



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00675**

(22) Data de depozit: **28.03.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.10.2015** BOPI nr. **10/2015**

(30) Prioritate:

**28.03.2007 NO 2007 1631**

(41) Data publicării cererii:

**30.04.2010** BOPI nr. **4/2010**

(86) Cerere internațională PCT:

Nr. **NO 2008/000116 28.03.2008**

(87) Publicare internațională:

Nr. **WO 2008/118024 02.10.2008**

(73) Titular:

• **YARA INTERNATIONAL ASA,**  
**P.O. BOX 2464 SOLLI, OSLO, NO**

(72) Inventatori:

• **ERIKSEN FRANK ROBERT,**  
**KORSNESVEIEN 4, ORNES, NO;**  
• **AUSTAD HANS KRISTIAN,**  
**NEDRE BOUGENVEIEN 47, TONSBERG,**  
**NO**

(74) Mandatar:

**ROMINVENT S.A.,**  
**STR. ERMIL PANGRATTI NR.35,**  
**SECTOR 1, BUCUREȘTI**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

**US 4952379; WO 2006/031139 A1**

(54) **PROCEDEU PENTRU OBTINEREA AZOTATULUI DE CALCIU**



# RO 125377 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu pentru purificarea azotatului de calciu  
obținut din fosfat, și la azotatul de calciu obținut prin procedeul conform prezentei invenții.

3 Azotatul de calciu poate fi obținut prin dizolvarea fosfatului, conținut în roci, în acid  
azotic, urmată de precipitarea azotatului de calciu sub formă de tetrahidrat, prin răcirea  
5 soluției obținute după digestie. Azotatul de calciu precipitat (CN) este separat din soluția  
obținută după digestie și neutralizat înainte de prelucrare, în vederea obținerii produsului sub  
7 formă de particule.

9 Mineralele fosfatice naturale, de exemplu, apatita, conțin, în cristal, concentrații ridi-  
cate de ioni  $\text{OH}^-$ ,  $\text{F}^-$ , sau  $\text{Cl}^-$ . Astfel, cristalele de azotat de calciu obținute din apatită conțin,  
în mod uzual, impurități sub formă de compuși cu fluor sau compuși cu fosfor. De asemenea,  
11 acestea pot conține și alte impurități care conțin fier, aluminiu etc. Aceste impurități trebuie  
îndepărtate, pentru a obține azotat de calciu adecvat pentru utilizări tehnice, de exemplu,  
13 cum ar fi utilizarea ca agent coagulant pentru latex, ca agent accelerator de priză pentru  
beton, ca agent pentru împiedicarea râncezării uleiului din rezervoare.

15 În brevetul **RU 2228906**, este descrisă separarea impurităților solide din topitura/solu-  
ția de azotat de calciu prin sedimentare. Alte procedee pentru purificare includ: precipitarea  
17 contaminanților, care conțin fluor și fosfor, cum ar fi apatita și  $\text{CaF}_2$ , în etapa de neutralizare  
prin ajustarea raportului P/F și neutralizare la pH 5-6, și separarea precipitatelor obținute  
19 într-un decantor centrifug (**US 4952379**). Totuși, aceste procedee nu permit separarea  
completă a particulelor insolubile fără utilizarea unor cantități excesive de apă, necesare  
21 pentru creșterea diferenței de densitate dintre particulele solide/precipitate și soluția de sare,  
și/sau prin creșterea timpului de sedimentare la valori atât de mari, încât implementarea  
23 procedeeului de producție continuu devine imposibilă.

25 În brevetul **US 5009792**, se descrie un procedeu de flotare pentru purificarea soluțiilor  
apoase de sare, care se bazează pe adăugarea de componenți organici pentru formarea de  
spumă, cum ar fi: ceruri, uleiuri și agenți activi de suprafață. Acesta poate fi eficient, de  
27 exemplu, pentru purificarea unui produs-azotat de calciu dizolvat, care conține învelișuri de  
ulei/ceară. Totuși, prezența componenților organici în produsele tehnice este nedorită, și ca  
29 urmare, utilizarea acestora trebuie să fie limitată la minimum, pentru a evita contaminarea  
produsului finit, prelucrat sub formă de particule.

