



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236 292

(11) [B1]

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 83
(21) PV 9423-83

(51) Int. Cl.³
C 01 B 25/32

(40) Zveřejněno 17 09 84
(45) Vydáno 01 02 88

(75)
Autor vynálezu

GLASER VLADIMÍR doc.ing.CSc.,
VÍDENSKÝ JAN ing.CSc., PRAHA

(54)

Způsob výroby směsi dihydrátu a bezvodého
hydrogenfosforečnanu vápenatého

Z roztoku chloridu vápenatého vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem nebo z tohoto roztoku po snížení obsahu chloridu sodného, se roztokem hydrogenuhličitanu sodného vysráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na hydrogenfosforečnan vápenatý. Ten se ze suspenze oddělí, promyje, vysuší, případně částečně dehydratuje tepelným zpracováním, pokud jeho složení neodpovídá požadovanému produktu. Zbylý roztok, obsahující chlorid sodný se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě hydrogenuhličitanu sodného do výroby sody pracující amoniakálním postupem. Při srážení je možno též použít roztoku obsahujícího hydrogenuhličitan sodný, který vzniká při výrobě sody, případně srážení a neutralizaci provést společně. Kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo roztoky vedené k srážení nebo k neutralizaci je výhodné ředit promývacími vodami nebo sodárenskými louhy obsahujícími chlorid amonný. Během výroby je účelné přidávat stabilizátory zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu a látky ovlivňující tvrdost produktu.

Vynález se týká výroby směsi dihydrátu a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého nebo jejich směsi s hydroxylapatitem nebo s fosforečnanem vápenatým a nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a chloridu vápenatého.

Doposud při známých postupech výroby výše uvedených produktů vzniká vedle žádaného produktu i produkt vedlejší, většinou méně hodnotný, který spotřebovává část vstupních surovin. Příkladem takové technologie je postup, při němž se v kyselině trihydrogenfosforečné rozpouští vápenec tak, aby vznikl dihydrogenfosforečnan vápenatý, z něhož se žádaný produkt získá vysrážením například roztokem hydroxidu sodného. Po oddělení sraženiny produktu ze vzniklé suspenze zbývá roztok obsahující hydrogenfosforečnan sodný. Jiným příkladem je výroba spočívající ve srážení částečně amoniakem zneutralizované kyseliny trihydrogenfosforečné například roztokem chloridu vápenatého. V roztoku po oddělení hydrogenfosforečnanu vápenatého zbývá jako vedlejší produkt chlorid amonný.

Jak je tedy zřejmo, spočívají nedostatky těchto známých způsobů především v tom, že se výchozí suroviny nepřevádějí zcela na požadovaný produkt.

Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob výroby směsi dihydrátu a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého nebo jejich směsi s hydroxylapatitem případně s fosforečnanem vápenatým nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a chloridu vápenatého.

Podstata způsobu spočívá v tom, že z roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem nebo z tohoto roztoku po snížení obsahu chloridu sodného, se hydrogenuhlíčitanem sodným vysráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na hydrogenfosforečnan vápenatý. Po jeho oddělení ze suspenze, promytí, vysušení a dehydrataci tepelným zpracováním k dosažení požadovaného složení produktu, se zbylý roztok, obsahující chlorid sodný, vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě hydrogenuhlíčitanu sodného do výroby sody pracující amoniakálním postupem.

Podle dalšího význaku vynálezu se roztok chloridu vápenatého sráží roztokem obsahujícím hydrogenuhlíčitan sodný, který vzniká při výrobě sody amoniakálním postupem.

Podle dalšího význaku vynálezu se provádí srážení a neutralizace společně.

Podle dalšího význaku vynálezu se ředění kyseliny trihydrogenfosforečné nebo roztoků vedených k srážení a nebo k neutralizaci provádí promývacími vodami nebo sodárenskými louhy obsahujícími chlorid amonný.

Podle dalšího význaku vynálezu je výhodné přidávat stabilizátory, například chlorid hořečnatý, zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu.

