

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr.120988

Int. Cl. C 01 b 25/22 Kl. 121-25/22

Patentsøknad nr. 2029/68 Inngitt 24.V 1968

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 28.XI 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 4.I 1971

Prioritet begjært fra: 27.V-67 Tyskland,
nr. M 74139
17.VIII-67 USA,
nr. 661184

Multi-Minerals Ltd.,
Toronto-Dominion Bank Tower,
Toronto 1, Ontario, Canada.

Oppfinner: Linden Wayne Cochran, Lyons Road,
Basking Ridge, N.J., USA.

Fullmektig: Siv.ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre, ved oppslutning av et fosforholdig utgangsmateriale med en moderlut omfattende en mettet, praktisk talt mettet eller overmettet oppløsning av monocalciumortofosfat i fosforsyre hvorpå suspenderte krystaller av monocalciumortofosfat separeres fra moderluten for omdannelse til fosforsyre ved kontakt med en ionebytteharpiks.

Det er kjent å fremstille fosforsyre fra et fosfatholdig materiale ved oppslutning med et overskudd av fosforsyre, hvorefter det ved oppslutningen dannede vannoppløselige salt separeres fra oppløsningsoppløsningen og omsettes med en kationbytter for å danne fosforsyre. Ifølge denne kjente fremgangsmåte anvendes fortrinnsvis

120988

2

for oppslutningen et overskudd av fosforsyre tilsvarende en mengde som er seks ganger større enn den stökiometriske mengde som er nödvendig for oppslutningsreaksjonen, og syren anvendes fortrinnsvis i en höykonsentrert form.

En annen fremgangsmåte er blitt foreslått omfattende oppslutning av det fosfatholdige materiale i minst 71 vekt% fosforsyre for så å avkjöle opplösningen for å krystallisere ut det dannede monocalciumortofosfat. De dannede krystaller fjernes så fra moderluten sammen med uopplöselig materiale, krystallene vaskes i minst 71 % fosforsyre og de uopplöselige materialer fjernes så ved fornyet opplösning av krystallene. Det rene monocalciumortofosfat blir så bragt i kontakt med ionebytteharpiksen for omdannelse til fosforsyre.

Denne kjente metode innebærer endel ulemper da opplöseligheten av det ved oppslutningen dannede opplöselige monocalciumortofosfat i fosforsyre riktignok er direkte avhengig av temperaturen, men forholdene med hensyn til den opplösende syres konsentrasjon er mer kompliserte. Ved lave syrekonsentrasjoner er saltet forholdsvis opplöselig. Saltets opplöselighet öker med syrekonsentrasjonen inntil en konsentrasjon av ca. 47 vekt% H_3PO_4 hvor opplöseligheten når et maksimum. Deretter synker monocalciumortofosfatets opplöselighet hurtig med stigende syrekonsentrasjon, og opplöseligheten er praktisk talt ubetydelig ved syrekonsentrasjoner over 75 vekt%.

Denne opplöselighetsegenskap til monocalciumortofosfat i fosforsyre setter en övre grense med hensyn til den materialmengde som kan fremstilles i en volumenhet av moderluten så lenge den begrensede betingelse for opplösning av saltet i moderluten gjelder. Ved foreliggende oppfinnelse utnyttes fordelene med monocalciumortofosfatets begrensede opplöselighet, og foreliggende fremgangsmåte står i skarp kontrast til de kjente fremgangsmåter hvor fremstillingen av fosforsyre er avhengig av og begrenset av monocalciumortofosfatets opplöselighet.

Det taes derfor ved foreliggende oppfinnelse sikte på å tilveiebringe en fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre i meget ren form.

Det taes videre sikte på å tilveiebringe en fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre hvor monocalciumortofosfatets opplöselighet ikke er en begrensende faktor, men hvor i motsetning til

kjente fremgangsmåter monocalciumortofosfatets relative uopløselighet ikke setter noen øvre grense hva angår den materialmengde som kan fremstilles og omdannes til fosforsyre ved en gitt væskekapasitet for den anvendte oppslutnings- og krystalliseringsapparat.

