

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 121777

Int. Cl.C 01 b 25/26 Kl. 12i-25/26

Patentsøknad nr. 3146/68 Inngitt 9.VIII.1968

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 11.II.1969

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 13.IV.1971

Prioritet begjært fra: 10.VIII.1967 Tyskland,
nr. B 93910

Benckiser-Knapsack GmbH,
Ludwigshafen/Rhein, Tyskland.

Oppfinnere: Theodor Riehm,
Mannheim, Kalmit str. 1
og
Oskar Gehrig,
Mannheim, Tattersallstr. 41, Tyskland.

Fullmektig: A/S Oslo Patentkontor Dr.ing. K.O. Berg.

Fremgangsmåte for fremstilling av alkalimono-, di- og
trifosfater.

Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av
alkalimono-, di- henh. trifosfater eller deres blandinger i
forstøvningsfremgangsmåter ved å gå ut fra fosforsyre og alkali-
hydroksyd.

Det erkjent å fremstille natrium- og kaliumortofosfater, idet
man tørker deres klare oppløsninger i et forstøvningstårn. For
fremstilling av di- og trifosfater kalsineres disse tørkede
monofosfater normalt i dreierør.

Det er videre kjent for fremstilling av trifosfat å tørke en
ortofosfat-oppløsning i et forstøvningstårn, som inneholder et

121777

2

$\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ -forhold på 5:3. Det derav oppnådde forstøvningssprodukt tilsvarende så formelt sammensetningen $2 \text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaH}_2\text{PO}_4$. I stedet for i et etterkoblet dreierør kan kalsineringen til trifosfat finne sted i entrinnsfremgangsmåte også direkte i forstøvningstårnet, hvilket så blir drevet med høyere temperatur.

Betrakter man teknikkenes stilling først for den med hensyn til fremstillingsmengdene viktigste fremstillingsfremgangsmåte for alkalitrifosfat, så kommer for forstøvningstørking eller også forstøvningskalsinering fosfat-oppløsninger til anvendelse, som inneholder et faststoffinnhold på ikke over 53%, slik at i tårnet ved tørkingen er å fordampe pr. 100 kg monofosfat ca. 69 kg oppløsningsvann. En høyere konsentrasjon av utgangssoppløsningen forbyr seg, da ellers allerede før sprøytingen en utkrystallisering av dialkalimonofosfat finner sted, som ved den etterfølgende kalsinering er årsaken til produkter, som ved siden av trifosfat inneholder større mengder av difosfat og også Maddrell'sk salt henh. trimetafosfat.

For å oppnå et mest mulig rent trifosfat, er det nødvendig å kalsinere en meget fin krystallin og intim blanding av mono- og dialkalimonofosfat. Er disse betingelser ikke gitt, så oppstår fra mono- og dialkalimonofosfat tildels kalsineringsprodukter av disse stoffer, nemlig Maddrell'sk salt og trimetafosfat henh. tetranatriumdifosfat.

Det er dessuten kjent for oppnåelse av en lavere volumvekt å tilsette utgangssoppløsningene drivmidler, som ved forstøvning fører til en gassutvikling og/eller forstøver oppløsningene under meget høye trykk i meget fine dyser (tåkedannelse) eller for forstøvning å tilsette drivdamp i en tostoffsdyse eller å oppnå forstøvningen gjennom roterende skiver.

De kjente fremgangsmåter trenger et forholdsmessig høyt energiforbruk i det vesentlige for utdrivelse av vannet og krever et separat nøytraliseringsforløp.