Podle dalšího význaku vynálezu se přidávají látky ovlivňující tvrdost produktu, například dvojfosforečnan sodný.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že spojení výroby hydrogenfosforečnanu vápenatého s vý-

robou sody umožňuje zužitkovat, kromě technologických ztrát, veškerý fosfor a vápeník obsažený ve vstupních surovinách na výrobu žádaného produktu. Z hlediska výše investičních a provozních nákladů je výhodné, že část výrobního zařízení je pro obě výroby společná a rovněž, že hydrogenuhličitan sodný, chlorid sodný a oxid uhličitý se účastní výroby obou produktů.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální nebo kombinací obou způsobů. Postupuje se tak, že z roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem se vysráží roztokem hydrogenuhličitanu sodného o koncentraci 1 až 90% ^{hm} nasyceného roztoku při dané teplotě uhličitan vápenatý. Ten se kyselinou trihydrogenfosforečnou o koncentraci 1 až 90% ^{hm} převede ^{odstřed} jednostupňově nebo v několika stupních při teplotě 10°C až bodu varu použitých roztoků na hydrogenfosforečnan vápenatý. Vzniklá sraženina se oddělí, promyje, vysuší a případně částečně dehydratuje tepelným zpracováním, nejlépe vodní parou, při teplotě 60 až 200°C na požadovaný produkt. Zbylý roztok, obsahující chlorid sodný se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě hydrogenuhličitanu sodného do výroby sody. Srážení uhličitanu vápenatého a neutralizaci kyseliny je možno provést společně. Je výhodné ředit kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo roztoky vedené k srážení nebo k neutralizaci vodami, které vznikají při promývání sraženiny produktu. Přídavné látky je vhodné dávkovat do roztoků vedených k srážení nebo k neutralizaci kyseliny nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního zařízení nebo k sraženině produktu nebo při eventuální úpravě velikosti částic mletím.

Způsob výroby podle vynálezu je dále blíže popsán na konkrétním příkladu provedení.

Příklad

Z 10% roztoku chloridu vápenatého, obsahujícího 6% ^{hm} chloridu sodného a 1% ^{hm} chloridu hořečnatého, byl v mícha-

ném průtočném reaktoru vysrážen 10% roztokem hydrogenuhlí-
čitanu sodného při teplotě 35°C uhličitán vápenatý, kterého by-
lo použito k neutralizaci 10% kyseliny trihydrogenfosforeč-
né, obsahující 0,5 % hm^{dnat} dvojfosforečnanu sodného. Reakce byla
uskutečněna při 45°C. Vzniklá sraženina byla ze suspenze oddě-
lena filtrací, promyta, vysušena při teplotě 40°C a potom de-
hydratována zahříváním při 70°C. Filtrát byl po zahuštění pou-
žit spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k přípravě hydrogen-
uhlíčitanu sodného. Promývací vody byly použity k ředění kyse-
liny. Takto získaný produkt obsahoval 60% hm^{di} dihydrátu a 40% hm^{bez}
bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého. Získaný produkt je
vhodný k použití jako obohacující přísada krmných směsí v ži-
vočišné výrobě.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

238 292

1. Způsob výroby směsi dihydrátu a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého obsahující případ. ~~hydroxylapatit~~ nebo ~~a~~ fosforečnan vápenatý
z kyseliny trihydrogenfosforečné a uhličitanu vápenatého, vyznačující se tím, že z roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem nebo z tohoto roztoku po snížení obsahu chloridu sodného, se roztokem hydrogenuhličitanu sodného vysráží uhličitan vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na hydrogenfosforečnan vápenatý, který se ze suspenze oddělí, promyje, vysuší ~~a~~ částečně dehydratuje tepelným zpracováním.
k dosažení požadovaného složení produktu, zbylý roztok, obsahující chlorid sodný, se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě hydrogenuhličitanu sodného do výroby sody pracující amoniakálním postupem.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že roztok chloridu vápenatého se sráží roztokem obsahujícím hydrogenuhličitan sodný, který vzniká při výrobě sody amoniakálním postupem.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že srážení a neutralizace se provádějí společně.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že ředění kyseliny trihydrogenfosforečné nebo roztoků vedených k srážení nebo k neutralizaci se provádí promývacími vodami nebo sodárenskými louhy obsahujícími chlorid amonný.
5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že stabilizátory, například chlorid hořečnatý, zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu, se přidávají do roztoků vedených k srážení a/nebo k neutralizaci a/nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního ~~služné~~ a/nebo k sraženině produktu.

6. Způsob podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že se látky ovlivňující tvrdost produktu, například dvojfosforečnan sodný, přidávají do roztoků vedených k srážení a/nebo k neutralizaci a/nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního ~~slučné~~ a/nebo k sraženině produktu.