31 De asemenea, este cunoscut procedeu de purificare, prin filtrare, folosind un filtru  
presă sau folosind alte tipuri de echipamente de filtrare, pentru purificarea soluției de sare  
33 la niveluri de puritate ridicată. Totuși, în cazul utilizării filtrării, în scopul purificării azotatului  
de calciu obținut din apatită, filtrele necesită utilizarea unui adjuvant de filtrare (de exemplu,  
35 diatomită), pentru a menține un flux de curgere acceptabil prin turta de filtrare. Cantitatea de  
adjuvant de filtrare limitează utilizarea acestui echipament de filtrare numai pentru purificarea  
37 unor volume mici de producție, deoarece cantitatea de turtă de filtrare obținută nu trebuie să  
ridice probleme privind poluarea mediului înconjurător, ceea ce implică costuri de producție  
39 ridicate. De asemenea, majoritatea filtrelor operează în regim discontinuu, ceea ce reprezintă  
un dezavantaj pentru procedeele continue de producție.

41 De asemenea, niciunul dintre procedeele de purificare prezentate în stadiul cunoscut  
al tehnicii (cu excepția unor sisteme de filtrare) nu permite obținerea unei calități "super  
43 pură"; conținutul tipic de particule insolubile în apă variind de la 400 la 1000 ppm.

45 Obiectul principal al invenției se referă la un procedeu continuu și eficient pentru  
purificarea topiturilor de azotat de calciu obținute prin digestia fosfatului natural. Un alt obiect  
se referă la un procedeu prin care se realizează reducerea conținutului de insolubile în apă,  
47 din topitura de azotat de calciu, până la o concentrație cu valori situate cu mult sub 100 ppm.

# RO 125377 B1

Un alt obiect se referă la un procedeu de obținere care să elimine dezavantajele procedeelelor menționate mai sus.	1
Obiectele prezentei invenții pot fi realizate conform caracteristicilor prezentate în descrierea care urmează și/sau în revendicările anexate.	3
Lista abrevierilor	5
CN azotat de calciu	
w.i. insolubile în apă	7
În procedeul utilizat în prezent, fosfatul natural este macerat în acid, în mod uzual, într-un recipient de digestie, și apoi soluția de macerat obținută este răcită, într-o instalație de cristalizare, pentru precipitarea azotatului de calciu sub formă de tetrahidrat. Cristalele de azotat de calciu formate s-au separat de restul de soluție prin filtrare, s-au spălat cu acid azotic și/sau apă, s-au dizolvat în apă și s-au neutralizat cu amoniac. În timpul acestui proces de neutralizare, s-a format o mulțime de compuși insolubili, cum ar fi, fluorură de calciu, apatită, (fosfați de calciu, hidroxizi de calciu, fosfați de fier etc.). În plus, soluția neutralizată mai conține materiale insolubile, provenite din fosfatul natural, cum ar fi silice și silicați. În scopul purificării soluției neutralizate de azotat de calciu (CN), s-a adăugat apă până la obținerea unei anumite densități și apoi soluția de azotat de calciu (CN) s-a amestecat cu un agent floculant. Impuritățile s-au sedimentat. În mod substanțial și s-au îndepărtat prin centrifugare. Centrifugatul obținut s-a evaporat pentru corectarea conținutului de apă și s-a prelucrat în vederea obținerii de particule (s-a granulat sau s-a perlat). Folosind acest procedeu s-a obținut azotat de calciu (CN) sub formă de produs solid, caracterizat uzual, printr-o concentrație a materialelor insolubile de 1200 ppm. Dacă produsul solid CN este dizolvat în apă se obține o soluție cu aspect lăptos, datorită prezenței acestor materiale insolubile.	9
În scopul obținerii unui azotat de calciu de puritate avansată, s-a considerat că aplicarea unei etape de centrifugare suplimentară, după etapa de digestie a fosfatului, ar putea reduce cantitatea de impurități. Din experimentările efectuate, s-a constatat faptul că impuritățile au fost reduse numai într-o oarecare măsură.	11
Prezenta invenție se bazează pe constatarea surprinzătoare a faptului că, prin introducerea cel puțin a unei etape de centrifugare după etapa de digestie și înainte de etapa de cristalizare, prin înlocuirea unității de centrifugare din procedeele anterioare cu o unitate de flotare, este posibil să se obțină un grad de purificare mai bun. Etapa a doua de purificare poate fi îmbunătățită prin adăugarea unei etape de filtrare cu nisip, după etapa de flotare. Prin operația de centrifugare, chiar după digestie, nămolul care conține materialul insolubil, provenit din unitatea de digestie, este îndepărtat într-un stadiu incipient și, în mod surprinzător, s-a constatat că această îndepărtare permite ca restul de particule insolubile să floteze la suprafață, prin adăugarea unui agent floculant în soluția neutralizată de azotat de calciu (CN). Fără a avea o fundamentare teoretică, s-a considerat faptul că, prin îndepărtarea particulelor grele, se îmbunătățește, în mod surprinzător, operația de separare din etapa de flotare, deoarece, în acest caz, procesul de flotare este mai puțin perturbat.	13
Prin urmare, un obiect al prezentei invenții se referă la un procedeu pentru obținerea azotatului de calciu purificat, procedeu care cuprinde următoarele etape:	15
- digestia fosfatului natural în acid azotic;	17
- centrifugarea soluției obținute după digestie în scopul separării, cel puțin parțiale, a resturilor de solide;	19
- răcirea și cristalizarea soluției centrifugate, în scopul formării cristalelor de azotat de calciu;	21
- filtrarea soluției de cristalizare, în scopul obținerii fazei de cristale;	23

