

26 listopada 1932 r.

2

C05g 1/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16853.

Kl. ~~16 e~~

16 e 1/00

Société d'Études Scientifiques et d'Entreprises Industrielles
(Ougrée, Belgja).

Sposób wytwarzania substancji nawozowych.

Zgłoszono 8 marca 1930 r.

Udzielono 10 września 1932 r.

Pierwszeństwo: 9 marca 1929 r. dla zastr. 1, 2, 6; 6 lutego 1930 r. dla zastr. 3—5 (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu jednoczesnego otrzymywania z roztworu chlorku sodowego i chlorku potasowego (zwłaszcza z roztworów minerałów naturalnych, jak sylwinitu) z jednej strony soli fosforowej, a z drugiej strony chlorku potasowego i chlorku amonowego osobno lub zmieszanych ze sobą.

Sposób według wynalazku polega na tem, że roztwór chlorku sodowego i chlorku potasowego traktuje się kwasem fosforowym i amonjakiem, użytymi w ilościach jednego mola kwasu fosforowego na dwa mole amonjaku, poczem ciecz chłodzi się dostatecznie, żeby wydzielić z niej sól fosforową, a następnie znanymi sposobami, zwłaszcza zapomocą dodania odpowiednich ciał strącających, wykrystalizowuje się ra-

zem lub osobno chlorek potasu, który był w roztworze, i chlorku amonu, otrzymany jednocześnie z solą fosforową przez działanie kwasu fosforowego i amonjaku na chlorek sodowy, zawarty w roztworze.

Kwas fosforowy i amonjak mogą być użyte w stanie wolnym, w postaci roztworu lub w postaci par, lub też w stanie związanym w postaci fosforanu amonowego lub też w postaci fosforanu jedno-amonowego i amonjaku.

W wyniku sposobu według wynalazku z jednej strony otrzymuje się sól fosforową, która jest cennym nawozem, dzięki swej dużej zawartości P_2O_5 i N_2 dzięki swej trwałości, z drugiej zaś strony osiąga się rozdzielenie chlorku potasowego i chlorku sodowego sylwinitu, otrzymując przytem

Sądźto chlorek amonu, jeśli wykrystalizować oddzielnie chlorek amonowy i chlorek potasowy, bądźto substancję użyźniającą, złożoną z mieszaniny chlorku potasu i chlorku amonowego, znaną pod nazwą potazotu, jeśli oba chlorki wykrystalizować razem.

Poniżej opisano tytułem przykładu sposób wykonania niniejszego wynalazku w procesie kołowym fabrykacji potazotu.

Faza I. Do ługów macierzystych, pochodzących z krystalizacji potazotu w cyklu zabiegów poprzednich, dodaje się roztworu kwasu fosforowego w ilości równej tej, jaka wydzielona została w postaci soli fosforowej w poprzednim cyklu zabiegów. Najlepiej, by dodawany roztwór kwasu fosforowego miał stężenie takie, żeby kolejne zabiegi, opisane poniżej, doprowadziły do objętości początkowej ługów macierzystych bez potrzeby dodawania lub odparowywania wody.

W praktyce zauważono, że dla sylwinitu o normalnym składzie najlepsze jest stężenie 35° do 45° Be.

Ciecz o takim składzie traktuje się następnie amonjakiem gazowym, bacząc, by temperatura nie przekroczyła 50° pod koniec obróbki, aby w ten sposób uniknąć strat amonjaku, któreby mogły nastąpić w tej chwili. Żądany stan nasycenia osiąga się, gdy roztwór jest prawie zupełnie obojętny.

Oziębiając następnie albo wprost pozwalając ostygnąć cieczy, wydziela się przeważną część sodu w postaci krystalicznej soli fosforowej. Jeśli nie ochłodzić roztworu poniżej temperatury, w której chlorek potasu i chlorek amonu zaczynają się osadzać, to sól fosforowa, wydzielona z cieczy zapomocą odpowiedniego środka, będzie prawie pozbawiona obu powyższych soli.

W praktyce należy zbliżyć się możliwie dokładnie do temperatury, w której zaczyna się wydzielać mieszanina chlorku amo-

nowego i chlorku potasowego, żeby zwiększyć wydajność soli fosforowej. Temperatura ta zresztą zbliżona jest do temperatury otoczenia, co stanowi jedną z zalet procesu.

Następnie suszy się zebraną sól fosforową, a płyn ociekający z kryształów łączy się z oddzielonemi ługami macierzystymi.

Faza II. Do otrzymanej w ten sposób cieczy dodaje się tyle mielonego sylwinitu, by pokryć stratę sodu, wynikłą z wydzielania sodowej soli fosforowej.

Wytworzony roztwór chłodzi się mocno, żeby wydzielić przez krystalizację możliwie dokładnie potazot. Jeśli, np. amonjak, stosowany do obróbki, znajduje się w postaci cieczy, to można do chłodzenia zużytkować zimno, wytworzone przez parowanie tego amonjaku. Wydzielony pod wpływem chłodzenia potazot odwirowuje się, potazot suszy, ługi zaś z wirówki łączy się z ługami macierzystymi po oddzieleniu potazotu. Otrzymaną mieszaninę wprowadza się znowu do obiegu kołowego, jak oznaczono powyżej w fazie pierwszej.

Skład potazotu, otrzymanego w tym procesie, jest taki sam, jak skład potazotu, otrzymanego sposobem znanym w reakcji Solvay'a, wykonanej na sylwinitcie. Zawiera on naogół 2 do 3% P_2O_5 , dzięki niewielkiej zawartości soli fosforowej, która wykrystalizowała razem z potazotem.

Można jednakże uniknąć praktycznie zupełnie obecności P_2O_5 w potazocie.

