

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

89643

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29.12.73 (P. 167795)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.09.75

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1977

MKP C01d 5/16

Int. Cl². C01D 5/16

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Jerzy Dankiewicz, Maria Dankiewicz, Zofia Rudkowska,
Halina Krupa

Uprawniony z patentu: Politechnika Krakowska, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania siarczanu potasu z wodnego roztworu zawierającego siarczan potasowy i siarczan magnezowy

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania siarczanu potasu z wodnego roztworu zawierającego siarczan potasu i siarczan magnezu.

Znane sposoby otrzymywania siarczanu potasu z wodnych roztworów siarczanu potasu i siarczanu magnezu polegają na stosowaniu metod ekstrakcyjnych w powiązaniu z zabiegami opartymi na częściowym strącaniu oraz metody oparte na redukcji.

Metody ekstrakcyjne polegają na wyekstrahowaniu wodą z naturalnego złoża siarczanów potasu i magnezu, a następnie poddaniu roztworu odparowaniu i krystalizacji frakcjonowanej. Sposoby te wymagają szeregu skomplikowanych operacji zateżnienia ługów poekstrakcyjnych i prowadzą do otrzymania małowartościowej soli podwójnej siarczanu magnezu i potasu jako produktu ubocznego. Do tej grupy metod przerobu złóż siarczanowych potasu i magnezu zalicza się również technologie polegające na bezpośrednim rozłożeniu minerału przy pomocy na przykład amoniaku, dwutlenku węgla lub wapna, przy czym otrzymuje się nierozpuszczalne w wodzie związki magnezu i wapnia, a roztwór zawierający siarczan potasu oddziela się od pozostałych osadów i odparowuje do suchości.

Metody redukcyjne polegają na redukcji minerału na przykład polihality w wysokiej temperaturze do siarczku i ekstrakcji wodą zredukowanego produktu. Oddzielony roztwór siarczku potasu od nierozpuszczalnych związków wapnia i magnezu, traktuje się następnie dwutlenkiem węgla co prowadzi do otrzymania węglanu potasu.

Istota wynalazku polega na tym, że do wodnego roztworu zawierającego siarczan potasowy i siarczan magnezowy dodaje się w odpowiedniej temperaturze alkohol alifatyczny o długości łańcucha 1–3 atomów węgla. Alkohol wprowadza się w dwóch etapach: w etapie pierwszym dodaje się 10–30 części wagowych

alkoholu na 100 części wagowych wody, po czym oddziela się siarczan potasu na drodze filtracji. W drugim etapie do roztworu pofiltracyjnego dodaje się 80–150 części wagowych alkoholu na 100 części wagowych wody, zaś wydzielony siarczan potasowo-magnezowy zawraca się do pierwszego etapu, zaś z otrzymanego w etapie drugim roztworu pofiltracyjnego wydziela się siarczan magnezu i regeneruje alkohol zawierany następnie do pierwszego etapu.

Korzystne jest po wprowadzeniu do roztworu alkoholu w pierwszym etapie, ochłodzenie roztworu do temperatury 20–30°C, w czasie nie krótszym niż 10 minut.

Najlepszą wydajność procesu uzyskuje się przy stosowaniu roztworów wodnych w których stosunek molowy siarczanu potasu do siarczanu magnezu jest większy od 0,5.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się wysoką wydajnością i niskim kosztem, nie wymaga stosowania kosztownej i skomplikowanej aparatury. Sposób ten pozwala na eliminację skomplikowanego etapu zateżnienia ługów poekstrakcyjnych i uproszczenie procesu.

