

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
№ 2818698

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАГНИЙ-АММОНИЙНОГО ФОСФАТА ИЗ САПОНИТОВОГО ШЛАМА

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Зубкова Ольга Сергеевна (RU), Торопчина Мария Андреевна (RU), Волощук Евгений Алексеевич (RU)*

Заявка № 2023123961

Приоритет изобретения 18 сентября 2023 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 03 мая 2024 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 18 сентября 2043 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01B 25/34 (2024.01); C01B 25/45 (2024.01); C22B 7/006 (2024.01)

(21)(22) Заявка: 2023123961, 18.09.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.09.2023

Дата регистрации:
03.05.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 18.09.2023

(45) Опубликовано: 03.05.2024 Бюл. № 13

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

Зубкова Ольга Сергеевна (RU),
Торопчина Мария Андреевна (RU),
Волощук Евгений Алексеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет императрицы Екатерины II"
(RU)

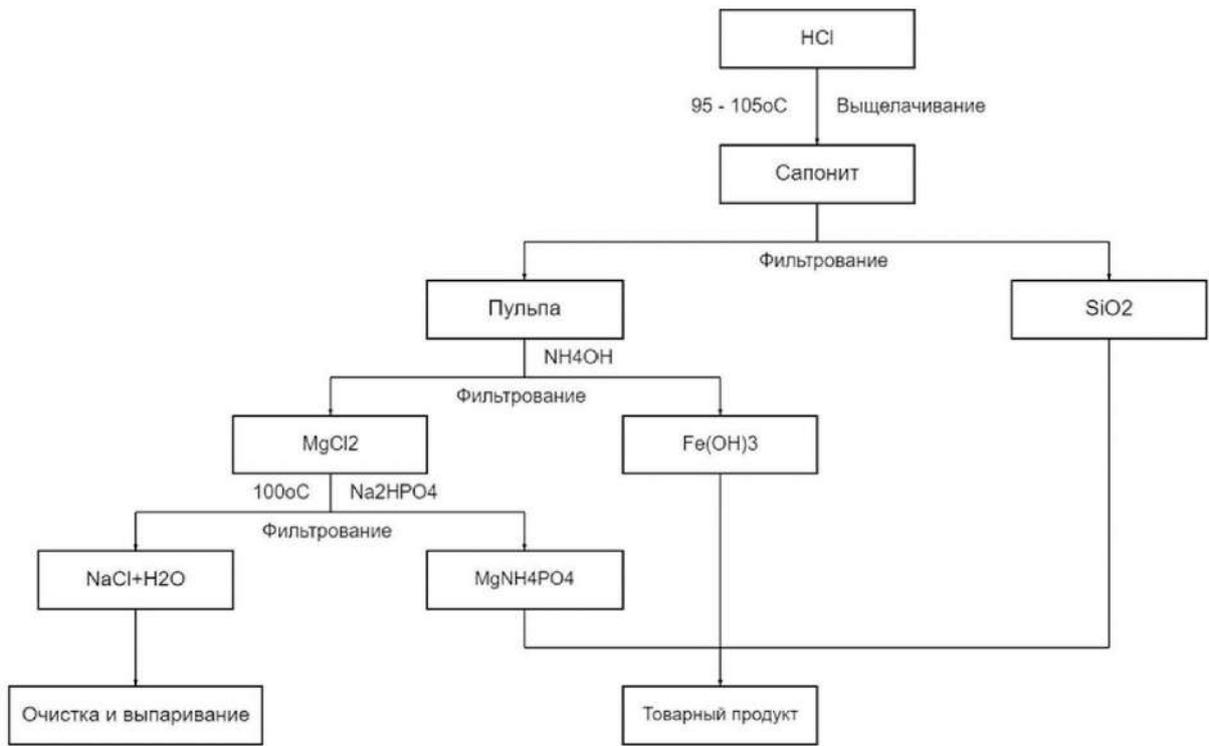
(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: УМИРОВ Ф.Э. и др. Термическое
обогащение минерала сапонита и получение
соединений магния, International Journal of
Advanced Technology and natural Sciences, 2022,
vol.3(4), p.15-18. RU 2411223 C1, 10.02.2011. RU
2716048 C1, 05.03.2020. RU 2775771 C1,
08.07.2022. SU 971831 A1, 07.11.1982. EP 3740455
B1, 26.10.2022.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАГНИЙ-АММОНИЙНОГО ФОСФАТА ИЗ САПОНИТОВОГО ШЛАМА

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению получения магний-аммонийного фосфата из сапонитового глиняного шлама. Получение магний-аммонийного фосфата включает подачу исходного сырья в реактор с постоянным перемешиванием для смешения с соляной кислотой, нейтрализацию аммиаком и смешение с гидрофосфатом натрия, а также фильтрацию. В качестве исходного сырья используют сапонитовый мелкодисперсный глинопорошок, который при температуре от 95 до 105°C перемешивают в течение от 15 до 20 мин. Полученную суспензию фильтруют с получением твердой фазы – осадка аморфного кремнезема и жидкой фазы – кислого раствора хлоридов,