# RO 125377 B1

- 1 - spălarea cu acid azotic și/sau apă;  
2 - dizolvarea în apă a cristalelor de azotat de calciu filtrate;  
3 - neutralizarea soluției de azotat de calciu prin adăugare de amoniac până la o  
valoare preconizată de pH;  
4 - adăugarea agentului de floclurare și flotarea soluției neutralizate de azotat de calciu;  
5 - concentrarea soluției purificate de azotat de calciu, și  
6 - prelucrarea soluției concentrate, pentru a obține particule solide de azotat de calciu.

Într-un alt aspect conform prezentei invenții, etapa de filtrare ar putea fi adăugată după etapa de flotare, de exemplu, filtrare, folosind un filtru nisip.

Într-un alt aspect, prezenta invenție se referă la un produs-azotat de calciu purificat, obținut prin procedeul descris conform prezentei invenții.

Procedeul conform prezentei invenții este un procedeu continuu și eficient. Prin implementarea secvenței inventive în etapele procedeeului, este posibil să se obțină azotat de calciu de puritate foarte ridicată în comparație cu puritatea azotatului de calciu obținut prin procedeele utilizate în prezent, în stadiul cunoscut al tehnicii. Concentrația particulelor insolubile în apă va avea valori situate cu mult sub 150 ppm. Prin dizolvarea în apă, de către utilizator, a azotatului de calciu purificat, s-a obținut o soluție limpede. Atât procedeul conform prezentei invenții, cât și produsul obținut conform acestui procedeu, nu ridică probleme în ceea ce privește poluarea mediului înconjurător, datorită evitării utilizării componentelor organici. Procedeul permite prelucrarea unor soluții cu concentrații ridicate de sare, fapt care reprezintă un mare avantaj, deoarece se diminuează cantitatea de apă care trebuie evaporată din soluție înaintea etapei de prelucrare pentru obținerea produsului finit sub formă de particule.

Lista figurilor:

- 25 - fig. 1 reprezintă o schemă de flux tehnologic a procedeeului conform prezentei invenții;  
26 - fig. 2 reprezintă o schemă de flux tehnologic a unui exemplu de comparație;  
27 - fig. 3 reprezintă o schemă de flux tehnologic a celui de-al doilea exemplu de  
28 comparație.

În continuare, invenția este prezentată în detaliu prin exemplele de realizare posibile ale acesteia. Aceste exemple de realizare nu trebuie să limiteze conceptul inventiv general în ceea ce privește introducerea unei etape de centrifugare după etapa de digestie și înlocuirea etapei de centrifugare convențională cu etapa de flotare. Acest concept inventiv general este valabil pentru prelucrarea tuturor topiturilor de azotat cunoscute în prezent, precum și pentru prelucrarea topiturilor de azotat previzibile.

