



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

264 747

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

C 05 B 11/16

(22) Prihlášené 14 01 88

(21) PV 241-88.M

(40) Zverejnené 15 11 88

(45) Vydané 15 12 89

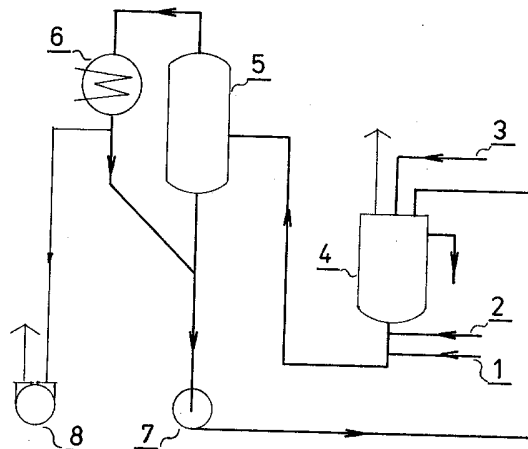
(75)

Autor vynálezu

BAČÍK ZDENO ing., VANEK JURAJ ing.,
JUHÁŠ MILAN ing., HERMANN ĽUBOMÍR ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby kvapalného viaczložkového hnojiva

(57) Riešenie sa týka spôsobu výroby kvapalného viaczložkového hnojiva neutralizáciou trihydrogénfosforečnej kyseliny alebo roztokov obsahujúcich fosforečnú zložku plynným alebo kvapalným amoniakom alebo čpavkovou vodou, pričom teplo uvoľnené pri neutralizácii sa odvádza adiabatickým vyparením časti vody zo získaného kvapalného hnojiva pri absolútnom tlaku 10 až 70 kPa, čím sa teplota kvapalného hnojiva udržiava na hodnote 45 až 90 °C. Riešenie je možné využiť v chemickom priemysle.



Vynález sa týka spôsobu výroby kvapalného viaczložkového hnojiva.

Je známe, že pri neutralizácii extrakčnej kyseliny trihydrogénfosforečnej amoniakom dochádza k vyzrážaniu nečistôt obsiahnutých v extrakčnej kyseline fosforečnej, predovšetkým fosforečnanov Fe, Al, Mg, Ca vo forme gélovitej zrazeniny. Množstvo a štruktúra takto vyzrážaného kalu sú závislé na spôsobe priebehu samotnej neutralizačnej reakcie a pri vzniku väčšieho množstva tohoto podielu vyznačujúceho sa štruktúrou spôsobujúcou jeho rýchlu sedimentáciu, vznikajú značné ťažkosti pri manipulácii, skladovaní a aplikácii týchto hnojív.

Vzhľadom na samotné reakčné podmienky vedenia neutralizačnej reakcie je možné v súčasnosti známe spôsoby prípravy základných NP-roztokov rozdeliť do dvoch hlavných skupín.

Do prvej skupiny patria postupy, pri ktorých sa vyzrážané nečistoty oddeľujú, pričom sa získa číry NP-roztok a oddelená zrazenina sa používa ako tzv. kalové hnojivo, alebo sa zapravuje do tuhých hnojív. Za týmto účelom je proces neutralizácie vedený tak, aby sa získala zrazenina o najvyššej filtračnej, prípadne sedimentačnej rýchlosti (US 3 264 087, Chemical Engineering Progress, vol. 58, No 9, September 1962, str. 89-93).

Do druhej skupiny patria postupy, pri ktorých sa vyzrážané nečistoty neoddeľujú, takže sa v pravom slova zmysle získava NP suspenzia. Pri týchto postupoch sa získava produkt, v ktorom je sedimentácia častíc pomalá a vzniknuté homodisperzné častice sú natoľko jemné, že nezhoršujú fluiditu a manipulačné vlastnosti produktu (CS 202 154, 211 279, Agricultural and Food Chemistry, september-október 1961, 343-348).

Ďalej sú známe postupy, pri ktorých sa do hotového NP roztoku pridávajú rôzne stabilizujúce prísady ako sú attapulgit, bentonit a kaolín (US 3 179 496, 3 160 495), zlúčeniny obsahujúce fluór (CS 200 671, US 3 861 897), alebo zlúčeniny obsahujúce fosfor v kondenzovanej forme (US 3 057 711).

Uvedené výrobné postupy, aj keď umožňujú prípravu stabilných NP-hnojív, majú rad nevýhod:

- pomerne náročné technologické zariadenie spojené s viacstupňovou neutralizáciou,
- pomerne zložitý systém odvodu neutralizačného tepla,
- rýchle zanášanie teplovýmenných plôch vyzrážanými kalmi z extrakčnej H_3PO_4 ,
- potreba zariadení na prípravu stabilizačného aditíva,
- pri stabilizácii bentonitu sa v podstate získa z roztokového hnojiva NP-suspenzné hnojivo, ktoré vplyvom vyššej viskozity kladie zvýšené nároky na manipuláciu.

