



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102320585 B

(45) 授权公告日 2014. 07. 02

(21) 申请号 201110256462. 6

US 3563723 A, 1971. 02. 16, 全文.

(22) 申请日 2011. 09. 01

EP 0161704 A2, 1985. 11. 21, 全文.

(73) 专利权人 贵阳中化开磷化肥有限公司

审查员 顾明杰

地址 551109 贵州省贵阳市息烽县小寨坝镇

(72) 发明人 徐魁 穆劲 陈彬 石永义

廖吉星 潘礼富 张玉华

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限

公司 11002

代理人 谷庆红

(51) Int. Cl.

C01B 25/28(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101857211 A, 2010. 10. 13, 实施例 1.

CN 101367512 A, 2009. 02. 18, 说明书第 2 页
第 4-23 行.

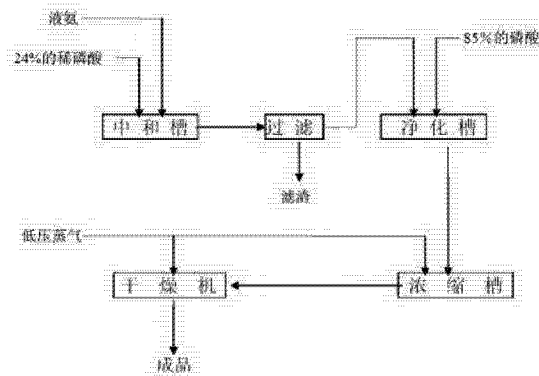
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法

(57) 摘要

湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法, 涉及磷的化合物; 该方法包括: (1) 中和工序, 主要作用是生成磷酸铵盐溶液, 同时除去湿法磷酸中的铝、镁、钙、硫酸根、铁、铜、镉、镍等杂质; (2) 净化工序, 包括一次过滤和高温净化两个过程; (3) 浓缩工序, 二次滤液在搅拌下用工业磷酸调配溶液的 pH 值, 在换热器中通入水蒸汽加热, 使溶液沸腾浓缩, 达到指标后停止加热, 在换热器中降低浓缩液温度; (4) 干燥工序, 将经浓缩液离心分离其中的水分, 最后将分离出的结晶置烘干机中烘干, 包装入库。本方法的优点是用湿法磷酸生产的工业级磷酸一铵, 产品质量完全可与热法磷酸生产的产品媲美, 成本低而利润可观。适用于湿法磷酸的磷铵生产企业。



1. 湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法,其特征包括以下工序:

(1) 中和工序

在搅拌状态下,向中和槽加入湿法磷酸,再加入洗水,逐渐通入液氨中和至溶液的 pH 值为 8-9;接着趁热将中和液放入过滤机中过滤,滤液送入净化工序,同时用稀洗液洗涤滤渣降低其中磷、氮含量,之后排除残渣,洗液抽入洗水池储存备用;中和工序主要作用是生成磷酸铵盐溶液,同时除去湿法磷酸中的铝、镁、钙、硫酸根、铁、铜、镉、镍杂质;

所述湿法磷酸的质量分数为 24%;所述洗水是净化工序洗涤滤渣的水,加入洗水的质量为湿法磷酸加入质量的 2/3;所述中和液控制在 pH 值为 8~9、滤液的清澈度达到光通量 800~900Im 为合格;

(2) 净化工序

净化工序包括一次过滤和高温净化两个过程,一次过滤是用蒸汽加热、保持中和液温度,防止溶液在冷却结晶的条件下进行过滤,一次过滤液的透明度在 600-800Im 为合格;然后将一次滤液抽入净化槽中,在搅拌下加入工业磷酸至溶液的 pH 为 7,再滴入硫化铵和硝酸铅至溶液呈黑色,取样检验,合格后,再将黑色溶液放入过滤机中过滤,当过滤机滤渣满时,用水洗涤,然后排渣;洗液并入一次洗液池中待用;

高温净化是将一次过滤液抽入搅拌罐中,用工业磷酸调整溶液的 pH 值为 7;在搅拌状态下加入硫化铵水溶液,再用蒸汽加热、保温搅拌,以除去溶液中的铁、铜、锌、镉可硫化金属的硫酸盐类;又在除铁后的高净液中加入饲料级磷酸氢钙除去硫酸根;在高净液中加入硝酸铅水溶液,以除去溶液中存在的铬的硫酸盐和磷酸盐;

