



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

234 682

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 83
(21) FV 9415-83

(51) Int. Cl.³ C 01 B 25/32

(40) Zveřejněno 31 08 84
(45) Vydáno 01 01 87

(75)

Autor vynálezu

GLASER VLADIMÍR doc.ing.CSc.

VÍDENSKÝ JAN ing.CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého

Z roztoku vodorozpustné vápenaté soli se amoniakem a oxidem uhličitým nebo uhličitánem amonným vysráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, promyje a vysuší. Ze zbylého roztoku obsahujícího amonnou sůl se přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi regeneruje amoniak a vápenatá sůl, které se spolu s oxidem uhličitým, vznikajícím při reakci uhličitánu vápenatého s kyselinou trihydrogenfosforečnou, použijí jako recykl. Přitom je výhodné přidávat během výroby stabilizátory, zpomalující dehydrataci a hydrolyzu produktu. Také je výhodné přidávat během výroby látky, ovlivňující tvrdost produktu.

Produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu.

Vynález se týká způsobu výroby dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého nebo jeho směsi s hydroxylapatitem nebo s fosforečnanem vápenatým a nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a oxidu vápenatého využívající vodorozpustnou vápenatou sůl, amoniak a oxid uhličitý jako recykl.

Doposud je většinou výroba výše uvedených produktů doprovázena tvorbou vedlejších méně hodnotných produktů, které spotřebovávají 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.

Jak je tedy zřejmo, spočívá nedostatek srážecích postupů především v tom, že se kvantitativně nepřevádějí výchozí suroviny na požadovaný produkt.

Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob výroby dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého nebo jeho směsi s hydroxylapatitem nebo s fosforečnanem vápenatým nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a oxidu vápenatého, využívající vodorozpustnou vápenatou sůl, amoniak a oxid uhličitý jako recykl.

Podstata způsobu spočívá v tom, že v roztoku vodorozpustné vápenaté soli se amoniakem a oxidem uhličitým, nebo uhliči-

tanem amonným vysráží uhličitan vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého, který se ze vzniklé suspenze oddělí, promyje a vysuší. Ze zbylého roztoku obsahujícího amonnou sůl se přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi regeneruje amoniak a vápenatá sůl, které se spolu s oxidem uhličitým, vznikajícím při reakci uhličitanu vápenatého s kyselinou trihydrogenfosforečnou použijí jako recykl.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno ředění kyseliny trihydrogenfosforečné nebo roztoků vedených na srážení provést vodami odpadajícími při promývání sraženiny produktu a/nebo roztokem vodorozpustné vápenaté soli a/nebo roztokem vznikající amonné soli.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno přidávat stabilizátory, například hořečnaté soli, zpomalující dehydrataci a hydrolyzu produktu.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno přidávat látky ovlivňující tvrdost produktu, například dvojfosforečnan sodný.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno uhličitan vápenatý vysrážet z roztoku vodorozpustné vápenaté soli roztokem hydrogenuhličitanu amonného.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že se dosahuje bezodpadového cyklu výroby tím, že veškerý vstupující fosfor, vápník a přídavné látky, kromě technologických ztrát, přecházejí na klíčový produkt. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům výrazně ekonomicky výhodnějším.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální, nebo kombinace obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že z roztoku vodorozpustné vápenaté soli o koncentraci 1% hmot. ať nasyceného roztoku při dané teplotě se roztokem uhličitanu amonného o koncentraci 1% hmot. ať nasyceného roztoku při dané teplotě vysráží uhličitan vápenatý, který se kyselinou trihydrogen-

fosforečnou o koncentraci 1% hm až 98% hm převede při teplotě 5 až 50°C na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého, a to jednorázově nebo postupně, případně je možno provést současně i ředění kyseliny trihydrogenfosforečné. Vzniklá sraženina dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého se oddělí, promyje a vysuší při teplotě nepřesahující 100°C. Zbylý roztok obsahující amonnou sůl se regeneruje na amoniak a vodorozpustnou vápenatou sůl přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi v tuhém stavu, případně ve vodné suspenzi. Regenerace se s výhodou provádí při teplotě odpovídající varu regenerovaného roztoku. Roztok vodorozpustné vápenaté soli po eventuálním zbavení mechanických nečistot a po případném dalším zahuštění a ochlazení se spolu s amoniakem a oxidem uhličitým, vznikajícím při reakci uhličitanu vápenatého s kyselinou trihydrogenfosforečnou, použijí opět ke srážení. Promývací vody je výhodné začlenit do výrobního cyklu. Přídavné látky je vhodné dávkovat do roztoků vedených na srážení, nebo přímo do srážecího zařízení, do dosud vlhkého produktu, případně 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 1% hmot. chloridu hořečnatého byl ve vsádkovém míchaném reaktoru vysrážen 5% roztokem uhličitanu amonného, připraveného pohlcováním oxidu uhličitého v roztoku amoniaku při teplotě 25°C uhličitan vápenatý, který byl dále převeden kyselinou trihydrogenfosforečnou o koncentraci 10% hmot. obsahující 0,5% hmot. dvojfosforečnanu sodného, na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Teplota byla udržována na hodnotě 35°C pomocí vnitřního a vnějšího chlazení 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 5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regeneračního zařízení. V regenerátoru byla udržována teplota odpovídající bodu varu roztoku. Suspenze opouštějící rege-

nerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit spolu s regenerovaným amoniakem a oxidem uhličitým, vznikajícím při reakci uhličitanu vápenatého s kyselinou trihydrogenfosforečnou, opět ke srážení. Získaný produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

234 882

1. Způsob výroby dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého popřípadě
vz směsi s hydroxylapatitem nebo/α fosforečnanem vápenatým
z kyseliny
trihydrogenfosforečné a oxidu vápenatého využívající vodoroz-
pustnou vápenatou sůl, amoniak a oxid uhličitý jako recykl,
vyznačující se tím, že z roztoku vodorozpustné vápenaté soli
se amoniakem a oxidem uhličitým nebo uhličitánem amonným vy-
sráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfos-
forečnou převede na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého,
který se ze vzniklé suspenze oddělí, promyje a vysuší, ze
zbylého roztoku obsahujícího amonnou sůl se přidáním oxidu
nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi regeneruje amoniak
a vápenatá sůl, které se spolu s oxidem uhličitým, vznikajícím
při reakci uhličitánu vápenatého s kyselinou trihydrogenfos-
forečnou, použijí jako recykl.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že ředění kyseliny tri-
hydrogenfosforečné nebo roztoků vedených k srážení se provádí
vodami odpadajícími při promývání sraženiny produktu a/nebo
roztokem vodorozpustné vápenaté soli a/nebo roztokem vznikající
amonné soli.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se přidávají
stabilizátory zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu,
například chlorid hořečnatý, do roztoků vedených k srážení
a/nebo samostatně do srážecího stupně a/nebo ke sraženině
produktu.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že se látky ovliv-
ňující tvrdost produktu, například dvojfosforečnan sodný, při-
dávají do roztoků vedených ke srážení a/nebo samostatně do
srážecích stupňů a/nebo ke sraženině produktu.
5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že uhličitán vápe-
natý se z roztoku vodorozpustné vápenaté soli vysráží roztokem
hydrogenuhličitánu amonného.

6. Způsob podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že srážení a neutralizace se provádí společně.