



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 845

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 18 04 78
(21) PV 2479-78

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ C 01 B 25/28

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 01 5 82

(75)

Autor vynálezu

LAKOTA VLADIMÍR ing. a

BASTL VLADIMÍR ing., SLUŠOVICE

(54)

Způsob výroby fosforečnanů amonných

1

Vynález se týká způsobu výroby fosforečnanů amonných s nízkým obsahem fluoru, arsenu a těžkých kovů.

Fosforečnany amonné se například vyrábějí neutralizací extrakční kyseliny fosforečné čpavkem za přídavku vápenatých solí v nadekvivalentním množství vůči fluoru obsaženému v použité kyselině fosforečné. Přídavkem vápenatých solí se současně snižuje částečně i obsah arsenu a těžkých kovů. Dokonalého odstranění arsenu a těžkých kovů se dosáhne přídavkem sirovodíku nebo rozpustných sirníků. Přebytný sirovodík se musí z reakční směsi odstraňovat, a to dosti komplikovaně. Pokud podle reakčních podmínek převažuje v konečném filtrátu před sušením hydrofosforečnan amonný, dochází při sušení ke ztrátám amoniaku.

Výše uvedené nevýhody nemá způsob výroby fosforečnanů amonných s nízkým obsahem fluoru, arsenu a těžkých kovů, při kterém se arsen a těžké kovy odstraní přídavkem sirnikových iontů, fluor se odstraní přídavkem nejméně 0,1 % hmot. rozpustných vápenatých solí a neutralizace se provádí přídavkem čpavku, jehož podstata spočívá v tom, že nadbytečný sirovodík se z reakční směsi odstraní přídavkem oxidačního činidla s oxidačně-

redukčním potenciálem vyšším než +0,4 V, měřeným při jednotkové aktivitě reagujících látek a při teplotě 25 °C, jako je například peroxid vodíku nebo manganistan draselný, v množství rovném nejméně dvojnásobku přítomného nadbytečného sirovodíku vyjádřeno v ekvivalentech a pH filtrátu po odstranění nerozpustných solí vápenatých se upraví na hodnotu nejvýše 7,8, s výhodou přidavkem kyseliny fosforečné.

Způsob podle vynálezu zjednodušuje celý výrobní proces, neboť likvidace nadbytečného sirovodíku se řeší pouhým přidáním oxidačního činidla, které oxiduje sirovodík na nezávadnou elementární síru. Úpravou hodnoty pH roztoku před jeho sušením se zamezí exhalacím čpavku a tím jeho ztrátám.

Při výrobě lze vycházet i z technické extrakční kyseliny fosforečné, vyznačující se vysokým obsahem nečistot (fluoru, arsenu a těžkých kovů). V tomto případě na 1 t kyseliny, zahřáté na 60 °C, se přidává 1 až 1,5 kg sirníku sodného, pro lepší filtraci vyloučených sirníků a těžkých kovů se suspenze doplní křemelinou a aktivním uhlím. Po 30-minutovém míchání se suspenze zfiltruje, podle provedených zkoušek se takto odstraní 92 % původně přítomných solí těžkých kovů a 95 % původně přítomného arsenu. Nadbytečný sirovodík, který nebyl vázán arsenem a těžkými kovy, se oxiduje oxidačními činidly, jako je např. manganistan draselný, peroxid vodíku apod. Použije-li se nejméně dvojnásobku ekvivalentu oxidačního činidla vůči přítomnému sirovodíku, proběhne oxidace kvantitativně během asi 10 min, oxidací vyloučená síra se oddělí při následné filtraci fluoridu a fosforečnanu vápenatého.

Protože vápník, obsažený v použité kyselině, je podekvivalentní vzhledem k přítomnému fluoru, doplní se obsah vápníku rozpustnou vápenatou solí (např. kysličníkem vápenatým) tak, aby vápníku vzhledem k fluoru byl nadbytek (nejméně 1 mol kysličníku vápenatého na 2 moly fluoru), načež se vše zneutralizuje čpavkem, nejvýše však do pH 8,5. Při této neutralizaci se vyloučí fluor jako nerozpustný fluorid vápenatý a nadbytečný vápník jako nerozpustný hydrofosforečnan vápenatý. Tyto nečistoty se oddělí filtrací, získaný filtrát je roztok fosforečnanů amonných s maximálním obsahem 0,02 % hmot. fluoru.

Ke snížení ztrát čpavku při sušení takto získaného filtrátu se sníží hodnota pH na nejvýše 7,8, s výhodou na 5,2. Hodnotu pH lze snížit kteroukoliv kyselinou, s ohledem na udržení vysokého obsahu fosforu ve výrobku je vhodné použít termickou kyselinu fosforečnou.

Po vysušení tohoto produktu (např. na rozprašovací sušárně) se získá produkt, obsahující 60 % hmot. P_2O_5 a nejvýše 0,04 % hmot. F a 0,2 ppm As.

Vzhledem k vysoké čistotě produktu lze jej využít k obohacení krmných dávek skotu fosforem.

Příklad provedení

Do reaktoru bylo předloženo 568 kg kyseliny fosforečné extrakční (25 % hmot. P_2O_5 , 1,5 % hmot. F a 0,002 % hmot. As). Za míchání bylo přidáno 0,5 kg aktivního uhlí, 0,6 kg křemeliny a 0,8 kg sirníku sodného. Vše bylo zahřáto na 60 °C a po 30 minutovém míchání byla suspenze zfiltrována. Do ještě teplého filtrátu bylo přidáno 2 kg 30%ního roztoku peroxidu vodíku a po 10 minutovém míchání 11,93 kg kysličníku vápenatého a 51,1 kg plyného čpavku. Zneutralizovaný roztok byl zfiltrován a pH filtrátu bylo upraveno přidávkem termické kyseliny fosforečné na 5,2, načež vše bylo vysušeno na rozprašovací sušárně. Bylo získáno 345 kg produktu s obsahem 59,1 % hmot. P_2O_5 , 0,037 % hmot. F, 0,16 ppm As a 0,29 ppm těžkých kovů, vyjádřených jako olovo.

P Ř E D M Ě T V Y N Ā L E Z U

Způsob výroby fosforečnanů amonných s nízkým obsahem fluoru, arsenu a těžkých kovů, při kterém se arsen a těžké kovy odstraní přidávkem sirníkových iontů, fluor se odstraní přidávkem nejméně 0,1 % hmot. rozpustných vápenatých solí a neutralizace se provádí přidávkem čpavku, vyznačený tím, že nadbytečný sirovodík se z reakční směsi odstraní přidávkem oxidačního činidla s oxidačně-redukčním potenciálem vyšším než +0,4 V, měřeným při jednotkové aktivitě reagujících látek a při teplotě 25 °C, jako je například peroxid vodíku nebo manganistan draselný, v množství rovném nejméně dvojnásobku přítomného nadbytečného sirovodíku, vyjádřeno v ekvivalentech a pH filtrátu po odstranění nerozpustných solí vápenatých se upraví na hodnotu nejvýše 7,8, s výhodou přidávkem kyseliny fosforečné.