**Exemplul 1**, conform prezentei invenții

În etapa 1, apatita este supusă procesului de digestie în prezență de acid azotic. Această etapă reprezintă o tehnologie convențională bine cunoscută unui specialist în domeniu. În această etapă, poate fi utilizat orice reactor și orice procedură cunoscute pentru digestia unui fosfat natural, procedură care este prezentată în mod schematic în caseta 1 din fig.1.

După digestie, lichidul macerat s-a centrifugat folosind un decantor centrifug. Aceasta este etapa 2 din fig. 1. Înainte de centrifugare, lichidul macerat s-a răcit la temperatura de 40°C. Cantitatea de lichid macerat prin centrifugare a variat în mod tipic de la 20 m<sup>3</sup> la 45 m<sup>3</sup>, și cantitatea de nămol înainte de centrifugare a fost de 3%, și după centrifugare, a fost de 0,5%. Viteza de centrifugare a fost de 440 forță - G.

Prin centrifugare, s-a îndepărtat o cantitate substanțială de nămol din lichidul macerat, valorile tipice fiind de până la 300 kg/m<sup>3</sup> lichid de nisip/pietriș și silicați, fluoruri etc.

# RO 125377 B1

După centrifugare, lichidul macerat s-a răcit într-un domeniu de temperatură cuprins între 0 și 5°C, pentru a permite azotatului de calciu să cristalizeze (etapa 3 din fig. 1). Cristalele formate sau colectate și faza cristalină s-au separat de faza lichidă prin filtrare (etapa 4 din fig. 1). Cristalele de azotat de calciu colectate s-au spălat cu acid azotic și apă (etapa 4 din fig. 1), și apoi s-au dizolvat în apă, pentru a forma o soluție de azotat de calciu (etapa 4 din fig. 1). După aceea, soluția de azotat de calciu (CN) s-a neutralizat cu amoniac până la un pH cuprins între 5,5 și 8 (etapa 7 din fig. 1). Etapele de la 3 la 7 reprezintă etape tehnologice convenționale și sunt bine cunoscute specialiștilor în domeniu.

După etapa de neutralizare, în soluția de azotat s-au adăugat unul sau mai mulți agenți de floclare (etapa 6 din fig. 1), în mod tipic în cantitate de ordinul 20...30 ppm agent floclant sub formă de soluție de agent floclant (agentul floclant s-a dizolvat în apă).

Agentul de floclare poate fi preparat într-un floclator. Floclatorul este un rezervor cu un volum efectiv de 0,87 m<sup>3</sup>, echipat cu agitator. Viteza de agitare poate fi variată și în funcție de energia necesară amestecării. În majoritatea experimentărilor, s-a utilizat o frecvență de 50 Hz, ceea ce a corespuns la o viteză de agitare de 37 rpm. De asemenea, s-au făcut experimentări, folosind frecvențe de 25 Hz și 75 Hz, din care s-a constatat faptul că modificarea acestui parametru nu a avut niciun impact pozitiv asupra gradului de purificare.

Agenții de floclare adecvați sunt de tipul: agenți de floclare anionici, în special, agenți de floclare cu greutate moleculară mare. Agentul de floclare poate fi amestecat într-un rezervor de floclare, montat înaintea instalației de flotare. Energia de amestecare și timpul de staționare sunt doi parametri importanți; amestecarea trebuie să fie suficient de puternică pentru a distribui uniform agentul floclant, dar nu foarte puternică, deoarece aceasta ar distruge agregatele de floclare formate. S-a constatat faptul că, în rezervor, este adecvat un gradient de viteză (valoare - G) de 100-150. Timpul de staționare nu trebuie să fie prea lung, deoarece temperaturile înalte pot descompune catenele polimerice ale agenților floclanți, de preferință, timpii de staționare adecvați sunt cuprinși între 8 și 12 min. După aceea, topitura de azotat de calciu (CN) sub formă floclată poate fi introdusă, în instalația de flotare din etapa 9, prin curgere gravimetrică, deoarece efectul forțelor trebuie diminuat, pentru a nu distruge "agregatul de floclare" format în rezervorul de floclare.

