



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono:

Pierwszeństwo: 09. I. 1965 (P 106 927)

Opublikowano: 20. VI. 1966

Kl. 12i, 25/30

MKP C 01 b, 25/30

UKD 661.6

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Kazimierz Bednarczyk, mgr Adam Chajduga

Właściciel patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice (Polska)

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób otrzymywania fosforanu trójsodowego z odpadu przy produkcji fosforanów

1

Przy wytwarzaniu fosforanów sodowych, amonowych itp. przez neutralizację kwasu fosforowego otrzymanego z minerałów fosforowych działaniem kwasu siarkowego, wytrąca się podczas neutralizacji osad pochodzący z różnych zanieczyszczeń, które ten kwas zawiera. Osad ten zwany szlamem poneutralizacyjnym zawiera powyżej 24% P_2O_5 w przeliczeniu na suchą substancję, przy czym ilość fosforu przechodząca do tego szlamu wynosi 12-20% fosforu zawartego w neutralizowanym kwasie. Szlam poneutralizacyjny nie nadaje się do celów nawozowych z powodu dużej zawartości fluoru. Jego przeróbka na związek fosforu jest dotychczas nieopłacalna, wobec czego szlam poneutralizacyjny mimo tak dużej zawartości fosforu uchodzi za bezwartościowy odpad.

Przedmiotem wynalazku jest sposób umożliwiający łatwe i tanie odzyskanie z tego odpadu powyżej 40% zawartego w nim fosforu i przerabianie go na fosforan trójsodowy o czystości wymaganej według norm od produktu technicznego.

Znane są próby przeróbki szlamu poneutralizacyjnego przez wytrawianie go ługiem sodowym. Stosowano przy tym ług stężony, gdyż dzięki temu otrzymuje się bardziej czysty ekstrakt oraz usiłowano z tego ekstraktu ewentualnie po dalszym jego zateżeniu, otrzymać możliwie ilościowo fosforan trójsodowy. Sposób ten nastęrcza zbyt wielkie trudności przy odsączaniu ekstraktu od pozostałości poekstrakcyjnej i daje produkt

2

zanieczyszczony, wymagający rekryształizacji. Z powyższych przyczyn sposób ten nie uzyskał praktycznego zastosowania.

Okazało się, że w przeciwieństwie do ekstraktu otrzymywanego stężonym ługiem sodowym, ekstrakt otrzymany przez działanie ługiem sodowym rozcieńczonym odsąca się łatwo od pozostałości ekstrakcyjnej. Co prawda ekstrakt uzyskany ługiem rozcieńczonym zawiera znaczną ilość rozpuszczonych zanieczyszczeń, lecz jak się okazało, zanieczyszczenia te można z niego wytrącić przez zwiększenie w nim stężenia wodorotlenku sodowego zwłaszcza dodając stałej sody kaustycznej. Wytrącony osad również łatwy do sączenia zawiera głównie wodorotlenek żelazowy, glinian sodowy, krzemian sodowy i fluorek sodowy. Zaś przesącz stanowi prawie czysty roztwór fosforanu trójsodowego i wodorotlenku sodowego. Z roztworu tego bezpośrednio, to jest bez zateżania go, krystalizuje większa część fosforanu trójsodowego. Kryształ ten ma wysoką czystość odpowiadającą co najmniej wymaganiom stawianym technicznemu fosforanowi trójsodowemu.

Sposób wg wynalazku polega na wytwarzaniu odpadu zwanego szlamem poneutralizacyjnym ługiem sodowym o stężeniu poniżej 15% NaOH zwłaszcza 5-10% NaOH stanowiącym ług macierzysty po krystalizacji fosforanu trójsodowego w poprzedniej szarzy produkcyjnej. Po wytra-

wieniu odsąca się pozostałość poekstrakcyjną, a z przesączu wytrąca się zanieczyszczenia dodatkami stałego wodorotlenku sodowego w ilości przeznaczonej do użycia w następnej szarzy produkcyjnej. Po odsączeniu wytrąconych zanieczyszczeń przesącz pozostawia się do krystalizacji, oddziela się otrzymane kryształy fosforanu trójsodowego, a ług macierzysty zawierający niewykrystalizowaną niewielką część fosforanu trójsodowego, a głównie wodorotlenek sodowy, rozcieńcza się popłuczkami i ewentualnie świeżą wodą, aby go doprowadzić do rozcieńczenia wodorotlenku sodowego wymienionego powyżej w celu zastosowania w następnej szarzy produkcyjnej do wytrawiania odpadu.

Sposób według wynalazku stanowiący cykliczny układ pracy operujący zawracaną cieczą do przeróbki coraz to nowej partii odpadu, głównie charakteryzuje się tym, że wodorotlenek sodowy przeznaczony do pewnej szarzy produkcyjnej dostawany jest nie bezpośrednio przed wytrawianiem, lecz w ciągu przeróbki poprzedniej szarzy produkcyjnej, aby służył do wytrącenia zanieczyszczeń. Dzięki cykliczności pracy nie potrzeba tu dążyć do ilościowego wykrystalizowania utworzonego w poszczególnych szarach fosforanu trójsodowego, gdyż po przeprowadzeniu szeregu cykli i bez ilościowej krystalizacji odzyskuje się praktycznie całą ilość wyekstrahowanego fosforanu w postaci krystalicznej.

Przykład. 50 kg odpadu stanowiącego szlam poneutralizacyjny zawierającego około 50% H_2O i około 15% P_2O_5 rozmieszano z ługiem macierzystym poprzedniej szarzy produkcyjnej rozcieńczonym wodą. Ług macierzysty w ilości 115 kg po

rozcieńczeniu 25 litrami wody zawierał około 0,15% P_2O_5 i około 6% NaOH. Mieszaninę ogrzano do wrzenia i utrzymywano w temperaturze bliskiej 100° w ciągu 45 minut podczas mieszania. Następnie przesączono na prasie filtracyjnej. Do przesączu dodano 9,75 kg stałego wodorotlenku sodowego i podgrzano do temperatury bliskiej 100° po czym odsączono wytrącony osad. Otrzymany przesącz poddano krystalizacji i wirowaniu w wyniku czego otrzymano około 15 kg fosforanu trójsodowego o dość wysokiej czystości. Ług macierzysty skierowano do przeróbki następnej partii 50 kg odpadu po dodaniu do niego wody w celu rozcieńczenia NaOH jak wyżej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania fosforanu trójsodowego z odpadu przy produkcji fosforanów, wytrącającego się podczas neutralizacji kwasu fosforowego otrzymanego z minerałów fosforowych działaniem kwasu siarkowego przez ekstrakcję odpadu ługiem sodowym i krystalizację fosforanu trójsodowego z ekstraktu, **znamienny tym**, że odpad wytrawia się ługiem macierzystym z poprzedniej szarzy produkcyjnej, ewentualnie rozcieńczonym wodą, o zawartości poniżej 15% NaOH, zwłaszcza 5-10% NaOH, następnie ekstrakt odsączony od pozostałości poekstrakcyjnej zadaje się stałym wodorotlenkiem sodowym w ilości przeznaczonej do użycia w następnej szarzy produkcyjnej, odsąca wydzielony osad, a przesącz pozostawia się do krystalizacji fosforanu trójsodowego, po czym ług macierzysty oddzielony od kryształów stosuje się w następnej szarzy produkcyjnej po ewentualnym rozcieńczeniu go wodą do wymaganego stężenia NaOH.