СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1133230 A

4 (51) C 01 B 25/30

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

13 13

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3592284/23-26
(22) 20.05.83
(46) 07.01.85. Бюл. № 1
(72) Г.А.Дензанов, А.Ю.Тапехин, З.А.Козлова, В.М.Легеза, В.В.Кравченко, В.П.Чепуренко и В.Ф.Овечкин
(53) 661.833.455.3 (088.8)
(56) 1. Авторское свидетельство СССР № 256741, кл. C 01 B 25/30, 1969.
2. Авторское свидетельство СССР № 971788, кл. C 01 B 20/30, 1982 (прототип).

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФАТА НАТРИЯ, включающий нейтрализацию фосфорной кислоты содой, фильтрацию суспензии и обезвоживание осадка, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта и повышения скорости фильтрации, суспензию перед фильтрацией выдерживают при 100-220°С под давлением и затем охлаждают.

2. Способ по п. 1, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что используют давление 0,95-1,1 величины давления насыщения при соответствующей температуре в течение 10-50 мин, а охлаждение ведут до 85-95°С.

(19) SU (11) 1133230 A

Изобретение относится к технологии получения фосфатов натрия, а именно триполифосфата натрия или пирофосфата натрия, из экстакционной фосфорной кислоты и может быть использовано в производстве моющих средств.

Известен способ получения фосфата натрия в полиформе путем нейтрализации фосфорной кислоты содой при 60-75°С с последующим отделением примесей и термообработкой смеси [1].

Недостатком данного способа является невысокая скорость фильтрации которая не превышает 0,04 $м^3/м^2.ч$.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения фосфата натрия, включающий нейтрализацию фосфорной кислоты содой, фильтрацию суспензии и обезвоживание осадка. Содой обрабатывают сначала 30 - 50 вес.% фосфорной кислоты до значения pH = 8-9. а затем полученную суспензию смешивают с остальным количеством фосфорной кислоты [2].

Недостатком известного способа являются невысокие выход целевого продукта (75,8 - 77,8%) и скорость фильтрации. Так при проведении фильтрации на пресс-фильтре скорость составляет 680 - 790 $кг/м^2.ч$, а при проведении ее на вакуум-фильтре - не более 70 $кг/м^2.ч$.

Цель изобретения - увеличение выхода целевого продукта и повышение скорости фильтрации.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения фосфата натрия, включающему нейтрализацию фосфорной кислоты содой, фильтрацию суспензии и обезвоживание осадка, суспензию перед фильтрацией выдерживают при 100 - 220°С под давлением и затем охлаждают.

Кроме того, используют давление 0,95 - 1,1 величины давления насыщения при соответствующей температуре в течение 10 - 15 мин, а охлаждение ведут до 85 - 95°С.

Способ осуществляется следующим образом.

Повышение выхода продукта (увеличение степени извлечения P_2O_5 и Na_2O из осадков) с ростом температуры нагрева суспензии объясняется тем, что в осадках, образующихся при нейтрализации экстракционной форсфорной кислоты, содержатся фосфаты кальция, полуторные окислы и соединения фтора в основном в виде Na_2SiF_6. При нагревании суспензии происходит переход кислых фосфатов кальция и полуторных окислов в средние и основные, что влечет за собой переход P_2O_5 в жидкую фазу. Кроме того, в присутствии фосфатов кальция и кремнефторида натрия происходит реакция

$$3CaHPO_4 + Na_2SiF_{6(тв)} + 2H_2O_{(ж)} \rightarrow 3CaF_{2(тв)} + SiO_{2(тв)} + 2NaH_2PO_{4(р-р)} + H_3PO_{4(р-р)}.$$

В результате этой реакции твердые $CaHPO_4$ и Na_2SiF_6 взаимодействуют между собой с образованием в растворе фосфатов натрия. С увеличением температуры нагрева суспензии увеличивается скорость реакции. Процесс сопровождается формированием осадка, т.е. укрупнением кристаллических частиц, что приводит к увеличению скорости фильтрации суспензии. Выдержка суспензии при указанных температурах также способствует укрупнению частиц и улучшению фильтрующихся свойств осадка.