Det er nå funnet at man med meget lite energiforbruk i en arbeidsgang kan oppnå alkalimono-, di- henh. trifosfater eller

deres blandinger ved å gå ut fra fosforsyre og alkalihydroksyd, og ved at man blander en syre med 40-65% P_2O_5 , fortrinnsvis ca. 55% P_2O_5 , med 40-70%'ig, fortrinnsvis ca. 50%'ig, alkalilut kontinuerlig i et lukket system, hvorpå blandingen forstøvningstørkes, og fremgangsmåten karakteriseres ved at man lar den varme blanding sprøyte fritt ut gjennom en eller flere dyser med slikt tverrsnitt at det i det lukkede system opprettholdes et trykk minst så stort at vannfordampning i systemet hindres. Herved er det mulig under utnyttelse av nøytralisasjonsvarmen og fortynningsvarmen

1. å oppnå en temperatur, ved hvilken ingen utkrystallisering på forhånd finner sted,
2. også uten tilsetningsdamp, uten drivmiddel, uten væskemaksimumtrykk og uten mekaniske forstøvningsskiver å oppnå en fin forstøvning og
3. for trifosfat-fremstillingen å oppnå en homogen mikrokrySTALLblanding, som ved den derpåfølgende kalsinering i dreierør eller i samme forstøvningstårn gir produkter, som minst inneholder 97% trifosfat.

Den vesentlige fordel ved fremgangsmåten ligger deri at gjennom den opptredende nøytralisasjons- og fortynningsvarme fordampes en stor del av vannet uten fremmedenergi etter sprøyting, slik at energibehovet pr. 100 kg produkt vesentlig nedsettes eller også kan forstøvningstårnets ydelse betydelig økes med gitt vannfordampning. Ved anvendelse av 50%'ig natronlut og fosforsyre med ca. 55% P_2O_5 -innhold må fordampes pr. 100 kg ortofosfatblanding for trifosfat-fremstillingen bare 56 kg i motsetning til 89 kg vann etter de vanlige fremgangsmåter. Ved anvendelse av ennå mer konsentrerte syrer og luter er innsparingen av energi ennå betraktelig høyere.

En anordning for gjennomføring av fremgangsmåten er vist i vedlagte tegning, fig. 1 og 2. Fig. 1 viser anlegget skjematisk, fig. 2 et i anlegget innbygget blandingskammer.

121777

4

Komponentene fosforsyre og natronlut doseres ved hjelp av tvillingsstempelpumpen 11 via tilførselsledningene 12 i det lukkede system 14 og nøytraliseres deri, idet store mengder reaksjonsvarme frisettes avhengig av de anvendte konsentrerte syrer og luter. Herved stiger reaksjonstemperaturen og trykket i systemet uten at en fordampning av det i reaksjonsoppløsningen inneholdende vann inntre, da tverrsnittet av forstøvningsdysen 15 velges således at intet trykkfall i systemet inntre under det ved reaksjonstemperaturen opptredende damptrykk. Således finner ingen fordampning sted før dysen, hvorved en utkrystallisasjon på forhånd unngås. Det er altså mulig å regulere forstøvningsprosessen enten ved variasjon av pumpeydelsen henh. av dysetverrsnittet.

Ved hjelp av denne enkle anordning lar det seg ikke helt unngå at i mikrofordeleren oppstår et korttidig, svingende $\text{Na}_2\text{HPO}_4:\text{NaH}_2\text{PO}_4$ -forhold og forårsaker derved et trifosfat som f.eks. inneholder et høyt trimeta- eller Maddrell- og også difosfat-innhold.

Denne ulempe kan unngås ved innbygning av blandingskamret 13 ifølge fig. 2, som kan innbygges mellom tilførselsledningene 12 og 14 og som f.eks. er fylt med Raschig-ringer. I dette blandingskammer egaliseres og utjevnes de ytterst små i tid konsentrasjonsforskjeller, forårsaket ved den pulserende arbeidende doseringspumpe.

Man kan også anvende en flerstempel tvillingpumpe, som sikrer en ikke pulserende tilstrømning av begge utgangssubstanser.

Det er videre mulig, gjennom økning av trykket i systemet ved anvendelse av dyser med mindre diametre å nedsette volumvekten. De hertil nødvendige dyser oppviser over de i en vanlig forstøvningsfremgangsmåte en betydelig større diameter, som avhengig av mengden av de anvendte utgangsuppløsninger ifølge de etterfølgende eksempler ligger mellom 10 og 40 mm.

