

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

68 552

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12m,11/36

Zgłoszono: 14.VI.1968 (P 127 519)

Pierwszeństwo: 29.VI.1967 Niemiecka
Republika
Federalna

MKP C01f 11/36

Opublikowano: 05.VII.1973

UKD

Twórca wynalazku: Gerhard Grams

Właściciel patentu: Chemische Fabrik Kalk GmbH, Kolonia (Niemiecka Republika Federalna)

Sposób wytwarzania azotanu strontu z surowego apatyty

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania azotanu strontu z apatyty zawierającego związki strontu.

Oprócz głównych składników, to jest tlenku wapnia i pięciotlenku fosforu, apatyt zawiera szereg składników ubocznych, których jakość i ilość zależy od miejsca jego wydobycia. Jednym ze składników ubocznych jest stront, którego zawartość w apatycie pochodzącym na przykład z półwyspu Kola wynosi 0,97–2,32% wagowych. Surowy apatyt stosuje się głównie do wytwarzania kwasu fosforowego, fosforanów lub sztucznych nawozów, przy czym stront zawarty w surowcu przechodzi w toku procesów technologicznych do odpadów. Ponieważ jednak stront jest pierwiastkiem cennym, występującym stosunkowo rzadko w postaci umożliwiającej jego wydobywanie metodami górnictwymi, przeto starano się opracować metody, umożliwiające przeprowadzanie strontu występującego w apatycie w związki, które mogłyby być technicznie wykorzystywane.

Sposób wytwarzania azotanu strontu z apatyty polega według wynalazku na tym, że surowy apatyt zawierający związki strontu traktuje się kwasem azotowym, nierozpuszczoną pozostałość oddziela od roztworu w temperaturze 90–200°C i ekstrahuje wodą, a następnie z ekstraktu wytrąca się azotan strontu za pomocą kwasu azotowego.

W celu częściowego rozpuszczenia apatyty w kwasie azotowym, na 1 mol P_2O_5 , stosuje się 16–7 moli HNO_3 , przy czym najkorzystniej jest stosować kwas azotowy o stężeniu 50–65 % wagowych. Surowy apatyt miesza się dokładnie z kwasem azotowym w temperaturze 20–90°C, korzystnie 40–60°C. Po zakończeniu reakcji mieszaninę chłodzi się ewentualnie i w temperaturze 90–200°C oddziela roztwór od

2

nierozpuszczalnej pozostałości za pomocą filtrowania, odwirowywania lub dekantowania, przy czym temperaturę doбира się tak, aby nie dopuścić do rozpoczęcia się krystalizowania azotanu wapnia. Sposób według wynalazku można również stosować i wtedy, gdy do mieszaniny podczas procesu rozpuszczania dodaje się związków amonowych, w celu wytrącania podwójnych soli azotanu wapnia – azotanu amonu. Przy stosowaniu sposobu według wynalazku, główna część strontu, zawartego w surowym apatycie, pozostaje w nierozpuszczonym osadzie jako krystaliczny azotan strontu, zaś roztwór zawiera główną część P_2O_5 i azotanu wapniowego i może być w znany sposób przerabiany na nawozy sztuczne, kwas fosforowy lub fosforany.

Nierozpuszczona w kwasie azotowym pozostałość zawiera 3–30% wagowych strontu w postaci azotanu strontu. Według wynalazku, azotan strontu ekstrahuje się z tej pozostałości za pomocą wody. Ekstrakcję prowadzi się taką ilością wody, aby otrzymać roztwór azotanu strontu możliwie bliski stanu nasycenia. Ekstrahuje się mieszając w temperaturze 10–100°C, korzystnie 40°C, po czym mieszaninę rozdziela się i azotan strontu wytrąca z ekstraktu kwasem azotowym i oddziela od roztworu, który można dodawać do nawozów sztucznych. Niekiedy korzystnie jest, przed wyosabnianiem azotanu strontu usuwać z ekstraktu kwas fluorokrzemowy, na przykład przez strącanie związkami metali alkalicznych, takich jak azotany. Ilość związku metalu alkalicznego, dodawanego do ekstraktu, zależy od zawartości kwasu fluorokrzemowego, przy czym związek metalu alkalicznego korzystnie stosuje się w ilości 1–2 razy większej od wynikającej z obliczeń stechiometrycznych. Po wytrąceniu

fluorokrzemianu metalu alkalicznego odsącza się go i stosuje dalej w tej postaci, albo przeprowadza w inne związki fluorokrzemowe. Strącanie fluorokrzemianu może odbywać się także przed oddzieleniem pozostałości poddawanej ekstrakcji i wówczas fluorokrzemian metalu alkalicznego pozostaje w części nierozpuszczalnej.

