



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1154252 A

4(51) С 05 В 11/08.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3661118/23-26

(22) 10.11.83

(46) 07.05.85. Бюл. № 17

(72) Н.Н.Треушенко, Т.В.Лаврова,
В.И.Валовень, Н.М.Каменская, М.И.Бас-
какова, Т.А.Дементьева и С.Л.Конова-
лова

(71) Ленинградский государственный
научно-исследовательский и проектный
институт основной химической промыш-
ленности и Ленинградский ордена Ок-
тябрьской Революции и ордена Трудово-
го Красного Знамени технологический
институт им.Ленсовета

(53) 631.859.424(088.8)

(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 554262, кл. С 05 В 11/04, 1974.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 743982, кл. С 05 В 11/08, 1976
(прототип).

(54)(57) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ МАГНИЙ-
СОДЕРЖАЩЕГО ФОСФАТНОГО СЫРЬЯ, вклю-
чающий его обесшламливание, кислот-
ную обработку обесшламленного продук-
та до отношения P_2O_5 к MgO в жидкой
фазе суспензии 1,69-1,85, фильтрацию
суспензии, аммонизацию фильтрата до
получения магнийаммонийфосфата и
кислотное разложение твердой фазы
с получением экстракционной фосфор-
ной кислоты, отличающийся тем, что, с
целью повышения степени
извлечения P_2O_5 из фосфатного сырья,
твердую фазу, полученную после филь-
трации суспензии, подвергают фло-
тации, полученный шлам объединяют с
шламом со стадии обесшламливания ис-
ходного сырья, смесь шламов обрабаты-
вают серной кислотой при $Ж:Т=(3,5-
7):1$ до рН 0,3-0,5 и отфильтрованным
раствором обрабатывают обесшламлен-
ное исходное сырье.

(19) SU (11) 1154252 A

Изобретение относится к технике переработки на фосфорную кислоту и удобрения магнийсодержащих фосфатных руд, в частности фосфоритов Каратау.

Известен способ переработки магнийсодержащего фосфатного сырья путем предварительной его обработки серной кислотой в присутствии сульфата аммония при pH 2,5 с последующей фильтрацией обезмагненного фосфорита и аммонизацией сульфатбисульфатного фильтрата после введения в него фосфорной кислоты с получением магнийаммонийфосфата [1].

Недостатком способа является использование дорогостоящей фосфорной кислоты для получения магнийаммонийфосфата.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ переработки магнийсодержащего фосфатного сырья, включающий его обесшламливание, сернокислотную обработку обесшламленного сырья до отношения P_2O_5 к MgO в жидкой фазе суспензии 1,69-1,85 с последующей фильтрацией суспензии, аммонизацией фильтрата до получения магнийаммонийфосфата и кислотное разложение твердой фазы с получением экстракционной фосфорной кислоты. По известному способу обесшламленное сырье обрабатывают 20-93%-ной серной кислотой, взятой в количестве 120-130% от стехиометрического на содержание карбонатов. Продолжительность обработки 3-10 мин. При этом из фосфата извлекается 17-19% P_2O_5 и 75-80% MgO. Раствор обезмагничивания аммонизируют и продукт - магнийаммонийфосфат - отделяют. Обезмагненный фосфорит направляется на экстракцию с получением фосфорной кислоты, содержащей 20-22% P_2O_5 . Шламы со стадии обесшламливания, содержащие 10-15% P_2O_5 и 1-5% MoO, направляются в отвал [2].

Однако степень использования P_2O_5 по известному способу является недостаточной, так как для получения магнийаммонийфосфата используется фосфатная часть руды, а шламы, содержащие 10-15% P_2O_5 , не используются, что увеличивает стоимость продукта. При обработке руды, содержащей 22,4% P_2O_5 и 3% MgO, известным способом извлечение MgO на 75-80% приводит к

извлечению P_2O_5 на 17-19%, при этом концентрация P_2O_5 в обезмагненной руде понижается до 18-18,6%. Это, в свою очередь, приводит к понижению качества экстракционной фосфорной кислоты. Степень использования P_2O_5 , таким образом, составляет 65-67%.

Целью изобретения является повышение степени извлечения P_2O_5 из фосфатного сырья.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу переработки магнийсодержащего фосфатного сырья, включающему его обесшламливание, кислотную обработку обесшламленного продукта до отношения P_2O_5 к MgO в жидкой фазе суспензии 1,69-1,85, фильтрацию суспензии, аммонизацию фильтрата до получения магнийаммонийфосфата и кислотное разложение твердой фазы с получением экстракционной фосфорной кислоты, твердую фазу, полученную после фильтрации суспензии, подвергают флотации, полученный шлам объединяют с шламом со стадии обесшламливания исходного сырья, смесь шламов обрабатывают серной кислотой при Ж:Т (3,5-7):1 до pH 0,3-0,5 и отфильтрованным раствором обрабатывают обесшламленное исходное сырье.

