

ICS 13. 030. 10; 13. 030. 20

Z 05

备案号:41917—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4545—2013

氯化氧化锆生产废弃物回收方法

The recovery method of waste material produced
in the process of zirconium oxychloride

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC294)归口。

本标准主要起草单位：浙江锆谷科技有限公司、广东东方锆业科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：蒋东民、陈伟东、许小军、陈潮钿、王彦。

引 言

本标准的发布机构提请注意,声明符合本标准时,可能涉及《一种氟氧化锆生产中硅渣处理工艺》和《利用氟氧化锆生产排放废水制备偏硅酸钠的方法》相关的专利的使用。

本标准的发布机构对以上专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

以上专利权人已向本标准的发布机构保证,他们愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。以上专利权人的声明已在本标准的发布机构备案。相关信息可通过以下联系方式获得:

《一种氟氧化锆生产中硅渣处理工艺》专利权人名称:浙江锆谷科技有限公司。

地址:浙江省德清县钟管镇龙山路 156 号。

《利用氟氧化锆生产排放废水制备偏硅酸钠的方法》专利权人名称:广东东方锆业科技股份有限公司。

地址:广东省汕头市澄海区莱美路宇天科技园。

请注意除上述专利外,本标准的某些内容仍可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

氯化锆生产废弃物回收方法

1 范围

本标准规定了碱法生产氯化锆过程中产生的废碱液和酸性硅渣的回收方法。
本标准适用于碱法生产氯化锆过程中产生的废碱液和酸性硅渣的回收。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

HG/T 2568 工业偏硅酸钠

3 回收方法

3.1 废碱液的回收、利用

3.1.1 废碱液的产生和主要组成

氯化锆生产过程中,在碱溶工序后,对料浆的压滤和水洗工序中,产生废碱液。
废碱液的主要组成为水、氢氧化钠、可溶性硅酸盐等。

3.1.2 废碱液回收

3.1.2.1 工艺提要

废碱液中加入沉淀剂,经加热搅拌、过滤和浓缩,浓缩后得到的碱液可以直接回用至锆英砂碱熔工序中。

3.1.2.2 回收流程

废碱液回收工艺流程见图 1。

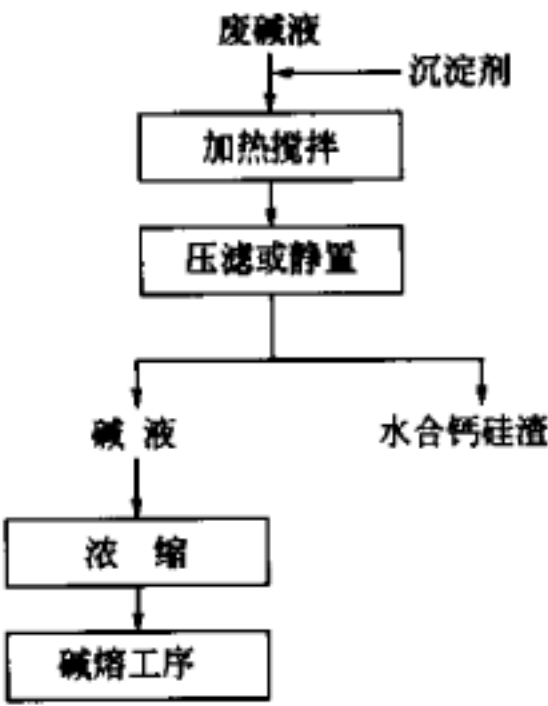


图 1 废碱液回收工艺流程

3.1.2.3 回用碱液指标

氯化锆生产过程中产生的废碱液经回收处理,回收碱液的指标参数见表 1。

表 1 回用碱液的指标参数

项 目	指 标
氢氧化钠(NaOH)w/%	28~35

HG/T 4545—2013

3.1.2.4 生产设备

氯化锆生产过程中产生的废碱液回收处理所需的主要设备：反应釜、储槽、板框压滤机和耐酸碱泵。

3.1.2.5 工艺过程控制

废碱液加入沉淀剂——生石灰(CaO)或者石灰乳悬浊液(0.2 kg CaO/L~0.5 kg CaO/L),使 CaO 与碱液中的二氧化硅(SiO₂)比例为(1.0~1.8) : 1。加热 30℃~95℃,搅拌 30 min~120 min。

