



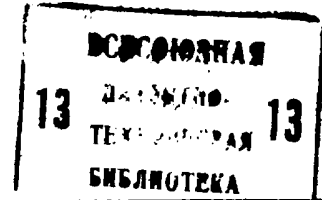
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1313840 A1

(5D) 4 С 05 В 11/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 3886975/31-26
(22) 19.04.85
(46) 30.05.87. Бюл. № 20
(71) Ленинградский технологический институт им. Ленсовета
(72) Б.А.Дмитревский, Е.Б.Ярош, Н.В.Дмитриева, З.М.Головина и Е.Е.Невская
(53) 631.893(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 598855, кл. С 05 В 11/06, 1976.
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УДОБРЕНИЯ ИЗ ФОСФАТНЫХ РУД
(57) Изобретение относится к технике азотно-кислотной переработки фосфатного сырья в минеральные удобрения. Цель изобретения - повышение качества готового продукта за счет увеличения концентрации P_2O_5 и содер-

жания усвояемых фосфатов, а также интенсификация процесса фильтрации азотно-кислотной вытяжки. Способ включает обработку фосфатного сырья азотной кислотой, фильтрацию азотно-кислотной вытяжки с определением нерастворимого остатка, причем перед фильтрацией в нее вводят раствор нитрата кальция в количестве, соответствующем 0,2-0,3 кг СаО на 1 г нерастворимого остатка при выдержке смеси 10-20 мин, последующую нейтрализацию фосфорсодержащего раствора при рН 4,5-5,5 сушку нейтрализованной суспензии и грануляцию готового продукта. В качестве раствора нитрата кальция предложено использовать фильтрат от разделения нейтрализованной суспензии. 1 з.п. ф-лы, 1 табл.

(19) SU (11) 1313840 A1

Изобретение относится к технике азотно-кислотной переработки фосфатного сырья в минеральные удобрения.

Цель изобретения - повышение качества готового продукта за счет увеличения концентрации P_2O_5 и содержания усвояемых фосфатов, а также интенсификация процесса фильтрации азотно-кислотной вытяжки.

Способ включает обработку фосфатного сырья азотной кислотой, фильтрацию азотно-кислотной вытяжки с отделением нерастворимого остатка, причем перед фильтрацией в нее вводят раствор нитрата кальция в количестве, соответствующем 0,2-3,0 г CaO на 1 г нерастворимого остатка, при выдержке смеси 10-20 мин с последующей нейтрализацией фосфорсодержащего раствора при pH 4,5-5,5, сушкой нейтрализованной суспензии и грануляцией готового продукта. В качестве раствора нитрата кальция используют фильтрат от разделения нейтрализованной суспензии.

Пример 1. 100 кг фосфорита (18% P_2O_5 , 29,4% CaO, 37% нерастворимого остатка) обрабатывают 122,5 кг азотной кислоты (54% HNO_3). Азотно-кислотную вытяжку (222,5 кг) смешивают с 142 кг фильтрата от разделения суспензии дикальцийфосфата для поддержания отношения 0,2 г CaO на 1 г нерастворимого остатка. Смесь выдерживают 10 мин. 364,5 кг азотно-кислотной вытяжки фильтруют и отделяют 85 кг нерастворимого остатка, промытого 100 кг воды. Фосфорсодержащий раствор и промывные воды в количестве 379,5 кг нейтрализуют 9,0 кг газообразного аммиака до pH 5,0 и полученную суспензию дикальцийфосфата разделяют на фильтре. При этом получают 50 кг влажного дикальцийфосфата (47,0 кг сухого), промытого 100 кг воды и 438,5 кг фильтрата, который делят на два потока: 142 кг направляют на смешение с азотно-кислотной вытяжкой, а 296,5 кг - на переработку. Продукт содержит 46,4% P_2O_5 общ. и 44,5% усв. (96% усвояемых фосфатов), а съем нерастворимого осадка - соответственно 420 кг/м² ч.

Пример 2. 100 кг фосфорита обрабатывают 122,5 кг азотной кислоты. Азотно-кислотную вытяжку (222,5 кг) смешивают с 540 кг фильтрата от разделения суспензии дикаль-

цийфосфата для поддержания отношения 0,8 г CaO на 1 г нерастворимого остатка. Смесь выдерживают 15 мин.

762,5 кг азотно-кислотной вытяжки фильтруют и отделяют 80 кг нерастворимого остатка, промытого 100 кг воды. Фосфорсодержащий раствор и промывные воды в количестве 782,5 кг нейтрализуют 8,5 кг газообразного аммиака до pH 4,5. Полученную суспензию дикальцийфосфата разделяют на фильтре. При этом получают 50 кг влажного промытого 100 кг воды дикальцийфосфата (47,5 кг сухого) и 841 кг фильтрата, который делят на два потока: 540 кг направляют на смешение с азотно-кислотной вытяжкой, а 301 кг - на переработку. Продукт содержит 46% P_2O_5 общ. и 43,7% усв. (95% усвояемых фосфатов), а съем нерастворимого остатка - соответственно 400 кг/м² ч.

