

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

79 029

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 14.12.1972 (P. 159536)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1975

Kl. 16a, 7/00

MKP: C05b 7/00

CZYTELNIKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Republiki Ludowej

Twórcy wynalazku: Bolesław Skowroński, Maria Dankiewicz, Jerzy Jesiołowski,
Witold Janiczek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Nawozów Sztucznych, Puławy (Polska)

Sposób wytwarzania nawozowego fosforanu potasu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nawozowego fosforanu potasu jako bezchlorkowego, wieloskładnikowego nawozu o wysokiej zawartości składników odżywczych stosując jako surowiec kwas fosforowy, chlorek potasu i amoniak.

W dotychczas znanych sposobach otrzymywania fosforanów potasu z chlorku potasu i kwasu fosforowego stosuje się rozkład chlorku potasowego kwasem fosforowym lub siarkowym i odpędzanie chlorowodoru, a następnie przerobienie pozostałości na fosforany potasu i inne składniki, w zależności od zastosowanych surowców.

Sposoby te zawierają zawsze etap termicznego kwaśnego rozkładu chlorku potasu, który to proces jest niezmiernie trudny pod względem doboru tworzywa, sposobu doprowadzenia ciepła i utylizacji gazów wylotowych, zwłaszcza jeżeli niezbędną ilość ciepła doprowadza się w sposób bezprzeponowy.

Nieoczekiwanie okazało się, że można prowadzić proces otrzymywania fosforanu jednopotasowego z kwasu fosforowego bez etapu rozkładu, w warunkach znacznie łagodniejszych i łatwiejszych pod względem doboru tworzywa.

Istota wynalazku polega na tym, że w pierwszym etapie chlorek potasu rozpuszczony jest w kwasie fosforowym w ilości nie przekraczającej 1 mol KCl na 1 mol H_3PO_4 , a otrzymany roztwór poddaje się wstępnej neutralizacji za pomocą amoniaku w ilości 1 mol NH_3 na 1 mol uprzednio wprowadzonego KCl. Po schłodzeniu, z roztworu wytrąca się za pomocą rozpuszczalnika organicznego fosforan jednopotasowy, który po odfiltrowaniu, przemyciu i wysuszeniu stanowi produkt reakcji.

Jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się alkohole lub ketony zawierające 1–5 atomów węgla w cząsteczce.

W drugim etapie z filtratu otrzymanego po oddzieleniu fosforanu jednopotasowego odzyskuje się resztki fosforanów potasu przez końcową neutralizację za pomocą amoniaku w ilości nie mniejszej niż 1 mol NH_3 na 1 mol H_3PO_4 , w wyniku której następuje współstrącanie fosforanów amonu i potasu. Wytrącone fosforany oddziela się i zwraca do etapu wstępnej neutralizacji, a z przesączu odzyskuje się rozpuszczalnik organiczny i produkt uboczny chlorek amonowy.

Przykład. Do reaktora zaopatrzonego w mieszaninę doprowadza się w sposób ciągły kwas fosforowy o stężeniu 25% P_2O_5 w ilości 126 g/minutę, chlorek potasu w ilości 33 g/minutę, amoniak gazowy w ilości 5,75 g/minutę oraz zawierane fosforany amonu i potasu w formie wilgotnych kryształów. Otrzymany roztwór chłodzi się i odprowadza do krystalizatora, do którego doprowadzone są jednocześnie popłuczyny zawierające rozpuszczalnik organiczny – metanol. Wytrącony kryształ filtruje się, płucze za pomocą metanolu w ilości 80 g/minutę. Popłuczyny prowadzi się do krystalizatora, a osad po wysuszeniu stanowi produkt gotowy.

Filtrat po oddzieleniu fosforanu jednopotasowego prowadzi się do neutralizatora końcowego, gdzie dozuje się amoniak w ilości 2,25 g/minutę. Wytrącone fosforany amonu i potasu oddziela się i zwraca do etapu wstępnej neutralizacji, a z roztworu odzyskuje się metanol i produkt uboczny – chlorek amonu.

Skład otrzymanego produktu:

zawartość P_2O_5	– 52,5%
zawartość K_2O	– 30,0%
zawartość N	– 2,0%
zawartość Cl	– 0,34%

Wydajność P_2O_5 powyżej 98%, a wydajność K_2O powyżej 95%.

Skład produktu ubocznego jest następujący:

zawartość N	– 23,5%
zawartość Cl	– 62,0%
zawartość P_2O_5 max	2,0%
zawartość K_2O max	4,0%

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nawozowego fosforanu potasu, znamienny tym, że produkt wyodrębnia się z roztworu chlorku potasu w kwasie fosforowym przez neutralizację amoniakiem oraz dodanie rozpuszczalnika organicznego zmniejszającego rozpuszczalność fosforanów potasu w wodzie.

2. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że proces prowadzi się w dwu etapach, przy czym etap pierwszy obejmuje rozpuszczanie KCl, wstępną neutralizację i krystalizację produktu, zaś etap drugi – końcową neutralizację, wydzielenie fosforanów amonu i potasu i nawrót ich do etapu wstępnej neutralizacji.

3. Sposób według zastr. 2, znamienny tym, że surowce dozują się zachowując stosunki molowe następująco w etapie pierwszym $H_3PO_4 : KCl > 1$ i $NH_3 : KCl = 1$, natomiast w drugim etapie $NH_3 : H_3PO_4 > 1$.

4. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się alkohole lub ketony zawierające od 1 do 5 atomów węgla w cząsteczce.