

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2789944

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Букина Василиса Сергеевна (RU), Бабыкин Родион Романович (RU), Зубкова Ольга Сергеевна (RU), Пягай Игорь Николаевич (RU)*

Заявка № 2022124532

Приоритет изобретения 16 сентября 2022 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 14 февраля 2023 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 16 сентября 2042 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





(51) МПК
C01F 11/18 (2006.01)
C01B 25/18 (2006.01)
C01D 5/00 (2006.01)
B09B 3/00 (2006.01)
B09B 101/00 (2022.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01F 11/18 (2022.08); *C01B 25/18* (2022.08); *C01D 5/00* (2022.08); *B09B 3/00* (2022.08); *B09B 2101/00* (2022.08)

(21)(22) Заявка: 2022124532, 16.09.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.09.2022

Дата регистрации:
14.02.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 16.09.2022

(45) Опубликовано: 14.02.2023 Бюл. № 5

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
 ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский ГУ",
 Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Букина Василиса Сергеевна (RU),
 Бабыкин Родион Романович (RU),
 Зубкова Ольга Сергеевна (RU),
 Пягай Игорь Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
 образовательное учреждение высшего
 образования "Санкт-Петербургский горный
 университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: CN 104495774 A, 08.04.2015. SU
 1296512 A1, 15.03.1987. RU 2258036 C1,
 10.08.2005. RU 2456358 C1, 20.07.2012. RU
 2509724 C1, 20.03.2014. RU 2677047 C1,
 15.01.2019. RU 2680589 C1, 22.02.2019. CN
 103232052 A, 07.08.2013.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБОНАТА КАЛЬЦИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к гидрометаллургической переработке минерального сырья и к защите окружающей среды и может быть использовано при комплексной переработке фосфогипса. Сначала фосфогипс промывают водой 1-2 ч при температуре от 60 до 70°C. Полученную суспензию фильтруют с получением раствора серной и фосфорной кислот и отмытого фосфогипса. Раствор серной и фосфорной кислот направляют в цикл производства фосфорной

кислоты. Отмытый фосфогипс отправляют на конверсию раствором карбоната натрия с последующим отделением осадка от раствора. Твёрдая фаза представляет собой целевой продукт - обескисленный карбонат кальция, а жидкая фаза - раствор сульфата натрия, который отправляют на выпаривание с получением натриевой соли серной кислоты. Предварительная отмывка фосфогипса позволяет уменьшить содержание остаточных кислот в целевом продукте и увеличить его выход. 1 табл., 17 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11)**2 789 944**⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
C01F 11/18 (2006.01)
C01B 25/18 (2006.01)
C01D 5/00 (2006.01)
B09B 3/00 (2006.01)
B09B 101/00 (2022.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C01F 11/18 (2022.08); *C01B 25/18* (2022.08); *C01D 5/00* (2022.08); *B09B 3/00* (2022.08); *B09B 2101/00* (2022.08)

(21)(22) Application: **2022124532, 16.09.2022**(24) Effective date for property rights:
16.09.2022Registration date:
14.02.2023

Priority:

(22) Date of filing: **16.09.2022**(45) Date of publication: **14.02.2023** Bull. № 5

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij GU", Patentno-
litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Bukina Vasilisa Sergeevna (RU),
Babykin Rodion Romanovich (RU),
Zubkova Olga Sergeevna (RU),
Piagai Igor Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet» (RU)**

(54) METHOD FOR PRODUCING CALCIUM CARBONATE

(57) Abstract:

FIELD: raw materials hydrometallurgical processing.

SUBSTANCE: invention relates to hydrometallurgical processing of mineral raw materials and to environmental protection and can be used in the complex processing of phosphogypsum. First, phosphogypsum is washed with water for 1-2 hours at a temperature of 60 to 70°C. The resulting suspension is filtered to obtain a solution of sulfuric and phosphoric acids and washed phosphogypsum. A solution of sulfuric and phosphoric acids is sent to the phosphoric

acid production cycle. The washed phosphogypsum is sent for conversion with a sodium carbonate solution, followed by separation of the precipitate from the solution. The solid phase is the target product - deoxidized calcium carbonate, and the liquid phase is a solution of sodium sulfate, which is sent for evaporation to obtain the sodium salt of sulfuric acid.

EFFECT: preliminary washing of phosphogypsum makes it possible to reduce the content of residual acids in the target product and increase its yield.

1 cl, 1 tbl, 17 ex

RU
2 789 944
C 1

RU
2 789 944
C 1

Изобретение относится к способам гидрометаллургической переработки минерального сырья, а именно к способам глубокой переработки промышленных отходов, и в частности к комплексной переработке фосфогипса.

