



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260921

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/28

(22) Přihlášeno 29 08 85
(21) PV 6194-85

(40) Zveřejněno 15 06 88

(45) Vydáno 14 04 89

(75)
Autor vynálezu

GLASER VLADIMÍR ing. doc. CSc., VÍDENSKEJ JAN ing. CSc.,
MOSTECKÝ JIŘÍ akademik, PRAHA, LAKOTA VLADIMÍR ing. CSc., SLUŠOVICE,
BENDA IVO, SÝKORA STANISLAV ing. CSc., NOVÁK JAROSLAV ing., GOTTWALDOV,
BASTL VLADIMÍR ing., SLUŠOVICE

(54) Způsob výroby dihydrogen-fosforečnanů neb/a hydrogenfosforečnanu amonného se sníženým obsahem fluoru

Podstata způsobu spočívá v tom, že se ve vodném prostředí při teplotě dosahující až bodu varu reakční směsi, s výhodou při 70 až 90 °C, uvedou do reakce fosforečná surovina získaná amoniakalizací extrakční kyseliny trihydrogenfosforečné a superfosfát a po vysrážení fluoridových ionů do požadovaného stupně se ze suspenze oddělí pevná fáze a zbylý roztok se zpracuje na požadovaný produkt. Produkt je vhodný jako minerální přísada do krmných směsí.

Vynález se týká způsobu výroby dihydrogenfosforečnanu nebo hydrogenfosforečnanu amonného nebo jejich směsí se sníženým obsahem fluoru.

Fosforečnany amonné se sníženým obsahem fluoru na bázi extrakční kyseliny trihydrogenfosforečné se nejčastěji vyrábějí rekrystalizací. Některé způsoby spočívají v čištění kyseliny trihydrogenfosforečné od fluorovodíku destilací. Rovněž jsou navrženy způsoby, jejichž podstata spočívá v převedení vodorozpustných forem fluoru na fluorid vápenatý.

Nedostatek dosud používaných výrobních postupů spočívá především v tom, že při rekrystalizaci není snížení obsahu fluoru pro některé účely zpravidla dostatečné. Kromě toho dochází rovněž ke značným ztrátám požadovaného produktu v matečném louhu. Při oddestilování fluorovodíku z kyseliny trihydrogenfosforečné dochází ke značné korozi destilačního zařízení. Způsoby založené na převedení vodorozpustných sloučenin fluoru na fluorid vápenatý jsou technologicky složitější než navržený výrobní postup.

Tyto nevýhody řeší podle vynálezu způsob výroby dihydrogenfosforečnanu nebo hydrogenfosforečnanu amonného nebo jejich směsí se sníženým obsahem fluoru, jehož podstata spočívá v tom, že se ve vodném prostředí při teplotě dosahující až teploty varu reakční směsi, s výhodou při 70 až 90 °C, uvedou do reakce fosforečná surovina, získaná amoniakalizací extrakční kyseliny trihydrogenfosforečné a superfosfát jednoduchý nebo dvojitý nebo trojitý, případně směs těchto superfosfátů, a po vysrážení fluoridových ionů do požadovaného stupně se ze suspenze oddělí pevná fáze a zbylý roztok se zpracuje na požadovaný produkt.

Místo části nebo veškerého superfosfátu se výhodně použije kyselina trihydrogenfosforečná a vápenatá nebo/a vápenatohořečnatá surovina.

Místo části nebo veškerého superfosfátu se výhodně použije přírodní fosfát a kyselina trihydrogenfosforečná nebo/a minerální kyselina, případně jejich směs.

Místo části nebo veškerého superfosfátu se výhodně použije vodorozpustná vápenatá nebo/a hořečnatá sůl nebo směs solí.

Místo části nebo veškerého superfosfátu se výhodně použije sodná fosforečná sůl nebo směs solí.

U fosforečné suroviny nebo/a superfosfátu nebo/a u surovin, které ho nahrazují a případně i v reakční směsi se výhodně upraví pH buď přidáním kyseliny trihydrogenfosforečné nebo/a amoniakalizací nebo/a alkalicky působící vápenatou nebo/a hořečnatou surovinou nebo/a alkalicky působící surovinou obsahující fosfor.

Reakční směs nebo/a zbylý roztok po filtraci se výhodně zahušťuje odpařováním vody, potom se oddělí pevná fáze a zbylý roztok se zpracuje na produkt.

Po vysrážení fluoridových ionů a po oddělení pevné fáze se výhodně zbylý roztok přečistí krystalizací.

K roztoku zbylému po oddělení pevné fáze se výhodně přidává za účelem úpravy složení kyselina trihydrogenfosforečná.

Roztok zbylý po oddělení pevné fáze za účelem úpravy složení se výhodně amoniakalizuje.

Roztok zbylý po oddělení pevné fáze se výhodně za účelem snížení obsahu vápníku nebo/a hořčíku amoniakalizuje a vzniklá sraženina se ze vzniklé suspenze oddělí a zpracuje například na vápenatou nebo/a hořečnatou fosforečnou krmnou surovinu.

Roztok zbylý po oddělení pevné fáze se výhodně převede reakcí s rozpustnou vápenatou nebo/a hořečnatou surovinou například na vápenatou nebo/a hořečnatou krmnou surovinu.

Část nebo veškeré promývací vody se výhodně vrací zpět do procesu.

