~ 250℃和自生压力下反应;反应原理为:



[0026] 其中,钾长石、萤石、氟化铵、98% 的硫酸质量比为 1:0.3 ~ 0.5:1.12 ~ 1.73:1.6 ~ 1.8;

[0027] (2) 气体吸收:将反应产生的气体引入除尘过滤器中除尘,经除尘过滤后依次通入一、二级吸收塔中并通过吸收液进行吸收,生成白色沉淀和氟硅酸溶液,经离心分离、洗涤以及干燥制得白炭黑产品,所得滤液为氟硅酸溶液;其中吸收液为 10 ~ 30% 的乙醇水溶液;反应原理为: $3\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{H}_2\text{SiF}_6 + \text{SiO}_2 \downarrow$ ;

[0028] (3) 反应残渣的浸取:将所述转炉反应器中反应后的固体残渣通过出料螺旋转入浸取槽,在 100℃下,用体积分数为 10% 的稀硫酸溶液浸取,然后对浸取后的溶液进行过滤得到浸取液;

[0029] (4) 氟硅酸钾的制备:将浸取液经泵打到氟硅酸钾反应釜中调节温度在 60℃,按照化学计量关系加入步骤(2)中制得的氟硅酸溶液生成氟硅酸钾沉淀,氟硅酸过量 20 ~ 100%,经过陈化,再经压滤机过滤、洗涤并干燥制得氟硅酸钾粉体;

[0030] (5) 硫酸钾的制备:将步骤(4)中制得的氟硅酸钾粉体和浓硫酸投入煅烧炉中,氟硅酸钾与硫酸的摩尔之比为 1:1.1,在 150 ~ 300℃下反应 0.5 ~ 1h,产生的气体依次通入一、二级吸收塔吸收,反应后残渣的主要成分为硫酸钾并且含有少量二氧化硅,用清水将残

渣溶解,然后过滤并对滤液重结晶得到硫酸钾产品。

[0031] 本发明利用钾长石制取硫酸钾的工艺采用低温半干法分解钾长石的工艺,与高温法分解钾长石相比,反应条件温和,对设备的要求比较低;对钾长石含有的钾元素属于难溶性钾资源的问题,提出一种用含氟助剂低温分解钾长石,通过溶解并加入氟硅酸溶液的方法将钾盐单独提取出来,进一步在 150 ~ 300℃ 下反应,之后通入稀硫酸制得硫酸钾通过结晶制得固体硫酸钾,实现了难溶性钾盐到可溶性钾盐的转变,制备出了高纯度的硫酸钾,提供了一种新思路,解决了我国可溶性钾资源不足的问题。生产过程无三废产生,能耗低、产出高、回收率高,实现了生产连续化,钾长石的有效成分也得到了充分的利用。

[0032] 实施例 2

[0033] 与实施例 1 不同的是,步骤(2)中,气体依次通到一、二级吸收塔中进行吸收的过程为循环吸收过程,目的是不断提高氟硅酸溶液的浓度。

[0034] 实施例 3

[0035] 与上述实施例不同的是,用步骤(3)中过滤出的固体生产加气砖。

[0036] 在本发明的其他实施例中,与上述实施例不同的是,步骤(1)中,(1)反应温度可以根据需要选取 180℃、200℃ 或者 250℃,钾长石、萤石、氟化铵、98% 的硫酸质量比可以根据需要选取为 1 : 0.3 : 1.12 : 1.6, 1 : 0.4 : 1.4 : 1.7 或者 1 : 0.5 : 1.73 : 1.8;步骤(2)中,吸收液可以根据需要选取 10% 的乙醇水溶液,20% 的乙醇水溶液或者 30% 的乙醇水溶液;步骤(3)中,温度还可以根据需要在 90℃ 或 110℃ 等,稀硫酸溶液的体积分数还可以根据需要选取 8% 或者 9% 等,步骤(4)中,可以根据需要调节温度至 55℃ 或者 65℃ 等,氟硅酸可以根据需要过量 20%、50% 甚至 100%;步骤 5 中,反应温度可以为 150℃、250℃ 或者 300℃,反应时间可以选择 0.50 h、7 h 或 1h,氟硅酸钾与硫酸的摩尔之比可以根据需要选取 1:1.05 或 1:1.08 等等。

