

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS  
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN  
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 760183 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS  
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG  
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE  
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 760183

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -  
International patent classification  
C05B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 27.01.1976

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 27.01.1976

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 31.07.1976

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

30.01.1975 GB 754095

(71) Hakija - Sökande - Applicant

**1 • Scottish Agricultural Industries Limited**, 25 Ravelston Terrace Edinburgh, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

**1 • Davidson, Eric**, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

**Kolster Oy Ab**, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

**Kiinteän ammoniumfosfaatin valmistus**

**Framställning av ammoniumfosfat**

Scottish Agricultural Industries Limited, 25 Ravelston Terrace, Edinburgh  
EH4 3ET, Skotlanti

#### Kiinteän ammoniumfosfaatin valmistus - Framställning av fast ammoniumfosfat

Esiteltävä keksintö kohdistuu menetelmään kiinteän ammoniumfosfaatin, erikoisesti monoammoniumfosfaatin valmistamiseksi.

Ammoniumfosfaatit, kuten monoammoniumfosfaatti,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , (jota tämän jälkeen kutsutaan nimellä MAP) ja diammoniumfosfaatti,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , (jota tämän jälkeen kutsutaan nimellä DAP) ja näiden suolojen seokset ovat edullisia lannoitteiden aineosia, koska ne luovuttavat sekä typpeä että fosforia, kahta alkuainetta, jotka ovat oleellisia kasvin kasvulle. Tiedetään hyvin, että lannoitelaatua olevia ammoniumfosfaatteja voidaan valmistaa menetelmän avulla, joka käsittää märkämenetelmän avulla saadun fosforihapon käsittelyn ammoniakilla. Ammoniumfosfaatille on tunnusomaista sen sisältämän typen ja fosforin välinen atomisuhde, jota tavallisesti kutsutaan N:P-atomisuhdeksi; täten monoammoniumfosfaatin N:P-atomisuhde on 1,0 ja seoksen, joka sisältää ekvimolaariset määrät monoammoniumfosfaattia ja diammoniumfosfaattia, N:P-atomisuhde on 1,5. Koostumuksissa, jotka sisältävät muita typpi- tai fosforiyhdisteitä ammoniumfosfaatin lisäksi, N:P-atomisuhde tarkoittaa vain suhdetta ammoniumfosfaatissa.

Tunnetaan jo menetelmä hienojakoisen kiinteän tuotteen, jonka sisältämän ammoniumfosfaatin N:P-atomisuhde on 0,95 - 1,10 valmistamiseksi, jol-

loin märkämenetelmän mukaan valmistettua fosforihappoa sisältävä pähapposyöttö lisätään yhdessä ammoniakkin kanssa ammoniumfosfaatin vesilietteeseen, joka tiiviydeltään on juoksevaa työlämpötilassa ja jossa N:P-atomisuhde on välillä 1,3 - 1,5 ja jolloin muodostuu lisää oleellisesti saman koostumuksen, pitoisuuden ja juoksevuuden omaavaa lietettä, mainitusta lietteestä poistetaan määrä, joka vastaa likimain fosforihapon ja ammoniakkin lisäyksestä muodostunutta määrää, jonka jälkeen poistettu liete sekoitetaan toisihapposyötön (esim. märkäprosessista saatua fosforihappoa) kanssa N:P-atomisuhteen alentamiseksi arvoon 0,95 - 1,10, kosteus poistetaan seoksesta, poistetun vesilietteen ja toisihapposyötön vesipitoisuuksien ollessa sellaisia, että seos kiinteytyy kosteuden poistokäsittelyn aikana, jolle seos altistetaan ajaksi, joka riittää muodostamaan ympäristölämpötilassa kiinteän tuotteen.

Edellä esitettyä menetelmää kutsutaan tämän jälkeen "esitetyn tapaiseksi menetelmäksi". Eräs tämän menetelmän esimerkki on esitetty brittiläisessä patentissa no: 951,476.

Hienojakoinen kiinteä tuote, joka sisältää brittiläisen patentin no: 951,476 mukaisen menetelmän avulla valmistettua ammoniumfosfaattia, on erittäin sopiva käytettäväksi aineosana granuloidaessa sekoitettuja NPK-lannoitteita, joiden osasten läpimitta on pienempi kuin 3,5 mm (yleensä vähintään 90 % tuotteesta läpäisee 3,5 mm:n standardiseulaverkon). Tämän kokoalueen saavuttamiseksi on joskus välttämätöntä seuloa tuote ja jauhaa ylikokoiset osaset.

