



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1149870 A

4(51) С 01 В 25/225

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

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 Жилли (Франция)
(71) Рон-Пуленк Эндрюстри (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 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, 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 пентаоксида 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 серно-кислотным 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 достигаемому 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 пентаоксида 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·м².

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 пентаоксида 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·м², 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 реакцион- ную зону					
1	-	70	70	70	
2	-	30	30	25	
3	-	-	-	5	
Содержание P_2O_5 % в жидкой фазе ре- акционной пульпы в зонах					
1	27	28	28	28	30
2	30	33	33	32	33
3	-	-	-	33	-
Разность концент- раций P_2O_5 в жид- кой фазе пульпы между последней и первой зонами, %	3	5	5	5	3
Концентрация серной кислоты, г/л в жид- кой 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 фосфо- гипса, кг/ч·м ²	-	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·м².

Пример 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% P_2O_5 и имеющего размер частиц 600 мкм, 70% всей серной кислоты и обратную фосфорную кислоту. Процесс ведут при температуре, обеспечивающей получение дигидрата сульфата кальция. Реакционную пульпу вводят во второй реактор, куда также вводят 30% всех реагентов. Концентрацию P_2O_5 в жидкой фазе реакционной пульпы поддерживают равной в первой зоне - 28%, во второй - 33%, 20 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 P_2O_5 составляет 97,5%, производительность фильтрации фосфогипса - 560 кг/ч·м².

Пример 2. Используют устройство по примеру 1. В первый реактор вводят 70% всего фосфата с размером частиц 400 мкм, 80% серной кислоты и обратную 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 поддерживают следующим образом: в первой - 28% P_2O_5 и 75 г/л SO_4^{2-} ; во второй - 33% P_2O_5 и 25 г/л SO_4^{2-} .

Фосфогипс фильтруют и промывают. Выход P_2O_5 составляет 98,1%, а производительность фильтрации фосфогипса - 700 кг/ч·м².

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 P_2O_5 , %	28	32	33
SO_4^{2-} , г/л	75	50	25

Выход P_2O_5 составляет 98,5%, производительность фильтрации 700 кг/ч·м², в то время, как при осуществлении известного способа с использованием указанного сырья выход P_2O_5 составляет 97%, а производительность фильтрации - 300-400 кг/ч·м².

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 размоленное сырье.

Составитель Г.Целищев

Редактор Н.Яцولا

Техред М.Пароцай

Корректор В. Синицкая

Заказ 1930/45

Тираж 462

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

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