



(19) **UA** (11) **80 690** (13) **C2**
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 20040604175, 01.06.2004

(24) Дата начала действия патента: 25.10.2007

(46) Дата публикации: 25.10.2007C05C 1/00
20060101CFI20061601BNUA C05G
1/06 20060101ALI20061601BNUA

(72) Изобретатель:

Спатар Николай Петрович, UA,
Скляров Виталий Леонидович, UA,
Власенко Юрий Михайлович, UA,
Божко Татьяна Петровна, UA,
Хаконова Светлана Владимировна, UA,
Вахрушев Юрий Аполлинариевич, UA,
Иоськова Людмила Степановна, UA,
Чабан Игорь Васильевич, UA,
Грицев Роман Герасимович, UA,
Кузнецова Светлана Юрьевна, UA

(73) Патентовладелец:

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
"АЗОТ", UA

(54) Способ получения сложного азотно-фосфорного МИНЕРАЛЬНОГО удобрения

(57) Реферат:

Изобретение относится к отрасли химической промышленности и может быть использовано для получения сложного азотно-фосфорного минерального удобрения на основе аммиачной селитры и амофоса. Способ получения сложного азотно-фосфорного удобрения путем смешивания циркуляцией высококонцентрированного 99,5-99,7 % плава аммиачной селитры с содержанием 0,5-0,7 % сульфата аммония и порошковидного амофоса из расчета 55-163 кг на 1000 кг аммиачной селитры при температуре 180-185 °C

в аппарате-смесителе до полной гомогенизации компонентов. Использование изобретения позволяет получать удобрение с крепкими гранулами, которые являются термостабильными и недетонирующими.

Официальный бюллетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2007, N 17, 25.10.2007. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **80 690** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 20040604175, 01.06.2004

(24) Effective date for property rights: 25.10.2007

(46) Publication date: 25.10.2007C05C 1/00
20060101CFI20061601BHUA C05G
1/06 20060101ALI20061601BHUA

(72) Inventor:

Spatar Mykola Petrovych, UA,
Skliarov Vitalii Leonidovych, UA,
Vlasenko Yurii Mykhailovych, UA,
Bozhko Tetiana Petrivna, UA,
Khakonova Svitlana Volodymyrivna, UA,
Vakhrushev Yurii Apollinariievych, UA,
Ioskova Liudmyla Stepanivna, UA,
Chaban Ihor Vasyliovych, UA,
Hrytsiv Roman Herasymovych, UA,
Kuznetsova Svitlana Yuriivna, UA

(73) Proprietor:

"AZOT", OPEN JOINT-STOCK COMPANY, UA

(54) process for the preparation of complex nitrogen-phosphorus MINERAL fertilizer

(57) Abstract:

The invention relates to the field of chemical industry, and can be used for obtaining complex nitrogen-phosphorus fertilizer based on ammonium nitrate and amophos. A process for the preparation of complex nitrogen-phosphorus fertilizer by mixing with circulation of highly concentrated 99.5-99.7 % of melt of ammonium nitrate with a content of 0.5-0.7 % of ammonium nitrate and powdered amophos as counting of 55-163 kg per 1000 kg of ammonium saltpeter at

the temperature of 180-185 °C in the apparatus-mixer till a complete homogenization of components. The use of the invention allows obtaining a fertilizer with solid granules, which are thermally stable and antiknock.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2007, N 17, 25.10.2007. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **80 690** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
20040604175, 01.06.2004

(24) Дата набуття чинності: 25.10.2007

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 25.10.2007C05C 1/00
20060101CFI20061601BNUA C05G
1/06 20060101ALI20061601BNUA

(72) Винахідник(и):

Спатар Микола Петрович, UA,
Склярів Віталій Леонідович, UA,
Власенко Юрій Михайлович, UA,
Божко Тетяна Петрівна, UA,
Хаконова Світлана Володимирівна, UA,
Вахрушев Юрій Аполлінарійович, UA,
Іоськова Людмила Степанівна, UA,
Чабан Ігор Васильович, UA,
Гриців Роман Герасимович, UA,
Кузнецова Світлана Юріївна, UA

(73) Власник(и):

ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО
"АЗОТ", UA

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СКЛАДНОГО АЗОТНО-ФОСФОРНОГО МІНЕРАЛЬНОГО ДОБРИВА

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі хімічної промисловості та може бути використаний для одержання складного азотно-фосфорного мінерального добрива на основі аміачної селітри та амофосу. Спосіб одержання складного азотно-фосфорного добрива шляхом змішування циркуляцією висококонцентрованого 99,5-99,7 %

плаву аміачної селітри з вмістом 0,5-0,7 % сульфату амонію і порошкоподібного амофосу з розрахунку 55-163 кг на 1000 кг аміачної селітри при температурі 180-185 °C у апараті-змішувачі до повної гомогенізації компонентів. Використання винаходу дозволяє одержувати добриво з міцними гранулами, які термостабільні та недетонаційні.