On havaittu, että ylisuuren, so. suuremman kuin 3,5 mm:n tuotteen osuus riippuu kiinteää ammoniumfosfaattituotetta valmistettaessa käytetyn märkämenetelmän mukaisen fosforihapon sisältämistä epäpuhtauksista. Merkittäviin epäpuhtauksiin kuuluvat rauta, alumiini, magnesium ja fluori. Näiden alkuaineiden vaikutukset riippuvat toisistaan ja pienet muutokset osuudessa ja määrässä vain yhden suhteen näistä voivat vaikuttaa siihen, paljonko tuote on ylikokoinen.

On havaittu brittiläisen patentin no: 951,476 mukaista menetelmää käytettäessä, että eräät märkämenetelmän mukaan saadut hapot sisältävät määrättyjä osuuksia edellä mainittuja epäpuhtauksia antaen jauhemaisen tuotteen, joka vaatii vain vähän tai ei lainkaan jauhatusta halutun raekoon omaavan tuotteen saamiseksi. Tutkittaessa tämän tyyppistä tuotetta on havaittu, että jauhe muodostuu yksittäisistä kiteistä tai löyhistä kideaggregaateista ja että näiden kiteiden koot ovat alueella 30 - 200 mikrometriä. Kuitenkin toiset märkämenetelmän mukaan saadut hapot sisältävät epäpuhtauksia poikkeavina määrinä ja/tai suhteina, esimerkiksi märkä-

menetelmän mukaan valmistetut hapot valmistettuina eräistä fosfaattikivilaa-  
duista, kuten Marokosta ja Tunisiasta saaduista, voivat antaa tuotteen,  
joka muodostuu kiteistä, joiden koot ovat pienempiä kuin edellä mainittu  
30 - 200 mikrometrin alue. Näin pienet kiteet muodostavat tavallisesti  
lujia ylikokoista materiaalia olevia kasaumia sillä tuloksella, että tar-  
vitaan tuotteen ylimääräinen jauhatus. Tämä ylimääräinen jauhatus on epä-  
suotava jauhatukseen tarvittavan ylimääräisen energiakulutuksen vuoksi.

Olemme nyt havainneet, kuten seuraavassa esitetään, miten voidaan  
valmistaa mitä alkuperää tahansa olevasta märkämenetelmän mukaisesta haposta  
ammoniumfosfaattituotetta, joka sisältää pääasiallisesti edellä mainitulla  
kokoalueella 30 - 200 mikrometriä olevia MAP-kiteitä ja jossa ylikokoisten  
kidekasaumien, so. suurempien kuin 3,5 mm, lukumäärä on alentunut niin  
että saadaan jauhemainen, ilmavan vaikutuksen antava kiinteä aine ilman  
ylimääräistä jauhatusta.

Olemme nyt havainneet, että esitetyn tapaisessa menetelmässä MAP-  
kiteiden kasvu paranee, jos välillä 1,3 - 1,5 olevan N:P-atomisuhteen  
omaava ammoniumfosfaattiliete valmistettuna ammonioimalla märkämenetelmän  
mukaista fosforihappoa sekoitetaan ensin vain osaan toisiohapposyöttöä  
ennen sen johtamista kosteuden poistoyksikköön. Ammoniumfosfaatin vesi-  
lietteen ja toisiohapposyötön osan sekoittaminen aiheuttaa erään MAP-määrän  
valvotumman saostumisen ja siten ytimien muodostumisen kiteiden jatkakas-  
vua varten. Parannus saavutetaan sekoittamalla 15 - 85 tilavuusprosenttia  
toisiohapposyötöstä ammoniumfosfaatin vesilietteen kanssa pienen MAP-  
määrän saostamiseksi. Loppuosa toisiohapposyötöstä lisätään sitten käsi-  
teltyyn lietteeseen menetelmän myöhemmässä vaiheessa.

Esiteltävä keksintö antaa meille esitellyn tapaisen menetelmän hieno-  
jakoisen kiinteän tuotteen valmistamiseksi, joka sisältää N:P-atomisuhteen  
0,95 - 1,10 käsittävää ammoniumfosfaattia, jolloin poistettu liete sekoite-  
taan ensin 15 - 85 tilavuusprosenttia olevan toisiohapposyötön osan kanssa  
ja toisiohapposyötön loppuosa lisätään menetelmän myöhäisemmässä vaiheessa.

