



6016 25/28

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38963

12.2.25/28

Kl. 42-31

Łódzki Związek Spółdzielni Pracy *)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania fosforanu trójamonowego czystego

Patent trwa od dnia 9 marca 1955 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania trójwodnego fosforanu amonowego czystego, o wzorze $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, zawierającego prawie teoretyczną ilość NH_3 .

Dotychczasowe metody wytwarzania fosforanu trójamonowego są przeważnie oparte na wysycaniu kwasu fosforowego lub fosforanu jedno- lub dwuamonowego gazowym amoniakiem, ewentualnie z równoczesnym chłodzeniem oraz pod zwiększonym ciśnieniem.

Przy stosowaniu innych metod znanych, polegających na działaniu węglanem amonowym na fosforan jednopotasowy, jedno- lub dwuwapniowy, albo na wysycaniu ich gazowym amoniakiem w obecności dwutlenku węgla, wytwarza się produkt o dużej ilości zanieczyszczeń trudnych do usunięcia i powodujących duże straty.

OGólną wadą metod znanych jest tworzenie się tak drobnokrystalicznego, prawie bezposta-

ciowego fosforanu trójamonowego, że oddzielenie go od roztworu macierzystego jest rzeczą niezmiernie kłopotliwą i długotrwałą, co powoduje rozkład do fosforanu dwuamonowego. Częściowy rozkład następuje już podczas procesu sączenia, potęgując się w czasie długotrwałego suszenia tak, iż w efekcie otrzymuje się produkt o zawartości azotu wynoszącej 70—80% zawartości teoretycznej.

Stwierdzono, że wytwarza się fosforan trójamonowy o prawie teoretycznej zawartości NH_3 , jeżeli do kwasu fosforowego lub fosforanu dwuamonowego dodawać wody amoniakalnej w takich warunkach, aby po dodaniu amoniaku wytworzył się roztwór fosforanu trójamonowego, z którego przy oziębianiu wydzielają się grube kryształy fosforanu trójamonowego łatwo dające się sączyć. Następujący potem proces suszenia wytwarzanych kryształów przeprowadza się w obecności substancji o wysokiej prężności par, znacznie zmniejszających w środowisku otoczenia ciśnienie cząstkowe amoniaku znad fosforanu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Jerzy Rogoziński i inż. Waldemar Wypych.

Sposób według wynalazku polega na dodawaniu do rozcieńczonego kwasu fosforowego, o gęstości 1,1 — 1,6 w temperaturze 20°C, lub też do nasyconego roztworu fosforanu dwuamonowego stężonej wody amoniakalnej np. 25%-owej, przy czym prędkość dodawania amoniaku należy regulować tak, aby temperatura masy reakcyjnej wahała się w granicach 60 — 80°C, a mieszaninę reakcyjną należy w tym czasie energicznie mieszać. Ze względu na nieuniknione straty amoniaku dodaje się go w ilości większej, niż potrzeba go do wytwarzania fosforanu trójamonowego według stosunku stechiometrycznego. Otrzymywany roztwór fosforanu poddaje się powolnemu oziębianiu. Wydzielają się przy tym z roztworu grube kryształy fosforanu trójamonowego, które odsąca się i przemywa małą ilością alkoholu, a następnie suszy w zwykłej temperaturze pod ciśnieniem zmniejszonym, przy czym suszenie przeprowadza się w obecności substancji o dużej prężności par, np. kwaśnego węgla amonowego, wziętej w ilości takiej, aby część tej substancji podczas procesu suszenia pod ciśnieniem zmniejszonym pozostała jeszcze w stanie nierozłożonym. Pod ciśnieniem zmniejszonym proces suszenia przebiega w krótkim czasie, a obecność par alkoholu, dwutlenku węgla oraz amoniaku znad węgla znacznie zmniejsza ciśnienie cząstkowe par amoniaku znad fosforanu trójamonowego, dzięki czemu rozkład fosforanu trójamonowego do fosforanu dwuamonowego następuje w minimalnej ilości.

Do wytwarzania fosforanu trójamonowego sposobem według wynalazku stosuje się kwas fosforowy czysty lub też techniczny po jego uprzednim oczyszczeniu.

Przykład. 1 kg kwasu ortofosforowego o gęstości 1,6 g/cm³ zadaje się 0,68 kg wody i zobojętnia w temperaturze 60°C dwoma litrami stężonej wody amoniakalnej o gęstości 0,91 g/cm³, przy czym wytwarza się fosforan dwuamonowy. Po osiągnięciu pH=8 dodaje się mieszając jeszcze 1,6 litra stężonej wody am-

niakalnej i równocześnie podwyższa się stopniowo temperaturę do 80°C. Otrzymany roztwór pozostawia się do powolnej krystalizacji, odzienia wydzielone kryształy od ługu macierzystego, przemywa je 140 ml alkoholu i suszy pod ciśnieniem 150 mm Hg w obecności węgla amonowego w temperaturze pokojowej.

Otrzymuje się 1440 g, to jest 92% wydajności teoretycznej, fosforanu trójamonowego o zawartości 98 — 99% czystego fosforanu trójamonowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania fosforanu trójamonowego czystego przez traktowanie kwasu ortofosforowego lub też fosforanu jedno- albo dwuamonowego stężoną wodą amoniakalną, znamienny tym, że wody amoniakalnej dodaje się do kwasu fosforowego lub fosforanów amonowych w temperaturze podwyższonej w obecności wody wziętej w ilości takiej, aby wytwarzany fosforan trójamonowy stanowił nasycony roztwór wodny, po czym mieszaninę reakcyjną ochładza się powoli, a wykrystalizowany osad odsąca się, przemywa alkoholem i suszy w temperaturze normalnej pod ciśnieniem zmniejszonym w obecności substancji o dużej prężności par.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że suszenie przeprowadza się w obecności węgla lub kwaśnego węgla amonowego.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że do kwasu fosforowego lub fosforanów amonowych dodaje się amoniaku w nadmiarze w stosunku do ilości stechiometrycznej.
4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że podczas dodawania amoniaku utrzymuje się temperaturę mieszaniny reakcyjnej w granicach 60 — 80°C.

Łódzki Związek Spółdzielni
Pracy

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych