

Warszawa, 18 stycznia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



C 016 25/18
BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Rzeczypospolitej Polskiej

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25694.

Pulverfabrik Skodawerke Wetzler A. G.
(Wiedeń, Austria).

Kl. 12 i, 31.

12 i, 25/18

Sposób oczyszczania surowego kwasu fosforowego.

Zgłoszono 29 kwietnia 1936 r.

Udzielono 28 października 1937 r.

Pierwszeństwo: 30 kwietnia 1935 r. (Austria).

Wynalazek niniejszy dotyczy oczyszczania surowego kwasu fosforowego za pomocą rozpuszczalnika organicznego w celu usunięcia zanieczyszczeń w postaci żelaza, glinu, chromu, wanadu, fluoru wraz z wapniem.

Stosowanie rozpuszczalnika organicznego do oczyszczania kwasu fosforowego opisywano już wielokrotnie; według znanych metod należało jednak bądź wstępnie usuwać główną część zanieczyszczeń, bądź też stężyć roztwór przed zadaniem go rozpuszczalnikiem organicznym.

W myśl wynalazku niniejszego oczyszczanie za pomocą rozpuszczalnika organicznego skutecznia się w obecności związku potasowca. Oczyszczanie może być prowadzone również przy stosunkowo niskich

stężeniach i niezależnie od zawartości w roztworze kwasów obcych, np. kwasu siarkowego. Zanieczyszczenia wydzielają się w postaci ciężkich mułowatych osadów, przeważająca zaś część kwasu fosforowego przechodzi do rozpuszczalnika. Przez usunięcie rozpuszczalnika można otrzymać technicznie czysty kwas fosforowy, który wykazuje względem powyższych zanieczyszczeń taki stopień czystości, iż w niektórych przypadkach może zastąpić chemicznie czysty kwas fosforowy otrzymany z P_2O_5 .

Substancje oddzielone od roztworu w rozpuszczalniku organicznym można stosować jako nawóz sztuczny lub też można je przerabiać na fosforan potasowca. Można jednak skierować je do kołowego procesu

oczyszczania i zwiększyć przez to wydajność czystego kwasu fosforowego. W tym przypadku pozostałość zadaje się nieznaczna ilości wody, przy czym zanieczyszczenia pozostają w stanie nierozpuszczonym, względnie osadzają się jako sole zasadowe, związki zaś potasowców i kwas fosforowy przechodzą do roztworu wodnego. Roztwór ten może służyć do ponownego oczyszczania kwasu fosforowego, przy czym dodaje się go bądź przy roztwarzaniu surowego kwasu fosforowego, bądź podczas systematycznego wylugowywania, prowadzącego do otrzymywania surowego kwasu fosforowego, bądź też po wylugowaniu.

Sposób według wynalazku można prowadzić przy rozmaitych stężeniach kwasu fosforowego. Nawet kwas 40%-owy lub słabszy można oczyszczać w sposób powyższy bez uprzedniego zagęszczania. Jako rozpuszczalnik organiczny okazały się przydatnymi 92%-owy spirytus, alkohol metylowy oraz aceton. Można również stosować i inne rozpuszczalniki, jeśli kwas fosforowy posiada wysokie stężenie. Jako dodatek wchodzi w grę większość soli potasowców, np. siarczany, szczawiany, fosforany, węglany, chlorki, azotany potasu, sodu, amonu, ługi alkaliczne i wreszcie mieszaniny tych związków. Należy stosować takie dodatki, aby do roztworów nie wprowadzać nowego rodzaju zanieczyszczeń. Na przykład, przy roztwarzaniu kwasem siarkowym — stosuje się siarczany, fosforany albo też węglany i wodorotlenki. Okazało się, że szczególnie korzystne działanie wywierają z jednej strony związki potasowe, z drugiej zaś strony kwas fosforowy; zwłaszcza w obecności związków potasowych zanieczyszczenia osadzają się w stopniu szczególnie wysokim. Przy kwaśnym roztwarzaniu surowego kwasu fosforowego przez dodanie siarczanu potasowego przed wytwarzaniem surowego kwasu fosforowego lub po nim można osiągnąć taki sam wynik, jak przez dodanie

późniejsze pierwszorzędowego fosforanu potasowego.

Dodanie związków potasowców w postaci stężonego roztworu lub w postaci miążkiego proszku może nastąpić już podczas procesu służącego do wytwarzania surowego kwasu fosforowego, może to jednak nastąpić również przed zmieszaniem z rozpuszczalnikiem lub po nim. Im bardziej stężony jest surowy kwas fosforowy, tym więcej zaoszczędza się rozpuszczalnika organicznego. W ogóle wystarcza podwójna objętość 92%-owego spirytusu. W miarę zwiększania ilości dodawanego związku potasowca zwiększa się również w pewnych granicach stopień czystości kwasu fosforowego, lecz jednocześnie zmniejsza się nieznacznie ilość kwasu fosforowego rozpuszczonego w rozpuszczalniku organicznym. Przez dodanie 10% — 15% związku potasowca w stosunku do użytego surowego kwasu fosforowego osiąga się we wszystkich przypadkach dostateczne wylugowanie. Jednak również ilości ługu potasowego, wynoszące np. 2% i mniej, wyrzucić mogą również działanie bardzo dodatnie.

