



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

209434
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 15 11 72
(21) [PV 7735-72]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 15 11 71
(7140800) Francie

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 15 04 84

(51) Int. Cl.³
C 01 B 25/26
C 05 B 1/00

(72)

Autor vynálezu

HUSKEN ALBERT, LEVALLOIS PERRET (Francie)

(73)

Majitel patentu

HUSKENOVÁ MARCELLE, GRENoble, HUSKEN ALBERT JOSEPH PAUL
GHISLAIN, BONDY (Francie)

(54) Způsob výroby derivátů přírodních fosfátů

1

Vynález se týká způsobu výroby derivátů přírodních fosfátů.

Je známo, že příprava některých sloučenin jak v laboratoři, tak i v průmyslovém měřítku naráží na celou řadu nesnází, poněvadž chemické reakce, kterými se tyto sloučeniny získávají, se obtížně provádějí vzhledem k některým vlastnostem těchto sloučenin, které tkví v samotné jejich podstatě.

Zejména je zde možno uvést reakce probíhající zvýšenou rychlostí, které skýtají výtěžek kolem 100 % a vedou k výslednému produktu v pevné formě. Reakční složky používané při takovýchto postupech mohou být kapalné, pevné nebo plynné a u dané reakce může být těchto reakčních složek použito individuálně v jakémkoliv z těchto tří skupenství.

Jednou z obtíží provázejících výše uvedené reakce je, že se ukazuje být prakticky nemožné vyrobit rychle homogenní směs a uskutečnit rychle úplnou reakci, což s sebou přináší podstatné snížení jakosti takto získaného produktu, poněvadž reakce neproběhne úplně. Je třeba učinit opatření pro skladování produktu v halách, aby bylo umožněno pokračování reakce v co největší míře.

Jiná nevýhoda pramení z toho, že příkon

2

spotřebovaný různými zařízeními, jako jsou hnětací, mísicí nebo jiné stroje, v nichž se tyto reakce provádějí, je poměrně vysoký, což značně zvyšuje konečné výrobní náklady. Kromě toho jsou některé reakce spojeny se stálým nebezpečím ucpání, popřípadě zanesení těchto zařízení, což má za následek zastavení celého výrobního postupu.

Například v konkrétním případě průmyslové výroby fosfátů, jako je jednoduchý superfosfát, se nechá reagovat slabě zředěná kyselina sírová a terciární fosforečnan sodný v mísicím zařízení. Ve velmi krátkém čase se získá hutná heterogenní pasta, kterou je nutno vzhledem k příkonu spotřebovanému mísicím zařízením rychle vypustit do nádrže nebo „jámy“, v níž ostatně reakce pokračuje pomaleji než v mísicím zařízení. Produkt zůstává v této nádrži přibližně hodinu až do úplného ztuhnutí, načež se rozmělní a pak skladuje v halách nejméně jeden měsíc, dříve než se pytluje. Je třeba upozornit, že skladovaný produkt obsahuje ještě nezreagovanou kyselinu a je třeba jednak počítat se skladováním v trvání přibližně jeden až dva měsíce, aby se dosáhlo 95 až 98% reakce, jednak opatřit obaly dobře odolávající účinkům kyseliny fosforečné, která při reakci vzniká.

Stejně okolnosti a obtíže se mohou vysky-

tovat při výrobě trojitého superfosfátu, sekundárního a primárního fosforečnanu vápenatého, které slouží při výživě zvířat, jakož i pro výrobu fosforečnanů amonných a jiných.

Pro zlepšení výrobního postupu při výrobě sekundárního fosforečnanu vápenatého byl již navržen způsob, při němž se koncentrovaná kyselina fosforečná nechá kapat na uhlíčitán vápenatý. Pro zlepšení reakce se výsledný produkt může nepřetržitě recyklovat do reakční zóny, a to v poměru 0,5 až 1 hmotnostní díl na 1 hmotnostní díl vápna.

Dále byla rovněž navržena výroba sekundárního fosforečnanu vápenatého reakcí koncentrované kyseliny fosforečné s vápnem, při níž se část hotového produktu popřípadě mísí s vápnem v poměru 0,5 až 1 hmotnostní díl na 1 hmotnostní díl vápna.

Výše uvedeně obtíže a nevýhody lze odstranit způsobem podle vynálezu, který dovoluje získat během velmi krátké doby v prakticky 100% výtěžku chemické sloučeniny, jako jsou deriváty přírodních fosfátů, přičemž provádění způsobu podle vynálezu je obzvláště jednoduché a velmi spolehlivé.

