



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243338

(11)

(51)

/22/ Přihlášeno 14 02 85
/21/ PV 1061-85

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/32

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 15 05 87

(75)

Autor vynálezu

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

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

Pálené vápno nebo vápenný hydrát nebo vápenné mléko se nechá reagovat s roztokem amonné soli, amoniakální roztok vápenaté soli se oddělí od nerozpuštěné tuhé fáze a po případné amoniakalizaci se sráží oxidem uhličitým. Vzniklý uhličitán vápenatý se reakcí s kyselinou trihydrogenfosforečnou převede na hydrogenfosforečnan vápenatý. Jako sraženina se ze suspenze oddělí a zpracuje na požadovaný produkt, roztok amonné soli se vrátí na začátek výroby. Rovněž oxid uhličitý je výhodné vracet zpět do výroby. Rovněž oxid uhličitý je výhodné vracet zpět do výroby. Přitom je výhodné začlenit promývací vody do výrobního cyklu a přidávat během výroby stabilizátory, které zpomalují dehydrataci dihydrátu a hydrolyzu 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.

Rozšířenými způsoby výroby výše uvedených produktů jsou pro svoji jednoduchost srážecí postupy. Vychází se nejčastěji z odpadních vodorozpustných vápenatých solí, které se podle potřeby přečistí, nebo se tato sůl připravuje rozkladem vápence příslušnou kyselinou, přičemž jsou většinou kladeny vysoké požadavky na čistotu výchozí vápenaté suroviny. Jako vedlejší produkt vzniká při srážení amonná sůl nebo sůl alkalického kovu.

Jak je tedy zřejmo, spočívá nedostatek dosud používaných výrobních postupů především v tom, že kvalita výrobku je závislá na čistotě výchozí vápenaté suroviny a že vzniká vedlejší, obtížně využitelný produkt ve formě zředěného roztoku.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob výroby dihydrátu nebo bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého a nebo jejich vzájemné směsi z kyseliny trihydrogenfosforečné a páleného vápna nebo vápenného mléka spočívající v tom, že se uvedou do reakce pálené vápno nebo/a vápenný hydrát nebo/a vápenné mléko a roztok amonné soli, oddělí se tuhá fáze, vzniklý amoniakální roztok vápenaté soli po případné amoniakalizaci se uvede do reakce s oxidem uhličitým nebo/a uhličitánem amonným nebo/a hydrogenuhličitánem amonným, vzniklá suspenze uhličitánu vápenatého se uvede do reakce s kyselinou trihydrogenfosforečnou nebo/a hydrogenfosforečnanem amonným nebo/a dihydrogenfosforečnanem amonným, oddělí se vápenatá fosforečná sůl a zpracuje se na požadovaný produkt, roztok amonné soli, oddělený od uhličitánu vápenatého nebo od vápenaté fosforečné soli a vznikající oxid uhličitý se případně vracejí jako recykl.

Podle dalšího významu vynálezu se použije část nebo veškeré množství promývacích vod, vznikajících při promývání uhličitánu vápenatého nebo/a při zpracování vápenaté soli kyselinou trihydrogenfosforečnou, k nahrazování provozních ztrát amonné soli a vody při výrobě.

Podle dalšího významu vynálezu se přidávají stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že není nutno vycházet z vysoce čistých vápenatých surovin nebo je zvláštní operací přečišťovat a že nevznikají vedlejší soli jako nežádoucí produkty. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým postupům výrobně ekonomicky výhodnějším.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální nebo kombinací obou těchto způsobů. Postupuje se například tak, že roztok amonné soli o koncentraci 1 % hmotnosti až nasyceného roztoku při dané teplotě se smísí s páleným vápnem nebo/a vápenným hydrátem nebo/a vápenným mlékem a vzniklý amoniakální roztok vápenaté soli se sráží oxidem uhličitým nebo/a uhličitánem nebo/a hydrogenuhličitánem amonným v pevném stavu nebo ve formě roztoku o koncentraci 1 % hmotnosti až nasyceného roztoku při dané teplotě.

Vzniklý uhličitán vápenatý se může ze suspenze oddělit například filtrací a potom podrobit konverzi s kyselinou hydrogenfosforečnou o koncentraci 1 až 85 % hmotnosti, nebo se může uvést do reakce přímo ve formě suspenze v roztoku amonné soli.