3.1.3 利用废碱液生产偏硅酸钠

3.1.3.1 方法提要

废碱液经中和、过滤、结晶,回收利用碱液中的硅酸钠,生产偏硅酸钠。

3.1.3.2 工艺流程

废碱液生产偏硅酸钠工艺流程见图 2。

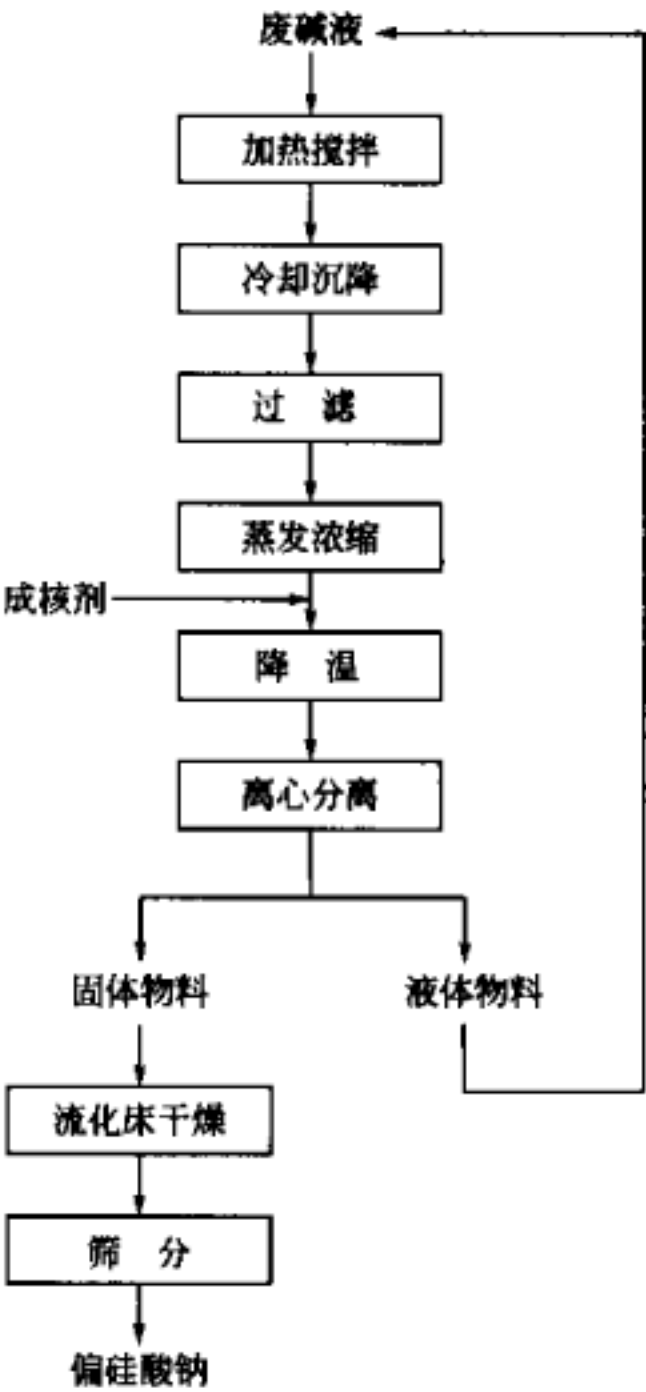


图 2 废碱液生产偏硅酸钠工艺流程

3.1.3.3 产品检验

废碱液按照本方法进行处理后生产的偏硅酸钠产品采用 HG/T 2568 中规定的方法进行检验。

3.1.3.4 生产设备

废碱液生产偏硅酸钠所需的主要设备：加热系统、储槽、反应釜、浓缩结晶反应釜、板框压滤机、离心机、耐酸碱泵、烘干设备、粉碎设备、筛分机、包装设备。

3.1.3.5 工艺过程控制

3.1.3.5.1 将废碱液加热至 90℃~98℃,搅拌 12 min~18 min,冷却至 45℃~55℃,沉降 3.5 h~4.5 h,板框压滤机压滤。

3.1.3.5.2 滤液在 100℃~120℃条件下蒸发。使得溶液中氧化钠含量达到 18%~24%,二氧化硅的含量达到 16%~24%。

3.1.3.5.3 降温至 55℃~65℃,加入与氧化钠或二氧化硅含量相当的高模数硅酸钠,反应

0.5 h~1 h。

3.1.3.5.4 待溶液降温至 50℃~60℃时,加入成核剂无水偏硅酸钠或五水偏硅酸钠和成核助剂十二烷基苯磺酸钠或聚乙二醇类非离子表面活性剂,搅拌。使溶液以 5℃/h~8℃/h 匀速降温、结晶,结晶时间为 1 h~2 h。

