



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1149870 A

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

4 (51) С 01 В 25/225

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21) 2999191/23-26  
(22) 30.10.80  
(31) 7926993  
(32) 31.10.79  
(33) Франция  
(46) 07.04.85. Бюл. № 13  
(72) Бернар Биго и Жан-Франсуа Жибли  
(Франция)  
(71) Рон-Пулленк Эндюстри (Франция)  
(53) 661.634.2(088.8)  
(56) 1. Патент Франции № 1600680,  
кл. С 01 В 25/22, опублик. 1970.  
2. Патент Франции № 2130847,  
кл. С 01 В 25/00, опублик. 1972.

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ, включающий введение фосфатного сырья по крайней мере в две реакционные зоны, обработку его в каждой зоне обратной фосфорной и серной кислотами, циркуляцию реакционной пульпы из первой по крайней мере во вторую реакционную зону, кристаллизацию дигидрата сульфата кальция с последующим отделением его

от продукта фильтрацией, промывкой дигидрата сульфата кальция и направлением промывных вод на обработку сырья, отличающийся тем, что, с целью обеспечения возможности переработки бедного фосфатного сырья при достижении высоких выхода продукта и производительности фильтрации, в последнюю реакционную зону вводят 5-30% всего количества сырья.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что концентрацию пентаксида фосфора в последней реакционной зоне поддерживают на 3-5% выше, чем в первой.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что концентрацию сульфат-ионов в реакционных зонах поддерживают одинаковыми.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что концентрацию сульфат-ионов в первой реакционной зоне поддерживают большей, чем в последующих.

(19) SU (11) 1149870 A

Изобретение относится к способам получения фосфорной кислоты сернокислотным разложением фосфатного сырья и может быть использовано при переработке бедного по фосфору сырья или сырья грубого помола.

Известен способ получения фосфорной кислоты, включающий обработку фосфатного сырья оборотной фосфорной и серной кислотами при поддержании в реакционной пульпе концентрации сульфат-иона 30-120 г/л, кристаллизацию дигидрата сульфата, обработку пульпы фосфатным сырьем для снижения концентрации сульфат-иона с последующей кристаллизацией дигидрата сульфата кальция, отделением продукта от осадка сульфата кальция фильтрацией, его промывкой и направлением промывных вод на обработку сырья. Получают фосфорную кислоту с концентрацией 33%  $P_2O_5$  и выходом 99%. По этому способу перерабатывают сырье высокого качества [1].

Недостатком этого способа является сложность процесса, заключающаяся в двух кристаллизациях осадка сульфата кальция, а также невозможность переработки сырья низкого качества с высокими показателями.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигающему результату является способ получения фосфорной кислоты, включающий введение фосфатного сырья в две реакционные зоны, обработку его в каждой зоне фосфорной и серной кислотами, циркуляцию реакционной пульпы из первой зоны во вторую, кристаллизацию дигидрата сульфата кальция с последующим отделением его от продукта фильтрацией, промывкой дигидрата сульфата кальция и направлением промывных вод на обработку сырья. В первую зону вводят 62,5% всего количества сырья, во вторую - 37,5%, концентрацию пентаксида фосфора во второй зоне поддерживают на 7,5-9% выше, чем в первой, концентрацию сульфат-иона в первой зоне поддерживают равной 10 - 120 г/л. Выход продукта составляет 97,4 - 99% [2].

Однако при переработке фосфата более низкого качества (29-31%  $P_2O_5$ ) получают 97%-ный выход продукта, а производительность фильтрации дигидрата сульфата кальция (фосфогипса) равна 300-400 кг/ч·м<sup>2</sup>.

Однако известный способ обладает недостаточно высоким выходом продукта и производительностью фильтрации при переработке фосфатного сырья более низкого качества.

Цель изобретения - обеспечение возможности переработки бедного фосфатного сырья при достижении высоких выхода продукта и производительности фильтрации.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу, включающему введение фосфатного сырья, по крайней мере в две реакционные зоны, обработку его в каждой реакционной зоне оборотной фосфорной и серной кислотами, циркуляцию реакционной пульпы из первой, по крайней мере во вторую реакционную зону, кристаллизацию дигидрата сульфата кальция с последующим отделением его от продукта фильтрацией, промывкой дигидрата сульфата кальция и направлением промывных вод на обработку сырья, в последнюю реакционную зону вводят 5-30% всего количества сырья.

Концентрацию пентаксида фосфора в последней реакционной зоне поддерживают на 3-5% выше, чем в первой.

Концентрацию сульфат-ионов в реакционных зонах поддерживают одинаковыми.

Концентрацию сульфат-ионов в первой реакционной зоне поддерживают большей, чем в последующих.

