



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 805

(21) PV 3992-86.G
(22) Přihlášeno 30 05 86

(40) Zveřejněno 14 03 89
(45) Vydáno 27.7.1990

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 05 B 11/06

(75)
Autor vynálezu

VÍDENSKÝ JAN ing. CSc.,
GLASER VLADIMÍR doc. ing. CSc.,
VOSOLSOBĚ JAN prof. ing. CSc., PRAHA,
VYBÍRAL ZDENĚK ing., LOVOSICE,
VOKŘÁL VÁCLAV ing., LIBOCHOVICE,
HAVRÁNEK JOSEF ing., LOVOSICE

(54)

Způsob výroby směsi obsahující převážně kyselinu
trihydrogenfosforečnou nebo NP nebo NPK hnojiva

(57) Podstata způsobu spočívá v tom, že při rozkladu fosfátové suroviny kyselinou dusičnou nebo k již rozložené břěčce se přidává surovina, která s břěčkou vytváří sraženinu, jako síran amonný, draselný, hořečnatý, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymrazováním, ze vzniklé suspenze oddělí. Tato fáze se v případě výroby NP nebo NPK hnojiva může přidávat zpět do vyráběného hnojiva v některé z dalších operací, po úpravě poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným, vedoucí ke vzniku konečného produktu. Účinkem navrženého způsobu výroby je omezení tvorby tzv. klků a s tím spojených technologických potíží při mísení organické a anorganické fáze při přímém vymrazování rozložené břěčky.

265 805

Vynález se týká způsobu výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK hnojiva.

Při výrobě hnojiv typu NP nebo NPK vycházející z přírodních fosfátů, využívající k úpravě poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímý vymrazovací způsob, kterým se ze systému odstraní $\text{Ca/NO}_3/2.4 \text{ H}_2\text{O}$, se rozklad fosfátové suroviny provádí kyselinou dusičnou. Princip přímého vymrazování spočívá v tom, že k podchlazení rozložené břěčky dochází při jejím přímém styku s ochlazenou a s břěčkou nemísitelnou kapalinou, například s benzínem. Blíže o této technologii pojednávají knihy I. Harmaniak: Priemyselné hnojivá, Alfa 1975 a V. Lakota: Výroba kombinovaných hnojiv, SNTL 1964. Za podmínek provozního režimu dochází při vymrazování k tvorbě tzv. klků, které ucpávají vymrazovací zařízení tím, že brání oddělování jednotlivých fází. Jednou z příčin těchto potíží jsou obtížně rozložitelné příměsi obsažené ve fosfátové surovině, jejichž odstranění z rozložené břěčky je proces velmi náročný, neboť se jedná o částice velmi malých rozměrů, z nichž část má koloidní charakter.

Jak je zřejmo, spočívá nedostatek dosud používaných způsobů využívajících přímého vymrazování především v tom, že nedochází před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným k účinnému přečištění rozložené břěčky od obtížně rozložitelných příměsí obsažených ve fosfátové surovině.

Tuto nevýhodu řeší způsob výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK hnojiva, zahrnující rozklad fosfátové suroviny kyselinou dusičnou, úpravu poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, u NP hnojiv dále amoniakalizací vymražené břečky, u NPK hnojiv vedle amoniakalizace i kali- zací vymražené břečky, jehož podstata spočívá v tom, že k výchozí surovině nebo/a k výchozím surovinám nebo/a k částe- čně nebo/a k úplně rozložené břečce se přidává surovina, která s břečkou vytváří sraženinu jako suroviny obsahující sírany, síran amonný, síran draselný, síran hořečnatý, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfá- tové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, ze vzniklé suspenze oddělí.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že dochází k omezení tvorby tzv. klků při smísení organické a anorganické fáze. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým způsobům výhodnějším.

