



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207 514

(11) (B1)

(51) Int. Cl. C 05 G 3/00

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 10 78
(21) PV 6691-78

(40) Zveřejněno 30 06 80
(45) Vydáno 01 12 83

(15)
Autor vynálezu

SCHOEDLEBAUER VLADIMÍR ing.

BARTOŠ JAROSLAV ing., ÚSTÍ NAD LABEM

MÍČEK FRANTIŠEK ing.

LAKOTA VLADIMÍR ing.

HEGNER PAVEL ing. CSc., ÚSTÍ NAD LABEM

BASTL VLADIMÍR ing., SLUŠOVICE

(54) Způsob přípravy stabilizovaných základních NP suspenzí

1

Vynález se týká způsobu přípravy stabilizovaných základních NP suspenzí 10-30-0 až 11-33-0 na bázi pevných fosforečnanů amonných.

V průběhu posledních pěti let zaujaly suspenze významné místo v zemích s rozvinutou výrobou kapalných hnojiv (USA, Itálie a Belgie) pro vyšší obsah živin ve srovnání s čirými kapalnými hnojivy a levnější suroviny (extrakční kyselina fosforečná a technické fosforečnany amonné z této báze).

NPK suspenze se tradičně vyrábí horkým nebo studeným mísením základních NP roztoků a suspenzí na bázi orto a polyfosforečnanů amonných (8-24-0, 10-34-0, 11-37-0, 12-40-0) se základními dusíkatými roztoky (28-0-0, 30-0-0 a 32-0-0), vypočteným množstvím vody a tříděnou draselnou solí (60 % hmot. K_2O). Aby se zabránilo sedimentaci nasuspendovaných částic (draselná sůl, nečistoty vysrážené při amoniskalizaci extrakční kyseliny fosforečné), přidává se v průběhu nebo před horkým nebo studeným mísením NP roztoků nebo suspenzí s N roztoky práškovitý gelotvorný jííl nebo večné, aktivované (natrifikované) disperze attapulgitového nebo bentonitového typu. Obsah gelotvorných jíílů u těchto NPK suspenzí se pohybuje v mezích 1,5 až 2,5 % hmot.

Vedle báze NP roztoků a suspenzí ortofosforečnanů a polyfosforečnanů amonných, připravovaných neutralizací vodou zředěné extrakční kyseliny fosforečné nebo superfosforečné

207 514

plynným nebo vodným roztokem čpavku do hmotnostního neutralizačního poměru $N : P_2O_5 = 0,294 - 0,333$, se začaly vyrábět v USA z levnějších surovin (extrakční kyselina fosforečná a pevné fosforečnany a polyfosforečnany amonné - 11-55-0, 18-46-0, 12-54-0) kontinuálně NP suspenze s obsahem jemné krystalické fáze monohydrogen a dihydrogenfosforečnanu amonného.

V TVA byl v letech 1974 až 1976 vypracován kontinuální postup výroby základní NP suspenze 13-38-0, stabilizované práškovitým attapulgitem do obsahu 1,5 % hmot., třístupňovou neutralizací extrakční kyseliny fosforečné. Jemné krystaly monohydrogen a dihydrogenfosforečnanu amonného se vytvářejí kontinuálním přímým chlazením NP suspenze prosávaným vzduchem ve sprchovém chladiči s dřevěnou výplní, zařazeném mezi druhý a třetí neutralizátor, kde dochází k ochlazení NP suspenze na teplotu 45 až 50 °C. NP suspenze 12,5-39,2-0 se doneutralizuje na složení 13-38-0 v třetím reaktoru do pH = 6,5 až 7,0 a dochladí vodním chladičem na teplotu 40 až 50 °C.

Výhodou tohoto procesu jsou vyhovující skladovací a dopravní vlastnosti koncentrované NP suspenze. Sedimentační podíl v dopravních zásobnících nepřevyšuje 2 obj. %. Proces nevyžaduje u prvních neutralizátorů chlazení vodou. Nevýhodou procesu je, že po dvou dnech chodu dochází k zasolení chladiče, kdy je nutno inkrusty odstranit. Nevýhodou je i značná spotřeba čerpací energie, nutná k realizaci chladicího okruhu. Další nevýhodou je, že při mísení NP suspenze 13-38-0 s N roztokem 32-0-0 a draselnou solí (kompletace na NPK hnojiva) je nutno přidat značný podíl ředící vody, který je nutný, aby byla vyrobena NP nebo NPK suspenze s únosnou koncentrací živin (39 až 43 % hmot.), viskozitou 400 až 600 mPas a vyhovujícími tokovými vlastnostmi.

