



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103466579 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201310396218. 9

工业装置. 《磷酸设计与粉体工程》. 2005, (第 2 期), 第 7-9 页.

(22) 申请日 2013. 09. 04

审查员 顾明杰

(73) 专利权人 四川宏达股份有限公司

地址 618400 四川省德阳市什邡市洛水镇

(72) 发明人 王大为 杨守明 鲜云芳 王德昆

张勇 杨健 胡伟 程海中

范享亮 代应洪

(74) 专利代理机构 四川力久律师事务所 51221

代理人 刘雪莲 王芸

(51) Int. Cl.

C01B 25/28(2006. 01)

C05B 7/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1160675 A, 1997. 10. 01, 说明书第 1 页第 2 段, 第 2 页第 2 段.

CN 1305945 A, 2001. 08. 01, 全文.

刘安强. 用改进湿法磷酸工艺萃取酸生产固体磷酸一铵. 《湖北化工》. 1990, (第 3 期), 第 40-44 页.

吴子雄. 用湿法磷酸生产高纯度磷酸一铵的

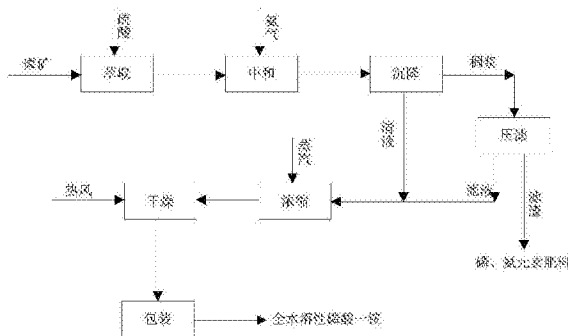
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

湿法磷酸生产全水溶磷酸一铵的方法

(57) 摘要

本发明是涉及磷化工领域, 具体涉及一种全水溶磷酸一铵生产装置, 主要由中和系统, 固液分离系统, 浓缩系统, 干燥系统, 成品收集系统和尾气处理系统组成. 采用本发明高浓度全水溶磷酸一铵装置, 生产全水溶磷酸一铵, 具有生产能力高, 能耗低的优点. 无需结晶、过滤工序, 且尾气粉尘对环境的影响极小, 具有很好的经济效益.



1. 一种湿法磷酸生产全水溶性磷酸一铵的方法,包括如下步骤:将湿法磷酸与氨气中和反应,将中和料浆进行固液分离,除去固相渣,收集滤液并浓缩,将浓缩后的磷酸一铵料浆干燥得到全水溶性磷酸一铵;

所述湿法磷酸是硫酸法湿法磷酸;

所述湿法磷酸,满足以下技术指标: P_2O_5 浓度 15 ~ 30 重量%, SO_3 浓度 0.5-1 重量%, F 浓度 0.5-2 重量%;

所述湿法磷酸与氨气中和反应,反应终点料浆 pH=3.5-5.0;

所述液固分离是沉降分离、过滤分离、压滤分离或其结合。

2. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于,所述压滤分离使用压滤机进行分离,所述压滤机为全自动立式压滤机或隔膜压滤机。

3. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于,所述固相渣水含量为 15-40 重量%,将此固相渣用于生产磷氮元素化肥。

4. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于,滤液浓缩后的密度为 $1.36 \sim 1.45g/cm^3$ 。

5. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于,全水溶性磷酸一铵料浆干燥方式为喷雾干燥。

6. 根据权利要求 1 所述方法,其特征在于,干燥过程产生的尾气采用布袋收尘器处理。

湿法磷酸生产全水溶磷酸一铵的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种磷化肥生产领域,特别涉及一种湿法磷酸生产全水溶磷酸一铵的方法。

背景技术

[0002] 当前我国磷化工行业肥料传统产业产能严重过剩,结构不合理,提升产品技术含量和产品价值,是磷化工产业结构调整的方向。同时,水肥一体化技术已被公认为世界上提高水肥资源利用率的最佳技术。与传统施肥相比,水肥一体化技术省水、省肥、省工、高效、增产。而作为水肥一体化技术的重要配套产品,全水溶性磷酸一铵肥料迎来发展良机。全水溶性磷酸一铵既可直接作为肥料使用,也可作为滴灌肥的原料,市场需求十分广阔。同时,纯度在 65%~72% 的全水溶性磷酸一铵在阻燃级市场也有广阔的应用空间,可作为生产消防灭火器干粉的原料。