который направляют на нейтрализацию аммиаком концентрацией 13% до достижения pH = 7. Полученную пульпу фильтруют с получением твердой фазы – железоникелевого осадка и жидкой фазы – раствора хлорида магния, который при температуре от 105 до 115°C смешивают с 1М гидрофосфатом натрия, а затем фильтруют с получением твердой фазы – магний-аммонийного фосфата и жидкой фазы – соляного раствора, который направляют на очистку или выпаривание с получением хлорида натрия. Способ позволяет получить магний-аммонийный фосфат выщелачиванием соляной кислотой из сапонитового шлама. 4 ил., 1 табл., 15 пр.



Фиг. 1

RU 2818698 C1

RU 2818698 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 25/34 (2006.01)
C01B 25/45 (2006.01)
C22B 7/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C01B 25/34 (2024.01); C01B 25/45 (2024.01); C22B 7/006 (2024.01)

(21)(22) Application: **2023123961, 18.09.2023**

(24) Effective date for property rights:
18.09.2023

Registration date:
03.05.2024

Priority:
(22) Date of filing: **18.09.2023**

(45) Date of publication: **03.05.2024** Bull. № 13

Mail address:
**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO Sankt-Peterburgskij GU, Patentno-
litsenzyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Zubkova Olga Sergeevna (RU),
Toropchina Mariya Andreevna (RU),
Voloshchuk Evgenij Alekseevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
universitet imperatritsy Ekateriny II" (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING MAGNESIUM-AMMONIUM PHOSPHATE FROM SAPONITE SLUDGE**

(57) Abstract:

FIELD: chemical or physical processes.

SUBSTANCE: invention relates to production of magnesium-ammonium phosphate from saponite clay slime. Production of magnesium-ammonium phosphate involves supply of starting material into a reactor with constant stirring for mixing with hydrochloric acid, neutralization with ammonia and mixing with sodium hydrophosphate, as well as filtration. Initial raw material used is saponite finely dispersed clay powder, which is stirred at temperature of 95 to 105 °C for 15 to 20 minutes. Obtained suspension is filtered to obtain a solid phase—a precipitate of amorphous silica and a liquid phase—an acidic solution of chlorides, which is

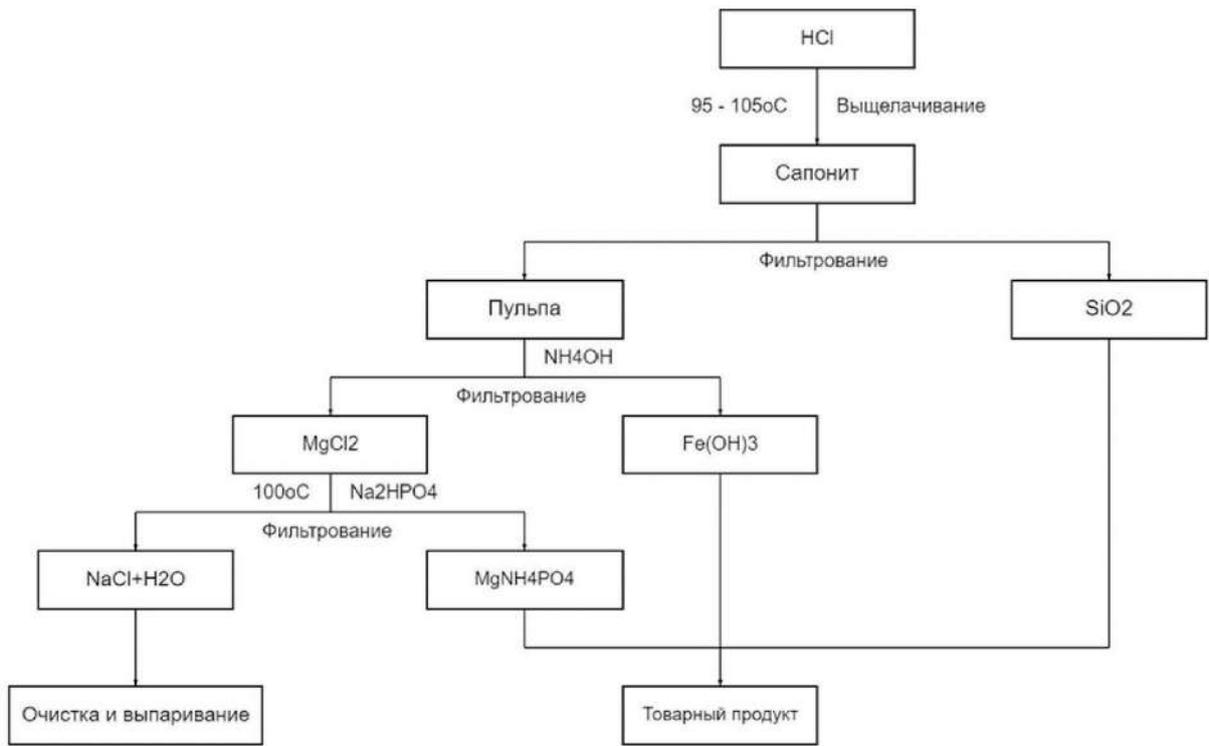
directed for neutralization with ammonia with concentration of 13 % until pH=7. Obtained pulp is filtered to obtain solid phase—iron-nickel precipitate and liquid phase—magnesium chloride solution, which at temperature of 105 to 115 °C is mixed with 1M sodium hydrophosphate, and then filtered to obtain a solid phase—magnesium-ammonium phosphate and a liquid phase—a salt solution, which is sent for purification or evaporation to obtain sodium chloride.

