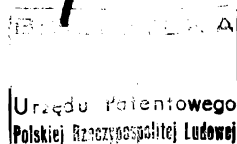


C 056 19/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47834

~~Kl. 16, 6~~

Kl. internat. C 05 d

16a 19/00

Stamicarbon N. V.

Heerlen, Holandia

Sposób wytwarzania granulek złożonego nawozu sztucznego zawierającego azot, fosfor i potas

Patent trwa od dnia 29 sierpnia 1961 r.

Pierwszeństwo: 2 września 1960 r. (Holandia).

Znajdujące się w handlu nawozy sztuczne, zawierające azot i fosfor, otrzymuje się przez stopniowe rozpuszczanie surowego fosforanu w kwasie azotowym, przy czym stosunek molowy $\text{CaO} : \text{P}_2\text{O}_5$ otrzymanego roztworu ustala się do wartości ≤ 2 przez usuwanie azotanu wapnia krystalizującego podczas ochładzania bądź też przez dodatek kwasu fosforowego. Wymieniony roztwór częściowo zobojętnia się amoniakiem do wartości pH 1,5–2,5, przy czym tworzącą się zawiesinę CaHPO_4 w roztworze zawierającym w nadmiarze azotan amonu odparowuje się aż do uzyskania stopu, którego wilgotność wynosi 2–4%, po czym stop taki granuluje się. Granulowanie przeprowadza się najlepiej w ten sposób, że roztopiony stop rozpyla się w wieży w postaci kropelek o wielkości 1–2 mm, które przy swobodnym spadaniu ochładzają się tworząc gładkie kuleczki o jednakowej wielkości.

Jeżeli przez dodanie do wyżej wymienionego stopu żądanej ilości soli potasowych, najlepiej K_2SO_4 , stara się otrzymać w ten sam sposób nawóz sztuczny, zawierający azot, fosfor i potas, to masa staje się bardzo lepka tak, że wpompowanie jej na wysokość normalnej wieży do granulowania połączone jest z wielkimi trudnościami. W celu rozdrobnienia tej masy o dużej lepkości, należało zastosować inną metodę granulowania, na przykład taką, w której doprowadza się stop razem z już przesianym stałym produktem do cylindrów granulujących. Jednak produkt zgranulowany w ten sposób jest znacznie gorzej ukształtowany niż ziarna substancji nawozowej, otrzymane przez granulowanie w wieży.

Stwierdzono, że osiąga się nieoczekiwanie niską lepkość stopu, która umożliwia przepompowywanie i tym samym łatwe granulowanie w wieżach, jeżeli wartość pH masy mierzona po

rozcieńczeniu 100 l nawozu w postaci stopu w 100 l wody, mniejsza jest niż 4. Substancja nawozowa w postaci stopu uzyskanego opisanym wyżej sposobem, zawierającego 14% N, 14% P_2O_5 i 14% K_2O oraz wykazującego po rozcieńczeniu wodą wartość pH równą 4,2 i zawartość wilgoci 4,5%, wykazuje lepkość wynoszącą 1000 cP.

Dodatek 1,8% wagowych 95%-owego kwasu azotowego do tego stopu spowodował, że jego lepkość obniżyła się aż do 300 cP, przy tym wartość pH stopu spadła do 3,9.

Wartość pH substancji nawozowej w postaci stopu, którą przepompowuje się a potem rozpyla, można w różny sposób obniżyć poniżej 4. Można to uzyskać na przykład w ten sposób, że małą ilość mocnego kwasu dodaje się jednocześnie z solą potasową lub przed dodaniem soli potasowej. Działanie dodatku kwasu na lepkość stopu jest najsilniejsze wówczas, gdy kwas dodaje się po dodaniu soli potasowej. Można to wnioskować z przebiegu krzywych wykresu przedstawionego na rysunku, który podaje zależność między lepkością substancji nawozowej w postaci stopu o składzie 14% N — 14% P_2O_5 — 14% K_2O i ilością dodatkowo dodanego kwasu, wyrażoną w gramocząsteczkach na gramocząsteczkę P_2O_5 . Ponadto wskazuje on zmianę wartości pH (mierzoną po rozcieńczeniu wodą w stosunku 1 t stopu do 1 t wody) w zależności od dodatkowo wprowadzonego kwasu.

Krzywe a, b i c na rysunku odnoszą się do tych przypadków, w których:

- dodanie kwasu następuje przed dodaniem soli potasowej, a zawartość wilgoci po dodaniu soli potasowej wynosi 4%,
- dodanie kwasu następuje już po dodaniu soli potasowej, a zawartość wilgoci w czasie dodawania soli potasowej wynosiła 4%,
- jak wspomniany punkt b), tym razem jednak z zawartością wilgoci równą 5,2%.

