



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103641094 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 19

(21) 申请号 201310625010. X

(22) 申请日 2013. 11. 28

(71) 申请人 贵州开磷(集团)有限责任公司

地址 550002 贵阳市中华南路 203 号
海天大厦 12 层

(72) 发明人 徐魁 陈彬 廖吉星 林龙
潘礼富 彭宝林 朱飞武

(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 25/32(2006. 01)

C05B 1/02(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法，是以湿磷矿粉代替干磷矿粉，将磷矿石在矿山开采后，就地粉碎、磨粉，将矿粉用水调浆后用泵输送至重过磷酸钙生产装置所在地，过滤磷矿浆得湿磷矿粉后，再将湿磷矿粉和浓磷酸混合后反应、熟化、造粒、干燥及筛分后得重过磷酸钙。本发明得到的产品可达到一级品标准，创新地采用以湿磷矿粉替代干磷矿粉，以泵输送矿浆的方式替代了汽车对磷矿石的运输，节省了大量的运输费用成本，避免了因运输磷矿石而对公路造成的损坏，切实解决了重过磷酸钙生产过程中出现的运输成本较高且易损害公路的问题，间接减少了公路维护费用，具有极大的经济价值和社会意义。

1. 一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,是以湿法磷酸为原料生产重过磷酸钙,其特征在于:以湿磷矿粉代替干磷矿粉,将磷矿石在矿山开采后,就地粉碎、磨粉,将矿粉用水调浆后用泵输送至重过磷酸钙生产装置所在地,过滤磷矿浆得湿磷矿粉后,再将湿磷矿粉和浓磷酸混合后反应、熟化、造粒、干燥及筛分后得重过磷酸钙。

2. 根据权利要求 1 所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,其特征在于:所述生产流程为:

(1) 将磷矿石在矿山粉碎后用磨粉机将磷矿石磨成 200 目过筛率在 90% 以上的磷矿粉;

(2) 将磷矿粉和加水搅拌成含水量在 35%-40% 的矿浆,用泵输送至重过磷酸钙车间,之后用陶瓷过滤机进行过滤,过滤后矿粉含水量在 6%-9% 之间;

(3) 将含水量在 6%-9% 的湿磷矿粉用带式输送机输送至预混槽,与经加热器加热后温度在 90°C -105°C 的磷酸在搅拌条件下混合反应 1min-2min,反应结束后由溢流口流到化成皮带继续反应;

(4) 从混合槽溢流口来的料浆在化成皮带继续反应,通过调节化成皮带的转速,让料浆在化成皮带上反应 15min-30min,使磷酸二氢钙不断析出,料浆从液态变为固态,快速反应阶段结束,得到重过磷酸钙半成品;

(5) 将重过磷酸钙半成品经打散机打散后进入熟化库熟化 1 ~ 3 个星期,经取样分析达到产品指标后为熟化合格,得散状重过磷酸钙;如需粒状重过磷酸钙,可通过造粒、干燥和筛分。

3. 根据权利要求 1-2 任一所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,其特征在于:所述步骤(2)中矿浆的含水量为 35%-40%,过滤后湿磷矿粉含水量为 6%-9%。

4. 根据权利要求 1 所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,其特征在于:所述步骤(3)中采用的磷酸的 P₂O₅ 浓度在 46% 以上,磷酸在未加热前温度为 45°C -75°C ,加热后温度为 90°C -105°C 。

5. 根据权利要求 1 所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,其特征在于:所述步骤(3)中的预混槽用 0.5-0.8MPa 的饱和蒸汽加热,磷酸加热后的下酸管用保温材料保温。

6. 根据权利要求 1 所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法,其特征在于:所述步骤(3)中采用的磷酸的 P₂O₅ 浓度在 46% ~ 48%。

一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法。

背景技术

[0002] 重过磷酸钙是一种高浓度的磷肥，属水溶性磷肥，肥料所含的磷易溶于水，能为植物直接吸收利用；其外观呈深灰色或灰白色的颗粒或粉末状，属酸性化学肥料。重过磷酸钙的商业性生产始于 19 世纪 70 年代，20 世纪 50 年代得到很大发展，成为重要的肥料品种之一。我国的重过磷酸钙是在普通过磷酸钙的基础上发展起来的，由于以化成法生产的重过磷酸钙基本和普通过磷酸钙相同，容易被人们所认识，加之生产实践表明，我国磷矿的活性低，在采用料浆法生产时，产品不能合格，即使在使用化成法生产工艺时，也需要借助一定的熟化时间降低产品的游离酸，才能达到满足质量要求的产品。故我国重过磷酸钙的生产基本采用化成法。