EFFECT: method enables to obtain magnesium-ammonium phosphate by leaching with hydrochloric acid from saponite sludge.

1 cl, 4 dwg, 1 tbl, 15 ex

RU 2 818 698 C1

RU 2 818 698 C1



Фиг. 1

RU 2818698 C1

RU 2818698 C1

Изобретение относится к технологии неорганических веществ, в частности к способам получения магниезальных продуктов и может быть использовано в химической промышленности при получении фосфата магния из сапонитового глиняного шлама.

Известен способ получения оксида магния (патент РФ № 2078039, опубл. 1997.04.27) 5
сущность способа заключается в том, что исходный магнезит растворяют в азотной кислоте и проводят обработку суспензии аммиаком при pH 5,8-6,0 для осаждения примесей. Далее осадок гидроксидного шлама отделяют от раствора, из которого осаждают гидроксид магния при pH 10,0-10,5. После отделения осадка проводят его отмывку таким образом, чтобы содержание кальция в гидроксиде магния на этой 10
операции изменялось в пределах 0,03-0,25 мас. %.

Недостатком данного способа является то, что азотная кислота в качестве экстрагента недостаточно хорошо растворяет магний, содержащийся в магнезите, а образовавшийся осадок примесей сам по себе является отходом этого производства.

Известен способ комплексной переработки серпентинита (патент РФ № 2097322, 15
опубл. 1997.11.27), серпентинит разлагают серной кислотой оптимальной концентрации 20-50%. На первой стадии получают осадок аморфного кремнезема двуокиси кремния и неразложившихся магнитных минералов. Эту смесь подвергают электромагнитной сепарации с выделением концентрата магнетита и хромита и чистой двуокиси кремния. Полученный фильтрат нейтрализуют до pH 7-8,5, при этом из него осаждаются 20
гидроокислы металлов хром-никель-железистого состава. Из оставшегося фильтрата методом карбонизации получают карбонат магния, который прокаливанием переводят в окись магния. Из конечного раствора выпариванием получают сульфат натрия.

Недостатком способа является то, что не обеспечивается замкнутый цикл производства оксида магния, используемые в технологии серная кислота и гидроксид 25
натрия необратимо расходуются и выводятся в виде сульфата натрия. Последующая экстракция кремнезема едкой щелочью и осаждение геля кремнекислоты соляной кислотой и хлористым аммонием повышает себестоимость готовой продукции. Выделение окиси магния также связано с многостадийностью процесса.

Известен способ получения оксида магния из серпентинита по замкнутому циклу 30
(авторское свидетельство СССР № 2011638, опубл. 1994.04.30), способ получения MgO из серпентинита заключается в том, что последний сплавляют с сульфатом аммония при 250-400°C. Продукт сплавления выщелачивают водой, после чего из полученного раствора сульфата магния удаляют примеси Ca, Fe, Ni, Co, Si, Ca и т. д. осаждением их в виде гидроксидов фракционной нейтрализацией. Осадок отделяют фильтрацией, а из 35
фильтрата обработкой его аммиаком сначала осаждают Mg(OH)₂ при pH 10,0 - 10,5, а затем при pH 11,0 - 11,5 карбонатом аммония осаждают карбонат магния. После этого оба осадка отмывают от сульфат-иона и подвергают термообработке при 750°C с получением оксида магния. При этом полученный на стадии осаждения Mg(OH)₂ раствор (NH₄)₂SO₄ упаривают, гранулируют и направляют на стадию спекания с серпентинитом, 40
а выделившийся на этой стадии аммиак конденсируют и рециркулируют на стадию осаждения Mg(OH)₂. Степень осаждения Mg(OH)₂ составляет 98-100%.

Недостатком способа является большой расход энергоресурсов, связанный с большой массой материалов, обрабатываемых методом плавления: масса расплавляемого 45
материала в 4-6 раз превосходит массу перерабатываемого серпентинита - продукт для плавления состоит как из серпентинита, так и сульфата аммония при соотношении весов от 1:3 до 1:5.