Sposób według wynalazku nadaje się szczególnie korzystnie do zastosowania w przypadku, gdy jako sól potasową stosuje się siarczan potasowy, gdyż otrzymuje się tu substancje nawozowe w postaci stopów o lepkości mniejszej niż lepkość stopu uzyskanego przy dodatku soli potasowej w postaci chlorku potasowego. Ogólnie biorąc w sposobie według wynalazku powinno się stosować wartość pH masy przerabianej na granulki nie niższą niż 3 (mierzoną po rozcieńczeniu wodą w stosunku 1 : 1), ponieważ w przeciwnym razie granulki substancji nawo-

wej zbyt silnie korodują opakowanie, co stwarza trudności przy ich transporcie.

W celu wyjaśnienia wynalazku podaje się kilka przykładów liczbowych.

Przykład I. 1000 g surowego fosforanu (51% CaO , 36% P_2O_5 , 3,4% F) rozpuszcza się w 2580 g 55%-owego kwasu azotowego. Tak otrzymaną ciecz chłodzi się, przy czym wykrystalizowuje 1350 g $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$. Kryształy zostają usunięte, a pozostały roztwór (stosunek moli $CaO : P_2O_5 = 1,34$) zobojętnia się w sposób ciągły za pomocą 231 g NH_3 do wartości pH 2,5. Podczas zobojętniania ulatnia się 250 g wody w postaci pary, po czym przez odparowanie usuwa się jeszcze 300 g wody. Następnie dodaje się 735 g technicznego siarczemu potasowego (49% K_2O). W ten sposób otrzymuje się 2526 g substancji nawozowej w postaci stopu o zawartości wilgoci 4%; wartość pH tego stopu wynosi 4,2 (mierzona po rozcieńczeniu wodą w stosunku 1 : 1). Stop z trudem daje się przepompowywać i dlatego musi być granulowany za pomocą cylindra granulacyjnego. Osobny dodatek 88 g 55%-owego HNO_3 (tj. na mol P_2O_5 0,3 mola HNO_3) spowodował upłynięcie stopu (wartość pH wynosiła 3,6 po rozcieńczeniu stopu wodą w stosunku 1 : 1), dawał się łatwo przepompowywać, a więc i dobrze granulować w wieżach. Otrzymane granulki zostały dodatkowo wysuszone za pomocą środka suszącego do zawartości wilgoci 1% i popudrowane 3% silikazem. W ten sposób otrzymane granulki zawierały 13,8% N, 14,0% P_2O_5 (z tego 50% było rozpuszczalne w wodzie) i 14,0% K_2O .

Przykład II. 1000 g surowego fosforanu (51,0% CaO , 36,0% P_2O_5 i 3,4% F) rozpuszcza się w 2830 g 55%-owego HNO_3 .

Tak otrzymaną ciecz następnie chłodzi, co powoduje, że wykrystalizowuje z niej 1350 g $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$. Po odsączeniu roztwór zobojętnia się 270 g NH_3 do wartości pH 2,5, po czym odparowuje 300 g wody; pozostała ilość 490 g wody usuwa się przez odparowanie, po czym do otrzymanej zawiesiny stałego $CaHPO_4$ w roztworze zawierającym w nadmiarze azotan amonowy dodaje się 1080 g K_2SO_4 (50% K_2O). W celu obniżenia lepkości otrzymanej masy dodaje się na gramocząsteczkę P_2O_5 0,8 gramocząsteczki 55% HNO_3 , czyli 237 g. Substancja nawozowa (zawartość wody 5,1%, wartość pH mierzona po rozcieńczeniu wodą w stosunku 1 : 1 wynosi 3,2) zostaje przerobiona na granulki, które wysuszone do zawartości wilgoci 1%

i popudrowane 3%-owym silikażelem. Otrzymano tak substancję nawozową, która zawierała 13,8% N, 11,4% P_2O_5 , z tego 75% jest rozpuszczalne w wodzie i 17,1% K_2O .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania granulek złożonego nawozu sztucznego, zawierającego azot, fosfor i potas, przez rozpuszczanie surowego fosforanu w kwasie azotowym, ustalanie stosunku molowego $CaO : P_2O_5$ w roztworze do wartości ≤ 2 , zobojętnianie tego roztworu amoniakiem do wartości pH 1,5–2,5 i odparowywanie zobojętnionego roztworu aż do uzyskania stopu, dodanie soli potasowej do tego stopu i przez dalszą obróbkę tak uzyskanego
- stopu aż do uzyskania granulek substancji nawozowej, znamieny tym, że przed granulacją do stopu dodaje się taką ilość kwasu, która powoduje obniżenie pH stopu do wartości mniejszej od 4, mierzonej po rozcieńczeniu stopu wodą w stosunku objętościowym 1 : 1.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że wartość pH stopu przeznaczonego do granulowania koryguje się po dodaniu soli potasowej.

Stamicarbon N. V.

Zastępca: mgr inż. Adolf Towpik
rzecznik patentowy

