



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

250189

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 17 07 84
(21) PV 5509-84

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 25/32

(40) Zveřejněno 18 09 86

(45) Vydáno 15 01 88

(75)
Autor vynálezu

GLASER VLADIMÍR doc. ing. CSc., VÍDEŇSKÝ JAN ing. CSc., PRAHA

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

Roztok částečně amoniakem zneutralizované kyseliny trihydrogenfosforečné se převede roztokem vznikajícím při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápeným mlékem, obsahujícím převážně chlorid vápenatý, na sraženinu, která se ze vzniklé suspenze oddělí, promyje, vysuší a částečně dehydratuje tepelným zpracováním k získání požadovaného složení produktu. Ze zbylého roztoku se vykrystaluje chlorid amonný. Matečný loup a vody vzniklé při promývání sraženiny se regenerují na amoniak za současného vzniku chloridu vápenatého. Tyto látky lze opět použít jako část výchozích surovin. Přitom je výhodné přidávat během výroby stabilizátory zpomalující dehydrataci a hydrolyzu produktu. Produkt je vhodný k použití v kosmetickém, potravinářském, farmaceutickém průmyslu a jako obohacující přísada do krmných směsí v živočišné výrobě.

Vynález se týká způsobu výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého, případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo s fosforečnanem vápenatým anebo s hydroxylapatitem a fosforečnanem vápenatým a chloridu amonného.

Doposud je většinou výroba výše uvedeného hydrogenfosforečnanu doprovázena tvorbou vedlejších látek, většinou ve formě zředěných roztoků, které tvoří nežádoucí odpad, spotřebovávající část vstupních surovin. Příkladem takové technologie je postup, při němž se sráží chlorid vápenatý hydrogenfosforečnanem amonným. Po oddělení sraženiny hydrogenfosforečnanu vápenatého ze vzniklé suspenze a jejím promytí zbývá roztok obsahující chlorid amonný.

Jak je tedy zřejmo, spočívá nedostatek dosud používaných srážecích postupů především v tom, že výroba hydrogenfosforečnanu vápenatého je doprovázena tvorbou obtížně zpracovatelných zředěných roztoků vedlejších látek.

Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého, případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a s fosforečnanem vápenatým a chloridu amonného z odpadního roztoku vznikajícího při regeneraci sodárenských louhů vápenným mlékem při amoniakálním postupu výroby sody z kyseliny trihydrogenfosforečné a amoniaku.

Podstata způsobu výroby spočívá v tom, že se roztok částečně amoniakem zneutralizované kyseliny trihydrogenfosforečné sráží roztokem vznikajícím při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů vápenným mlékem, obsahujícím převážně chlorid vápenatý. Po oddělení sraženiny ze vzniklé suspenze se ze zbylého roztoku známým způsobem vykrystaluje chlorid amonný.

Získaná sraženina se po promytí a vysušení, případně částečně, nebo zcela dehydratuje tepelným zpracováním na požadovaný produkt. Matečný louh a vody vzniklé při promývání sraženiny se zavedou do regeneračního zařízení používaného při výrobě sody, kde se z nich regeneruje amoniak ze současného vzniku chloridu vápenatého, přičemž tyto látky lze opět použít jako část výchozích surovin.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno místo části, nebo veškeré kyseliny trihydrogenfosforečné použít přímo, nebo po přečištění dihydrogenfosforečnan amonný anebo jeho směs s hydrogenfosforečnanem amonným.

Podle dalšího význaku vynálezu 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 po zahuštění a snížení obsahu chloridu sodného.

Podle dalšího význaku vynálezu je možno vzniklou sraženinu hydrogenfosforečnanu vápenatého místo vodou promývat odpadním sodárenským roztokem chloridu vápenatého a jeho zbytek ve sraženině vymýt vodou.

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

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že spojením společné výroby směsi dihydrátu a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého a chloridu amonného s výrobou sody, se dosahuje bezodpadové technologie. Současná produkce chloridu amonného má za následek minimální zatížení regeneračního zařízení sodárny. Je rovněž výhodné po stránce investičních a provozních nákladů, že část výrobního zařízení je pro výrobu všech produktů společná. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům výrazně ekonomicky výhodnější.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální nebo kombinace obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že roztok kyseliny trihydrogenfosforečné se částečně zneutralizuje amoniakem a to nejlépe tak, aby vznikl hydrogenfosforečnan amonný o koncentraci 1 % hmotnosti až nasyceného roztoku při dané teplotě.

