



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 887555

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 11.04.80 (21) 2909218/23-26

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано 07.12.81, Бюллетень № 45

(45) Дата опубликования описания 07.12.81

(51) М. Кл.³
С 05 В 11/04

(53) УДК 631.893
(088,8)

(72) Авторы
изобретения

Ю. В. Кузнецов, В. С. Сахаров, А. А. Малинин,
А. Л. Олифсон и Н. Ф. Максименко

(71) Заявитель

—

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЛОЖНОГО УДОБРЕНИЯ

1

Изобретение относится к способам получения сложного удобрения из фосфоритов.

Известен способ получения сложного удобрения из фосфоритов путем разложения последнего серной кислотой в присутствии смеси оборотных растворов с частью производной фосфорной кислоты с одновременной кристаллизацией гипса, отделением последнего путем фильтрования, аммонизацией производного раствора, его усаковкой, сушкой, и грануляцией [1].

Недостатками такого способа являются большой расход серной кислоты на тонну фосфоритов (1,02—1,50% — от стехиометрии), связанный с затратами ее на карбонаты кальция и магния и с необходимостью поддержания избыточной концентрации серной кислоты на стадии разложения, а значит и в производной экстракционной фосфорной кислоте (2—4% по H_2SO_4); зависимость содержания усвояемого фосфора в удобрениях от качества перерабатываемых фосфоритов.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения сложного удобрения путем разложения фосфатного сырья большим избытком циркулирующей фосфорной кислоты с последующей

2

обработкой полученной пульпы серной кислотой, в результате которой выделяется полугидрат сульфата кальция. После отделения его фильтрованием получают экстракционную фосфорную кислоту, одну часть которой направляют на производство удобрений, а 3—3,5 части возвращают на разложение апатитового концентрата. Этот способ позволяет достичь высокого коэффициента выхода экстракционной фосфорной кислоты при эквивалентном окиси кальция (и окиси стронция) расходе серной кислоты, равном 890 кг на 1 т апатитового концентрата [2].

15 Недостатками способа являются большой расход серной кислоты и невозможность его использования при переработке низкосортных фосфоритов.

20 Цель изобретения — экономия серной кислоты и создание возможности переработки низкосортных фосфоритов при повышении качества удобрения, а также улучшение фильтрующих свойств пульпы после обработки фосфорита фосфорной кислотой.

25 Цель достигается тем, что в известном способе получения сложного удобрения, включающем разложение фосфатного сырья циркулирующей фосфорной кислотой, 30 обработку продукта разложения серной

кислотой с последующим отделением осадка сульфата кальция фильтрованием и возвращением полученной фосфорной кислоты на разложение фосфатного сырья, пульпу после обработки фосфатного сырья, циркулирующей фосфорной кислотой фильтруют и жидкую фазу направляют на получение минерального удобрения, а твердую фазу обрабатывают серной кислотой и образовавшуюся фосфорную кислоту возвращают на обработку фосфатного сырья.

Целесообразно на стадии обработки фосфорита фосфорной кислотой вводить сульфат аммония до конечного соотношения SO_4/P_2O_5 в жидкой фазе пульпы в пределах 0,05—0,12.

Осуществление процесса в указанной последовательности оказывается оптимальным по расходу серной кислоты и позволяет по сравнению с известным способом снизить расход серной кислоты при производстве аммофоса из апатитового концентрата до 20% и на 25% из фосмуки фосфоритов Кара-Тау, а также повысить содержание усвояемого фосфора до 54% (из апатитового концентрата против 52% в аммофосе высшего качества и до 51% из фосмуки фосфоритов Кара-Тау).

Ниже приводятся примеры осуществления способа.

Пример 1. 125 г апатита с влажностью 20% обрабатывают 143 г 28%-ной по P_2O_5 экстракционной фосфорной кислоты при 70°C в течение 2 ч. Пульпу расфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом (производительность фильтрации 12 т/м² сутки). При этом получают 127 г неотмытого нерастворившегося остатка и 141 г раствора состава P_2O_5 — 25,8%; CaO — 6,3%; SO_4^{2-} — 0,11%. Полученный раствор аммонизируют до pH-5,0. Упаривают и сушат до влажности 1%. При этом получают аммофос состава $P_2O_5_{общ}$ — 54,3%; $P_2O_5_{усв}$ — 54%; $P_2O_5_{в.р}$ — 48%; N — 11%.

Нерастворившийся влажный остаток разлагают 79 г 92%-ной серной кислотой, фосфогипс отфильтровывают и промывают 130 г воды в противотоке. При этом получают 143 г 28%-ной экстракционной фосфорной кислоты, которую направляют на обработку очередной порции апатитового концентрата, и 243 г фосфогипса с влажностью 40%, т. е. 146 г сухого дигидрата сульфата кальция, который содержит 1,1% P_2O_5 .

Таким образом, в этом примере расход серной кислоты составит 726,8 кг при выходе фосфорной кислоты 96%.