[0003] 现全水溶性磷酸一铵生产主要以热法磷酸及湿法磷酸净化为原料进行生产。但热法磷酸受资源、环境、能源等因素的制约,能耗高,成本高;湿法磷酸净化主要采用有机溶剂萃取法、离子交换法、离子交换法及电渗析法,磷酸浓缩结晶法或复盐结晶法,化学沉淀法,但由于磷收率及能耗等影响,生产成本低。

[0004] 目前生产水溶性磷酸一铵的一般方法为:利用磷矿与硫酸反应制得湿法磷酸,湿法磷酸经脱硫后与氨进行中和反应生成磷酸一铵料浆,经过滤(或压滤)除去部分铁、铝、镁、氟等杂质后浓缩到一定比重,再进行冷却结晶、分离、干燥制得工业级磷酸一铵。该方法主要存在以下缺陷:①工艺流程长,有冷却结晶过程,热损失高,平均每吨产品蒸汽消耗量 4.6 吨。②由于结晶分离后,有大量的结晶母液产生,生产效率低,原料消耗量高,吨产品电耗 500kw·h 左右。③生产过程中产生大量的滤渣和母液处理工序复杂,对环境污染较大,产品附加值低。④工人劳动强度相对较大。⑤设备生产能力容易达到瓶颈,规模小,不能满足市场需求。⑥不利于规模化生产,难以降低成本,因而采用上述方法生产的水溶性磷酸一铵价格通常较高,不利于滴灌施肥的推广。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术中水溶性磷酸一铵生产成本低,不利于滴灌施肥推广的不足,提供一种湿法磷酸生产全水溶性磷酸一铵的方法。

[0006] 为了实现上述发明目的,本发明提供了以下技术方案:

[0007] 一种湿法磷酸生产全水溶性磷酸一铵的方法,包括如下步骤:将湿法磷酸与氨气中和反应,将中和料浆进行固液分离,除去固相渣(也可称为滤渣),收集滤液并浓缩,将浓缩后的磷酸一铵料浆干燥得到全水溶性磷酸一铵。通过该方法制备得到的磷酸一铵复合肥为全水溶性磷酸一铵,能够适用于滴灌施肥,而且生产过程中不包含冷却结晶、结晶分离工艺,生产成本低,有利于全水溶性滴灌磷酸一铵的推广应用。

[0008] 进一步,所述湿法磷酸是硫酸法湿法磷酸。将磷矿浆与硫酸萃取反应制备得到的

湿法磷酸,为硫酸法湿法磷酸。使用硫酸法湿法磷酸,磷矿石分解后的产物磷酸为液相,副产物硫酸钙是溶解度很小的固相。磷酸通入氨气中和反应后,磷酸一铵为水溶性成分,含钙、铁、铝、镁、氟、硅等杂质为微溶成分,固液分离(沉降、过滤、压滤或其结合)能够使其很好的分离开来,滤液为水溶性磷酸一铵溶液,浓缩干燥后得到全水溶性磷酸一铵。

[0009] 现有工艺中通常认为水溶性滴灌级化肥应当是由结晶工艺纯化得到高纯度化肥,然而结晶工艺本身存在着能耗高,反应时间长的不足。本发明将现有工艺中冷却结晶、分离结晶的工艺步骤,转换为直接浓缩干燥,简化了工艺步骤,节约了成本。且得到的磷酸一铵具有非常好的水溶性,能够很好的应用于滴灌工艺。为滴灌级化肥生产提出了一种全新解决方案,降低了滴灌级化肥的生产成本,对于推广滴灌施肥具体重大意义。

[0010] 进一步,所述湿法磷酸,满足以下技术指标: P_2O_5 浓度 15 ~ 30 重量%, SO_3 浓度 0.5-1 重量%,F 浓度 0.5-2 重量%。