Teraz sa zistilo, že nedostatky opísaných spôsobov možno do značnej miery odstrániť spôsobom podľa vynálezu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že teplo uvoľnené pri neutralizácii trihydrogénfosforečnej kyseliny alebo roztokov obsahujúcich fosforečnú zložku plyným alebo kvapalným amoniakom alebo čpavkovou vodou sa odvádza adiabatickým vyparením časti vody zo získaného kvapalného hnojiva pri absolútnom tlaku 10 až 70 kPa, čím sa teplota kvapalného hnojiva udržiava na hodnote 45 až 90 °C. Pri spracovaní extrakčnej kyseliny trihydrogénfosforečnej na kvapalné hnojivá roztokového typu dochádza v dôsledku expanzného chladenia NP roztoku k stabilizácii vyzrážaných kalotvorných prímiesí. Takýmto spôsobom sa získa stabilné kvapalné NP-hnojivo, ktoré aj keď obsahuje veľmi jemné homodisperzné, koloidne rozptýlené častice, si zachováva všetky vlastnosti roztokov a je možné s ním manipulovať podobne ako s čírymi roztokovými hnojivami.

Spôsob výroby podľa vynálezu je vhodné realizovať na výrobnom zariadení, ktorého jeden z možných príkladov prevedenia je znázornený na obr. 1. Zariadenie pozostáva z prívodu kyseliny trihydrogénfosforečnej 1, prívodu amoniaku 2, prívodu vody 3, zásobníka produktu 4, expanznej nádoby 5, kondenzátora 6, cirkulačného čerpadla 7 a zdroja vakuu 8.

Reakčná zmes je zo zásobníka produktu 4 v dôsledku rozdielu tlakov zavádzaná do priestoru expanznej nádoby 5, kde je tlak nižší než napätie pár vody, takže dochádza k jej vyparovaniu.

Teplo potrebné k vypareniu vody sa odoberá tepelnému obsahu reakčnej zmesi, čím sa reakčná zmes ochladí na teplotu pri ktorej je napätie pár vody rovné tlaku v expanznej nádobe 5. Vyparená voda sa po kondenzácii v kondenzátore 6 vracia späť do expanznej nádoby. Požadovaný podtlak sa v chladiacom systéme udržiava pomocou zdroja vakuu 8. Ochladená reakčná zmes je odťahovaná zo spodnej časti expanznej nádoby späť do zásobníka produktu 4. Kyselina trihydrogénfosforečná 1 a amoniak 2 sa v požadovanom množstve privádzajú do sacieho potrubia pred vstupom do expanznej nádoby 5. Voda sa privádza prúdom 3 do zásobníka produktu 4. Množstvo privádzaných surovín sa reguluje podľa hodnoty pH a mernej hmotnosti produktu.

Ďalej uvedené príklady bližšie ilustrujú, ale nijako neobmedzujú predmet vynálezu.

Pr í k l a d 1

Na zariadení uvedenom na obr. 1 bolo kontinuálne pripravené kvapalné hnojivo 8-24-0 ortofosforečnanového typu neutralizáciou extrakčnej H_3PO_4 plynným amoniakom. Kyselina trihydrogénfosforečná bola kontinuálne dávkovaná do reakčného systému v množstve 837 g/min. Súčasne bol dávkovaný plynný amoniak v množstve $178 \text{ g} \cdot \text{min}^{-1}$ a voda v množstve 800 g/min. Pomocou vodokružnej vývevy bol v chladiacom systéme udržiavaný absolútny tlak na hodnote 11,2 kPa, čím sa dosiahla teplota cirkulujúceho NP-roztoku 46-53 °C.

Extrakčná H_3PO_4 bola špecifikovaná nasledovne: 52,5 % P_2O_5
 1,1 % MgO
 0,534 % Fe_2O_3
 0,692 % Al_2O_3

V hodinových intervaloch boli odobraté hnojiva. Výsledky sú zhrnuté v tab. 1, kde sú tiež uvedené vlastnosti NP 8-24-0 pripraveného za obdobných podmienok s použitím nepriameho chladenia cez rúrkový výmenník tepla.

