



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103435376 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 11

(21) 申请号 201310321076. X

C01B 25/28(2006. 01)

(22) 申请日 2013. 07. 29

(71) 申请人 山东明瑞化工集团有限公司

地址 271600 山东省泰安市肥城市长山街
066 号

(72) 发明人 王明悦 孟庆喜 李吉山 雷桂芹
郭东方

(74) 专利代理机构 泰安市泰昌专利事务所
37207

代理人 姚德昌

(51) Int. Cl.

C05B 7/00(2006. 01)

C05B 19/00(2006. 01)

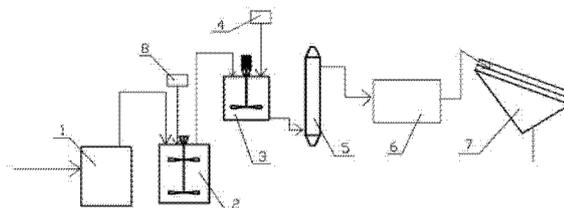
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置

(57) 摘要

一种利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置,其步骤是:把 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣与浓度为 18-20% 的稀磷酸进行混合得到磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I,把中间混合物 I 与浓度为 99% 的气态氨,按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3-1.35 进行中和反应,并加入一定数量的硫酸来中和未反应的气态氨,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数提高至 1.4-1.45,得到中间混合物 II,对中间混合物 II 进行浓缩、造粒和筛分处理,使用气态氨对磷酸含量为 21-25% 的中间混合物 I 进行中和反应,不再使用碳酸氢铵或液态氨,增大了气态氨与中间混合物 I 的接触反应面积和速度,因此简化了对磷酸沉渣的压滤洗涤的工序,使磷酸沉渣得到了综合利用,提高了磷酸铵产品的质量。



1. 一种利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法 ;其特征是 :其步骤是 :把 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣与浓度为 18-20% 的稀磷酸进行混合得到磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I ,把中间混合物 I 按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3-1.35 与浓度为 99% 的气态氨进行中和反应,通过硫酸与未反应的气态氨进行反应,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.4-1.45,得到中间混合物 II ,对中间混合物 II 进行浓缩、造粒和筛分处理。

2. 根据权利要求 1 所述的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法 ;其特征是 :其步骤是 :

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18%-20% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣 ;

b、在混合槽中,按照重量比 2-3: 1,把浓度为 18-20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I ;

c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3-1.35,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 $110^{\circ}C$ 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.4-1.45,得到中间混合物 II ;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III ;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

3. 根据权利要求 2 所述的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法 ;其特征是 :其步骤是 :

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18.5% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 33% 的磷酸沉渣 ;

b、在混合槽中,按照重量比 3: 1,把浓度为 20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30.5% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 24% 的中间混合物 I ;

c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 $110^{\circ}C$ 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.45,得到中间混合物 II ;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III ;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

4. 一种利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置,其特征是 :包含有用于磷酸沉渣和洗涤酸混合的混和槽(2)、用于洗涤酸储存罐与混和槽(2)连通的泵体 I (4)、用于与气态氨进行中和反应的中和槽(3)、用于气态氨储存罐与中和槽(3)连通的泵体 II (8)。

5. 根据权利要求 4 所述的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置,其特征是 :还包含有中转槽(1)、浓缩塔(5)、喷浆造粒机(6)和振筛机(7),中转槽(1)设置为与磷酸液成品储存槽连通,中转槽(1)设置为通过溜槽与混和槽(2)连通,混和槽(2)设置为通过泵体 II (8)与洗涤酸储存罐连通,混和槽(2)设置为与中和槽(3)连通,中和槽(3)设置为通过泵体 I (4)与气态氨储存罐连通,中和槽(3)设置为与浓缩塔(5)连通,浓缩塔(5)的出口端设置为与喷浆造粒机(6)连通,喷浆造粒机(6)的出口端设置为与振筛机(7)连通。

6. 根据权利要求 5 所述的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置,其特征是 :在混和槽

(2) 和中和槽(3)中设置有搅拌叶片,中和槽(3)设置为密封式。

利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置

[0001]

一、技术领域

本发明涉及一种利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置,尤其是一种利用湿法制取磷酸时产生的磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置。

[0002] 二、背景技术

湿法磷酸相比于热法磷酸,具有能耗低、污染小等优势,将逐步取代热法磷酸。而在湿法磷酸生产中,由于磷矿中含有铁、镁、铝等杂质会与磷酸发生络合而产生大量的磷酸沉渣,这些磷酸沉渣主要是磷酸盐沉淀或晶体,因此利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置是一种重要的化工方法和化工装置,在现有的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置中,在专利号为 ZL97107676.6 公开了一种利用湿法磷酸盐废渣生产磷酸铵肥料的方法,它是利用添加碳酸氢铵或液氨来中和磷酸渣中的酸,中和后的渣经喷雾干燥后,可以直接作为商品肥料或复合肥中的原料肥,但是该专利的缺陷在于对磷酸沉渣需要处理的设备如喷雾干燥器、旋风分离器、除尘器等,同时肥料的总养分太低,一般为总养分不到 50%。