Předmětem vynálezu je tedy způsob výroby derivátů přírodních fosfátů, zejména jednoduchého superfosfátu, sekundárního fosforečnanu vápenatého a primárního fosforečnanu amonného, při němž se do mísicího zařízení vnášejí a mísí ve stechiometrickém množství jakožto výchozí látky terciární fosforečnan vápenatý a kyselina sírová nebo vápno a kyselina fosforečná nebo čpavek a kyselina fosforečná podle toho, jaký výsledný produkt se má vyrobit, načež se výsledný reakční produkt odstraňuje v té míře, v jaké vzniká, kterýžto způsob se vyznačuje tím, že se do mísicího zařízení nejprve vnese předem vyrobený produkt, načež se tento produkt mísí s nepřetržitě přiváděnými výchozími látkami, v mísicím zařízení se stále udržuje vyráběný produkt v množství shodném s množstvím předem vneseného produktu, přičemž se tuhé výchozí látky přivádějí v práškové formě mající stejné granulometrické složení jako předem vnesený produkt, kdežto kapalně výchozí látky se přivádějí v takovém množství za časovou jednotku, že produkt obsažený v mísicím zařízení zůstává trvale v tuhé formě.

Je třeba poznamenat, že kromě výše uvedených výhod zajišťuje způsob podle vynálezu získání hotového výrobku, kterého je možno bezprostředně použít, čímž se odstraní jednak nutnost skladování produktu, jednak nutnost používání speciálních obalů zhotovených z materiálu odolávajícího nezureagovaným reakčním složkám.

Způsob podle vynálezu umožňuje dále použít reakčních složek v maximální koncentraci, z čehož plyne, že hotový výrobek má minimální obsah vlhkosti, dokonce nulový, takže je možno obejít se bez nákladných su-

šicích zařízení, zaujímajících často značnou půdorysnou plochu, nebo alespoň náklady na sušení výrobku podstatně snížit.

Další výhodou způsobu podle vynálezu plyne z okolnosti, že stroje, jako jsou hnětací, mísicí nebo jiná zařízení, v nichž se způsob podle vynálezu provádí, spotřebují jen minimální množství energie, a proto u nich nenastává trvalé nebezpečí ucpání, popřípadě zanesení.

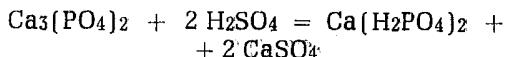
Výše uvedené zásadní výhody přispívají rozhodně k tomu, že se získá hotový výrobek, který se kromě uvedených vlastností vyznačuje minimálními výrobními náklady.

V dalším je uvedeno několik příkladů provedení způsobu podle vynálezu, popisujících výrobu primárního fosforečnanu vápenatého, jednoduchého superfosfátu a primárního fosforečnanu amonného, na které však způsob podle vynálezu není nikterak omezen.

Příklad 1

Jednoduchý superfosfát

Je známo, že se získá jednoduchý superfosfát, nechá-li se působit kyselina sírová na terciární fosforečnan vápenatý podle reakce



Při způsobu podle vynálezu se nejprve do mísicího zařízení o kapacitě 3000 litrů vnese předem vyrobený jednoduchý superfosfát se zrněním odpovídajícím 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm. Po uvedení mísice do provozu se současně a nepřetržitě přivádí jednak kyselina sírová o koncentraci 98,50 % v množství 4730 kg/h, jednak terciární fosforečnan vápenatý o zrnění odpovídajícím 10 až 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm v množství 6660 kg/h. Takto získaný jednoduchý superfosfát se nepřetržitě z mísice odstraňuje vhodným zařízením, které však současně může udržovat v uvedeném mísicím potřebné množství práškové látky, zajišťující důkladné promísení a rychlé rozptýlení reakčních složek.

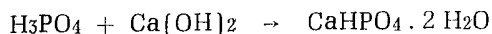
Tímto způsobem se získá jednoduchý superfosfát o zrnění odpovídajícím 10 až 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm v množství 10 000 kg/h, jehož obsah vlhkosti je prakticky nulový.

Výhodou tohoto způsobu je, že se získá suchý výrobek ve formě prášku s malým obsahem fluoru, a to při stupni přeměny prakticky rovném 100 %.

Příklad 2

Sekundární fosforečnan vápenatý druhu vhodného jako živina pro dobytek

Působením kyseliny fosforečné v kapalném stavu s 50 až 54 % P_2O_5 , která byla předem zbavena fluoru, na hašené vápno podle reakčního schématu



se získá dihydrát sekundárního fosforečnanu vápenatého.

Je nutné nezvyšovat během této reakce teplotu nad určitou hodnotu, aby se získaný produkt nezbavil krystalové vody. Teplota se na požadované výši udržuje chlazením za použití pláště s obíhající vodou. Následující sušení při nízké teplotě umožňuje snížit obsah vody na hodnotu přibližně 1 %.

