

NORGE

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 131721



(51) Int. Cl. ²

C 01 F 11/44
C 01 F 11/38

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(21) Patentsøknad nr.	44/71
(22) Inngitt	07.01.71
(23) Løpedag	07.01.71
(41) Søknaden alment tilgjengelig fra	08.07.71
(44) Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt.	07.04.75
(30) Prioritet begjært fra:	07.01.70 Romania, nr. 62059

- (71)(73) INSTITUTUL DE CERCETARI CHIMICE - ICECHIM,
Splaiul Independentei no. 202-204,
Bucarest, Romania.
- (72) MOLDOVAN, Iuliu Virgil Florian,
SUCIU, Maria-Antigona,
TOMESCU, Eugenia,
Bucarest, Romania.
- (74) Bryns Patentkontor A/S
- (54) Fremgangsmåte for tottrinns-krystallisering av
kalsiumnitrat.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for krystallisering av kalsiumnitrat, ved avkjøling i to trinn av oppløsninger fremstilt ved å angripe fosfatmineral med salpetersyre, for fremstilling av store kalsiumnitratkrystaller samtidig som man oppnår en forbedret separasjon av kalsiumnitratet fra fosfonitratoppløsningene.

Man kjenner fremgangsmåter som gjennomfører krystallisering av kalsiumnitrat ved direkte eller indirekte kjøling av fosfonitratoppløsningene i ett eller to eller flere kjøletrinn. Videre kjenner man andre fremgangsmåter hvorved podningskrystaller innføres i fosfonitratoppløsningen før kjøling. Den mer eller mindre avsluttede krystallisering av kalsiumnitrat fra fosfonitrat-

131721

oppløsningen følges av et trinn for opparbeidelse eller separasjon av krystallene ved filtrering eller sentrifugering.

Ved disse fremgangsmåter tilfredsstilles ikke ønsket om samtidig under prosessen å komme frem til store kalsiumnitratkrystaller som lett kan filtreres og vaskes, eller ønsket om å oppnå en lettvinnt separasjon av kalsiumnitrattet fra fosfonitratoppløsningen. Videre unngår man ifølge disse fremgangsmåter ikke hovedulempen som viser seg ved fremskreden avkjøling av fosfonitratoppløsningene når fosfonitratoppløsningen på grunn av den store mengde kalsiumnitratkrystaller som utskilles under avkjølingen plutselig går over til en kompakt krystallinsk masse etter først å ha vært flytende ved begynnelsen av krystalliseringen, og denne masse kan ikke røres eller avkjøles videre og kan heller ikke tappes av fra krystallisasjonskarene for filtrering eller sentrifugering, og dette forhold begrenser i praksis separasjonsgraden av kalsium fra fosfonitratoppløsninger til 65%.

Ved fremgangsmåter hvor det foretas avkjøling av fosfonitratoppløsningene i to eller flere avkjølingstrinn og fullstendig fraskilling av kalsiumnitratkrystallene etter første kjøletrinn, tar man ikke hensyn til at det er nødvendig å ha tilstrekkelig kalsium tilbake i fosfonitratoppløsningen til ved fortsatt avkjøling å oppnå mettede kalsiumnitratoppløsninger, og den kalsiumnitratmengde som utvinnes etter første krystallisasjonstrinn er således ikke begrenset, og videre er det minimum kritiske punkt hvor denne separasjon kan foretas ikke tatt i betraktning, hvilket fører til store tap ved krystallisasjonsprosessen.

Ved fremgangsmåter som benytter innføring av podningskrystaller i fosfonitratoppløsningen foregår det en spontan krystallisering som fører til dannelsen av meget små kalsiumnitratkrystaller med størrelse under 100 μm . I slike tilfeller blir filtrering vanskelig og en stor del av de minste krystaller går tilbake i fosfonitratoppløsningen.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det tilveiebragt en fremgangsmåte for totrinns-krystallisasjon av kalsiumnitrat fra oppløsninger fremstilt ved oppslutning av fosfatmineraler med salpetersyre hvorved de ovennevnte ulemper unngås, og denne fremgangsmåte er kjennetegnet ved at man for å oppnå store kalsiumnitratkrystaller

