



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103803517 B

(45) 授权公告日 2015. 11. 18

(21) 申请号 201410069087. 8

CN 1792776 A, 2006. 06. 28,

(22) 申请日 2014. 02. 27

CN 85107206 A, 1986. 03. 10,

(73) 专利权人 龚家竹

审查员 程可可

地址 610041 四川省成都市高新区锦尚西二路 89 号 14 栋 2 单元 1302 号

(72) 发明人 龚家竹

(74) 专利代理机构 北京天奇智新知识产权代理有限公司 11340

代理人 杨春

(51) Int. Cl.

C01B 25/225(2006. 01)

C01F 11/46(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 103213964 A, 2013. 07. 24,

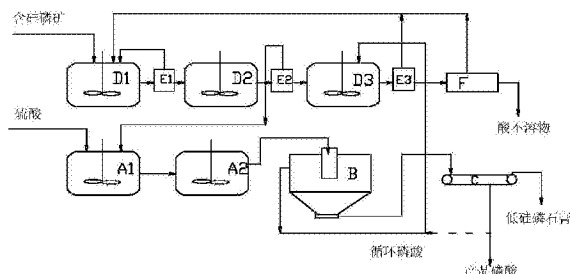
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,由含高硅磷矿粉进入1级以上逆流分解反应槽进行1级以上逆流分解反应及稠厚,所述逆流分解反应槽由分解反应槽和稠厚分级器组成;经逆流分解反应及稠厚后的物料一部分进入沉淀结晶槽与硫酸进行沉淀结晶反应后制取磷酸和低硅磷石膏,另一部分进入固液分离机进行固液分离,再一部分返回第一级分解反应槽与高硅磷矿粉进行反应。解决了生产湿法磷酸时副产磷石膏中硅含量太高的难题,提高了副产磷石膏的产品质量,且降低了磷石膏中硅含量,消除了因硅含量对磷石膏开发应用的影响因素,为全方位的利用磷石膏打下了坚实的资源基础,增加了生产者的经济效益,消除了磷石膏堆放处理的环保难题。



1. 一种高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,包括以下步骤:

含高硅磷矿粉进入 1 级以上逆流分解反应槽进行 1 级以上逆流分解反应及稠厚,所述逆流分解反应槽由分解反应槽和稠厚分级器组成;

经逆流分解反应及稠厚后的物料一部分进入沉淀结晶槽 A1 与硫酸进行沉淀结晶反应后制取磷酸和低硅磷石膏,另一部分进入固液分离机进行固液分离,再一部分返回第一级分解反应槽与高硅磷矿粉进行反应;

所述 1 级以上逆流分解反应及稠厚步骤为:

高硅磷矿粉进入分解反应槽 D1 进行第一次分解反应,反应后的反应产物进入连续沉降稠厚分级器 E1 进行第一次稠厚得第一次稠厚重相和第一次稠厚轻相,第一次稠厚轻相进入分解反应槽 D2 进行第二次分解反应,经过第二次分解反应后的反应产物进入稠厚分级器 E2 进行第二次稠厚得第二次稠厚重相和第二次稠厚轻相,第二次稠厚重相进入分解反应槽 D3 进行第三次分解反应,经过第三次分解反应的反应产物进入稠厚分级器 E3 进行第三次稠厚得第三次稠厚重相和第三次稠厚轻相,第三次稠厚重相进入固液分离机进行固液分离。

2. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述第一次稠厚重相返回分解反应槽 D1 继续反应,第二次稠厚轻相送入沉淀结晶槽 A1 与硫酸进行沉淀结晶反应,第三次稠厚后的第三次稠厚轻相返回分解反应槽 D1 继续反应。

3. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述第一次稠厚重相:第一次稠厚轻相重量比为 1:10-40;第二次稠厚重相:第二次稠厚轻相重量比为 1:20-50;第三次稠厚重相:第三次稠厚轻相重量比为 1:15-40。

4. 根据权利要求 3 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述第一次稠厚重相:第一次稠厚轻相重量比为 1:20-30;第二次稠厚重相:第二次稠厚轻相重量比为 1:30-40;第三次稠厚重相:第三次稠厚轻相重量比为 1:20-30。

5. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述沉淀结晶反应温度为 30-85℃;所述逆流分解反应每级反应温度为 15-50℃,停留时间为 15-60 分钟。

6. 根据权利要求 5 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述沉淀结晶反应温度为 50-70℃;所述逆流分解反应每级反应温度 25-45℃,停留时间为 25-45 分钟。

7. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:经过沉淀结晶反应后的反应产物进入一级以上沉淀结晶槽继续结晶,继续结晶后的结晶物进入增浓器 B 进行沉淀物体增浓后的稠浆进入过滤机 C 进行过滤后得滤饼和滤液,滤饼洗涤后得所述低硅磷石膏,滤液得所述磷酸。

8. 根据权利要求 7 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述磷酸其中的一部分循环回增浓器 B 进行沉淀物体增浓和 / 或循环回最后一级逆流分解反应槽中的分解反应槽进行逆流分解反应。

9. 根据权利要求 8 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:所述循环磷酸与高硅磷矿的重量比按 P_2O_5 计为 7-15:1。

10. 根据权利要求 9 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在于:

所述循环磷酸与高硅磷矿的重量比按 P_2O_5 计为 9-11:1。

11. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在於:所述固液分离机为真空过滤机、离心机或压滤机;所述高硅磷矿粉的细度为过 100 目标准筛 85%。

12. 根据权利要求 11 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在於:所述高硅磷矿粉的细度为过 100 目标准筛 95%。

13. 根据权利要求 1 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在於:所述磷酸以 P_2O_5 计浓度为 16-30%,百分比为重量百分比。

14. 根据权利要求 13 所述的高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,其特征在於:所述磷酸以 P_2O_5 计浓度为 22-28%,百分比为重量百分比。

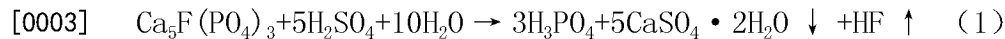
高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种生产湿法磷酸副产磷石膏的方法,特别涉及一种高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法。

背景技术

[0002] 湿法磷酸生产时,磷矿与硫酸进行复分解反应得到磷酸溶液,其磷矿中的钙离子与硫酸根离子结晶沉淀出石膏硫酸钙,因其硫酸钙来自磷化工生产,习惯上称之磷石膏。其主要生产化学反应原理如下:



[0004] 其从磷矿中带来的一些杂质如铁、铝、镁也一并参与反应,大部分生成磷酸盐留在磷酸溶液中,而以惰性硅为主的酸不溶杂质因不能被硫酸分解,大部分留在反应结晶沉淀的磷石膏固相中。生产一吨磷酸($\text{P}_2\text{O}_5\%$)要产生 5-6 吨固体磷石膏。2012 年我国湿法磷酸生产约 1500 万吨($\text{P}_2\text{O}_5\%$),所产固体磷石膏 9000 多万吨。因作为资源再用技术和磷石膏本身的价值局限,目前几乎是按固体废物堆存处理。磷石膏的大量堆放需要大笔的资金建造堆场和占用土地,以堆高 40 米计算,每年要占用土地 2500 亩,耗去人民币 150 亿元。由于磷石膏经雨水长期浸泡,其中的可溶性磷、氟等以水体为媒介向环境传递,引起土壤、水系、大气的污染,已频见媒体曝光。

[0005] 而石膏作为建筑胶泥材料用量大,不仅可作为石膏板、石膏砌块、石膏腻子等建筑材料,也可用于水泥和石灰材料的生产。鉴于磷石膏中蕴含的钙、硫两元素的资源特性,元素钙资源消耗量最大的是水泥,元素硫资源消耗量最大的是产生磷石膏的湿法磷酸生产的磷肥工业,其占硫资源用量的 70%。因磷石膏的产生往往是在远离建筑石膏市场的磷矿产区和磷酸生产工厂,按资源利用最大化的循环经济发展原则,磷石膏用于生产水泥和硫酸,是目前钙、硫资源化的最有效和有利的解决途径。正如本发明人申请的专利“一种石膏生产水泥联产硫酸的生产方法”,专利公开号 CN201310437466.3 那样,可以取得显著的经济效益和社会效益。但是,磷石膏与天然石膏或其它工业副产石膏比较,因磷矿中所含的硅元素,特别是高硅磷矿(如表一所示),将无法很好的按此发展需要进行资源再用,尤其用在水泥和石灰产品的生产中,无法满足生产技术所需原料规格,生产产品也无法达到其质量要求。

