

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **043475**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2023.05.26**

(51) Int. Cl. **C01F 5/40** (2006.01)

(21) Номер заявки  
**202200064**

(22) Дата подачи заявки  
**2022.03.01**

---

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФАТА МАГНИЯ ИЗ ДОЛОМИТА**

---

(43) **2023.04.28**

(96) **2022/006 (AZ) 2022.03.01**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**МАМЕДОВА ГЮЛЬНУРА  
МУСТАФА КЫЗЫ (AZ)**

(72) Изобретатель:  
**Мамедова Гюльнура Мустафа кызы,  
Гасанов Кахраман Союн оглы,  
Джафарова Нахида Али кызы,  
Микаилова Мехрибан Рахил кызы  
(AZ)**

(56) ДОРМЕКШИН О.Б. и др.: Получение водорастворимого удобрения-сульфата магния из доломита. Труды БГТУ, 2016, № 3, с. 60-68  
SU-A1-128455  
BY-C1-188888  
RU-C1-2104935  
CS-B1-271510  
GB-A-222110

(57) Изобретение относится к получению минеральных солей, в частности сульфата магния, используемого в качестве компонента удобрений в сельском хозяйстве для увеличения урожайности и качественных показателей сельскохозяйственных культур. Задача изобретения заключается в разработке способа получения сульфата магния, обеспечивающего снижение расхода концентрированной серной кислоты с сохранением высокой степени разложения сырья. Предложен способ получения сульфата магния, который включает приготовление суспензии доломита в 40% растворе сульфата аммония, взятого из расчета содержания в растворе сульфат-ионов 60% нормы расхода от стехиометрической, последующее разложение доломита 95% серной кислоты в количестве 40% нормы от стехиометрической при температуре 70-80°C в течение 120-180 мин, фильтрацию полученной суспензии, кристаллизацию и сушку. Предложенный способ сернокислотного разложения доломита позволяет значительно сократить расход концентрированной серной кислоты за счет использования для приготовления суспензии доломита 40% раствора сульфата аммония, являющегося отходом процесса получения сульфанола.

**B1**

**043475**

**043475**

**B1**

Изобретение относится к получению минеральных солей, в частности сульфата магния, используемого в качестве компонента удобрений в сельском хозяйстве для увеличения урожайности и качественных показателей сельскохозяйственных культур.

Большинство разработанных способов получения сульфата магния включает сернокислотное разложение магниесодержащего сырья с последующей фильтрацией и кристаллизацией целевого продукта. Отличие известных способов заключается в приемах выделения примесей, обусловленных составом используемого сырья.

Известен способ получения сульфата магния в котором магнезит растворяют в серной кислоте при pH 8,6-9, скорости подачи концентрированной серной кислоты 1,5-2 кгс/кг MgO и температуре 80-85°C, для очистки от примесей металлов в реакционную смесь вводят водную суспензию хлорной извести и двуводного гипса при Т:Ж 1:3-4 с последующей выдержкой смеси в течение 5-7 мин (SU 1346581).

Недостатком известного способа является использование концентрированной серной кислоты, низкий коэффициент использования магнезита, высокая энергоемкость процесса сушки разбавленных растворов сульфата магния.

Известен способ получения концентрированного раствора сульфата магния, в котором гипс-магнезиальную массу смешивают с 1,1-1,3-кратным избытком твердого сульфата аммония в течение 1,5-2 ч, прибавляют воду, нагревают до кипения и фильтруют. Процесс проводят при повышенной температуре 80-100°C (Авт.св. № 1724576, 5С01F 5/40).

Недостаток известного способа заключается в том, что избыток сульфата аммония по мере накопления в растворе приводит к выпадению в осадок аммошнита ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·MgSO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O) - двойной соли сульфата аммония и сульфата магния, усложняющего процесс фильтрования.