[0003] 在现有技术中，生产重过磷酸钙的基本方法是浓酸法（化成法），即用 P₂O₅ 浓度为 46% 以上的磷酸与干磷矿粉混在一起搅拌，进行初步反应，得到磷酸二氢钙、未反应完的磷酸以及未分解的磷矿粉的混合物，再经熟化、造粒、干燥和筛分而制得重过磷酸钙。在磷酸加热后和磷矿粉混合时，都是和干磷矿粉混合。该方法中的原料干磷矿粉是通过对磷矿石的采矿、粉碎、运输、磨粉而得到，而磷矿石的开采点和生产装置都有较远的距离，必须将开采后的磷矿石粉碎后用汽车运输至生产车间用磨粉机将矿石磨成矿粉再进行生产，导致运输费用成本增加，并且因汽车行驶时会产生大量的尾气而对环境造成了污染，加上磷矿石运输时都是重车，容易损坏公路。因此，从多方面来看，现有技术中的重过磷酸钙生产方法运输成本较高且易损害公路，不利于环保。采用汽车运输原料矿石，运输效率低，易受天气、公路等外部条件的影响。运输过程中消耗大量的不可再生资源（汽油或柴油），产生大量的废气，对环境造成了一定的污染。被损害得到公路其维修费用高，造成了财力和人力资源浪费。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法，解决现有技术中重过磷酸钙生产方法运输成本较高且易损害公路的问题。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的。

[0006] 一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法，是以湿法磷酸为原料生产重过磷酸钙，以湿磷矿粉代替干磷矿粉，将磷矿石在矿山开采后，就地粉碎、磨粉，将矿粉用水调浆后用泵输送至重过磷酸钙生产装置所在地，过滤磷矿浆得湿磷矿粉后，再将湿磷矿粉和浓磷酸混合后反应、熟化、造粒、干燥及筛分后得重过磷酸钙。

[0007] 本发明所述的生产流程为：

[0008] (1) 将磷矿石在矿山粉碎后用磨粉机将磷矿石磨成 200 目过筛率在 90% 以上的磷矿粉；

[0009] (2) 将磷矿粉和加水搅拌调成含水量在 35%~40% 的矿浆, 用泵输送至重过磷酸钙车间, 之后用陶瓷过滤机进行过滤, 过滤后矿粉含水量在 6%~9% 之间;

[0010] (3) 将含水量在 6%~9% 的湿磷矿粉用带式输送机输送至预混槽, 与经加热器加热后温度在 90℃~105℃ 的磷酸在搅拌条件下混合反应 1min~2min, 反应结束后由溢流口流到化成皮带继续反应;

[0011] (4) 从混合槽溢流口来的料浆在化成皮带继续反应, 通过调节化成皮带的转速, 让料浆在化成皮带上反应 15min~30min, 使磷酸二氢钙不断析出, 料浆从液态变为固态, 快速反应阶段结束, 得到重过磷酸钙半成品;

[0012] (5) 将重过磷酸钙半成品经打散机打散后进入熟化库熟化 1~3 个星期, 经取样分析达到产品指标后为熟化合格, 得散状重过磷酸钙; 如需粒状重过磷酸钙, 可通过造粒、干燥和筛分。

[0013] 上述步骤(2)中矿浆的含水量为 35%~40%, 过滤后湿磷矿粉含水量为 6%~9%。

[0014] 上述步骤(3)中采用的磷酸的 P₂O₅ 浓度在 46% 以上, 磷酸在未加热前温度为 45℃~75℃, 加热后温度为 90℃~105℃。

[0015] 上述步骤(3)中的预混槽用 0.5~0.8MPa 的饱和蒸汽加热, 磷酸加热后的下酸管用保温材料保温。

[0016] 上述步骤(3)中采用的磷酸的 P₂O₅ 浓度在 46%~48%。

[0017] 本发明技术方案的依据如下。

[0018] 重过磷酸钙的生产第一步反应就是浓磷酸加热后和磷矿粉混合搅拌, 进行初步反应, 得到磷酸二氢钙、未反应完的磷酸以及未分解的磷矿粉的混合物, 再经化成皮带化成后得到半成品重过磷酸钙。半成品经熟化库熟化得到粉状重过磷酸钙。在上述反应过程中, 由于磷酸浓度较高, 酸矿反应的固液比较低, 反应后生成的磷酸二氢钙晶体将从液相中结晶析出。由于整个反应过程是在料浆状态下进行, 磷酸必须扩散到矿粒表面才能反应。因此, 反应速度与磷酸浓度, 矿粉细度、磷酸温度等条件有关。