Известен способ получения магния из кремнийсодержащих отходов (патент РФ №

2240369, опубл. 2004.11.20), способ получения магния из кремнийсодержащих отходов, включает измельчение отходов и разделение их на фракции, выщелачивание солянокислым раствором с получением хлормагниевого суспензии, разделение раствора и осадка, очистку и концентрирование раствора, многостадийное обезвоживание раствора с получением безводного хлормагниевого сырья для электролиза, электролиз с получением магния, хлора и электролита, конверсию хлора с получением хлорида водорода и направление его на стадии подготовки сырья для электролиза, возврат электролита на стадию подготовки сырья для электролиза. В предложенном способе кремнеземистый осадок после отделения раствора промывают от хлор-иона и подвергают термообработке, затем смешивают с восстановителем и обрабатывают хлором с получением тетрахлорида кремния. Термообработку и обработку хлором кремнеземистого осадка проводят в кипящем слое. Обработку хлором кремнеземистого осадка проводят в расплаве хлоридов щелочных металлов. Перед смешением с восстановителем кремнеземистый осадок подвергают магнитной и электростатической сепарации с получением кремнеземистого концентрата. В качестве восстановителя используют пековый или нефтяной кокс. Перед смешиванием с восстановителем кремнеземистый осадок измельчают до крупности менее 0,20 мм, обеспечивается снижение количества отходов, образующихся при получении магния, уменьшение загрязнения окружающей среды, получение из отходов нового товарного продукта - тетрахлорида кремния.

Недостатком процесса является большое количество неиспользуемых отходов, так из 1000 кг кремнеземистых асбестовых отходов извлечено 208,4 кг магния, что составляет ~21%, остальное количество отходов - кремнеземистый осадок, содержащий, в основном, соединения кремния, магния, железа, никеля, кобальта, алюминия и др. - не утилизируется, т.е. направляется в хранилище твердых отходов, что загрязняет окружающую среду, использование отходов полидисперсного состава при наличии в них асбестового волокна приводит к ухудшению качества получаемых растворов хлорида магния, что приводит к усложнению процесса очистки раствора хлорида магния, т.к. при фильтрации ткань забивается асбестовыми волокнами.

Известен способ получения оксида магния (Лебедев В.А. Седых В.И. Металлургия магния. Учебное пособие Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2010. 174 с.), который осуществляется следующим способом: приготовление кислотно-солевого раствора, направляемого на выщелачивание серпентина, осуществляется в цикле очистки отходящих газов первой и второй стадии обезвоживания карналлита. Очистка газов от пыли и хлористого водорода проводится в аппаратах мокрой газоочистки с использованием в качестве абсорбента промывной воды. Полученный кислотно-солевой раствор с концентрацией HCl 15-16% поступает на выщелачивание. Окончательная очистка отходящих газов от хлора происходит путем поглощения его хлористым железом. Хлорное железо, образующееся в результате реакции, является исходным сырьем для получения пигментов на основе оксида железа. Перед выщелачиванием измельченный серпентинит подвергают классификации и магнитной сепарации, при этом для выщелачивания используют магнитную фракцию серпентинита, обогащенную железом и никелем. Выщелачивание серпентина кислотно-солевым раствором осуществляется в реакторах при температуре 90-105°C. Полученная в результате выщелачивания суспензия разделяется путем фильтрования на кислый раствор хлоридов и осадок аморфного кремнезема. Раствор передают на передел нейтрализации и очистки, а осадок аморфного кремнезема направляют на производство товарной продукции (жидкое стекло, тетрахлорид кремния, сорбенты, наполнители). Для нейтрализации

соляной кислоты и осаждения примесей из раствора хлорида магния используется тонко дисперсный брусит $Mg(OH)_2$. Полученная пульпа разделяется в отстойнике, сгущенная часть фильтруется. Раствор хлорида магния после концентрирования направляется на передел синтеза карналлита, а железоникелевый осадок после соответствующей

5 подготовки может быть направлен в металлургическое производство. Концентрированный раствор $MgCl_2$, подогретый до $110-115^\circ C$, поступает в реактор, в котором смешивается с гранулированным отработанным электролитом. Насыщенный раствор поступает в отстойник, в котором происходит очистка раствора от

10 нерастворимых включений, поступивших с электролитом. Осветленный раствор подается на вакуумкристаллизационную установку, в которой происходит образование кристаллов карналлита. Охлажденная пульпа направляется на операции сгущения и фильтрации с получением синтетического карналлита, содержащего $31,8\% MgCl_2$.

Недостатком процесса является потребность в подготовке отходящих газов и последующего приготовления кислотно-солевого раствора, а также ввода хлорного

15 железа для очистки отходящих газов от хлора. Использование технически сложного оборудования, необходимого для предварительных операций перед процедурой выщелачивания, таких как классификация и магнитная сепарация, при этом для выщелачивания используют магнитную фракцию серпентинита, обогащенную железом

20 и никелем.