Przykład I. Do krystalizatora zaopatrzonego w mieszałko wprowadza się w sposób ciągły gorący roztwór o składzie: 3,75 g K_2SO_4 , 2,56 g $MgSO_4$, 0,10 g $CaSO_4$, 0,17 g $NaCl$ i 42,69 g H_2O w ilości 49,3 g/min oraz roztwór o składzie 5,1 g K_2SO_4 , 3,5 g $MgSO_4$, 54,4 g H_2O w ilości 66,2 g/min oraz metanol w ilości 25 g/min. Całość ochładza się do temperatury 30°C. Wytrącone kryształy stanowiące I produkt reakcji odfiltruje się i przemywa metanolem w ilości 40 g/min. Filtrat wraz z popłuczynami prowadzi się do drugiego krystalizatora, a osad po wysuszeniu stanowi produkt gotowy. Jednocześnie dozuje się do drugiego krystalizatora metanol w ilości 85 g/min. Wytrącone siarczany potasowo-magnezowe odfiltruje się, rozpuszcza w wodzie i zawraca roztwór do I krystalizatora. Z filtratu po oddzieleniu osadu odzyskuje się siarczan magnezu i metanol znanymi sposobami.

Skład otrzymanego osadu I – produktu: K_2SO_4 – 93%, $CaSO_4$ – 2,5%, $MgSO_4$ – 2,0%.

Uzysk K_2SO_4 w osadzie I wynosi 42%. Nawrót w osadzie II wynosi 58% K_2SO_4 i 58% $MgSO_4$.

Wydajność procesu w przeliczeniu na K_2SO_4 – 98%.

Przykład II. Do katalizatora zaopatrzonego w mieszałko doprowadza się w sposób ciągły roztwór o składzie: 9,9 g K_2SO_4 , 6,0 g $MgSO_4$, 0,2 g $CaSO_4$, 0,4 g $NaCl$ i 100 g H_2O w ilości 116,5 g/min. i o temperaturze 50°C oraz metanol w ilości 25 g/min. Całość ochładza się do temperatury 25°C. Wytrącone kryształy stanowiące I produkt reakcji krystalizacji filtruje się i przemywa metanolem w ilości 60 g/min. Filtrat wraz z popłuczynami prowadzi się do drugiego krystalizatora a osad po wysuszeniu stanowi produkt gotowy. Jednocześnie dozuje się do drugiego krystalizatora metanol w ilości 37 g/min. Wytrącone kryształy soli podwójnej siarczanów potasu i magnezu stanowiącej II produkt reakcji oddziela się i suszy, a z filtratu odzyskuje się metanol i siarczan magnezu.

Skład I produktu: K_2SO_4 – 94%, $MgSO_4$ – 0,5%, $CaSO_4$ – 3,4%.

Uzysk K_2SO_4 w osadzie I wynosi 49%.

Skład II produktu: K_2SO_4 – 43,1%, $MgSO_4$ – 29,9%.

Uzysk K_2SO_4 w II produkcji wynosi 50%.

Uzysk $MgSO_4$ – 58%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania siarczanu potasu z wodnego roztworu zawierającego siarczan potasowy i siarczan magnezowy, polegający na krystalizacji i odsączaniu siarczanu potasowego, z n a m i e n n y t y m, że do roztworu zawierającego siarczan potasowy i siarczan magnezowy dodaje się w temperaturze co najmniej 40°C alkohol alifatyczny o długości łańcucha 1–3 atomów węgla, który wprowadza się do roztworu w dwóch etapach, przy czym w etapie pierwszym dodaje się 10–30 części wagowych alkoholu na 100 części wagowych wody, po czym oddziela się wytrącony siarczan potasu na drodze filtracji, a w drugim etapie do roztworu pofiltracyjnego dodaje się 80–150 części wagowych alkoholu na 100 części wagowych wody, następnie oddziela się wytrącone kryształy soli podwójnej siarczanu potasowo-magnezowego, po czym sól tę zawraca się do pierwszego etapu, a z roztworu pofiltracyjnego wydziela się znanym sposobem siarczan magnezu i regeneruje alkohol, który zawraca się do pierwszego etapu.

2. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że po wprowadzeniu alkoholu do roztworu wodnego mieszaninę ochładza się do temperatury 20–30°C w czasie nie krótszym niż 10 minut.

3. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się roztwór wodny, w którym stosunek molowy siarczanu potasu do siarczanu magnezu jest większy od 0,5.

4. Sposób, według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się alkohol metylowy CH_3OH .