131721

og godt utbytte, ved et første krystallisasjonstrinn lager en suspensjon som inneholder faste kalsiumnitratkrystaller i en mengde på 40-60% av den mengde kalsiumnitrat som finnes i fosfonitrat-oppløsningen, ved avkjøling av sistnevnte ned til 15-20°C under en konstant kjølehastighet på mellom 6 og 30°C pr. time, fortrinnsvis 12°C pr. time, avhengig av ønsket krystallstørrelse, hvor avkjølingen i første krystallisasjonstrinn avsluttes når man når eller under-skrider det karakteristiske punkt for dannelsen av kalsiumnitrat-krystaller, ved hvilket punkt oppløsningens temperatur raskt stiger eller kommer til stillstand, og fortsetter avkjølingen med samme avkjølingshastighet inntil man atter når den temperatur hvor temperaturstigningen fant sted eller inntil temperaturen er falt 1°C lavere enn stillstandstemperaturen, og under et andre krystallisasjonstrinn fortynner blandingen slik at etter avsluttet krystallisasjon har blandingen et forhold faststoff/væske på mellom 1:1 og 1:0,1, fortrinnsvis 1:0,9, hvorefter suspensjonen avkjøles videre ned til en temperatur på mellom +12 og -10°C, fortrinnsvis -5°C, avhengig av den ønskede separasjonsgrad for kalsiumnitrat, med en kjølehastighet på mellom 12 og 40°C pr. time, fortrinnsvis 25°C pr. time, hvorved man oppnår et kalsiumnitratutbytte på 80-85%, beregnet på den totale mengde kalsiumnitrat i fosfonitratoppløsningen.

Avkjølingen under første krystallisasjonstrinn er avsluttet når man når eller overstiger det karakteristiske punkt for dannelsen av kalsiumnitratkrystaller, og dette punkt viser seg ved at det først foregår en temperaturstigning i oppløsningen eller temperaturfallet kommer til stillstand, hvorefter man fortsetter avkjølingen med opprinnelig hastighet inntil man atter når det punkt hvor temperaturhoppet startet eller inntil temperaturen begynner å falle 1°C under dette punkt.

Vektforholdet væske:faststoff som skal opprettholdes i det andre krystallisasjonstrinn oppnås ved å fortynne den delvis krystalliserte fosfonitratoppløsning i det andre krystallisasjonstrinn i et forhold på 1:2 til 1:0,1. Fortynningen foretas med moderluten fra del-separasjon av kalsiumnitrat fra suspensjonen etter første krystallisasjonstrinn, eller med en del av moderluten fra separasjonen av kalsiumnitrat etter andre krystallisasjonstrinn.

Oppfinnelsen illustreres ytterligere ved følgende eksempler:

131721

Eksempel 1

200 g kalsinert israelsk fosfatmineral oppmalt til partikkelstørrelse 0,5 mm, med et innhold på 35,0% P_2O_5 og 56,2% CaO, ble dekomponert i et reaksjonskar med 372 g 58%-ig salpetersyre og 125 g resirkulasjonssyre fra vaskingen av kalsiumnitratkrystallene, med følgende sammensetning: P_2O_5 13,39 g, CaO 11,4 g og nitrat-nitrogen 17,85 g. Dekomponeringen ble gjennomført ved 60°C i 60 minutter. Man fikk 687 g fosfonitratoppløsning med totalt P_2O_5 -innhold = 83,39 g, vannoppløselig P_2O_5 = 82,7 g, CaO = 123,4 g og nitrat-nitrogen = 65,65 g. Fosfonitratoppløsningen var på forhånd avkjølt til 40°C og innføres i et krystallisasjonskar hvor oppløsningen ble avkjølt under moderat røring med konstant rørehastighet 12°C pr. time. Etter at fosfonitratoppløsningens temperatur var sunket til 17°C, inntrådte et temperaturhopp opp til 24,5°C. Man fortsatte å avkjøle fosfonitratoppløsningen fra 24,5 til 17°C med samme konstante kjølehastighet på 12°C pr. time. Under temperaturhoppet og før temperaturen i massen atter hadde nådd ned til 17°C, foregikk en fremskreden krystallisasjon av kalsiumnitrat. Før temperaturhoppet inneholdt fosfonitratoppløsningen ikke kalsiumnitratkrystaller. Hermed avsluttes første avkjølingstrinn av fosfonitratoppløsningen.