Teplota se volí s ohledem na požadavek obsahu hydrátové vody v produktu od 0 °C až do teploty bodu varu. Vzniklá fosforečná sůl případně směs solí se ze suspenze oddělí například filtrací, promyje a vysuší, eventuálně částečně nebo úplně dehydratuje tepelným zpracováním k získání požadovaného složení produktu.

Filtrát, získaný po oddělení vysráženého uhličitánu vápenatého nebo/a vápenaté fosforečné soli ze suspenze, po případném smíšení s částí nebo veškerým množstvím promývacích vod se vrátí na začátek výroby. Rovněž oxid uhličitý vznikající rozkladem sráženého uhličitánu vápenatého kyselinou trihydrogenfosforečnou je výhodné vracet zpět do výroby.

Přídavné látky, například dvojfosforečnan sodný, je výhodné dávkovat do roztoku kyseliny trihydrogenfosforečné, nebo/a do zařízení, v němž kyselina trihydrogenfosforečná reaguje s uhličitánem vápenatým, nebo/a do vlhkého nebo/a suchého produktu nebo/a při případné úpravě velikosti částic produktu mletím.

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

P ř í k l a d 1

K roztoku chloridu amonného o koncentraci 10 % hmotnosti byl přidán vápenatý hydrát v množství odpovídajícím 10% přebytku oproti stechiometrii. Suspenze byla míchána v uzavřené nádobě při teplotě 50 °C po dobu 20 minut, potom byla ochlazená na 20 °C a filtrací rozdělena na roztok a nerozpuštěnou tuhou fázi.

Čirý amoniakální roztok chloridu vápenatého byl v míchaném vsádkovém reaktoru převeden plynným oxidem uhličitým na suspenzi uhličitanu vápenatého v roztoku chloridu amonného. Přidáním stechiometrického množství kyseliny trihydrogenfosforečné o koncentraci 45 % byl uhličitán vápenatý převeden při teplotě nepřesahující 30 °C na dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Vzniklá sůl byla ze suspenze oddělena filtrací, promyta, smísená s roztokem dvojfosforečnanu sodného, který obsahoval této soli 1 % hmotnosti vztažené k hmotnosti suchého produktu a vysušena při 40 °C.

Produktem byl dihydrát hydrogenfosforečnanu vápenatého.

P ř í k l a d 2

Postup výroby byl stejný jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že teplota v reaktoru byla při reakci kyseliny hydrogenfosforečné s uhličitánem vápenatým udržována na hodnotě 80 °C. Získaná sůl byla dehydratována zahříváním vodní parou při teplotě 95 °C.

Produktem byl bezvodý hydrogenfosforečnan vápenatý.

P ř í k l a d 3

Postup výroby byl stejný jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že teplota v reaktoru byla při reakci kyseliny trihydrogenfosforečné s uhličitánem vápenatým udržována na hodnotě 65 °C.

Produkt obsahoval 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.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby dihydrátu nebo/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého případně ve směsi s hydroxylapatitem nebo/a s fosforečnanem vápenatým nebo/a uhličitanem vápenatým, vyznačující se tím, že se uvedou do reakce pálené vápno nebo/a vápenný hydrát nebo/a vápené mléko a roztok amonné soli, oddělí se tuhá fáze, vzniklý amoniakální roztok vápenaté soli po případné amoniakalizaci se uvede do reakce s oxidem uhličitým nebo/a uhličitanem amonným nebo/a hydrogenuhličitanem amonným, vzniklá suspenze uhličitanu vápenatého se uvede do reakce s kyselinou trihydrogenfosforečnou nebo/a hydrogenfosforečnanem amonným nebo/a dihydrogenfosforečnanem amonným, oddělí se vápenatá fosforečná sůl a zpracuje na požadovaný produkt, roztok amonné soli, oddělený od uhličitanu vápenatého nebo od vápenaté fosforečné soli a oxid uhličitý, vznikající při reakci sráženého uhličitanu vápenatého s kyselinou trihydrogenfosforečnou se případně vracejí jako recykl.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se použije část nebo veškeré množství promývacích vod, vznikajících při promývání uhličitanu vápenatého nebo/a při zpracování vápenaté soli kyseliny trihydrogenfosforečné k nahrazování provozních ztrát amonné soli a vody při výrobě.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se přidávají stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.