

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 95654

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18.07.75 (P. 182193)

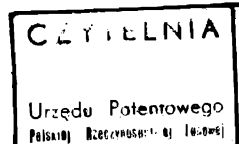
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.06.76

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1979

MKP C01b 25/22

Int. Cl.² C01B 25/22



Twórcy wynalazku: Jerzy Schroeder, Henryk Górecki, Irena Szczygieł

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych.

Znany jest sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, polegający na rozkładzie mineralnych surowców fosforowych kwasem siarkowym, z zastosowaniem cyrkulacji popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy. Efektywność tego procesu w dużej mierze zależy od krystalizacji i filtrowalności tworzącego się podczas procesu fosfogipsu.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w którym mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych, zawierających kwas fosforowy, w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym: $5 \text{CaSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2 \text{O}$. Jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego w postaci siarczanu amonowego. Równorzędny skutek uzyskuje się wprowadzając do układu fosforan dwuamonowy lub fosforan amonowy, przy zachowaniu stosunku $\text{N}:\text{P}_2 \text{O}_5$ w fazie ciekłej pulpy reakcyjnej w zakresie od 0,01 do 0,20. Również taki sam skutek występuje w przypadku częściowej neutralizacji amoniakiem stosowanego do rozkładu kwasu siarkowego lub popłuczek filtracyjnych, przy zachowaniu stosunku wagowego $\text{N}:\text{SO}_3$ w fazie ciekłej pulpy w zakresie od 0,1 do 2,5.

W sposobie będącym przedmiotem wynalazku przez wprowadzenie jonu amonowego do roztworu reakcyjnego usprawnia się proces rozkładu surowca fosforowego i krystalizację fosfogipsu, w wyniku czego następuje intensyfikacja produkcji i podwyższenie sprawności fosforanowej. Jon amonowy wprowadzony do układu reakcyjnego wpływa stabilizująco na wytworzony kwas fosforowy, zmniejszając ilość wytrącających się szlamów podczas magazynowania, zatężania i ewentualnego transportu. Wprowadzenie jonu amonowego w formie siarczanu amonowego pozwala na utylizację tego związku, stanowiącego produkt uboczny różnych gałęzi przemysłu, np. gazownictwa, koksownictwa, wytwórni kaprolaktanu. Pozwala również na podwyższenie efektywności ekonomicznej procesu przez obniżenie zużycia kwasu siarkowego i amoniaku.

Sposób według wynalazku jest przedstawiony w sześciu przykładach realizacji.

Przykład I. W reaktorze przelewowym prowadzi się ciągle rozkład 1000 kg/godz. surowca fosforowego zawierającego 31,5% wag. P_2O_5 i 52,5% wag. CaO, przy zastosowaniu 3443 kg/godz. roztworu reakcyjnego sporządzonego z 1580 kg/godz. 56% wag. kwasu siarkowego, z 1720 kg/godz. popłuczek filtracyjnych zawierających 23,2% wag. P_2O_5 oraz 1,62% wag. N, oraz z krystalicznego obojętnego siarczanu amonowego w ilości 143,0 kg/godz. Do reaktora wprowadza się również obiegowy kwas produkcyjny w ilości 2050 kg/godz. Rozkład prowadzi się w temperaturze $78^\circ C$, przy czasie przebywania pulpy w reaktorze około 6 godz. W warunkach tych uzyskuje się stopień rozkładu około 98%, przy czym wytrącony osad fosfogipsu wykazuje dobre własności filtracyjne.

Przykład II. Proces prowadzi się w sposób przedstawiony w przykładzie I, przy czym do sporządzenia roztworu stosuje się 38% roztwór siarczanu amonowego w ilości 376 kg/godz., otrzymując w efekcie 1210 kg/godz. produkcyjnego kwasu zawierającego 25,5% wag. P_2O_5 , 2,3% wag. N oraz 2,9% wag. SO_3 .

Przykład III. W reaktorze przelewowym prowadzi się ciągle rozkład 1000 kg/godz. surowca fosforowego zawierającego 31,5% wag. P_2O_5 i 52,5% wag. CaO przy zastosowaniu 3443 kg/godz. roztworu reakcyjnego sporządzonego z 1580 kg/godz. 56% kwasu siarkowego, z 1871,5 kg/godz. popłuczek filtracyjnych zawierających 21,1% wag. P_2O_5 oraz 1,58% wag. N, oraz z fosforanu dwuamonowego o wzorze $(NH_4)_2HPO_4$, w ilości 143,0 kg/godz. Do reaktora wprowadza się również obiegowy kwas produkcyjny w ilości 2050 kg/godz. Rozkład prowadzi się w temperaturze $78^\circ C$ przy czasie przebywania pulpy w reaktorze około 6 godzin. W warunkach tych uzyskuje się stopień rozkładu około 98%, przy czym wytrącony osad fosfogipsu wykazuje dobre własności filtracyjne. Odfiltrowany produkt reakcji – roztwór kwasu fosforowego, fosforanu jednoamonowego i siarczanu amonowego, w ilości 1327,3 kg/godz., zawierający 29,2% P_2O_5 , 2,16% wag. N, 2,57% wag. SO_3 poddawany jest następnie zateżnieniu oraz dalszej przeróbce na mineralne nawozy wieloskładnikowe.