Известен способ получения сульфата магния и гипса, в котором водную суспензию доломита концентрацией 20-40 мас.% обрабатывают раствором серной кислоты с концентрацией 50-60 мас.%, содержащим 1-5 мас.% терефталевой кислоты, а затем раствором серной кислоты с концентрацией 93 мас.%. Разложение на первой стадии ведут отработанной кислотой, являющейся отходом производства химических волокон (патент Белоруссии 16420).

Известный способ решает задачу увеличения размера кристаллов гипса за счет введения терефталевой кислоты на первой стадии обработки доломита разбавленной серной кислотой. Однако в описании не представлены данные о степени разложения доломита и содержании массы сульфата магния в готовом продукте, а также отсутствует указание расхода серной кислоты.

Наиболее близким по технической сущности является способ получения сульфата магния, включающий приготовление суспензии доломита смешением с 25%-ым водным раствором MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, сернокислотное разложение суспензии при температуре 70-80°C, последующее горячее фильтрованием осадка при температуре не менее 60°C и трехкратную промывку осадка горячей водой с температурой не менее 60°C, охлаждением раствора сульфата магния до 20-25°C и кристаллизацией. В процессе использована 92% серная кислота, норма расхода серной кислоты 78-86% от стехиометрии (получение водорасстворимого удобрения-сульфата магния из доломита\*. Труды БГТУ, 2016, № 3, с. 60-68). Основные показатели процесса: коэффициент разложения 80-96,6% при различной норме расхода кислоты, коэффициент отмывки гипса 97,0-98,4%; pH фильтра 2,5-4,0. Получен раствор сульфата магния с массовой долей 30, массовая доля сульфата магния после сушки 48,3%.

Недостатком способа является большой расход концентрированной серной кислоты.

Задача изобретения заключается в разработке способа получения сульфата магния, обеспечивающего снижение расхода концентрированной серной кислоты с сохранением высокой степени разложения сырья.

Поставленная задача достигается предлагаемым способом получения сульфата магния, который включает приготовление суспензии доломита в 40% растворе сульфата аммония, взятого из расчета содержания в растворе сульфат-ионов 60% нормы расхода от стехиометрической, последующее разложение доломита 95% серной кислоты, взятой в количестве 40% нормы от стехиометрической при температуре 70-80°C в течение 120-180 мин, фильтрацию полученной суспензии, кристаллизацию и сушку.

Новизной изобретения является предварительное приготовление суспензии доломита в 40% растворе сульфата аммония с 60% нормой от стехиометрии, а также разложение доломита H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> с нормой расхода 40%.

Для приготовления суспензии доломита использован 40% раствор сульфата аммония, отход Сумгаитского химического комбината с процесса получения сульфанола.

Сырьем для получения сульфата магния является природный доломит месторождения Азербайджанской Республики, состав которого следующий: MgO - 19,5-20,59%, CaO - 28,5-29,6%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,5-1,73%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,91-1,12%, SiO<sub>2</sub> - 2,14-2,9%, в виде карбонатов: MgCO<sub>3</sub> - 43,6%, CaCO<sub>3</sub> - 54,08%.

Для разложения доломита использована концентрированная серная кислота 95%, плотность 1,8348 (ГОСТ 2184-2013). Процесс осуществляют следующим образом.

Лабораторный реактор объемом 1 л, снабженный системой подогрева и мешалкой, заполняют 40% раствором сульфата аммония в количестве, обеспечивающем присутствие сульфат-ионов с нормой расхода 60% от стехиометрической. При температуре 70-80°C в реактор в течение 5 мин при перемешива-

нии добавляют расчетное количество доломитовой муки, затем для полного разложения доломита в реакционную смесь добавляют 95% серную кислоту с 40% нормой расхода от стехиометрии для полного разложения доломита. Перемешивание продолжают в течение 3 ч. После фильтрования суспензии полученный раствор кристаллизуют и выделяемые центрифугированием кристаллы  $MgSO_4$  сушат до влажности 3-5%.

