



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz
anerkannt nach dem Abkommen über die
gegenseitige Anerkennung von Urheber-
scheinen und anderen Schutzdokumenten
für Erfindungen vom 18.12.1976

(19) **DD** (11) **255 444 A3**

4(51) C 01 B 25/32

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 01 B / 275 224 8
(31) PV3938-84

(22) 17.04.85
(32) 25.05.84

(45) 06.04.88
(33) CS

(71) Vysoka skola chemicko-technologicka, Praha 6, Suchbatorova 5, CS
(72) Glaser, Vladimir; Vidensky, Jan, CS

(89) 247512, CS

(54) **Verfahren zur Gewinnung von Calciumhydrogenphosphat-2-Wasser oder/und wasserfreiem Calciumhydrogenphosphat**

(57) Eine Lösung von Phosphorsäure, eines wasserlöslichen Calciumsalzes und von Ammoniak wird durch Reaktion in einen Niederschlag überführt, der aus der gewonnenen Suspension abgetrennt und zu dem erforderlichen Produkt verarbeitet wird. Aus der verbliebenen Lösung, die Ammoniumsalz enthält, werden durch Zusatz von Calciumoxid oder -hydroxid oder ihres Gemischs Ammoniak und Calciumsalz zurückgewonnen, die teilweise oder vollständig in die Produktion zurückgeleitet werden können. Hierbei ist es vorteilhaft, beim Herstellungsprozeß Stabilisatoren zuzusetzen, die die Dehydratation des Dihydrats oder die Hydrolyse des wasserfreien Calciumhydrogenphosphats verzögern. Das Produkt eignet sich für die Verwendung in der Kosmetikaindustrie, in der Lebensmittelindustrie und in der pharmazeutischen Industrie sowie als Zusatz für die Anreicherung von Futtermittelgemischen in der Viehzucht.

Изобретение относится к способу изготовления дигидрата или/и безводного гидрогенфосфата кальция.

До настоящего времени приготовление вышеуказанных продуктов сопровождается образованием побочных, низкокачественных продуктов, которые потребляют часть исходного сырья. Примером такой технологии является процесс, в котором в фосфорной кислоте растворяется известняк так, чтобы образовался двухзамещенный фосфат кальция, из которого требуемый продукт получается осаждением, чаще всего, раствором гидроокиси натрия. После осаждения осадка продукта в полученной суспензии остается раствор, содержащий однозамещенный фосфат натрия.

Следовательно, недостаток до сих пор применяемых методов осаждения состоит, прежде всего, в том, что исходное сырье не переводится количественно в требуемый продукт.

Этот недостаток устраняет согласно изобретению способ изготовления дигидрата или безводного гидрогенфосфата кальция и или их взаимной смеси из фосфорной кислоты, водорастворимой кальциевой соли и аммиака или/и гидроокиси аммония.

Сущность способа изготовления состоит в том, что в реакцию вводится фосфорная кислота, водорастворимая соль кальция и аммиак или/и гидроокись аммония, из полученной суспензии выделяется осадок, который перерабатывается в продукт, из оставшегося раствора добавлением окиси или/и гидроокиси кальция или их смеси регенерируется аммиак или/и гидроокись аммония и раствор кальциевой соли, которые можно частично или полностью вернуть в производство.

Относительно дальнейшего признака изобретения вместо части или всей фосфорной кислоты и части или всего аммиака или/и гидроокиси аммония можно использовать сразу или после повторной очистки дигидрогенфосфат аммония или/и гидрогенфосфат аммония.

Относительно дальнейшего признака изобретения можно добавлять стабилизаторы, замедляющие дегидратацию дигидрата или/и гидролиз безводного гидрогенфосфата кальция.

Основной эффект способа приготовления согласно изобретению состоит в том, что достигается безотходный цикл производства тем, что весь входящий в реакцию фосфор и кальций, кроме технологических потерь, переходят в ключевой продукт. В результате этого способ приготовления согласно изобретению становится по отношению к известным производственным процессам значительно более выгодным.