N:P-atomisuhteen ollessa pienemmän kuin 0,95 tulee ammoniumfosfaatti  
eittämättä happameksi, syövyttäväksi ja hygroskooppiseksi vapaan fosfori-  
hapon läsnäolosta johtuen ja koska keksintö kohdistuu ensi sijassa kiin-  
teän MAP-tuotteen valmistukseen, on N:P-atomisuhteen yläraja asetettu  
arvoon 1,20. Suuremman kuin noin 1,6 olevan N:P-atomisuhteen käsittävän  
ammoniumfosfaatin vesilietteen valmistaminen aiheuttaa tavallisesti ammo-  
niakkihäviöitä ja jos vesilietteen sisältämän ammoniumfosfaatin N:P-atomi-  
suhde on pienempi kuin noin 1,2, lämpötilan nousu ja muut vaikutukset  
sekoituksessa toisiohapposyötön kanssa ovat yleensä riittämättömiä haih-  
tumista ja kiteytymistä varten, mitkä ovat tarpeen halutun kiinteän tuot-  
teen valmistamiseksi huoneenlämpötilassa. On muistettava, että ammonium-

fosfaatin liukoisuus ammoniumfosfaatin vesilietteeseen on suurimmillaan N:P-atomisuhteella noin 1,4 ja tähän suhteeseen liittyy pH-arvo noin 6,5.

Termillä "kiinteä" tarkoitetaan kiinteiden aineiden ja liukenevien aineosien kyllästetyn vesiliuoksen perusteellista seosta, jolloin liuoksen osuus on pienempi kuin määrä, joka tarvitaan enemmän kuin nesteen jäänteiden eroittumiseen tuotteesta puristus-paineen ollessa  $0,42 \text{ kp/cm}^2$ , mikä vastaa tavanomaisia varastointiolosuhteita. Kosteuspitoisuuden maksimimäärä voi vaihdella ammoniumsulfaatin kidekoon ja epäpuhtauspitoisuuden mukaan, jolloin se alenee kiteiden koon kasyessa. MAP:n, jonka N:P-atomisuhde on 0,95 ja joka on valmistettu Khouriga-fosfaattikivilaadusta sisältäen 33 %  $\text{P}_2\text{O}_5$  ja jonka kidekoot ovat pääasiassa alueella 30 - 200 mikrometriä, maksimikosteuspitoisuus on 15 % puristus-paineen ollessa  $0,42 \text{ kp/cm}^2$  ja pysyy se vielä edellä mainitun määritelmän "kiinteä aine" puitteissa.

On ymmärrettävä, että keksinnön mukaiseen menetelmään johdettu kosteusmäärä ei saa olla niin suuri, että se estää lopputuotteen olemasta kiinteän ympäristön lämpötilassa.

Lisättävä ammoniakki on edullisesti kaasumaisena tai oleellisesti vedettömänä nesteenä, mutta ammoniakki-liuokset ovat myös sopivia, mikäli tällöin mukaan tuleva vesi ei aiheuta tuotteen kosteus-pitoisuuden ylittämästä edellä mainittua arvoa, eikä tuote ole enää kiinteä ympäristölämpötilassa.

Kuten edellä on esitetty, muodostetaan ammoniumfosfaatin vesiliete ammonioimalla märkäprosessista saatua fosforihappoa, joka on päähapposyöttö. Toisiohapposyöttö on happoa, jota käytetään lietteen N:P-atomisuhteen alentamiseen. Toisiohapposyöttö on mineraalihappoa, esimerkiksi märkäprosessista saatua fosforihappoa, rikkihappoa joko erikseen tai keskenään sekoitettuina. Tämä happo (tai happoseos) voi itse olla osittain ammonioitu. Tällaisten osittain ammonioitujen happojen käyttö on erikoisen edullista esiteltävän keksinnön mukaisessa menetelmässä valmistettaessa tuotetta, joka on kiinteä ympäristön lämpötilassa ja jonka N: $\text{P}_2\text{O}_5$ -painosuhte on esimerkiksi 1:2, 1:1 tai 2:1. Tuotteen N: $\text{P}_2\text{O}_5$ -painosuhteella tarkoitetaan tuotteeseen jossakin kemiallisessa muodossa sisältyvien typen ja fosforipentoksidin kokonaispainojen suhdetta.