Результаты исследования влияния температуры на разложение доломита сульфатом аммония показали, что максимальная степень разложения достигается при температуре 100°C. Однако процесс разложения при указанной температуре сопровождается сгущением суспензии, образующейся при разложении, вплоть до полной потери текучести. Введение дополнительного количества жидкой фазы для достижения требуемой текучести приводит к нарушению водного баланса и увеличению затрат на ее последующее удаление. В этой связи процесс был осуществлен в интервале температур 70-80°C.

#### Пример 1.

Лабораторный реактор объемом 1 л, снабженный системой подогрева и мешалкой, заполняют 79,2 г 40%-ого раствора сульфата аммония (60% от стехиометрической нормы) и нагревают до температуры 80°C. В реактор при перемешивании в течение 5 мин добавляют 37,94 доломитовой муки. По окончании добавления расчетного количества доломитовой муки в реакционную смесь добавляют 16,5 г или 10 мл серной кислоты (40% от стехиометрической нормы) с концентрацией 95% для полного разложения доломита. Перемешивание продолжают в течение 120 мин. После фильтрации суспензии полученный раствор кристаллизуют и выделенные центрифугированием кристаллы сушат до влажности 3-5%: степень разложения доломита составила 91,5%.

Количество сульфата магния в жидкой фазе после разложения доломита составляет 26,3%.

#### Пример 2.

Способ осуществляют в условиях примера 1 при температуре 70°C. Степень разложения доломита составила 90,3%. Количество сульфата магния в жидкой фазе после разложения доломита составляет 25,8%.

#### Пример 3.

Способ осуществляют в условиях примера 1. После добавления серной кислоты перемешивание продолжали в течение 180 мин. Степень разложения доломита составила 96,1%.

Количество сульфата магния в жидкой фазе после разложения доломита составляет 30,1%.

Изучение влияния времени разложения на степень разложения доломита определяли по результатам исследования, которое показало, что основное количество сырья разлагается первые 120 мин, обеспечивая максимальное разложение по истечении 180 мин, после которого суспензия загустевает до полной потери текучести. Это объясняется ростом и образованием частиц сульфата кальция, образующихся при разложении доломита, что делает невозможной дальнейшую переработку полученной суспензии. Таким образом, оптимальная продолжительность процесса составляет 120-180 мин. Влияние использованной нормы расхода сульфата аммония на результат процесса изучали в диапазоне 30-70% нормы расхода от стехиометрии. Результаты экспериментов представлены в таблице.

Показатели процесса при температуре 80°C

Норма расхода $(NH_4)_2SO_4$ , масс. %	Норма расхода $H_2SO_4$	Степень разложения доломита, масс. %		Содержание $MgSO_4$ в растворе, масс. %	
		120 мин	180 мин	120 мин	180 мин
30	70	88,1	93,2	24,2	28,4
40	60	88,4	93,9	24,8	28,7
50	50	90,3	95,7	25,4	29,2
60	40	91,5	96,1	26,3	30,1
70	30	88,9	94,3	24,7	28,9

Как показали результаты проведенных экспериментов, оптимальным соотношением нормы расхода сульфата аммония и 95% серной кислоты является 60:40 мас.%. При таком соотношении норм расхода в течение 180 мин при температуре 80°C степень разложения доломита достигла максимальное значение и составила 96,1% при содержании  $MgSO_4$  в растворе, равном 30,1%

Выявленные условия процесса сернокислотного разложения доломита позволяют значительно сократить расход концентрированной серной кислоты, используя при этом отход 40% раствор  $(NH_4)_2SO_4$ , являющегося отходом производства сульфанола.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения сульфата магния из доломита, включающий приготовление суспензии доломита в водном растворе сульфата, разложение суспензии доломита концентрированной серной кислотой при температуре 70-80°C, последующую фильтрацию суспензии, кристаллизацию и сушку, отличающийся тем, что для приготовления суспензии доломита используют сульфат аммония из расчета 60% от стехиометрии сульфат-иона, затем для полного разложения доломита добавляют концентрированную 95% серную кислоту из расчета 40% от стехиометрии в течение 120-180 мин.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что для приготовления суспензии доломита используют 40% раствор сульфата аммония, являющийся отходом производства сульфонола.