Опис винаходу

Винахід відноситься до галузі хімічної промисловості і може бути використаний для виробництва складного азотно-фосфорного мінерального добрива для сільського господарства на основі аміачної селітри з добавками амофосу.

Відоме "Сложное азотно-фосфорное минеральное удобрение и способ его получения" (патент Росії № 2174970C05C1/00, C05G/06 2001).

За даним способом в апарат-нейтралізатор ВТН (використовувач тепла нейтралізації) подається 58% азотна кислота (HNO_3) і 52% екстраційна фосфорна кислота (P_2O_5), отримана шляхом сірчано-кислотного розкладання природного кальційфосфату з подальшим відділенням, фільтруванням фосфогіпсу і упарюванням фільтрату, у кількості 20-60кг на 1000кг цільового продукту.

При цьому вміщуючу 0,4% фтору корозієагресивну фосфорну кислоту вводять у ВТН вище зони змішування аміаку з азотною кислотою, що, за твердженням авторів винаходу, усуває корозію титанового сифона вводу азотної кислоти в ВТН.

Кислий розчин аміачної селітри з фосфатами амонію після ВТН донеітралізують, упарюють у випарному апараті до вмісту води 0,15%, проводять контрольну донеітралізацію аміаком і лише після цього гранулюють, отримуючи продукт, що містить 33% азоту і до 6% P_2O_5 .

Недоліком цього засобу є ускладнення технології одержання азотно-фосфорного добрива за рахунок стадії отримання екстраційної фосфорної кислоти і упарювання цієї кислоти до 52% P_2O_5 . При цьому фосфорна кислота і потім моноамонійфосфат, що містять 0,4% фтору, проходять усі стадії виробництва аміачної селітри, що, з одного боку, спричиняє корозію основних апаратів і трубопроводів, а з іншого - присутні в екстраційній фосфорній кислоті домішки кальцію, заліза і алюмінію [А.А.Соколовський, Т.П.Уманец "Краткий справочник по минеральным удобрениям" М., 1977 г., стр.162] відкладаються на теплообмінних поверхнях у вигляді їх гідрооксидів і фосфатів, що погіршує теплообмін і вимагає частіше зупиняти агрегат для чищення випарного апарата.

Інший "Способ получения сложных азотно-фосфорных удобрений" [патент Росії № 2171795 7C05B7/00, C05C1/00], що включає амонізацію суміші розчину аміачної селітри концентрацією 89-92% з екстраційною фосфорною кислотою концентрацією 52-54%, або з розчином моноамонійфосфату, отриманим шляхом амонізації екстраційної фосфорної кислоти концентрацією 30-42% у перерахунок на P_2O_5 , з наступним упарюванням, гранулюванням суміші і обробкою готового продукту ПАР (поверхнево активна речовина).

Одержане складне азотно-фосфорне добриво містить: N-32,2%; P_2O_5 -4,8%; H_2O -0,3%; ПАР-0,04%; рН 10%-ного водного розчину - 5, статична міцність гранул 3,0кг/гранулу.

Недоліком цього способу є також ускладнення технології за рахунок попереднього отримання розчину моноамонійфосфату в окремій установці шляхом нейтралізації упареної екстраційної фосфорної кислоти, що містить розчинені фосфати кальцію, заліза і алюмінію, котрі при наступній нейтралізації створюють об'ємні осадки фосфатів і гідрооксидів.

Як при першому так і при другому відомих способах корозійний розчин суміші аміачної селітри та фосфоровмісної добавки продовжує контактувати з основним технологічним обладнанням.

Випадаючі осадки і нерозчинені домішки попадають у випарний апарат, що викликає забивання його теплообмінних поверхонь. Крім того, екстраційна кислота і отриманий з неї моноамонійфосфат також містять до 0,4% фтору, який викликає корозію обладнання.