Известен способ переработки фосфогипса (патент РФ № 2456358, опубл. 20.07.2012) способ переработки фосфогипса включает обработку водным раствором, содержащим карбонат щелочного металла, при нагревании с последующим отделением карбонатов кальция и стронция. Предварительно перед обработкой фосфогипс подвергают биовыщелачиванию с использованием бактериальных комплексов, состоящих из нескольких видов ацидофильных тионовых бактерий в активной фазе роста, адаптированных к фосфогипсу. Биовыщелачивание ведут в чановом режиме при отношении Т:Ж=1:5-1:9, температуре 15- 45°C и аэрации в течение 3-30 суток с переводом в жидкую фазу редкоземельных элементов и фосфора. Полученный кек подвергают обработке водным раствором, содержащим в качестве карбоната щелочного металла карбонат калия.

Недостатком способа является то, что ацидофильные тионовые бактерии оказывают ускоряющее действие на процесс коррозии малоуглеродистой стали, за счёт своей высокой окислительной активности, что в дальнейшем приведёт к повышенному износу технологического оборудования.

Известен способ получения высокочистого углекислого кальция и азотно-сульфатного удобрения (патент РФ № 2509724, опубл. 20.03. 2014), проводят конверсию фосфогипса раствором карбоната аммония с получением раствора сульфата аммония и фосфомела. Фосфомел растворяют в азотной кислоте, отделяют нерастворимый остаток фильтрацией от раствора нитрата кальция. Далее проводят взаимодействие раствора нитрата кальция с карбонатом аммония с получением продукционной пульпы углекислого кальция в растворе нитрата аммония, осаждение из нее высокочистого углекислого кальция и переработку раствора нитрата аммония в азотно-сульфатное удобрение. Продукционную пульпу разделяют на две части, одну из которых подают на фильтрацию для отделения осадка высокочистого углекислого кальция, а вторую - на предварительное смешение с раствором карбоната аммония до концентрации карбоната аммония в жидкой фазе, равной 4,0-8,0%. В процессе осаждения высокочистого углекислого кальция поддерживают температуру 40-45°C и концентрацию избыточного карбоната аммония в жидкой фазе пульпы 0,5-1,0%. Раствор нитрата аммония, полученный после отделения осадка углекислого кальция, смешивают с раствором сульфата аммония, полученным после конверсии фосфогипса, смесь упаривают, гранулируют и сушат.

Недостатком способа является то, что для полноты протекания конверсии фосфогипса в углекислый кальций, согласно термодинамическим расчётам, необходим дополнительный подвод тепла, увеличение давления и времени протекания реакции, т.е. переход от реакторной системы к автоклаву. Кроме того, предварительная обработка фосфогипса азотной кислотой перед конверсией с карбонатом аммония для увеличения выхода готового продукта, углекислого кальция, усиления полноты протекания реакции и последующая двукратная противоточная промывка приводит к образованию сточных вод с повышенным содержанием аммиака.

Известен способ переработки фосфогипса на сложное удобрение, содержащее азот, кальций и серу (патент РФ № 2677047, опубл. 15.01.2019), включает конверсию фосфогипса с последующим отделением осадка от раствора, причем перед конверсией фосфогипса получают его суспензию с влажностью от 56 до 59%, которую разделяют на две части. Конверсию первой части суспензии фосфогипса проводят при температуре

от 70 до 100°C путем ввода в нее при непрерывном перемешивании карбоната натрия с образованием смеси из карбоната кальция и раствора сульфата натрия. Во вторую часть суспензии фосфогипса вводят при непрерывном перемешивании карбамид при определенном соотношении компонентов, поддерживая температуру суспензии от 50 до 55°C, в результате чего получают суспензию химического соединения $\text{CaSO}_4 \bullet 4\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ и карбоната кальция, затем, полученный после конверсии первой части суспензии фосфогипса, смешивают с суспензией химического соединения $\text{CaSO}_4 \bullet 4\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, причем смешение карбоната кальция с химическим соединением $\text{CaSO}_4 \bullet 4\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ведут при определенном соотношении компонентов. Полученную в такой последовательности суспензию сложного по составу удобрения направляют на сушку и грануляцию.

Недостатком способа является то, что технологический процесс является сложным, за счёт отдельного ввода сульфата натрия и карбамида. Такой способ переработки является многоступенчатым и энергозатратным, требующим использования значительного количества различных типов химического оборудования.

