

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

⑫ OPIS PATENTOWY ⑰ PL ⑰ 182001

⑬ B1

⑳ Numer zgłoszenia: 315003

⑵ IntCl⁷
C01B 25/28

㉑ Data zgłoszenia: 26.06.1996

6... 1A
OGÓLNA

⑸

Sposób wytwarzania ortofosforanu (V) amonu magnezu

⑷ Zgłoszenie ogłoszono:
05.01.1998 BUP 01/98

⑸ O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.10.2001 WUP 10/01

⑹ Uprawniony z patentu:
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

⑺ Twórcy wynalazku:
Miroslaw Fligier, Gliwice, PL
Andrzej Kossuth, Katowice, PL
Maria Dziegielewska, Gliwice, PL

⑻ Pełnomocnik:
Ziółkowska Urszula

⑸ Sposób wytwarzania ortofosforanu (V) amonu magnezu przez otrzymywanie trudno rozpuszczalnego kompleksu magnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego, **znamienny tym**, że z roztworu siarczanu (VI) lub chlorku magnezu i roztworu dwu lub trójamonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego użytej w ilości równoważnej molowo sumie magnezu i żelaza wytwarza się przy pH w zakresie 3,5-4,5 trudno rozpuszczalny kompleks magnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego, który separuje się od roztworu macierzystego i prze-mywa, następnie do mieszanej wodnej zawiesiny kompleksu magnezu kwasu etyleno-diaminotetraoctowego wprowadza się w stosunku molowym 1:1 kwas ortofosforowy (V) lub wodorortofosforan (V) amonu, a następnie wodny roztwór amoniaku, do uzyskania odczynu roztworu w granicach pH 6,75-8,5, przy czym układ reakcyjny miesza się, po czym od roztwo-ru reakcyjnego separuje się 6-hydrat ortofosforanu (V) amonu magnezu ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$).

PL 182001 B1

Sposób wytwarzania ortofosforanu (V) amonu magnezu

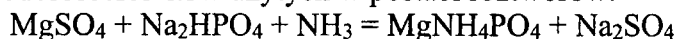
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania ortofosforanu (V) amonu magnezu przez otrzymywanie trudno rozpuszczalnego kompleksu magnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego, **znamienny tym**, że z roztworu siarczanu (VI) lub chlorku magnezu i roztworu dwu lub trójamonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego użytej w ilości równoważnej molowo sumie magnezu i żelaza wytwarza się przy pH w zakresie 3,5-4,5 trudno rozpuszczalny kompleks magnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego, który separuje się od roztworu macierzystego i przemywa, następnie do mieszanej wodnej zawiesiny kompleksu magnezu kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się w stosunku molowym 1:1 kwas ortofosforowy (V) lub wodorootofosforan (V) amonu, a następnie wodny roztwór amoniaku, do uzyskania odczynu roztworu w granicach pH 6,75-8,5, przy czym układ reakcyjny miesza się, po czym od roztworu reakcyjnego separuje się 6-hydrat ortofosforanu (V) amonu magnezu ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ortofosforanu (V) amonu magnezu w wysokim stopniu wolnego od żelaza i baru z zanieczyszczonych tymi metalami wodnych roztworów soli magnezu i kwasu ortofosforowego (V) lub soli amonowych kwasu ortofosforowego (V).

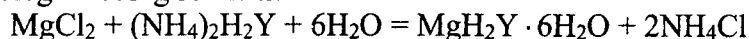
Znane są metody otrzymywania ortofosforanu (V) amonu magnezu w oparciu o reakcję soli magnezowej i wodorofosforanów użytych w postaci roztworów:



Warunkiem wytrącania ortofosforanu (V) amonu magnezu jest alkaliczny odczyn układu reakcyjnego. W tych warunkach do fazy stałej/ortofosforanu (V) amonu magnezu/przechodzą zanieczyszczenia, a przede wszystkim żelazo.

Sposób według wynalazku polega na tym, że z roztworu siarczanu (VI) lub chlorku magnezu i roztworu dwu lub trójamonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego użytej w ilości równoważnej molowo sumie magnezu i żelaza wytwarza się przy pH w zakresie 3,5-4,5 trudno rozpuszczalny kompleks magnezu i kwasu etylenodiaminotetraoctowego, który separuje się od roztworu macierzystego i przemywa, następnie do mieszanej wodnej zawiesiny kompleksu magnezu kwasu etylenodiaminotetraoctowego wprowadza się w stosunku molowym 1:1 kwas ortofosforowy (V) lub wodorootofosforan (V) amonu, a następnie wodny roztwór amoniaku do uzyskania odczynu roztworu w granicach pH 6,75-8,5, przy czym układ reakcyjny miesza się, po czym od roztworu reakcyjnego separuje się 6-hydrat ortofosforanu (V) amonu magnezu ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Proces przebiega według równań:



Sposobem według wynalazku otrzymuje się 6-hydrat ortofosforanu (V) amonu magnezu w postaci grubokryształicznej w wysokim stopniu wolnym od baru i żelaza, który jest dobrze sączalny.

