



Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr

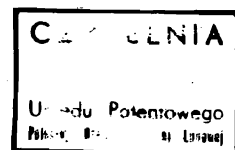
• Int. Cl.<sup>2</sup> C01B 25/22

Zgłoszono: 26.01.79 (P. 213050)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 14.01.80

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1982



**Twórcy wynalazku:** Jerzy Schroeder, Stefan Zieliński, Wiktoria Skudlarska,  
Ewa Sikorska, Anna Szczepanik, Halina Brzezicka,  
Ferdynand Wojcieszonek  
**Uprawniony z patentu tymczasowego:** Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

**Sposób filtracji fosfogipsu w metodzie dwuwodzianowej  
wytwarzania kwasu fosforowego**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób filtracji fosfogipsu w metodzie dwuwodzianowej wytwarzania kwasu fosforowego.

Znana i powszechnie stosowana metoda dwuwodzianowa otrzymywania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego charakteryzuje się znacznymi stratami  $P_2O_5$ , wywołanymi złą filtrowalnością fosfogipsu i niecałkowitym odmyciem kwasu fosforowego z fosfogipsowego placka filtracyjnego.

Z opisu patentowego St. Zjedn. Am. 3 192 014 pt. „Manufacture of phosphoric acid”, znane jest ulepszenie procesu wytwarzania kwasu fosforowego metodą dwuwodzianową, polegające na wprowadzeniu do pulpy reakcyjnej co najmniej w momencie przebiegu reakcji i w momencie kiedy tworzą się kryształy gipsu, poprawiającego filtrowalność dodatku wybranego z grupy kwasów alkilobenzenosulfonowych zawierających w grupie alkilowej od 9 do 12 atomów węgla, kwasów izopropylonafalenosulfonowych i soli metali alkalicznych wymienionych kwasów. Dodawanie środków powierzchniowo czynnych do węzła reakcji powoduje zmianę pokroju i zwiększenie średniego wymiaru kryształów, ułatwiając filtrację i przyspieszając jej przebieg. Według przytoczonego opisu patentowego poprawienie procesu przez stosowanie opisanych związków wynika z ich obecności w mieszaninie reakcyjnej w czasie, gdy przebiega reakcja i kryształy gipsu zaczynają się formować i że dodanie tych dodatków po uformowaniu się kryształów gipsu jest nieefektywne.

2

Niedogodnością tego sposobu jest niekontrolowane, okresowe pogarszanie się własności filtracyjnych fosfogipsu, co spowodowało zaniechanie stosowania tego sposobu w wytwórniach kwasu fosforowego.

W badaniach własnych nad przyczynami tej niedogodności stwierdzono zróżnicowany charakter oddziaływania alkilobenzenosulfonianów sodu na proces krystalizacji gipsu w zależności od ich zawartości w pulpie reakcyjnej. Ponieważ oddziaływaniu tych związków towarzyszy silna adsorpcja na powierzchni kryształów gipsu, nie do uniknięcia są okresowe wahania szybkości zarodkowania i wzrostu kryształów, a co za tym idzie wahania właściwości filtracyjnych. Utrzymanie stabilności procesu wytwarzania kwasu fosforowego przy krystalizacji fosfogipsu w obecności środków powierzchniowo czynnych jest bardzo trudne, ponieważ ich optymalny zakres stężeń, w którym poprawiają się własności filtracyjne jest bardzo wąski. Nawet w tym optymalnym zakresie stężeń występują takie niekorzystne zjawiska jak pękanie placka filtracyjnego, przechodzenie części fosfogipsu przez filtr i zwiększenie ilości osadów wytrącających się z kwasu fosforowego podczas magazynowania.

Przedmiotem wynalazku jest sposób filtracji fosfogipsu w dwuwodzianowej metodzie wytwarzania kwasu fosforowego, w obecności związków powierzchniowo czynnych typu aninowego. Istota wynalazku polega na tym, że związki powierzchniowo czynne wprowadza się wyłącznie do pulpy poreakcyjnej, którą poddaje się filtracji, przy czym stosuje się 0,01–0,1% wagowych tych

związków w stosunku do fazy ciekłej pulpy lub 0,3–3,0 kg/t surowca fosforowego. Korzystne jest stosowanie kwasów alkiloarylosulfonowych lub ich soli metali alkalicznych, których grupa alkilowa zawiera co najmniej 7 atomów węgla.

Nieoczekiwanie okazało się, że jeżeli do pulpy poreakcyjnej o niezmiennym pokroju i wielkości kryształów dodać związków powierzchniowo czynnych typu anionowego, w dobranej ilości, tuż przed procesem filtracji, to uzyskuje się korzystne zmiany właściwości fizykochemicznych powierzchni styku fosfogipsu i kwasu fosforowego przez zmianę jej zwilżalności, dzięki czemu występuje poprawienie procesu filtracji. W rezultacie zwiększa się ilość odfiltrowanego kwasu, polepsza przemycie płacka filtracyjnego i zmniejsza wilgotność fosfogipsu. Nie obserwuje się natomiast wspomnianych uprzednio niedogodności stosowania alkiloarylosulfonianów występujących w znanym sposobie, polegających na pękaniu płacka filtracyjnego, przechodzenia części fosfogipsu przez płótno filtracyjne, czy zwiększenia ilości osadów wytrącających się podczas magazynowania kwasu fosforowego. W efekcie stosowania sposobu według wynalazku zmniejszają się straty  $P_2O_5$  w płacku filtracyjnym, praca wężła filtracji jest stabilna i mniejsze są nakłady energetyczne na suszenie w przypadku wykorzystania go do celów budowlanych. Równocześnie ilość związków powierzchniowo czynnych zawracanych do reaktora z popłuczkami filtracyjnymi jest na tyle mała, że nie wpływa na krystalizację, a tym samym nie powoduje okresowego pogarszania się właściwości filtracyjnych fosfogipsu.

Przykład. Filtrację pulpy poreakcyjnej otrzymanej z roztworzenia apatyty kwasem siarkowym metodą dwuwodnianową, o wagowym stosunku fazy ciekłej do stałej 2:1, prowadzi się w obecności 0,05% wagowych, w stosunku do masy fazy ciekłej w pulpie, alkilobenzenosulfonianu sodu. Filtr obciąża się 100 kg pulpy na metr kwadratowy, stosując podciśnienie 700 mm Hg. przy grubości płacka filtracyjnego 4,5–5,0 cm i ilości wody myjącej 25 kg/100 kg filtrowanej pulpy. W rezultacie uzyskuje się zwiększenie stopnia odfiltrowania kwasu o 20% i zmniejszenie wilgotności płacka filtracyjnego o 25% w porównaniu do wyników filtracji pulpy bez dodatku związków powierzchniowo czynnych.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób filtracji fosfogipsu w metodzie dwuwodnianowej wytwarzania kwasu fosforowego, w obecności związków powierzchniowo czynnych typu anionowego, **zamienny** tym, że związki powierzchniowo czynne wprowadza się wyłącznie do pulpy poreakcyjnej, którą poddaje się filtracji, przy czym stosuje się 0,01–0,1% wagowych tych związków w stosunku do fazy ciekłej pulpy lub 0,3–3,0 kg/t surowca fosforowego.

2. Sposób według zastrz. 1, **zamienny** tym, że stosuje się kwasy alkiloarylosulfonowe lub ich sole metali alkalicznych, których grupa alkilowa zawiera co najmniej 7 atomów węgla.