Відомий також [патент GB1215016 від 09.12.1970 "Метод десенсібілізації добрива азотно-кислого амонію і отриманого продукту"], який стосується зниження чутливості, тобто здатності нітрату амонію (аміачної селітри) займатися і детонувати в результаті введення азотно-фосфорних домішок, а саме - діамонійфосфату та моноамонійфосфату.

Технічним завданням запропонованого способу є усунення недоліків відомих способів та удосконалення виробництва з метою одержання продукту, що має підвищену міцність (4,5кг/гранулу) і термостабільність гранул.

Ця мета вирішується шляхом введення фосфоровмісної домішки у вигляді порошкоподібного амофосу, що містить 10% азоту і 50% P_2O_5 у кількості 111-163кг на 1000кг аміачної селітри.

З метою виключення корозії основного обладнання і трубопроводів, викликаній присутністю в амофосі фтору, фосфоровмісна добавка (амофос) вводиться на кінцевій стадії технологічного процесу в висококонцентрований, 99,5-99,7%, плав аміачної селітри з вмістом ~ 0,5% сульфату амонію $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ при температурі 180-185°C, що забезпечує умови змішування компонентів.

Змішування проводиться в спеціальному змішувачі, що має підігрів, шляхом циркуляції плаву аміачної селітри і порошкоподібного амофосу до повної гомогенізації компонентів. Одержана суміш донеітралізується аміаком до рН 4-5, газу, що виділяється у змішувачі, уловлюється в адсорбері слабким розчином аміачної води (NH_4OH) - 5%; рН 9,5, яка відводиться в збірник рідких добрив.

Введення фосфоровмісної добавки (амофосу) в аміачну селітру додатково до існуючої сульфатної заміною структурні перетворення стадій перекристалізації з II-III-IV на II-IV, що забезпечує проведення процесу охолодження гранул амселітри з мінімальними об'ємними і структурними змінами, сприяє підвищенню міцності гранул за рахунок щільності упакування речовини (кристалічні модифікації аміачної селітри: II - тетрагональна; III - ромбічна або моноклінна; IV - ромбічна біпірамідальна [М.А. Миниович "Производство аммиачной селитры", М., 1968, стор. 14].

Приклад

Дослід проведений на промисловому агрегаті АС-67, БАТ "Азот", м.Черкаси.

Розчин аміачної селітри, отриманий в апараті ВТН, шляхом подачі 70т/год 58% азотної кислоти (HNO_3); 0,21т/год 96% сірчаної кислоти (H_2SO_4) і 11т/год аміаку (NH_3) донеїтралізовувався до рН 4 і упарювався до вмісту води $\approx 0,3\%$.

Одержаний плав аміачної селітри з температурою 180 °С подавався в змішувач, у який вводили 5-6т/год порошкоподібного амофосу.

Після гомогенізації, шляхом циркуляції аміачної селітри і амофосу, суміш донеїтралізовувалась аміаком до рН 4-5 і гранулювалась у грануляційній башті. Готова речовина охолоджувалась у киплячому шарі до 20-50 °С і оброблялась ПАР.

Одержані дві дослідно-промислові партії азотно-фосфорного мінерального добрива з вмістом P_2O_5 4% і 5% були досліджені в Центральній лабораторії БАТ "Азот" на міцність гранул та їх термостабільність.

Гранули добрива (100шт) діаметром 3мм нагрівали 1 год до 60°С, потім охолоджували до кімнатної температури 20-23°С, після чого визначали їх статичну міцність (кг/гранулу) та частку незруйнованих гранул.

Вміст води в продукті:

