



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

244349
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
C 01 B 25/23

[22] Prihlásené 10 01 85
[21] {PV 195-85}

[40] Zverejnené 17 09 85

[45] Vydané 15 11 87

[75]

Autor vynálezu

HERMAN LUBOMÍR ing.; JUHÁS MILAN ing.; BAČÍK ZDENO ing.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych, vznikajúcich neutralizačno-dehydratačnou reakciou fosforečných kyselín s plynným amoniakom, ktorá prebieha kontinuálne na povrchu spenenej taveniny vznikajúcej reakciou močoviny a kyseliny sírovej.

Vynález je možné využiť v chemickom priemysle.

2

Vynález sa týka spôsobu prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych. Tavenina kondenzovaných fosforečnanov amónnych je základnou východiskovou látkou pre prípravu čírych alebo suspenzných kvapalných hnojív.

Je známe, že základom prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych je neutralizácia fosforečných kyselín amoniakom. V literatúre sú popísané postupy tlakovej neutralizácie superfosforečných kyselín (USA pat. č. 3 171 733; 3 241 946) a atmosferickej neutralizácie superfosforečných kyselín (Rev. Chim. [Bukurešť] 16 /2/, 81 až 83 rok [1965]).

Ďalej sú známe postupy prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych priamou neutralizáciou fosforečných kyselín komerčnej koncentrácie. Tieto postupy sú obdobne založené na tlakovej (NSR pat. č. 1 909 438; Franc. pat. č. 1 493 803) a atmosferickej (Franc. pat. 1 436 746) neutralizácii.

Pre prípravu kondenzovaných fosforečnanov amónnych sa používa viacero typov reaktorov. Najrozšírenejšie sú dýzové reaktory (USA pat. č. 3 464 808) a T-reaktory (Farm. Chemicals 132 /9/ 41 až 47 /1969/, USA pat. č. 2 985 513/).

V poslednej dobe boli vypracované postupy prípravy taveniny kondenzovaných fosforečnanov amónnych pomocou reaktorov, kde k dehydratácii molekulárnej vody dochádza vo filmovej vrstve. Tieto možno rozdeliť na reaktory, v ktorých k molekulárnej dehydratácii dochádza mimo reakčnej zóny (Čs. AO 205 849) av reakčnej zóne (Čs. AO 210 335). Vytváranie filmovej vrstvy sa docieľuje výplňou reaktora alebo žliabkami, po ktorých tavenina steká.

Pre zväčšenie uvoľňujúceho sa tepla pri neutralizácii sa do reakčného systému vnášajú produkty hydratácie oxidu sírového alebo samotný oxid sírový. Zvýšenie neutralizačného tepla priaznivo vplýva na prehlbenie kondenzácie orto-formy fosforečnanu na polyformu. Ako kondenzačné činidlo sa tiež používa močovina (Čs. AO 216 856), ktorá pri rozklade zväčšuje povrch reakčnej zmesi.

Nevýhodou doteraz známych spôsobov prípravy kondenzovaných fosforečnanov, ako aj použitia uvádzaných reaktorov je predovšetkým vysoká energetická náročnosť spracovania superfosforečných kyselín a potreba konštrukčných materiálov so značnou koróznou odolnosťou.

Ďalšou nevýhodou je to, že pri spracovávaní extrakčných ortofosforečných kyselín vznikajú na stenách reaktorov nápeky ťažko tavitelných fosforečnanov kovov, ktoré sú v extrakčných kyselinách fosforečných prítomné, čím sa znižuje svetelnosť reaktorov a v reaktoroch pracujúcich s filmovou vrstvou dochádza k zvyšovaniu pracovného tlaku reaktora, čo obmedzuje ba až znemožňuje spracovávať extrakčné kyseliny fosfo-

rečné s vyšším obsahom kationických nečistôt.

Nevýhodné je tiež i použitie močoviny ako kondenzačného činidla, vzhľadom na tepelnú bilanciu neutralizačno-dehydratačnej reakcie, pretože jej rozklad má endotermický charakter.