[0006] 表一高硅磷矿组成表

[0007]

P_2O_5	CaO	MgO	A. I	Fe_2O_3	Al_2O_3	灼失	水份
26.20	36.24	0.87	27.58	2.01	1.74	2.69	2.88
26.18	37.58	0.54	27.17	1.53	0.43	1.76	2.06
平均	36.91	0.70	27.38	1.74	1.08	2.25	2.47

[0008] 表一中,A. I 为酸不容物,以二氧化硅为主。

[0009] 表一所示磷矿中的酸不溶物(A·I)主要由总硅(TSiO_2)含量和少部分其它物质构成,其数值一般比 TSiO_2 高 0.5% ~ 1.5%。总硅(TSiO_2)含量在矿物中是活性硅(ASiO_2)与惰

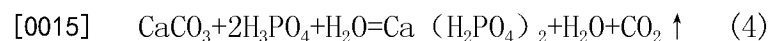
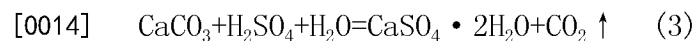
性硅(ISiO_2)量之和,高硅磷矿中惰性硅要占 90%,甚至更高。国内使用的三分之一商品磷矿中总硅(TSiO_2)含量一般在 12.0%~25.0%,个别高达 30%以上。按表一中的磷矿原料生产湿法磷酸,其中的氟磷酸钙($\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$)中的钙按反应式(1)生成硫酸钙石膏,而酸不溶物($\text{A}\cdot\text{I}$)留在石膏中,所产生的磷石膏中硅含量(SiO_2)高达 19.5%的含量,氧化钙(CaO)含量仅有 26%。若将此磷石膏用于还原分解煅烧生产水泥联产硫酸的循环经济工艺,硅含量太高无法达到需要的钙硅比($\text{SiO}_2 \leq 8\%$, $\text{CaO} \geq 29\%$)的要求,做不出合格的水泥产品。若将直接还原分解生产石灰(CaO)和联产硫酸,同样石灰质量低下,产品中氧化钙含量连 60%都达不到;还因硅的存在,氧化钙且是以硅酸一钙和硅酸二钙等不确定的化合物形式存在,正如黄磷生产的水淬渣一样,其产品价值与使用性能比石灰低得多,能源利用不划算。所以要除去因高硅磷矿带来的磷石膏中的硅,目前有两种方法:一是在生产磷酸之前,进行磷矿选矿除去硅,这样不仅增加选矿的成本,而技术难度大,通常的选矿仅能除去磷矿中的铁、铝、镁杂质;二是在生产磷酸之后,对含硅磷石膏进行脱硅处理,如专利公开号 CN102500469A“一种磷石膏反浮选脱硅除杂质工艺”。采用加入浮选剂进行浮选的工艺,因磷石膏(主要以 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计)的比重为 2.32,其中的硅(主要以 SiO_2 计)的比重 2.60 十分接近,加上细度差异小,靠密度差异分离十分困难。该工艺浮选生产成本不仅高,而且每吨磷石膏需要 1-15 公斤调整剂和 1-19 公斤捕收剂的药剂费用,且其结果如专利说明书所述,其酸不溶物含量仍然在 8%以上。

[0010] 所以,因使用高硅磷矿生产磷酸副产的磷石膏中硅含量太高,而与此对应的钙含量则低,专业上的术语是“钙饱和度不够”,其结论是不能用于生产水泥和联产硫酸的原料,加上作为石灰生产氧化钙也达不到 60%,其钙元素不是以氧化钙形式单独存在,而是以硅化合物硅酸一钙和硅酸二钙的形式存在。故磷石膏本身处理就比较难,高硅磷石膏则更难作为资源利用,只能占用土地进行堆存处理。

