

Изобретение относится к области получения и очистки неорганических соединений, в частности получения очищенной ортофосфорной кислоты путем очистки экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК).

Известен способ очистки ЭФК от примесей фтора, кремния и сульфат-ионов в среде таких органических растворителей, как толуол, изобутил-ацетат, бутанол, изобутанол с применением N,N-диалкил- α -аминокислот (пат. США 4543239, выдан 24.09.1985, МКИ C01B25/16). Схема очистки ЭФК при помощи N,N-диалкил- α -аминокислот заключается в обработке осветленной ЭФК раствором аминокислоты, например, в толуоле. Соотношение концентрации аминокислоты и ЭФК варьируют от 0,5:1 до 1,5:1, а соотношение объемов органической фазы и ЭФК - от 1:1 до 20:1 в зависимости от выбранного растворителя. Экстракция ЭФК в органический растворитель проводится при комнатной температуре и атмосферном давлении. Водная фаза, отделенная после разделения слоев, содержит извлеченные примеси фторидов, силикатов и сульфатов. Выделение ортофосфорной кислоты из органической фазы осуществляется при ее обработке водой. Регенерированный органический растворитель возвращается на стадию экстракции.

Недостатком данного способа является то, что он не обеспечивает очистку ЭФК от железа, алюминия и тяжелых металлов, т.е. не обеспечивает комплексную очистку кислоты. Кроме этого, описанный способ применим только для очистки ЭФК малой концентрации (до 35%).

Известен также способ очистки ЭФК смесью алифатического эфира и трибутилфосфата (пат. США 3970741, выдан 20.07.1976, МКИ C01B25/16). Очистку осуществляют при 0-15°C и атмосферном давлении. Соотношение в смеси алифатического эфира и трибутилфосфата колеблется от 20:1 до 2:1. Отделение органической фазы от кислоты проводят обработкой водой. Оставшийся растворитель выпаривают из кислоты в вакууме при 70°C. Остаточное содержание примесей алюминия, железа, кальция и магния в очищенной ортофосфорной кислоте - 0,001-0,01%.

Хотя этот способ позволяет получить более чистую кислоту по сравнению с предыдущим, он не дает возможности избавиться от примесей щелочных металлов и мышьяка, а также от органических примесей. Кроме того, концентрация очищенной ортофосфорной кислоты не превышает 45-50%.

Наиболее близким по технической сущности и выбранным в качестве прототипа является способ получения ортофосфорной кислоты очисткой ЭФК при помощи органического растворителя, содержащего такие органические фосфаты как алкил-фосфаты, арилфосфаты или алкиларил-фосфаты (пат. США 3410656, выдан 12.11.1968, МКИ C01B25/16). В качестве растворителя используются керосин, толуол, ксилол, бензол. Соотношение объемов растворителя и ЭФК - от 3:1 до 10:1. Время экстракции составляет 4-6 часов при температуре 20-30°C и атмосферном давлении. После этого экстракт обрабатывают основанием и отделяют водную часть, содержащую неорганические примеси. Затем регенерируют органический растворитель путем обработки раствора водой.

Этот способ позволяет очистить ЭФК от части примесей, однако не дает возможности избавиться от органических примесей, т.е. не позволяет провести комплексную очистку ортофосфорной кислоты. Кроме того, концентрация очищенной по этому способу ортофосфорной кислоты не превышает 55%.

В основу изобретения поставлена задача создания такого способа получения ортофосфорной кислоты из ЭФК, который, благодаря применению соответствующего органического растворителя и дополнительных реагентов, позволил бы получить очищенную ортофосфорную кислоту вплоть до квалификации "чистая", и с концентрацией выше 80% при минимальных затратах.

Для решения указанной задачи предлагается способ получения очищенной ортофосфорной кислоты из ЭФК путем экстракции ЭФК в органический растворитель с добавлением щелочного реагента с последующим отделением водного слоя, содержащего неорганические примеси, и отгонки органического растворителя, для чего, согласно изобретению, в изопропиловый спирт в качестве органического растворителя предварительно добавляют щелочной реагент, после чего образовавшийся раствор смешивают с экстракционной фосфорной кислотой, а ортофосфорную кислоту, полученную после отделения водного слоя и отгонки из органического слоя изопропилового спирта, обрабатывают перекисью водорода, взятой в количестве 3-15% от объема кислоты, и кипятят с активированным углем, а затем активированный уголь, с адсорбированными на нем органическими примесями, отфильтровывают.

Таким образом, предлагается в качестве органического растворителя использовать изопропиловый спирт, а в качестве щелочного агента - водный аммиак, т.е. достаточно дешевые продукты крупнотоннажного производства.

