



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110697674 A

(43)申请公布日 2020.01.17

(21)申请号 201911216878.8

(22)申请日 2019.12.03

(71)申请人 中化重庆涪陵化工有限公司

地址 408000 重庆市涪陵区黎明路2号

(72)发明人 谭伟 韦莎 陈刚 江涛 邹小丽

(74)专利代理机构 重庆天成卓越专利代理事务
所(普通合伙) 50240

代理人 谭春艳

(51)Int.Cl.

C01B 25/45(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法

(57)摘要

本发明公开了一种利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于,按照如下步骤完成:(1)将高镁磷尾矿(磨粉后)在反应槽中与水混合调成料浆,再搅拌加入浓硫酸或浓硫酸与磷酸的混合酸,在70~100℃下反应得到反应料浆;(2)停止搅拌,对上述反应液进行固液分离,固相为磷石膏,液相为含镁料液;(3)将步骤(2)得到的含镁料液送入中和沉淀槽中,搅拌下加入中和沉淀剂调整pH值至7.5~10,然后在50~60℃的条件下进行中和沉淀反应,沉淀析出磷酸铵镁(4)沉淀反应完成后,对沉淀料浆进行固液分离,干燥得到固体磷酸铵镁。该技术可推广应用于高镁磷尾矿的大量处理,为磷矿开采与选矿处理高镁磷尾矿提供了一种有效的方法。

1. 一种利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于,按照如下步骤完成:

(1) 将高镁磷尾矿磨粉后在反应槽中与水混合调成料浆,再搅拌加入浓硫酸或浓硫酸与磷酸的混合酸,使得反应槽中 SO_3^{2-} 离子浓度保持在 $0.015\sim 0.030\text{g/ml}$,在 $70\sim 100^\circ\text{C}$ 下反应得到反应料浆;

(2) 停止搅拌,对上述反应液进行固液分离,固相为磷石膏,液相为含镁料液;

(3) 将步骤(2)得到的含镁料液送入中和沉淀槽中,搅拌下加入中和沉淀剂调整pH值至 $7.5\sim 10$,然后在 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 的条件进行中和沉淀反应,沉淀析出磷酸铵镁;所述中和沉淀剂为液氨、氨水、氨气中的一种,或者为磷酸一铵与液氨、氨水、氨气中的一种的混合物,或者为碳酸氢铵与液氨、氨水、氨气中的一种的混合物;

(4) 沉淀反应完成后,对沉淀料浆进行固液分离,干燥得到固体磷酸铵镁。

2. 根据权利要求1所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(1)中,在加入酸之前,先在料浆中加入消泡剂。

3. 根据权利要求2所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:所述消泡剂为有机硅类消泡剂,其添加量为 $50\sim 200\text{ppm}$ 。

4. 根据权利要求2所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(1)中反应料浆的固液比为 $2.5\sim 3.5:1$ 。

5. 根据权利要求4所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(1)中浓硫酸与磷酸的混合酸中按照重量份数,浓硫酸的量为 $60\sim 100$ 份,磷酸的量为 $0\sim 40$ 份。

6. 根据权利要求5所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(2)中分离后的固相用水洗涤,洗涤后的液体并入含镁料液中。

7. 根据权利要求1-6任一项所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(4)中沉淀反应完成后,采用真空过滤实现固液分离,滤饼用水或含磷废水洗涤得到固体磷酸铵镁,滤液送往复合肥厂使用。

8. 根据权利要求7所述利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于:步骤(4)中磷酸铵镁在 $80\sim 100^\circ\text{C}$ 条件下采用气流干燥。

利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,属于化工中废弃物资源化利用领域。

背景技术

[0002] 目前,我国磷矿尾矿的综合利用率仅为7%左右,大量的尾矿只能长期堆放在尾矿库。有些边远地区的乡镇矿山选厂甚至直接将尾矿排放到自然场地之中。即使排放到尾矿区的尾矿也会对矿区周围环境造成了严重的影响。主要表现在:尾矿在受到腐蚀时,以及某些进入尾矿中的可迁移元素发生化学迁移时,将会对大气和水土造成严重的污染,并导致土地退化,植被破坏甚至直接威胁到人畜的生存;尾矿库区表面产生的粉尘可以恶化周围地区的卫生条件;尾矿中的有关成分以及残留的选矿剂也对生态环境造成严重的危害。目前,我国因尾矿造成的污染面积达百万亩,间接污染土地面积1000多万亩。磷尾矿加工性能与原生磷矿发生了较大的变化,主要体现在主体碳酸盐含量较高,为细度较细的矿浆体,但从 P_2O_5 品位来说,浮选尾矿仍可认为是含镁的低品位磷矿资源。