В табл. 1 показано влияние температуры нагрева суспензии на скорость фильтрации суспензии и выход продукта, а также на вязкость суспензии.

В табл. 1 в графе "выход фосфатов натрия" по целевому продукту даны абсолютные значения количества получаемых фосфатов натрия на сухую массу. В графе "Выход фосфатов натрия" по P_2O_5 за 100% принято содержание P_2O_5 в исходной экстракционной фосфорной кислоте, а в графе "Выход фосфатов натрия" по Na_2O за 100% принято количество Na_2O в кальценированной соде, затраченной на нейтрализацию фосфорной кислоты до pH 4,5 - 5. В графе "Относительная вязкость" за 1 принята вязкость суспензии при 100°С.

Как видно из табл. 1, при температуре нагрева суспензии ниже 100°С несколько снижаются показатели процесса - выход продукта и скорость фильтрации, и при этом вязкость суспензии сильно повышается, что при непрерывном процессе приводит к значительным затратам энергии на перекачку суспензии. Увеличение температуры нагрева суспензии выше 220°С не дает увеличения выхода целевого продукта и скорости фильтрации, но вызывает неоправданные расходы энергии.

В табл. 2 показано влияние температуры охлаждения суспензии на параметры процесса.

Из данных табл. 2 видно, что при температуре охлаждения суспензии ниже 85°С резко повышается ее вязкость, что приводит к кристаллизации раствора и снижению скорости фильтрации и выхода целевого продукта. При превышении верхнего предела температуры охлаждения скорость фильтрации растет, но температура суспензии приближается к температуре насыщения при атмосферном давлении, что

приводит к вскипанию ее и нарушению технологического режима и вызывает снижение выхода продукта.

Как видно из табл. 3, снижение времени выдержки суспензии менее 10 мин ведет к резкому снижению скорости фильтрации, а увеличение ее более 50 мин нецелесообразно, так как скорость фильтрации не изменяется.

В табл. 4 показано состояние суспензии при различных ее давлениях относительно давления насыщения. Температура нагрева 220°С, температура насыщения соответственно 21 бар.

Как видно из табл. 4 при необходимости нагрева суспензии до заданной температуры возможно различное физическое состояние суспензии в зависимости от того, каково значение давления суспензии относительно давления насыщения. При отношении давлений меньше 1,0 часть жидкой фазы исходной суспензии переходит в паровую, а при давлениях больше 1,0 паровая фаза отсутствует. Ограничения в величинах давления, при которых осуществляют нагрев суспензии относительно давления насыщения при соответствующей ему температуре нагрева в пределах 0,95 - 1,1 связаны с обеспечением надежного проведения процесса нагрева. Поскольку температура является первичной характеристикой, обеспечивающей увеличение выхода целевого продукта и повышения скорости фильтрации, то давление является характеристикой, обеспечивающей нагрев суспензии до нужной температуры. С повышением температуры нагрева необходимо увеличивать давление суспензии. Каждому определенному значению температуры насыщения соответствует одна единственная величина давления насыщения, т.е. определенной температуре нагрева соответствует свое давление насыщения. Снижение давления нагреваемой суспензии меньше величины 0,95 давления насыщения нецелесообразно, так как появляется значительное количество паровой фазы и уменьшается количество жидкой, при этом на стенках теплообменника возможно образование инкрустации в месте образования пузырей. Повышение давления нагретой суспензии выше 1,1 величины давления насыщения нецелесообразно, так как надежность работы теплообменных устройств обеспечена, но растут энергетические затраты на поддержание в системе значительно больших давлений.

Пример 1. 1000 кг экстракционной фосфорной кислоты концентрацией 20,8% P_2O_5 нейтрализуют в реакторе кальцинированной содой до pH = =.4,7 при 90°С. Образующуюся суспензию нагревают при атмосферном давлении до 100°С и при этой температуре при перемешивании выдерживают 50 мин. Давление, при котором нагрета суспензия, в 1,1 раза выше давления насыщения, соответствующего 100°С. Затем суспензию охлаждают до 90°С и расфильтровывают на вакуум-фильтре при вакууме $0,8 \cdot 10^5$ н/м^2 (600 мм рт.ст.), при этом скорость фильтрации по фильтрату составляет 78 кг/м^2·ч. Образовавшийся осадок промывают на фильтре 200 л воды. Осадок обезвоживают. В результате получают 317,3 кг фосфата натрия (на сухую массу).

