



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 23. IV. 1963 (P 101 380)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 1. III. 1965

Kl. 121, 31

12: 25/24

MKP CO16

UKD

25/24

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: doc. dr inż. Witold Mazgaj, doc. inż. Maciej Sarnowski, mgr Józef Kwiecień, Irena Kita i Anna Duda

Właściciel patentu: Instytut Nawozów Sztucznych, Tarnów (Polska)

Sposób otrzymywania soli kwasu fosforowego pozbawionych fluoru i innych zanieczyszczeń zawartych w surowym kwasie fosforowym

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób przeróbki surowego kwasu fosforowego otrzymanego różnymi drogami, zawierającego zanieczyszczenia w postaci różnych związków fluoru, wapnia, glinu, żelaza i innych, — na sole kwasu fosforowego wolne od tych zanieczyszczeń.

Zagadnienie usuwania fluoru z kwasu fosforowego jest szczególnie ważne w przypadku, gdy kwas fosforowy otrzymany przez roztworzenie kwasami mineralnymi fosforatów lub apatytów a więc zawierający między innymi fluor, ma być użyty do przerobu na mieszanki paszowe stosowane w hodowli zwierząt. Zawartość fluoru w surowym kwasie fosforowym dochodzi niekiedy do 2,5%, podczas gdy jego zawartość w fosforowych mieszankach paszowych nie powinna przekraczać 0,05—0,1%.

Stwierdzono, że związki fosforowe wolne od fluoru i innych zanieczyszczeń zawartych w surowym kwasie fosforowym można otrzymać, jeżeli kwas fosforowy przeprowadzi się najpierw w znane krystaliczne połączenie kompleksowe z mocznikiem o wzorze $H_3PO_4 \cdot CO(NH_2)_2$, które po oddzieleniu od zanieczyszczeń pozostających w roztworze przerabia się następnie na dowolny związek fosforowy.

Wykorzystuje się tu fakt, że przy strącaniu kwasu fosforowego mocznikiem w środowisku kwaśnym nie ma warunków do wytrącania się związków fluoru, czy też siarczanów lub fosforanów Ca,

2

Fe, Al i innych metali, które w całości pozostają w ługu macierzystym.

Sposób według wynalazku polega na tym, że roztwór surowego kwasu fosforowego zadaje się mocznikiem, lub jego roztworami wodnymi, wytrącony krystaliczny osad odfiltruje się od macierzystego ługu, przemywa niewielką ilością wody a następnie rozpuszcza w wodzie. Otrzymany roztwór traktuje się węglanem lub wodorotlenkiem wapnia, w wyniku czego z roztworu wytrąca się wolny od fluoru fosforan dwuwapniowy.

Podobnie, stosując węglany lub wodorotlenki sodowy, potasowy względnie amoniak czy węglan amonowy, otrzymać można z powyższego kompleksu odpowiednie fosforany, wolne od zanieczyszczeń zawartych w surowym kwasie fosforowym.

Wykonanie techniczne sposobu według wynalazku jest bardzo proste, ponieważ do wytrącania, oddzielania i przemywania kryształów kompleksu można stosować znane typy mieszalników i wirówek.

Surowy kwas fosforowy może być użyty w szerokich granicach stężenia, nie niższego jednak od około 40% H_3PO_4 , to jest od stężenia pierwotnego, uzyskanego po rozpuszczeniu fosforatów w kwasie siarkowym. Proces wytrącania kryształów wyżej wymienionego związku kompleksowego prowadzi się w temperaturze dobieranej w zależności od stężenia surowego kwasu fosforowego, np. wychodząc z 40% H_3PO_4 w temperaturze 0°C otrzymuje się

około połowę kwasu fosforowego w postaci połączenia kompleksowego z mocznikiem, a w temperaturze 18°C tylko około $\frac{1}{5}$, natomiast stosując kwas fosforowy o stężeniu 65% — wydajność krystalizacji dla kwasu fosforowego w temperaturze 0°C wynosi około $\frac{4}{5}$, a w temperaturze 25°C około $\frac{3}{5}$. Mocznik może być dodawany do kwasu fosforowego w stanie stałym lub roztworze w ilości 0,5—3 moli na 1 mol H_3PO_4 .

Przykład. Do 62 kg 72% technicznego ekstrakcyjnego kwasu fosforowego wprowadza się 26 kg technicznego mocznika w postaci 80% roztworu wodnego. Uzyskany roztwór podgrzewa się do temperatury 60°C i miesza w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny.

Następnie roztwór schładza się do temperatury 0°C, wytrącony osad w ilości 57 kg oddziela na wirówce i przemywa niewielką ilością wody. Kryształy związku kompleksowego mocznika z kwasem fosforowym rozpuszcza się w wodzie utrzymując stężenie roztworu od 20—50% związku kompleksowego, podgrzewa do temperatury 50—60°C i dodaje do niego przy mieszaniu zawieszinę mączki węglanu wapnia do wartości pH = 5.

Wytrącony osad $CaHPO_4$ odwirowuje się, przemywa wodą i suszy w temperaturze 90°C—120°C. Otrzymuje się 65 kg produktu o zawartości 45% P_2O_5 , 0,02% F, 0,2% $CO(NH_2)_2$ i 5% H_2O . Ługi po oddzieleniu osadu poddaje się zagęszczeniu do zawartości 80% mocznika i zwraca do procesu.

10 Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli kwasu fosforowego pozbawionych fluoru i innych zanieczyszczeń zawartych w surowym kwasie fosforowym, **znamienny tym**, że roztwór surowego kwasu fosforowego o stężeniu nie niższym od około 40% H_3PO_4 zadaje się mocznikiem stosując na 1 mol kwasu fosforowego 0,5—3 moli mocznika w postaci stałej lub 20 roztworów wodnych, wytworzone krystaliczne połączenie kwasu fosforowego z mocznikiem odsącza się lub odwirowuje od ługu macierzystego, przemywa a następnie traktuje w roztworze wodnym wodorotlenkami lub węglanami alkalicznymi lub 25 ziem alkalicznych.