Известен способ термического обогащения минерала сапонита и получение соединений магния (Умиров Ф.Э., Пирназаров Ф.Г., Умиров У.Ф., Темиров У.Ш. International Journal of Advanced Technology and Natural Sciences. 2022. vol.3(4), p. 15-18),

25 принятый за прототип, который осуществляется следующим способом, сапонитовый минерал в течение 2 часов обжигают при температуре $600-900^\circ C$, обожженный сапонитовый минерал обрабатывали соляной кислотой, далее к раствору хлоридов кальция и магния добавляли раствор дигидрофосфата аммония $(NH_4)H_2PO_4$. Полученный раствор встряхивали при $80^\circ C$ в течение 20 минут, полученный раствор охлаждали в

естественных условиях до образования белого осадка магний-аммоний фосфата.

Недостатком процесса является предварительная термообработка сапонитового

30 минерала, спекание сапонита приводит к уменьшению удельной поверхности глины на 20% , что существенно снизит активационный кислотный процесс на стадии перехода хлоридов кальция и магния в раствор.

Техническим результатом является получение магний-аммонийного фосфата

35 выщелачиванием соляной кислотой из сапонитового шлама.

Технический результат достигается тем, что в качестве исходного сырья используют сапонитовый мелкодисперсный глинопорошок, который при температуре от 95 до $105^\circ C$ перемешивают в течение от 15 до 20 мин, далее полученную суспензию фильтруют с получением твердой фазы – осадка аморфного кремнезема, который направляют на

40 производство жидкого стекла и жидкой фазы – кислого раствора хлоридов, который направляют на нейтрализацию аммиаком концентрацией 13% до достижения $pH = 7$, полученную пульпу направляют на фильтрование, с получением твердой фазы – железоникелевого осадка, который направляют на металлургическое производство и жидкой фазы – раствора хлорида магния, который при температуре от 105 до $115^\circ C$

45 смешивают с $1M$ гидрофосфатом натрия, а затем фильтруют с получением твердой фазы – магнийаммонийного фосфата, которую используют в качестве добавки к тампонажным растворам, и жидкой фазы – соляного раствора, который направляют на очистку или выпаривание с получением хлорида натрия.

Способ получения магний-аммонийного фосфата из сапонитового шлама, поясняется следующими фигурами:

Фиг. 1 – принципиальная схема способа получения магний-аммонийного фосфата;

Фиг. 2 – график зависимости выхода аморфного кремнезёма от концентрации соляной кислоты;

Фиг. 3 – график зависимости выхода гидроксида железа (III) от концентрации аммиака;

Фиг. 4 – график зависимости выхода магний-аммонийного фосфата от концентрации гидрофосфата натрия.

Способ осуществляется следующим образом. Исходное сырье представляет собой сапонитовый мелкодисперсный глинопорошок, исходным составом, масс. %: SiO_2 –52,3; MgO –22,12; Fe_2O_3 –9,9 %; Al_2O_3 – 5,7; CaO – 4,6; прочее – 5,38.

Исходное сырье загружается в реактор (фиг. 1), где при температуре от 95 до 105°C смешивается с 15% соляной кислотой в соотношении 1:4. После добавления раствора соляной кислоты происходит процесс перемешивания в течение от 15 до 20 мин. Далее полученная в результате выщелачивания суспензия разделяется путем фильтрования на кислый раствор хлоридов и осадок аморфного кремнезема. Осадок аморфного кремнезёма направляют на производство жидкого стекла, тетрахлорида кремния, сорбентов, наполнители.

Кислый раствор хлоридов направляется на нейтрализацию аммиаком концентрацией 13% в количестве от 40 до 45 мл для достижения $\text{pH} = 7$ в реактор, где происходит выпадение осадков гидроксидов железа и никеля. Полученную пульпу направляют на фильтрование с получением железо-никелевого осадка, который направляется на металлургическое производство и раствора хлорида магния. Раствор хлорида магния направляют в реактор, где при температуре от 105° до 115°C смешивают с 1М гидрофосфатом натрия в соотношении 1:2. Затем продукт смешения отправляют на фильтрацию с получением твердой фазы магний-аммонийного фосфата, которая используется в качестве добавки к тампонажным растворам, и жидкой фазы соляного раствора. Соляной раствор после фильтрации направляется на очистку или выпаривание с получением хлорида натрия.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. 5 грамм навески сапонитовой глинисто-пластичной массы обрабатывают 20 мл соляной кислоты 5% масс. при температуре от 90°C в течение 5 минут в реакторе с постоянным перемешиванием. Затем, полученная пульпа фильтруется на кислый раствор хлоридов и сгущенную массу аморфного кремнезема. Результаты обработки сапонита представлены в таблице 1. Выход аморфного кремнезёма составил 62%, фиг. 2. Протекание реакции затруднено ввиду низкой реакционной способности 1% соляной кислоты с сапонитом.

