



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

247512

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 25/32

/22/ Přihlášeno 25 05 84

/21/ PV 3938-84

(40) Zveřejněno 15 05 86

(45) Vydáno 16 11 87

(75)

Autor vynálezu

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

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

Roztok kyseliny trihydrogenfosforečné, vodorozpustné vápenaté soli a amoniak se reakcí převedou na sraženinu, která se ze vzniklé suspenze oddělí a zpracuje na požadovaný produkt. Ze zbylého roztoku obsahujícího amonnou sůl se přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsí regeneruje amoniak a vápenatá sůl, které je možno částečně nebo úplně vracet 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/a bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.

Doposud je většinou výroba výše uvedených produktů doprovázena tvorbou vedlejších, méně hodnotných produktů, které spotřebovávají 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 nejčastěji roztokem hydroxidu sodného.

Po oddělení sraženiny produktu ze vzniklé suspenze zůstává roztok obsahující hydrogenfosforečnan sodný.

Jak je tedy zřejmo, spočívá nedostatek dosud používaných srážecích postupů především v tom, že se kvantitativně nepřevádějí výchozí suroviny na požadovaný produkt.

Tuto nevýhodu odstraňuje podle vynálezu způsob výroby dihydrátu nebo bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého a/nebo jejich vzájemné směsi z kyseliny trihydrogenfosforečné, vodorozpustné vápenaté soli a amoniaku nebo/a hydroxidu amonného.

Podstata způsobu výroby spočívá v tom, že se do reakce uvedou kyselina trihydrogenfosforečná, vodorozpustná vápenatá sůl a amoniak nebo/a hydroxid amonný, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt, ze zbylého roztoku se přidáním oxidu nebo/a hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi regeneruje amoniak nebo/a hydroxid amonný a roztok vápenaté soli, které lze částečně nebo úplně vrátit do výroby.

Podle dalšího význaku vynálezu se může místo části nebo veškeré kyseliny trihydrogenfosforečné a části nebo veškerého amoniaku nebo/a hydroxidu amonného použít přímo nebo po přečištění dihydrogenfosforečnan amonný nebo/a hydrogenfosforečnan amonný.

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

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že se dosahuje bezodpadového cyklu výroby tím, že veškerý vstupující fosfor a vápník, kromě technologických ztrát, přecházejí na klíčový produkt. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým výrobním postupům výrazně výhodnějším.

Výroba může být kontinuální, diskontinuální, nebo kombinací obou těchto postupů. Postupuje se například tak, že roztok kyseliny trihydrogenfosforečné o koncentraci 1 - 95 % hmotnosti, roztok vodorozpustné vápenaté soli o koncentraci 1 % hmotnosti až nasyceného roztoku při dané teplotě a amoniak nebo/a hydroxid amonný se smísí současně nebo postupně, a to jednostupňově nebo vícestupňově, 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.

Ze zbylého roztoku obsahujícího amonnou sůl se regeneruje amoniak a vodorozpustná vápenatá sůl přidáním oxidu nebo hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi v tuhém stavu nebo ve vodné suspenzi. Regenerace se s výhodou provádí při teplotě odpovídající varu regenerovaného roztoku.

Amoniak nebo/a hydroxid amonný a roztok vodorozpustné vápenaté soli se po eventuálním zbavení mechanických nečistot a po případném dalším zahuštění a ochlazení mohou opět částečně nebo úplně vrátit zpět 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 vlhkého či suchého 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

10% roztok chloridu vápenatého obsahující 3 % hmotnosti chloridu hořečnatého byl v míchaném vsádkovém reaktoru smíchán s ekvimolárním množstvím kyseliny trihydrogenfosforečné o koncentraci 85 % hmotnosti, která obsahovala 1 % hmotnosti dvojfosforečnanu sodného.

Plynným amoniakem bylo upraveno pH na hodnotu 7. Teplota nepřesáhla 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 chlóřidu amonnému, do regeneračního zařízení. V regenerátoru byla udržována teplota bodu varu roztoku.

Suspenze opouštějící regenerátor byla filtrací zbavena mechanických nečistot a čirý filtrát po zahuštění a ochlazení byl použit spolu s regenerovaným amoniakem 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 veden 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 fosforečnanem vápenatým, vyznačující se tím, že se vychází z kyseliny trihydrogenfosforečné, vodorozpustné vápenaté soli a amoniaku nebo/a hydroxidu amonného, které se uvedou do reakce, ze vzniklé suspenze se oddělí sraženina, která se zpracuje na produkt, z části nebo veškerého zbylého roztoku se přidáním oxidu nebo/a hydroxidu vápenatého nebo jejich směsi, nebo směsi těchto látek s oxidem nebo/a hydroxidem hořečnatým regeneruje amoniak nebo/a hydroxid amonný a roztok vodorozpustné vápenaté soli, přičemž lze část nebo veškerý roztok vápenaté soli nebo/a část nebo veškerý amonik nebo/a část nebo veškerý hydroxid amonný vrátit do výroby.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že část nebo veškerá kyselina trihydrogenfosforečná se použije a část nebo veškerý amoniak nebo/a 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 se přidávají stabilizátory zpomalující dehydrataci dihydrátu nebo/a hydrolýzu bezvodého hydrogenfosforečnanu vápenatého.