

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

242720

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/32

(22) Přihlášeno 10 07 84
(21) PV 5339-84

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 15 05 87

(75)

Autor vynálezu

GLASER VLADIMÍR doc. ing. CSc.; VÍDEŇSKÝ JAN ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého

Navržený postup vychází ze srážení vápenatých ionů iony hydrogenfosforečnanovými nebo ze srážení dihydrogenfosforečnanu vápenatého iony hydroxylovými nebo z kyseliny trihydrogenfosforečné a vápenatých ionů srážení hydroxylovými iony a provádí se tak, že nositel alespoň jednoho druhu ionů je v tuhém stavu. Ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, promyje, vysuší a částečně dehydratuje tepelným zpracováním k získání požadovaného produktu. Přitom je výhodné přidávat během výroby stabilizátory, zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu.

Produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu a jako přísada obohacující krmné směsi v živočišné výrobě.

Vynález se týká způsobu výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého, případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a fosforečnanem vápenatým nebo/a uhličitánem vápenatým.

Doposud je většinou výroba výše uvedených produktů za účelem použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu doplněna mlecím zařízením na úpravu rozměru tuhých částic.

Nevýhodou této dodatečné výrobní operace je kromě zvýšení výrobních nákladů i mnohdy snížení stupně bělosti a vznik ostrohranných částic. Tyto vlastnosti produktu pro výše uvedené aplikace nejsou žádoucí.

Jak je tedy zřejmo, spočívají nedostatky těchto známých postupů především v tom, že mletím se zvyšují výrobní náklady a snižuje kvalita produktu.

Tuto nevýhodu potlačuje až odstraňuje podle vynálezu způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a fosforečnanem vápenatým nebo/a uhličitánem vápenatým srážením vápenatých ionů iony hydrogenfosforečnanovými nebo srážením dihydrogenfosforečnanu vápenatého iony hydroxylovými nebo z kyseliny trihydrogenfosforečné a vápenatých ionů srážením hydroxylovými iony nebo srážením dihydrogenfosforečnanových ionů nebo jejich směsí s hydrogenfosforečnanovými iony a vápenatých ionů hydroxylovými iony a/nebo srážením kyseliny trihydrogenfosforečné, dihydrogenfosforečnanových ionů a vápenatých ionů hydroxylovými iony.

Podstata způsobu výroby spočívá v tom, že srážení se provádí tak, že nositel alespoň jednoho druhu ionů je v tuhém stavu.

Podle dalšího významu vynálezu je možno přidávat stabilizátory, zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že se dosahuje zmenšení velikosti a zúžení spektra rozměrů částic ve sraženině. Vyšší rovnoměrnost ve velikosti částic usnadňuje oddělování sraženiny od roztoku a její promývání.

Menší částice rovněž kladou nižší nároky na úpravu mletím. Pro většinu aplikace není téměř nutné tuto operaci u získaného produktu provádět. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům jednodušší a ekonomicky výhodnější.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální, nebo kombinací obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že roztok vodorozpustné vápenaté soli o koncentraci 1 % hmotnosti až nasycený roztok při dané teplotě se sráží jemně rozemletým hydrogenfosforečnanem amonným nebo jeho vodnou suspenzí při teplotě 10 °C až teplotě varu použitého roztoku na hydrogenfosforečnan vápenatý a to jednorázově nebo postupně.

Vzniklá sraženina se oddělí, promyje, vysuší a případně alespoň částečně dehydratuje tepelným zpracováním na požadovaný produkt. Zbýlý roztok obsahující amonnou sůl se buď regeneruje na amoniak a vodorozpustnou vápenatou sůl přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsí a/nebo se zpracuje například na tuhý produkt.

Promývací vody je možno začlenit do výrobního cyklu. Přídavné látky je výhodné dávkovat do roztoků vedených na srážení, nebo přímo do srážecího zařízení, do dosud vlhkého produktu, případně při eventuální úpravě produktu mletím nebo rozdučováním.