[0003] 三、发明内容

为了克服上述技术缺点,本发明的目的是提供一种利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置,因此简化了对磷酸沉渣的压滤洗涤的工序,使磷酸沉渣得到了综合利用。

[0004] 为达到上述目的,本发明采取的技术方案是:把 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣与浓度为 18-20% 的稀磷酸进行混合得到磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I,把中间混合物 I 按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3-1.35 与浓度为 99% 的气态氨进行中和反应,通过硫酸与未反应的气态氨进行反应,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.4-1.45,得到中间混合物 II,对中间混合物 II 进行浓缩、造粒和筛分处理。

[0005] 由于设计了使用气态氨对磷酸含量为 21-25% 的中间混合物 I 进行中和反应,不再使用碳酸氢铵或液态氨,增大了气态氨与中间混合物 I 的接触反应面积和速度,因此简化了对磷酸沉渣的压滤洗涤的工序,使磷酸沉渣得到了综合利用,提高了磷酸铵产品的质量。

[0006] 本发明设计了,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18%-20% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 2-3: 1,把浓度为 18-20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30-35% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I。

[0007] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3-1.35,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110℃ 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.4-1.45,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0008] 本发明设计了,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18.5% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 33% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 3: 1,把浓度为 20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30.5% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 24% 的中间混合物 I。

[0009] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110°C 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.45,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0010] 本发明设计了,利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置,:包含有用于磷酸沉渣和洗涤酸混合的混和槽、用于洗涤酸储存罐与混和槽连通的泵体 I、用于与气态氨进行中和反应的中和槽、用于气态氨储存罐与中和槽连通的泵体 II。

[0011] 本发明设计了,还包含有中转槽、浓缩塔、喷浆造粒机和振筛机,中转槽设置为与磷酸液成品储存槽连通,中转槽设置为通过溜槽与混和槽连通,混和槽设置为通过泵体 II 与洗涤酸储存罐连通,混和槽设置为与中和槽连通,中和槽设置为通过泵体 I 与气态氨储存罐连通,中和槽设置为与浓缩塔连通,浓缩塔的出口端设置为与喷浆造粒机连通,喷浆造粒机的出口端设置为与振筛机连通。

[0012] 本发明设计了,在混和槽和中和槽中设置有搅拌叶片,中和槽设置为密封式。

[0013] 在本技术方案中,磷酸含量为 20-25% 的中间混合物 I 为主要技术特征,不但与气态氨中和反应速度快,而且需要的反应温度和压力条件低,得到的磷酸铵肥料质量好。

[0014] 四、附图说明

图 1 为本发明的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置的示意图。

[0015] 五、具体实施方式

下面结合实施例,对本发明进一步描述,以下实施例旨在说明本发明而不是对本发明的进一步限定。利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法,第一个实施例,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 30% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 2: 1,把浓度为 18% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 20% 的中间混合物 I。

[0016] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110°C 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.4,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0017] 在本实施例中,湿式方法制取的磷酸,一般得到 P_2O_5 含量为 18-20% 的稀磷酸,在浓缩后呈乳状液,在储存槽中降温后分层,上层液体一般 P_2O_5 含量为 40-55% 的磷酸,下层

液体一般 P_2O_5 含量为 35-42% 的磷酸,从距离储存槽底部 50-80cm 部位释放出成品浓缩磷酸,在储存槽底部得到的渣子就为本实施例中的磷酸沉渣。磷酸和磷酸沉渣的重量比例是 1:0.22。

[0018] 通过本实施例制得的磷酸铵肥料,其总养分为 57% 其中含氮量 =13%、含磷量 =44%,与使用的碳酸氢铵或液氨制得的磷酸铵肥料,相比其总养分提高了 7%。1 吨 44% (P_2O_5) 磷酸,就会产生 0.22 吨的磷酸沉渣 (P_2O_5 含量 30%),尤其是随着磷矿资源的匮乏,低品位磷矿的使用将会产生更多的磷酸沉渣。所以,磷酸沉渣的利用是就是解决环境污染问题。

[0019] 利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法,第二个实施例,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 20% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 35% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 3: 1,把浓度为 20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 35% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 25% 的中间混合物 I。

[0020] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.35,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110°C 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.45,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0021] 利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法,第三个实施例,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 19% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 32.5% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 2.5: 1,把浓度为 19% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 32.5% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 22.5% 的中间混合物 I。