Предлагаемый способ позволяет при переработке бедного фосфатного сырья (28-32%  $P_2O_5$ ) достигнуть выхода  $P_2O_5$  98,3-98,5% и производительности фильтрации фосфогипса 700 кг/ч·м<sup>2</sup>, кроме того, способ позволяет перерабатывать грубо размолотое сырье с размером частиц 400-600 мкм.

В табл. 1 приведено влияние количественного распределения сырья между реакционными зонами на показатели процесса.

Т а б л и ц а 1

Показатели процесса	Эксперимент				
	1	2	3	4	5
Содержание $P_2O_5$ в сырье, %	28-29	29-31	29-31	29-31	31-32
Количество вводимого сырья, % в реакционную зону					
1	-	70	70	70	
2	-	30	30	25	
3	-	-	-	-	5
Содержание $P_2O_5$ , % в жидкой фазе реакционной пульпы в зонах					
1	27	28	28	28	30
2	30	33	33	32	33
3	-	-	-	33	-
Разность концентраций $P_2O_5$ в жидкой фазе пульпы между последней и первой зонами, %	3	5	5	5	3
Концентрация серной кислоты, г/л в жидкой фазе реакционной пульпы в зонах					
1	-	25	75	75	
2	-	25	25	50	
3	-	-	-	25	
Выход $P_2O_5$ , %	97,8	97,5	98,1	98,5	
Производительность фильтрации фосфогипса, кг/ч·м <sup>2</sup>	-	560	700	700	

Из данных, приведенных в табл. 1, следует, что при переработке бедного фосфатного сырья (28-32%  $P_2O_5$ )

в условиях предлагаемого способа получают фосфорную кислоту с высокой концентрацией - 33%  $P_2O_5$  и высокими

показателями: выход - 97,5-98,5% и производительность фильтрации фосфогипса - до 700 кг/ч·м<sup>2</sup>.

При мер 1. Используют установку, состоящую из двух реакторов с мешалками и ротационного горизонтального вакуум-фильтра. В первый реактор вводят 70% от всего количества фосфатного сырья, содержащего 29-31% Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и имеющего размер частиц 600 мкм, 70% всей серной кислоты и оборотную фосфорную кислоту. Процесс ведут при температуре, обеспечивающей получение дигидрата сульфата кальция. Реакционную пульпу вводят во второй реактор, куда также вводят 30% всех реагентов.

Концентрацию Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в жидкой фазе реакционной пульпы поддерживают равной в первой зоне - 28%, во второй - 33%, концентрация сульфат-иона в первой и второй зонах - 25 г/л. Во втором реакторе также идет кристаллизация дигидрата сульфата кальция. Из второго реактора реакционную пульпу направляют на фильтрацию. Фосфогипс на фильтре промывают технологической водой. Промывные воды направляют на обработку сырья. Выход Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> составляет 97,5%, производительность фильтрации фосфогипса - 560 кг/ч·м<sup>2</sup>.

При мер 2. Используют устройство по примеру 1. В первый реактор вводят 70% всего фосфата с размером частиц 400 мкм, 80% серной кислоты и оборотную фосфорную кислоту. В реакционную пульпу во второй реактор вводят оставшиеся 30% фосфата с размером зерен 600 мкм и 20% серной кислоты. Концентрационный режим в зонах поддерживает следующим образом: в первой - 28% Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и 75 г/л SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>; во второй - 33% Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и 25 г/л SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

Фосфогипс фильтруют и промывают. Выход Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> составляет 98,1%, а производительность фильтрации фосфогипса - 700 кг/ч·м<sup>2</sup>.

Пример 3. Используют установку, состоящую из 3-х реакторов и вакуум-фильтра по примеру 1. Процесс осуществляют по примеру 1 с использованием фосфата с размером зерен 400 мкм. Распределение реагентов по зонам и концентрационный режим в них приведены в табл. 2.

Таблица 2

Показатели процесса	Значения показателей в зоне		
	1	2	3
Количество фосфата, %	70	25	5
Количество серной кислоты, %	80	20	-
Концентрация Р <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , %	28	32	33
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , г/л	75	50	25

Выход Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> составляет 98,5%, производительность фильтрации 700 кг/ч·м<sup>2</sup>, в то время, как при осуществлении известного способа с использованием указанного сырья выход Р<sub>2</sub>O<sub>5</sub> составляет 97%, а производительность фильтрации - 300-400 кг/ч·м<sup>2</sup>.

Изобретение позволяет при переработке бедных фосфоритов получать такие же показатели выхода продукта и производительности фильтрации фосфогипса, как и при переработке богатых фосфоритов. Кроме того, изобретение позволяет перерабатывать с высокими показателями грубо размолотое сырье.

Составитель Г. Целищев

Редактор Н. Яцола Техред М. Пароцай Корректор В. Синицкая

Заказ 1930/45 Тираж 462

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

Подписьное

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4