



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

244246

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 17 12 84
/21/ PV 9885-84

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/32

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 15 12 87

(75)
Autor vynálezu

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

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

Tetrahydrát hydrogenfosforečnanu sodno-amonného a roztok odpadající při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahující převážně chlorid vápenatý, se uvedou do reakce, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se dále zpracuje na požadovaný produkt. Ze zbylého roztoku obsahujícího převážně chlorid amonný a chlorid sodný, se v regeneračním zařízení používáném při výrobě sody amoniakálním postupem regeneruje amoniak za současného vzniku roztoku obsahujícího převážně chlorid vápenatý a chlorid sodný, který lze po snížení obsahu chloridu sodného spolu s amoniakem vrátit do výroby. Přitom je výhodné přidávat během výroby stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

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

Vynález se týká způsobu výroby dihydrátu nebo bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého a nebo jejich vzájemné směsi.

Doposud je výroba výše uvedených produktů z tetrahydrátu hydrogenfosforečnanu sodnoamonného doprovázena tvorbou vedlejších méně hodnotných produktů. Příkladem takové technologie je postup, při němž se hydrogenfosforečnan vápenatý získá vysrážením z roztoku hydrogenfosforečnanu sodnoamonného a chloridu vápenatého. Po oddělení sraženiny produktu ze vzniklé suspenze zbývá roztok obsahující chlorid amonný a chlorid sodný.

Jak je tedy zřejmo, spočívá nedostatek výše zvedeného postupu především v tom, že nevyužívá odpadní roztok k přípravě výchozích surovin.

Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob výroby dihydrátu nebo bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého a nebo jejich vzájemné směsi z tetrahydrátu hydrogenfosforečnanu sodnoamonného a odpadního roztoku vznikajícího během regenerace amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem při amoniakálním postupu výroby sody.

Podstata způsobu výroby spočívá v tom, že se do reakce uvede tetrahydrát hydrogenfosforečnanu sodnoamonného a roztok odpadající při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahující převážně chlorid vápenatý, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt. Z části nebo veškerého roztoku obsahujícího převážně chlorid amonný a chlorid sodný se v regeneračním zařízení, používaném při výrobě sody amoniakálním postupem, regeneruje amoniak za současného vzniku chloridu vápenatého, které je možno částečně nebo úplně vracet do výroby.

Podle dalšího význaku je možno místo roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahujícího rovněž chlorid sodný, použít tohoto roztoku po zahuštění nebo/a po zahuštění a snížení obsahu chloridu sodného.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno z části nebo veškerého zbylého roztoku po oddělení sraženiny, obsahujícího převážně chlorid amonný a chlorid sodný, získat krystalizací chlorid amonný nebo/a chlorid sodný, který lze vracet do výroby sody.

Podle dalšího význaku je možno přidávat stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá, v tom, že spojením výroby hydrogenfosfosforečnanu vápenatého s výrobou sody lze dosáhnout bezodpadové technologie. Je rovněž výhodné po stránce investičních a provozních nákladů, že část výrobního zařízení je pro výrobu obou produktů společná. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům výrazně ekonomicky výhodnějším.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální, nebo kombinací obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že roztok hydrogenfosforečnanu sodnoamonného o koncentraci 1 % hm až nasyceného roztoku při dané teplotě se uvede do reakce s odpadním roztokem vznikajícím při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahujícím převážně chlorid vápenatý, a to současně nebo postupně, případně je možno provést současně i ředění. Teplota se pohybuje v závislosti na požadovaném složení produktu od 0° C až do bodu varu.

Vzniklá sraženina se oddělí, například filtrací nebo odstředěním, promyje a vysuší, případně částečně nebo úplně dehydratuje tepelným zpracováním k získání produktu požadovaného složení. Z části nebo veškerého zbylého roztoku, obsahujícího převážně chlorid amonný, se regeneruje v regeneračním zařízení používaném při výrobě sody amoniak za současného vzniku odpadního roztoku, obsahujícího převážně chlorid vápenatý a chlorid sodný, které lze částečně nebo úplně, případně po snížení obsahu chloridu sodného, vrátit do výroby.

Promývací vody je možno začlenit do výrobního cyklu. Přídavné látky, například dvojfosforečnan sodný, je výhodné dávkovat do roztoků vedených na srážení nebo/a přímo do srážecího zařízení nebo/a do suchého či vlhkého produktu nebo/a při eventuální úpravě velikosti částic mletím.

Způsob výroby podle vynálezu je dále blíže popsán na konkrétních příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

Odpadní roztok vznikající při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahující jako hlavní složky chlorid vápenatý, chlorid sodný a chlorid hořečnatý, produkovány při amoniakálním postupu výroby sody, byl v míchaném vsádkovém reaktoru smíchán s ekvimolárním množstvím 10% roztoku hydrogenfosforečnanu sodnoamonného. Teplota byla udržována na hodnotě 30°C. Vzniklá sraženina byla oddělena filtrací, promyta a vysušena při 40°C.

Výsledným produktem byl dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého. Filtrát a promývací vody byly zavedeny spolu s oxidem vápenatým v množství, které odpovídalo 0,5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regeneračního zařízení. V regenerátoru byla udržována teplota bodu varu roztoku. Suspenze opouštějící regenerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po snížení obsahu chloridu sodného byl použit opět ke srážení.

P ř í k l a d 2

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že teplota srážení byla udržována na 80°C. Vysušená sraženina byla dehydratována nepřímým zahříváním vodní parou při teplotě 95°C. Výsledným produktem byl bezvodý hydrogenfosforečnan vápenatý.

P ř í k l a d 3

Proces byl uveden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že teplota srážení byla udržována na 65°C. Vysušená sraženina byla dehydratována nepřímým zahříváním vodní parou při teplotě 70°C. Výsledným produktem byla směs, která obsahovala 60 % hmotnosti dihydrátu a 40 % hmotnosti bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Získané produkty jsou vhodné k použití v kosmetickém, potravinářském a farmaceutickém průmyslu a jako obohacující přísada krmných směsí v živočišné výrobě.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a s fosforečnanem vápenatým, vyznačující se tím, že se vychází z tetrahydrátu hydrogenfosforečnanu sodnoamonného nebo/a jeho roztoku nebo/a ze složek, z nichž vzniká tato sůl, a roztoku odpadajícího při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahujícího převážně chlorid vápenatý, produkováného při amoniakálním postupu výroby sody, které se uvedou do reakce, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt, z části nebo veškerého zbylého roztoku, obsahujícího převážně chlorid amonný a chlorid sodný se v regeneračním zařízení, používaném při výrobě sody amoniakálním postupem, regeneruje amoniak nebo/a hydroxid amonný za současného vzniku roztoku, obsahujícího převážně chlorid vápenatý a chlorid sodný, přičemž lze část nebo veškerý tento roztok nebo/a část nebo veškerý amoniak nebo/a část nebo veškerý hydroxid amonný vrátit do výroby.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že místo roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahujícího rovněž chlorid sodný, se použije tohoto roztoku po zahuštění nebo/a po zahuštění a snížení obsahu chloridu sodného.

3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že po oddělení sraženiny se z části nebo veškerého zbylého roztoku obsahujícího převážně chlorid amonný a chlorid sodný, získá krystalizací chlorid amonný nebo/a chlorid sodný, který lze vracet do výroby sody.

4. Způsob podle bodu 1 až 3, vyznačující se tím, že se přidávají stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.