Przykład I. Oczyszczaniu poddaje się surowy kwas fosforowy, otrzymany przez roztwarzanie kwaśne, zabarwiony przez chrom i wanad na zielono, o 50° Bé (gęstość 1,53) odpowiadający zawartości 44% P_2O_5 . Zawiera on jako zanieczyszczenia 1,2% H_2SO_4 i 3% ($Ca + Al + Fe$). 100 części wagowych tego kwasu zadaje się 10 częściami wagowymi K_2SO_4 , po czym dodaje się podwójną objętość 92%-owego spirytusu. Po dokładnym wymieszaniu osadza się stopniowo gęsta, zielonozabarwiona masa o wyglądzie oleju. Roztwór alkoholowy oczyszcza się przez dekantację i przesączenie. Po oddestylowaniu alkoholu pozostaje kwas fosforowy o 50° Bé. Po obrobieniu węglem aktywnym staje się on całkowicie bezbarwny i nie zawiera wapnia. Wydajność wynosi około 83%. Po przera-

chowaniu na kwas fosforowy roztwór zawiera 60% P_2O_5 , 0,008% Fe i 0,04% Al .

Pozostałość, zawierająca resztki kwasu fosforowego i siarczan potasowy, wylugowuje się nieznaczną ilością gorącej wody. Do roztworu przechodzi siarczan potasowy i w przybliżeniu połowa kwasu fosforowego zawartego w osadzie. Ciecz tę nie oddzielając od siebie kwasu fosforowego i siarczanu potasowego, doprowadza się z powrotem do procesu oczyszczania. Wydajność całkowita oczyszczonego kwasu fosforowego wzrasta dzięki temu do 90 — 95%.

Przykład II. Zachowując zasadniczo te same warunki, jak i w przykładzie I, dodaje się 8 części wagowych szczawianu potasowego jako związku potasowca. Czysty kwas fosforowy otrzymany w ten sposób nie zawiera potasu w ilościach dających się wykryć, natomiast zawiera po przeliczeniu na kwas fosforowy 60% P_2O_5 , 0,006% Fe i 0,02% Al .

Przykład III. Przy dodaniu 6,6 części wagowych pierwszorzędowego fosforanu potasowego roztwór wykazuje tylko 0,003% żelaza i 0,016% glinu. Potasu również nie można wykryć.

Przykład IV. Przy dodaniu 12 części wagowych siarczanu sodowego oczyszczony kwas fosforowy zawiera 0,1% żelaza i 0,04% glinu.

Przykład V. 1000 części wagowych superfosfatu, zawierającego 17,7% rozpuszczalnego kwasu fosforowego i 6,9% wolnego kwasu fosforowego, zadaje się pewną ilością kwasu siarkowego, odpowiadającą 50 częściom wagowym H_2SO_4 , 50 częściami wagowymi siarczanu potasowego i wodą. Z roztworu tego przez systematyczne wylugowywanie otrzymuje się surowy kwas fosforowy o 50°Bé. Roztwór ten zadaje się podwójną objętością 92%-owego spirytusu. Z roztworu alkoholowego otrzymuje się w

sposób opisany technicznie czysty kwas fosforowy.

Pozostały osad zadaje się wodą i otrzymanym wyciągiem wodnym traktuje nowy ładunek 1000 części wagowych superfosfatu o tym samym składzie. Oprócz tego dodaje się 50 części wagowych H_2SO_4 . Daleszą przeróbkę tej mieszaniny prowadzi się w sposób opisany powyżej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania surowego kwasu fosforowego za pomocą rozpuszczalnika organicznego, znamienny tym, że surowy kwas fosforowy, który ewentualnie zawiera jeszcze inne kwasy, zadaje się rozpuszczalnikiem organicznym w obecności związku potasowca, roztwór uwalnia od wydzielonych i osadzonych składników, po czym usuwa się rozpuszczalnik.

2. Sposób według zastrz. 1 w zastosowaniu do oczyszczania wodnych roztworów surowego kwasu fosforowego, znamienny tym, że stosuje się rozpuszczalnik organiczny mieszający się z wodą.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że związku potasowca dodaje się do surowego fosforanu lub jego produktów rozpadu już podczas wytwarzania surowego kwasu fosforowego.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że pozostałość po usunięciu roztworu w rozpuszczalniku organicznym wyciąga się wodą i roztwór otrzymany, zawierający kwas fosforowy i związek potasowca, doprowadza z powrotem do procesu oczyszczania.

Pulverfabrik Skodawerke
Wetzler A. G.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.