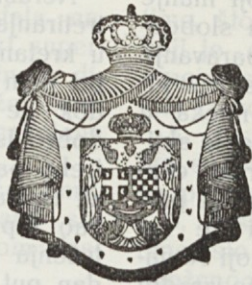


KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZASTITU

Klasa 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Novembra 1930.

PATENTNI SPIS BR. 7450

Francesco Carlo Palazzo i Fortunato Palazzo, Firenze, Italija.

Postupak za izradu monokalcijum-fosfata i smeša mono- i dikalcijum-fosfata.

Prijava od 27. jula 1929.

Važi od 1. marta 1930.

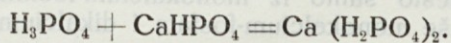
Traženo pravo prvenstva od 30. jula 1928. (Italija).

Izrada monokalcijum-fosfata ili visokoprocenatnog superfosfata sa 48—51% anhidrida fosforne kiseline, koja je potpuno ili delimično rastvorljiva u vodi i daje se asimilirati, može se učiniti nezavisnim od same izrade fosforne kiseline, koja se do sada smatrala potrebnom radi dobijanja najveće sadržine anhidrida fosforne kiseline, i to pomoću postupka po pronalasku, kod koga se kao polazni materijal upotrebljava običan superfosfat.

Monokalcijum-fosfat, koji se postiže novim postupkom iz vodenih ekstrakta superfosfata, kao i različite smeše mono- i dikalcijum-fosfata, ne dolaze od prostog isparavanja tih ekstrakta. S obzirom na srazmerno malu rastvorljivost monokalcijum-fosfata prouzrokovalo bi preterano velike troškove samo isparavanje vodenih ekstrakta, dobivenih iz superfosfata; s druge strane to isparavanje ne bi dalo proizvode sa dobrim osobinama, jer se ostatak isparavanja ne bi sastojao samo iz monokalcijum-fosfata, već neizostavno i iz izvesne količine slobodne fosforne kiseline.

Oba ova nedostatka pri isparavanju vodenog ekstrakta iz superfosfata do sušenja, otklanjaju se, ako se superfosfat izvlači po pronalasku, i ekstrakti učine korisnim drugojačije nego prostim isparavanjem.

U suštini se pri radu po pronalasku iskorisćuje poznata akcija između fosforne kiseline i dikalcijum fosfata, koja vodi obrazovanju monokalcijum-fosfata:



Stoga se običan superfosfat izlaže takvom postupanju, da se iz samog superfosfata dobijaju obe materije, potrebne za reakciju.

Kao što je poznato, pod običnim uslovima, koji se uzimaju za rastvaranje fosforita, upotrebljava se sumporna kiselina uvek u izvesnom suvišku nego što je potrebno za obrazovanje monokalcijum-fosfata, i prema tome, pošto u svakom superfosfatu, ne uzimajući u obzir izuzetne slučajeve, ima uvek slobodne fosforne kiseline, to u nepovoljno tretiranim i poboljšanim proizvodima može ova količina slobodne fosforne kiseline biti tako velika, da ona čini znatan deo celokupne fosforne kiseline. Ova količina superfosfata u slobodnoj fosfornoj kiselini izvodi se korisnom prema postupku po pronalasku.

Kod vodenog luženja običnog superfosfata sa srazmerno visokom ili srednjom sadržinom slobodne fosforne kiseline dobijaju se dva različita tipa vodenih ekstrakta, naime visoko koncentrisani ekstrakt, koji se odlikuje time, što je zasićen monokalcijum-fosfatom, i osim toga sadrži veliku količinu slobodne fosforne kiseline, i nisko koncentrisani ekstrakt, koji ima malu količinu slobodne fosforne kiseline i celokupnu sadržinu kiseline, oslobođenu anhidrida fosforne kiseline, i monokalcijum-fosfata, koja je niža, nego što odgovara jed-

nom zasićenom rastvoru monokalci-um fos-fata.

Iz ovog poslednjeg ekstrakta, koji manje sadrži anhidrid fosforne kiseline u slobodnom i vezanom obliku i čije bi isparavanje bilo srazmerno skupo, taloži se fosforna kiselina i to dodavanjem krečnog mleka u obliku dikalcium-fosfata, koji se posle aktivira sa visoko koncentrisanim prvim ekstraktom. Pri tom se dikalcium fosfat preobraća u monokalci-um-fosfat, koji se zajedno sa monokalci-um-fosfatom, koji se nalazi u prvom ekstraktu jeftino može izraditi sušenjem kašaste reakcione mase u vakuumskoj napravi.

Priroda krajnjeg proizvoda zavisi očigledno od količine, u kojoj se dikalcium-fosfat, taložen iz drugog ekstrakta, reagira sa celokupnom količinom prvog ekstrakta. Ako se održi srazmera između slobodne fosforne kiseline prvog ekstrakta i taloženog dikalcium fosfata, koja odgovara gornjoj jednačini, dobija se proizvod, koji se u bitnosti sastoji iz monokalci-um-fosfata. Ako pak slobodna fosforna kiselina prvog ekstrakta zaostaje po količini, koja odgovara gornjoj jednačini, sastoji se krajnji proizvod, u mesto samo iz monokalci-um-fosfata, iz smeše monokalci-um-fosfata i dikalcium-fosfata.