Deretter ble halvparten av den fosfonitratoppløsningen som var avkjølt til 17°C, nemlig 343,5 g, ført ut fra krystallseparasjon, hvilket ga 189,5 g moderlut fra første krystallisasjonstrinn med følgende sammensetning: P_2O_5 = 36,73 g, CaO 25,3 g og nitrat-nitrogen = 14,82 g. De utvundne 154 g krystaller ble derpå vasket med 31 g 58%-ig salpetersyre og man fikk 141 g $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ som krystaller, med et innhold av P_2O_5 = 0,64 g, CaO = 32,3 g og nitrat-nitrogen 15,9 g, samt 44 g syreoppløsning fra første vaske-trinn, inneholdende P_2O_5 = 3,98 g, CaO = 4,10 g og nitrat-nitrogen = 6,1 g. De 189,5 g fra første krystallisasjonstrinn, sammen med de resterende 343,5 g fosfonitratoppløsning avkjølt til 17°C, som ikke var underkastet krystallseparasjon, ble deretter avkjølt til lavere temperatur ved å innføre begge oppløsninger i et krystallisasjonskar hvor de ble ytterligere avkjølt under moderat røring under konstant kjølehastighet på 18°C pr. time fra 17°C til -5°C. Denne fosfonitratoppløsning, totalt 533 g, hadde et vektforhold faststoff/væske lik 1:0,9. Fosfonitratoppløsningen som var avkjølt til -5°C ble ført ut

til krystallseparasjon, og man fikk 253 g moderlut med innhold $P_2O_5 = 67,48$ g, $CaO = 21,5$ g og nitrat-nitrogen $16,24$ g, samt 280 g uvaskede kalsiumnitratkrystaller med krystallvann $4 H_2O$ inneholdende $P_2O_5 = 10,60$ g, $CaO = 65,5$ g og nitrat-nitrogen = $31,4$ g. De uvaskede krystaller ble derpå vasket med 55 g 58%-ig salpetersyre hvorved man fikk 81 g vaskeoppløsning II med et innhold på $P_2O_5 = 9,41$ g, $CaO = 7,30$ g og nitrat-nitrogen = $11,75$ g, samt 254 g vaskede kalsiumnitratkrystaller inneholdende $P_2O_5 = 1,19$ g, $CaO = 58,2$ g og nitrat-nitrogen = $26,65$ g. Den sure vaskeoppløsning I sammen med den sure vaskeoppløsning II, tilsammen 125 g sure oppløsninger med innhold $P_2O_5 = 13,39$ g, $CaO = 11,40$ g og nitrat-nitrogen $17,85$ g, med en fri syregrad tilsvarende 50,4% HNO_3 , ble resirkulert til dekomponeringstrinnet. De vaskede krystaller av $Ca(NO_3)_2 \cdot 4 H_2O$ fra første og andre krystalliserings-trinn, hadde en maksimalstørrelse på $900 \mu m$, en midlere størrelse på $400 \mu m$ og en minimumstørrelse på $250 \mu m$.

Eksempel 2

Ved å oppslutte 200 g Marokko-fosfatmineral med finhet 0,25 mm med 362,5 g 58%-ig salpetersyre og med 269 g syre fra krystallvaskingen etter første krystalliseringstrinn, fikk man 819,6 g fosfonitratoppløsning med følgende sammensetning: $P_2O_5 = 9,75\%$, $CaO = 15,8\%$ og nitrat-nitrogen = $9,36\%$, dvs. $P_2O_5 = 79,5$ g, $CaO = 130$ g og nitrat-nitrogen = $76,53$ g.

Oppløsningen ble delt i to like deler.

409,8 g fosfonitratoppløsning ble innført i et krystallisasjonskar og gjennomgikk første krystallisasjonstrinn ved en avkjølingshastighet på $12^\circ C$ pr. time ned til $16^\circ C$, på hvilket punkt man noterte et hurtig temperaturhopp fra 16 til $21^\circ C$. Etter denne temperaturstigning ble oppløsningen videre avkjølt i samme hastighet ned til $16^\circ C$ hvorefter man fraskilte 185 g kalsiumnitratkrystaller ved sentrifugering, med et innhold $P_2O_5 = 51,65\%$, $CaO = 21,8\%$ og nitrat-nitrogen = $10,5\%$, samt 224 g moderlut med et innhold $P_2O_5 = 13,2\%$, $CaO = 10,8\%$ og nitrat-nitrogen = $7,9\%$.

Krystallene ble vasket med 169 g 58%-ig salpetersyre ved $20^\circ C$, hvilket ga 269 g vaskeoppløsning med $P_2O_5 = 3,71\%$, $CaO = 8,1\%$ og nitrat-nitrogen = $10,90\%$, og denne oppløsning ble resirkulert til oppslutningstrinnet, og 85 g vaskede krystaller med

131721

maksimalstørrelse 850 μm , minimumstørrelse 70 μm og middelstørrelse 450 μm ble utskilt.