Известен способ переработки фосфогипса на сульфат аммония и карбонат кальция (патент РФ № 1296512, опубл. 15.03.1987), включает обработку суспензии фосфогипса в аммиачной воде при Т:Ж 1: (2,0-2,35) углекислым газом, подаваемым в зону реакции с приведенной скоростью 0,26-0,45 м/с в зависимости от стехиометрии. При этом разложение фосфогипса проводят в режиме непрерывного проточного пневмотранспорта реакционной пульпы. Степень разложения фосфогипса 95-98% достигается за 15-20 мин.

Недостатком способа является то, что после образования гидрокарбоната кальция в ходе реакции с углекислым газом и фосфогипсом после сбрасывания давления гидрокарбонат кальция распадается на карбонат кальция с бурным выделением углекислого газа, что приводит к выбросам избыточного углекислого газа в атмосферу, также реакция приводит к образованию накипи на стенках технологического оборудования.

Известен способ получения наноструктурированного гидроксиапатита и кристаллического сульфата кальция (патент CN 104495774, опубл. 08.04.2015), принятый за прототип, включает предварительную промывку фосфогипса водой, после которой получают суспензию фосфогипса. Далее суспензию фильтруют, где жидкая фаза - раствор кислот, а твердая фаза - отмытый фосфогипс. Отмытый фосфогипс направляют на конверсию карбонатом натрия и разделяют полученные в результате конверсии твердую фазу в виде карбоната кальция и жидкую фазу - раствор сульфата натрия. Карбонат кальция разлагают азотной или соляной кислотой, получают раствор содержащий ионы кальция с не растворимыми примесями, далее полученный раствор фильтруют, где жидкая фаза - раствор содержащий ионы кальция, а твердая фаза - нерастворимые примеси. Отфильтрованный раствор с ионами кальция используется для дальнейшего получения наноструктурированного гидроксиапатита и кристаллического сульфата кальция.

Недостатком способа является то, что основными продуктами переработки фосфогипса являются наноструктурированный гидроксиапатит и кристаллический сульфат кальция, что подразумевает собой сложный и дорогостоящий процесс. В то время как, получение карбоната кальция используется в виде промежуточного этапа, хотя может являться товарным продуктом, процесс получения которого менее сложный и энергозатратный.

Техническим результатом является получение обескисленного карбоната кальция из фосфогипса.

Технический результат достигается тем, что производят промывку фосфогипса водой при температуре от 60 до 70°C, в течение от 1 до 2 часов, после фильтрации, полученный раствор серной и фосфорной кислот направляют в цикл производства фосфорной кислоты, а отмытый фосфогипс отправляют на конверсию, которую проводят раствором карбоната натрия, с получением твердой фазы обескисленного карбоната кальция и жидкой фазы - раствора сульфата натрия, который отправляют на выпаривание с получением натриевой соли серной кислоты.

Способ осуществляется следующим образом. В качестве исходного сырья используют фосфогипс, в составе которого содержится масс. %: SiO₂-1,62; SO₃-58,72; CaO-36,41; SrO-2,43. Фосфогипс загружается в монореактор HEL и заливается водой. Отмывка фосфогипса проводится в диапазоне температур от 60 до 70 °С в течение от 1 до 2 часов при непрерывном перемешивании в режиме не менее 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получается суспензия. Полученная суспензия выгружается на вакуумный фильтр и разделяется на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивается в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направляется в цикл производства фосфорной кислоты.

Затем проводится конверсия отмытого фосфогипса в обескисленный карбонат кальция. Отмытый фосфогипс загружается в монореактор HEL с добавлением раствора карбоната натрия при непрерывном перемешивании в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой при температуре от 75 до 80°C. После завершения конверсии получается суспензия. Полученная суспензия выгружается на вакуумный фильтр и разделяется на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривается вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получается натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивается в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С.

Способ переработки фосфогипса поясняется следующими примерами.

Пример 1. Образец фосфогипса без предварительной промывки количеством 15 г подвергался конверсии фосфогипса в карбонат кальция с добавлением раствора Na₂SO₄. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75°C и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 46,4 %.

Пример 2. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 50°C в течение получаса с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в

сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 44,9 %.

Пример 3. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 50°С в течение 1 часа с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 46,2 %.

Пример 4. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 50°С в течение 2 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция

высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 45,3 %.

5 Пример 5. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась
при температуре 50°С в течение 3 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200
об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса
получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и
разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде
10 раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл
производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г
подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия.
Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре
15 от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на
вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната
кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата
натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и
получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
20 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната
кальция составил 44,6 %.

