

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

RAZRED 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1 SEPTEMBRA 1938.

PATENTNI SPIS ŠT. 14214

Persil-Gesellschaft Henkel & Voith m. b. H., Wien, Avstrija.

Postopek za proizvodnjo trgovsko čistih alkali-fosfatov.

Prijava z dne 5. avgusta 1937.

Velja od 1 marca 1938.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 21. septembra 1936 (Avstrija).

V splošnem se izvrši proizvodnjo alkali-fosfatov običajne trgovske čistoče iz fosforne kisline na ta način, da se reducira fosforna kislina z alkali-karbonatom do difosfata; dobljeni difosfat se lahko prevede na primer potom nadaljnje obdelave z natronovim lugom v trifosfat. Če lahko izhajamo iz čiste fosforne kisline, dosežemo potom nevtralizacije brez čiščenja direktno alkali-fosfate običajne trgovske čistoče.

Surova fosforna kislina pa vsebuje večinoma različne množine nečistoč, zlasti kalcij, aluminij, železo. Da proizvodimo iz surove fosforne kisline take alkali-fosfate, moramo isto ali prej očistiti ali pa moramo izvršiti s kristalizacijo čiščenje železnih končnih produktov. Normalno se kristalizira dvakrat: tako dobljeni produkti odgovarjajo tedaj po svoji čistoči običajnim trgovskim zahtevam.

Znano je nadalje, da se proizvajajo alkali-fosfati iz razredčene surove fosforne kisline, ki se prej ni podvrgla nikakemu čiščenju in ki vsebuje tedaj če vse nečistoče tako, da se nevtralizira fosforna kislina z alkali-karbonati do monofosfata in do difosfata ter se s filtracijo izločijo izpadle primesi. Iz tako dobljene razredčene raztopine dobimo lahko šele potom kristalizacije običajni trgovski produkt eventualno do predhodnem uparjenju.

Iz koncentrirane surove fosforne kisline s približno 28 do 60% P_2O_5 po tem postopku ne moremo izdelovati alkali-fosfatov, ker ne uspe filtracija pri tej koncentraciji, ter vsebujejo tedaj dobljeni alkali-fosfati toliko primesi, da ne od-

govarjajo potrebnim zahtevam. Poskusili so tedaj tudi, da se dobi alkali-fosfat običajne trgovske čistoče iz surove fosforne kisline z 28—60% P_2O_5 vsebine, pri čemer se je prevedla fosforna kislina najprej z alkali-karbonati v monofosfat brez dodatka vode. Največji del primesi tedaj izpade ter se izloči potom filtracije. Če dodamo k dobljenemu koncentriranemu monofosfatu ponovno alkali-karbonat, toda le v tolikšni množini, da se prevede nekoliko manj kakor polovica monofosfata v difosfat, izpade nadaljnji del nečistoč.

Našli so dalje, da izpadejo, čeprav raztopina še ni alkalna, potom žveplovodika oziroma potom sulfidov, na primer natrijevega sulfida, pri tej nevtralizacijski stopnji ostanki nečistoč kot sulfidi in se jih lahko izloči, izmed katerih nečistoč moti predvsem železo. Oborina sulfidov je sicer močno koloidna in prehaja lahko skozi filter. Sulfidi se pa dajo dobro filtrirati, če so prisotne še oborine nečistoč, ki nastajajo pri nevtralizaciji monofosfata v difosfat skoro do polovice. Koncentrirani filtrat je zadostno čist, da lahko dosežemo potom nadaljnje nevtralizacije alkali-soli običajne trgovske čistoče.

Prednost novega postopka obstoja v glavnem v tem, da uspe tako pridobivanje čistih alkali-fosfatov brez vode direktno iz surove visokokcentrirane fosforne kisline, s čemer se prihrani mnogo na času in denarju. Na dveh primerih izvedbe naj se razloži postopek podrobneje:

Primer 1: 100 kg običajne trgovske surove fosforne kisline s 45,5% P_2O_5 , ki ima primesi 1,1% Fe, 1,2% Al_2O_3 in

0,9% CaO, se dovede v reakcijo s 45 kg H₂O in 35 kg amonijakove sode pri 90°C. Čim je ogljikova kislina izšla, filtriramo in operemo prvo oborino dvakrat s po 10 kg vode. Dobljeni suhi ostanek filtracije iznaša 11 kg, medtem ko vsebuje filtrat 130 kg monofosfata. Filtrat zmešamo sedaj z 11 kg amonijakove sode pri 90°C in po tem, ko je ogljikova kislina izšla in po ohlajenju z 0,7 kg natrijevega sulfida. Nečistoče odfiltriramo in peremo enkrat z 10 kg vode. Suh preostanek filtracije znaša 1 kg. Filtrat vsebuje 109 kg natrijevega fosfata in sicer kot NaH₂PO₄ 36,5% in kot Na₂HPO₄ 29,54%, tedaj skupaj 36,36% P₂O₅. Nečistoče znašajo samo še 0,167%, pri čemer odpade na železo le še 0,007%. Z nadaljnjim zmešanjem filtrata z 18 kg amonijakove sode prevedemo ves monofosfat v difosfat ter dobimo popolnoma bel produkt.

Primer 2: 172 kg Curacao-fosfat s 35,35% P₂O₅ razstavimo pri višji temperaturi z 228 kg žveplene kisline od 60° Bé in 130 kg vode. S filtracijo dobimo 180 kg surove fosforne kisline s 30,36%

P₂O₅. 150 kg te surove fosforne kisline spravimo v reakcijo brez daljnega dodatka vode s 35 kg amonijakove sode, ter postopamo dalje na način, kakor je bil naveden v 1. primeru, ob uporabi iste množine sode in sulfida.

Patentni zahtev:

Postopek za proizvodnjo običajno trgovsko čistih alkali-fosfatov iz surovih fosfatov oziroma iz surove fosforne kisline z nevtralizacijo z alkali-karbonati potom stopnjevanja, brez predhodnega čiščenja in brez izločitve nečistoč v nevtralizacijski stopnji, ki leži približno v sredini med monofosfatom in difosfatom, ugodno v visoki koncentraciji (približno 28—60% P₂O₅), označen s tem, da se izvrši izločitev nečistoč, zlasti železa, s pomočjo žveplovodika oziroma alkali-sulfidov, in da se izvede filtriranje istih v prisotnosti izločilnih sestavin, ki so nastale zaradi nevtralizacije monofosfata do polovičnega difosfata.