所述用蒸汽加热、保持中和液温度为 50℃~60℃;所述加入工业磷酸的质量分数为 85%;所述黑色溶液的合格指标为:铁含量在 0.5×10^{-6} 以下,重金属含量在 0.01×10^{-6} 以下;所述加入硫化铵水溶液的质量分数为 10%,加入硝酸铅水溶液的质量分数为 10%;所述加入饲料级磷酸氢钙的质量分数为 22%;

(3) 浓缩工序

把二次滤液分别抽入浓缩槽中,在搅拌下用工业磷酸调配至溶液的 pH 值为 4-5,在换热器中通入水蒸汽加热,使溶液沸腾浓缩,达到指标后停止加热,在换热器中用冷水与溶液热交换,降低浓缩液温度;所述加入工业磷酸的质量分数为 85%;所述通入水蒸汽的压力为 0.5MPa;所述沸腾浓缩的指标是比重达到 40~42 波美度;

(4) 干燥工序

将经冷却的浓缩液用离心分离机将其中的水分甩去,母液抽入洗液池中,最后将分离出的结晶置烘干机中烘干,包装入库,所述离心分离出的结晶含水率为 1.5%~2%;所述烘干机是在 110℃ 下快速烘干;所述烘干成品的水分质量分数低于 0.1%。

湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法

技术领域

[0001] 本发明创造涉及磷的化合物,具体来说,涉及磷酸及磷酸盐。

背景技术

[0002] 传统的工业级磷酸一铵生产方法是采用热法酸中和的生产工艺。但由于黄磷生产成本较高,导致热法酸生产成本高,用热法磷酸生产工业级磷酸一铵,当然成本也很高。为了降低工业级磷酸一铵的生产成本,人们自然会想到廉价的湿法磷酸。目前已经有一些以湿法磷酸为原料的技术申请了中国专利,例如四川龙蟒集团有限责任公司申请的 01107220.2 号《一种饲料级、工业级和技术级磷酸一铵生产方法》、中化重庆涪陵化工有限公司申请的 ZL00710092904.1 号《用湿法磷酸制备工业级磷酸、食品级磷酸和工业磷酸一铵的方法》、湖北祥云(集团)化工股份有限公司申请的 ZL200810196872.4 号《湿法磷酸连续生产工业级磷酸一铵的工艺》、广西明利集团有限公司申请的 201010191938.8 号《用湿法磷酸生产工业级磷酸一铵的方法》、马健与李庆申请的 201010552501.2 号《湿法磷酸生产工业、农用级磷酸一铵及磷酸铵镁的方法》等。这些专利申请件均有其特点,但能否工业化应用尚需研究。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法,替代净化磷酸或热法酸生产工艺,并能够工业化应用,真正降低生产成本。

[0004] 发明人提供的湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵的方法包括:

[0005] (1) 中和工序

[0006] 在搅拌状态下,向中和槽加入湿法磷酸,再加入洗水,逐渐通入液氨中和至溶液的 pH 值为 8-9;接着趁热将中和液放入过滤器中过滤,滤液送入净化工序,同时用稀洗液洗涤滤渣降低其中磷、氮含量,之后排除残渣,洗液抽入洗水池储存备用;中和工序主要作用是生成磷酸铵盐溶液,同时除去湿法磷酸中的铝、镁、钙、硫酸根、铁、铜、镉、镍等杂质;

[0007] (2) 净化工序

[0008] 净化工序包括一次过滤和高温净化两个过程,一次过滤是用蒸汽加热、保持中和液温度,防止溶液在冷却结晶的条件下进行过滤,一次过滤液的透明度在 600-800nm 为合格;然后将一次滤液抽入净化槽中,在搅拌下加入工业磷酸至溶液的 pH 为 7,再滴入硫化铵和硝酸铅至溶液呈黑色,取样检验,合格后,再将黑色溶液放入过滤器中过滤,当过滤器滤渣满时,用水洗涤,然后排渣;洗液并入一次洗液池中待用;