Osa esiteltävän keksinnön mukaisen menetelmän avulla saadusta lopputuotteesta voidaan palauttaa kiertoon ennen toisiohapon sekoittamista ammoniumfosfaatin vesilietteen kanssa, sen aikana tai sen jälkeen kosteuden nopean haihtumisen helpottamiseksi muuttamalla hapon ja lietteen seoksen <sup>Säikeen</sup> tiivyyttä, jolloin suurempi osa seoksen pinta-alasta paljastuu kosteudenpoistolaitteistossa.

Erään keksinnön toteutuksen mukaan kiinteää ammoniumfosfaattia, jonka N:P-atomisuhde on alueella 0,95 - 1,10, valmistetaan sekoittamalla märkäprosessista saatua fosforihappoa, jonka  $\text{P}_2\text{O}_5$ -pitoisuus on alueella 30 - 54 %,

kaasumaisen ammoniakkin kanssa ammoniumfosfaatin vesilietteen muodostamiseksi, lietteen N:P-atomisuhteen ollessa asetetun alueelle 1,3 - 1,5 ja lietteen kosteuspitoisuuden alueelle 10 - 20 %, sellaisina osuuksina, että muodostuu lisää oleellisesti saman koostumuksen, so. oleellisesti kiinteän N:P-suhteen ja oleellisesti kiinteän kosteuspitoisuuden, omaavaa lietettä, jolloin samanaikaisesti poistetaan lietteestä määrä, joka oleellisesti vastaa fosforihapon ja ammoniakkin muodostamaa määrää ja poistettu lietemäärä sekoitetaan erikseen 15 - 85 tilavuusprosentin, edullisesti 20 - 80 tilavuusprosentin, kanssa märkäprosessin mukaisen fosforihapon toisiosyötön kokonaismäärästä, mikä tarvitaan alentamaan lietteen N:P-atomisuhde välille 0,95 - 1,10, minkä jälkeen lisätään loppuosa mainitusta toisiohaposta prosessin myöhemässä vaiheessa niin, että tällöin muodostunut <sup>liete</sup> tuote kiinteytyy pääasiassa haihduttavan jäähdytyksen avulla kosteuden poistoyksikössä ja että sen N:P-atomisuhde on haluttu, jolloin tuotteen kosteuspitoisuus alenee niin paljon haihdutuksen avulla (joka saavutetaan esimerkiksi reaktiolämmön ja kiteytymislämmön sekä sopivan ulkoisen lämmön avulla), että tuote, kuten edellä on mainittu, on kiinteä ympäristön lämpötilassa.

Esiteltävän keksinnön mukaista menetelmää esitellään mukaan liitetyn piirroksen avulla seuraaviin esimerkkeihin viitaten, jolloin lietevirta sekoitetaan toisiohapposyötön osan kanssa siten, että muodostuu MAP-ytimiä kasvukohtien saamiseksi seuraavaa kiteytymistä ja kiteiden jatkuvaa kasvua varten.

#### Esimerkki 1

Kiinteää ammoniumfosfaattituotetta, joka on kiinteä edellä esitetyssä mielessä ja jonka keskimääräinen koostumus on 10,9 % N, 48,0 %  $P_2O_5$  (kaikkiaan), 7,6 %  $H_2O$  ja N:P-atomisuhde 1,00 valmistetaan nopeudella 516 kg tunnissa lisäämällä 442 kg tunnissa 40 prosenttista märkäprosessista saatua fosforihappoa (1) 20°C:ssa (valmistettu 33 %  $P_2O_5$  sisältävästä Khouribga-fosfaattikivestä) ja 66 kg tunnissa kaasumaista ammoniakkia (2) reaktioastiaan (3), joka sisältää lietettä, jonka koostumus on 44 %  $P_2O_5$ , 14 %  $H_2O$  ja N:P-atomisuhde 1,4, alueella 120 - 130°C olevassa lämpötilassa (esimerkiksi 120 - 125°C:ssa). Kuuma liete, joka vastaa oleellisesti reaktioastiassa valmistettua määrää, johdetaan yksikön (4) kautta liete/happosekoitusyksikköön (5), jossa se viipyy noin 10 minuuttia. 60 prosenttia toisiohapposyötön kokonaistilavuudesta, mikä tarvitaan syöttämään 147 kg tunnissa 48 prosenttia  $P_2O_5$  sisältävää märkäprosessin mukaista fosforihappoa, johdetaan johdon (6) kautta toisiohapposyötön jakolaatikosta (7), joka on laite toisiohapposäiliöstä (8) saatavan toisiohapposyötön jakamiseksi kahdeksi tai useammaksi virraksi (6) ja (7) ja joka voi esimerkiksi muodostua