В качестве фосфатной составляющей при получении магнийаммонийфосфата используют P_2O_5 из шламов, чем повышают степень использования P_2O_5 с 65-67 до 97-98%.

Производство магнийаммонийфосфата является частью технологии получения высококачественных концентратов, согласно которой из руды, содержащей 19-22% P_2O_5 и 3-5% MgO, получают концентраты, содержащие 28-32% P_2O_5 и 0,5-1,0% MgO. Процесс состоит из стадий механического и химического обогащения, отходами от которого являются шламы, содержащие 10-15% P_2O_5 и 1-5% MgO.

Способ дает возможность комплексного использования растворимых в кислотах составляющих фосфатной руды (фосфат и доломит) с получением из шламов обогащения магнийаммонийфосфата. Введение стадии флотации после химического обогащения при содержании магния в сырье не более 1% позволяет поднять концентрацию P_2O_5 в продукте, что приводит к значительному улучшению показателей процесса

экстракции и качества готового продукта.

В таблице представлены примеры ведения процесса обогащения в предла-

гаемых значений характеристик (примеры 1-3), а также при значениях, выходящих за эти пределы (примеры 4-7).

5

| Пример | Стадия извлечения шламов | | | | | | Стадия химического обогащения | |
|--------|--------------------------|------|--------------------|------|----------------------|---------------------------------|-------------------------------|------|
| | рН | Ж:Т | Состав раствора, % | | | Степень извлечения P_2O_5 , % | Состав раствора | |
| | | | P_2O_5 | MgO | $\frac{P_2O_5}{MgO}$ | | P_2O_5 | MgO |
| 1. | 0,3 | 3,5 | 3,5 | 0,74 | 4,72 | 98,0 | 3,42 | 2,02 |
| 2. | 0,4 | 5,25 | 2,8 | 0,43 | 6,51 | 97,5 | 2,63 | 1,48 |
| 3. | 0,5 | 7,0 | 2,1 | 0,25 | 8,40 | 97,0 | 2,00 | 1,08 |
| 4. | 0,2 | 3,5 | 3,4 | 0,74 | 4,5 | 94,9 | 3,00 | 1,90 |
| 5. | 0,6 | 7,0 | 1,0 | 0,63 | 1,58 | 83,6 | 0,78 | 0,68 |
| 6. | 0,5 | 8,0 | 1,3 | 0,35 | 3,85 | 89,6 | 1,20 | 0,85 |
| 7. | 0,3 | 3,0 | 5,3 | 1,90 | 2,78 | 96,6 | 5,10 | 3,30 |

Продолжение таблицы

| Пример | Стадия химического обогащения | | Состав концентрата | | | |
|--------|-------------------------------|------------------------------|--------------------|-----|----------------|-----|
| | $\frac{P_2O_5}{MgO}$ | Степень извлечения MgO , % | До флотации | | После флотации | |
| | | | P_2O_5 | MgO | P_2O_5 | MgO |
| 1. | 1,69 | 75,4 | 20 | 1,0 | 28 | 0,7 |
| 2. | 1,77 | 80,0 | 24 | 0,6 | 32 | 0,7 |
| 3. | 1,85 | 80,0 | 25 | 0,6 | 30 | 0,9 |
| 4. | 1,57 | 72,5 | 18 | 1,0 | 26 | 0,8 |
| 5. | 1,14 | 61,3 | 19 | 1,5 | 28 | 1,2 |
| 6. | 1,41 | 79,0 | 19 | 1,0 | 27 | 1,0 |
| 7. | 1,54 | 85,0 | 21 | 1,5 | 28 | 1,2 |

Как видно из таблицы, при проведении процесса в предлагаемых пределах значений параметров из шламов в жидкую фазу извлекается максимальное количество P_2O_5 (не менее 97%), а при использовании полученного фильтрата ($P_2O_5/MgO=4,7-8,4$) на стадии химического обогащения получают раствор состава ($P_2O_5/MgO=1,69-1,95$), необходимый для получения магнийаммонийфосфата.

При проведении процесса извлечения пятиоксида фосфора из шламов при значениях pH меньше 0,3 (пример 4) степень извлечения P_2O_5 из шламов существенно не изменяется, однако также значение pH приводит к изменению соотношения P_2O_5/MgO в растворе обогащения до значений, не приемлемых для переработки его в магнийаммонийфосфат.

Повышение значения pH больше 0,5 (пример 5) указывает на недостаток кислоты, что приводит к снижению степени извлечения пятиоксида фосфора в раствор и к получению раствора с соотношением P_2O_5/MgO ниже 1,69, что также неприемлемо для переработки такого раствора в магнийаммонийфосфат.