Пример 3. 100 кг фосфорита (24,0% P_2O_5 , 41,5% CaO, 20% нерастворимого остатка) обрабатывают 173 кг азотной кислоты. Азотно-кислотную вытяжку (273 кг) смешивают с 760 кг фильтрата от разделения суспензии дикальцийфосфата для поддержания отношения 3 г CaO на 1 г нерастворимого остатка. Смесь выдерживают 20 мин. 973 кг азотно-кислотной вытяжки фильтруют и отделяют 50 кг нерастворимого остатка, промытого 100 кг воды. Фосфорсодержащий раствор и промывные воды в количестве 1023 кг нейтрализуют 11,5 кг газообразного аммиака до pH 5,5 и полученную суспензию дикальцийфосфата разделяют на фильтре. При этом получают 70 кг влажного дикальцийфосфата (46,5 кг сухого), промытого 100 кг воды и 1064,5 кг фильтрата, который делят на два потока: 760 кг фильтрата направляют на смешение с азотно-кислотной вытяжкой, а 364,5 кг - на переработку. Продукт содержит 46,5% P_2O_5 общ. и 45,6% усв. (98% усвояемых фосфатов), а съем нерастворимого остатка при этом составляет соответственно 450 кг/м² ч.

В таблице приведены примеры ведения процесса в предлагаемых интервалах параметров (опыты 1-3) и за их пределами.

Как видно из таблицы, проведение процесса за пределами предлагаемых

параметров (опыты 4-9) приводит к снижению показателей процесса.

Уменьшение отношения г CaO на г нерастворимого остатка меньше 0,2 (опыт 4) приводит к снижению показателей процесса из-за недостаточного содержания ионов Ca^{2+} в оборотном растворе.

Увеличение отношения выше заявленного предела (опыт 5) приводит к снижению показателей процесса вследствие большого содержания ионов кальция в оборотном растворе, приводящему к разрушению сольватных оболочек.

При уменьшении времени выдерживания суспензии до 5 мин (опыт 6) снижается съём нерастворимого остатка вследствие недостатка времени для коагуляции. Увеличение времени выдерживания более 20 мин (опыт 7) приводит к снижению показателей фильтрации вследствие разрушения скоагулированных частиц твердой фазы.

Уменьшение значения pH ниже заявленного предела (опыт 8) приводит к снижению концентрации P_2O_5 в готовом продукте и содержания усвояемых фосфатов из-за неполной степени осаждения дикальцийфосфата. Увеличение $pH > 5,5$ (опыт 9) нецелесообразно вследствие частичной перекристаллизации дикальцийфосфата в трикальцийфосфат и снижения содержания усвояемых фосфатов.

Таким образом, предлагаемый способ относительно прототипа позволяет повысить качество продукта (содержание P_2O_5 увеличивается на 2,5-4,5%, а усвояемых форм P_2O_5 - на 6-10%) за счет более полного отде-

ления нерастворимого остатка и нейтрализации растворов для определенных значений pH. В осадок выпадает только дикальцийфосфат и исключается образование трикальцийфосфата, связывающего часть P_2O_5 в неусвояемую форму. При этом повышается съём нерастворимого остатка до 380-450 кг/м² ч (вместо 50-60 кг/м² ч по прототипу), а также сокращается объем реакционного оборудования в 5-8 раз за счет уменьшения количества реакционной массы.

15 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения удобрений из фосфатных руд, включающий их обработку азотной кислотой, фильтрацию азотно-кислотной вытяжки с отделением нерастворимого остатка, нейтрализацию фосфорсодержащего раствора, сушку нейтрализованной суспензии и грануляцию готового продукта, отличающийся тем, что, с целью повышения качества готового продукта за счет увеличения концентрации P_2O_5 и усвояемых фосфатов, а также интенсификации процесса фильтрации азотно-кислотной вытяжки, в нее перед фильтрацией вводят раствор нитрата кальция в количестве 0,2-0,3 г CaO на 1 г нерастворимого остатка и выдерживают смесь 10-20 мин, причем нейтрализацию фосфорсодержащего раствора проводят до pH 4,5-5,5.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве раствора нитрата кальция используют фильтрат от разделения нейтрализованной суспензии.

Опыт	Условия процесса			Показатели процесса		
	CaO, г, на нерастворимый остаток, г	Время выдержки смеси, мин	pH	Концентрация P_2O_5 в удобрении, %	Содержание P_2O_5 усвояемого	Съём нерастворимого остатка кг/м ² ч
1	0,2	15	5,0	46,0	96,0	400
2	0,8	10	4,5	46,0	95,0	380
3	3,0	20	5,5	46,5	98,0	450
4	0,1	15	5,0	42,0	80,0	60

Продолжение таблицы

Опыт	Условия процесса			Показатели процесса		
	СаО, г, на нерастворенный ос- таток, г	Время выдерж- ки сме- си, мин	pH	Концент- рация P ₂ O ₅ в удобре- нии, %	Содер- жание P ₂ O ₅ усвое- мого	Съем нераств- воримого остатка кг/м ² ч
5	3,5	20	5,5	44,0	81,0	60
6	0,8	5	4,5	46,0	95,0	60
7	3,0	25	5,5	46,0	96,0	70
8	0,8	10	4,0	42,0	84,0	380
9	3,0	20	6,0	43,2	78,0	450
10	Прототип		6,5- 7,0	42-44	78-81	50-60

Редактор М.Келемеш Составитель В.Вилинская Техред А.Кравчук Корректор Л.Патай

Заказ 2178/24 Тираж 408 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

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

Производственно-полиграфическое предприятие, г.Ужгород, ул.Проектная, 4