[0011] 硫酸法湿法磷酸,磷矿浆和硫酸萃取反应制湿法磷酸,使制得的湿法磷酸满足以下技术指标: P_2O_5 浓度 15 ~ 30 重量%, SO_3 浓度 0.5-1 重量%,F 浓度 0.5-2 重量%。使 SO_3 浓度保持在较低值,能够保证产品 SO_3 含量控制在更低的范围内,更少的 SO_3 浓度意味着更低的硫酸根离子浓度,保证产品的质量。

[0012] 进一步,所述湿法磷酸与气氨中和反应,反应终点料浆pH=3.5-5.0。溶液中和反应使pH=3.5-5.0,溶液中磷酸与氨气中和反应完全转化为磷酸一铵,同时磷酸中铁、镁、铝杂质进入到固相成份中,有利于磷酸一铵在固液分离中得到净化,最终磷酸一铵中水不溶物含量少,产品品质提升。

[0013] 进一步,所述液固分离是沉降分离、过滤分离、压滤分离或其结合。优先固液分离方法为:先沉降分离,再对沉降分离得到的稠浆压滤处理。

[0014] 进一步,所述压滤分离使用全自动立式压滤机或隔膜压滤机进行压滤。全自动压滤机自动化程度高,压滤过程稳定性好,可以有效保证各批次压滤的液固分离比稳定,减少工人的劳动强度,减少因人工原因造成的产品质量波动。隔膜式压滤机在单位面积处理能力、降低滤饼水分、对处理物料的性质具有极强的适应能力。所以可以选用全自动立式压滤机或隔膜压滤机。

[0015] 进一步,所述固相渣水含量为 15-40 重量%,将此固相渣用于生产磷氮元素化肥。固液分离得到的固相渣中含有磷酸一铵,固相渣可以干燥后用作普通的磷氮元素化肥。

[0016] 进一步,步骤(3)滤液浓缩为密度 1.36 ~ 1.45g/cm³的全水溶性磷酸一铵料浆。浓缩至 1.36 ~ 1.45g/cm³的全水溶性磷酸一铵料浆,在此浓度下,料浆的黏度已经较大,不宜继续浓缩。如果继续浓缩则滤液流动性变得极差,转移过程会变得极为困难。如果浓缩过程不达到此浓度范围,则滤液中水分含量过大,干燥耗能增加。综合,浓缩过程和干燥过程的能耗比例,取舍后,选择料浆浓缩至 1.36 ~ 1.45g/cm³时,就应当转入干燥流程了。

[0017] 进一步,全水溶性磷酸一铵料浆干燥方式为喷雾干燥,优先压力式喷雾干燥。压力式喷雾干燥能力大,干燥程度好,且对于浓度 1.36 ~ 1.45g/cm³的磷酸一铵料浆干燥过程能耗比例最优。

[0018] 进一步,干燥过程产生的尾气采用布袋收尘器处理。布袋收尘器处理尾气收尘效率高,取代传统沉降室沉降粉尘方式,减轻了人工清理沉降室劳动强度,既回收了产品,又解决了尾气粉尘对环境的污染。

[0019] 本发明将磷矿石分解后的产物湿法磷酸通入氨气中和反应后,生成的磷酸一铵为水溶性成分,而少量的钙铁、铝、镁、氟、硅等杂质为微溶成分,沉降或分解。在过滤分离后,杂质被很好的分离开来,滤液为全水溶性磷酸一铵溶液,浓缩干燥后直接得到全水溶性磷酸一铵。免去了传统工艺中,水溶性磷酸一铵生产过程中的冷却结晶、结晶分离,简化了工艺,节约成本。且最后得到的磷酸一铵依然保持非常好的水溶性,能够很好的应用于滴灌工艺。