[0019] 生产重过磷酸钙时, 主要是磷酸分解磷矿石中的氟磷酸钙, 生成一水合磷酸二氢钙和氟化氢, 化学反应方程式如下: Ca₅(PO₄)₃F + 7H₃PO₄ + 5H₂O = 5Ca(H₂PO₄)₂ · H₂O + HF

[0020] 上述反应实际包含了氟磷酸钙的溶解和一水合磷酸二氢钙的析出两个过程。在反应的初始阶段磷酸溶液尚未被磷酸二氢钙所饱和, 氟磷酸钙的溶解进行得相当快, 但是当磷酸溶液被磷酸二氢钙饱和之后反应速度大大减缓。随着氟磷酸钙的继续溶解, 磷酸二氢钙开始析出, 反应体系有粘稠的浆体逐渐变为固体。此时氟磷酸钙的分解仍在继续进行, 这一过程进行得相当慢, 若要得到较高的分解率, 这一过程大概需要 1~3 个星期, 这个过程便叫熟化周期。

[0021] 进一步的, 在以上反应过程中, 采用 P₂O₅ 浓度在 46% 以上的湿法磷酸(未加热时磷酸温度在 45℃~75℃); 由于本发明采用湿磷矿粉和磷酸反应, 需要蒸发更多的水分, 故将磷酸温度控制在 90℃~105℃, 磷矿粉细度 200 目过筛率在 90% 以上, 采用的湿法磷酸中 P₂O₅ 浓度在 46% 以上, 在混合反应时反应槽用蒸汽加热, 对磷酸管线采取保温措施。采用前述方法可获得出乎意料的良好效果, 得到的重过磷酸钙产品可达到一级品标准。若按照常规操作方法将磷矿石磨粉、配浆、泵送、过滤后, 采用普通的湿磷矿粉和湿法磷酸反应, 生产得到的重过磷酸钙产品, 可达到行业标准, 与使用干磷矿粉生产得到的重过磷酸钙产品的品质

相当。

[0022] 本发明的有益效果：采用湿磷矿粉替代了干磷矿粉，和湿法磷酸反应制备重过磷酸钙，得到的产品可达到一级品标准；并在磷矿石采矿后就地粉碎研磨加水制备湿磷矿粉以及创新地采用以泵输送矿浆的方式替代了汽车对磷矿石的运输，节省了大量的运输费用成本，避免了因运输磷矿石而对公路造成的损坏，切实解决了重过磷酸钙生产过程中出现的运输成本较高且易损害公路的问题，间接减少了公路维护费用，具有极大的经济价值和社会意义。本发明采用泵运输矿浆的方法替代汽车对矿石的运输，输送效率高，不受天气等外部条件的影响，并且大大降低了输送成本，节约运输费用，整个输送过程中不会对环境造成任何污染；用泵替代汽车，维护费用低，用于矿浆输送的人员少，节约人力资源。在本领域内目前未发现有类似本发明的重过磷酸钙生产方法。

具体实施方式

[0023] 为了加深对本发明的理解，下面结合实施例对本发明作进一步详细的描述，但不构成对本发明保护范围的限定。

[0024] 本发明所述的一种用湿磷矿粉生产重过磷酸钙的方法，包括以下步骤：

[0025] (1) 将磷矿石在矿山粉碎后用磨粉机将磷矿石磨成 200 目过筛率在 90% 以上的磷矿粉；

[0026] (2) 将磷矿粉和加水搅拌调成含水量在 35%-40% 的矿浆，用泵输送至重过磷酸钙车间，之后用陶瓷过滤机进行过滤，过滤后矿粉含水量在 6%-9% 之间；

[0027] (3) 将含水量在 6%-9% 的湿磷矿粉用带式输送机输送至预混槽，与经加热器加热后温度在 90℃ -105℃ 的磷酸在搅拌条件下混合反应 1min-2min，反应结束后由溢流口流到化成皮带继续反应；

[0028] (4) 从混合槽溢流口来的料浆在化成皮带继续反应，通过调节化成皮带的转速，让料浆在化成皮带上反应 15min-30min，使磷酸二氢钙不断析出，料浆从液态变为固态，快速反应阶段结束，得到重过磷酸钙半成品；

[0029] (5) 将重过磷酸钙半成品经打散机打散后进入熟化库熟化 1 ~ 3 个星期，经取样分析达到产品指标后为熟化合格，得散状重过磷酸钙；如需粒状重过磷酸钙，可通过造粒、干燥和筛分。