Do przesączu dodaje się kwasu azotowego w celu wytrącenia azotanu strontu. Dodaje się tyle kwasu azotowego, aby jego stężenie w mieszaninie wynosiło 30–60, a korzystnie 40% wagowych. Podczas wytrącania azotanu strontu utrzymuje się temperaturę 20–40°C. Po zakończeniu strącania oddziela się azotan strontu w postaci bezbarwnych kryształów, a przesącz zawierający kwas azotowy, kwas fosforowy oraz azotan wapnia, może być dalej przerabiany razem z kwaśnym wyciągiem, powstającym przy działaniu kwasem azotowym na apatyt.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku otrzymuje się azotan strontu z wydajnością wynoszącą do 90% w przeliczeniu na stront zawarty w surowym apatycie. Azotan strontu otrzymuje się w postaci czystych, dobrze ukształtowanych kryształów, które nadają się do stosowania w znanych dziedzinach techniki, na przykład w pirotechnice. Można go także przeprowadzać w inne związki strontu, toteż sposób według wynalazku daje znaczne korzyści techniczne, gdyż umożliwia racjonalne wykorzystywanie strontu, zawartego w surowym apatycie.

Wynalazek jest bliżej opisany w niżej podanych przykładach, w których podane części i procenty oznaczają części i procenty wagowe.

Przykład I. W kwasoodpornym reaktorze, wyposażonym w mieszadło, 3690 części apatytu z półwyspu Kola, zawierającego 38,5% P_2O_5 oraz 2,15% strontu, miesza się z 8930 częściami 60% kwasu azotowego. Proces rozpuszczania prowadzi się w temperaturze 60°C w ciągu 90 minut, po czym mieszaninę odsącza się w temperaturze 60°C za pomocą filtru ciśnieniowego, otrzymując 340 części wilgotnej pozostałości na filtrze i 12280 części roztworu. Pozostałość zawiera 18,8% strontu, co odpowiada 80,6% ilości tego pierwiastka zawartej w apatycie.

Wilgotną pozostałość z filtru miesza się z 610 częściami wody i dobrze mieszając w temperaturze 40°C ekstrahuje w ciągu 15 minut. Następnie do mieszaniny dodaje się

51 części azotanu sodowego. Po zakończeniu procesu ekstrakcji i wytrąceniu fluorokrzemianu sodowego, mieszaninę filtruje się przez filtr ciśnieniowy. Pozostałość na filtrze płucze się 136 częściami wody, otrzymując 153 części wilgotnej pozostałości i 984 części przesączu, zawierającego 6,45% Sr.

Przesącz o temperaturze 20°C miesza się z 1970 częściami 60% kwasu azotowego, przy czym wytrąca się azotan strontu w postaci dobrze ukształtowanych kryształów o barwie białej. Kryształy te odsącza się, przemywa metanolem i suszy. Otrzymuje się 143 części czystego azotanu strontu, co odpowiada 92,6% wydajności w przeliczeniu na stront zawarty w pozostałości po rozpuszczeniu apatytu w kwasie azotowym. Przesącz po oddzieleniu kryształów łączy się z roztworem, otrzymanym przy rozpuszczaniu apatytu w kwasie azotowym i wykorzystuje do wyrobu nawozów sztucznych.

Przykład II. Postępując w sposób opisany w przykładzie I, 3690 części apatytu z półwyspu Kola, o zawartości 38,5% P_2O_5 i 2,15% Sr, traktuje się 7720 częściami 58% kwasu azotowego. Otrzymuje się 320 części wilgotnej pozostałości na filtrze i 11080 części roztworu.

Pozostałość na filtrze zawiera 18,6% Sr, co stanowi 75% ilości strontu zawartego w surowym apatycie. Pozostałość tę ekstrahuje się w sposób opisany w przykładzie I z wyciągu wytrąca azotan strontu. Otrzymuje się 133 części czystego azotanu strontu, co odpowiada 92,5% wydajności w przeliczeniu na stront zawarty w pozostałości po rozpuszczeniu apatytu w kwasie azotowym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania azotanu strontu z surowego apatytu zawierającego związki strontu, **znamienny tym, że pozostałość po rozpuszczeniu surowego apatytu w kwasie azotowym oddziela się od roztworu w temperaturze 90–200°C i ekstrahuje wodą, a następnie z ekstraktu wytrąca się azotan strontu za pomocą kwasu azotowego.**

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym, że azotan strontu wytrąca się z ekstraktu za pomocą takiej ilości kwasu azotowego, aby w powstającej mieszaninie stężenie kwasu azotowego wynosiło 30–60%.**