Przykład IV. W reaktorze przelewowym prowadzi się ciągle rozkład 1000 kg/godz. surowca fosforowego zawierającego 31,5% wag. P_2O_5 i 52,5% wag. CaO, przy zastosowaniu 3702,4 kg/godz. roztworu reakcyjnego sporządzonego z 1580 kg/godz. 56% kwasu siarkowego, z 1973,3 kg/godz. popłuczek filtracyjnych zawierających 20,0% wag. P_2O_5 oraz 0,40% wag. N, oraz z fosforanu jednoamonowego w ilości 143 kg/godz. Do reaktora wprowadza się również obiegowy kwas produkcyjny w ilości 2050 kg/godz. Rozkład prowadzi się w temperaturze $78^\circ C$ przy czasie przebywania pulpy w reaktorze około 6,0 godz. W warunkach tych uzyskuje się stopień rozkładu około 98%, przy czym wytrącony osad fosfogipsu wykazuje dobre własności filtracyjne. Odfiltrowany produkt reakcji – roztwór kwasu fosforowego, fosforanu jednoamonowego i siarczanu amonowego, w ilości 1338,1 kg/godz., zawierający 29,7% P_2O_5 , 1,24% wag. N, 2,5% wag. SO_3 , poddawany jest następnie zateżnieniu oraz dalszej przeróbce na mineralne nawozy wieloskładnikowe.

Przykład V. W reaktorze przelewowym prowadzi się ciągle rozkład 1000 kg/godz. surowca fosforowego zawierającego 31,5% wag. P_2O_5 i 52,5% wag. CaO, przy zastosowaniu 3443 kg/godz. roztworu reakcyjnego sporządzonego z 1720 kg/godz. popłuczek filtracyjnych zawierających 23,2% wag. P_2O_5 oraz 1,62% wag. N oraz 1686,2 kg/godz. 58,8% roztworu kwasu siarkowego, który częściowo neutralizowano amoniakiem w ilości 36,8 kg/godz. Proces prowadzi się w warunkach podanych w przykładzie I, uzyskując produkt o składzie podanym w tym przykładzie.

Przykład VI. Proces prowadzi się w warunkach przedstawionych w przykładzie V, przy czym amoniak w ilości 26,8 kg/godz. wprowadza się do popłuczek filtracyjnych, zamiast do roztworu kwasu siarkowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w których mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy, z n a m i e n n y t y m , że rozkład surowca fosforowego prowadzi się w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot, przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym $5 CaSO_4 \cdot (NH_4)_2 SO_4 \cdot H_2 O$, przy czym jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego w postaci siarczanu amonowego.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że stosuje się krystaliczny siarczan amonowy.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że stosuje się stężony wodny roztwór siarczanu amonowego.

4. Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w którym mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy, z n a m i e n n y t y m , że rozkład surowca fosforowego prowadzi się w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot, przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym $5 \text{CaSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2 \text{O}$, przy czym jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego w postaci fosforanu dwuamonowego, przy zachowaniu stosunku $\text{N}:\text{P}_2 \text{O}_5$ w fazie ciekłej pulpy reakcyjnej w zakresie od 0,01 do 0,20.

5. Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w którym mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy, z n a m i e n n y t y m , że rozkład surowca fosforowego prowadzi się w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot, przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym $5 \text{CaSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2 \text{O}$, przy czym jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego w postaci fosforanu amonowego, przy zachowaniu stosunku $\text{N}:\text{P}_2 \text{O}_5$ w fazie ciekłej pulpy reakcyjnej w zakresie od 0,01 do 0,20.

6. Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w którym mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy, z n a m i e n n y t y m , że rozkład surowca fosforowego prowadzi się w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot, przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym $5 \text{CaSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2 \text{O}$, przy czym jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego na drodze częściowej neutralizacji stosowanego do rozkładu kwasu siarkowego, przy zachowaniu stosunku wagowego $\text{N}:\text{SO}_3$ w fazie ciekłej pulpy w zakresie od 0,1 do 2,5.

7. Sposób wytwarzania ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, przeznaczonego do produkcji wieloskładnikowych nawozów mineralnych, w którym mineralny surowiec fosforowy poddaje się w sposób ciągły rozkładowi roztworem kwasu siarkowego i popłuczek filtracyjnych zawierających kwas fosforowy, z n a m i e n n y t y m , że rozkład surowca fosforowego prowadzi się w obecności jonów amonowych o stężeniu od 0,2% wag. do 5% wag. w przeliczeniu na azot, przy ograniczeniu stężenia do stężenia umożliwiającego krystalizację podwójnej soli o następującym wzorze chemicznym $5 \text{CaSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2 \text{O}$, przy czym jony amonowe wprowadza się do układu reakcyjnego na drodze częściowej neutralizacji stosowanych popłuczek filtracyjnych, przy zachowaniu stosunku wagowego $\text{N}:\text{SO}_3$ w fazie ciekłej pulpy w zakresie od 0,1 do 2,5.