Det taes også ved foreliggende oppfinnelse sikte på å tilveiebringe en fremgangsmåte hvor utvinningen av fosforsyre fra monocalciumortofosfatet skjer med minimalt forbruk av varmeeenergi.

Oppfinnelsen angår derfor en fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre ved oppslutning av et fosforholdig utgangsmateriale med fosforsyre i et første prosesstrinn, hvorved en suspensjon av partikler av monocalciumortofosfat i oppløsningen fremstilles, hvorpå i et annet prosesstrinn saltpartiklene i det minste delvis skilles fra suspensjonen og i et tredje prosesstrinn de utskilte partikler bringes i kontakt med en ionebytteharpiks for dannelselse av fri fosforsyre, idet moderlut og vaskevæske i det minste delvis tilbakesføres til oppslutningen, og fremgangsmåten er særpreget ved at det for oppslutningen anvendes fosforsyre som er mettet, praktisk talt mettet eller overmettet med en oppløsning av monocalciumortofosfat.

Foreliggende oppfinnelse er basert på den oppdagelse at en moderlut mettet med monocalciumortofosfat kan tjene som et reaksjonsmedium i hvilket praktisk talt ubegrensede mengder av ytterligere monocalciumortofosfat kan fremstilles ved omsetning av ytterligere mengder fosforsyre og apatitt eller andre fosfatholdige materialer. Ved fölgelig å utnytte monocalciumortofosfats forholdsvis oppløselighet i ortofosforsyre for til enhver tid å opprettholde en mettet moderlut kan praktisk talt ubegrensede mengder monocalciumortofosfat fremstilles, transporteres og filtreres fra en volumenhet av moderluten. Den begrensende faktor utgjöres da bare av den konsentrasjon ved hvilken moderluten mister sine væskeegenskaper og går over til et fast stoff.

120988

4

Mengder ut over 750 deler monocalciumortofosfat pr. 1000 deler moderlut er blitt fremstilt, transportert og filtrert ifølge foreliggende fremgangsmåte uten at noen mekaniske eller kjemiske problemer har oppstått.

Det er ikke nødvendig å anvende et sterkt temperaturfall for å fremtvinge fjernelse av det oppløste monocalciumfosfat fra moderluten da monocalciumortofosfatet allerede er tilgjengelig i moderluten som en suspensjon av uoppløselige, krystallinske materialer. Ved at det på forhånd foreligger en mettet moderlut utelukkes videre oppløsning av monocalciumortofosfat ved den spesielle temperatur ved hvilken moderluten holdes. En liten temperaturgradient mellom oppslutningsapparatet og krystalliseringsapparatet vil lette agglomereringen av de i suspensjonen foreliggende krystaller. En ytterligere vekst av krystallene i suspensjonen vil underlettes ved utfelning av ytterligere monocalciumortofosfat fra oppløsningen.

Foreliggende fremgangsmåte er virkningsfull ved at det forbrukes bare en liten varmeenergimengde for å fremtvinge en utkrystallisering av en ønsket mengde monocalciumortofosfat fra moderluten, og et slikt forbruk representerer energi som må gjenvinnes. Foreliggende fremgangsmåte står derfor i skarp kontrast til oppløsningsprosesser hvor utskillelse ved krystallisering utføres bare ved hjelp av avkjøling, en teknikk som er uøkonomisk med hensyn til forbruket av varmeenergi.

Selvom foreliggende fremgangsmåte er anvendelig i forbindelse med et hvilket som helst fosfatholdig materiale, er apatitt (tricalciumfluorfosfat) nevnt som et typisk fosfatholdig utgangsmateriale. Det bør imidlertid bemerkes at fremgangsmåten ikke er begrenset til anvendelse av apatitt, og fagmannen vil forstå at andre fosfatholdige materialer er like anvendelige.