Teraz sa zistilo, že uvedené nedostatky odstraňuje spôsob prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych podľa vynálezu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že reakcia kyseliny fosforečnej a plynného amoniaku prebieha kontinuálne na povrchu spenenej taveniny s teplotou 180 až 320 °C, vznikajúcej reakciou močoviny a kyseliny sírovej v molárnom pomere $\text{Co}(\text{NH}_2)_2 : \text{H}_2\text{SO}_4 = 0,7 \text{ až } 1,3$.

Výhodou uvedeného spôsobu prípravy je hlavne odstránenie výplní prietokových reaktorov pri spracovávaní extrakčných a termických kyselín fosforečných komerčnej koncentrácie. Tým sa odstraňuje možnosť tvorby nápekov ťažko tavitelných fosforečnanov kovov na výplni a zároveň je možné spracovávať extrakčné kyseliny fosforečné aj s extrémnym obsahom znečisťujúcich kationových prímiesí. Dostatočná veľkosť reakčného povrchu neutralizačno-dehydratačnej reakcie sa dosahuje silne spenenou taveninou, ktorá je produktom exotermickej reakcie kyseliny sírovej a močoviny. Na povrchu tejto taveniny dochádza k neutralizačno-dehydratačnej reakcii kyseliny fosforečnej a plynného amoniaku. Ďalšou výhodou uvedeného postupu je, že tepelné zafarbenie reakcie kyseliny sírovej a močoviny prispieva k celkovej tepelnej bilancii neutralizačno-dehydratačnej reakcie.

Nasledujúce príklady osvetľujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

Do kontinuálne pracujúceho vertikálneho trúbkového neutralizačno-dehydratačného reaktora sa dávkovalo 1,18 kg/min extrakčnej H_3PO_4 (54 % P_2O_5) predohriatej na 60 stupňov Celsia. Súčasne s extrakčnou H_3PO_4 sa dávkovalo 0,32 kg/min plynného NH_3 a 0,35 kg/min produktu reakcie kyseliny sírovej a močoviny. Produkt reakcie kyseliny sírovej a močoviny, ktorý sa pripravil v samostatnom prietokovom reaktore reakciou 0,25 kg/min kyseliny sírovej (98 %) predohriatej na 70 °C s 0,1 kg/min kryštalickej močoviny sa nastrekoval pri teplote 240 °C do neutralizačno-dehydratačného reaktora vo forme silne spenenej taveniny. Na veľkom povrchu silne spenenej taveniny (produktu reakcie kyseliny sírovej a močoviny) dochádzalo k neutralizačno-dehydratačnej reakcii kyseliny fosforečnej a amoniaku. Tavenina opúšťajúca reaktor mala zloženie 13,1 % N; 49,9 % P_2O_5 ; 7,5 % S, pričom 32,2 % fosforečnej zložky je v kondenzovanej forme. Stupeň konverzie bol 30,86 %.

Príklad 2

Pracovalo sa postupom ako v príklade 1. Do reaktora sa dávkovalo 1,18 kg/min extrakčnej kyseliny fosforečnej (54 % P_2O_5) predohriatej na 60 °C súčasne s 0,32 kg/min plynného amoniaku a 0,45 kg/min spenenej taveniny, (produktu reakcie 0,25 kg/min ky-

seliny sírovej /98 %/ predohriatej na 180 °C a 0,20 kg/min roztavenej močoviny}, ktorá mala teplotu 310 °C. Tavenina opúšťajúca reaktor mala zloženie 12,4 % N, 53,1 % P_2O_5 ; 7,7 % S; pričom 45,3 % fosforečnej zložky bolo v kondenzovanej forme. Stupeň konverzie bol 52,81 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy kondenzovaných fosforečnanov amónnych neutralizačno-dehydratačnou reakciou extrakčných a/alebo termických fosforečných kyselín s plynným amoniakom vyznačujúci sa tým, že neutralizač-

no-dehydratačná reakcia prebieha kontinuálne na povrchu spenenej taveniny s teplotou 180 až 320 °C, vznikajúcej reakciou močoviny a kyseliny sírovej v molárnom pomere $Co(NH_2)_2 : H_2SO_4 = 0,7$ až 1,3.