Část nebo veškerý matečný roztok, v případě zpracování zbylého roztoku krystalizací, se výhodně vrací zpět do procesu.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že snížení obsahu fluoru na hodnotu požadovanou pro krmivářské účely se dosahuje velice jednoduchou technologií. Kromě toho se veškerý fosfor, kromě technologických ztrát, ze vstupní suroviny zužitkuje na výrobu žádaného produktu. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům výrazně ekonomicky výhodnějším.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální nebo kombinace obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že k suspenzi superfosfátu po případné úpravě pH se přidá stechiometrické nebo podstechiometrické množství amofosu vzhledem k obsahu fluoridových ionů. Je výhodné, když reakce je vedena při vyšších teplotách, s výhodou při 70 až 90 °C. Po vysrážení fluoridových ionů do požadovaného stupně se roztok oddělí, například filtrací, od pevné fáze a zpracuje na požadovaný produkt.

Způsob výroby podle vynálezu je dále blíže popsán na konkrétních příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

150 l vody bylo ve vsádkovém míchaném reaktoru zahřáto na 80 °C, potom bylo přidáno 20 kg jednoduchého granulovaného superfosfátu vyrobeného z apatitu Kola a po 15minutovém míchání za postupného zvyšování teploty na 95 °C bylo přidáno 80 kg amofosu. Po 30 minutách byla suspenze přečerpána na filtr, oddělený roztok odpařen a získána sůl obsahující přibližně 88 % hm dihydrogenfosforečnanu amonného, 10 % hm hydrogenfosforečnanu amonného a 0,1 % hm fluoru.

P ř í k l a d 2

Pokus byl proveden stejně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že roztok amonné soli se sníženým obsahem fluoru byl na pevnou sůl zpracován krystalizací. Krystaly obsahovaly 0,065 % hm fluoru.

P ř í k l a d 3

Pokus byl proveden stejně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že k defluoraci bylo použito 10 kg jednoduchého superfosfátu a 4,1 kg chloridu vápenatého. Po 20 minutách zahřívání byla suspenze zfiltrována a roztok odpařením převeden na pevnou sůl s obsahem 0,1 % hm fluoru.

Produkt je vhodný jako minerální přísada do krmných směsí.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby dihydrogenfosforečnanu nebo/a hydrogenfosforečnanu amonného se sníženým obsahem fluoru, vyznačující se tím, že se ve vodném prostředí při teplotě dosahující až teploty varu reakční směsí, s výhodou při 70 až 90 °C, uvedou do reakce fosforečná surovina získaná amoniakalizací extrakční kyseliny trihydrogenfosforečné a jednoduchý, dvojitý nebo trojitý superfosfát, případně jakákoliv směs těchto superfosfátů nebo/a složka tvořená kyselinou trihydrogenfosforečnou a vápenatou nebo/a vápenatohořečnatou surovinou nebo/a složka tvořená přírodním fosfátem a kyselinou trihydrogenfosforečnou nebo/a minerální kyselinou, případně jejich směsí nebo/a složka tvořená vodorozpustnou vápenatou solí nebo/a hořečnatou solí nebo/a složka tvořená sondou fosforečnou solí nebo směsí těchto solí nebo/a surovinou obsahující tyto soli a vodorozpustnou vápenatou nebo/a hořečnatou solí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že u fosforečné suroviny nebo/a superfosfátu nebo u surovin, které ho nahrazují a případně i v reakční směsi se upraví hodnota pH přidáním kyseliny trihydrogenfosforečné nebo/a amoniakalizací nebo/a alkalicky působící vápenatou nebo/a hořečnatou surovinou nebo/a alkálicky působící surovinou obsahující fosfor.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že reakční směs nebo/a zbylý roztok po filtraci se zahušťuje odpařováním vody, potom se oddělí pevná fáze a zbylý roztok se zpracuje na produkt.

4. Způsob podle bodu 1 až 3 vyznačující se tím, že po vysrážení fluoridových ionů a po oddělení pevné fáze se zbylý roztok přečistí krystalizací.

5. Způsob podle bodu 1 až 4 vyznačující se tím, že k roztoku zbylému po oddělení pevné fáze se přidává za účelem úpravy složení kyselina trihydrogenfosforečná.

6. Způsob podle bodu 1 až 5 vyznačující se tím, že roztok zbylý po oddělení pevné fáze se za účelem úpravy složení amoniakalizuje.

7. Způsob podle bodu 1 až 6 vyznačující se tím, že roztok zbylý po oddělení pevné fáze se za účelem snížení obsahu vápníku nebo/a hořčíku amoniakalizuje a vzniklá sraženina se ze suspenze oddělí a zpracuje například na vápenatou nebo/a hořečnatou krmnou surovinu.

8. Způsob podle bodu 1 až 7 vyznačující se tím, že roztok zbylý po oddělení pevné fáze se převede reakcí s rozpustnou vápenatou nebo/a hořečnatou surovinou například na vápenatou nebo/a hořečnatou krmnou surovinu.

9. Způsob podle bodu 1 až 8 vyznačující se tím, že část nebo veškeré promývací vody se vrací zpět do procesu.

10. Způsob podle bodů 1 až 9 vyznačující se tím, že část nebo veškerý matečný roztok, v případě zpracování zbylého roztoku krystalizací, se vrací zpět do procesu.