Dersom det som utgangsmateriale anvendes et fosfatmineral inneholdende uoppløselig, ikke-fosfatmateriale i tillegg til det fosfatholdige materiale, vil moderluten inneholde uoppløst materiale i tillegg til det suspenderte monocalciumortofosfat. Utskillelse av monocalciumortofosfatet fra dette uoppløste, faste materiale (gangart) fåes på grunn av monocalciumortofosfatets oppløselighetsegenskaper. Med forholdsvis små mengder suspendert salt kan de oppsluttede rester delvis fjernes ved utskillelse basert på tyngden og ved dekantering av moderluten

x

Alternativt kan, om ønskes, det filtrerte og vaskede monocalciumortofosfat først oppløses i et egnet oppløsningsmiddel, fortrinnsvis fosforsyre, oppløsningen filtreres for å fjerne de uoppløste rester og den klarede oppløsning så bringes i kontakt med en ionebytteharpiks for å fjerne calcium og andre eventuelt foreliggende kationer, som sjeldne jordarter.

I alminnelighet vil mengden av fremmede materialer i anriket apatitt og som ikke med letthet vil være oppløselige i ortofosforsyre, utgjøre en meget liten andel av den samlede mengde. I et forholdsvis urent fosfatholdig utgangsmateriale vil anvendelse av et oppløsnings- og filtreringstrinn etter filtreringen eller sentrifugeringen og vasketrinn og for ionebyttetrinnet bevirke at de uoppløste materialer fjernes.

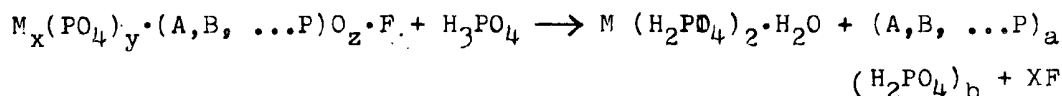
Foreliggende fremgangsmåte vil nu bli mere detaljert beskrevet.

Fosforsyre mettes med monocalciumortofosfat ved en enkel tilsetning av apatitt eller andre fosfatholdige materialer inntil ytterligere tilsetning av fosfatholdige materialer gjør at faste partikler kommer til syne. Den materialmengde som er nødvendig for en slik metning, er en funksjon av P_2O_5 -innholdet i det fosfatholdige materiale, P_2O_5 -innholdet i den ortofosforsyre som anvendes for omsetning med materialet og reaksjonens mediumets temperatur. Disse betingelser kan ikke spesifiseres på forhånd for alle mulige kombinasjoner og variasjoner av materialer og temperaturer som kan forekomme. Reaksjonen bør utføres under kontinuerlig bevegelse av det reagerende medium for derved å bevirke en hurtig kontakt mellom de fosfatholdige materialer og fosforsyre. Samtidig bør det anvendes en kontinuerlig spyling, f.eks. med luft, N_2 eller andre gasser som er inerte overfor reaksjonen, for derved å underlette fjernelsen av fluor eller flyktige fluorforbindelser som oppstår på grunn av spaltning av calciumfluorid eller andre fluorkompleksforbindelser som kan forekomme i apatitten eller i andre fosfatholdige materialer som anvendes ved fremstillingen av monocalciumortofosfatet.

Den således fremstilte mettede oppløsning av monocalciumortofosfat i fosforsyre, også kaldt moderluten, tilsettes kontinuerlig eller periodevis i det vesentlige stökiometriske mengder fosfatholdige materialer og fosforsyre for fremstilling av den ønskede mengde monocalciumortofosfat pr. tidsenhet, i overensstemmelse med den følgende generelle reaksjonsligning:

120988

6



, hvor det første element til venstre i reaksjonsligningen representerer det anvendte komplekse fosfatholdige materiale og forbindelsene til høyre i reaksjonsligningen de dannede reaksjonsprodukter.

For en på forhånd fastsatt væskeströmningshastighet, basert på den ønskede konsentrasjon av monocalciumortofosfat pr. volumenhet av tilbakeført moderlut, kan moderluten ledes gjennom en demning eller et filter hvor medrevne, uoppluttede faste stoffer valgfritt i det minste delvis kan fjernes, og så til krystalliseringsbeholderen, eller moderluten kan føres direkte inn i krystalliseringsbeholderen, hvor krystallene av monocalciumortofosfat gies ytterligere tid for videre utvikling eller agglomerering.