Для получения очищенной ортофосфорной кислоты по данному способу определяющими являются два фактора: порядок смешивания компонентов и наличие стадии очистки от органических примесей. Предварительное смешивание изопропилового спирта с аммиаком, с последующим добавлением к ЭФК, позволяет в значительной мере уменьшить степень разогрева смеси вследствие протекания экзотермической реакции между кислотой и аммиаком. Кроме того, в отличие от известных способов, в которых получается плохо отделяемый полутвердый остаток, предлагаемый способ позволяет получить удобно отделяемый водный слой, содержащий извлеченные примеси, и при этом, поскольку из ЭФК забирают воду, способствует повышению концентрации очищенной кислоты.

Для удаления органических примесей, оставшуюся после отделения нижнего водного слоя и отгонки изопропилового спирта из верхнего органического слоя, ортофосфорную кислоту обрабатывают перекисью водорода и кипятят с активированным углем и отфильтровывают уголь с адсорбированными на нем органическими примесями.

В результате проведения этих операций происходит комплексная очистка ЭФК от большинства примесей за один технологический цикл с минимальными затратами реактивов и энергии и получается 81-

85%-ная ортофосфорная кислота высокой концентрации, вплоть до квалификации "чистая". Кроме того, в этом технологическом цикле не образуется вредных отходов, т.е. он является экологически чистым.

Сущность предложенного способа получения очищенной ортофосфорной кислоты заключается в следующем.

Для очистки одной части ЭФК берут 2-5 частей (по объему) изопропилового спирта и приливают к нему 0,1-0,3 части (по объему) щелочного реагента (25%-го водного аммиака). Смесь тщательно перемешивают и, не прекращая перемешивания, приливают 1 часть (по объему) экстракционной фосфорной кислоты. Перемешивание продолжают в течение 5-10 минут и оставляют смесь отстаиваться в течение 6-10 часов. После этого нижний, водный слой, содержащий большинство примесей отделяют и из него отгоняют оставшийся изопропиловый спирт. Эта часть может быть использована для производства удобрений. Из верхнего, органического слоя также отгоняют изопропиловый спирт, а оставшуюся ортофосфорную кислоту обрабатывают перекисью водорода в количестве 3-15% (по объему) и кипятят в течение 5-10 минут с активированным углем для удаления органических примесей. Затем кислоту отфильтровывают от угля. Отогнанный и собранный из обоих слоев изопропиловый спирт используется для очистки следующей порции ЭФК.

Концентрация полученной чистой ортофосфорной кислоты составляет 81-85%. При этом выход очищенной кислоты от исходной ЭФК составляет 75-80% (по объему).

Пример

В делительную воронку наливали 4 л изопропилового спирта (ч) и 40 мл 25%-го водного аммиака (ч), энергично перемешивали 5 минут. Затем туда же при перемешивании добавляли 1 л 75%-й экстракционной фосфорной кислоты. Перемешивание продолжали еще в течение 5 минут, а затем дали отстояться полученной смеси в течение 8 часов. В результате эмульсия разделилась на два слоя: верхний органический, содержащий изопропиловый спирт, ортофосфорную кислоту, воду и часть примесей и нижний - водный, содержащий основные неорганические примеси, часть изопропилового спирта, часть фосфорной кислоты и ее солей. Расслоившуюся смесь разделили на делительной воронке. Нижний слой направили на производство удобрений, предварительно отогнав и собрав изопропиловый спирт. Из верхнего слоя также отогнали и собрали изопропиловый спирт, а к оставшейся ортофосфорной кислоте добавили 30 мл 30%-ой перекиси водорода. После этого нагрели до кипения с 10 г активированного угля для удаления органических примесей. Затем уголь отфильтровали. Собранный изопропиловый спирт из обоих слоев использовали для очистки следующей порции ЭФК.

В результате проведенной очистки из 1 л ЭФК получили 0,75 л ортофосфорной кислоты квалификации "чистая" с концентрацией 85%.

Результаты анализа составов очищенной ортофосфорной кислоты, полученных при использовании известных способов (1-й и 2-й аналогии и прототип), по сравнению с предложенным способом, приведены в таблице.

Как видно из таблицы, способ согласно изобретению позволяет получить намного более чистую ортофосфорную кислоту, чем известные способы, т.е. кислоту вплоть до квалификации "чистая" с концентрацией 85%.

Содержание	Исходная ЭФК (типичная)	Ортофосфорная кислота			
		Аналог 1	Аналог 2	Прототип	Способ согласно изобретению
Концентрация					
H ₃ PO ₄	65-75	30	50	55	85
Fe	1,9	Не очищен.	0,010	0,0098	0,002
Al ₂ O ₃	0,35	Не очищен.	0,004	0,004	0,003
SiO ₂	2,5	Следы	Не опред.	Не опред.	0,001
F	0,70	0,07	0,05	Следы	0,0016
SO ²⁻ ₄	3,5	0,7	0,3	0,04	0,00025
As	0,009	Не опред.	Не опред.	Не опред.	Меньше 10 ⁻⁴
Выход	-	75	56	65	80
Цвет (наличие органических примесей)	Темно-коричневый	Коричневый	Коричневый	Светло-коричневый	Бесцветная