[0009] 高温净化是将一次过滤液抽入搅拌罐中,用工业磷酸调整溶液的 pH 值为 7;在搅拌状态下加入硫化铵水溶液,再用蒸汽加热、保温搅拌,以除去溶液中的铁、铜、锌、镉等可硫化金属的硫酸盐类;又在除铁后的高净液中加入饲料级磷酸氢钙除去硫酸根;在高净液中加入硝酸铅水溶液,以除去溶液中存在的铬的硫酸盐和磷酸盐;

[0010] (3) 浓缩工序

[0011] 把二次滤液分别抽入浓缩槽中,在搅拌下用工业磷酸调配至溶液的 pH 值为 4-5,在换热器中通入水蒸汽加热,使溶液沸腾浓缩,达到指标后停止加热,在换热器中用冷水与溶液热交换,降低浓缩液温度;

[0012] (4) 干燥工序

[0013] 将经冷却的浓缩液用离心分离机将其中的水分甩去,母液抽入洗液池中,最后将分离出的结晶置烘干机中烘干,包装入库。

[0014] 上述中和工序中,所述湿法磷酸的质量分数为 24%;所述稀洗水是净化工序洗涤滤渣的水,加入稀洗水的质量为湿法磷酸加入质量的 2/3;所述中和液控制在 pH 值为 8~9、滤液的清澈度达到光通量 800~900 Im 为合格。

[0015] 上述净化工序中,所述用蒸汽加热、保持中和液温度为 50℃~60℃;所述加入工业磷酸的质量分数为 85%;所述黑色溶液的合格指标为:铁含量在 0.5×10^{-6} (0.5ppm) 以下,重金属含量在 0.01×10^{-6} (0.01ppm) 以下;所述加入硫化铵水溶液的质量分数为 10%,加入硝酸铅水溶液的质量分数为 10%;所述加入饲料级磷酸氢钙的质量分数为 22%。

[0016] 上述浓缩工序中,所述加入工业磷酸的质量分数为 85%;所述通入水蒸汽的压力为 0.5MPa;所述沸腾浓缩的指标是比重达到 40~42 波美度。

[0017] 上述干燥工序中,所述离心分离出的结晶含水率为 1.5%~2%;所述烘干机是在 110℃ 下快速烘干;所述烘干成品的水分质量分数低于 0.1%。

[0018] 发明人指出:该方法控制反应溶液的 pH 值和透明度,是为了保证反应液在各工序中按要求去除各种杂质;控制中间产品水分含量是为了保证产品的质量。

[0019] 本发明方法的优点在于用湿法磷酸生产工业级磷酸一铵,其产品质量完全与传统的热法磷酸生产的磷铵媲美,与农业级磷酸一铵单位产品的原料消耗成本差不多,而其市场价格是农业级磷铵的两倍,利润可观。为工业级磷酸一铵的生产提供了一种经济实用的工艺方法。

附图说明

[0020] 图 1 为湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵工艺流程简图,图 1 所示中和、净化、浓缩和干燥代表了该工艺的 4 个工序。

具体实施方式

[0021] 贵阳中化开磷化肥有限公司自行发明的湿法磷酸直接生产工业级磷酸一铵工艺,流程如附图 1 所示。

[0022] 具体操作方法如下:

[0023] (1) 在搅拌状态下,在中和槽中加入 12t 24% 的湿法磷酸,再加入洗水 8t,逐渐通入液氨至溶液的 pH 值为 8~9,趁热将中和液放入过滤机中过滤,当渣满过滤机时,用稀洗液洗涤滤渣至磷、氮含量低于 1% 后排除残渣,洗液分别抽入洗水池储存备用;

[0024] (2) 将一次滤液抽入净化槽中,在搅拌状态下加入 85% 的工业磷酸至溶液的 pH 为 7,再滴入硫化铵和硝酸铅至溶液呈黑色,取样检验,溶液中铁含量在 0.5×10^{-6} (0.5ppm) 以下,重金属含量在 0.01×10^{-6} (0.01ppm) 以下,再将黑色溶液放入过滤机中过滤至溶液的清澈度达到 900~1000 Im,当过滤机滤渣满时,用水洗涤至磷、氮含量低于