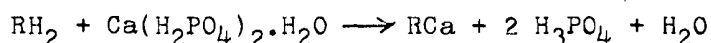
Ved en strömningshastighet som er lik tilførselshastigheten, fjernes den overliggende moderlut fra krystalliseringsbeholderen og føres derfra til et filter eller en sentrifuge hvor det suspenderte monocalciumortofosfat skilles fra moderluten. Den rene moderlut ledes så tilbake til oppslutningsapparatet for å erstatte den moderlut som kontinuerlig fjernes. Det fra moderluten fjernede monocalciumortofosfat vaskes for å fjerne alle spor av medrevet moderlut som vil inneholde forurensende kationer, som jern, aluminium eller sjeldne jordarter, som i alminnelighet er tilstede i fosfatmalmer, f.eks. i apatittmalmer, og fluoridanioner, idet det som vaskemedium anvendes vann mettet med monocalciumortofosfat, fosforsyre som er blitt mettet med monocalciumortofosfat eller forholdsvis konsentrert fosforsyre med en slik konsentrasjon at den bare vil oppløse en liten del av det filtrerte salt.

Dersom syre anvendes som vaskemiddel, kan den anvendes i mengder inntil den stökiometriske mengde som er nödvendig for fremstilling av det fremstilte monocalciumortofosfat, og vaskemidlet ledes så tilbake til oppslutningsapparatet.

Dersom det ansees å være nödvendig å skille det vaskede monocalciumortofosfat fra medfølgende, uopplöste faste stoffer, kan dette gjöres ved gjenopplösning, fortrinnsvis i fosforsyre, filtrering av den erholdte opplösning for å fjerne den uopplöste rest og ved å bringe den filtrerte opplösning i kontakt med en sterkt sur kationebytteharpiks i hydrogentilstand for omvandling til fosforsyre.

Calciumionene og eventuelle andre tilstedeværende kationer,

som Fe^{+++} , Al^{+++} eller molekyler av forbindelser som virker som kationer, f.eks. AlF_2^+ , fjernes selektivt ved innvirkning av ionebyttelharpiksen. De av harpiksen samtidig frigjorte hydrogenioner gir de nødvendige, ytterligere hydrogenioner for fremstilling av ortofosforsyre i overensstemmelse med følgende reaksjonsligning:



Eventuelle medfølgende kationer, f.eks. Fe, Al eller Si, som ikke er blitt fjernet ved vaskingen med vann eller syre, vil også opptaes av ionebyttelharpiksen.

Den med calcium mettede ionebyttelharpiks kan regenereres med mineralsyrer, som svovelsyre eller saltsyre. Valget av regenereringsmiddel vil være avhengig av syrens relative pris og den relative verdi av det regenererte produkt, f.eks. calciumsulfat eller calciumklorid.

Dersom det tørkede, krystallinske materiale bringes direkte i kontakt med en kationisk harpiks i varm tilstand og under omrøring, vil det i den kationiske harpiks foreliggende syremedium oppløse det krystalinske materiale med påfølgende dannelsen av fosforsyre og metning av harpiksen med calciumioner. Det på denne måte oppnådde sluttresultat vil være det samme som fåes ved en oppløsning.

Den således fremstilte syre vil bestå av en ny syre som stökiometrisk er ekvivalent med P_2O_5 -innholdet i det anvendte fosfatholdige materiale, minus tap under fremgangsmåten, plus den nødvendige tilbakeførte syre for omdannelse av det fosfatholdige materiale til monocalciumortofosfat. Denne tilbakeførte syre vil helt eller delvis anvendes for vasking av monocalciumortofosfat. Dersom monocalciumortofosfatet først oppløses i fosforsyre før det bringes i kontakt med ionebyttelharpiksen, vil det i produktet foreligge en tredje del som utgjøres av en syremengde tilsvarende den som ble anvendt for å oppløse monocalciumortofosfatet.