W tym celu wystarczy lekko zakwasić ciecz po wydzieleniu z niej soli fosforowej. Po ochłodzeniu otrzymuje się potazot zupełnie pozbawiony P_2O_5 . Najlepiej zakwaszać ciecz kwasem fosforowym lub kwasem chlorowodorowym, można jednak i innym kwasem, jak np. siarkowym. Przy użyciu do zakwaszania kwasu fosforowego lub solnego krystalizujący nawóz składa się wyłącznie z mieszaniny chlorku potasu i chlorku amonu. Zakwaszeniu może towarzyszyć, choć niekoniecznie, dodawanie minerału.

Jeśli pracować w obiegu zamkniętym, jak w przykładzie poprzednim, to do ługów macierzystych, otrzymanych po oddzieleniu soli fosforowej, dodaje się sylwinitu i pewnej ilości kwasu fosforowego. Ilość dodanego kwasu fosforowego zależy od temperatury, w której uskutecznia się krystalizację soli fosforowej; w praktyce wynosi ona w przybliżeniu 15% całej ilości kwasu fosforowego, użytego w cyklu zabiegów. Część pozostała, w praktyce 85% kwasu fosforowego, użytego w cyklu, dodaje się do ługów macierzystych, pochodzących z wydzielenia potazotu. Z tego wynika, że ilość niezbędnego amonjaku przy wykonaniu procesu w praktyce nieco przewyższa 2 mole na 1 mol dodawanego kwasu.

W podanym wyżej przykładzie wykonania opisano jednoczesną fabrykację soli fosforowej i potazotu z ługów macierzystych, krążących w obiegu. Lecz wynalazek nie ogranicza się do tego sposobu postępowania, ponieważ, wychodząc ze zwykłego roztworu sylwinitu w wodzie, można strącić najprzód sól fosforową, następnie, przez dodatek jednego lub więcej odpowiednich ciał strącających, można strącić chlorek potasu lub chlorek amonu albo mieszaninę obu tych soli. Zamiast dodawania ciał strącających można odpowiednio stężyć roztwór, a następnie go oziębic, poczem zastosować zwykłe procesy krystalizacji frakcjonowanej.

Chlorek potasu i chlorek amonu mogą być więc mieszane z całą ilością albo z częścią soli fosforowej, która nie wykryształizowała w całości i pozostała w roztworze.

Można również, posilkując się krystalizacją frakcjonowaną zamiast dodawania ciał strącających, otrzymać chlorek potasu i chlorek amonu osobno lub mieszane ze sobą, lecz bez domieszki soli fosforowej. Wystarczy po oddzieleniu wykryształizowanej soli fosforowej przetworzyć sól fosforową, pozostałą w roztworze, na fosforan $P_2O_5Na(NH_4)_5$. W tym celu roztwór w

temperaturze wrzenia traktuje się amonjakiem w nadmiarze, co powoduje krystalizację straconej soli. Sól ta jest tak trwała, jak i sól fosforu, i stanowi również nawóz cenny, dzięki swej wysokiej zawartości składników użyźniających.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania substancji nawozowych, z jednej strony chlorku amonowego i chlorku potasowego, osobno lub zmieszanych ze sobą, z drugiej zaś soli fosforowej, zwłaszcza z roztworów minerałów naturalnych, jak sylwinitu, znamieny tem, że roztwór chlorku sodowego i chlorku potasowego traktuje się kwasem fosforowym i amonjakiem, użytymi w stanie wolnym lub związanym, w ilości jednego mola kwasu fosforowego na dwa mole amonjaku, aż do zupełnego prawie zobojętnienia roztworu, poczem, ewentualnie zapomocą oziębienia, wydziela się wytworzoną sól fosforową, a następnie wydziela, całkowicie lub częściowo, osobno lub mieszane ze sobą, chlorek potasu i chlorek amonu, zawarte w postaci rozpuszczonej w ługach macierzystych, pozostałych po wydzieleniu soli fosforowej.

2. Sposób według zastrz. 1, z zastosowaniem jako materiału wyjściowego ługów pokryształicznych, krążących w obiegu zamkniętym, znamieny tem, że do ługów pokryształicznych po oddzieleniu soli fosforowej dodaje się naprzemian z jednej strony taką ilość minerału, ażeby ilość gramocząstek chlorku sodowego, zawartego w tym mineralu, równała się ilości gramocząstek dodanego w pierwszej fazie obróbki kwasu fosforowego, a z drugiej kwas fosforowy i amonjak, przyczem po dodaniu minerału stosuje się oziębienie, umożliwiające krystalizację mieszaniny chlorków.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że ługi pokryształiczne, pozostałe po oddzieleniu soli fosforowej, za-

kwasza się przed wykrystalizowaniem mieszaniny chlorku potasu i chlorku amonu.

4. Sposób według zastrz. 3, znamien-ny tem, że do zakwaszenia stosuje się kwas fosforowy lub solny.

5. Sposób według zastrz. 3 i 4, znamien-ny tem, że w pierwszej fazie przy doprowadzaniu kwasu fosforowego i amonjaku kwas fosforowy stosuje się w niewielkim niedomiarze w stosunku do ilości jednego mola na dwa mole amonjaku, resztę zaś kwasu fosforowego dodaje się wraz z sylwitem po wykrystalizowaniu soli fosforowej.

6. Sposób według zastrz. 1, znamien-ny tem, że po oddzieleniu wykrystalizowanej soli fosforowej traktuje się roztwór w temperaturze wrzenia nadmiarem amonjaku w celu wykrystalizowania fosforanu $Na(NH_4)_5P_2O_8$ i wydzielenia tej soli przed przystąpieniem do wydzielenia chlorków potasu i amonu.

Société d'Études Scientifiques
et d'Entreprises Industrielles.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.