[0011] 本发明人曾在专利 ZL90105831.9“重力浮选脱氟生产饲料级磷酸钙”中,利用磷酸中第一氢离子的较强化学能溶解沉淀磷酸氢钙的原理,将已随同含氟杂质共沉淀的磷酸氢钙溶解,回收不得已而损失的磷,大幅度提高饲料级磷酸氢钙的收率,其发明技术作为今天中国饲料磷酸盐生产脱氟工艺的主要生产方法。其原理如下:



[0013] 继后又在专利 ZL94111777.6“硫酸法制取萃取磷酸及含磷溶液的方法”和专利 ZL94111777.4“一种盐酸法制取磷酸氢钙的方法”中,其发明技术同样利用磷酸中游离硫酸和磷酸中的第一氢离子化学能,对磷矿进行预处理,降低了饲料磷酸盐生产或磷化工生产中的硫酸消耗和石灰用量,同样成为现有中国饲料磷酸盐生产磷酸时的主要方法,创造了巨大的经济效益和社会效益。其原理如下:



[0016] 用湿法萃取磷酸预处理磷矿,湿法磷酸中含有的 2-4% 游离硫酸与磷矿中的碳酸盐按反应式(3)进行反应,生成石膏与未参与反应的矿一道进入磷酸萃取反应中,脱除了磷酸中的游离硫酸,减少了磷酸生产中的硫酸耗量,节约了后续工艺的石灰用量;磷矿中的碳酸盐与磷酸按反应式(4)反应生成水溶性磷酸二氢钙,利用了磷矿中的钙离子,同样减少了后续工艺的石灰用量。

[0017] 名词术语解释

[0018] 逆流分解反应槽 - 本发明中,逆流分解反应槽由分解反应槽和稠厚分级器组成。

[0019] 稠厚分级器 - 本发明中,稠厚分级器是指含有不同颗粒粒度的固体悬浮料液,在外力(如重力或离心力或惯性力)的作用下,将料液中颗粒固体的浓度进行增浓(稠厚)的分离分级设备。

[0020] % - 本发明中,如无特别说明,%均为质量百分比。

发明内容

[0021] 为了克服高硅磷矿生产湿法磷酸所副产磷石膏中硅含量太高,不能将其作为资源利用或利用范围较小的缺点,本发明的目的就在于提供一种高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,该高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法用磷酸分解磷矿,除去磷矿中的硅化合物后,再用硫酸沉淀磷酸分解磷矿中产生出来的钙离子化合物,降低了磷石膏中的硅含量,既不采用湿法磷酸生产前高代价的高硅磷矿的选矿除硅方法,也不采用湿法磷酸生产后对磷石膏进行药剂浮选分离除硅的方法,大大简化了除硅工艺,达到了节约了能源、减少投资,降低生产成本,提高生产能力,增加生产者的经济效益的目的,消除了高硅磷石膏不能作为资源利用环保难题。

[0022] 本发明的技术方案是:一种高硅磷矿生产磷酸副产低硅磷石膏的方法,包括以下步骤:

[0023] 含高硅磷矿粉进入 1 级以上逆流分解反应槽进行 1 级以上逆流分解反应及稠厚,所述逆流分解反应槽由分解反应槽和稠厚分级器组成;

[0024] 经逆流分解反应及稠厚后的物料一部分进入沉淀结晶槽 A1 与硫酸进行沉淀结晶反应后制取磷酸和低硅磷石膏,另一部分进入固液分离机进行固液分离,再一部分返回第一级分解反应槽与高硅磷矿粉进行反应。

[0025] 作为优选,所述 1 级以上逆流分解反应及稠厚步骤为:

[0026] 高硅磷矿粉进入分解反应槽 D1 进行第一次分解反应,反应后的反应产物进入连续沉降稠厚分级器 E1 进行第一次稠厚得第一次稠厚重相和第一次稠厚轻相,第一次稠厚轻相进入分解反应槽 D2 进行第二次分解反应,经过第二次分解反应后的反应产物进入稠厚分级器 E2 进行第二次稠厚得第二次稠厚重相和第二次稠厚轻相,第二次稠厚重相进入分解反应槽 D3 进行第三次分解反应,经过第三次分解反应的反应产物进入稠厚分级器 E3 进行第三次稠厚得第三次稠厚重相和第三次稠厚轻相,第三次稠厚重相进入固液分离机进行固液分离。