0.1%以下排渣,洗液并入一次洗液池中待用;

[0025] (3) 把二次滤液分别抽入浓缩槽中,在搅拌状态下用 85%的工业磷酸调配至溶液的 pH 值为 4 ~ 5,在换热器中通入压力为 0.5 MPa 的水蒸汽,使净化液始终保持浓缩液面在刻度线,加热浓缩至溶液的比重为 40 波美度停止加热,在换热器中通入冷水至溶液到 30℃;

[0026] (4) 再将浓缩结晶放入离心分离机中甩干至水分含量低于 2%,母液抽入洗液池中,将结晶置烘干机中于 110℃条件下烘干至水分小于 0.1%,包装入库。

[0027] 这套设备生产的工业级磷酸一铵外观洁白、内在品质优良,产品生产成本较低,经济效益良好。

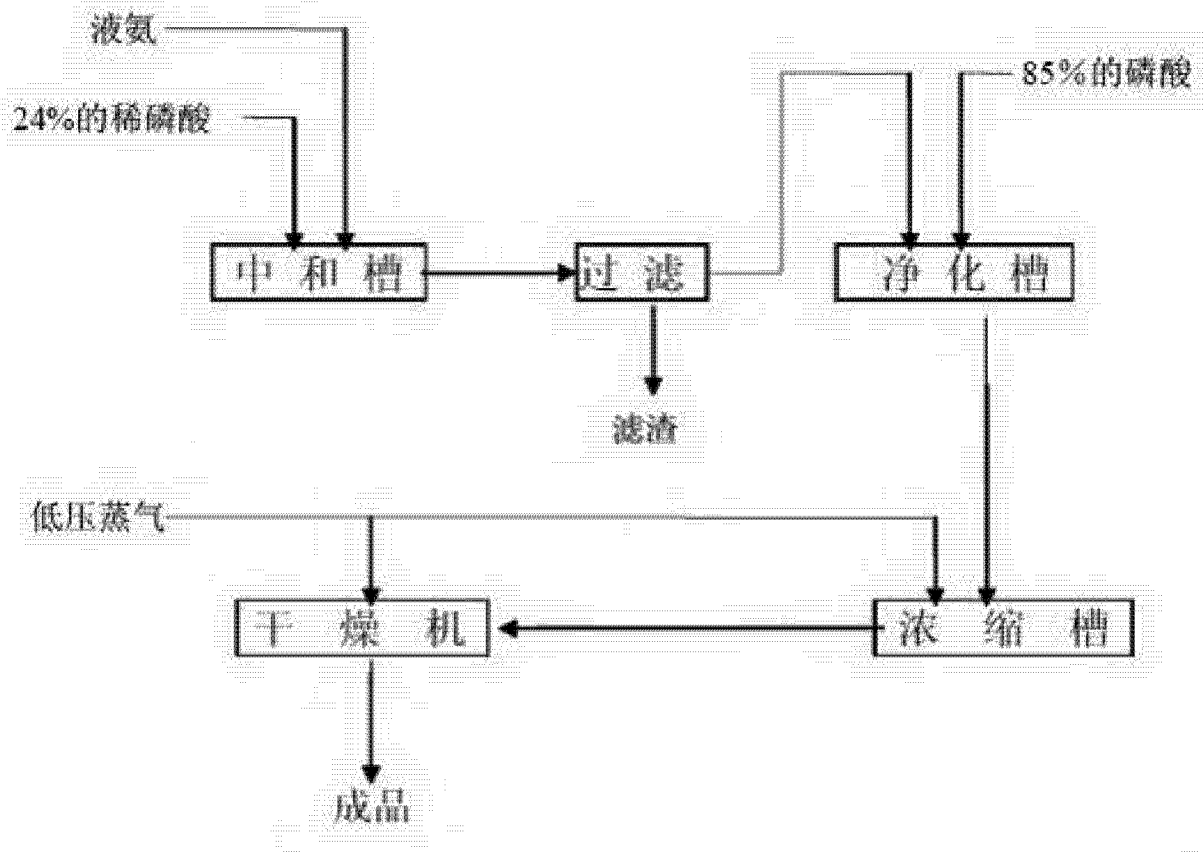


图 1