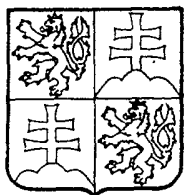


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 821

(21) PV 3275-86.E
(22) Přihlášeno 06 05 86

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 15 07 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 01 F 17/00

(75) Autor vynálezu HAVRÁNEK JOSEF ing., LOVOSICE,
BEJROVÁ VĚRA ing., LITOMĚŘICE,
VOKŘÁL VACLAV ing., LIBOCHOVICE

(54) Způsob získávání fosforečnanového koncentrá-
trátu vzácných zemin

(57) Kyselina fosforečná obsahující vzácné zeminy, získaná například rozkladem přírodních fosfátů kyselinou dusičnou a úpravou poměru vápník/fosfor se neutralizuje reakcí s hořečnatou surovinou obsahující oxid a/nebo hydroxid a/nebo sůl hořčíku se slabou kyselinou jako je například uhličitán s tím, že je neutralizace vedena pouze do pH produktu 1,3 až 2,0 měřeno skleněnou elektrodou po zředění 1 : 10, tj. 10 g/100 ml a vysrážené fosforečnany vzácných zemin se odseparují od filtrátu, představujícího kapalně NPMg hnojivo.

Vynález se týká způsobu získávání fosforečnanového koncentráту vzácných zemin.

V apatitech zpracovávaných při výrobě kombinovaných hnojiv se nacházejí příměsi vzácných zemin. Byly popsány různé postupy izolace vzácných zemin z této suroviny, která se běžně zpracovává rozkladem kyselinami sírovou nebo dusičnou.

Zpracování apatitu rozkladem kyselinou dusičnou a následujícím vymrazováním tetrahydrátu dusičnanu vápenatého je pokládáno za nejracionalnější způsob z hlediska možné izolace vzácných zemin. Tyto přecházejí při rozkladu do roztoku a při krystalizaci a separaci tetrahydrátu se koncentrují v kapalně fázi vymraženého roztoku, obsahujícího hlavně kyselinu fosforečnou a zbylý dusičnan vápenatý.

Z tohoto roztoku je možno získávat vzácné zeminy buď chemickou cestou - vysrážením, nebo fyzikálně-chemickou cestou, například extrakcí. Jedním z chemických způsobů získávání vzácných zemin z vymraženého dusičnanového roztoku je parciální neutralizace amoniakem, kdy jsou vzácné zeminy získávány ve formě sraženiny fosforečnanů různé čistoty, která je separuje filtrací. Filtrát se zpracovává tak, že se dále neutralizuje amoniakem, odpařuje se a za přídavku draselné soli se produkuje pevné granulované NPK hnojivo.

Tímto způsobem lze izolovat vzácné zeminy obsažené v apatitu s různou účinností a čistotou. Při zvyšování účinnosti se značně zvyšuje obsah vápníku, který je přisrážován s vzácnými zeminami. Uvedený způsob představuje klasickou cestu, kdy vedle izolovaných vzácných zemin se produkuje pevné kombinované hnojivo zavedeného sortimentu.

S rozvojem výroby kapalných hnojiv se objevují i nové možnosti izolace vzácných zemin. Podle předpokládaného vynálezu bylo nově nalezeno, že lze vzácné zeminy získat z vymraženého dusičnanového roztoku, jestliže se parciální neutralizace neprovede amoniakem, ale oxidem hořečnatým různé čistoty nebo jinou reaktivní sloučeninou hořčíku s těkavým zbytkem kyseliny, například $MgCO_3$. Takovou surovinou je například magnezitová moučka, hořečnatý úlet z výpalu magnezitu a podobně.

Po rozkladu apatitového koncentrátu Kola kyselinou dusičnou a následném vymražení a oddělení téměř 3/4 přítomného vápníku obsahuje vymražený roztok 21 až 22 % P_2O_5 , 7 až 8 % CaO a 0,6 % sumy vzácných zemin. Parciální neutralizace hořečnatou surovinou se vede do pH 1,3 až 2,0. Míra neutralizace je měřena skleněnou elektrodou po zředění neutralizovaného roztoku vodou v poměru 1 : 10, tj. 10 g/100 ml. Získaná sraženina fosforečnanů vzácných zemin obsahuje 80 až 85 % vzácných zemin původně obsažených v apatitu Kola. Obsah nežádoucí balastní látky - CaO v získaném koncentrátu vzácných zemin je mnohem nižší, než při amoniakálním způsobu. Při uvedené účinnosti vyloučení fosforečnanů vzácných zemin činí obsah CaO v koncentrátu 4 % oproti 10 až 15 % při amoniakálním způsobu výroby.

Parciální neutralizaci hořečnatou surovinou je možné provádět jak kontinuálním, tak i diskontinuálním způsobem. Neutralizace probíhá v míchaných reaktorech, kam je dávkován jak vymražený roztok, tak hořečnatá surovina. Vyloučená sraženina fosforečnanů vzácných zemin se odseparuje. Čirý filtrát upravený přídavkem promývací vody obsahuje 4 až 5 % N, 18 až 19 % P_2O_5 , 5 až 6 % MgO a 6 až 7 % CaO a představuje kapalně hnojivo NPMg.

100 kg vymraženého roztoku o obsahu 21,4 % P_2O_5 , 7,6 % CaO, 5,5 % N a 0,6 % VZ_2O_3 se postupně neutralizuje 75 kg magnezitové moučky o obsahu 78,5 % MgO. Při neutralizaci se udržuje teplota 80 °C. Po ukončení neutralizace, kdy pH suspenze činí 1,7 (v zředění 1 : 10 s vodou) se přidá 35 kg H_2O a sraženina se odfiltruje, promyje a vysuší. Sušina obsahuje 28 % VZ_2O_3 , 4,2 % CaO a 21,3 % P_2O_5 .

Filtrátem je kapalně hnojivo o složení 4,6 % N, 17,8 % P_2O_5 , 5,0 % MgO a 6,8 % CaO.

PŘEDMĚT VYNALÉZU

Způsob získávání fosforečnanového koncentráту vzácných zemin, vyznačující se tím, že se kyselina fosforečná obsahující vzácné zeminy, získaná například rozkladem přírodních fosfátů kyselinou dusičnou a úpravou poměru vápník / fosfor, neutralizuje reakcí s hořečnatou surovinou obsahující oxid a/nebo hydroxid a/nebo sůl hořčíku se slabou kyselinou jako je například uhličitán s tím, že je neutralizace vedena pouze do pH produktu 1,3 až 2,0 měřeno skleněnou elektrodou po zředění 1 : 10, tj. 10 g/100 ml a vysrážené fosforečnany vzácných zemin se odseparují od filtrátu představujícího kapalně NPMg hnojivo.