



OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO

74854

Patent tymczasowy dodatkowy;
do patentu nr _____

Kl. 12i,25/22

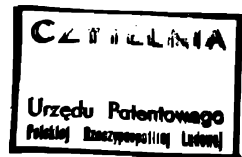
Zgłoszono: 03.02.1972 (P. 153249)

Pierwszeństwo _____

MKP C01b 25/22

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 16.05.1975



Twórcy wynalazku: Jerzy Schroeder, Henryk Górecki

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

**Sposób otrzymywania kwasu superfosforowego przez działanie
roztworem wodnym siarczanów amonowych na surowiec
fosforowy i ekstrakcję kwasu rozpuszczalnikami organicznymi**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kwasu superfosforowego przez działanie wodnym roztworem siarczanów amonowych na surowiec fosforowy i ekstrakcję kwasu rozpuszczalnikami organicznymi przy czym recyркуluje się zarówno jon siarczanowy jak i amonowy.

Znane i powszechnie stosowane metody produkcji kwasu fosforowego polegające na rozkładzie surowca fosforowego kwasem siarkowym charakteryzują się niskim stężeniem otrzymywanego kwasu fosforowego oraz wysokim poziomem zawartych w nim zanieczyszczeń.

Znane są również metody otrzymywania głównie nawozów amonowo-fosforowych na drodze termicznego działania siarczanem amonowym na surowiec fosforowy, z reguły w temperaturach powyżej 147°C. (Dykanbajew M. A. Izv. A. N. Kaz. SSR ser. Chim. 16, 4 (1966); Serazetdinow D. Z. Westn. A. N. Kaz. 8 (1966); Bekturow A. B. Westn. A. N. Kaz. SSR 11, 9 (1955); Bekturow A. B. Tr. A. N. Kaz. SSR 25 (1969); Bekturow A. B. Westn. Sielsk. Nauk. 13, 8 (1970); patent USA — 1638677 i 3345153; patent włoski 494155 — patent NRD 7413).

Spotyka się również w literaturze opisy rozwiązań polegających na rozkładzie surowca fosforowego siarczanami amonu na drodze mokrej Krajani S. S. Izv. A. N. Arm. SSR Chim. Nauki 18, 5 (1965); 18, 6 (1965); 20, 2 (1967); patent St. Zjedn. Am. 3172751. Rozwiązania te jednak nie

2

stosują recyркуlacji jonu amonowego i ekstrakcji rozpuszczalnikami organicznymi — a więc nie wyeliminowują otrzymywania fosfogipsu jako odpadu.

5 Odmienne rozwiązanie produkcji kwasu fosforowego (opis patentowy RFN nr 1963359) polega na rozkładzie surowca fosforowego stopionym kwaśnym siarczanem amonowym, przy zastosowaniu 4—9 części wagowych NH_4HSO_4 na 1 część wagową P_2O_5 w surowcu fosforowym, oraz 5—16% wagowych H_2O w przeliczeniu na ogólną masę rozkładową. Produkt reakcji poddaje się mieleniu, a następnie ekstrakcji polarnymi rozpuszczalnikami organicznymi zawierającymi 1—10 atomów węgla w cząsteczce. Po ochłodzeniu ekstraktu do minus 50°C i oddzieleniu go od wytrąconych soli amonowych odparowuje się rozpuszczalnik otrzymując kwas fosforowy zawierający 72% wagowych P_2O_5 .

10 20 Celem wynalazku jest otrzymywanie kwasu superfosforowego bez fosfogipsu jako finalnego odpadu oraz bez konieczności stosowania operacji wysokotermicznych.

25 30 Cel ten został osiągnięty według wynalazku przez rozkład surowca fosforowego roztworem wodnym mieszaniny kwaśnego i obojętnego siarczanu amonowego z dodatkiem kwasu fosforowego, w temperaturze 60—105°C oraz przez połączenie procesu rozkładu z ekstrakcją tworzącego się

kwasu fosforowego rozpuszczalnikami organicznymi zawierającymi 1—5 atomów węgla, o nieograniczonej rozpuszczalności wzajemnej z wodą, wykazującymi dobrą rozpuszczalność kwasu fosforowego przy niskiej rozpuszczalności siarczanu amonowego, co pozwala na jego wyodrębnienie z ługu porozkładowego. W zależności od zastosowanego rozpuszczalnika organicznego proces ekstrakcji przeprowadza się bądź bezpośrednio w środowisku reakcji rozkładu surowca fosforowego, bądź też procesowi ekstrakcji poddaje się ług porozkładowy po uprzednim oddzieleniu fazy stałej na drodze filtracji.