Таблица 1 – Результаты по выщелачиванию магний-аммонийного фосфата из сапонита

№ Способа	Температура, °C	Массовое соотношение, масс. %	Концентрация экстрагента (HCl), %	Время перемешивания, мин	Выход, %
I стадия выщелачивания					
1	90	1:4	5	5	62
2	95		10	10	79
3	100		15	15	83
4	105		20	20	99
5	110		25	25	99
II стадия выщелачивания					

	Температура, °С	Массовое соотношение, масс. %	Концентрация экстрагента (NH ₄ OH), %	Время перемешивания, мин	Выход, %			
5	6	-	-	3	5	51		
	7			5	10	59		
	8			10	15	69		
	9			13	20	87		
	10			15	25	85		
III стадия выщелачивания								
	Температура, °С	Массовое соотношение, масс. %	Концентрация экстрагента (Na ₂ HPO ₄), М	Время перемешивания, мин	Выход, %			
10	11	1:2	0,1	5	35			
	12					0,5	10	47
	13					1,0	15	61
	14					1,5	20	78
	15					2,0	25	82

Пример 2. 5 грамм навески сапонитовой глинисто-пластичной массы обрабатывают 20 мл соляной кислоты 10% масс. при температуре 95°C в течение 10 минут в реакторе с постоянным перемешиванием. Затем, полученная пульпа фильтруется на кислый раствор хлоридов и сгущенную массу аморфного кремнезема. Результаты обработки сапонита представлены в таблице 1. Выход аморфного кремнезема составил 79%, фиг. 2.

Пример 3. 5 грамм навески сапонитовой глинисто-пластичной массы обрабатывают 20 мл соляной кислоты 15% масс. при температуре 100°C в течение 15 минут в реакторе с постоянным перемешиванием. Затем, полученная пульпа фильтруется на кислый раствор хлоридов и сгущенную массу аморфного кремнезема. Результаты обработки сапонита представлены в таблице 1. Выход аморфного кремнезема составил 83%, фиг. 2.

Пример 4. 5 грамм навески сапонитовой глинисто-пластичной массы обрабатывают 20 мл соляной кислоты 20% масс. при температуре от 105°C в течение 20 минут в реакторе с постоянным перемешиванием. Затем, полученная пульпа фильтруется на кислый раствор хлоридов и сгущенную массу аморфного кремнезема. Результаты обработки сапонита представлены в таблице 1. Выход аморфного кремнезема составил 99%, фиг. 2.

Пример 5. 5 грамм навески сапонитовой глинисто-пластичной массы обрабатывают 20 мл соляной кислоты 25% масс. при температуре 110°C в течение 25 минут в реакторе с постоянным перемешиванием. Затем, полученная пульпа фильтруется на кислый раствор хлоридов и сгущенную массу аморфного кремнезема. Результаты обработки сапонита представлены в таблице 1. Выход аморфного кремнезема составил 99%, фиг. 2.

Пример 6. Отфильтрованную пульпу обрабатывают при постоянном перемешивании в течение 5 минут 40 мл раствора аммиака 3% масс. до достижения pH=7 в реакторе. Полученная суспензия фильтруется на нейтральный раствор хлорида магния и сгущенную массу гидроксида железа (III) Зависимость выхода гидроксида железа (III) представлена в таблице 1. Выход гидроксида железа (III) составил 51%, фиг. 3.

Пример 7. Отфильтрованную пульпу обрабатывают при постоянном перемешивании в течение 10 минут 40 мл раствора аммиака 5% масс. до достижения pH=7 в реакторе. Полученная суспензия фильтруется на нейтральный раствор хлорида магния и сгущенную массу гидроксида железа (III). Зависимость выхода гидроксида железа (III) представлена в таблице 1. Выход гидроксида железа (III) составил 59%, фиг. 3.

Пример 8. Отфильтрованную пульпу обрабатывают при постоянном перемешивании в течение 15 минут 40 мл раствора аммиака 10% масс. до достижения pH=7 в реакторе.

Полученная суспензия фильтруется на нейтральный раствор хлорида магния и сгущенную массу гидроксида железа (III). Зависимость выхода гидроксида железа (III) представлена в таблице 1. Выход гидроксида железа (III) составил 69%, фиг. 3.

5 Пример 9. Отфильтрованную пульпу обрабатывают при постоянном перемешивании в течение 20 минут 40 мл раствора аммиака 13% масс. до достижения pH 7 в реакторе. Полученная суспензия фильтруется на нейтральный раствор хлорида магния и сгущенную массу гидроксида железа (III). Зависимость выхода гидроксида железа (III) представлена в таблице 1. Выход гидроксида железа (III) составил 87%, фиг. 3.