[0022] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.325,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110°C 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.425,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物 III 进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0023] 利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法,第四个实施例,其步骤是:

a、在磷矿石利用湿式方法制取稀硫酸,在 P_2O_5 含量为 18.5% 的稀磷酸浓缩制备 P_2O_5 含量为 44% 的浓缩磷酸的浓缩磷酸放置澄清过程中,使磷酸分层和沉淀,得到 P_2O_5 含量为 33% 的磷酸沉渣;

b、在混合槽中,按照重量比 3: 1,把浓度为 20% 的稀磷酸与 P_2O_5 含量为 30.5% 的磷酸沉渣进行混合,得到磷酸含量为 24% 的中间混合物 I。

[0024] c、在中和槽中,先按照 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.3,把浓度为 99% 的气态氨与中间混合物 I 在常压、温度为 110°C 进行 0.5 小时中和反应,并通过加入硫酸来中和未反应的气态氨的方法,将其 N 的摩尔数 /P 的摩尔数等于 1.45,得到中间混合物 II;

d、在浓缩塔中,把中间混合物 II 进行浓缩反应,得到含水量为 25% 的中间混合物 III;

e、对中间混合物III进行喷浆造粒和分选,得到磷酸铵肥料成品。

[0025] 通过试验,本实施例的效果最好,通过本实施例制得的磷酸铵肥料,其总养分能为60%。

[0026] 图1为本发明的一个实施例,结合附图具体说明本实施例,利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的装置,包含有中转槽1、混和槽2、中和槽3、泵体I 4、浓缩塔5、喷浆造粒机6、振筛机7和泵体II 8,中转槽1设置为与磷酸液成品储存槽连通,中转槽1设置为通过溜槽与混和槽2连通,混和槽2设置为通过泵体II 8与洗涤酸储存罐连通,混和槽2设置为与中和槽3连通,中和槽3设置为通过泵体I 4与气态氨储存罐连通,中和槽3设置为与浓缩塔5连通,浓缩塔5的出口端设置为与喷浆造粒机6连通,喷浆造粒机6的出口端设置为与振筛机7连通。

[0027] 在本实施例中,在混和槽2和中和槽3中设置有搅拌叶片,中和槽3设置为密封式。

[0028] 本发明具有下特点:

1、由于设计了使用气态氨对磷酸含量为20-25%的中间混合物I进行中和反应,不再使用碳酸氢铵或液态氨,增大了气态氨与中间混合物I的接触反应面积和速度,因此简化了对磷酸沉渣的压滤洗涤的工序,提高了磷酸铵肥料的质量。

[0029] 2、由于设计了向中间混合物I中加入适量的硫酸,在中间混合物I的磷含量被提高的情况下,硫酸的加入可提高N的摩尔数/P的摩尔数,使磷酸铵肥料能满足质量要求。

[0030] 3、由于设计了磷酸含量为20-25%的中间混合物I,在这个中间体中,与气态氨的中和效果为最好,使磷酸沉渣以高效方式得以应用,可使稀缺的磷资源得以综合利用。

[0031] 上述实施例只是本发明所提供的利用磷酸沉渣制取磷酸铵肥料的方法和装置技术领域内的一种实现形式,根据本发明所提供的方案的其他变形,增加或者减少其中的成份或步骤,或者将本发明用于其他的与本发明接近的技术领域,均属于本发明的保护范围。

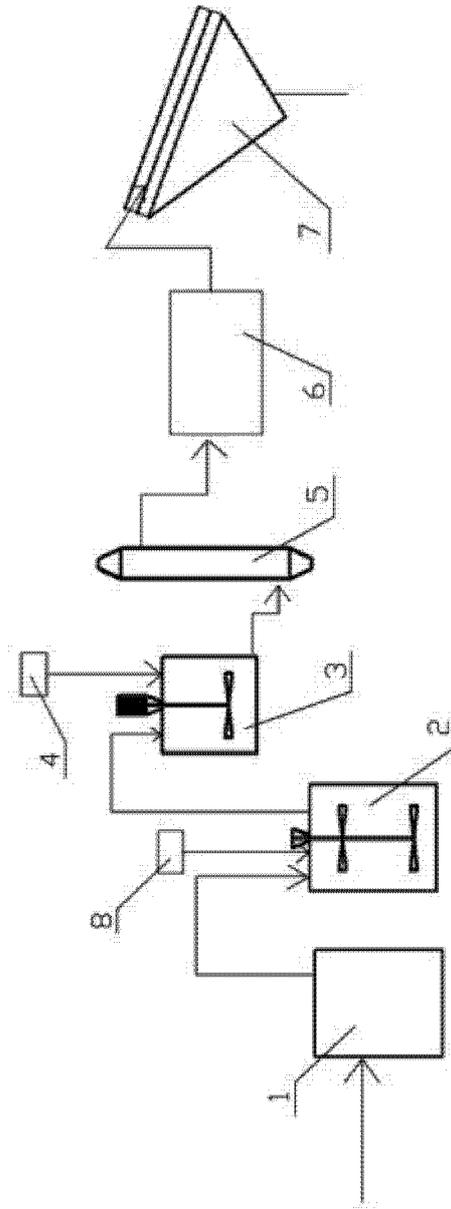


图 1