



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223286
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 B 25/28

(22) Přihlášeno 28 10 81
(21) [PV 7922-81]

(40) Zveřejněno 31 12 82

(45) Vydáno 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

DOUBRAVA JIŘÍ dipl. tech., PARDUBICE

(54) Způsob výroby dihydrogenfosforečnanu amonného a/nebo
hydrogenfosforečnanu diamonného

1

2

Vynález se týká způsobu výroby dihydrogenfosforečnanu amonného a/nebo hydrogenfosforečnanu diamonného, jež obsahují velmi malé množství fluoru, spočívající v působení draselných a/nebo sodných solí na matečné louhy po separaci krystalického produktu. V matečných loužích, které se vracejí zpět do výroby, se vysrážejí málo rozpustné alkalické soli kyseliny fluorokřemičité a fluorovodíkové, které se separují a případně dále průmyslově využijí. Tím se sníží obsah fluoru ve výsledném produktu, natolik, že je vhodný pro výživu zvířat a mikroorganismů a speciálních použití v průmyslu.

Vynález se týká způsobu výroby hydrogenfosforečnanu diamonného a dihydrogenfosforečnanu amonného, který je svou kvalitou, zejména nízkým obsahem fluoru, vhodný pro výživu zvířat a mikroorganismů při kvasných procesech.

Nízký obsah fluoru je pro takový výrobek základním požadavkem a pro hydrogenfosforečnan diamonný je limitován hodnotou 0,7 % hmot. Pro některé účely je však požadován výrobek s obsahem fluoru ještě nižším, ale běžně se takový nevyrábí.

Hydrogenfosforečnan diamonný se vyrábí buď neutralizací extrakční kyseliny fosforečné amoniakem, a nebo se jako výchozí surovina používá technického dihydrogenfosforečnanu amonného, používaného jako hnojivo a běžně známého pod obchodním názvem amofos.

Při použití amofosu se tento louží při 60 stupních Celsia vodou spolu s matečnými louhy zbylými po krystalizaci čistého hydrogenfosforečnanu diamonného z předchozí operace. Po vyloužení se vzniklá břecha vyhřeje na 80 °C a na kalolise zbaví nerozpustných podílů. Filtrát se zahušťuje v odparkách, chladí a sytí amniakem do vzniku hydrogenfosforečnanu diamonného. Ten se po vychlazení oddělí na odstředivce od matečných louhů, jež se vrací zpět do výrobního cyklu k procesu loužení.

Protože amofos se vyrábí neutralizací extrakční kyseliny fosforečné amoniakem, obsahuje všechny nečistoty této kyseliny doprovázející, především fosfosádru, málo rozpustné fosforečnany železa a hliníku, apatitické sloučeniny, fluoridy a rozpustné soli kyseliny fluorokřemičité, které jsou pak hlavním zdrojem obsahu fluoru v čistém hydrogenfosforečnanu diamonném.

Tím, jak se matečné louhy po separaci krystalů hydrogenfosforečnanu diamonného neustále vrací do výrobního cyklu, postupně se obohacují o soli kyseliny fluorokřemičité. Malá část těchto solí se může v procesu odpařování a amoniakalizace rozložit na velmi dobře rozpustný fluorid amonný a hydratovaný kysličník křemičitý.

Protože na separovaných krystalech hydrogenfosforečnanu ulpívá něco matečných louhů, postupně se znečišťují a obsah fluoru v produktu stoupá. Sycení matečných louhů solemi kyseliny fluorokřemičité pokračuje do té míry, že se překročí jejich rozpustnost a vykrystalují spolu s krystaly hydrogenfosforečnanu diamonného a obsah fluoru v produktu stoupne náhle.

Je proto žádoucí průběžně odstraňovat fluorokřemičitany z výrobního cyklu, a to jako nerozpustné nebo málo rozpustné soli kyseliny fluorokřemičité. Protože však rozpustnost těchto solí vzrůstá s teplotou dosti strmě, je nutno je odstraňovat v takové fázi výrobního postupu, v níž je teplota roztoků nejnížší, a ta je právě v matečných loužích po separaci krystalů produktu. Tím

