



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

213 474
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 15 12 80

(21) PV 8837-80

(51) Int. Cl.³ C 05 C 9/02

(40) Zverejnené 10 09 81

(45) Vydané 01 03 84

(75)

Autor vynálezu

TEREN JÁN ing.,

LIPTÁKOVÁ VERONIKA ing.,

NÁDVORNÍK ROBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy adičných produktov močoviny s formaldehydom

Spôsob prípravy adičných produktov močoviny s formaldehydom obsahujúcich pozvoľne pôsobiaci dusík vyznačený tým, že sa nechá reagovať dihydrogénfosforečnan urónia $/CO/NH_2//NH_3^+/H_2PO_4^-/$ v tuhej kryštalickej forme, vo forme vodnej suspenzie, alebo vo forme vodného roztoku s formaldehydom, pričom na každý mól dihydrogénfosforečnanu urónia v reakčnej zmesi sa pridáva 0,3 až 1,5 mólov s výhodou 0,5 až 1,0 mólov formaldehydu, pri teplote 10 až 95 °C s výhodou 30 až 60 °C.

Vynález sa týka spôsobu prípravy adičných produktov močoviny s formaldehydom, obsahujúcich pozvoľne pôsobiaci dusík reakciou dihydrogénfosforečnanu urónia s formaldehydom.

Vysoká rozpustnosť klasických dusíkatých hnojív môže hlavne za jednorázovej aplikácii vysokých dávok viesť ku značným stratám dusíka a tiež k nepriaznivému ovplyvňovaniu životného prostredia. Z tohoto dôvodu sa v posledných rokoch popri aplikácii dusíkatých hnojív formou tzv. delených dávok v priebehu vegetačného obdobia hľadajú tiež cesty zvyšovania efektívnosti hnojenia dusíkom používaním priemyselných hnojív obsahujúcich túto základnú živinu v pozvoľne posobiacej forme.

Klasickým typom hnojív obsahujúcich pozvoľne pôsobiaci dusík sú adičné produkty močoviny s aldehydmi, z ktorých sú značne rozšírené najmä močovinoformaldehydové kondenzáty. Mnohé z poznatkov o podmienkach prípravy močovinoformaldehydových kondenzátov sú zhrnuté v práci R.Powell-a - "Controlled Release Fertilizers" - Chemical Process Review No.15, NDC/3-75/.

Základom spôsobu prípravy močovinoformaldehydových kondenzátov je kondenzačná reakcia medzi močovinou a formaldehydom, ktorá sa katalyzuje prídavkom kyslo alebo zásadito reagujúcich látok. Často sa vo funkcii katalyzátora používajú minerálne kyseliny ako H_2SO_4 , HCl a H_3PO_4 /čs. aut.osv.č. 125 701; 135 890; 149 261; 171 721; 178 542; aut. osv. ZSSR č. 549 453; 497 275; NSR pat. 2 405 355; 2 422 238; Jap. pat. 7 031 927; Ind.pat. 137 253; Ž.prihl. chemii 34,10 /1961/; J. Scient. and Industr. Res. D 21 63-64 /1962/; Chimija v seř. choz. 1964 /2//. Močovinoformaldehydové kondenzáty sa obvykle pripravujú tak, že sa pH predkondenzačnej zmesi močoviny s formaldehydom upraví prídavkom katalyzátora, pričom vzniká produkt s podstatne nižšou rozpustnosťou než je rozpustnosť do reakcie vstupujúcich zložiek. Rozpustnosť močovinoformaldehydových kondenzátov a ich fyzikálnu formu /tuhý blok, amorfna masa, kryštalická zrazenina o roznej veľkosti častíc/ možno okrem pH regulovať aj nastavením vzájomných pomerov medzi močovinou a formaldehydom, reakčnou teplotou a obsahom vody v sústave.