Som eksempel på egnede sterkt sure kationiske ionebyttelharpikser kan nevnes harpikser av den fenoliske methylensulfoniske type, den kjernesulfoniske type eller den sulfonerte kulltype. Slike ionebyttelharpikser er beskrevet i U.S. patenter nr. 2 191 853, 2 366 007 og 2 518 420. Som spesielle eksempler på anvendelige, i handelen tilgjengelige ionebyttelharpikser kan nevnes de harpikser som selges under de følgende varemerker: "Duolite C-20", "Amberlite IR-100",

120988

8

"Amberlite IR-105", "Amberlite IR-120", "Wolfatit P", "Wolfatit K" og "Zeo Karb."

Eksempel 1

Prosesstrinn 1:

240 g apatitt med følgende sammensetning: 39,6 % P_2O_5 , 49,1 % CaO, 2,6 % Fe_2O_3 , 2,4 % SiO_2 , 1,13 % Al_2O_3 og 2,7 % F, ble satt til 3000 ml 65 % teknisk fosforsyre ved en temperatur av $100^{\circ}C$ under stadig omrøring. Samtidig ble luft blåst inn i væsken for å fjerne HF. Etter en viss tid kunne monocalciumortofosfatkrystaller visuelt iakttas. En ytterligere mengde av 100 g apatitt og en støkiometrisk mengde av 55 vekt%-ig H_3PO_4 ble satt til den således dannede, overmettede oppløsning av monocalciumortofosfat i fosforsyre i oppslutningsapparatet. Temperaturen i oppslutningsapparatet ble holdt på ca. $100^{\circ}C$, og omrøringen ble fortsatt.

Prosesstrinn 2:

Den under det første prosesstrinn dannede monocalciumfosfatsuspensjon ble i mengder av 500 ml overført fra oppslutningsapparatet til et dekanteringsapparat og fikk henstå i kort tid ved en temperatur av ca. $95^{\circ}C$ for bunnsetning av grove, uoppløste forurensede partikler og så overført til et krystalliseringsapparat holdt på en temperatur av $85^{\circ}C$ for å fremme en ytterligere krystallutvikling.

Materialet i krystalliseringsapparatet ble så filtrert og vasket på et sintret glassfilter. Vaskingen ble utført med en 55 vekt%-ig fosforsyre som på forhånd var blitt mettet med monocalciumortofosfat. De vaskede og tørkede krystaller av monocalciumortofosfat inneholdt 12 % fritt H_3PO_4 .

Prosesstrinn 3:

De således fremstilte krystaller av monocalciumortofosfat ble omdannet til meget ren fosforsyre ved anvendelse av en kationbytteharpike av typen "Dowex 50 W X-8" (omfattende styren-divinylbenzen-kopolymerer med SO_3Na -grupper) i hydrogenperioden.

Moderluten og vaskevæsken som strømmet av fra filteret, ble ført tilbake til oppslutningsapparatet. Denne tilbakeførte væske inneholdt omtrentlig den nødvendige mengde H_3PO_4 for oppslutningen av apatitten. Væsken var nesten fullstendig mettet med monocalciumortofosfat. Ved oppslutning av apatitten med denne oppløsning startet dannelsen av monocalciumortofosfatkrystaller nesten samtidig med påbegynnelsen av oppslutningen.

120988

9

Det ble ialt gjennomført 22 kretslöp. Under disse ble de følgende mengder anvendt:

H_3PO_4	(55 %)	1 329 ml
H_2O		2 145 ml (for å erstatte for- dampningstap)
Apatitt		544 g

Den følgende mengde monocalciumdihydrogenfosfat ble fremstilt:



Dessuten forelå en ubestemt menede monocalciumdihydrogenfosfat i den i kretsen foreliggende moderlut. Oppløsningsmengden i kretsen var 3000 ml og overensstemte derfor med den ovenfor nevnte mengde av 65 % fosforsyre.