[0003] 磷酸铵镁是一种含N、P、Mg的多元素复合肥,且所有成分全部有效,溶解性小,不伤根系,作物需多少就吸收多少,不易被水淋流失,促进作物生长,增强抗病能力,提高瓜果、蔬菜、花卉等的品质和产量,使作物的果实色泽更鲜艳,味道更醇美,营养更丰富,完全没有环境污染。

[0004] 磷酸铵镁可作基肥、追肥,还可作长效肥料的包膜材料(添加剂)。特别适用于缺镁、易淋失养分的沙质土壤或缺镁、高温多雨的南方红土壤,是一种较好的新型缓施肥。如果能利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁将会成为解决磷尾矿堆积问题的有效措施,起到变废为宝的效果。

发明内容

[0005] 针对上述技术问题,本发明的目的在于提供一种利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,有效利用高镁磷尾矿,变废为宝。

[0006] 为了实现上述目的,本发明的技术方案为:一种利用高镁磷尾矿生产磷酸铵镁的方法,其特征在于,按照如下步骤完成:

[0007] (1) 将高镁磷尾矿磨粉后在反应槽中与水混合调成料浆,再搅拌加入浓硫酸或浓硫酸与磷酸的混合酸,使得反应槽中 SO_3^{2-} 离子浓度保持在0.015~

[0008] 0.030g/ml,在70~100℃下反应得到反应料浆;

[0009] (2) 停止搅拌,对上述反应液进行固液分离,固相为磷石膏,液相为含镁料液;

[0010] (3) 将步骤(2)得到的含镁料液送入中和沉淀槽中,搅拌下加入中和沉淀剂调整pH值至7.5~10,然后在50~60℃的条件进行中和沉淀反应,沉淀析出磷酸铵镁;所述中和沉淀剂为液氨、氨水、氨气中的一种,或者为磷酸一铵与液氨、氨水、氨气中的一种的混合物,或者为碳酸氢铵与液氨、氨水、氨气中的一种的混合物;

- [0011] (4) 沉淀反应完成后,对沉淀料浆进行固液分离,干燥得到固体磷酸铵镁。
- [0012] 磷酸一铵与碳酸氢铵和液氨、氨水、氨气以任意比例混合,满足pH为7.5-10即可。
- [0013] 步骤(1)中,在加入酸之前,先在料浆中加入消泡剂。避免反应过程中泡沫产生。所述消泡剂为有机硅类消泡剂,其添加量为30~200ppm。
- [0014] 步骤(1)中反应料浆的固液比为2.5~3.5:1。
- [0015] 步骤(1)中浓硫酸与磷酸的混合酸中按照重量份数,浓硫酸的量为60-100份,磷酸的量为0-40份。
- [0016] 步骤(2)中分离后的固相用水洗涤,洗涤后的液体并入含镁料液中。
- [0017] 步骤(4)中沉淀反应完成后,采用真空过滤实现固液分离,滤饼用水或含磷废水洗涤得到固体磷酸铵镁,滤液送往复合肥厂使用。
- [0018] 步骤(4)中磷酸铵镁在80~100℃条件下采用气流干燥。
- [0019] 有益效果:本发明的利用高镁磷尾矿制备磷酸铵镁具有以下优势:本发明以高镁磷尾矿为原料制备磷酸铵镁,工艺简单,可以全部回收尾矿中的镁磷。本发明以工业废弃物高镁磷尾矿为原料,节约了资源,生产成本低,解决了高镁磷尾矿占用土地资源、环境污染的问题,变废为宝,具有良好的经济效益和环保意义。该技术可推广应用用于高镁磷尾矿的大量处理,为磷矿开采与选矿处理高镁磷尾矿提供了一种有效的方法。

具体实施方式

[0020] 下面通过实施例,对本发明作进一步说明:

[0021] 实施例1

[0022] 高镁磷尾矿成分:P₂O₅%:5.38%,MgO%:16.05%

[0023] 取500克磷尾矿于反应槽中,加水1250g搅拌。水浴升温至70℃,加入有机硅类消泡剂50ppm,向反应槽中滴加98%浓硫酸,使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在0.030g/ml。搅拌反应40min,反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离,用适量清水洗涤滤饼,洗涤液和滤液合并。滤饼为磷石膏。

[0024] 将滤液送入中和沉淀反应槽,在50℃条件下加入磷酸一铵和氨气调节料浆的pH值至7.5,搅拌反应60min,使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤,滤饼在90℃下进行气流干燥两小时左右,即得到磷酸铵镁产品。

[0025] 实施例2

[0026] 高镁磷尾矿成分:P₂O₅%:7.26%,MgO%:16.76%

[0027] 取500克磷尾矿于反应槽中,加水1500g搅拌。水浴升温至80℃,加入有机硅类消泡剂100ppm,向反应槽中滴加硫酸和磷酸(由98%硫酸60份和磷酸40份混合后得到),使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在0.015g/ml。搅拌反应55min,反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离,用适量清水洗涤滤饼。得到固相磷石膏。将滤液送入中和沉淀反应槽,在60℃条件下加入氨气调节料浆的pH值至8.0,搅拌反应20min,使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤,滤饼在95℃下进行气流干燥两小时左右,即得到磷酸铵镁产品。

