



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1111987 A

3 (51) С 01 В 25/41

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3500005/23-26

(22) 15.10.82

(46) 07.09.84. Бюл. № 33

(72) А.Б.Бектуров, К.Т.Арынов,
В.И.Литвиненко, В.А.Синяев,
Ю.В.Шкарупа, Р.Т.Ким, Е.П.Маков,
Г.Г.Стародубова и М.С.Федашева

(71) Ордена Трудового Красного Зна-
мени институт химических наук

АН Казахской ССР

(53) 661.632.68(088.8)

(56) 1. Позин М.Е. Технология мине-
ральных солей. М., 1970, с. 1076-
1082.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 785195, кл. С 01 В 25/41, опублик.
1977.

3. Патент Англии № 116193,
кл. С 1 А, 1969.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТРИПОЛИ-
ФОСФАТА НАТРИЯ, включающий обработку
раствора фосфатов натрия соединениями
кальция - карбонатом, оксидом
или гидроксидом, отделение осадка
примесей фильтрацией с последующим
упариванием осветленного раствора
и дегидратацией фосфатов, о т л и-
ч а ю щ и й с я тем, что, с целью
снижения расхода соединений кальция,
повышения выхода продукта и интенсификации
процесса путем повышения
скорости фильтрации, обработку рас-
твора фосфатов натрия соединениями
кальция ведут в присутствии сульфа-
нола, взятого в количестве 1,46-
3,63 кг на 1 т фосфатов натрия.

(19) SU (11) 1111987 A

Изобретение относится к способу получения триполифосфата натрия, используемого в производстве моющих средств, отбеливающих препаратов и реагента для уменьшения жесткости воды.

Известен способ получения триполифосфата натрия, который заключается в нейтрализации фосфорной кислоты содой до pH 6-7 с получением раствора фосфата натрия, в котором молярное соотношение $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ равно 5:3, отделении примесного осадка, упаривании осветленного раствора с последующей дегидратацией солей при 340-400°C. Получают продукт, содержащий 92-93% основного вещества. Образующийся при нейтрализации кислоты содой осадок примесей является смесью полутвердых окислов и фтористых солей [1].

Однако скорость фильтрации раствора фосфата натрия низкая (15 мл/см²ч).

Известен способ получения триполифосфата, включающий упаривание и дегидратацию раствора фосфата натрия, который получают нейтрализацией фосфорной кислоты содой и отделением образовавшегося осадка примесей. Осадок промывают 0,05-0,1%-ным водным раствором фосфата натрия при 60-70°C и промывками разбавляют фосфорную кислоту. Получают продукт, содержащий 92,8% основного вещества, 0,007% железа, 0,67% сульфатов и хлоридов и 0,23% нерастворимых в воде веществ [2].

Недостатком данного способа является невысокое содержание основного вещества и повышенное содержание суммы примесей.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемому является способ получения триполифосфата натрия, заключающийся в обработке раствора фосфатов натрия соединениями кальция (карбонатом, оксидом или гидроксидом кальция), отделении осадка примесей фильтрацией, упаривании осветленного раствора с последующей дегидратацией фосфатов. Раствор фосфата натрия получают гидролизом триметафосфата натрия. Соединения кальция вводят в количестве, достаточном для осаждения примесей в виде фосфатов и достижения молярного соотношения $\text{Na}:\text{P}$ 1,67:1-495 кг/т фосфатов. С осадком примесей теряется до 40% фосфора.

Скорость фильтрации раствора фосфата натрия 15-28 мл/см²ч [3].

Недостатками известного способа являются повышенный расход реагента-соединений кальция, потери фосфора, обуславливающие низкий выход продукта, и невысокая скорость процесса фильтрации.

Цель изобретения - снижение расхода соединений кальция, повышение выхода продукта и интенсификация процесса путем повышения скорости фильтрации раствора фосфата натрия.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения триполифосфата натрия, включающему обработку раствора фосфатов натрия соединениями кальция - карбонатом, оксидом или гидроксидом, отделение осадка примесей фильтрацией с последующим упариванием осветленного раствора и дегидратацией фосфатов, обработку раствора фосфатов натрия соединениями кальция ведут в присутствии сульфанола, взятого в количестве 1,46-3,63 кг на 1 т фосфатов натрия.

Соединения кальция берут в количестве 10,92-18,19 кг на 1 т фосфатов натрия.

Указанные отличия позволяют снизить расход соединений кальция до 10,92-18,19 кг/т фосфатов натрия, повысить выход продукта до 97-97,5%, интенсифицировать процесс отделения осадка примесей путем повышения скорости фильтрации раствора до 35-70 мл/см²ч в зависимости от используемых соединений кальция, а также повысить качество продукта за счет полноты отделения примесей. Получаемый предлагаемым способом триполифосфат натрия содержит 93-94% основного вещества, 0,0009-0,009% железа, 0,4-0,6% сульфатов и хлоридов и 0,001-0,01% нерастворимых в воде веществ.