Производство может быть непрерывным, полунепрерывным или комбинацией обоих этих способов. Поступают, например, так, что раствор фосфорной кислоты концентрации I - 95 % весовых, раствор водорастворимой кальциевой соли с концентрацией от I % весового до насыщенного раствора при данной температуре и аммиак или/и гидроокись аммония смешиваются одновременно или последовательно, одностадийно или многостадийно, в случае надобности можно произвести одновременно и разбавление. Температура в зависимости от требуемого состава продукта колеблется от 0 °C до температуры кипения. Полученный осадок отделяется, например, фильтрованием или центрифугированием, промывается и высушивается, возможно частично или полностью дегидратируется термообработкой для получения продукта требуемого состава. Из оставшегося раствора, содержащего аммонийную соль, регенерируется аммиак и водорастворимая кальциевая соль добавлением окиси или гидроокиси кальция или их смеси в твердом состоянии или в вводной суспензии. Регенерация выгодно осуществляется при температуре, соответствующей кипению регенерированного раствора. Аммиак или/и гидроокись аммония и раствор водорастворимой кальциевой соли после возможного удаления механических примесей в процессе дальнейшего сгущения и охлаждения можно опять частично или полностью возвращать в производство. Промывные воды можно включить в производственный цикл.

Дополнительные вещества, например, пирофосфат натрия, выгодно дозировать в растворы, поступающие на осаждение или/и непосредственно в осаждающее устройство или/и в сухой или влажный продукт или/и при возможном размоле продукта для получения частиц необходимого размера.

Способ приготовления согласно изобретению далее более подробно описан в конкретных примерах выполнения.

П р и м е р 1

10 % раствор хлористого кальция, содержащий 3 % весовых хлористого магния, в перемешиваемом загрузочном реакторе смешивался с эквимолярным количеством фосфорной кислоты с концентрацией 85 % весовых, которая содержала 1 % весовой пирофосфата натрия. С помощью газообразного аммиака рН было доведено до значения 7. Температура не превышала 30 °С. Полученный осадок отделялся фильтрацией, промывался и высушивался при температуре 40 °С. Конечным продуктом был дигидрат гидрогенфосфата кальция. Фильтрат и промывные воды вместе с окисью кальция в количестве, соответствующем 0,5 %-ному избытку по отношению к стехиометрическому количеству хлористого аммония, вводились в устройство для регенерации. В регенераторе поддерживалась температура точки кипения раствора. Суспензия, выходящая из регенератора, отфильтровывалась от механических загрязнений и прозрачный фильтрат после ступенчатого и охлаждения использовался вместе с регенерированным аммиаком опять при осаждении.

П р и м е р 2

Процесс проводился также, как в примере 1, лишь с той разницей, что температура осаждения поддерживалась на 80 °С. Высушенный осадок дегидратировался непрямым нагреванием водяным паром при температуре 95 °С. Конечным продуктом был безводный гидрогенфосфат кальция.

П р и м е р 3

Процесс проводился также, как в примере I, лишь с той разницей, что температура осаждения поддерживалась на 65 °С. Высушенный осадок дегидратировался непрямым нагреванием водяным паром при температуре 70 °С. Конечным продуктом была смесь, содержащая 60 % весовых дигидрата и 40 % весовых безводного гидрогенфосфата кальция.

Полученные продукты годятся для применения в косметической, пищевой и фармацевтической промышленности, а также в качестве добавки для обогащения кормовых смесей в животноводстве.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ изготовления дигидрата или/и безводного гидрогенфосфата кальция возможно в смеси с гидроксилпатитом или/и фосфатом кальция, отличающийся тем, что исходят из фосфорной кислоты, водорастворимой кальциевой соли и аммиака или/и гидроокиси аммония, которые вводятся в реакцию, из полученной суспензии отделяется осадок, который перерабатывается в продукт, из части или всего оставшегося раствора добавлением окиси или/и гидроокиси кальция или их смеси или смеси этих веществ с окисью или/и гидроокисью магния регенерируется аммиак или/и гидроокись аммония и раствор водорастворимой соли кальция, причем можно часть или весь раствор кальциевой соли или/и часть или весь аммиак или/и часть или всю гидроокись аммония возвратить в производство.
2. Способ по пункту 1, отличающийся тем, что часть или вся фосфорная кислота и часть или весь аммиак или/и гидроокись аммония сразу или после повторной очистки заменяется дигидрогенфосфатом аммония или/и гидрогенфосфатом аммония.
3. Способ по п. 1 и 2, отличающийся тем, что добавляются стабилизаторы, замедляющие дегидратацию дигидрата или/и гидролиз безводного гидрогенфосфата кальция.