Ten se sráží roztokem vznikajícím při regeneraci amoniaku ze sodárenských louh vápenným mlékem, obsahujícím převážně chlorid vápenatý, při teplotě 20 °C až teplotě varu roztoku na hydrogenfosforečnan vápenatý a to jednorázově nebo postupně, případně je možno provést současně i ředění.

Vzniklá sraženina se oddělí, promyje, vysuší a částečně dehydratuje tepelným zpracováním na požadovaný produkt. Ze zbylého roztoku, obsahujícího převážně chlorid amonný, se známým způsobem vykrystaluje chlorid amonný.

Matečný louh a vody vzniklé při promývání sraženiny se zavedou do regeneračního zařízení používaného při výrobě sody, kde se z nich regeneruje amoniak, za současného vzniku chloridu vápenatého, přičemž tyto látky lze opět použít, jako část výchozích surovin. Přídavné látky je výhodné 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:

P ř í k l a d

Amoniakem byl zneutralizován 20% roztok kyseliny trohydrogenfosforečné, obsahující 0,5 % hmotnosti dvojfosforečnanu sodného, na pH 6-7. Vzniklý roztok byl převeden v míchaném průtočném reaktoru stechiometrickým množstvím odpadního roztoku, vznikajícího při regeneraci sodárenských louh vápenným mlékem, obsahující jako hlavní složky chlorid vápenatý, chlorid sodný a chlorid hořečnatý na hydrogenfosforečnan vápenatý. Teplota byla udržována na hodnotě 65 °C pomocí vnitřního a vnějšího termostatování reaktoru.

Vzniklá sraženina byla oddělena filtrací, promyta a vysušena nejprve při 40 °C a potom dehydratována zahříváním při 70 °C. Filtrát po zahuštění byl podroben krystalizací ochlazením na 0 °C. Vyloučené krystaly chloridu amonného byly odděleny. Matečný louh a vody vzniklé při promývání sraženiny byly zavedeny spolu s oxidem vápenatým, který byl v 0,5% přebytku oproti stechiometrii vzhledem k chloridu amonnému, do regeneračního zařízení.

V regenerátoru byla udržována teplota odpovídající bodu varu roztoku. Suspenze opouštějící regenerátor byla zbavena filtrací mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit spolu s regenerovaným amoniakem opět jako část výchozích surovin. Takto připravený produkt obsahoval 60 % hmotnosti dihydrátu a 40 % hmotnosti bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

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

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého, případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a s fosforečnanem vápenatým nebo/a s uhličitánem vápenatým vyznačující se tím, že roztok částečně amoniakem nebo/a hydroxidem amonným zneutralizované kyseliny trihydrogenfosforečné se uvede do reakce s roztokem obsahujícím převážně chlorid vápenatý, vznikajícím při regeneraci amoniaku ze sodárenských louhů, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt, z části nebo veškerého zbylého roztoku se známým způsobem vykristaluje chlorid amonný, z matečného louhu, případně zbylé části roztoku po oddělení sraženiny, a vod vzniklých při promývání sraženiny se při výrobě sody regeneruje amoniakem nebo/a hydroxid amonný ze současného vzniku roztoku, obsahujícího převážně chlorid vápenatý, přičemž lze část nebo veškerý amoniak nebo/a část nebo veškerý hydroxid amonný vrátit do společné výroby.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že část nebo veškerá kyselina trihydrogenfosforečná a část nebo veškerý amoniak nebo/a část nebo veškerý hydroxid amonný se nahradí přímo nebo po přečištění dihydrogenfosforečnanem amonným nebo/a hydrogenfosforečnanem amonným.

3. Způsob podle bodu 1 a 2 vyznačující se tím, že jako odpadního roztoku chloridu vápenatého, vznikajícího při regeneraci sodárenských louhů, obsahujícího rovněž chlorid sodný, se použije tohoto roztoku po zahuštění, nebo po zahuštění a snížení obsahu chloridu sodného.

4. Způsob podle bodu 1 až 3 vyznačující se tím, že vzniklá sraženina se místo vodou promývá odpadním sodárenským roztokem chloridu vápenatého a jeho zbytek ve sraženině se vymyje vodou.

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