[0020] 与现有技术相比,本发明的有益效果:本技术主要优点在于节能降耗,采用湿法磷酸生产的磷酸一铵清液进行高效沉降、压滤、浓缩,喷雾干燥直接制得高纯度高水溶率磷酸一铵产品,磷矿资源范围广(适用中低品位磷矿),产品质量好,产品纯度高,水溶率达99%以上,产品磷收率高,打破了湿法磷酸生产高纯度高水溶率磷酸一铵产品传统的生产方式,即磷酸铵料浆过滤,滤液浓缩、结晶、过滤以及振动流化床干燥工艺路线,装置能力得到有效提升,电耗、热能消耗大大低于传统高纯度高水溶率磷酸一铵产品指标,电耗、热能为传统方式的50%,同时,工艺特性能实现大规模产业化生产,人力等成本将大幅降低。同热法磷酸及传统湿法磷酸净化生产高浓度磷酸一铵能耗及产能相比,具有非常大的优势。本技术的成功对发展全水溶性磷酸一铵具有重大的推动作用,对行业发展具有深远意义。

附图说明:

[0021] 图1-本发明的一个实施例的流程示意图。

具体实施方式

[0022] 本发明中的部分技术术语解释如下:湿法磷酸,是指湿法生产磷酸,是用无机酸分解磷矿粉,分离出粗磷酸,再经净化后制得磷酸产品。湿法磷酸工艺按其所用无机酸的不同可分为硫酸法、硝酸法、盐酸法等。本发明中未特别说明的百分比均为重量百分比。

[0023] 下面结合试验例及具体实施方式对本发明作进一步的详细描述。但不应将此理解为本发明上述主题的范围仅限于以下的实施例,凡基于本发明内容所实现的技术均属于本发明的范围。

[0024] 实施例1

[0025] 如图1所示工艺流程,磷矿浆和硫酸萃取制取湿法磷酸,所得脱硫磷酸主要技术指标为: P_2O_5 浓度18.5%, SO_3 浓度0.65%,F浓度1.5%。将所得到的脱硫磷酸在氨中和反应器内与气氨进行中和反应,反应完成后中和料浆终点 $PH=4.0$,压滤机对中和料浆进行液固分离,得到固相渣和滤液,固相渣水含量为15-40%,固相渣(滤渣)用于普通磷氮元素肥料生产。对中和料浆压滤的滤液进行浓缩,浓缩为密度 $1.42/cm^3$ 的全水溶性磷酸一铵一铵料浆。将浓缩后的全水溶性磷酸一铵一铵料浆进行压力式喷雾干燥生成全水溶磷酸一铵。所得磷酸一铵主要技术指标如下:氮(NH_4)12.1%,五氧化二磷(P_2O_5)55.8%, $PH=4.0$ (1%水溶液),水不溶物0.22%。

[0026] 实施例2

[0027] 如图2所示工艺流程,磷矿浆和硫酸萃取制取湿法磷酸,所得脱硫磷酸主要技术指标为: P_2O_5 浓度21.2%, SO_3 浓度0.7%,F浓度1.7%。将所得到的脱硫磷酸在氨中和反应器内与气氨进行中和反应,反应完成后中和料浆终点 $PH=4.2$ 。采用先沉降分离,后压滤处理的

方法进行固液分离,得到固相渣和滤液,固相渣水含量为 15-40%,固相渣用于普通磷氮元素肥料生产。对中和料浆压滤的滤液进行浓缩,浓缩为密度 $1.43\text{g}/\text{cm}^3$ 的全水溶性磷酸一铵一铵料浆。将浓缩后的全水溶性磷酸一铵一铵料浆进行压力式喷雾、沸腾床沸腾干燥生成全水溶磷酸一铵。所得磷酸一铵主要技术指标如下:氮(NH_4)12.5%,五氧化二磷(P_2O_5)55.3%, $\text{PH}=4.2$ (1%水溶液),水不溶物 0.27%。

[0028] 实施例 3

[0029] 如图 2 所示工艺流程,磷矿浆和硫酸萃取制取湿法磷酸,所得脱硫磷酸主要技术指标为: P_2O_5 浓度 25.5%, SO_3 浓度 0.8%,F 浓度 1.85%。将所得到的脱硫磷酸在氨中和反应器内与气氨进行中和反应,反应完成后中和料浆终点 $\text{PH}=3.8$ 。采用先沉降分离,后压滤处理的方法进行固液分离,得到固相渣和滤液,固相渣水含量为 15-40%,固相渣用于普通磷氮元素肥料生产。对中和料浆压滤的滤液进行浓缩,浓缩为密度 $1.39\text{g}/\text{cm}^3$ 的全水溶性磷酸一铵一铵料浆。将浓缩后的全水溶性磷酸一铵一铵料浆进行压力式喷雾、沸腾床沸腾干燥生成全水溶磷酸一铵。所得磷酸一铵主要技术指标如下:氮(NH_4)11.9%,五氧化二磷(P_2O_5)56.2%, $\text{PH}=3.8$ (1%水溶液),水不溶物 0.27%。