Do mísičního zařízení o kapacitě 3000 litrů se předběžně vnese předem vyrobený sekundární fosforečnan vápenatý o zrnění odpovídajícím 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm.

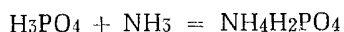
Po uvedení mísiče do chodu se současně a nepřetržitě přivádí jednak kyselina fosforečná o koncentraci 50 až 54 % P_2O_5 v množství 4100 kg/h, jednak hašené vápna v množství 2440 kg/h. Sekundární fosforečnan vápenatý, získávaný v množství 5500 kg/h, má zrnění odpovídající 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm a maximální obsah vlhkosti kolem 15 %. Získává se ve formě velmi jemného prášku, který se snadno suší proudem teplého vzduchu vhodné teploty.

Stejným způsobem je možno vyrábět sekundární fosforečnan sodný druhu vhodného pro lidskou výživu z kyseliny fosforečné, připravené tepelným postupem.

Příklad 3

Primární fosforečnan amonný

Působením kyseliny fosforečné na bezvodý amoniak podle reakčního schématu



se získá primární fosforečnan amonný.

Reakční teplo umožňuje odstranit a získávat suchý produkt.

Do mísiče o kapacitě 3000 litrů se předběžně vnese předem vyrobený primární fosforečnan amonný o zrnění odpovídajícím

zbytku 20% na sítu s otvory o průměru 0,147 mm. Po uvedení mísiče do chodu se současně a nepřetržitě přivádí jednak kyselina fosforečná o koncentraci 50 až 54 % P_2O_5 v množství 22 800 kg/h, jednak bezvodý amoniak v množství 2960 kg/h. Získaný primární fosforečnan amonný má zrnění odpovídající 20% zbytku na sítu s otvory o průměru 0,147 mm a jeho výroba činí 20 000 kg/h.

Jako při výrobě superfosfátu je výtěžek této reakce roven 100%, ztráty amoniaku jsou prakticky nulové, poněvadž se tato reakční složka přivádí do mísiče spodem, aby se zamezily ztráty.

Pokud jde o rychlost přivádění reakčních složek, je předem určena vlastnostmi použitého zařízení; při použití mísiče je tato rychlost nižší než doba potřebná k výrobě dokonale směsi a je tím zajištěno udržení míchaného produktu v mísiči v pevné fázi.

Kromě toho je sama doba míchání samozřejmě podmíněna stávajícím tepelným režimem v jednotlivých případech, tj. endotermním nebo exotermním charakterem reakce probíhající v mísiči.

U mísiče může být proto s výhodou upraveno topné nebo chladicí zařízení tak uzpůsobené, aby jej bylo možno použít pro všechny druhy reakcí. Tímto způsobem umožňuje topné zařízení odstranit vlhkost z reakčního produktu a získat tak na výstupu ze zařízení suchý výrobek.

Na druhé straně umožňuje chladicí zařízení odvádět nadbytečné teplo, které by popřípadě mohlo zhoršovat jakost výrobku zvýšením vnitřní teploty na vyšší hodnotu, než je hodnota, při níž se produkt rozkládá.

Způsobu podle vynálezu je možno obzvláště výhodně použít při výrobě alkalických fosfátů, fosfátů kovů alkalických zemí, používaných zejména jako hnojivo nebo jako doplňkové živiny pro zvířata, hořečnatých fosfátů apod.

I když se právě popsany způsob zdá nejvýhodnější pro realizaci vynálezu ve speciálních technických podmínkách, je samozřejmě, že je možno jej různě obměňovat, aniž se tím překročí rámec vynálezu, popřípadě mohou být některé jeho parametry nahrazeny jinými, které zajistí stejnou technickou funkci.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby derivátů přírodních fosfátů, zejména jednoduchého superfosfátu, sekundárního fosforečnanu vápenatého, primárního fosforečnanu amonného, při němž se do mísičního zařízení vnáší a mísí ve stechiometrickém množství jakožto výchozí látky terciární fosforečnan vápenatý a kyselina sírová nebo vápno a kyselina fosforečná nebo čpavek a kyselina fosforečná, vyznačující se tím, že se do mísičního zařízení nejprve vnese předem vyrobený pro-

dukt, načež se tento produkt mísí s nepřetržitě přiváděnými výchozími látkami a v mísičním zařízení se stále udržuje vyráběný produkt v množství shodném s množstvím předem vneseného produktu, přičemž se tuhé výchozí látky přivádějí v práškové formě mající stejné granulometrické složení jako předem vnesený produkt, kdežto kapalné výchozí látky se přivádějí v množství zabezpečujícím tuhou formu produktu v mísičním zařízení.