W sposobie według wynalazku do roztworu siarczanu (VI) lub chlorku magnezu zawierającego jony żelaza i baru w temperaturze 10 - 60°C dodaje się roztwór dwu lub trójamonowej soli kwasu etylenodiaminotetraoctowego w ilości co najmniej równo molowej z sumą magnezu i żelaza znajdującą się w roztworze substratycznym, następnie roztwór pozostawia się na okres 2 - 24 godzin w warunkach ciągłego mieszania, w celu wytrącenia grubo kryształicznego związku kompleksowego $\text{MgH}_2\text{Y} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, tak otrzymany osad separuje się od roztworu macierzystego i obmywa się wodą. Do wilgotnego osadu $\text{MgH}_2\text{Y} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ wprowadza się w stosunku molowym 1:1 kwas ortofosforowy (V) lub wodorootofosforan (V) amonu oraz wodę, a następnie dodaje

w warunkach mieszania wodny roztwór amoniaku w czasie 0,5-2 godzin do uzyskania odczynu roztworu w granicach pH 6,75-8,5. Ilość moli użytego wodnego roztworu amoniaku jest wtedy równoważna 2-3 krotnej ilości moli jonów wodorowych w przypadku dwuwodorooortofosforanu (V) amonu, aż do 4-5 krotnej ilości moli jonów wodorowych w przypadku kwasu ortofosforowego (V).

Przykład I.

Do roztworu o objętości 400 dm³ zawierającego 120 g siarczanu (VI) magnezu, w przeliczeniu na sól bezwodną, o temperaturze około 20°C dodano w warunkach mieszania mechanicznego 825 g 40% roztworu soli dwuamonowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego. Po wytrąceniu soli MgH₂Y · 6H₂O, zawiesinę reakcyjną miesza się jeszcze przez jedną godzinę, a następnie odseparowuje kryształy od roztworu macierzystego na filtrze próżniowym. Z wilgotnego osadu oraz z 560 cm³ 20% roztworu kwasu ortofosforowego (V) sporządzono zawiesinę do której w warunkach mechanicznego mieszania przy temperaturze 20°C wprowadzano z wkraplacza 20% wodny roztwór amoniaku. Zmiany pH spowodowane wprowadzaniem wodnym roztworem amoniaku rejestrowano pehametrem. Po osiągnięciu przez fazę ciekłą zawiesiny reakcyjnej wartości pH równej 8,2, co związane było z wprowadzeniem około 500 cm³ wodnego roztworu amoniaku, zawiesinę poreakcyjną mieszano jeszcze przez okres trzech godzin, a następnie kryształy MgH₂Y · 6H₂O oddzielano dekantacyjnie od roztworu macierzystego i trzykrotnie myto dekantacyjnie wodą użytą w porcjach po 1,5 dm³. Kryształy 6-hydrat fosforanu (V) amonu magnezu przemyto jeszcze dwukrotnie na filtrze próżniowym wodą destylowaną o objętości 0,5 dm³, a następnie suszono w temperaturze 90°C. Otrzymano 210 g 6-hydrat fosforanu (V) amonu magnezu (MgNH₄PO₄ · 6H₂O) o następującym poziomie zanieczyszczenia:

Ba²⁺ - 4 · 10⁻⁴%, Fe³⁺ - 5 · 10⁻⁵%.

Przykład II.

Do roztworu o objętości 500 cm³ zawierającego 140 g chlorku magnezu zawierającego 0,5% Fe i 1,5% Ba w przeliczeniu na sól bezwodną, dodano w temperaturze około 25°C 1400 g 35% roztworu soli trójamonowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego. Po wytrąceniu się osadu MgH₂Y · 6H₂O zawiesinę poreakcyjną mieszano jeszcze przez około 1,5 godziny, a następnie odseparowano kryształy na filtrze próżniowym. Wytracone kryształy bez suszenia zmieszano z 450 g roztworu zawierającego 195 g (NH₄)₂HPO₄, a do tak sporządzonej zawiesiny wprowadzono z wkraplacza 15% wodny roztwór amoniaku. Zmiany pH wynikające z wprowadzenia amoniaku rejestrowano pehametrem. Po osiągnięciu przez układ reakcyjny pH=8,5 zawiesinę reakcyjną mieszano jeszcze przez 3,5 godziny, a następnie kryształy MgNH₄PO₄ · 6H₂O oddzielano dekantacyjnie od roztworu macierzystego i trzykrotnie myto dekantacyjnie wodą destylowaną użytą w porcjach po trzy dm³. Kryształy 6-hydrat fosforanu (V) amonu magnezu przemyto dwukrotnie na filtrze próżniowym wodą destylowaną o objętości po jednym dm³, a następnie suszono w temperaturze 85°C. Otrzymano 320 g soli MgNH₄PO₄ · 6H₂O zawierającego baru - 1 · 10⁻⁴% oraz żelaza - 5 · 10⁻⁵%.

182 001

Departament Wydawnictw UP RP. Nakład 60 egz.
Cena 2,00 zł.