Tabuľka 1

vzorka č.	Spôsob chladenia							
	expanzné chladenie				nepriame chladenie			
	1	2	3	4	5	6	7	8
obsah N (%)	7,2	7,4	7,6	7,5	7,9	7,7	7,2	7,4
obsah P_2O_5 (%)	23,7	23,5	23,5	23,6	23,8	23,3	23,6	23,9
pH NP-rozt.	6,5	6,6	6,7	6,6	6,8	6,6	6,6	6,5
dyn. viskoz. (mPa.s)	14,4	13,2	13,3	14,8	14,6	15,3	14,8	15,1
fluidita (%)	2,9	1,5	2,2	3,7	9,6	9,9	9,2	10,1
teplota NP roztoku (°C)	52,6	47,1	46,2	51,1	52,1	49,6	46,4	46,8

Pr í k l a d 2

Kvapalné NP hnojivo polyfosforečnanového typu bolo pripravené podobným spôsobom ako v príklade 1 s tým rozdielom, že zmesná kyselina ($H_3PO_4 + H_2SO_4$) bola v množstve 1 000 g/min. dávkovaná do neutralizačno-dehydratačného reaktora, do ktorého bol súčasne dávkovaný plynný amoniak v množstve 255 g/min. Spenená reakčná zmes sa kontinuálne rozpúšťala v zásobníku produktu 4, do ktorého sa za stálej cirkulácie NP roztoku dávkovala voda v množstve 465 g/min.

Špecifikácia použitej zmesnej kyseliny bola nasledovná: 48,16 % P_2O_5
 5,58 % S
 1,08 % MgO
 0,5 % Fe_2O_3
 0,57 % Al_2O_3

Absolútny tlak v chladiacom systéme bol udržiavaný na hodnote 21,3 kPa, čím sa dosiahla teplo-

ta NP roztoku 58-64 °C. Počas pokusu boli v hodinových intervaloch odoberané vzorky, ktorých špecifikácia je uvedená v tab. 2. V tabuľke sú taktiež uvedené vlastnosti NP roztokov pripravených pri rovnakých podmienkach, s tým rozdielom, že na chladienie NP produktu sa použil rúrkový výmenník tepla.

Tabuľka 2

vzorka č.	Spôsob chladienia							
	expanzné chladienie				nepriame chladienie			
	1	2	3	4	5	6	7	8
obsah N (%)	10,7	10,6	10,8	10,9	11,2	10,9	10,9	1,6
obsah P ₂ O ₅ (%)	28,4	28,2	28,6	28,7	28,2	28,8	28,5	27,8
konverzia P ₂ O ₅ (%)	59,6	59,9	59,4	59,3	59,7	60,1	60,1	59,3
pH NP-roztoku	6,4	6,7	6,7	6,6	6,8	6,6	6,7	6,8
dyn. viskozita (mPa.s)	34,2	32,5	34,2	34,2	35,9	34,2	34,2	32,5
fluidita (%)	2,1	2,2	2,0	1,7	7,4	6,7	8,2	7,6
teplota NP roztoku (°C)	59,2	63,8	62,8	58,4	59,2	59,5	62,4	63,3

P r í k l a d 3

Na zariadení uvedenom na obr. 1 bolo kontinuálne pripravené kvapalné hnojivo 8-24-0 ortofosforečnanového typu neutralizáciou extrakčnej H₃PO₄ plynným amoniakom.

Extrakčná H₃PO₄ bola v množstve 887 g/min. kontinuálne dávkovaná do reakčného systému. Súčasne bol dávkovaný plynný amoniak v množstve 189 g/min. a voda v množstve 856 g/min.

Pomocou vodokružnej vývevy bol v chladiacom systéme udržiavaný absolútny tlak na hodnote 60,0 kPa, čím sa dosiahla teplota cirkulačného NP roztoku 82-88 °C. H₃PO₄ mala špecifikáciu ako v príklade 1.

V hodinových intervaloch boli odobraté vzorky hnojiva. Výsledky sú zhrnuté v tab. 3, kde sú tiež uvedené vlastnosti NP 8-24-0 pripraveného za obdobných podmienok s použitím nepriameho chladienia cez rúrkový výmenník tepla.

Tabuľka 3

vzorka č.	Spôsob chladienia							
	expanzné chladienie				nepriame chladienie			
	1	2	3	4	5	6	7	8
obsah N (%)	7,6	7,4	8,1	7,9	7,4	7,7	7,6	7,5
obsah P ₂ O ₅ (%)	23,8	23,6	24,2	23,8	23,9	23,9	23,9	24,1
pH NP-roztoku	6,6	6,5	6,8	6,7	6,4	6,6	6,6	6,5
dyn. viskozita (mPa.s)	14,6	14,1	14,8	13,9	13,8	13,6	14,4	13,9
fluidita (%)	3,1	1,9	1,9	2,2	9,8	10,2	10,1	10,3
teplota NP roztoku (°C)	84,3	82,1	86,7	87,4	86,1	85,2	84,8	86,4

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby kvapalného viaczložkového hnojiva neutralizáciou trihydrogénfosforečnej kyseliny alebo roztokov obsahujúcich fosforečnú zložku plynným alebo kvapalným amoniakom alebo čpavkovou vodou vyznačujúci sa tým, že teplo uvoľnené pri neutralizácii sa odvádza adiabatickým vyparením časti vody z kvapalného hnojiva pri absolútnom tlaku 10 až 70 kPa, čím sa teplota kvapalného hnojiva udržiava na hodnote 45 až 90 °C.

1 výkres