Teraz sa zistilo, že kondenzačné produkty obsahujúce pozvoľne pôsobiaci dusík možno pripraviť spôsobom podľa vynálezu, reakciou dihydrogénfosforečnanu urónia $/CONH_2/NH_3/^+H_2PO_4^-/$ v tuhej kryštalickej forme, vo forme vodnej suspenzie alebo vo forme vodného roztoku s formaldehydom, pričom na každý dihydrogénfosforečnan urónia v reakčnej zmesi pripadá 0,3 až 1,5 mólov formaldehydu, s výhodou 0,5 až 1,0 mólov formaldehydu, pri teplote 10 až 95 °C, s výhodou 30 až 60 °C.

Spôsob prípravy hnojív podľa vynálezu má viaceré výhody v porovnaní s doposiaľ uvádzanými procesmi, najmä vzhľadom na jeho jednoduchosť, dosahovanú reakčnú rýchlosť, vysokú výťažnosť, nenáročné ovplyvňovanie chemických a fyzikálnych vlastností reakčného produktu.

Reakčný produkt je možné priamo používať ako jednosložkové dusíkaté hnojivo, alebo ako jeden zo zdrojov dusíkatej zložky pri príprave viacszložkových tuhých alebo suspenzných hnojív. Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady:

Príklad 1.

Do sulfonačnej banky opatrenej výkonným miesadlom a kontrolným teplomerom sa predložilo

213 474

461,2 hmotových dielov termickej kyseliny fosforečnej /85% H_3PO_4 / a za stáleho miešania sa po častiach zadávkovalo 216,2 hmotových dielov kryštalickej močoviny. Vzniknutá suspenzia sa miešala dve hodiny a potom nechala voľne vychladnúť na laboratornú teplotu. Vylúčený dihydrogénfosforečnan urónia obsahujúci 44,6% P_2O_5 a 17,2% amidického dusíka a 0,4% H_2O sa od kryštallického lúhu oddelil filtráciou. Ku 491,9 hmotovým dielom kryštallizačného lúhu dihydrogénfosforečnanu urónia sa pridalo 103,1 hmotových dielov technického 36,84%-ného vodného roztoku formaldehydu. Vylúčilo sa 113,5 hmotových dielov močovinoformaldehydového kondenzátu vo forme jemne amorfnej resp. mikrokryštalickej zrazeniny obsahujúcej 30,3% amidického dusíka.

Kondenzát sa od roztoku kyseliny fosforečnej oddelil filtráciou.

Príklad 2.

Z 302,0 hmotových dielov extrakčnej kyseliny fosforečnej tzv. čierneho typu, obsahujúcej : 54,63 hmot.% P_2O_5 ; 0,499% Fe; 0,310% Al; 0,11% Mg a zo 185,1 hmotových dielov kryštalickej močoviny sa pripravilo 396,04 hmotových dielov kryštallického dihydrogénfosforečnanu urónia. Ku 93 hmotovým dielom vody sa za stáleho miešania pri teplote 50 °C zadávkovalo 200 hmotových dielov dihydrogénfosforečnanu urónia /17,56% amidického dusíka, 44,8% P_2O_5 / a po jeho rozpustení sa zadávkovalo 103,1 hmotových dielov 36,84%-ného technického formaldehydu.

Vylúčilo sa 129,5 hmotových dielov močovinoformaldehydového kondenzátu obsahujúceho 27,1% dusíka. Vzniknutý sypký produkt sa od zelene sfarbenej kyseliny fosforečnej oddelil filtráciou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy adičných produktov močoviny s formaldehydom obsahujúcich pozvoľne pôsobiaci dusík vyznačený tým, že sa nechá reagovať dihydrogénfosforečnan urónia /CO/NH₂// /NH₃⁺/H₂PO₄⁻/ v tuhej kryštallickej forme, vo forme vodnej suspenzie, alebo vo forme vodného roztoku s formaldehydom, pričom na každý mól dihydrogénfosforečnanu urónia v reakčnej zmesi sa pridáva 0,3 až 1,5 mólov s výhodou 0,5 až 1,0 mólov formaldehydu, pri teplote 10 až 95 °C s výhodou 30 až 60 °C.