I et annet krystallisasjonskar ble den andre halvparten av fosfonitratoppløsningen, dvs. 409,8 g fosfonitratoppløsning avkjølt under samme betingelser som ovenfor og man iakttok igjen temperaturstigningen fra 16 til 21°C, hvorefter oppløsningen ble avkjølt videre med 12°C pr. time inntil en temperatur på 16°C som da hersket i den delvis krystalliserte fosfonitratoppløsning.

Moderluten som ble frafiltrert første fraksjon i en mengde på 224 g ble under røring blandet med den delvis krystalliserte fosfonitratoppløsning i andre halvpart i en mengde på 409,8 g, og man fortsatte avkjølingen med en hastighet på 24°C pr. time ned til -5°C hvorefter blandingen ble sentrifugert.

Man utvant fra oppløsningen 314,4 g kalsiumnitratkrystaller med et innhold $\text{P}_2\text{O}_5 = 4,1\%$, $\text{CaO} = 23\%$ og nitrat-nitrogen = 14,1%.

Forholdet væske-faststoff før krystallutvinningen var ca. 1:0,98.

Kalsiumutbyttet i forhold til total mengde kalsium i fosfonitratoppløsningen var 81%. Etter separasjonen ble krystallene vasket med 110 g 58%-ig salpetersyre ved 0°C, vaskeoppløsningen ble oppsamlet sammen med moderluten fra andre krystallisasjonstrinn.

Man fikk 492,4 g oppløsning med et innhold $\text{P}_2\text{O}_5 = 78,3\text{ g}$, $\text{CaO} = 31,5\text{ g}$ og nitrat-nitrogen = 40,1 g, dvs. $\text{P}_2\text{O}_5 = 15,8\%$, $\text{CaO} = 6,4\%$ og nitrat-nitrogen = 8,1%, samt 251,4 g vasket kalsiumnitratkrystaller med et innhold $\text{P}_2\text{O}_5 = 0,51\%$, $\text{CaO} = 23,1\%$ og nitrat-nitrogen = 11,62%, og en maksimalstørrelse på 1100 μm , midlere partikkelstørrelse 500 μm og minimumstørrelse 90 μm .

Eksempel 3

303,9 g fosfonitratoppløsning etter oppslutning av 100 g Marokko-fosfatmineral med 228 g 58%-ig salpetersyre, inneholdende $\text{CaO} = 16,62\%$ og $\text{P}_2\text{O}_5 = 11,83\%$, ble helt i et krystallisasjonskar. Oppløsningen ble avkjølt med 12°C pr. time, og når temperaturen i oppløsningen var nådd ned til 20°C, målte man et temperaturhopp fra 20 til 24°C. Oppløsningen ble avkjølt videre med samme hastighet 12°C pr. time inntil den atter nådde 20°C. På dette punkt innførte man under røring 95 g moderlut sammen med vaskesyre, hvilke oppløsninger stammet fra det andre trinn i krystalliseringen av en

131721

annen prøve, inneholdende $P_2O_5 = 14,94\%$ og $CaO = 4,28\%$, idet man fortsatte avkjølingen med en hastighet på $30^{\circ}C$ pr. time ned til en temperatur på $-5^{\circ}C$. Krystallsuspensjonen ble filtrert og sentrifugert, og ga 210 g kalsiumnitratkrystaller med et CaO -innhold på 20% og P_2O_5 -innhold på 0,51%, maksimalstørrelse 350 μm , minimumstørrelse 110 μm og middelstørrelse 200 μm . I dette tilfelle var forholdet væske/faststoff lik 1:1.1. Ved sentrifugering fikk man 110 g moderlut med et innhold $CaO = 2,61\%$ og $P_2O_5 = 17,45\%$, idet resten av oppløsningen var opptatt av de filtrerte krystaller.

Således må man under det første krystallasjonstrinn gjennomføre en moderat avkjøling av fosfonitratoppløsningen slik at ca. 40-60% av det kalsium som finnes i fosfonitratoppløsningen separeres i form av store kalsiumnitratkrystaller, idet man husker at krystallene blir større jo lavere krystallasjonshastigheten er, og hvor ønsket kalsiumkrystall-størrelse kan ligge mellom minst 100 μm og høyst 1400 μm , i middel 400-800 μm .