O a doua dozare de agent de floclare M poate fi efectuată chiar în prima parte a instalației de flotare, în scopul de a potența în continuare capacitatea de floclare. Dozarea cantității totale de soluție floclantă, numai în floclator sau numai în instalația de flotare influențează, în mod negativ, eficiența purificării.

După aceea, în etapa 7, soluția este flotată. La suprafața celulei de flotare, stratul de nămol de flotare este îndepărtat în mod continuu, de exemplu, prin utilizarea paleților rotativi. Viteza scraper-ului utilizat pentru îndepărtarea nămolului de flotare s-a ajustat în conformitate cu cantitatea de particule w.i. introdusă în flotă. Viteza prea mare poate antrena agregatele de floclare în fluxul de produs, deoarece paleții scraper-ului produc turbulență sub stratul de nămol de flotare. Viteza prea mică conduce la obținerea unui strat de nămol de flotare prea gros, ceea ce de asemenea conduce la antrenarea agregatelor de floclare.

În etapa 7, prin gura de alimentare a instalației de flotare, poate fi introdus lichidul de dispersie (N), s-a introdus de la 5% în volum la 10% în volum lichid de dispersie, în funcție de concentrația topiturii de azotat de calciu (CN). Lichidul de dispersie poate fi preparat într-un recipient presurizat, poate fi alimentat cu apă rece și aer sub presiune de 6,0 bari, de preferință, fie cu apă rece saturată cu aer sub presiune de 5...6,5 bari, fie cu topitură purificată de azotat de calciu (CN) reciclată, saturată cu aer sub aceeași presiune. Deoarece lichidul de dispersie este amestecat cu topitura de azotat de calciu (CN), presiunea este

# RO 125377 B1

1 redusă față de presiunea atmosferică, și aerul este eliberat sub formă de bule fin dispersate  
în topitura de azotat de calciu (CN). Bulele de aer se ridică la suprafața celulei de flotare,  
3 antrenând agregatele de floclare care conțin particule w.i. Concentrația de particule w.i. la  
ieșirea din instalația de flotare a fost de 100...150 ppm. Cele mai bune rezultate au fost cu  
5 concentrație scăzută de topitură de azotat de calciu (CN) (56...58%), cu aproximativ 25 ppm  
de agent de floclare adăugat în două etape, și cu 8...10% lichid de dispersie, astfel că, în  
7 soluția pură de azotat de calciu (CN), concentrația de impurități a fost de 50...100 ppm.

De asemenea, opțional, s-a experimentat utilizarea unei instalații de filtrare cu nisip,  
9 conform etapei 8. În etapa 8, topitura de azotat de calciu (CN) este, opțional, alimentată  
într-o instalație de filtrare cu nisip, de preferință, într-un decantor capsulat, pentru fasonare.  
11 La instalația pilot de flotare, s-a conectat un filtru de nisip pilot. Topitura purificată de azotat  
de calciu (CN), utilizată ca sursă de alimentare, s-a caracterizat printr-un conținut de w.i.  
13 cuprins între 150 și 300 ppm. La o încărcare a suprafeței care variază de la 2 la 7 m/oră,  
topitura fasonată de azotat de calciu (CN) existentă pe filtrul nisip a conținut mai puțin de  
15 50 ppm particule insolubile în apă (w.i). Filtrul nisip a funcționat, în mod continuu, atât timp  
cât încărcarea totală de particule insolubile în apă (w.i) s-a menținut sub 1500 g/m<sup>2</sup> oră.  
17 Aproximativ 10% din topitura de azotat de calciu (CN) de alimentare s-a utilizat ca lichid de  
spălare pentru regenerarea nisipului. După spălare, lichidul de spălare a conținut aproximativ  
19 0,1% particule insolubile în apă (w.i).

De preferință, filtrele nisip conțin nisip a căror mărime a particulei variază de la 1,2  
21 la 2,0 mm. Prin filtrare, este îndepărtată majoritatea particulelor insolubile în apă (w.i.)  
rămase. Filtrul nisip este regenerat, în mod continuu, prin spălarea nisipului cu cantități mici  
23 de topitură de azotat de calciu (CN). Acest lichid de spălare, de preferință, ar trebui să fie  
recirculat în instalația de flotare.