[0028] 实施例3

[0029] 高镁磷尾矿成分： $P_2O_5\%:9.84\%$ ， $MgO\%:15.03\%$

[0030] 取500克磷尾矿于反应槽中，加水1300g搅拌。水浴升温至 $90^{\circ}C$ ，加入机硅类消泡剂150ppm，向反应槽中滴加硫酸和磷酸（由98%硫酸80份和磷酸20份混合后得到），使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在 $0.02g/ml$ 。搅拌反应80min，反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离，并用适量清水洗涤滤饼。将滤液送入中和沉淀反应槽，在 $55^{\circ}C$ 条件下加入磷酸一铵和氨水调节料浆的pH值至9.5，搅拌反应20min，使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤，滤饼在 $100^{\circ}C$ 下进行气流干燥两小时左右，即得到磷酸铵镁产品。

[0031] 实施例4

[0032] 高镁磷尾矿成分： $P_2O_5\%:8.25\%$ ， $MgO\%:15.3\%$

[0033] 取500克磷尾矿于反应槽中，加水1500g搅拌。水浴升温至 $100^{\circ}C$ ，加入机硅类消泡剂100ppm，向反应槽中滴加硫酸和磷酸（由98%硫酸75份和磷酸25份混合后得到），使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在 $0.026g/ml$ 。搅拌反应90min，反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离，并用适量清水洗涤滤饼。将滤液送入中和沉淀反应槽，在 $55^{\circ}C$ 条件下加入磷酸一铵和液氨调节料浆的pH值至10，搅拌反应30min，使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤，滤饼在 $80^{\circ}C$ 下进行气流干燥两小时左右，即得到磷酸铵镁产品。

[0034] 实施例5

[0035] 高镁磷尾矿成分： $P_2O_5\%:4.66\%$ ， $MgO\%:17.77\%$

[0036] 取500克磷尾矿于反应槽中，加水1750g搅拌。水浴升温至 $100^{\circ}C$ ，加入机硅类消泡剂30ppm，向反应槽中滴加硫酸和磷酸（由98%硫酸65份和磷酸35份混合后得到），使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在 $0.025g/ml$ 。搅拌反应90min，反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离，并用适量清水洗涤滤饼。将滤液送入中和沉淀反应槽，在 $55^{\circ}C$ 条件下加入碳酸氢铵和液氨调节料浆的pH值至9.5，搅拌反应30min，使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤，滤饼在 $80^{\circ}C$ 下进行气流干燥两小时左右，即得到磷酸铵镁产品。

[0037] 实施例6

[0038] 高镁磷尾矿成分： $P_2O_5\%:7.26\%$ ， $MgO\%:16.76\%$

[0039] 取500克磷尾矿于反应槽中，加水1500g搅拌。水浴升温至 $80^{\circ}C$ ，机硅类消泡剂50ppm，向反应槽中滴加硫酸和磷酸（由98%硫酸60份和磷酸40份混合后得到），使反应槽中亚硫酸根离子浓度保持在 $0.015g/ml$ 。搅拌反应55min，反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离，用适量清水洗涤滤饼。得到固相磷石膏。将滤液送入中和沉淀反应槽，在 $60^{\circ}C$ 条件下加入液氨调节料浆的pH值至9.0，搅拌反应20min，使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤，滤饼在 $95^{\circ}C$ 下进行气流干燥两小时左右，即得到磷酸铵镁产品。

[0040] 实施例7

[0041] 高镁磷尾矿成分： $P_2O_5\%:7.26\%$ ， $MgO\%:16.76\%$

[0042] 取500克磷尾矿于反应槽中，加水1500g搅拌。水浴升温至 $80^{\circ}C$ ，加入机硅类消泡剂100ppm向反应槽中滴加硫酸和磷酸（由98%硫酸70份和磷酸30份混合后得到），使反应槽中

亚硫酸根离子浓度保持在0.030g/ml。搅拌反应55min,反应料浆以强制真空过滤的方式进行固液分离,用适量清水洗涤滤饼。得到固相磷石膏。将滤液送入中和沉淀反应槽,在60℃条件下加入碳酸氢铵和氨气调节料浆的pH值至9.0,搅拌反应20min,使反应生成的磷酸铵镁充分析出。沉淀反应结束后的沉淀料浆用真空过滤进行固液分离并用水洗涤,滤饼在95℃下进行气流干燥两小时左右,即得到磷酸铵镁产品。

[0043] 本发明不局限于上述实施例,本领域的普通技术人员可以理解:在不脱离本发明的原理和宗旨的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由权利要求及其等同物限定。