

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y PATENTU TYMCZASOWEGO

75 061

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12i,25/12

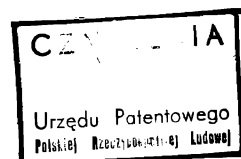
Zgłoszono: 16.12.1972 (P. 159581)

Pierwszeństwo: _____

MKP C01b 25/12

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.10.1975



Twórcy wynalazku: Anatol Chomiakow, Józef Szarawara, Stefan Pawlikowski,
Stefan Szymonik, Władysław Augustyn, Stanisław Anioł, Szymon Banasik,
Stefan Pleśniak, Józef Marszałek, Marian Skorupa
Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Śląska im. W. Pstrowskiego, Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania pięciotlenku fosforu o wysokiej czystości

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania pięciotlenku fosforu o tak wysokiej czystości, która pozwoliłaby na stosowanie tego związku do celów analitycznych i innych bez dodatkowego oczyszczania go przez sublimację.

Dotychczas znane są preparatywne oraz techniczne sposoby utleniania fosforu do pięciotlenku fosforu powietrzem lub tlenkiem, w których do komory reakcyjnej oprócz jednego z wymienionych gazów wprowadza się fosfor biały w postaci stałej lub ciekłej. W instalacjach produkcyjnych spala się zazwyczaj techniczny fosfor biały otrzymywany metodą elektrotermicznej redukcji fosforytów węglem w obecności krzemionki. Ponieważ końcową operacją tego procesu jest kondensacja par fosforu z gazów piecowych pod wodą produkowany techniczny fosfor biały zwany też – od zabarwienia – fosforem żółtym, mimo następnej obróbki rafinującej jest zanieczyszczony występującymi w gazach piecowych pyłami oraz parami metali. Otrzymywany więc z takiego surowca pięciotlenek fosforu posiada niezadowalającą czystość – zawiera on bowiem wszystkie te zanieczyszczenia, które znajdowały się w poddanym spalaniu fosforze. Niezależnie od tego handlowy pięciotlenek fosforu zawiera zwykle niższe tlenki fosforu, głównie trójtlenek fosforu, a czasami także i ślady fosforu pierwiastkowego.

Wymienione powyżej zanieczyszczenia występujące w fosforze wprawdzie w wielu przypadkach nie przeszkadzają w stosowaniu wyprodukowanego na jego bazie pięciotlenku fosforu jako środka suszącego ale wyraźnie obniżają wartość użytkową tego produktu do celów specjalnych i analitycznych. Niektóre zanieczyszczenia w przypadku gdy znajdują się w większych ilościach, mogą również szkodliwie oddziaływać na osuszane substancje, np. na skutek swych własności redukujących. Zanieczyszczony P_2O_5 oczyszcza się przez sublimację w strumieniu ozonizowanego powietrza w temperaturze $300^\circ C$. W przypadku użycia bardziej zanieczyszczonego wyjściowego pięciotlenku jednorazowa sublimacja jest niewystarczająca. Opisana wyżej metoda, realizowana z dużą stratą wyjściowego P_2O_5 jest do tej pory jednym sposobem otrzymywania pięciotlenku fosforu o wysokiej czystości, nadającym się dla celów odczynnikowych, osuszających i innych.

Jednym ze znanych sposobów otrzymywania pięciotlenku fosforu w skali technicznej np. z polskiego opisu patentowego nr 15715 jest proces, w którym jako substrat fosforowy stosuje się gazy otrzymane w wyniku redukcji minerałów fosforanowych w piecu szybowym, które następnie poddaje się utlenieniu tlenem powietrza do pięciotlenku fosforu.

Otrzymany jednak w ten sposób pięciotlenek fosforu jest w znacznym stopniu zanieczyszczony.

Innym sposobem otrzymywania małych ilości P_2O_5 dla celów odczynnikowych jest metoda preparatywna polegająca na utlenianiu czystego stałego fosforu białego, osuszonym powietrzem lub tlenem. Metoda ta z uwagi na duże ilości ciepła wywiązującego się przy utlenianiu oraz ze względu na własności takie jak łatwopalność i dużą toksyczność fosforu białego nie posiada większego praktycznego znaczenia.

Celem wynalazku jest opracowanie metody wytwarzania pięciotlenku fosforu, która pozwoliłaby na otrzymywanie w jednym procesie technologicznym produktu o takim stopniu czystości aby mógł być on z powodzeniem stosowany zarówno jako substancja osuszająca jak również do celów analitycznych i innych.

Cel ten został osiągnięty przez zgazowanie fosforu białego i następny transport jego par w strumieniu gazu obojętnego np. dwutlenku węgla lub azotu do reaktora, w którym w warunkach wysokotemperaturowych w granicach $1000-1600^\circ\text{C}$ następuje proces utleniania do pięciotlenku fosforu czystym i suchym tlenem. Według wynalazku zgazowanie fosforu białego prowadzić można w zakresie temperatur $240-340^\circ\text{C}$ przy czym najlepiej w temperaturze wrzenia przy częściowej jego konwersji do fosforu czerwonego.

Otrzymane ze spalania całkowicie dotlenione pary P_4O_{10} z dużym nadmiarem tlenu pierwiastkowego poddaje się następnie kondensacji.

Przykładowy przebieg procesu według wynalazku pokazano na załączonym rysunku. Aparaturę składa się z pojemnika 1 w którym topi się fosfor biały, odparowywacza 2 umożliwiającego kontrolowane zgazowanie fosforu, reaktora-komory spalań 3 w której następuje utlenianie par fosforu w atmosferze tlenu doprowadzanego w nadmiarze, systemu kondensatorów-odpylaczy 4 w których w zależności od sposobu prowadzenia procesu pięciotlenek osadza się w postaci litej warstwy lub śnieżno-białego puszystego proszku, skrubera absorpcyjnego 5 przez który przechodzą gazy odlotowe wraz z unoszoną niewielką ilością aerozolu P_2O_5 , którego nie udało się zatrzymać w kondensatorach. Gromadzący się w kondensatorach-odpylaczach produkt można odbierać okresowo po zakończeniu cyklu produkcyjnego lub w sposób ciągły w trakcie jego trwania. Otrzymany pięciotlenek fosforu pakuje się w suchej atmosferze do odpowiednich opakowań.

Sposób według wynalazku pozwala na całkowite wyeliminowanie kłopotliwego i połączonego ze znacznymi stratami oczyszczania pięciotlenku fosforu w drodze jego sublimacji w strumieniu ozonu. Dostarcza pięciotlenku fosforu o najwyższej czystości odczynnikowej, wolnego od śladów P_2O_3 i fosforu pierwiastkowego, charakteryzującego się nadto dużą zdolnością do pochłaniania wilgoci.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania pięciotlenku fosforu o wysokiej czystości oparty na syntezie par fosforu z tlenem, **znamienny tym**, że oczyszczony fosfor biały poddaje się zgazowaniu i w stanie pary wprowadza dyszą do reaktora, w którym utlenia się suchym tlenem technicznym stosowanym w nadmiarze.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zgazowanie fosforu prowadzi się w temperaturze $240-340^\circ\text{C}$, przy częściowej jego konwersji do fosforu czerwonego.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, **znamienny tym**, że do transportu par fosforu białego do reaktora stosuje się obojętny gaz nośny, korzystnie dwutlenek węgla.