For å oppnå dette blir fosfonitratoppløsningen avkjølt direkte eller indirekte med en konstant avkjølingshastighet på mellom $6^{\circ}C$ pr. time og $30^{\circ}C$ pr. time, fortrinnsvis $12^{\circ}C$ pr. time, som en funksjon av den øsnede krystallstørrelse, inntil det skjer en varmetvikling som enten karakteriseres ved at fosfonitratoppløsningens temperatur stiger eller av stillstand i den fallende fosfonitratoppløsningens temperatur, og dette er da det karakteristiske punkt som nøyaktig angir den temperatur hvorved kalsiumnitratkrystallene dannes og det nøyaktige punkt hvor første krystallasjonstrinn avsluttes, svarende til en separasjon på ca. 40-60% av kalsiumet i fosfonitratoppløsningen. Denne varmetvikling finner sted under første krystallasjonstrinn ved en temperatur på mellom 17 og $22^{\circ}C$ som en funksjon av sammensetningen av fosfatmineralet og syreoppløsningen som brukes til oppslutning, og således av den dannede fosfonitratoppløsningens sammensetning.

Etter det karakteristiske punkt, hvor temperaturstigningen finner sted, fortsettes avkjølingen av fosfonitratoppløsningen, idet man holder den samme konstante avkjølingshastighet enten inntil fosfonitratoppløsningens temperatur atter når den temperatur hvor temperaturhoppet fant sted eller, hvis det inntrådte en stillstand i temperaturfallet, til fosfonitratoppløsningens temperatur falt til $1^{\circ}C$ under dette punkt. Dette kritiske punkt angir nøyaktig det

øyeblikk hvor man under optimale betingelser kan utvinne minimumsmengden av kalsiumnitrat fra fosfonitratoppløsningen. Ved den kritiske punkt eller under dette punkt gjennomføres enten den delvise separasjon av kalsiumnitratkrystallene fra fosfonitratoppløsningen ved filtrering eller sentrifugering og overføringen av filtratet, kalt moderluten, til det andre krystallisasjonstrinn, eller behandlingen av den første krystalliserte fosfonitratoppløsning uten forutgående separasjon av kalsiumnitratkrystallene, i det andre krystallisasjonstrinn.

Hvis fosfonitratoppløsningen filtreres eller sentrifugeres, vaskes kalsiumnitratkrystallene med salpetersyre som har like høy konsentrasjon som oppslutningssyren, og den syre som kommer fra vaskingen av kalsiumnitratkrystallene blir enten resirkulert til fosfatoppslutningstrinnet eller innført helt eller delvis i moderluten. Salpetersyren som brukes til vasking av kalsiumnitratkrystallene kan ha en temperatur på ca. 0°C , denne lave temperatur for å minske oppløsningsgraden av kalsiumnitrat i vaskesyren.

Under det andre krystallisasjonstrinn, hvor fosfonitratoppløsningen avkjøles til lavere temperaturer, oppnås et vektforhold væske/faststoff på 1:1 til 1:0,1, fortrinnsvis 1:0,9, hvilket er et forhold som holder fosfonitratoppløsningen flytende under hele avkjølingen selv ved de nedre krystallisasjonstemperaturer.

En del av den opprinnelige fosfonitratoppløsning blir således filtrert eller sentrifugert for utskilling av en moderlut, mens en annen del av oppslutningsoppløsningen beholdes som en primær krystallisert fosfonitratoppløsning. Ved det kritiske punkt eller lavere blandes den primære krystalliserte fosfonitratoppløsning sammen med moderluten i et forhold på 1,2:1 til 1:0,1, slik at ved slutten av det andre avkjølingstrinn skal forholdet væske/faststoff være minst 1:0,9. Dette forhold kan ligge mye høyere når forholdet mellom primær krystallisert fosfonitratoppløsning og moderlut er ca. 1:2, når de store krystaller i den primære krystalliserte fosfonitratoppløsning tjener som krystallsentre i det andre krystallisasjonstrinn. På grunn av at moderluten har nøyaktig samme sammensetning som væskefasen i den primære krystalliserte fosfonitratoppløsning, vil krystallisasjonsforholdene etter blandingen av de to oppløsninger ikke forandres ved denne fortynning. Etter blanding av de to oppløsningene fortsettes avkjølingen under konstant kjøle-