[0027] 作为优选,所述第一次稠厚重相返回分解反应槽 D1 继续反应,第二次稠厚轻相送入沉淀结晶槽 A1 与硫酸进行沉淀结晶反应,第三次稠厚后的第三次稠厚轻相返回分解反应槽 D1 继续反应。

[0028] 作为优选,所述第一次稠厚重相:第一次稠厚轻相重量比为 1:10-40,优选为 1:20-30;第二次稠厚重相:第二次稠厚轻相重量比为 1:20-50,优选为 1:30-40;第三次稠厚重相:第三次稠厚轻相重量比为 1:15-40,优选为 1:20-30。

[0029] 作为优选,所述沉淀结晶反应温度为 30-85℃,优选为 50-70℃;所述逆流分解反应每级反应温度为 15-50℃,优选为 25-45℃,停留时间为 15-60 分钟,优选为 25-45 分钟。

[0030] 作为优选,经过沉淀结晶反应后的反应产物进入一级以上沉淀结晶槽继续结晶,继续结晶后的结晶物进入增浓器 B 进行沉淀物体增浓后的稠浆进入过滤机 C 进行过滤后得滤饼和滤液,滤饼洗涤后得所述低硅磷石膏,滤液得所述磷酸。

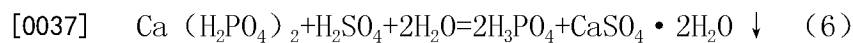
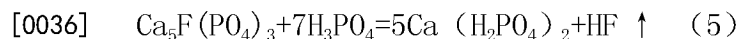
[0031] 作为优选,所述磷酸其中的一部分循环回增浓器 B 进行沉淀物体增浓和 / 或循环回最后一级逆流分解反应槽中的分解反应槽进行逆流分解反应。

[0032] 作为优选,所述循环磷酸与高硅磷矿的重量比按 P_2O_5 计为 15-7:1, 优选为 9-11:1。

[0033] 作为优选,所述固液分离机为真空过滤机、离心机或压滤机;所述高硅磷矿粉的细度为过 100 目标标准筛 85%, 优选为 95%。

[0034] 作为优选,所述磷酸以 P_2O_5 计浓度为 16-30%, 优选为 22-28%, 百分比为重量百分比。

[0035] 本发明的反应原理为:



[0038] 在化学反应式(5)中,利用湿法磷酸(H_3PO_4)中的第一个氢离子的化学能,将磷矿中的氟磷酸三钙($Ca_5F(PO_4)_3$)溶解为可溶性的磷酸二氢钙($Ca(H_2PO_4)_2$)留在酸溶液中,溶液中的未溶解固体物即为磷矿中的酸不溶物(A·I),经过固液分离从含磷酸盐的磷酸中分离掉;分离后的含磷酸盐的磷酸按化学反应式(6)再与硫酸反应结晶沉淀出硫酸钙,再经过过滤的固液分离,得到固体磷石膏和磷酸溶液;磷酸大部分循环回去分解磷矿,一部分作为本工艺产品送去加工成磷酸盐或磷肥。

[0039] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0040] 本发明保护的磷矿生产湿法磷酸副产低硅磷石膏的生产方法,解决了含硅磷矿和高硅磷矿生产湿法磷酸时,副产磷石膏中硅含量太高,难于全面利用的问题。且不仅提高了副产磷石膏的产品质量,而由于降低了磷石膏中硅含量的影响因素,为全方位的利用磷石膏打下了坚实的资源基础,增加了生产者的经济效益,消除了磷石膏堆放处理的环保难题。

[0041] 本发明由于将磷矿分解与硫酸钙结晶沉淀化学反应工序分开,使生产按反应式(5)与(6)分别进行,在生产中将磷矿中的硅除去,无需进行磷矿的选矿工艺除硅,也无需将生产获得的高硅含量的磷石膏再进行浮选药剂脱硅;利用现有湿法磷酸的生产原理及生产原料,在生产磷酸的同时,副产低硅磷石膏的工艺特点,解决了高硅磷矿不能生产低硅磷石膏的难题,为高硅磷矿化工企业生产磷酸副产的磷石膏,找到了难于资源利用的途径和解决办法。省掉了高硅磷石膏资源利用处理的选矿和磷石膏药剂选硅工艺,节约了药剂费用和加工成本,达到了节约能源,减少投资,增加生产者的经济效益,消除了磷石膏堆放处理的环保难题。