[0030] 上述步骤(3)中采用的磷酸的 P₂O₅ 浓度在 46% ~ 48%。

[0031] 实施例 1

[0032] 将磷矿石磨成 200 目过筛率为 90% 的磷矿粉，用水调节成含水量在 40% 的磷矿浆，通过泵输送至重过磷酸钙生产装置。磷矿浆通过陶瓷过滤机过滤成含水量为 6% 的湿磷矿粉。按 5t/h 的输送量均匀的将湿磷矿粉输送至预混槽中，同时将 P₂O₅ 浓度为 46% 的湿法磷酸加热至 90℃ 后，按 9.5t/h 的流量均匀的加入预混槽内，磷酸和湿磷矿粉在预混槽内搅拌反应 1min，在预混槽内反应后的料浆进入化成皮带，在化成皮带上继续反应 30min，料浆变成磷酸二氢钙半成品。半成品经打散机打散后进入熟化库，在熟化库熟化 1 个星期，取样烘干，经分析，产品中总 P₂O₅ 含量为 46.22%，有效 P₂O₅ 含量为 44.31%，水溶性 P₂O₅ 含量为 42.0%，游离 P₂O₅ 含量为 4.91%，产品质量达到一级品标准。

[0033] 实施例 2

[0034] 将磷矿石磨成 200 目过筛率为 91% 的磷矿粉,用水调节成含水量在 37% 的磷矿浆,通过泵输送至重过磷酸钙生产装置。磷矿浆通过陶瓷过滤机过滤成含水量为 7% 的湿磷矿粉。按 6t/h 的输送量均匀的将湿磷矿粉输送至预混槽中,同时将 P₂O₅ 浓度为 47% 的湿法磷酸加热至 98℃后,按 11t/h 的流量均匀的加入预混槽内,磷酸和湿磷矿粉在预混槽内搅拌反应 1.5min,在预混槽内反应后的料浆进入化成皮带,在化成皮带上继续反应 20min,料浆变成磷酸二氢钙半成品。半成品经打散机打散后进入熟化库,在熟化库熟化 2 个星期,取样烘干,经分析,产品中总 P₂O₅ 含量为 46.1%,有效 P₂O₅ 含量为 44.20%,水溶性 P₂O₅ 含量为 41.86%,游离 P₂O₅ 含量为 4.86%,产品质量达到一级品标准。

[0035] 实施例 3

[0036] 将磷矿石磨成 200 目过筛率为 93% 的磷矿粉,用水调节成含水量在 35% 的磷矿浆,通过泵输送至重过磷酸钙生产装置。磷矿浆通过陶瓷过滤机过滤成含水量为 9% 的湿矿粉。按 6.5t/h 的输送量均匀的将湿矿粉输送至预混槽中,同时将 P₂O₅ 浓度为 46.5% 的湿法磷酸加热至 105℃后,按 9.5t/h 的流量均匀的加入预混槽内,磷酸和湿矿粉在预混槽内搅拌反应 2min,在预混槽内反应后的料浆进入化成皮带,在化成皮带上继续反应 15min,料浆变成磷酸二氢钙半成品。半成品经打散机打散后进入熟化库,在熟化库熟化 3 个星期,取样烘干,经分析,产品中总 P₂O₅ 含量为 46.2%,有效 P₂O₅ 含量为 44.3%,水溶性 P₂O₅ 含量为 41.98%,游离 P₂O₅ 含量为 4.76%,产品质量达到一级品标准。

[0037] 实施例 4

[0038] 采用同实施例 1 所述的方法,进行实施例 4 ~ 10 中重过磷酸钙产品的生产,其中各参数如表 1 所示。

[0039] 表 1 实施例参数

[0040]

| 实施例 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| 过筛率/% | 92 | 94 | 95 | 96 | 97 | 98 | 99 |
| 磷矿浆含水量/% | 35 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 38 |
| 湿磷矿粉含水量/% | 6 | 7 | 8 | 9 | 6.5 | 7.5 | 8.5 |
| P ₂ O ₅ 浓度/% | 47.5 | 46.5 | 47.0 | 46.3 | 46.5 | 46.0 | 46.7 |
| 湿法磷酸加热后温度/℃ | 90 | 93 | 96 | 94 | 97 | 105 | 94 |
| 搅拌反应时间/min | 1 | 1.5 | 2 | 1.25 | 1.75 | 1 | 2 |
| 在化成皮带上的反应时间/min | 30 | 20 | 25 | 20 | 25 | 15 | 20 |

[0041] 上述实施例中的预混槽用 0.5–0.8MPa 的饱和蒸汽加热, 磷酸加热后的下酸管用保温材料保温。