Det er å forstå slik at den beskrevne fremgangsmåte ikke begrenses bare til fremstillingen av trifosfat, men også er å

anvende med den samme økonomiske effekt for nøytralisasjonen og tørkningen av andre salter, som fremstilles av konsentrerte syrer og luter.

Spesielt lar den seg anvende for fremstillingen av mono-, di- og trinatriummonofosfat og mono-, di- og trikaliummonofosfat såvel som også for fremstillingen av natrium- og kaliumdifosfat.

Ved fremstillingen av mono-, di- og trialkalimonofosfat kan konsentrasjonen av utgangssyrene henh. basene også velges således høyt at allerede før sprøytingen inntreer en viss utkrySTALLISASJON. I motsetning til de kjente etstoffsdysefremgangsmåter er ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen det nødvendige dysetverrsnitt vesentlig større, slik at et eventuelt krystallinnhold ikke fører til forstopping av dysen.

EKSEMPEL 1

Via doseringspumpen 11 sprøytes i timen 500 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 535 liter NaOH (50% NaOH) via tilførselsledningene 12 under mellomsjaltning av blandingskammeret 13 ved hjelp av dysen 15 i tørketårnet 16. Temperaturen i blandingskammeret 13 ligger ved ca. $180^{\circ}C$ ved et trykk på ca. 15 ato. Varmegassinntredelsestemperaturen ligger ved $450^{\circ}C$, utgangstemperaturen ved ca. $150^{\circ}C$. Det ble oppnådd en ortofosfatblanding med en volumvekt på 320 g/l, som deretter kalsineres i dreierør til natriumtrifosfat på vanlig måte.

EKSEMPEL 2

Via en dobbeldoseringspumpe sprøytes i timen 400 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 760 liter NaOH (50% NaOH) i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen ligger ved $420^{\circ}C$, utgangstemperaturen ved ca. $155^{\circ}C$. Det oppnås et trinatriummonofosfat med ca. 40% P_2O_5 og en volumvekt på ca. 450 g/l.

EKSEMPEL 3

Via en dobbeldoseringspumpe sprøytes i timen 450 liter H_3PO_4

121777

6

(55% P_2O_5) og 575 liter NaOH (50% NaOH) i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør ca. $410^{\circ}C$, utgangstemperaturen ca. $145^{\circ}C$. Det oppnås et dinatriummonofosfat med ca. 49% P_2O_5 og en volumvekt på 380 g/l.

EKSEMPEL 4

550 liter H_3PO_4 (44% P_2O_5) og 350 liter NaOH (50% NaOH) sprøytes via en dobbeldoseringspumpe i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør $350^{\circ}C$, utgangstemperaturen ca. $135^{\circ}C$. Det oppnås et mononatriummonofosfat med en volumvekt på 390 g/l og ca. 59% P_2O_5 .

EKSEMPEL 5

350 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 625 liter KOH (50% KOH) sprøytes i 1 time via en dobbeldoseringspumpe i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør $410^{\circ}C$, utgangstemperaturen ca. $145^{\circ}C$. Det oppnås et dikaliummonofosfat på ca. 40% P_2O_5 og en volumvekt på 370 g/l.

EKSEMPEL 6

Via en dobbeldoseringspumpe sprøytes i 1 time 320 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 855 liter KOH (50% KOH) i et tørketårn. Innangstemperaturen utgjør $420^{\circ}C$, utgangstemperaturen ca. $150^{\circ}C$. Det oppnås et trikaliummonofosfat med ca. 31% P_2O_5 og en volumvekt på 420 g/l.

EKSEMPEL 7

Via en doseringspumpe sprøytes i 1 time 350 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 375 liter NaOH (50% NaOH) under mellomsjalting av et blandingskammer i et tørketårn. Temperaturen i blandingskammeret ligger ved ca. $180^{\circ}C$ ved et trykk på ca. 15 ato. Varmegassinntredelsestemperaturen ligger ved $850^{\circ}C$, utgangstemperaturen ved $400^{\circ}C$. Det oppnås et natriumtrifosfat med et innhold på 97% trifosfat.