10 Пример 10. Отфильтрованную пульпу обрабатывают при постоянном перемешивании в течение 25 минут 40 мл раствора аммиака 15% масс. до достижения pH = 7 в реакторе. Полученная суспензия фильтруется на нейтральный раствор хлорида магния и сгущенную массу гидроксида железа (III). Зависимость выхода гидроксида железа (III) представлена в таблице 1. Выход гидроксида железа (III) составил 85%, фиг. 3.

15 Пример 11. 50 мл раствора хлорида магния смешивают со 100 мл 0,1М гидрофосфатом натрия в реакторе при температуре 100°C и перемешивают в течение 5 минут. Полученная суспензия фильтруется на щелочной раствор хлорида натрия и сгущенную массу магний-аммонийного фосфата. Зависимость выхода магний-аммонийного фосфата представлена в таблице 1. Выход магний-аммонийного фосфата составил 35%, фиг. 4.

20 Пример 12. 50 мл раствора хлорида магния смешивают со 100 мл 0,5М гидрофосфатом натрия в реакторе при температуре от 105°C и перемешивают в течение 10 минут. Полученная суспензия фильтруется на щелочной раствор хлорида натрия и сгущенную массу магний-аммонийного фосфата. Зависимость выхода магний-аммонийного фосфата представлена в таблице 1. Выход магний-аммонийного фосфата составил 47%, фиг. 4.

25 Пример 13. 50 мл раствора хлорида магния смешивают со 100 мл 1М гидрофосфатом натрия в реакторе при температуре 110°C и перемешивают в течение 15 минут. Полученная суспензия фильтруется на щелочной раствор хлорида натрия и сгущенную массу магний-аммонийного фосфата. Зависимость выхода магний-аммонийного фосфата представлена в таблице 1. Выход магний-аммонийного фосфата составил 61%, фиг. 4.

30 Пример 14. 50 мл раствора хлорида магния смешивают со 100 мл 1,5М гидрофосфатом натрия в реакторе при температуре 115°C и перемешивают в течение 20 минут. Полученная суспензия фильтруется на щелочной раствор хлорида натрия и сгущенную массу магний-аммонийного фосфата. Зависимость выхода магний-аммонийного фосфата представлена в таблице 1. Выход магний-аммонийного фосфата составил 78%, фиг. 4.

35 Пример 15. 50 мл раствора хлорида магния смешивают со 100 мл 2М гидрофосфатом натрия в реакторе при температуре 120°C и перемешивают в течение 25 минут. Полученная суспензия фильтруется на щелочной раствор хлорида натрия и сгущенную массу магний-аммонийного фосфата. Зависимость выхода магний-аммонийного фосфата представлена в таблице 1. Выход магний-аммонийного фосфата составил 82%, фиг. 4.

40 Получение магния из сапонитовой глинисто-пластичной массы при обработке соляной кислотой концентрацией 1% при температуре от 90 до 105°C, при концентрации раствора аммиаком 3%, при обработке 0,1М гидрофосфатом натрия приводит к неполному растворению магния из сапонита и вследствие этого к незначительному выходу целевого продукта, а при получении магния из сапонита при обработке соляной кислотой концентрацией 20% при температуре 90-105°C, при концентрации раствора аммиаком 15%, при обработке 2,0М гидрофосфатом натрия вести не целесообразно ввиду отсутствия значительно влияния на выход целевого продукта.

Предлагаемый способ получения магний-аммонийного фосфата из сапонитового шлама с использованием соляной кислоты концентрацией 15% при температуре от 90

до 105°C в течение 15 минут в реакторе с постоянным перемешиванием, при добавлении раствора аммиака концентрацией 15% и дальнейшей обработке 2М раствором гидрофосфата натрия позволит получать товарный продукт, магний-аммонийный фосфат из экологических отходов горнодобывающего предприятия с достижением
5 выхода целевого продукта 90%.

(57) Формула изобретения

Способ получения магний-аммонийного фосфата из сапонитового шлама, включающий подачу исходного сырья в реактор для смешения с соляной кислотой с
10 постоянным перемешиванием, нейтрализацию аммиаком и смешение с гидрофосфатом натрия, фильтрацию, отличающийся тем, что в качестве исходного сырья используют сапонитовый мелкодисперсный глинопорошок, который при температуре от 95 до 105°C перемешивают в течение от 15 до 20 мин, далее полученную суспензию фильтруют с получением твердой фазы – осадка аморфного кремнезема, который направляют на
15 производство жидкого стекла и жидкой фазы – кислого раствора хлоридов, который направляют на нейтрализацию аммиаком концентрацией 13% до достижения pH = 7, полученную пульпу направляют на фильтрование с получением твердой фазы – железоникелевого осадка, который направляют на металлургическое производство, и жидкой фазы – раствора хлорида магния, который при температуре от 105 до 115°C
20 смешивают с 1М гидрофосфатом натрия, а затем фильтруют с получением твердой фазы – магний-аммонийного фосфата, который используют в качестве добавки к тампонажным растворам, и жидкой фазы – соляного раствора, который направляют на очистку или выпаривание с получением хлорида натрия.