25 Atunci când, prin procedeul conform prezentei invenții, se obține o soluție pură de  
azotat de calciu (CN), care conține o concentrație de insolubile de ordinul 60...70 ppm,  
27 această concentrație, extrapolată pentru azotatul de calciu (CN) solid, reprezintă valori mai  
mici de 100 ppm particule insolubile.

29 Prin expresia "agregat de floclare", se înțeleg particule agregate sau particule  
coagulate care pot fi obținute prin tratare cu agenți de floclare.

31 Produsul purificat conform etapelor de la 1 la 7 ale procedurii conform prezentei  
invenții este adecvat pentru prelucrare ulterioară, cum ar fi evaporarea și transformarea în  
33 particule.

## Exemplul 2 comparativ

35 Conform fig. 2, apăta s-a macerat într-un exces de acid azotic (etapa 1). Soluția  
macerată s-a răcit la o temperatură cuprinsă între 0 și 5°C, pentru a declanșa reacția de  
37 precipitare a azotatului de calciu tetrahidrat, sub formă de cristale (etapa 3). Cristalele de  
azotat de calciu (CN) s-au separat prin filtrare (etapa 4), s-au spălat (etapa 4) și s-au dizolvat  
39 și s-au diluat cu apă, pentru a obține o densitate de 1,49 kg/m<sup>3</sup> la temperatura de 50°C  
(etapa 4). Soluția diluată de azotat de calciu (CN) s-a neutralizat cu amoniac până la pH egal  
41 cu 6,5 (etapa 5) și s-a adăugat un agent de floclare (etapa 6), pentru a forma o soluție de  
azotat de calciu (CN), denumită soluția A.

43 O parte din soluția A s-a transferat într-un vas de sticlă și s-a saturat cu aer (bule fine  
de aer provenite de la un dispozitiv pentru sinterizarea sticlei (etapa 9).

45 Soluția saturată cu aer a fost apoi lăsată în repaus. Particulele floclate s-au  
sedimentat lent, la fundul vasului. Aproape nicio particulă nu s-a ridicat la suprafață.

O parte din soluție s-a centrifugat într-un decantor centrifug, pentru îndepărtarea particulelor insolubile și/sau a particulelor flocculate (etapa 10). Centrifugatul s-a analizat din punct de vedere al conținutului de insolubile în apă. Concentrația de particule insolubile în centrifugat (filtrat) a fost de ordinul 770 la 850 ppm. Centrifugatul a avut un aspectul vizual lăptos.

### Exemplul 3 comparativ

Conform fig. 3, apatita s-a macerat într-un exces de acid azotic (etapa 1). Soluția macerată s-a transferat într-un decantor centrifug, având aceeași viteză ca și în exemplul 2, în care s-a îndepărtat majoritatea particulelor insolubile (etapa 2). Apoi, centrifugatul s-a răcit la o temperatură cuprinsă între 0 și 5°C, pentru a declanșa reacția de precipitare a azotatului de calciu tetrahidrat sub formă de cristale (etapa 3).

Cristalele de azotat de calciu (CN) s-au îndepărtat prin filtrare (etapa 4) și s-au diluat până la o densitate de 1,53 kg/m<sup>3</sup> la temperatura de 50°C (etapa 4).

Soluția diluată de azotat de calciu (CN) s-a neutralizat cu amoniac (etapa 5) și s-a adăugat agent de flocculare (etapa 6), pentru a forma o soluție de azotat de calciu (CN), denumită soluția B.

O parte din soluția B s-a transferat într-un vas de sticlă și s-a saturat cu aer (etapa 9). După 10 min de repaus, aproape toate particulele coagulate s-au deplasat către suprafața soluției. Aceasta reprezintă o orientare inversă față de exemplul 2, în care majoritatea particulelor s-au sedimentat.