Primer:

Običan superfosfat, izrađen na običan način iz fosforita i sumporne kiseline, ali odgovarajući takvim proporcijama količina, da superfosfat ima srazmerno veliku sadržinu slobodne fosforne kiseline, stavlja se u dodir, na običnoj temperaturi, sa količinom vode, koja odgovara polovini njegove težine; posle jednog časa energičnog mešanja odvaja se tečnost pomoću jednog rotirajućeg ćelijastog filtera. Dobiveni ekstrakt sa specifičnom težinom, koja nije ispod 1,25 ili jednom većom specifičnom težinom, pri upotrebi visokoprocenatnog superfosfata nego što je 14—15% superfosfat — na pr. 1,25 za 17—18% superfosfat — do- vodi se u dodir još jedamput sa količinom novog superfosfata, koja je jednaka ekstraktu; posle potpunog mešanja za vreme od jednog časa tretira se nova kaša u rotirajućem šelijastom filteru ili sudovima za bistrenje ili u separatorima, da bi se brzo dobio najveći deo novog rastvora (rastvor 1).

Ovaj rastvor ima obično specifičnu težinu, koja nije manja od 1,30 i sadržinu anhidrida fosforne kiseline, koja nije ispod 23%, dakle od prilike 32% fosforne kiseline; ove obe vrednosti mogu biti veće, ako se upotrebe superfosfati sa većom sadržinom slobodne fosforne kiseline nego

obično, na pr. superfosfati sa 8—9% slobodne fosforne kiseline.

Nerastvoreni ostaci oba opisana stupnja tretiranja, sjedinjuju se jednu masu i zatim u kretanju izlažu novom luženju sa vodom, pri čem postaje novi ekstrakt (ekstrakt 2), dok se nerastvoreni u rotirajućem filteru dobro ispere sa vodom. Pri ovom pranju treba paziti na to, da upotrebljena tečnost za ispiranje ima otprilike istu zapreminu, kao zapremina, koja je bila pri početku luženja prvog superfosfata, jer čim je jedan put postupak u toku, izvodi se prvo tretiranje sirovog superfosfata sa ovom vodom za ispiranje, umesto sa čistom vodom, dok se tečnost (ekstrakt 2), koja dolazi od drugog luženja superfosfata, upotrebljava za izradu dikalcium-fosfata. U tom cilju dodaje se ekstraktu 2 potrebna količina krečnog mleka, mešajući jednako, i na taj način dobiveni talog odvaja se bistrenjem od većeg dela tečnosti, zatim izlaže centrifugalnoj sili i u istoj centrifugalnoj mašini ispira se malo vode; pri tom upotrebljena voda za ispiranje iskorišćuje se dalje za izradu krečnog mleka. Za reagiranje sa fosfornom kiselinom, i to sa ekstraktom 1, koji pored slobodne fosforne kiseline sadrži još monokalci-um-fosfata, izvlači se voda iz dikalcium fosfata, dobivenog iz ekstrakta 2, na niskoj temperaturi u vakuumskoj napravi, i zalim meša u kašu u odgovarajućoj srazmeri sa ekstraktom 1. Posle viščasovnog stajanja kaša se potpuno suši u vakuumskoj napravi na 50° C, i pri izlazu iz ove naprave pretvara se čvrst proizvod u prah ili u fina zrnca.

Srazmera između dikalcium-fosfata i slobodne fosforne kiseline u ekstraktu 1 može se po želji izabrati, tako da se kao krajnji produkt dobija ili fosfat sa visokom sadržinom anhidrida fosforne kiseline, koji ima mešovit karakter, t. j. pored monokalci-um-fosfata sadrži izvesnu količinu dikalcium-fosfata rastvorljivog u amonijum-citratu ili fosfat sa anhidridom fosforne kiseline, koji je potpuno rastvoran u vodi, t. j. koji se u glavnom sastoji iz monokalci-um-fosfata.

U poslednjem slučaju ostaje obično na raspoloženju izvesna količina taloženog dikalcium-fosfata ova preostala količina dikalcium-fosfata, koja se ne može dalje iskoristiti za izradu drugog proizvoda, već se u promet pušta neposredno kao gnojivo, ne treba se potpuno isušiti, već je dovoljno umereno sušenje produkta, u kome se ostavi još veći deo kristalizacione mase. U ovim okolnostima je sadržina anhidrida fosforne kiseline još uvek vrlo velika, otprilike 38%, dok je potpuno dovoljna rastvorljivost u amonijum-citratu.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu monokalcium-fosfata ili smeše iz monokalcium-fosfata naznačen time, što se vodeni ekstrakt superfosfata reagira sa količinom taloženog dikalcium-fosfata, koja odgovara željenom krajnjem produktu, i obrazovana reakciona smeša suši u vakuumu.

2. Postupak po zahtevu 1 naznačen time, što se upotrebljavaju vodeni ekstrakti superfosfata, koji su bogati slobodnom fosfornom kiselinom.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2 naznačen time, što se upotrebljava dikalcium-fosfat,

koji je osušen u vakuumu na što je moguće nižoj temperaturi.

4. Postupak po zahtevu 1—3 naznačen time, što se vodeni ekstrakt superfosfata, koji je obogaćen sistematskim luženjem, reagira sa dikalcium-fosfatom, koji se taloži iz vode za ispiranje ostataka.

5. Postupak po zahtevu 4 naznačen time, što se poslednja voda za ispiranje ostataka ponovo upotrebljava za luženje.

6. Postupak po zahtevu 4 i 5 naznačen time, što se voda, koja ostaje pri ispiranju taloženog dikalcium-fosfata, upotrebljava za izradu krečnog mleka potrebnog za taloženje.