131721

hastighet, som er like stor eller høyere enn under første krystallisasjonstrinn, nemlig mellom 12 og 40°C pr. time, fortrinnsvis 25°C pr. time, ned til en temperatur mellom +12 og -10°C, idet den laveste avkjølingstemperatur avhenger av den ønskede separasjonsgrad for kalsiumnitrat fra fosfonitratoppløsningen og av fosfonitratoppløsningens sammensetning. Den avkjølte oppløsning filtreres eller sentrifugeres og kalsiumnitratkrystallene vaskes med kald salpetersyre. Vaskesyren resirkuleres til oppslutningstrinnet eller innføres helt eller delvis i det filtrat som fåes ved separasjonen av kalsiumnitratkrystaller fra den ferdig krystalliserte oppløsning.

Sluttforholdet væske/faststoff på 1:1 til 1:0,1, fortrinnsvis 1:0,9, kan også oppnås ved, under ved det kritiske punkt eller under denne temperatur, å blande den primære krystalliserte fosfonitratoppløsning med en tilsvarende del ferdigkrystallisert fosfonitratoppløsning hvor krystallene er fraskilt, idet man fortsetter kjølingen av denne fortynnede fosfonitratoppløsning, opparbeider kalsiumnitratkrystallene og vasker dem under nevnte betingelser, resirkulerer vaskesyren til oppslutningstrinnet og resirkulerer filtratet delvis til andre krystallisasjonstrinn.

Oppfinnelsen byr følgende fordeler:

- Man oppnår en helt regulert og reproducerbar krystallisasjon og bedre separasjon av kalsiumnitrattet, uavhengig av fosfatmineralets sammensetning eller sammensetningen av oppslutnings-salpetersyren,

- Man holder den krystalliserende fosfonitratoppløsning flytende under hele avkjølingsoperasjonen, selv ved de laveste avkjølingstemperaturer, og oppnår derved muligheten for røring med følgende god varmeoverføring og optimale forhold for dannelse av kalsiumnitratkrystaller, som derved blir lett filtrerbare og lett-vasket med minimalt væskeinnhold.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for tottrinns-krystallisasjon av kalsiumnitrat fra oppløsninger fremstilt ved oppslutning av fosfatmineraler med salpetersyre, k a r a k t e r i s e r t v e d at man for å oppnå store kalsiumnitratkrystaller og godt utbytte, ved et første krystallisasjonstrinn lager en suspensjon som inneholder

131721

faste kalsiumnitratkrystaller i en mengde på 40-60% av den mengde kalsiumnitrat som finnes i fosfonitratoppløsningen, ved avkjøling av sistnevnte ned til 15-20°C under en konstant kjølehastighet på mellom 6 og 30°C pr. time, fortrinnsvis 12°C pr. time, avhengig av ønsket krystallstørrelse, hvor avkjølingen i første krystallisasjonstrinn avsluttes når man når eller underskrider det karakteristiske punkt for dannelsen av kalsiumnitratkrystaller, ved hvilket punkt oppløsningens temperatur raskt stiger eller kommer til stillstand, og fortsetter avkjølingen med samme avkjølingshastighet inntil man atter når den temperatur hvor temperaturstigningen fant sted eller inntil temperaturen er falt 1°C lavere enn stillstandstemperaturen, og under et andre krystallisasjonstrinn fortynner blandingen slik at etter avsluttet krystallisasjon har blandingen et forhold faststoff/væske på mellom 1:1 og 1:0,1, fortrinnsvis 1:0,9, hvorefter suspensjonen avkjøles videre ned til en temperatur på mellom +12 og -10°C, fortrinnsvis -5°C, avhengig av den ønskede separasjonsgrad for kalsiumnitratet, med en kjølehastighet på mellom 12 og 40°C pr. time, fortrinnsvis 25°C pr. time, hvorved man oppnår et kalsiumnitratutbytte på 80-85%, beregnet på den totale mengde kalsiumnitrat i fosfonitratoppløsningen.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at vektforholdet faststoff/væske som er nødvendig i det andre krystallisasjonstrinn, oppnås ved å fortynne den primære krystalliserende fosfonitratoppløsning i et forhold på 1:2 til 1:0,1, med moderluten som fremkommer ved separasjon av en del av kalsiumnitrat fra suspensjonen etter første krystallisasjonstrinn eller med en del av moderluten fra separasjonen av kalsiumnitrat fra andre krystallisasjonstrinn.

(56) Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 48644 (16a-11/06), 120518 (12i-25/22)