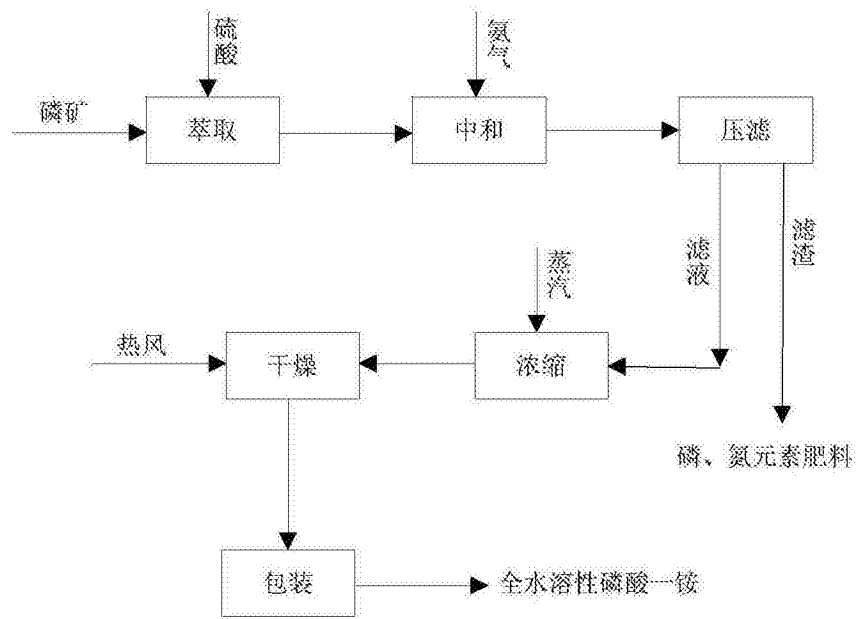


图 1

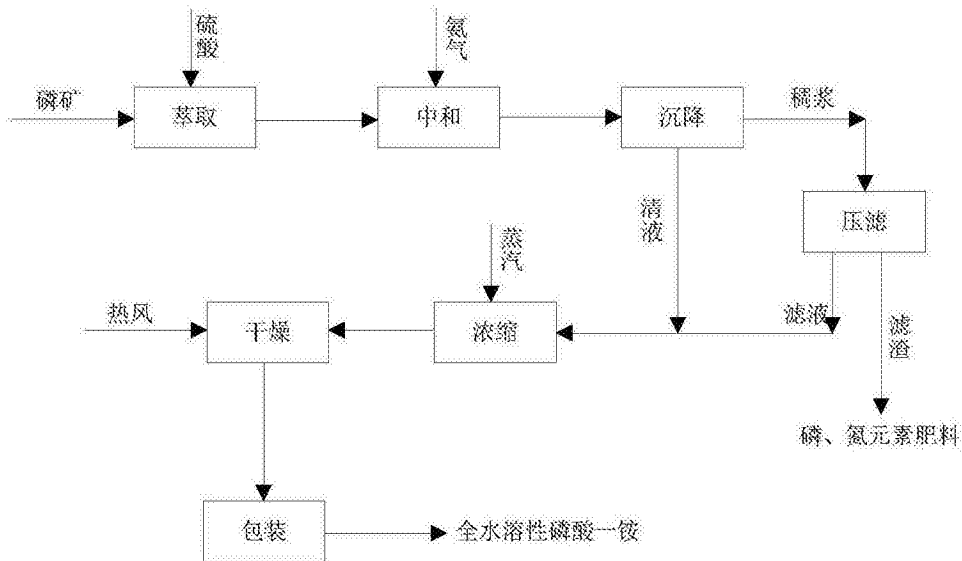


图 2