kaksi tai useampaa osaa sisältävästä astiasta (ei esitetty) käsittäen esimerkiksi osastoja, kanavia, sulkuja ja vastaavia varustettuina ulostuloilla, jotka voidaan sulkea tai avata toisiohapposyötön jakamiseksi haluttuihin osiin. Toisiohapposyötön (6) sekoitetaan ~~etukäteen~~ ammoniumfosfaatin vesilietteen kanssa liete/happo-sekoitusyksikössä (5), jota edullisesti kuumennetaan höyryllä ja joka on sijoitettu lähelle kosteuden poistoyksikkönä toimivan kaksiakselisen, kaukalomaisen tappisekoittimen (10) toista päätä. Sekoitusyksikkö (5) toisiohapposyötön (6) osan sekoittamiseksi ammoniumfosfaatin vesilietevirran (4) kanssa voi esimerkiksi muodostua säiliöstä tai useasta sarjaan asennetuista säiliöistä, joista jokainen on varustettu välineillä (ei esitetty) lietteen ja toisiohapposyötön voimakasta sekoittamista varten, esimerkiksi potkurityyppisillä sekoittimilla. Käsitelty liete, jonka N:P-atomisuhde on nyt alentunut arvoon 1,16 tuloksena <sup>alus</sup>alkuperäisestä happokäsittelystä yksikössä (5), virtaa johdon (11) kautta tappisekoittimen (10) toiseen päähän ja loput 40 % toisiohapon tilavuudesta lisätään suoraan putken (9) kautta tappisekoittimeen (10) yhteen tai useampaan kohtaan (A, A<sup>1</sup>, A<sup>11</sup>), esimerkiksi kohtaan A~~X~~ kuten piirroksessa on esitetty. Tämän käsittelyn vaikutuksesta saostuu joitakin MAP-kiteitä yksikössä (5) ja siten muodostuu ytimiä kiteiden kasvua varten tappisekoittimessa (10), kun toisiohapon loppuosa on lisätty siihen johdon (9) kautta. Tämä reaktiotuote jähmettyy sen kulkiessa sekoittimen (10) lävitse ja murtyu toistuvasti, jolloin uutta pintaa paljastuu kiertyvällä akselilla (13) olevien levyjen (12) vaikutukselle <sup>taapora</sup>alttiiksi, mikä auttaa täten kosteuden poistumista, joka johdetaan pois yläosassa olevan tuulettimen (ei esitetty) avulla ja jolloin muodostuu lopullinen kiinteä tuote kohdassa (14), tuotteen lämpötilan ollessa 33°C ja sen sisältäessä 7,6 % H<sub>2</sub>O. Kaikki osat ovat paino-osia, paitsi jaetussa toisiohapposyötössä, missä ne ovat tilavuuden mukaan.

Muodostunut MAP tutkittiin ja verrattiin sitä vertailunäytteeseen, joka oli valmistettu samalla tavalla paitsi, että toisiohapposyötön osan sekoittaminen lietevirran kanssa jätettiin pois; ko. kaikki happo ja liete sekoitettiin yhdellä kertaa. Esiteltävän keksinnön vaikutus ollessaan, että saatiin juoksevampaa liete, jonka N:P-atomisuhde oli 1,0 ja jossa suurten kiteiden osuus oli suurempi. Lisäksi tässä esimerkissä esitetyn menetelmän avulla saatu <sup>loppuosa</sup>tuote oli hienojakoisen, ilmavan materiaalin ja erittäin pehmeitten rakeiden seos, joka ei vaatinut jauhatusta, kun taas vertailunäytteessä ~~oli~~ osa ylisuurta tuotetta, joka oli jauhettava osakoon alentamiseksi pienemmäksi kuin 3,5 mm:n läpimittaiseksi.