V TVA byly rovněž vypracovány postupy přípravy základní NP suspenze 11-33-0 neutralizací vodných roztoků granulovaného polyfosforečnanu amonného 12-54-0 nebo technických fosforečnanů amonných (dihydrogen nebo monohydrogenfosforečnany amonné) 10-50-0 a 11-52-0 plyným čpavkem, u nichž se reakční teplo, vybavené při neutralizaci, využívá k rozpouštění granulovaných nebo krystalických polyfosforečnanů nebo fosforečnanů amonných. Vyrobená NP suspenze se stabilizuje práškovým gelotvorným jílem do koncentrace 1,5 % hmot. Jako gelotvorný jíl se používá práškovitý attapulgit nebo sodný bentonit. (ACHORN F. P., KIM-BROUGH H. L., Fert. Solution, str. 64 až 82, September-October 1977.)

Italská firma Montedison (MORANDI G., Problems techniques rattachées à l'introduction de la fertilisation fluide, P. Marghera, 28. 3. 1975) zavedla v letech 1972 až 1974 výrobu základních NPK suspenzí 5-15-15, 5-15-20, 4-12-24. Výrobní postup je v první fázi založen na přípravě NP základních suspenzí 10-30-0 a 11-33-0. Kyselina fosforečná (54 % P_2O_5), zředěná vypočteným množstvím vody, se neutralizuje plyným čpavkem do pH = 6,3 za chlazení na teplotu 60 °C na NP základní suspenzi o koncentraci 10-30-0 a 11-33-0. Tato nestabilizovaná NP suspenze s obsahem krystalické fáze fosforečnanů amonných a nečistot, vysrážených při amoniakalizací extrakční kyseliny fosforečné, se mísí při kompletaci na základní NPK suspenze 5-15-15, 5-15-20, 4-12-24 nejdříve s 10 % vodní disperzí bentonitu a tříděnou

draselnou solí (60 % K_2O), z níž byly odsítovány částice větší než 1 mm.

Při přípravě NP a NPK suspenzí (10-30-0, 11-33-0, 5-15-20, 5-15-15 a 4-12-24) se také využívá postup TVA (ACHORN P., LEWIS Jr., Alternative Source of Materials for the Fluid Fertilizer Industry, N F S A, Round Table, July 24-5, 1974), který zpracovává technický hydrogenfosforečnan amonný v množství 50 až 85 % celkového podílu P_2O_5 o velikosti částic do 1 mm v kombinaci s kyselinou fosforečnou. Tato směs se neutralizuje čpavkem plynným. Výhodou tohoto postupu je snížení viskozity v průběhu neutralizace a nižší sedimentační rychlost NP a NPK suspenzí ve srovnání s postupem s extrakční kyselinou fosforečnou. Nevýhodou postupu je, že neřeší přípravu stabilizovaných NP suspenzí 10-30-0 a 11-33-0, které se používají po mísení s bentonitovou disperzí a mletou draselnou solí k přípravě stabilizovaných NPK suspenzí, vyznačujících se při skladování značnými hodnotami viskozity.

Výhodnějším se jeví způsob přípravy základních NP suspenzí podle předkládaného vynálezu. Předmětem vynálezu je způsob přípravy stabilizovaných základních NP suspenzí 10-30-0 až 11-33-0 na bázi pevných fosforečnanů amonných, vyznačený tím, že vodná suspenze granulovaného nebo krystalického amofosu (ČSN 65 4915, ST SEV 392-76) o složení 11,1 až 12,8 % hmot. N a 45,5 až 52,7 % hmot. P_2O_5 celkového se diskontinuálně za míchání čpavku je plynným čpavkem nebo vodným roztokem čpavku do hodnoty pH 6,8 až 7,0 a stabilizuje 10 až 20 %ní bentonitovou disperzí obsahující natrifikační přísady, případně i ztekucovadlo.

Výhoda předkládaného způsobu spočívá v možnosti zpracovávat vhodnou, lacinou a dostupnou surovinu - amofos. Samotný postup je vzhledem ke své diskontinuitě jednoduchý jak technologicky, tak i strojně. Způsob podle předkládaného vynálezu umožňuje připravit základní NP suspenze s vlastnostmi zcela srovnatelnými se zahraničními produkty, vyrobenými z čistších nebo dražších surovin nákladnějším způsobem, jako například při výrobě suspenzí 13-38-0 z extrakční kyseliny fosforečné.

Neutralizace vodných suspenzí krystalického nebo granulovaného amofosu se provádí v míchaném reaktoru, vybaveném brzdými přepážkami a rozdělovačem čpavku, plynným nebo vodným roztokem čpavku do hodnot pH = 6,8 až 7,0. Reakční teplo, vybavené při neutralizaci, se využívá k rozpouštění granulovaného nebo krystalického amofosu. Do 80 až 85 °C teplotě NP suspenze se přidává 15 % vodní bentonitová disperze do obsahu 1,5 % hmot. bentonitu. Tím vznikne stabilizovaná základní NP suspenze 10-30-0 nebo 11-33-0 o teplotě 80 °C.

Bentonitová disperze se připraví v míchaném reaktoru dispergací práškovitého bentonitu ve vodném roztoku sody nebo ve vodném roztoku sody a ztekucovadla (humát sodný), při době míchání od 1 až 3 hodin. Botnací efekt bentonitové disperze závisí na teplotě vodného roztoku stabilizačních přísad.