партія №1 - 0,32%; партія №2 - 0,8%; рН - 4,4-4,7

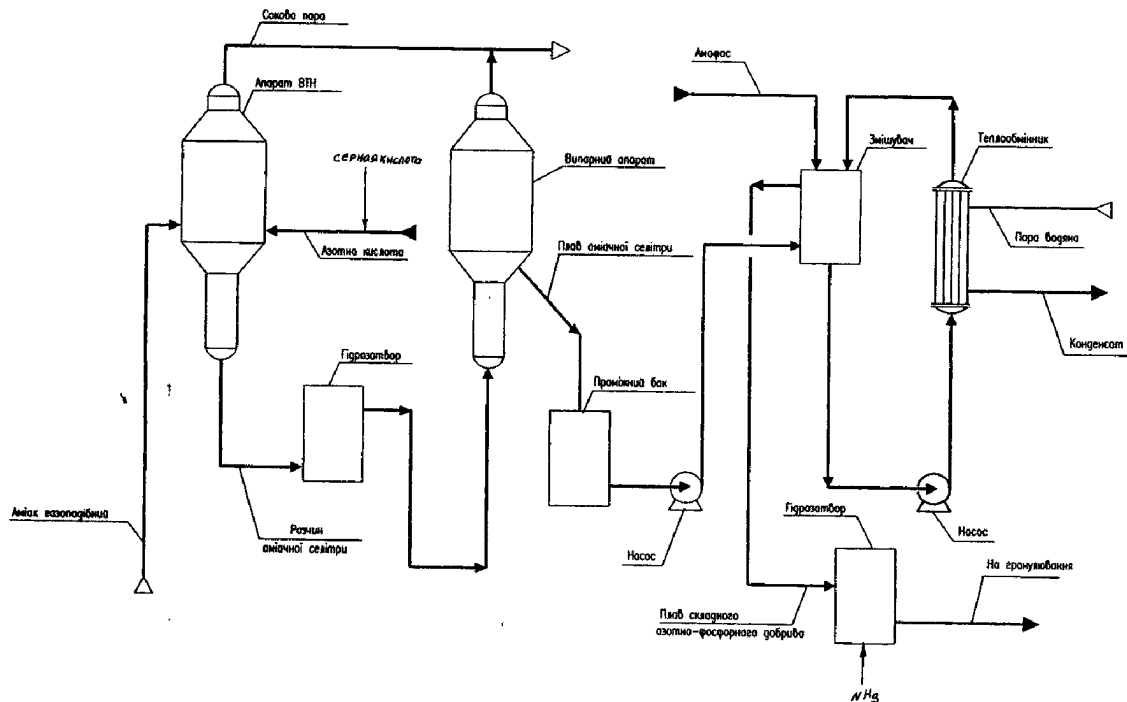
Результати дослідження виявили, що гранули азотно-фосфорного мінерального добрива з фосфатно-сульфатною добавкою $\text{P}_2\text{O}_5 \sim 4\%$; $\text{SO}_4 \sim 0,4\%$, одержаного на основі аміачної селітри і порошкоподібного амофосу (111-163кг на 1000кг аміачної селітри) стійкі до руйнування при коливаннях температур 20-60°С, витримують до 100 переходів структури кристалів з III модифікації в IV і навпаки, тобто мають підвищену міцність і високу термостабільність.

Зразок добрива, одержаного заявленим способом, був підданий детонаційному тестуванню фірмою Holland Novochem B.V.Ukraine.

Партії добрива	Таблиця результатів дослідження азотно-фосфорного добрива на термостабільність										
	Міцність (кг/гранулу) і доля в (%) цілих гранул, діаметром 3 мм, по термоциклах										
	Термоцикли										
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
№1. P_2O_5 -4%	3,6/100	1,8/100	1,6/98	1,4/98	1,5/98	1,4/98	1,3/98	1,2/98	1,1/96	1,0/96	1,0/94
№2. P_2O_5 -5%	4,8/100	3,0/90	1,9/80	1,6/79	1,4/79	1,4/79	1,4/79	1,3/79	1,2/79	1,1/79	1,1/78

За результатами дослідів зроблено висновок, що це добриво не детонує.

Таким чином, запропонований спосіб одержання складного азотно-фосфорного мінерального добрива має переваги перед відомими способами в тому, що високоякісне добриво з підвищеним вмістом P_2O_5 одержується без ускладнення технології виробництва аміачної селітри. Усувається корозія обладнання і трубопроводів, виключається забивання теплообмінної поверхні відокремлюваними частками солей, які присутні в екстракційній фосфорній кислоті. Додаються такі важливі якості добрива, як підвищена міцність гранул, їх термостабільність та недетонаційність.



Формула винаходу

5 Спосіб одержання складного азотно-фосфорного добрива шляхом змішування циркуляцією висококонцентрованого 99,5-99,7 % плаву аміачної селітри з вмістом 0,5-0,7 % сульфату амонію і порошкоподібного амофосу з розрахунку 55-163 кг на 1000 кг аміачної селітри при температурі 180-185 °С у апараті-змішувачі до повної гомогенізації компонентів.

10 Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2007, N 17, 25.10.2007. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

U A 8 0 6 9 0 C 2

U A 8 0 6 9 0 C 2