25

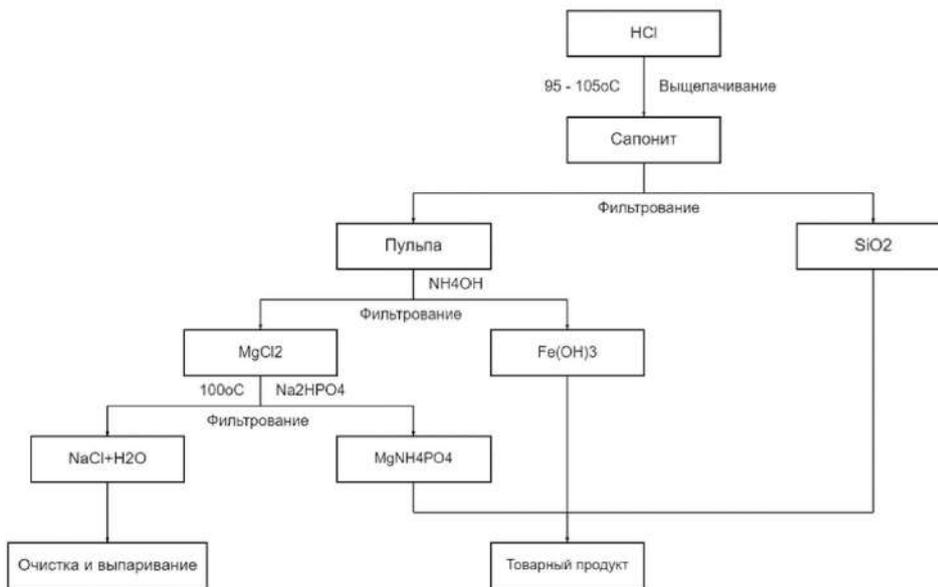
30

35

40

45

1

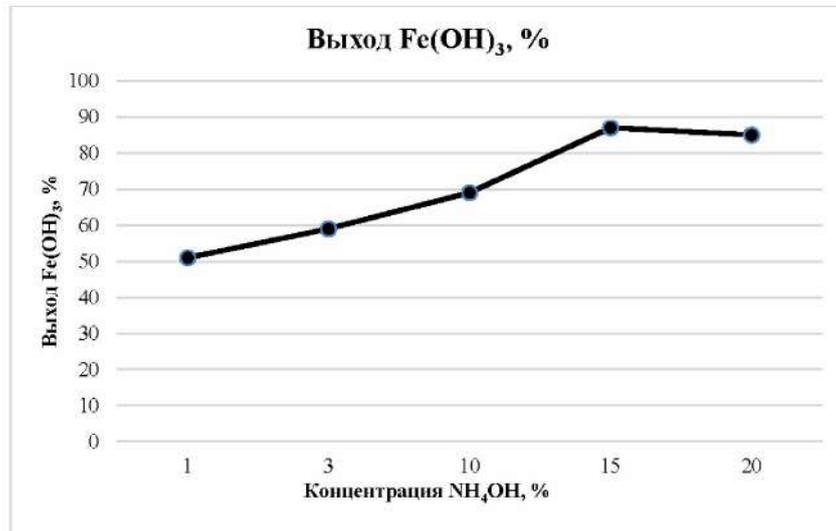


Фиг. 1

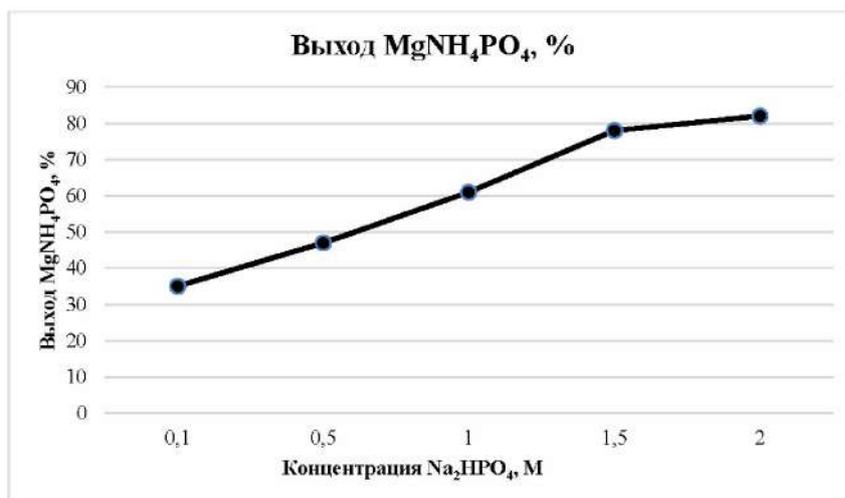


Фиг. 2

2



Фиг. 3



Фиг. 4