



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.Треушченко, 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, включающий 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, отличающийся тем, что, с целью повышения степени извлечения  $P_2O_5$  из фосфатного сырья, 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 рН 0,3-0,5 и отфильтрованным раствором обрабатывают обесшламленное 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 5  
фильтрата ( $P_2O_5/MgO=4,7-8,4$ ) на стадии химического обогащения получают раствор состава ( $P_2O_5/MgO=1,69-1,95$ ), 10  
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 15  
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 магнийаммонийфосфата. 20

Повышение значения pH больше 0,5 (пример 5) указывает на недостаток кислоты, что приводит к снижению степени извлечения пятиоксида фосфора в 25  
раствор и к получению раствора с соотношением  $P_2O_5/MgO$  ниже 1,69, что также неприемлемо для переработки такого раствора в магнийаммонийфосфат. 30

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 35  
необходимого соотношения  $P_2O_5/MgO$  для получения магнийаммонийфосфата.

При проведении процесса извлечения 40  
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 45  
и нерастворимым остатком. Кроме того, соотношение  $P_2O_5/MgO$  в получаемом растворе обогащения находится ниже допустимого предела.

Процесс ведут следующим образом. 50  
Шламы со стадии обесшламливания исходного сырья (механическое обогащение) и со стадии флотации обезмагненного продукта смешиваются, обезвоживаются и обрабатываются серной 55  
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 6  
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 7  
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 отстаивания 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 - обезмагничивания. 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%  $P_2O_5$ . При этом получают 46,3 кг 28%-ной фосфорной кислоты. Извлечение  $P_2O_5$  на стадии экстракции 96%.

Раствор после извлечения MgO из фосфорита на стадии обогащения, содержащий 3,42%  $P_2O_5$  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  $P_2O_5$  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