3.1.3.5.5 经离心分离得到的液体物料返回反应系统继续使用。固体物料投入流化床干燥器中,用 70℃热风干燥 5 min~10 min。

3.1.3.5.6 干燥后的固体物料经筛分,得到粒度为 0.1 mm~0.2 mm 的偏硅酸钠成品。

3.2 酸性硅渣的回收、利用

3.2.1 酸性硅渣的产生和主要组成

氯氧化锆生产过程中,在酸化、结晶工序后,对料浆的压滤中,产生酸性硅渣。

酸性硅渣的主要组成为水、无定形二氧化硅、锆英砂和盐酸等。

3.2.2 酸性硅渣中锆英砂的回收

3.2.2.1 工艺提要

酸性硅渣其中残留可溶性锆和未反应的锆英砂,将其酸化后反复酸洗回收可溶性锆,同时沉降回收未反应的锆英砂。

3.2.2.2 工艺流程

酸性硅渣中锆英砂的回收工艺流程见图 3。

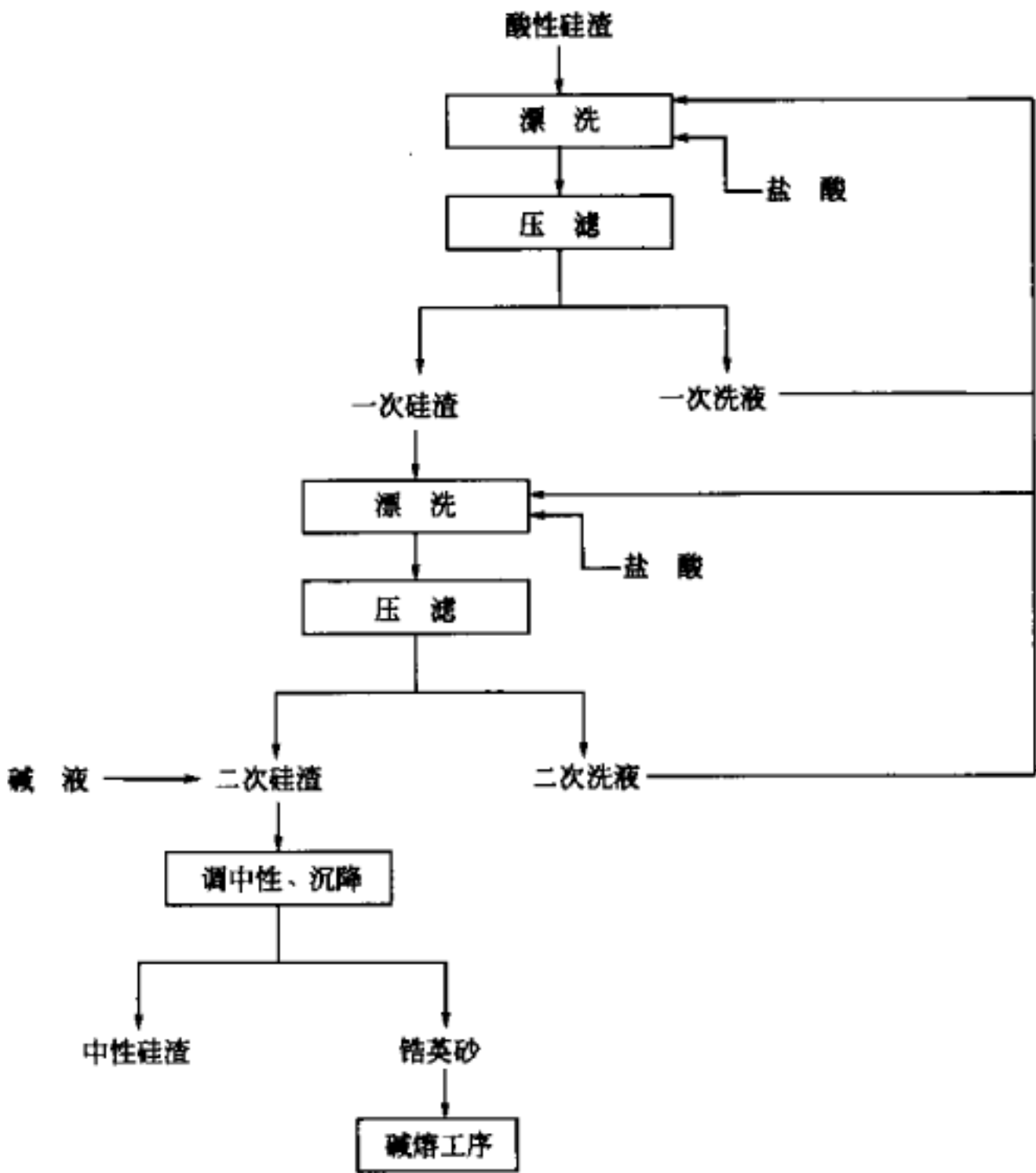


图 3 酸性硅渣中锆英砂的回收工艺流程

3.2.2.3 生产设备

酸性硅渣回收锆英砂所需的主要设备:锚式搅拌器、储槽、板框压滤机、耐酸碱泵。

3.2.2.4 工艺过程控制

用盐酸溶液对酸性硅渣进行一次漂洗,漂洗后经压滤得到一次硅渣和含有可溶性锆盐的一次硅渣

HG/T 4545—2013

洗液。洗液返回氯化锆生产系统回用。

在一次硅渣中加入适量的碱液,调节 pH 约为 7,使未反应的锆英砂沉降。上层硅渣浆液经压滤得到中性硅渣和中性滤液,未反应的锆英砂沉降在桶底部定期取出,回用于碱熔工序中。