Prowadzenie rozkładu surowca fosforowego roztworem wodnym zawierającym 30—65% wagowych kwaśnego siarczanu amonowego, 10—35% wagowych siarczanu amonowego oraz 0—35% wagowych kwasu fosforowego w przeliczeniu na P_2O_5 , pozwala na osiągnięcie 97% rozkładu surowca po upływie 60—90 minut przy stosunku wagowym fazy ciekłej do stałej równym 1:1 do 3:1. Krystalizujący w tych warunkach fosfogips ma dobre własności filtracyjne.

Fosfogips po odfiltrowaniu poddaje się działaniu wodnego roztworu węglanu amonowego. Do roztworu przechodzi siarczan amonowy, który po uzupełnieniu strat zawraca się na początek procesu — do rozkładu surowca fosforowego, a dobrze filtrująca się kreda odpadowa zanieczyszczona od około 2 do około 5% $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ może być wykorzystana w rolnictwie do wapnowania gleb.

Do ługu porozkładowego dodaje się rozpuszczalnika organicznego. W przypadku zastosowania alkoholu metylowego w ilości 0,9—2 objętości na jedną objętość ługu, wytrąca się od około 75 do około 95% zawartego w nim siarczanu amonowego, który odfiltrowuje się. Resztę siarczanów zawartych w ekstrakcie wymraża się w temperaturze do około minus 50°C, a po odparowaniu alkoholu metylowego otrzymuje się kwas superfosforowy o wysokiej czystości. Alkohol metylowy po uzupełnieniu strat jest zawracany do procesu ekstrakcji.

Proces rozkładu surowca fosforowego może być połączony bezpośrednio z procesem ekstrakcji tworzącego się kwasu fosforowego i wówczas odfiltrowuje się mieszaninę fosfogipsu i krystalicznego siarczanu amonowego.

W każdym z tych wariantów prowadzenia procesu istnieje możliwość recyrkulacji jonu siarczanowego i amonowego jak i rozpuszczalnika orga-

nicznego. Produktem ubocznym jest kreda, która może być stosowana w rolnictwie.

Przykład. Przeprowadzono rozkład 720 kg fosforytu Marokko II zawierającego 31,5% wagowych P_2O_5 , za pomocą 4262 kg roztworu, zawierającego 18,75% wagowych siarczanu amonowego, 37,5% wagowych kwaśnego siarczanu amonowego oraz 4% wagowych kwasu fosforowego (w przeliczeniu na P_2O_5). Reakcję rozkładu prowadzono w temperaturze 95°C przez 60 minut zachowując stałą objętość mieszaniny reakcyjnej oraz stosując intensywne mieszanie, a następnie dodano do mieszaniny 4000 kg alkoholu metylowego. Po 5 minutach ciągłego mieszania odfiltrowano mieszaninę fosfogipsu i krystalicznego siarczanu amonowego od ekstraktu przemysławiac płacek filtracyjny alkoholem metylowym. Uzyskano ekstrakt zawierający w procentach wagowych 6,88% P_2O_5 , 1,32% SO_3 oraz 0,484% N, który to ekstrakt po ochłodzeniu do minus 50°C nasycono amoniakiem celem usunięcia z ługu resztek jonu siarczanowego. Po odfiltrowaniu wytrąconych zanieczyszczeń z ekstraktu oddestylowano alkohol metylowy, zawracając go do procesu ekstrakcji, uzyskując w ten sposób 499 kg kwasu superfosforowego zawierającego 359 kg P_2O_5 .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kwasu superfosforowego przez działanie roztworem wodnym siarczanów amonowych na surowiec fosforowy i ekstrakcję kwasu rozpuszczalnikami organicznymi surowca fosforowego lub superfosfatu znamienny tym, że rozkład surowca fosforowego prowadzi się wodnym roztworem mieszaniny zawierającej 30—65% wagowych kwaśnego siarczanu amonowego, 10—35% wagowych siarczanu amonowego i 0—35% wagowych kwasu fosforowego w przeliczeniu na P_2O_5 , w temperaturze 60—105°C, a tworzący się kwas fosforowy ekstrahuje się rozpuszczalnikami organicznymi zawierającymi 1—5 atomów węgla o nieograniczonej rozpuszczalności wzajemnej z wodą, wykazującymi dobrą rozpuszczalność kwasu fosforowego przy jednocześnie niskiej rozpuszczalności obojętnego siarczanu amonowego, przy zachowaniu stosunku ilościowego rozpuszczalnika do ługu porozkładowego = 0,9—2,0 przy czym proces ekstrakcji prowadzi się albo równocześnie z procesem rozkładu surowca fosforowego albo po procesie rozkładu surowca i po uprzednim odfiltrowaniu fosfogipsu z ługu porozkładowego.

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej
Lwów