For hver krets ble en viss mengde oppslutningsoppløsning tatt ut etter krystallisering av monocalciumdihydrogenfosfatet da dette viste seg å være nødvendig ved de i praksis forekommende anleggsbetingelser for å unngå en akkumulering av forurensninger, som jern, aluminium, bly etc., i kretsene. Den uttatte mengde oppslutningsoppløsning utgjorde 1836 ml. Denne mengde ble erstattet med en tilsvarende mengde fosforsyre inneholdende 65 vekt% H_3PO_4 .

Innholdet i dekanteringsapparatet besto av grove, uoppløselige forurensninger fra apatitten. Disse ble tørket og veiet. Mengden var 8,1 g. Et P_2O_5 -innhold kunne ikke påvises.

Eksempel 2

2000 ml 75 vekt% ortofosforsyre som på forhånd var blitt anvendt for fremstilling av monocalciumortofosfat, ble oppvarmet til ca. $100^\circ C$ under kontinuerlig omrøring for å sikre den best mulige oppløsning av tilstedeværende monocalciumortofosfat i syren og for dessuten å sikre at det uoppløste monocalciumortofosfat i syren ville holde seg suspendert og ikke avsettes på bunnen av kolben. Da oppløsningen hadde nådd arbeidstemperaturen, ble kontinuerlig luftspyling påbegynt og opprettholdt for å fjerne så meget av de flyktige fluorider som mulig.

Den således fremstilte moderlut ble anvendt som reaksjonsmedium, i hvilket ytterligere 100 g apatittkonsentrat fremstilt fra Nemegos-titanholdig magnetitt-apatittmalm med analysen 39,60 % P_2O_5 , 50,08 % CaO , 4,34 % SiO_2 , 0,08 % Al_2O_3 , 1,75 % HCl -oppløselig Fe og 2,72 % F ble omsatt med den stökiometriske mengde 55 vekt% H_3PO_4 .

120988

10

for fremstilling av monocalciumortofosfat. Det var nødvendig med en samlet mengde av 72,2 ml syre. Monocalciumfosfatsuspensjonen ble fjernet fra oppslutningsapparatet i mengder av 500 ml av moderluten og fikk henstå i kort tid i en avsetningsbeholder for bunnavsetning av uoppløste faste stoffer, først og fremst siliciumdioxid, og så overført til et annet beger hvor materialet ble holdt ved en temperatur av ca. 89° C for å befremme ytterligere krystallutvikling.

Materialet i krystalliseringsapparatet ble så filtrert og vasket på et sintret glassfilter. Vaskeoppløsningen utgjordes av 75 vekt%-ig fosforsyre som på forhånd var blitt mettet med teknisk monocalciumortofosfat. Vaskevasken ble etter ytterligere fortynning til en styrke av 55 % anvendt for å erstatte syre forbrukt i oppslutningsapparatet ved fremstillingen av monocalciumortofosfat. Fortynningen til 55 % ble gjort ved å erstatte vann som var gått tapt ved fordampning. 189 g monocalciumortofosfat inneholdende 12 % fri fosforsyre ble gjenvunnet ved filtrering. Forskjellen mellom gjenvunnet monocalciumortofosfat og det teoretiske utbytte utgjordes av materiale som ikke var blitt fjernet fra oppslutningsapparatet, avsetningsdæmningen og krystalliseringsapparatet.

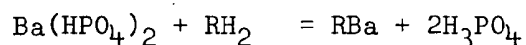
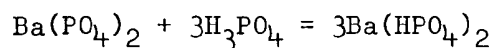
Mengder av 14 g av monocalciumortofosfatet ble oppløst i 58 ml av henholdsvis 30 vekt%-ig, 35 vekt%-ig, 40 vekt%-ig og 45 vekt%-ig teknisk fosforsyre. De erholdte oppløsninger ble bragt i kontakt med 56 ml "Dowex 50W X-8" sterkt sur ionebytteharpiks i hydrogenperioden. Kolonnen ble eluert med H₂O inntil pH var 6,0, og avløp-
enes innhold av H₃PO₄ ble kontrollert. Syrestyrken ble fastslått å være henholdsvis 33, 38, 43 og 48,5 vekt%.