se docílí nízkého obsahu fluorokřemičitanových iontů ve výrobním okruhu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby dihydrogenfosforečnanu amonného a/nebo hydrogenfosforečnanu diamonného s nízkým obsahem fluoru z technického dihydrogenfosforečnanu amonného podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se na matečné louhy vznikající po oddělení krystalického produktu při zpracování technického dihydrogenfosforečnanu amonného působí vodnými roztoky hydrogenfosforečnanů, dihydrogenfosforečnanů, chloridů, síranů, hydroxidů a/nebo uhličitánů sodných a/nebo draselných v 0,6- až 5-násobku stechiometrického poměru vzhledem ke hmotnosti příslušného fluorokřemičitanu obsaženého v matečném louhu, poté se srážení vyloučeného fluorokřemičitanu při teplotě do 30 °C oddělí a matečné louhy se vrací zpět do výroby.

Pokusy bylo prokázáno, že nejvhodnější způsob je srážet rozpustné soli kyseliny fluorokřemičité jako málo rozpustné fluorokřemičitany alkalických kovů, především draslíku a sodíku. Velmi dobrých výsledků bylo docíleno, jestliže se ke srážení použilo roztoku dihydrogenfosforečnanu draselného, nebo hydrogenfosforečnanu draselného-amonného. O něco nižší účinnosti bylo dosaženo s alkalickými chloridy a uhličitany, protože přítomnost chloridových a uhličitánových iontů snižuje účinnost srážení. Avšak i tak byly výsledky srážení zcela upotřebitelné a vyhovující. Účinnost srážení se zvýší snížením teploty při zrání srážení.

Výhodou tohoto postupu je, že nevznikají žádné odpady ani exhalace. Alkalické fluorokřemičitany lze získat jako vedlejší upotřebitelný produkt.

Vynález je blíže popsán v následujících příkladech provedení.

Příklad 1

250 l matečných louhů po krystalizaci hydrogenfosforečnanu diamonného o hustotě 1,27 bylo sráženo za míchání při teplotě 21 °C 80 l roztoku, který obsahoval 10,5 kg krystalického dihydrogenfosforečnanu draselného. Pak byl roztok ponechán 3 hodiny v klidu, čirý roztok dekantován a vrácen do výroby. Sedlina byla promyta, separována, vysušena a zvážena. Bylo získáno 7,8 kg čistého fluorokřemičitanu draselného, tj. 93,6 % fluorokřemičitanu v matečných loužích přítomného. Obsah veškerého fluoru v matečných loužích klesl z 1,84 % hmotnosti na 0,38 % hmotnosti, tj. téměř o 80 %.

Příklad 2

Postup byl opakován zcela shodně s postupem uvedeným v příkladu 1, avšak jako srážecího roztoku bylo použito filtrátu

po rozkladu amofosu neutralizovaného potaší do pH 6 až 7. Kysličník uhličitý byl z roztoku vyfoukán vzduchem.

Výsledné hodnoty se nelišily od hodnot uvedených v příkladu 1.

Příklad 3

Tento postup je vhodný zejména v těch případech, kdy je v matečných louhách vedle fluorokřemičitanu přítomno ještě větší množství fluoridu.

K matečným louhům z příkladu 1 bylo přidáno takové množství techn. fluoridu amonného, aby obsah veškerého fluoru stoupl o 1,5 % hmotnosti. Sráženo bylo filtrátem po rozkladu amofosu, který byl neutralizován do pH 7 směsí potaše a sody. Poměr K : Na činil 0,65 : 0,35. Kysličník uhličitý byl vyfoukán vzduchem. Postup srážení a separace byl ve shodě s postupem v příkladu 1.

Vyčištěné matečné louhy obsahovaly 0,43 proc. hmotnosti fluoru.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby dihydrogenfosforečnanu amonného a/nebo hydrogenfosforečnanu diamonného s nízkým obsahem fluoru z technického dihydrogenfosforečnanu amonného, vyznačený tím, že se na matečné louhy, vznikající po oddělení krystalického produktu při zpracování technického dihydrogenfosforečnanu amonného, působí vodnými roztoky hydrogenfosforečnanů, dihydro-

genfosforečnanů, chloridů, síranů, hydroxidů a/nebo uhličitánů draselných a/nebo sodných v 0,6- až 5násobku stechiometrického poměru vzhledem ke hmotnosti příslušného fluorokřemičitanu a/nebo fluoridu obsaženého v louhu, poté se sraženina vyloučených solí při teplotě do 30 °C oddělí a matečné louhy se vracejí zpět do výroby.