为充分回收一次硅渣中的可溶性锆盐,可对一次硅渣进行二次漂洗。经二次漂洗后得到的二次硅渣加入适量的碱液中和,在沉降桶中利用锚式搅拌器慢速搅拌,硅渣经上部溢流口流出,经压滤得到中性硅渣。未反应的锆英砂沉降在桶底部定期取出,回用于碱熔工序中。

3.2.3 中性硅渣生产沉淀二氧化硅

3.2.3.1 工艺提要

中性硅渣经研磨、加热、同时滴加硅酸钠调整 pH,保温后压滤,滤饼经干燥、粉碎得到沉淀二氧化硅。

3.2.3.2 工艺流程

中性硅渣生产沉淀二氧化硅的工艺流程见图 4。

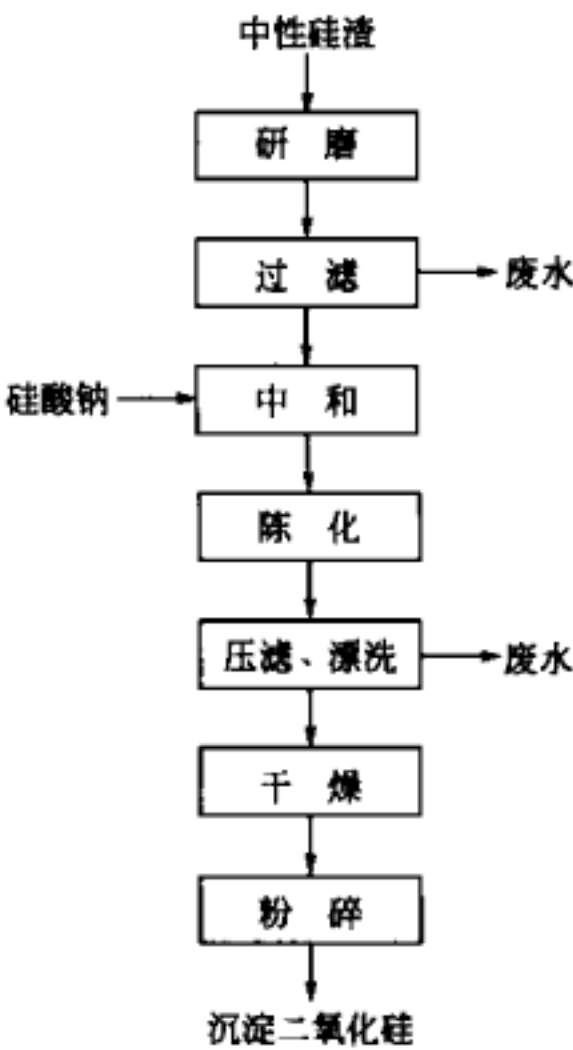


图 4 中性硅渣生产沉淀二氧化硅工艺流程

3.2.3.3 生产设备

中性硅渣生产沉淀二氧化硅所需的主要设备:料浆研磨机、耐酸碱泵、储槽、板框压滤机、干燥机、粉碎设备等。

3.2.3.4 工艺过程控制

中性硅渣浆加热至 60℃~90℃,加入一定量的硅酸钠使得 pH 约为 6,保温 30 min,压滤,固形物水洗至 pH 约为 7,进行干燥至水分为 6%~7%后进行粉碎。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
氯氧化锆生产废弃物回收方法
HG/T 4545—2013

出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
2014 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号：155025·1647

BZ002103017


购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究