Esimerkki 2

Kiinteä ammoniumfosfaattituote, joka oli kiinteä edellä esitettyssä mielessä, ja jonka keskimääräinen koostumus oli 11,8 % N, 46,6 %  $P_2O_5$  (kaikkiaan) 5,5 %  $H_2O$  ja N:P-atomisuhde 0,98, valmistettiin nopeudella 11,4 tonnia tunnissa lisäämällä 9,77 tonnia tunnissa 39 %  $P_2O_5$  sisältävää märkäprosessin mukaista fosforihappoa (1) valmistettuna 33 %  $P_2O_5$  sisältävästä Khouribgafosfaattikivestä ja 1,63 tonnia tunnissa kaasumaista ammoniakkia (2) reaktioastiaan (3), joka sisälsi etukäteen muodostettua lietettä, jossa P:N-atomisuhde oli 1,4 ja lämpötila  $125^{\circ}C$ . Kuumaa lietettä, joka oleellisesti vastasi reaktioastiassa muodostettua määrää, johdettiin putken (4) kautta höyryllä kuumennettuun liete/happo-sekoitusastiaan (5) kuten esimerkissä 1. 40 prosenttia toisiohapposyötön kokonaismäärästä, joka tarvittiin syöttämään 3,16 tonnia tunnissa 48 prosenttia  $P_2O_5$  sisältävää märkäprosessista saatua fosforihappoa, johdettiin putken (6) kautta toisiohapposyötön jakolaatikosta (7) ja esisekoitettiin ammoniumfosfaatin vesilietteen kanssa höyryllä kuumennetussa liete/happo-sekoitusyksikössä (5) lähellä tappisekoittimen (10) toista päätä. Käsitelty liete johdettiin sitten johdon (11) kautta tappisekoittimeen (10). Loput 60 tilavuusprosenttia toisiohaposta lisättiin johdon (9) kautta tappisekoittimeen kohdassa A, kuten piirroksessa on esitetty.

Muodostunut MAP tutkittiin ja sitä verrattiin vertailnäytteeseen, joka oli valmistettu samalla tavalla paitsi, että toisiohapposyötön osan sekoitusvaihe lietteen kanssa jätettiin pois. Esiteltävän keksinnön vaikutus oli siinä, että saatiin juoksevampi liete, jonka N:P-atomisuhde oli 1,0 ja sisälsi suuremman osan isoja kiteitä. Lisäksi tässä esimerkissä esitetyn menetelmän avulla valmistettu tuote oli hienojakoisen ilmavan materiaalin ja erittäin pehmeitten rakeiden seos, joka ei vaatinut jauhastusta, kun taas vertailunäytteessä oli osa kovaa, soramaista, ylikokoista materiaalia, joka oli jauhettava osaskoon pienentämiseksi pienemmäksi kuin 3,5 mm:n läpimittaiseksi.

Esimerkki 3

313 kg/h märkäprosessin mukaan saatua fosforihappoa (1), joka sisälsi 40 %  $P_2O_5$  valmistettuna 30 %  $P_2O_5$  sisältävästä Gafsa-fosfaattikivestä käsiteltiin 36 kg/h olevalla määrällä kaasumaista ammoniakkia (2) erillisessä reaktioastiassa (3) lietteen muodostamiseksi, jonka N:P-atomisuhde oli 1,4, noin  $120 - 130^{\circ}C$ :n lämpötilassa (esim. noin  $126^{\circ}C$ ) ja kosteuspitoisuus 15 painoprosenttia vettä. Kuuma liete, joka oleellisesti vastasi reaktioastiassa (3) muodostunutta määrää, johdettiin putken (4) kautta höy-

ryllä kuumennettuun liete/happosekoitusyksikköön (5), 80 prosenttia toisiohapposyötön kokonaistilavuudesta, mikä tarvittiin syöttämään 86 kg/h 51 prosenttia  $P_2O_5$  sisältävää märkäprosessin mukaista fosforihappoa valmistetuna samasta fosfaattikivestä, johdettiin putken (6) kautta alentamaan N:P-atomisuhde lietteessä, mikä jälkimmäinen vaihe suoritettiin höyryllä kuumennetussa liete/happo-sekoitusyksilössä (5), joka oli sijoitettu lähelle tappisekoittajan (10) toista päätä, joka toimi kosteudenpoistoyksikkönä. Loput 20 % toisiohapon tilavuudesta lisättiin johdon (9) kautta tappisekoittimeen (10) yhdessä tai useammassa kohtaa (A, A<sup>1</sup>, A<sup>11</sup>), esimerkissä kohdassa A, kuten piirroksessa on esitetty. Kosteuden poistoyksikkö, so. tappisekoitin (10), salli kosteuden poistua tuotteessa sen kulkiessa tappisekoittimen lävitse. MAP-tuotteen valmistusnopeus käytön aikana oli 319 kg/h ja lopullisen tuotteen N:P-atomisuhde oli 1,05 ja sen keskimääräinen koostumus: 10,4 % N, 53,0 %  $P_2O_5$  (kaikkiaan), 7,86 %  $H_2O$ .