[0042] 本发明由于采用磷酸分解磷矿,获得含磷酸盐的磷酸溶液,将磷矿中的以硅化物形式存在酸不溶物分离出去,再用硫酸沉淀结晶出硫酸钙的方法,成功的在工艺生产中将酸不溶物和固体硫酸钙分开,使其硫酸钙中硅含量降低。利用磷酸分解磷矿并在工艺生产中循环作用,将硅化合物除去的方法,生产简单,提高了磷石膏的质量,磷石膏中的硅含量可根据其下游加工用途任意控制,十分利于磷石膏的资源利用。同时大幅度提高磷石膏的质量,可将磷石膏的主要成份硫酸钙提高到 95% 以上,用于生产其它胶凝材料如石膏板、石膏砌块、石膏腻子等建筑材料产品的性能更优异。达到了节约能源、降低生产成本,提高生

产效率,减少投资,增加生产者的经济效益的目的,并消除了磷石膏堆放处理的环保难题。因此,本发明不但可将高硅磷矿生产湿法磷酸不得以产生的高硅磷石膏,在生产工艺中将硅为主的酸不溶物与磷石膏分开,得到可全资源利用的高品质低硅磷石膏;磷石膏更容易作为一个钙、硫资源使用,而且具有加工成本费用低、经济和社会效益十分显著等优点。

附图说明

[0043] 图 1 为本发明背景技术生产湿法磷酸副产高硅磷石膏工艺流程示意图;

[0044] 图 2 为本发明的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0045] 下面将结合附图和优选实施例对本发明作进一步说明。

[0046] 实施例 1

[0047] 如图 2 所示,将经过磨细后的高硅磷矿粉(主要化学成分组成见表一),以每小时投入量 26717 公斤投入分解反应槽 D1 中,与从稠厚分级器 E3 和固液分离机 F 中循环返回的液体每小时 247770 公斤进行分解反应,反应物料停留时间 20 分钟,反应温度 45℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级器 E1 进行稠厚,3/4 的稠厚轻相进入分解反应槽 D2,1/4 的稠厚重相返回分解反应槽 D1 继续与循环返回液体反应。进入分解反应槽 D2 的物料继续进行分解反应,停留时间 20 分钟,反应温度 40℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级器 E2 进行稠厚,3/4 的稠厚轻相送入沉淀结晶槽 A1,1/4 的稠厚重相进入分解反应槽 D3。进入分解反应槽 D3 的物料与从增浓器 B 和过滤机 C 循环返回的磷酸继续进行分解反应,停留时间 20 分钟,反应温度 35℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级器 E3 进行稠厚,9/10 的稠厚轻相送入分解反应槽 D1,1/10 的稠厚重相进入压滤机 F 进行分离,并用 9800 公斤水洗涤,得到每小时 9026 公斤的酸不溶物(主要化学成分组成:游离水 10%,72.36%SiO₂,5.91%P₂O₅,2.88%CaSO₄·2H₂O);滤液、洗液并入稠厚轻相返回分解反应槽 D1 继续逆流分解磷矿。进入沉淀结晶槽 A1 的物料每小时 274487 公斤与每小时 17602 公斤硫酸(硫酸浓度:98%H₂SO₄)进行沉淀结晶反应,温度为 55℃,反应时间 25 分钟;再进入沉淀结晶槽 A2 继续结晶,温度为 50℃,停留时间 25 分钟。从沉淀结晶槽 A2 结晶反应好的物料进入增浓器 B 进行沉淀物体增浓,增浓后的稠浆进入过滤机 C 进行过滤,滤饼用 12312 公斤水进行逆流洗涤,得到 33730 公斤磷石膏(主要化学成分组成:游离水 12%,以干基计算:SiO₂2.64%,P₂O₅0.23%,97.12%CaSO₄·2H₂O);滤液分出 23496 公斤作为产品磷酸(磷酸浓度:P₂O₅29.18%,H₂SO₄1.25%),余下的滤液与滤饼洗液和与增浓器 B 分离出清液每小时 246996 公斤(磷酸浓度:28.34%P₂O₅)作为循环分解磷酸返回分解反应槽 D3 进行磷矿的逆流分解反应。