Увеличение количества жидкой фазы более 7 (пример 6) при извлечении P_2O_5 из шламов приводит к большему разбавлению серной кислоты, что снижает степень извлечения пятиоксида фосфора. При этом не достигается необходимого соотношения P_2O_5/MgO для получения магнийаммонийфосфата.

При проведении процесса извлечения пятиоксида фосфора из шламов при меньшем, чем 3,5 разбавлении (пример 7) увеличивается концентрация P_2O_5 в растворе, что приведет к дополнительным потерям P_2O_5 с гипсом и нерастворимым остатком. Кроме того, соотношение P_2O_5/MgO в получаемом растворе обогащения находится ниже допустимого предела.

Процесс ведут следующим образом. Шламы со стадии обесшламливания исходного сырья (механическое обогащение) и со стадии флотации обезмагненного продукта смешиваются, обезвоживаются и обрабатываются серной кислотой с целью извлечения пятиоксида фосфора и окиси магния ($P_2O_5/MgO=4,72-8,4$) в жидкую фазу. Жидкую

фазу отделяют от твердой путем фильтрации. Полученной жидкой фазой (оборотный раствор) обрабатывают обесшламленное сырье до соотношения $P_2O_5/MgO=1,69-1,85$ в жидкой фазе. Твердый остаток со стадии обработки серной кислотой, состоящий главным образом из нерастворимого остатка и гипса, направляется в отвал. Его можно также использовать для получения кварцевых песков.

Пример. 100 кг руды месторождения Каратау состава, %: P_2O_5 20,1, CaO 31,4, MgO 3,9, CO_2 8, н.о. 1,56, Fe_2O_3 1,56; Al_2O_3 0,66; F 1,4 обесшламливают в гидроциклоне. Крупную фракцию (пески в количестве 80 кг), содержащую, %: P_2O_5 22,0, MgO 3,75, н.о. 24, направляют на обработку оборотным раствором, содержащим 3,5% P_2O_5 и 0,74% MgO, в количестве 160 кг. Процесс ведут при 70°C, Ж:Т=2,1:1, pH 3,2 в течение 30 мин. После обработки в фосфорите остается 20% P_2O_5 и 1% MgO. В растворе содержится 3,42% P_2O_5 и 2,02% MgO ($P_2O_5/MgO=1,69$). Степень извлечения MgO - 75,4%, P_2O_5 - 1%.

Далее пульпу направляют на фильтрацию, где происходит отделение твердой фазы от жидкой. Твердую фазу направляют на флотацию, где происходит отделение концентрата от шламов. Выход продукта 48 кг, содержание P_2O_5 в нем 28%, содержание MgO - 0,7%. Шламы со стадии механического обогащения - обесшламливания (мелкая фракция) и со стадии флотации после обезмагнивания - химического обогащения смешивают и после предварительного отстоя в количестве 50 кг (состав 12,2% P_2O_5 и 3,6% MgO) направляют на извлечение пятиоксида фосфора и окиси магния серной кислотой. Процесс ведут при 50°C. Ж:Т=3,5:1, pH 0,3 в течение 20 мин. Расход серной кислоты 19 кг. Выход P_2O_5 в раствор 98%.

Твердый остаток отделяют от жидкой фазы фильтрацией. Жидкую фазу, представляющую собой оборотный раствор, содержащий 3,5% P_2O_5 , 0,74% MgO и 3% SO_3 , в количестве 160 кг, направляют на стадию химического обогащения - обезмагнивания. Твердый остаток в количестве 68 кг состава, %: P_2O_5 0,2; MgO 0,9; н.о. 48; P_2O_3 2,2; CaO 18; SO_3 25 направляют

ют на получение кварцевых песков. Концентрат, полученный после флотации, направляют на экстракцию. Процесс экстракции протекает при 75°C, Ж:Т=2,5:1 при концентрации оборотной кислоты 24% P₂O₅. При этом получают 46,3 кг 28%-ной фосфорной кислоты. Извлечение P₂O₅ на стадии экстракции 96%.

Раствор после извлечения MgO из фосфорита на стадии обогащения, содержащий 3,42% P₂O₅ и 2,02% MgO, в

количестве 160 кг направляют на аммонизацию для получения магнийаммонийфосфата. Процесс протекает при 80°C, pH 8, в течение 15 мин. Расход аммиака 1,3 кг. Количество образующегося магнийаммонийфосфата 16,3 кг.

Проведение процесса по предлагаемому способу позволит по сравнению с известным в 1,5 раза увеличить степень извлечения P₂O₅ из фосфатного сырья и значительно снизить количество отходов производства.

Составитель Б. Жигарновский

Редактор Н. Егорова Техред С. Мигунова

Корректор И. Эрдейи

Заказ 2621/20

Тираж 419

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

Финанс ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4