O parte din soluția B s-a transferat într-un decantor centrifug, pentru îndepărtarea insolubilelor. Centrifugatul s-a analizat din punct de vedere al w.i. și s-a constatat că acesta conține 560 ppm. Aspectul soluției este mai puțin lăptos decât aspectul corespunzător soluției din exemplul 2.

Evaporarea și transformarea în particule a lichidului a condus la obținerea azotatului de calciu (CN) solid, cu o concentrație de material insolubil de ordinul 800 ppm.

Exemplul 3 demonstrează faptul că, prin introducerea numai a unei singure etape de centrifugare, în procedeele cunoscute în stadiul tehnic de specialitate, nu se poate obține un grad de purificare de ordinul prevăzut de prezenta invenție.

## Revendicări

1

3 1. Procedeu pentru obținerea azotatului de calciu purificat din topitură de azotat de  
calciu, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde următoarea succesiune de etape:

5

(1) digerarea apatitei în acid azotic,

(2) centrifugarea soluției pentru separarea parțială a resturilor solide,

7

(3) răcirea și cristalizarea soluției macerate de azotat de calciu,

(4) filtrarea cristalelor de azotat de calciu, obținute în etapa 3, spălarea acestora cu  
9 acid azotic și/sau apă, dizolvarea în apă,

(5) neutralizarea soluției de azotat de calciu cu amoniac,

11

(6) adăugarea agentului de floclare la soluția neutralizată de azotat de calciu din  
etapa (5), și

13

(7) etapa de flotare.

2. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 1, **carac-**  
15 **terizat prin aceea că**, mai cuprinde, suplimentar, o etapă (8) de filtrare cu nisip, care se  
realizează după adăugarea agentului de floclare.

17

3. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 2, **carac-**  
19 **terizat prin aceea că** nisipul utilizat în etapa (8) de filtrare cu nisip are o dimensiune a  
particulei care variază de la 1,2 la 2,0 mm.

21

4. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 1 sau  
2, **caracterizat prin aceea că** este un procedeu continuu.

23

5. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform oricăreia dintre  
25 revendicările precedente, **caracterizat prin aceea că** agentul de floclare poate fi un agent  
de floclare anionic.

27

6. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 5, **carac-**  
27 **terizat prin aceea că** agentul de floclare poate fi un agent de floclare anionic cu greutate  
moleculară mare.

29

7. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform oricăreia dintre  
29 revendicările precedente, **caracterizat prin aceea că** etapa (6) de adăugare de agent de  
floclare este realizată într-un rezervor de floclare.

31

8. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 7, **carac-**  
33 **terizat prin aceea că** gradientul de viteză în rezervorul de floclare este de 100...150 G și  
timpul de staționare variază de la 8 la 12 min.

35

9. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 7 sau  
35 8, **caracterizat prin aceea că** agentul de floclare este adăugat în două etape, adică înainte  
și după rezervorul de floclare.

37

10. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform oricăreia dintre  
37 revendicările precedente, **caracterizat prin aceea că**, în etapa (6) de adăugare de agenți  
de floclare, se poate introduce, suplimentar, un lichid de dispersie într-un volum total de  
39 5...10%, raportat la volumul total de topitură, în funcție de concentrația topiturii de azotat de  
calciu.

41

11. Procedeu de obținere a azotatului de calciu purificat, conform revendicării 10,  
43 **caracterizat prin aceea că** lichidul de dispersie este constituit din apă rece saturată cu aer  
sub presiune de 5...6,5 bari, sau din topitură de azotat de calciu saturată cu aer la presiune  
de 5...6,5 bari.

45



(51) Int.Cl.

C01F 11/36 (2006.01),

C01F 11/38 (2006.01)

1) Macerarea apatitei cu acid azotic	1)	1)
2) Centrifugare		2)
3) Răcire și Cristalizare	3)	3)
4) Filtrare	4)	4)
5) Spălare cu acid azotic și/sau apă	5)	5)
6) Diluare cu apă	6)	6)
7) Neutralizare cu amoniac	7)	7)
8) Adăugare de flocculant	8)	8)
9) Flotare		
10) Filtrare cu nisip		

Fig. 1

11)	11)
Saturare cu aer	Saturare cu aer

12)	12)
Centrifugare	Centrifugare

Fig. 2

Fig. 3