[0048] 实施例 2

[0049] 如图 2 所示,将经过磨细后的高硅磷矿粉(主要化学成分组成见表一),以每小时投入量 53434 公斤投入分解反应槽 D1 中,与从稠厚分级器 E3 和固液分离机 F 中循环返回的液体每小时 495540 公斤进行分解反应,反应物料停留时间 20 分钟,反应温度 45℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级器 E1 进行稠厚分级,3/4 的稠厚分级轻相进入分解反应槽 D2,1/4 的稠厚分级重相返回分解反应槽 D1 继续与循环返回液体反应。进入分解反应槽 D2 的物料继续进行分解反应,停留时间 20 分钟,反应温度 40℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级

器E2进行稠厚分级,9/10的稠厚分级轻相送入沉淀结晶槽A1,1/10的稠厚分级重相进入分解反应槽D3。。进入分解反应槽D3的物料与从增浓器B和过滤机C循环返回的磷酸继续进行分解反应,停留时间20分钟,反应温度35℃;反应后物料送入连续沉降稠厚分级器E3进行稠厚分级,9/10的稠厚分级轻相送入分解反应槽D1,1/10的稠厚分级重相进入压滤机F进行分离,并用11000公斤水洗涤,得到每小时12260公斤的酸不溶物(主要化学成分组成:游离水8%,74.66%SiO₂,3.91%P₂O₅,2.88%CaSO₄·2H₂O);滤液、洗液并入稠厚分级轻相返回分解反应槽D1继续逆流分解磷矿。进入沉淀结晶槽A1的物料每小时548974公斤与每小时35204公斤硫酸(硫酸浓度:98%H₂SO₄)进行沉淀结晶反应,温度为65℃,反应时间25分钟;再进入沉淀结晶槽A2继续结晶,温度为55℃,停留时间25分钟。从沉淀结晶槽A2结晶反应好的物料进入增浓器B进行沉淀物体增浓,增浓后的稠浆进入过滤机C进行过滤,滤饼用42227公斤水进行逆流洗涤,得到84325公斤磷石膏(主要化学成分组成:游离水15%,以干基计算:7.64%SiO₂,P₂O₅0.33%,92.35%CaSO₄·2H₂O,);滤液分出45280公斤作为产品磷酸(主要化学组成:P₂O₅29.99%,H₂SO₄1.85%),余下的滤液与滤饼洗液和与增浓器B分离出清液每小时496800公斤(磷酸浓度:28.18%P₂O₅)作为循环分解磷酸返回分解反应槽D3进行磷矿的逆流分解反应。

[0050] 对比实施例1(传统生产湿法磷酸副产高硅磷石膏的方法)

[0051] 如图1所示,将经过磨细后的高硅磷矿粉(主要化学成分组成见表一),以每小时投入量53434公斤投入多格方格萃取槽中,磷矿从1#反应区加入,与过滤液洗液的稀磷酸58332公斤和从低位闪蒸蒸发器降温后的返回料浆133296公斤进行混合分解;进入2#反应区分解反应后,每小时加入35204公斤硫酸(98%H₂SO₄)进3#、4#反应区进行磷石膏结晶沉淀反应,其后进入5#反应区继续反应结晶沉淀磷石膏,进入6#反应区后的反应料浆以每小时1936982公斤反应物料送入低位闪蒸冷却,将温度从82℃降至78℃,并返回萃取槽1#反应区;同时每小时193698公斤送入真空过滤机进行过滤,并用57824公斤水进行逆流洗涤,得到滤饼磷石膏99743公斤(主要化学组成:游离水25%,以干基计算:19.55%SiO₂,P₂O₅1.33%,78.90%CaSO₄·2H₂O,);得滤液磷酸57824公斤(磷酸浓度:23.01%P₂O₅)作为产品,洗液93955公斤(磷酸浓度:8.86%P₂O₅),返回多格萃取槽1#反应区。

