



Patent dodatkowy

do patentu nr _____

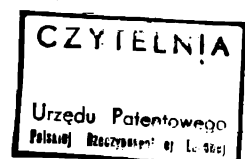
Zgłoszono: 28.06.76 (P. 190778)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.78

Opis patentowy opublikowano: 25.10.1979

Int. Cl² C01B 25/32



Twórca wynalazku: Irena Majcher

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania ortofosforanu dwuwapniowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania ortofosforanu dwuwapniowego.

Znane są z literatury J. M. Wesserman, N. I. Silantjewa Z. N. Ch. 1965 X.6. 1320—1327, metody otrzymywania ortofosforanu dwuwapniowego, w którym substratem są rozpuszczalne sole wapniowe mocnych kwasów takie jak chlorek wapniowy CaCl_2 a czynnikiem strącającym jest ortofosforan sodowy Na_2HPO_4 , ortofosforan potasowy K_2HPO_4 lub ortofosforan amonowy $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

Otrzymywanie ortofosforanu dwuwapniowego opiera się przykładowo na reakcji podwójnej wymiany $\text{CaCl}_2 + \text{Na}_2\text{HPO}_4 \Rightarrow \text{CaHPO}_4 + 2\text{NaCl}$. Metoda ta wymaga użycia dodatkowo środowiska zasadowego w postaci KOH , NaOH , lub NH_4OH . Znane są również z opisu patentowego USA nr 3 065 053 oraz z opisu patentowego RFN 2 020 605 metody otrzymywania ortofosforanu dwuwapniowego, w których substratami są trudno rozpuszczalne związki wapnia takie jak węglan wapniowy CaCO_3 lub tlenek wapniowy CaO a otrzymywanie ortofosforanu dwuwapniowego polega na reakcji podwójnej wymiany $\text{CaCO}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4 \Rightarrow \text{CaHPO}_4 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ lub $\text{CaO} + \text{H}_3\text{PO}_4 \Rightarrow \text{CaHPO}_4 + \text{H}_2\text{O}$. Metody te wymagają użycia zarówno tlenku glinu jak i węglanu wapniowego o odpowiedniej czystości i stopniu uziarnienia, gdyż zachodzi obawa zanieczyszczenia produktu wyjściowego użytym substratem.

Istota wynalazku polega na użyciu jako sub-

2

stratu do reakcji z kwasem ortofosforowym H_3PO_4 łatwo rozpuszczalnej soli wapniowej słabego kwasu, korzystnie octanu wapniowego, przy czym obydwa roztwory kwasu ortofosforowego i octanu wapniowego poddaje się mieszaniu korzystnie przez okres 2 godzin w temperaturze poniżej 50°C w celu wydzielenia dwuwodnego ortofosforanu dwuwapniowego $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ lub w temperaturze $80\text{—}100^\circ\text{C}$ korzystnie $92\text{—}100^\circ\text{C}$ w celu wydzielenia bezwodnego ortofosforanu dwuwapniowego CaHPO_4 .

Wynalazek zostanie bliżej omówiony na podstawie przykładów wykonania ortofosforanu dwuwapniowego.

Przykład I. Otrzymywanie dwuwapniowego ortofosforanu dwuwodnego $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Do 1000 cm^3 1 m kwasu ortofosforowego H_3PO_4 o temperaturze $18\text{—}25^\circ\text{C}$ dodaje się powoli mieszając, $1000\text{—}1200\text{ cm}^3$ 1 m octanu wapniowego $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Miesza się 2 godziny a następnie osad odsącza i przemysła.

Przykład II. Otrzymywanie bezwodnego ortofosforanu dwuwapniowego CaHPO_4 . Do 1000 cm^3 kwasu ortofosforowego dodaje się powoli, mieszając $1000\text{—}1200\text{ cm}^3$ 1 m octanu wapniowego $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Obydwa roztwory ogrzewa się przed zmieszaniem do temperatury $80\text{—}100^\circ\text{C}$. Miesza się 2 godziny, ogrzewając do temperatury $80\text{—}100^\circ\text{C}$. Osad odsącza i przemysła.

Przykład III. Otrzymywanie bezwodnego or-

tofosforanu dwuwapniowego CaHPO_4 . Do 1000 cm^3 1 m kwasu ortofosforowego H_3PO_4 dodaje się powoli, mieszając 1000–1200 cm^3 1 m $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Obydwa roztwory przed zmieszaniem powinny mieć temperaturę 18–25°C. Miesza się 2 godziny a następnie osad odsącza i dokładnie przemywa. Następnie osad przenosi do 2000 cm^3 wody destylowanej o temperaturze 92–100°C i mieszając utrzymuje się w temp. 92–98°C w ciągu 1 godziny. Osad odsącza i dokładnie przemywa. Otrzymany w ten sposób bezwodny ortofosforan dwuwapniowy CaHPO_4 składa się z kryształów o kształcie prostokątnych płytek i o małym rozrzucie wymiarów.

Wytrącanie według wynalazku. Silnie kwaśne środowisko, w którym zachodzi strącanie, zabezpiecza przed zanieczyszczeniem produktu przez ortofosforan trójwapniowy lub hydroksoapatyt, ponadto brak innych kationów w środowisku reakcji zabezpiecza przed zanieczyszczeniem produktu kationami, które mogą wbudować się w jego sieć krystaliczną podczas strącania. Użycie łatwo rozpuszczalnej soli wapniowej zabezpiecza przed zanieczyszczeniem produktu substratami. Dzięki temu, że jon octanowy jest słabszą zasadą Brönsteda niż jony O^{2-} , OH^- i CO_3^{2-} nie zachodzi obawa

zanieczyszczenia produktu ortofosforanem trójwapniowym lub hydroksoapatytem.

Metoda daje duże oszczędności, jeśli chodzi o zużycie odczynników w stosunku do innych poprzednio stosowanych metod. Octan wapniowy można otrzymać przez rozpuszczenie technicznego tlenku wapniowego w kwasie octowym, a następnie oczyścić uzyskany roztwór i użyć do reakcji z kwasem ortofosforowym w celu strącenia osadu ortofosforanu dwuwapniowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania ortofosforanu dwuwapniowego przez reakcję soli wapniowych z kwasem ortofosforowym, **znamienny tym**, że reakcji z kwasem ortofosforowym H_3PO_4 poddaje się rozpuszczalną sól wapniową słabego kwasu, przy czym obydwie roztwory poddaje się mieszaniu, korzystnie przez okres 2 godzin w temperaturze poniżej 50°C lub w temperaturze 80–100°C, korzystnie 92–100°C.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako sól słabego kwasu stosuje się octan wapniowy $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.