Данные о влиянии расхода сульфанола и соединений кальция на скорость фильтрации раствора фосфатов натрия приведены в табл. 1.

Раствор фосфатов натрия получают нейтрализацией фосфорной кислоты содой. Содержание железа в фосфорной кислоте 0,04%. Триполифосфат натрия, полученный при предлагаемых расходах, содержит 94% основного вещества.

Из данных, приведенных в табл. 1, следует, что обработка только соеди-

нениями кальция повышает скорость фильтрации раствора фосфата натрия в 1,6 раза. Дополнительное введение сульфанола в 2-3 раза повышает скорость фильтрации. При расходах более 3,63 кг/т фосфатов скорость фильтрации резко снижается.

Сульфанол выбран из ряда поверхностно-активных веществ на основании замеренных заряда и значения электрокинетического потенциала суспензии.

П р и м е р 1. 100 мл фосфорной кислоты с содержанием железа 0,40% разбавляют до плотности 1,29 г/см³, нейтрализуют 54,0 г соды до pH 6,3-6,5 и выдерживают 10-15 мин при 80°C. В полученный раствор ортофосфатов добавляют карбонат кальция в количестве 2,0% (2,58 г), что составляет 14,55 кг/т фосфатов, и через 1 ч 0,46% (0,59 г), что составляет 3,35 кг/т фосфата, сульфанола от веса взятой кислоты. Перемешивают еще 1 ч и затем фильтруют. При этом скорость фильтрации раствора составляет 54 мл/см² ч. Отфильтрованный раствор сушат при 95-105°C и прокаливают при 380°C. Получают триполифосфат с содержанием, %: основное вещество 94,0, при этом P₂O₅ 57,60; Fe 0,003; нерастворимые в воде вещества 0,001; сульфаты и хлориды 0,4, pH 1%-ного водного раствора 9,72.

Из необработанного карбонатом кальция раствора ортофосфатов натрия получают триполифосфат следующего состава, %: Na₅P₃O₁₀ 92,8, при этом P₂O₅ 56,05; Fe 0,02; нерастворимые в воде вещества 0,15; сульфаты и хлориды 0,8. Скорость фильтрации раствора 15 мл/см² ч.

П р и м е р 2. Способ осуществляют аналогично примеру 1, но исходная кислота содержит 0,0086% железа.

Получают триполифосфат с содержанием, %: основное вещество 94,0, при этом P₂O₅ 57,60; Fe 0,0009; сульфаты и хлориды 0,40; нерастворимые

в воде вещества 0,0024; pH 1%-ного водного раствора 9,75. В этом случае скорость фильтрации раствора составляет 80 мл/см² ч, что в 3 раза выше, чем для необработанного раствора.

Результаты примеров, осуществляемых аналогично примеру 1, сведены в табл. 2.

Изобретение позволяет использовать для получения триполифосфата натрия термическую шламовую фосфорную кислоту, имеющую повышенное содержание примесей. Лучшие результаты получают при использовании карбоната кальция, позволяющего получить продукт высшего качества. Преимущества изобретения заключаются в интенсификации процесса и повышении качества продукта.

Т а б л и ц а 1

	Расход, кг/т фосфатов натрия			Скорость фильтрации раствора фосфатов натрия, мл/см ² ч
	Сульфанол	CaCO ₃	Ca(OH) ₂	
20	-	-	-	15
25	-	14,55	-	25
30	1,46	-	-	40
35	3,35	-	-	54
40	3,63	-	-	70
45	5,82	14,55	-	15
	-	-	18,2	25
	1,46	-	18,2	38
	2,55	-	"	41
	3,63	-	"	54
	5,82	-	"	15

Т а б л и ц а 2

Фосфор- ная кисло- та пол- ностью 1,57 г/см ³ с содер- жанием Fe, %	Добавка, кг/т фосфата натрия			Скорость филтра- ции, мл/см ² ч	Качественная характеристика продукта, %				
	СаО	Са (ОН) ₂	Сульфанол		Na ₅ P ₃ O ₁₀	P ₂ O ₅	Fe	SO ₄ ²⁻ Cl ⁻	Нераство- римые в воде ве- щества
0,040	10,9	-	3,63	32,0	93,5	57,50	0,009	0,60	0,009
- " -	-	18,2	2,55	41,0	93,6	57,50	0,009	0,50	0,008
0,086	10,9	-	3,63	54,2	93,2	57,50	0,007	0,56	0,010
- " -	-	18,2	2,55	55,6	93,2	57,60	0,008	0,60	0,008

Составитель Г.Целищев

Редактор В.Петраш

Техред Э.Неце

Корректор Л.Пилипенко

Заказ 6405/15

Тираж 463

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

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