

URZĄD PATENTOWY



CO16 25/30

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15724.

Kl. ~~12~~ i 31.

120, 25/30

Federal Phosphorus Company
(Anniston, Alabama, Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób wytwarzania złożonego związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym.

Zgłoszono 9 sierpnia 1928 r.

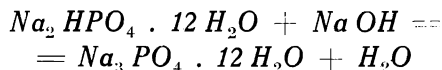
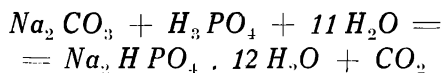
Udzielono 22 lutego 1932 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy otrzymywania fosforanów metali potasowcowych, a zwłaszcza złożonego związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym.

Wynalazek niniejszy ma na celu otrzymywanie związku, do wytwarzania którego potrzebna jest mniejsza ilość alkalijów, niż do wytwarzania handlowego fosforanu trójsodowego.

Według większości sposobów dotychczasowych fosforan trójsodowy (trzeciorzędowy) wytwarza się przez zobojętnienie węglanu sodowego, zwanego w handlu „popiołem sodowym”, kwasem fosforowym, przyczem tworzy się fosforan dwusodowy (drugorzędny). Po wytworzeniu tego ostatniego alkalizuje się go wodorotlenkiem so-

dowym, przetwarzając go w ten sposób na fosforan trójsodowy. Następnie otrzymany roztwór fosforanu trójsodowego oziębia się w odpowiedni sposób i oddziela stały kryształiczny fosforan trójsodowy. Jak wynika z następujących równań:



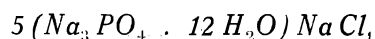
teoretyczne ilości materiałów niezbędnych do wytwarzania fosforanu trójsodowego są następujące:

25.7 części H_3PO_4	na każde	100 części fosforanu trójsodowego					
28.8 części Na_2CO_3	"	"	"	"	"	"	"
10.5 części $NaOH$	"	"	"	"	"	"	"

Wyniki kilkoletnich doświadczeń dowodzą, że jeśli chodzi o wodorotlenek sodowy, to ilość powyższa nie wystarcza i opierając się na fakcie zwiększonego zużycia wodorotlenku handlowego „fosforanowi trójsodowemu” należy przypisać prawdopodobnie wzór $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ z dodatkiem $NaOH$, przyczem stwierdzono, że ilość wodorotlenku sodowego, niezbędna do krystalizacji fosforanu trójsodowego, odpowiada raczej 15 częściom, niż 10.5, jak podano powyżej. Zapomocą licznych doświadczeń ustalono, do jakich granic można zredukować ilość wodorotlenku niezbędną do otrzymywania fosforanu trójsodowego, ze względu na to, że wodorotlenek jest zarówno drogi, jak i niedogodny w użyciu. Okazało się więc, że można otrzymywać fosforan trójsodowy, stosując mniejszą ilość wodorotlenku, przyczem otrzymany związek wykazuje miano 0,50 przy miareczkowaniu mianowanym kwasem i zastosowaniu fenolftaleiny i oranżu metylowego, jako wskaźników. Wykryto, że z tego obojętnego fosforanu dwu- lub trójsodowego można otrzymać związek różny od niego przez dodanie chlorku sodowego, co ułatwia krystalizację połączenia z fosforanem trójsodowym. Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób otrzymywania związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym łącznie z chlorkiem sodowym.

Dalej stwierdzono, że przy dodaniu zwykłej soli kuchennej $NaCl$ można otrzymać materiały, wykazujące wszystkie charakterystyczne cechy handlowego fosforanu trójsodowego, znajdującego się na rynku, a zatem okazało się, że nadmiar alkaliów przy wytworzeniu fosforanu trójsodowego jest zbyteczny. Wykryto również, że

nowy materiał otrzymany w ten sposób nie działa szkodliwie susząco i żrąco na skórę, jak handlowy fosforan trójsodowy. Prócz tego mniejsze zapotrzebowanie sody żrącej stanowi znaczną zaletę niniejszego sposobu, ponieważ nowy związek można otrzymywać przy pomocy teoretycznie obliczonej ilości sody żrącej. Ponieważ dokładna budowa tego związku niezupełnie jest znana, można więc przypuszczać, że jest to połączenie cząsteczkowe, w którym $NaOH$ handlowego trójfosforanu sodowego jest zastąpione przez chlorek sodowy. Związki temu np. można przypuszczalnie przypisać wzór następujący:



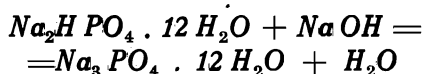
opierając się na fakcie że kryształy wykazują miano („ratio”) 0,50 i zawierają około 3% $NaCl$. Tę ilość sody żrącej czyli miano przy wytworzeniu roztworów do krystalizacji można ustalić zapomocą miareczkowania roztworu związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym zapomocą $\frac{1}{2}$ normalnego kwasu solnego, stosując fenolftaleinę i oranż metylowy, jako wskaźniki.