Horké stabilizované NP suspenze lze využít v horké mísírně k přípravě NP směsných a NPK suspenzních hnojiv v širokém rozmezí variability živin (4 : 1 : 0, 3 : 1 : 0,

207 514

2 : 1 : 0, 1 : 1 : 0, 1 : 2 : 0, 1 : 1 : 1, 1 : 1 : 2, 1 : 2 : 2, 1 : 2 : 3, 1 : 2 : 4, 1 : 3 : 2, 1 : 3 : 3, 1 : 3 : 5, 2 : 1 : 1, 2 : 1 : 2, 3 : 1 : 1, 3 : 1 : 2, 3 : 1 : 3, 3 : 2 : 1), kdy se využívá tepelné kapacity komponent (N roztok, voda, dodatková bentonitová disperze a rozpouštěcí teplo draselné soli) k ochlazení výsledné suspenze na teplotu 25 až 35 °C.

Pro dlouhodobé skladování základní NP suspenze 10-30-0 a 11-33-0 se horká NP suspenze rychle ochladí na přídavném chladicím zařízení (vodní chlazení) na teplotu 25 až 30 °C, aby se zabránilo vyloučení velkých krystalů fosforečnanů amonných, při pomalém chladnutí. Stabilizovaná základní NP suspenze 10-30-0 a 11-33-0 se skladuje v zásobnících, které jsou vybaveny pneumatickým mícháním vzduchem. Míchání se provádí periodicky za 3 až 4 dny. Stabilizovaná základní NP suspenze vykazují tyto fyzikálně chemické a skladovací vlastnosti:

Druh NP suspenze	Hustota kgm ⁻³	Viskozita mPas	Sedimentační objem po době skladování		
			1 hod.	24 hod.	100 hod.
10-30-0	1370	62	99,8	91,6	89,0
11-33-0	1400	92	100,0	97,0	90,0

Výhodou takto připravených suspenzí je dlouhodobé skladovatelnost, nízké viskozity, vyhovující tokové vlastnosti při aplikaci.

Vynález je dále osvětlen a doložen příklady provedení.

Příklad 1

Do míchaného reaktoru, umístěného na tenzometrických vahách, vybaveného dvojčinným lopatkovým míchadlem, se naváže 2,86 t vody a za míchání se přidá 5,77 t krystalického amofosu (12-52-0). Vzniklá suspenze amofosu se neutralizuje plynným čpavkem do pH = 6,8 až 7,0 v množství 0,37 t NH₃. Teplota reakční směsi je 80 °C. Doba neutralizace je 40 minut. K této suspenzi se přidá 1 t 15 % bentonitové disperze s obsahem 1 % sody o vstupní teplotě 20 °C a disperguje se za míchání po dobu 15 minut. Vznikne 10 t stabilizované základní NP suspenze o složení 10-30-0 a obsahu 1,5 % hmot. bentonitu. Tato suspenze vykazuje tyto fyzikálně chemické a skladovací vlastnosti:

hustota = 1370 kgm⁻³, viskozita 62 mPas (při 20 °C), sedimentační objem po době skladování 100 hodin při teplotě 15 °C byl 89 % obj.

Příklad 2

Do míchaného reaktoru, umístěného na tenzometrických vahách, vybaveného dvojčinným lopatkovým míchadlem, se naváže 2,23 t vody a za míchání se přidá 6,35 t granulovaného amofosu (12-52-0). Vzniklá suspenze amofosu se neutralizuje plynným čpavkem do pH = 6,8 až 7,0 v množství 0,42 t NH₃. Teplota reakční směsi je 87 °C. Doba neutralizace je 50 mi-

nut. K této suspenzi se přidá 1 t 15 % bentonitové disperze s obsahem 1 % sody a 2 % humátu sodného (ztekucovaadlo) o teplotě 20 °C a disperguje se za míchání po dobu 15 minut. Vznikne 10 t základní stabilizované NP suspenze 11-33-0 o obsahu 1,5 % hmot. bentonitu. Tato suspenze vykazuje tyto fyzikálně chemické a skladovací vlastnosti:

hustota = 1420 kgm^{-3} , viskozita 75 mPas (při 20 °C), sedimentační objem po době skladování 100 hodin při teplotě 15 °C byl 90 % obj.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy stabilizovaných základních NP suspenzí 10-30-0 až 11-33-0 na bázi pevných fosforečnanů amonných, vyznačený tím, že vodná suspenze granulovaného nebo krystalického amofosu o složení 11,1 až 12,8 % hmot. N a 45,5 až 52,7 % hmot. P_2O_5 celkového se diskontinuálně za míchání čpavkuje plynným čpavkem nebo vodným roztokem čpavku do hodnoty pH 6,8 až 7,0 a stabilizuje 10 až 20 %ní bentonitovou disperzí obsahující natrifikační přísady, případně i ztekucovaadlo.