Пример 2. 125 г апатита с влажностью 20% обрабатывают 185 г 28%-ной по P_2O_5 экстракционной фосфорной кислоты при 70°C в течение 1 ч, затем в пульпу вводят 42 г 40%-ного раствора сульфата аммония

и дополнительно агитируют 1 ч при той же температуре. Полученную пульпу расфильтровывают под вакуумом (производительность фильтрации 40 т/м² сутки). При этом получают 169 г неотмытого остатка и 178 г фильтрата состава: P_2O_5 — 25,6%;

CaO — 2,1%, SO_4^{2-} — 1,28%. Из полученного раствора получают удобрение состава: $P_2O_5_{усв}$ — 53,5%; $P_2O_5_{в.р}$ — 50,4%; N — 11,4%. Нерастворившийся остаток разлагают 79 г 92%-ной серной кислоты, фосфогипс отфильтровывают и промывают 150 г воды в противотоке. При этом получают 185 г 28%-ной экстракционной фосфорной кислоты, которую направляют на обработку очередной порции апатитового концентрата и 150 г сухого дигидрата сульфата кальция, содержащего 1,07% P_2O_5 . Как и в примере 1 в этом примере получено извлечение P_2O_5 , равное 96% при расходе серной кислоты 727 кг на тонну апатитового концентрата.

Пример 3. 100 г фосмуки фосфоритов Кара-Тау состава: P_2O_5 — 26,9%; MgO — 2,4%; CaO — 43,1% обрабатывают 185 г 20%-ной экстракционной фосфорной кислоты (см. ниже) при 70°C в течение 1 ч, затем вводят 42 г 40%-ного раствора сульфата аммония и дополнительно агитируют 1 ч. Пульпу расфильтровывают под вакуумом, при этом получают 187 г влажного остатка и 135 г фильтрата состава: P_2O_5 — 21%; CaO — 1,3%; MgO — 1,6%; SO_4 — 1,5%. Из раствора получают удобрение состава $P_2O_5_{общ}$ — 51%; $P_2O_5_{усв}$ — 50,1%; $P_2O_5_{в.р}$ — 40,3%; N — 11,8%. Нерастворившийся остаток разлагают 62,5 г 92%-ной серной кислоты, фосфогипс отфильтровывают и промывают в противотоке 150 г воды. При этом получают 185 г 20%-ной экстракционной фосфорной кислоты, которую направляют на обработку новых порций фосфорита и 136 г фосфогипса (сухого), содержащего 1,35% P_2O_5 . Таким образом в этом примере при расходе серной кислоты 575 кг/т фосфорита (против 720 — от стехиометрического расхода) достигается извлечение P_2O_5 — 93%.

Из данных примеров 1 и 2 следует, что использование предлагаемого способа для получения аммофоса из апатита позволяет не только снизить расход кислоты до 80% от стехиометрического количества, но и повысить содержание суммы питательных веществ на 1%, а $P_2O_5_{усв}$ на 1,5—2% по сравнению с аммофосом высшего сорта, получаемом из апатита известными методами. Особенно заметно повышение качества удобрений на примере аммофоса, полученного в примере 3 из фосфорита Кара-Тау. В этом случае содержание суммы питательных веществ повысилось на 3,9%, а $P_2O_5_{усв}$ — на 4,1%. Основным «балластом» в аммофосе является сульфат аммония.

Снижение содержания сульфат-ионов в ЭФК позволяет снизить количество сульфата аммония в аммофосе. В ЭФК из Кара-Тау значительное количество сульфат-ионов связано с примесями, например с Mg. При обработке Кара-Тау ЭФК образуется монокальцийфосфат, который, реагируя с сульфатом магния, дает мономагнийфосфат и сульфат кальция, выпадающий в осадок. Таким образом, происходит очистка ЭФК от балласта.

Из примеров 1 и 2 также следует, что введение сульфата аммония на стадию обработки фосфорита до конечного соотношения $SO_4/P_2O_5 = 0,05$ позволило повысить производительность фильтрации в 3,6 раза.* При этом доля водорастворимой пятиокиси фосфора возросла с 88,7 до 95,6% от общего количества.

Технико-экономическая эффективность предлагаемого способа заключается в снижении расхода серной кислоты при переработке апатита примерно на 180 кг на каждую тонну сырья.

При наличии дополнительного количества апатита (190 тыс. т) можно увеличить выпуск удобрений на предприятии на 370 тыс. т туков в год без расширения реакгентной базы.

Экономический эффект от внедрения изобретения составит не менее 10 млн. руб. Капитальные затраты для внедрения предлагаемого способа составят менее 1 млн. руб.

* — верхний предел соотношения $SO_4/P_2O_5 = 0,12$ выбран исходя из необходимости производства аммофоса марки А.

Формула изобретения

1. Способ получения сложного удобрения, включающий разложение фосфатного сырья циркулирующей фосфорной кислотой, обработку продукта разложения серной кислотой с последующим отделением осадка-сульфата кальция фильтрованием и возвращением полученной фосфорной кислоты на разложение фосфатного сырья, отличающийся тем, что, с целью экономии серной кислоты и создания возможности переработки низкосортных фосфоритов при повышении качества удобрения, пульпу после обработки фосфатного сырья циркулирующей фосфорной кислотой фильтруют и жидкую фазу направляют на получение минерального удобрения, а твердую фазу обрабатывают серной кислотой и образовавшуюся фосфорную кислоту возвращают на обработку фосфатного сырья.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что, с целью улучшения фильтрующих свойств пульпы после обработки фосфорита фосфорной кислотой, на стадии обработки фосфорита фосфорной кислотой вводят сульфат аммония до конечного соотношения SO_4/P_2O_5 в жидкой фазе пульпы в пределах 0,05—0,12.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Позин М. Е. Технология минеральных солей, ч. II. Л., «Химия», 1974, с. 881—932.

2. Копылев Б. А. Технология экстракционной фосфорной кислоты, Л., «Химия», 1972, с. 206—210.

Составитель Т. Докшина

Редактор А. Багирова

Техред А. Камышникова

Корректор Л. Орлова

Заказ 8639

Изд. № 627

Тираж 448

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Загорская типография Упр. полиграфиздата Мособлсполкома