Saatu MAP tutkittiin ja sitä verrattiin vertailunäytteeseen valmistettuna samalla tavalla paitsi, että toisiohapposyötön osan sekoitusvaihe lietevirran kanssa jätettiin pois; so. kaikki happo ja liete sekoitettiin yhdellä kertaa. Esiteltävän keksinnön mukaisen menetelmän vaikutus oli siinä, että saatiin juoksevampaa lietettä N:P-atomisuhteella 1,0 ja suurempi osuus isoja kiteitä. Lisäksi tässä esimerkissä esitetyn menetelmän avulla valmistettu tuote oli hienojakoisen, ilman materiaalin ja erittäin pehmeitten rakeiden seos, joka ei vaatinut jauhamista, kun taas vertailunäytteessä oli osa kovaa, soramaista, ylikokeista tuotetta, joka oli jauhettava osaskoon pienentämiseksi pienemmäksi kuin 3,5 mm:n läpimittaiseksi.

## Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä hienojakoisen ammoniumfosfaattia olevan kiinteän tuotteen valmistamiseksi, jossa N:P-atomisuhde on 0,95 - 1,10, jolloin fosforihappopitoista pääsyöttöä ja ammoniakkaa lisätään käsittelylämpötilassa juoksevan <sup>Saattamisen</sup> tiiviyn omaavaan ammoniumfosfaatin <sup>liuokseen</sup> vesilietteeseen, jossa N:P-atomisuhde on välillä 1,3 - 1,5, jolloin muodostuu lisää oleellisesti saman koostumuksen, väkevyyden ja juoksevuuden omaavaa lietettä, mainitusta lietteestä poistetaan määrä, joka vastaa oleellisesti fosforihapon ja ammoniakin lisäyksessä muodostunutta määrää ja poistettu liete sekoitetaan sitten toisiohapposyöttöön N:P-atomisuhteen pienentämiseksi arvoon 0,95 - 1,10,

t u n n e t t u siitä, että poistettu liete sekoitetaan ensin erikseen 15 - 85 tilavuusprosenttia olevan osuuden kanssa toisiohapposyöttöä, jonka jälkeen lisätään loppuosa toisiohapposyötöstä siten, että muodostuneen tuotteen ammoniumfosfaatin N:P-atomisuhde on alueella 0,95 - 1,10, poistetun vesilietteen ja toisiohapposyötön vesipitoisuuksien ollessa sellaiset, että muodostunut tuote alkaa kiinteytyä <sup>Sen tullen / kirkkautus</sup> kosteudenpoistoyksikössä, jossa sitä käsitellään <sup>erittäin nopeasti</sup> riittävä aika mainitun tuotteen saamiseksi kiinteäksi ympäristön lämpötilassa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toisiohapposyötön loppuosa johdetaan suoraan kosteudenpoistoyksikköön.