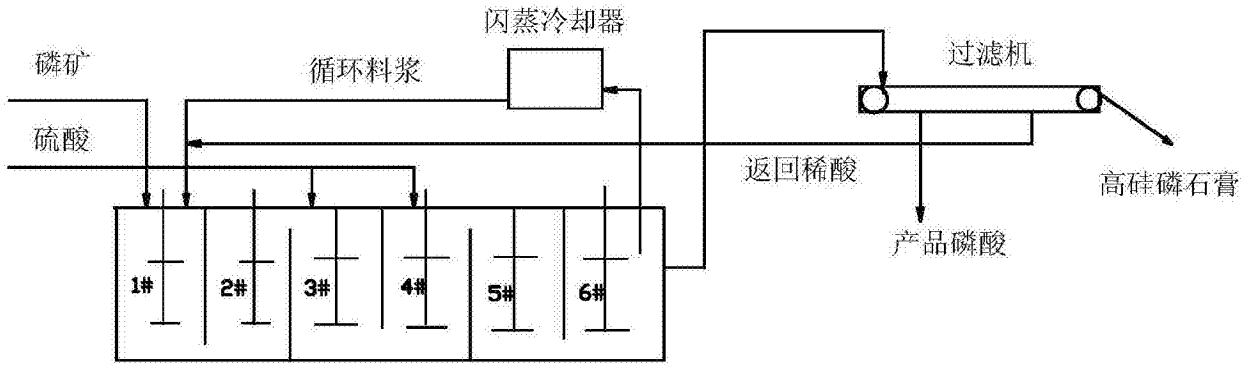


图 1

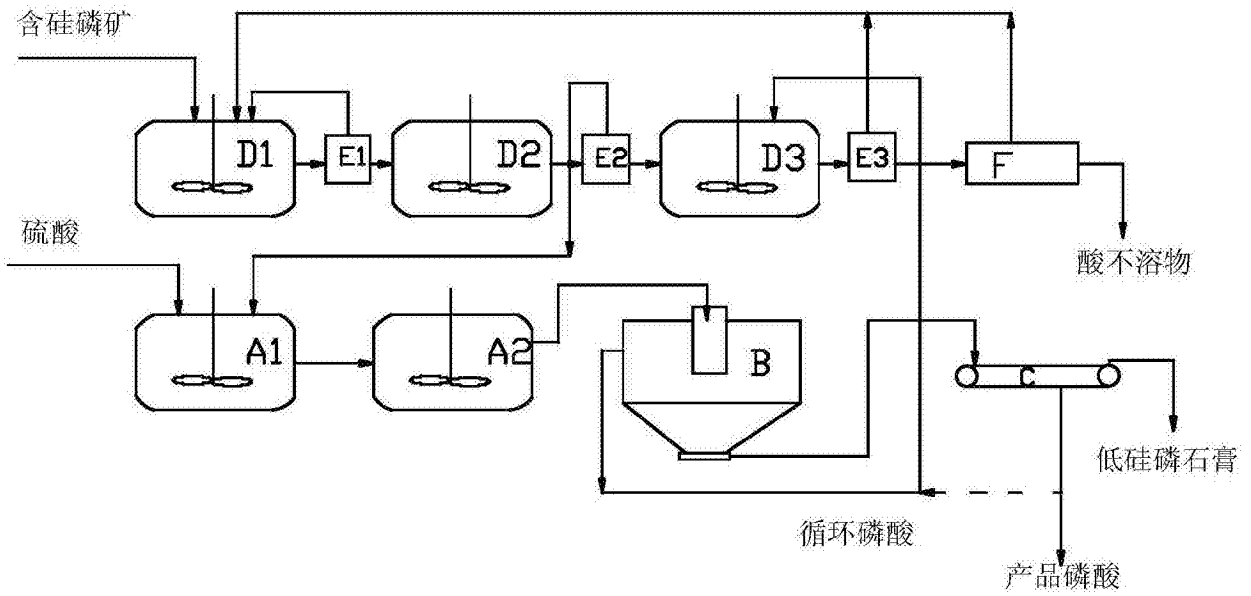


图 2