EKSEMPEL 8

Via en doseringspumpe sprøytes i 1 time 340 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 435 liter NaOH (50% NaOH) i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør ca. 850°C , utgangstemperaturen ca. 400°C . Det oppnås et tetranatriumdifosfat med ca. 53% P_2O_5 .

EKSEMPEL 9

340 liter H_3PO_4 (55% P_2O_5) og 540 liter KOH sprøytes i 1 time via en doseringspumpe i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør 840°C , utgangstemperaturen ca. 400°C . Det oppnås en blanding av ca. 70% kaliumtrifosfat og 30% kaliumdifosfat.

EKSEMPEL 10

Via en doseringspumpe sprøytes i 1 time 700 liter H_3PO_4 (40% P_2O_5) og 370 liter NaOH (69% NaOH) i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen ligger ved 410°C , utgangstemperaturen ved ca. 145°C . Det oppnås et dinatriummonofosfat med et P_2O_5 -innhold på ca. 49%.

EKSEMPEL 11

300 liter H_3PO_4 (65% P_2O_5) og 660 liter NaOH (40% NaOH) sprøytes via en dobbeldoseringspumpe i 1 time i et tørketårn. Varmegassinntredelsestemperaturen utgjør 420°C , utgangstemperaturen ca. 145°C . Det oppnås et dinatriumfosfat med et P_2O_5 -innhold på ca. 49%.

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåte for fremstilling av alkalimono-, di- henholdsvis trifosfater eller deres blandinger ved å gå ut fra fosforsyre og alkalihydroksyd, og ved at man blander en syre med 40-65%

121777

8

P_2O_5 , fortrinnsvis ca. 55% P_2O_5 , med 40-70%'ig, fortrinnsvis ca. 50%'ig, alkalilut kontinuerlig i et lukket system, hvorpå blandingen forstøvningstörkes, k a r a k t e r i s e r t v e d at man lar den varme blanding sprøyte fritt ut gjennom en eller flere dyser med slikt tverrsnitt at det i det lukkede system opprettholdes et trykk minst så stort at vannfordampning i systemet hindres.

Anførte publikasjoner:

Alment tilgjengelig norsk søknad nr. 170.972
Tysk utl.skrift nr. 1.097.421

121777

Fig. 2

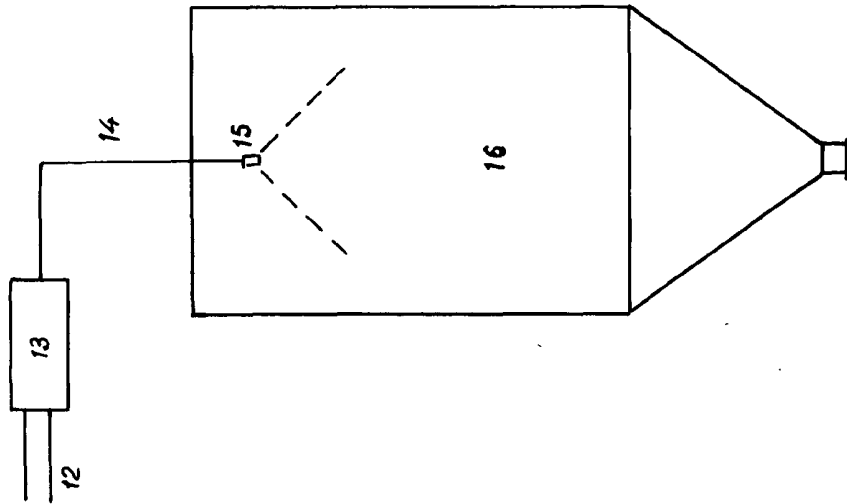


Fig. 1