Det kan lett sees at den ovennevnte fremgangsmåte er meget fleksibel. Tilførsel-avgangsforholdene kan varieres innen et vidt område idet den begrensende faktor er moderlutens evne til å transportere den deri fremstilte mengde monocalciumortofosfat. Den uttatte mengde kan således reguleres i overensstemmelse med produktbehovet ved ganske enkelt å regulere tilførselen av råmaterialer. Da moderlutens volum og strømningshastighet er konstante, forekommer ingen påtvungne maksimums-eller minimumsverdier for produktgjennomgangen på grunn av beholdernes størrelse. Det er samtidig likeledes mulig å regulere volumet av suspendert monocalciumfosfat pr. moderlutenhet ved å regulere strømningshastigheten uten å variere forholdene mellom tilførselen og uttak av fosfatholdige materialer, erstatningssyre eller monocalciumortofosfat.

Temperaturgradientene mellom oppslutningsapparatet, krySTALLISERINGSAPPARATET og filteret kan reguleres i overensstemmelse med de behov som operatøren til enhver tid vil finne måtte foreligge eller i overensstemmelse med de begrensninger som utstyret selv setter, men de vil ikke i seg selv utgjøre bestemmende faktorer. Den eneste virkning av en temperatursenkning i kretsløpet fra oppslutningsapparatet til filter eller sentrifuge er at mengden av monocalciumortofosfat i form av oppløst salt i moderluten vil minske. Den prinsipielle øvre temperaturgrense bestemmes av filterdukens evne til å motstå de foreliggende temperaturer og syrekonsentrasjoner (moderlut). Den nedre temperaturgrense vil være den ved hvilken reaksjonen ikke lenger vil forløpe med en økonomisk forsvarlig hastighet.

Da hastigheten av reaksjonen mellom fosforsyre og et fosfat-holdig materiale påvirkes på gunstig måte når den finner sted i sure omgivelser allerede mettet med monocalciumortofosfat, vil ikke hastigheten av reaksjonen mellom de reagerende materialer i seg selv utgjøre en begrensende faktor.

De følgende reaksjonsligninger viser et eksempel på anvendelse av foreliggende fremgangsmåte med et annet utgangsmateriale enn apatitt:



120988

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av fosforsyre ved oppslutning av et fosforholdig utgangsmateriale med fosforsyre i et første prosesstrinn, hvorved en suspensjon av partikler av monocalciumortofosfat i oppløsningen fremstilles, hvorpå i et annet prosesstrinn saltpartiklene i det minste delvis skilles fra suspensjonen og i et tredje prosesstrinn de utskilte partikler bringes i kontakt med en ionebytteharpiks for dannelselse av fri fosforsyre, idet moderlut og vaskevæske i det minste delvis tilbakeføres til oppslutningen, k a r a k t e r i s e r t v e d at det for oppslutningen anvendes fosforsyre som er mettet, praktisk talt mettet eller overmettet med en oppløsning av monocalciumortofosfat.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at fosforsyren og det fosforholdige utgangsmateriale i det første prosesstrinn anvendes i praktisk talt stökiometriske mengder.
3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at de på det annet prosesstrinn utskilte partikler av monocalciumortofosfat bringes i kontakt med ionebytteharpiksen i form av en suspensjon.
4. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at de på det annet prosesstrinn utskilte partikler av monocalciumortofosfat oppløses, fortrinnsvis i varm tilstand, i en fosforsyre med et innhold av H_3PO_4 av 30 - 50 vekt% og bringes i kontakt med ionebytteharpiksen i form av oppløsningen.
5. Fremgangsmåte ifølge krav 1-4, k a r a k t e r i s e r t v e d at oppløsningen tilføres til det første prosesstrinn med en fosforsyrekonsentrasjon av minst 40 vekt% H_3PO_4 .

Anførte publikasjoner:

Tysk patent nr. 49321
Belgisk patent nr. 657240