



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236 288

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 83
(21) PV 9418-83

(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 dihydrátu 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 uhličitánem amonným vysráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Ten se ze suspenze oddělí, promyje a vysuší. Ze zbylého roztoku, obsahujícího chlorid amonný, se regeneruje amoniak v regeneračním zařízení používaném při výrobě sody amoniakálním postupem, který se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě uhličitanu amonného. Při srážení je možno též použít roztoku hydrogenuhličitanu amonného, případně srážení a neutralizaci provést společně. Je výhodné ředit kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo roztoky vedené k srážení nebo k neutralizaci promývacími vodami nebo roztokem chloridu amonného před regenerací amoniaku nebo sodárenskými louhy. Během výroby je účelné přidávat stabilizátory zpomalující dehydrataci a hydrolýzu produktu a látky ovlivňující tvrdost produktu.

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 hydroxidu 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 dihydrátu hydrogenfosforečnanu vápenatého nebo jeho směsi

s hydroxylapatitem případně s fosforečnanem vápenatým nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a hydroxidu 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 uhličitanem amonným vysráží uhličitan vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Po jeho oddělení ze suspenze, promytí a vysušení se odvede zbylý roztok, obsahující chlorid amonný, za účelem regenerace amoniaku a roztoku chloridu vápenatého do regeneračního zařízení používaného při výrobě sody amoniakálním postupem. Amoniak se spolu se vznikajícím oxidem uhličitým vrací na výrobu uhličitanu amonného.

Je rovněž možné vysrážet uhličitan vápenatý z roztoku chloridu vápenatého roztokem hydrogenuhličitanu amonného.

Podle dalšího význaku vynálezu lze uskutečnit srážení a neutralizaci společně.

Podle dalšího význaku vynálezu se k ředění kyseliny trihydrogenfosforečné nebo roztoků vedených k srážení a nebo k neutralizaci používá promývacích vod nebo roztoku chloridu amonného před regenerací amoniaku nebo sodárenských louhů.

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 výrobou sody umožňuje zužitkovat, kromě technologických ztrát,

veškerý fosfor a vápník, 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. Je rovněž výhodné, že amoniak, oxid uhličitý a hydroxid vápenatý se používají k výrobě hydrogenfosforečnanu vápenatého i k výrobě sody.

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 nebo z tohoto roztoku po snížení obsahu chloridu sodného, se vysráží roztokem uhličitanu amonného o koncentraci 1% hm^{not} až nasyceného roztoku při dané teplotě za teploty 5 až 50°C uhličitán vápenatý. Ten se kyselinou trihydrogenfosforečnou o koncentraci 1% až 90% hm^{not} převede jednostupňově nebo v několika stupních při teplotě 5 až 50°C na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Vzniklá sraženina se oddělí, promyje a vysuší při teplotě nepřesahující 100°C. Ze zbylého roztoku, obsahujícího chlorid amonný, se regeneruje amoniak v regeneračním zařízení používaném při výrobě sody amoniakálním postupem, který se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým na výrobu uhličitanu amonného. Při srážení uhličitanu vápenatého z roztoku chloridu vápenatého je možno též použít hydrogenuhličitanu amonného. Ředění kyseliny trihydrogenfosforečné nebo roztoků vedených k srážení je výhodné provést vodami vznikajícími při promývání sraženiny produktu nebo roztokem chloridu amonného, který odchází k regeneraci amoniaku nebo sodárenskými louhy. Srážení a neutralizaci je rovněž možno provést společně. Přídavné látky je výhodné dávkovat do roztoků vedených k srážení nebo k neutralizaci kyseliny trihydrogenfosforečné nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního zařízení nebo ke sraženině produktu nebo při eventuální úpravě velikosti částic mletím.

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

Příklad

236 288

Z 10% roztoku chloridu vápenatého, obsahujícího 6% hm^{plnch} chloridu sodného a 1% hm^{plnch} chloridu hořečnatého, byl v míchaném průtočném reaktoru vysrážen 5% roztokem uhličitanu amonného při teplotě 30°C uhličitan vápenatý, kterého bylo použito k neutralizaci 10% kyseliny trihydrogenfosforečné, obsahující 0,5 % hm^{plnch} dvojfosforečnanu sodného. Reakce byla uskutečněna při 35°C. Vzniklá sraženina byla ze suspenze oddělena filtrací, promyta a vysušena při teplotě 40°C. Filtrát a promývací vody byly zavedeny do regeneračního zařízení. Získaný produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu.

Předmět vynálezu

236 288

1. Způsob výroby dihydrátu hydrigenfosforečnanu vápenatého nebo jeho směsi s hydroxylapatitem nebo s fosforečnanem vápenatým a/nebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým z kyseliny trihydrogenfosforečné a hydroxidu 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, s uhličitánem amonným nebo/a hydrogenuhličitánem amonným vysráží uhličitán vápenatý, který se kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na dihydrát hydrigenfosforečnanu vápenatého, který se za suspenze oddělí, promyje a vysuší, ze zbylého roztoku, obsahujícího chlorid amonný, se regeneruje amoniak v regeneračním stupni používaném při výrobě sody amoniakálním postupem, který se vrací spolu se vznikajícím oxidem uhličitým k výrobě uhličitanu amonného.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že srážení a neutralizace se provádí společně.
3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že ředění kyseliny trihydrogenfosforečné a/nebo roztoku vedených k srážení a/nebo k neutralizaci se provádí promývacími vodami a/nebo roztokem chloridu amonného před regenerací amoniaku a/nebo sodárenskými louhy obsahujícími chlorid amonný.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že stabilizátory, například chlorid hořečnatý, zpomalující dehydraci a hydrolýzu produktu, se přidávají do

roztoků vedených k srážení a/nebo k neutralizaci kyseliny trihydrogenfosforečné a/nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního zařízení a/nebo ke sraženině produktu.

5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že se látky ovlivňující tvrdost produktu, například dvojfosforečnan sodný, přidávají do roztoku vedených k srážení a/nebo k neutralizaci kyseliny trihydrofosforečné a/nebo samostatně do srážecího nebo neutralizačního zařízení a/nebo ke sraženině produktu.

6. Způsob podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že vysrážení uhličitanu vápenatého se provede amoniakem a oxidem uhličitým.