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

P ř í k l a d 1

Směs dihydrátu a bezvodného hydrogenfosforečnanu vápenatého

10% roztok chloridu vápenatého obsahující 3 % hmotnosti chloridu hořečnatého byl ve vsádkovém míchaném reaktoru smíchán se stechiometrickým množstvím vodné suspenze jemně rozemletého hydrogenfosforečnanu amonného, čímž došlo k vysrážení hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Teplota byla udržována na hodnotě 65 °C pomocí vnitřního a vnějšího termostatování reaktoru. Vzniklá sraženina byla oddělena filtrací, promyta a vysušena nejprve při 40 °C a potom dehydratována zahříváním při 70 °C.

Filtrát a promývací vody byly zavedeny spolu s oxidem vápenatým, který byl v 0,5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regenerátoru. V regeneračním zařízení byla udržována teplota odpovídající teplotě varu roztoku.

Suspenze opouštějící regenerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit opět ke srážení. Regenerovaný amoniak byl použit k přípravě suspenze hydrogenfosforečnanu amonného.

Získaný produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu a jako obohacující přísada krmných směsí v živočišné výrobě.

P ř í k l a d 2

Bezvodý hydrogenfosforečnan vápenatý

10% roztok chloridu vápenatého obsahující 3 % hmotnosti chloridu hořečnatého byl ve vsádkovém míchaném reaktoru smíchán se stechiometrickým množstvím vodné suspenze jemně rozemletého hydrogenfosforečnanu amonného, čímž došlo k vysrážení hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Teplota byla udržována na hodnotě 60 °C pomocí vnitřního a vnějšího termostatování reaktoru. Vzniklá sraženina byla oddělena filtrací a dehydratována zahříváním vodní parou při teplotě 95 °C.

Filtrát a promývací vody byly zavedeny spolu s oxidem vápenatým, který byl v 0,5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regeneračního zařízení. V regenerátoru byla udržována teplota odpovídající teplotě varu roztoku.

Suspenze opouštějící regenerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit opět ke srážení. Regenerovaný amoniak byl použit k přípravě suspenze hydrogenfosforečnanu amonného.

Získaný produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu a jako obohacující přísada krmných směsí v živočišné výrobě.

P ř í k l a d 3

Dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého

10% roztok chloridu vápenatého obsahující 3 % hmotnosti chloridu hořečnatého byl ve vsádkovém míchaném reaktoru smíchán se stechiometrickým množstvím vodné suspenze jemně rozemletého hydrogenfosforečnanu amonného, čímž došlo k vysrážení dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Teplota byla udržována na hodnotě 10 °C pomocí vnitřního a vnějšího termostatování

reaktoru. Vzniklá sraženina byla oddělena filtrací, promyta a vysušena při teplotě 40 °C. Filtrát a promývací vody byly zavedeny spolu s oxidem vápenatým, který byl v 0,5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regeneračního zařízení.

V regenerátoru byla udržována teplota odpovídající teplotě varu roztoku. Suspenze opouštějící regenerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit opět ke srážení. Regenerovaný amoniak byl použit k přípravě suspenze hydrogenfosforečnanu amonného.

Získaný produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu a jako obohacující přísada krmných směsí v živočišné výrobě.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a fosforečnanem vápenatým nebo/a uhličitánem vápenatým reakcí vápenatých ionů s iony hydrogenfosforečnanovými nebo reakcí dihydrogenfosforečnanu vápenatého s iony hydroxylovými nebo reakcí kyseliny trihydrogenfosforečné, vápenatých ionů a hydroxylových ionů nebo reakcí dihydrogenfosforečnanových ionů nebo jejich směsí s hydrogenfosforečnanovými iony, vápenatých ionů a hydroxylových ionů nebo reakcí kyseliny trihydrogenfosforečné, dihydrogenfosforečnanových ionů, vápenatých ionů a hydroxylových ionů, vyznačující se tím, že nositel alespoň jednoho druhu ionů je v tuhém stavu, přičemž ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se přidávají stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolyzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.