Po osiągnięciu końcowego punktu dla fenolftaleiny odczytuje się ilość użytego kwasu i miareczkuje się dalej aż do punktu słabo kwaśnego zapomocą oranżu metylowego. Rezultat miareczkowania zapomocą fenolftaleiny dzieli się przez sumę obu odczytań i miano („ratio”) 0,46 do 0,50 wykazuje pożądane optimum warunków do wytwarzania z dobrą wydajnością fosforanu trójsodowego, krystalizującego po oziębieniu roztworu. Miano oznaczane w ten sposób jest jednym ze środków określenia stałej, jako miary alkali zawartego w roz-

tworze albo kryształach. Termin „miano” użyty w niniejszym opisie dotyczy metody określenia stosunku punktu końcowego, oznaczonego zapomocą fenolftaleiny, względem punktu końcowego, oznaczonego zapomocą oranżu metylowego, w roztworze lub kryształach związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym. Widocznem jest, że sposób otrzymywania tego nowego związku daje znaczne korzyści gospodarcze w porównaniu z dotychczasowem otrzymywaniem handlowego fosforanu trójsodowego.

Przebieg procesu i urządzenie jest podobne do stosowanego przy otrzymywaniu dotychczasowego handlowego fosforanu trójsodowego.

Zgodnie z wynalazkiem kwas fosforowy zobojętnia się zapomocą węglanu sodowego (Na_2CO_3) aż do wytworzenia fosforanu dwusodowego, i roztwór sący się aby usunąć ewentualne ciała stałe, poczem dodaje się doń 4% chlorku sodowego. Następnie dodaje się niezbędną ilość $NaOH$, w przybliżeniu zgodnie z równaniem



Ilość chlorku sodowego zmienia się zgodnie z wynikiem miareczkowania (mianem), przyczem wyższe miano wymaga większej ilości chlorku sodowego. „Miano” z miareczkowania waha się od 0,46 do 0,50 zależnie od stężenia roztworu, przyczem wyższe „miano” stosuje się przy większem stężeniu.

Po nastawieniu roztworu fosforanu trójsodowego i chlorku sodowego zgodnie z opisem, roztwór ten się oziębia w odpowiedni sposób, przyczem wydziela się kryształy związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym, które następnie suszy się przez oddzielanie ich zapomocą wirówki

lub oddziela się od wody zapomocą odpowiednich środków odwadniających, poczem suszy się je zapomocą nagrzewania parą lub zapomocą powietrza w celu usunięcia wilgoci z powierzchni. Po wysuszeniu kryształy są gotowe do magazynowania i wysyłki.

Jako przykład, podano następujące stosunki ilościowe przy wytwarzaniu opisanego związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym:

43 części	60% H_3PO_4 (25,8% H_3PO_4)
28 „	technicznej sody 99,2% Na_2CO_3
11 „	sody kaustycznej 98% $NaOH$
8 „	chlorku sodowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania złożonego związku fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym, znamienny tem, że do fosforanu dwusodowego w roztworze dodaje się sody żrącej i chlorku sodowego, również w roztworze, względnie łączy się roztwory wodne kwasu fosforowego, węglanu sodowego i sody żrącej z roztworem chlorku sodowego, poczem roztwór stęży się, ochładza i wydziela się związek fosforanu trójsodowego z chlorkiem sodowym, w postaci krystalicznej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwór fosforanu dwusodowego stęży się przed dodaniem chlorku sodowego i sody żrącej.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że kwas fosforowy zobojętnia się zapomocą węglanu sodowego i wszystkie ciała stałe, utworzone w ten sposób, usuwa się.

Federal Phosphorus Company.

Zastępca: I. Myszczyński,

rzecznik patentowy.