Пример 6. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и
заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась
25 при температуре 60°С в течение получаса с непрерывным перемешиванием в режиме
200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки
фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный
фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в
виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
30 сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл
производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г
подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия.
Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре
от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
35 завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на
вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната
кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата
натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и
получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
40 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната
кальция составил 59,8 %.

Пример 7. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и
заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась
при температуре 60°С в течение 1 часа с непрерывным перемешиванием в режиме 200
45 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса
получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и
разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде
раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в

сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 64,7%.

Пример 8. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 60°С в течение 2 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 65,0 %.

Пример 9. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 60°С в течение 3 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция

высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 57,2 %.

Пример 10. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

5 проводилась при температуре 70°С в течение получаса с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
10 сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
15 завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
20 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 69,5 %.

Пример 11. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

25 проводилась при температуре 70°С в течение 1 часа с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
30 сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
35 завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
40 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 72,3 %.

Пример 12. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

45 проводилась при температуре 70°С в течение 2 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в

сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 72,0 %.

Пример 13. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 70°С в течение 3 часа с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 69,7%.

Пример 14. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса проводилась при температуре 80°С в течение получаса с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция

высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 54,6 %.

Пример 15. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

5 проводилась при температуре 80°С в течение 1 часа с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
10 сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
15 завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
20 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 56,5 %.

Пример 16. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

25 проводилась при температуре 80°С в течение 2 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в
30 сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После
35 завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция
40 высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 56,2 %.

Пример 17. Образец фосфогипса количеством 60 г загружался в монореактор HEL и заливался дистиллированной водой в количестве 1 л. Отмывка фосфогипса

45 проводилась при температуре 80°С в течение 3 часов с непрерывным перемешиванием в режиме 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения процесса отмывки фосфогипса получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде отмытого фосфогипса и жидкую фазу в виде раствора серной и фосфорной кислот. После отмытый фосфогипс высушивался в

сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С, раствор направлялся в цикл производства фосфорной кислоты. После отмытый фосфогипс количеством 15 г подвергался конверсии в карбонат кальция с добавлением раствора карбоната натрия. Процесс конверсии проводился в монореакторе HEL, в течение 1 ч, при температуре от 70 до 75 °С и режиме перемешивания 200 об/мин верхнеприводной мешалкой. После завершения конверсии получалась суспензия. Полученная суспензия выгружалась на вакуумный фильтр и разделялась на твердую фазу в виде обескисленного карбоната кальция и жидкую фазу в виде раствора сульфата натрия. Далее из раствора сульфата натрия выпаривалась вода в сушильном шкафу при температуре от 80 до 90 °С и получалась натриевая соль серной кислоты. Обескисленный карбонат кальция высушивался в сушильном шкафу при температуре от 80 до 100 °С. Выход карбоната кальция составил 52,9%, результат данного опыта представлен в таблице 1 и обозначен как образец 17.

В Таблице 1 представлены данные о зависимости режима отмытки кислого фосфогипса на выход карбоната кальция, полученные в ходе исследований.

Образец	t, мин	T, °С	CaCO ₃ , %
1	-	-	46,4
2	30	50	44,9
3	60		46,2
4	120		45,3
5	180		44,6
6	30		60
7	60	64,7	
8	120	65,0	
9	180	57,2	
10	30	70	69,5
11	60		72,3
12	120		72,0
13	180		69,7
14	30	80	54,6
15	60		56,5
16	120		56,2
17	180		52,9

Из представленных данных видно, что оптимальными параметрами отмытки фосфогипса для наибольшего выхода обескисленного карбоната кальция после конверсии являются область температур от 60 до 70 °С и временной диапазон от 1 до 2 часов. Предварительная отмытка фосфогипса при оптимальных параметрах позволяет получить наибольший выход карбоната кальция.

(57) Формула изобретения

Способ получения карбоната кальция, включающий предварительную промывку фосфогипса с получением суспензии и конверсию отмытого фосфогипса с последующим отделением осадка от раствора, конверсию отмытого фосфогипса ведут карбонатом натрия, отличающийся тем, что производят промывку фосфогипса водой при температуре от 60 до 70°С в течение от 1 до 2 часов, после фильтрации полученный раствор серной и фосфорной кислот направляют в цикл производства фосфорной кислоты, а отмытый фосфогипс отправляют на конверсию раствором карбоната натрия с получением твердой фазы обескисленного карбоната кальция и жидкой фазы - раствора сульфата натрия, который отправляют на выпаривание с получением натриевой соли

серной кислоты.

5

10

15

20

25

30

35

40

45