Пример 2. 1000 кг экстракционной фосфорной кислоты концентрацией 20,8% P_2O_5 нейтрализуют кальцинированной содой до pH = 4,7. Образовавшуюся суспензию непрерывно подают в автоклав и нагревают до 220°С и при этой температуре выдерживают при перемешивании 30 мин. Давление в автоклаве поддерживают на уровне 20 бар, что составляет 0,95 величины давления насыщения. Затем суспензию охлаждают до 95°С и расфильтровывают на вакуум-фильтре при вакууме $0,8 \cdot 10^5$ н/м^2. Скорость фильтрации при этом составляет 1108 кг/м^2·ч. Затем осадок на фильтре промывают 200 л воды. Осадок обезвоживают. В результате получают 347,3 кг (на сухую массу).

Пример 3. 1 т/ч экстракционной фосфорной кислоты концентрацией 20,8% P_2O_5 нейтрализуют кальцинированной содой до pH = 4,7. Образующуюся суспензию непрерывно подают под давлением в теплообменник, где поддерживают турбулентный режим движения. Суспензию нагревают в теплообменнике до 140°С и выдерживают в течение 10 мин. Затем суспензию охлаждают до 90°С и расфильтровывают на вакуум-фильтре при вакууме $0,8 \times 10^5$ н/м^2. Скорость фильтрации составляет 558 кг/м^2·ч. Затем осадок на фильтре промывают 200 л воды. В результате получают 329,9 кг фосфата натрия (на сухую массу).

Использование изобретения позволяет повысить выход целевого продукта с 75,8 - 77,8% по известному способу до 81,2 - 88,9%, а скорость фильтрации увеличить в 2 - 15 раз.

Таблица 1

Температура нагрева, °С	Скорость * фильтрации, кг/м · ч		Выход фосфатов натрия			Относительная вязкость
	вакуум-фильтр	пресс-фильтр	Целевой продукт, кг	P_2O_5, %	Na_2O, %	
90	52	670	315,0	80,6	85,2	2,5
100	78	800	317,3	81,2	85,4	1,0
120	182	1800	320,4	82,0	85,7	0,9
140	533	5300	329,9	84,4	87,0	0,85
160	793	7900	340,3	87,1	87,9	0,8
180	1092	10900	345,4	88,4	88,6	0,75
200	1105	11050	346,5	88,7	88,7	0,7
220	1108	11080	347,3	88,9	88,7	0,7
240	1108	11080	348,1	89,1	88,6	0,6
260	1108	11080	348,1	89,1	88,6	0,6

* Фильтрация охлажденной до 90°С суспензии велась в вакууме $0,8 \cdot 10^5$ н/м^2.

Таблица 2

Параметры	Температура охлаждения, °С					
	70	80	85	90	95	100
Скорость фильтрации кг/м^2. ч						
вакуум-фильтр	273	455	507	533	559	598
пресс-фильтр	2700	4500	5100	5300	5600	6000
Выход целевого продукта, кг	316	317,1	329	345	346,3	320,4
Относительная вязкость суспензии	10	7	3,0	2,0	1,5	1

Таблица 3

Параметры	Время выдержки суспензии, мин						
	1	10	20	30	40	50	60
Скорость фильтрации, кг/м²·ч							
вакуум-фильтр	247	403	455	494	520	533	533
пресс-фильтр	2500	4030	4600	4900	5200	5300	5300

Таблица 4

Параметры	Температура нагрева, °С				
	220	220	220	220	220
Давление насыщения, бар	21	21	21	21	21
Давление суспензии, бар	19	20	21	23	25
Отношение давлений нагрева и насыщения	0,9	0,95	1,0	1,1	1,2
Состояние суспензии	Наличие паровой фазы		Состояние насыщения	Отсутствие паровой фазы	

Составитель Г.Митропольская
Редактор С.Саенко Техред А. Бабинец Корректор М.Розман

Заказ 9910/22 Тираж 462 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4