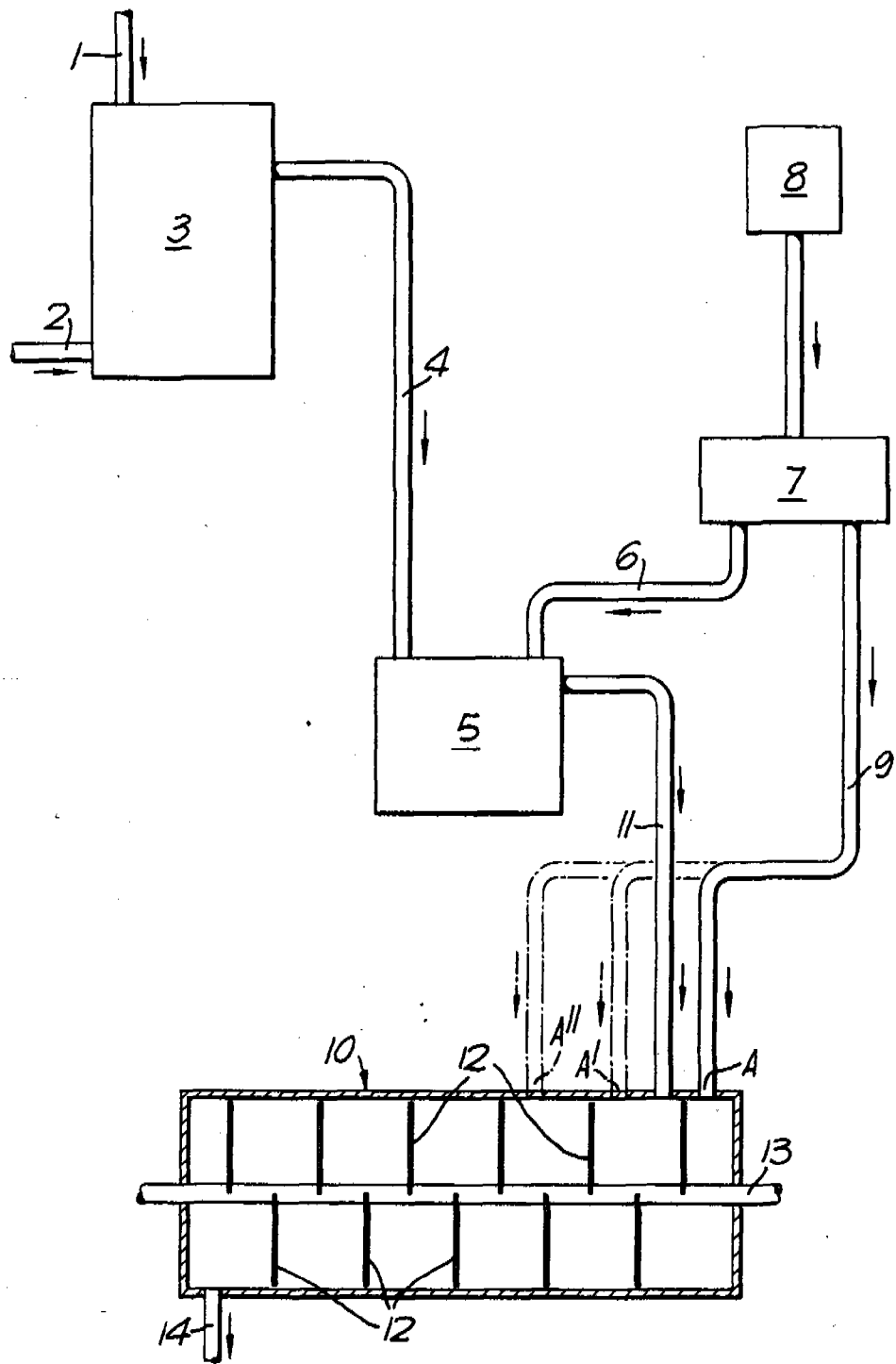
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toisiohapposyötön loppuosa sekoitetaan poistettuun liete/toisiohapposyöttö-seokseen ja johdetaan yhdessä sen kanssa kosteudenpoistoyksikköön.

4. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toisiohapposyöttö on mineraalihappoa, esimerkiksi märkäprosessista saatua fosforihappoa, rikkihappoa tai näiden seosta.

5. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toisiohapposyöttö on osittain ammonioitu.

6. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että osa kiinteästä lopputuotteesta palautetaan prosessiin.

7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, jossa-  
sa- sekä primaarinen happosyöttö että sekundaarinen happosyöttö koostuu "märkämenetelmän" mukaisesta fosforihaposta, jonka  $P_2O_5$ -pitoisuus on alueella 30-54 %, ja jossa primaarisen happosyötön ja ammoniakin reagoidessa syntyneen lietteen kosteuspitoisuus on 10-20 %, ~~tunnetaan~~ siitä, että liete sekoitetaan ensin 20-80 tilavuus-%:iin sekundaarista happosyöttöä, minkä jälkeen lisätään loppuosa sekundaarisesta happosyötöstä, ja näin muodostuneen tuotteen, jonka N:P-atomisuhde on halutun suuruinen, annetaan kiinteytyä pääasiassa haihduttavan jäädytyksen vaikutuksesta kosteudenpoistolaitteessa, jolloin kosteuden poisto suoritetaan sellaisissa olosuhteissa, että tuotteen kosteuspitoisuus alenee haihdutettaessa niin paljon, että tuote on ~~kiinteä~~ ympäristön lämpötilassa.



Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland \_\_\_\_\_

Iso-Britannia - Storbritannien P 951.476 (CO16)

Norja - Norge \_\_\_\_\_

Ranska - Frankrike \_\_\_\_\_

Ruotsi - Sverige \_\_\_\_\_

Saksa - BRD - Tyskland \_\_\_\_\_

Sveitsi - Schweiz \_\_\_\_\_

Tanska - Danmark \_\_\_\_\_

USA \_\_\_\_\_

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

*29/2-80 ml*