[0037] 最后应当说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对其限制;尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细的说明,所属领域的普通技术人员应当理解:依然可以对本发明的具体实施方式进行修改或者对部分技术特征进行等同替换;而不脱离本发明技术方案的精神,其均应涵盖在本发明请求保护的技术方案范围当中。

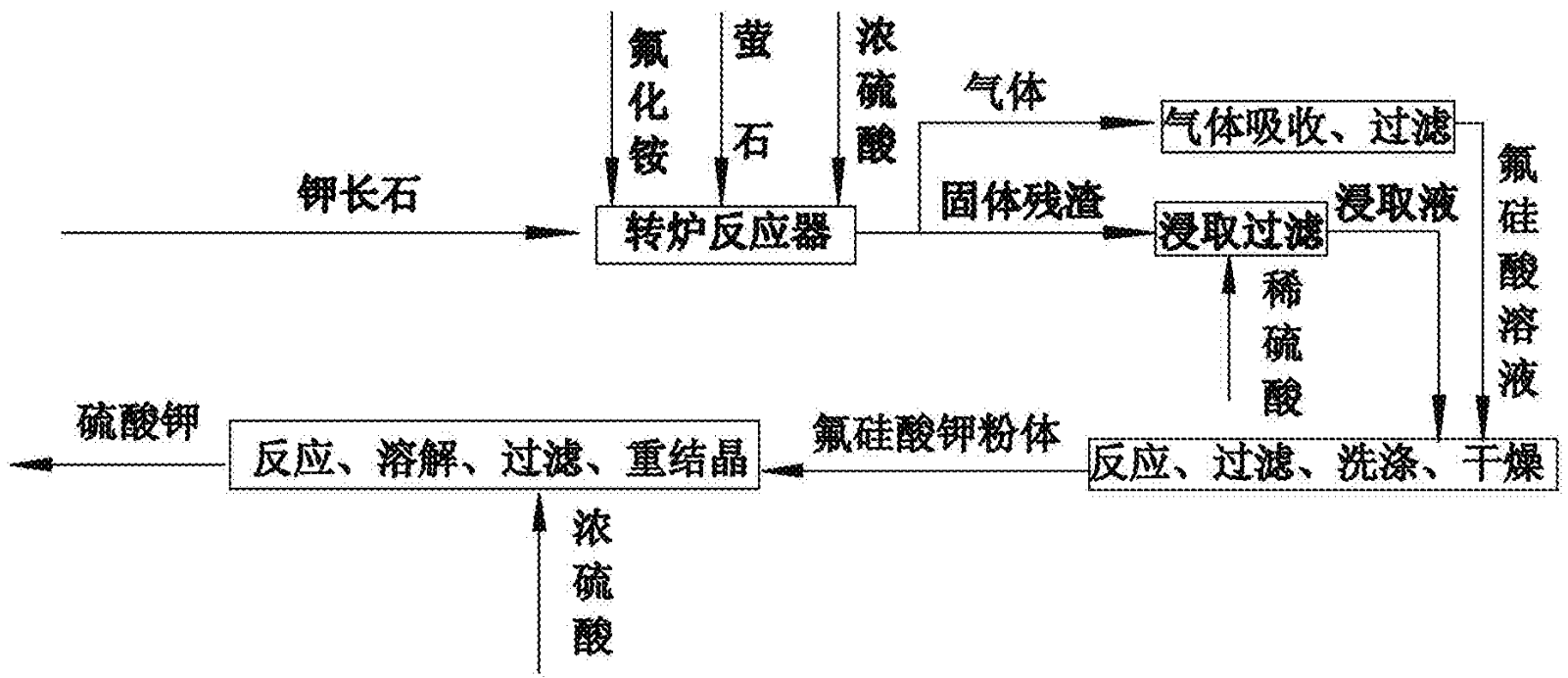


图 1