Při navrženém způsobu výroby se postupuje například tak, že do prvního reaktoru rozkladného zařízení, sestávajícího ze čtyř za sebou řazených reaktorů, se dávkuje kyselina dusičná a fosfátová surovina. Síran amonný se přidává do čtvrtého reaktoru. Vzniklý síran vápenatý se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny oddělí ze vzniklé suspenze filtrací a při výrobě pevných hnojiv je možno ho přidávat zpět do hnojiva v některé z dalších operací následujících po úpravě poměru vápníku ku oxidu fosforečnému.

Výše uvedený způsob výroby je dále blíže popsán na kon- krétních příkladech provedení.

Příklad 1

Ve vsádkovém míchaném reaktoru byl rozkládán při teplotě ca 60°C apatit Kola kyselinou dusičnou o koncentraci 54 % hmot. v množství odpovídajícím 10-%nímu přebytku oproti spotřební

normě. Po 60-ti minutách rozkladu byl přidán síran amonný v množství odpovídajícím 10-ti % přítomného vápníku. Vzniklý síran vápenatý byl dále ze vzniklé suspenze spolu s obtížně rozložitelnými složkami z apatitu Kola oddělen filtrací. Zbylý čilý filtrát po ochlazení byl smíchán a dále třepán s ochlazeným benzínem. Teplota vymražování byla udržována na cca - 10°C. Po skončení třepání došlo k samovolnému rychlému oddělení benzínu bez vzniku mezifáze tzv. klků od zbylé suspenze, obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou a krystalky tetrahydrátu dusičnanu vápenatého. Ty byly odděleny filtrací. Produktem byl roztok obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou, nevymražený dusičnan vápenatý a zbylou kyselinu dusičnou.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez přídavku síranu amonného a oddělení pevné fáze vznikají tzv. klky v množství cca 0,5 % obj. Vzhledem k tomu, že průmyslový proces je kontinuální, dochází k postupnému zvětšování objemu těchto klků, a tím i ke vzniku technologických potíží ve vymražovacím zařízení.

Příklad 2

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo apatitu Kola byl použit fosforit Senegal.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez přídavku síranu amonného a oddělení pevné fáze vznikají tzv. klky v množství ca 15 % obj. Vzhledem k tomu, že průmyslový proces je kontinuální, dochází k rychlému zvětšování objemu těchto klků, a tím i k postupnému ucpání vymražovacího zařízení.

Příklad 3

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že odfiltrovaný síran vápenatý spolu s obtížně rozložitelnými složkami z apatitu Kola byl přidán do přečištěné vymražené a amoniakem na pH=4,6 zneutralizované břečky.

Produktem bylo po vysušení NP hnojivo obsahující převážně hydrogenfosforečnan vápenatý, dihydrogenfosforečnan amonný a dusičnan amonný. Fyzikální vlastnosti získaného NP hnojiva byly přibližně srovnatelné s odpovídajícími typy průmyslově vyráběných hnojiv.

Příklad 4

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že odfiltrovaný síran vápenatý spolu s obtížně rozložitelnými složkami z apatitu Kola byl přidán do přečištěné vymražené a amoniakem na pH=4,6 zneutralizované břečky spolu s chlořidem draselným. Produktem bylo po vysušení NPK hnojivo. Fyzikální a chemické vlastnosti získaného hnojiva byly srovnatelné s odpovídajícími typy průmyslově vyráběných hnojiv.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby směsi, obsahující převážně kyselinu trihydrogefosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK hnojiva, zahrnující rozklad fosfátové suroviny kyselinou dusičnou, úpravu poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, u NP hnojiv dále amoniakalizaci vymražené břečky, u NPK hnojiv vedle amoniakalizace i kalizaci vymražené břečky, vyznačující se tím, že k výchozí surovině nebo/a k výchozím surovinám nebo/a k částečně nebo/a k úplně rozložené břečce se přidává surovina, která s břečkou vytváří sraženinu, jako suroviny obsahující sírany, síran amonný, síran draselný, síran hořečnatý, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, ze vzniklé suspenze oddělí.