



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

251521

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 05 B 11/06

[22] Prihlásené 14 05 85
[21] (PV 3436-85)

[40] Zverejnené 13 11 86

[45] Vydané 15 08 88

[75]

Autor vynálezu

JANKOVIČ JOZEF ing., MAGYAR PAVOL ing.,
WARADZIN WALTER ing. CSc., ONDRUŠ ŠTEFAN ing., PÁL KOLOMAN,
ŠALA, BATYKA DEZIDER ing., TRNOVEC nad Váhom,
PÁLKA JÁN ing. CSc., BRATISLAVA, PAPP JOZEF ing., ŠALA

(54) Spôsob prípravy granulovaného NPK hnojiva nitrofosfátového typu
so zvýšenou odolnosťou voči spekaniu

1

2

Riešenie sa týka spôsobu prípravy granulovaného NPK hnojiva nitrofosfátového typu so zvýšenou odolnosťou triedeného granulátu voči spekaniu. Zvýšenej odolnosti voči spekaniu a zároveň i zvýšenej bodovej pevnosti granúl sa dosahuje v dôsledku vhodného rozdelenia H_3PO_4 do jednotlivých neutralizačných stupňov, pričom pred vstupom do prvého neutralizačného stupňa sa pridá také množstvo kyseliny, ktorým sa upraví molárny pomer $CaO : P_2O_5$ na 2,1 až 2,25 a následným čpavkovaním sa pH zvýši nad 3. Zvyšná kyselina sa pridá v druhom neutralizačnom stupni, kde sa pH upraví na 5 až 5,8.

Vynález sa týka spôsobu prípravy granulovaného NPK hnojiva nitrofosfátového typu so zvýšenou odolnosťou triedeného granulátu voči spekaniu.

Je všeobecne známe, že väčšina priemyselne vyrábaných granulovaných hnojív, pokiaľ nie je vhodným spôsobom povrchovo upravovaná, prejavuje počas skladovania nežiadúci sklon k spekaniu. V záujme zníženia, resp. potlačenia tohto negatívneho javu je potrebné granulát upravovať prídavkom jemne mletých materiálov so separačnými účinkami (materiály typu kaolín, bentonit, dolomit, vápenec a iné) alebo látok hydrofóbnej povahy (minerálne a rastlinné oleje, alifatické amíny a iné).

Výsledný efekt povrchovej úpravy je okrem iného závislý i od sklonu neupraveného granulátu k spekaniu, čo je odrazom jeho vnútornej fyzikálno-chemickej štruktúry. Čím je tento sklon vyšší, tým väčšie množstvo separačnej, resp. hydrofóbnej látky treba použiť k dosiahnutiu žiadúceho protispekavého účinku. Ani najúčinnšie systémy povrchovej úpravy nedokážu znížiť spekavosť hnojiva na prijateľnú mieru, pokiaľ neupravený granulát má príliš vysoký sklon k spekaniu pri skladovaní.

Z uvedeného vyplýva, že je potrebné, aby neupravený granulát mal spekavosť pod definovanou hraničnou hodnotou, ktorá bude rozdielna pre každý druh a typ hnojiva ako aj pre jednotlivé systémy povrchovej úpravy.

Pri hodnotení spekavosti nitrofosfátového NPK s obsahom 10 až 14 % hmot. dusíka, 18 až 22 % hmot. celkového oxidu fosforečného, 10 až 14 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 18 až 22 % hmot. oxidu draselného, pri ktorého výrobe sa obsah vodorozpustného oxidu fosforečného v hnojive reguluje zmenou pomeru kyselina fosforečná : fosfát, na základe hodnotenia pomocou štandardnej metódy ISO sa javí hodnota 300 až 320 N únosnou hornou hranicou spekavosti neupraveného vytriedeného granulátu s cca 95 %-ným obsahom granulometrickej frakcie 1 až 4 mm.

U granulátu tejto kvality možno pomocou jednej z najúčinnjších povrchových úprav na báze mastných amínov (3 kg 10 %-ného roztoku mastného amínu v minerálnom oleji na 1 tonu hnojiva) znížiť spekavosť pod 150 N, čo odpovedá približne sypkosti granulátu po trojmesačnom skladovaní podľa ČSN 65 4925 na úrovni prvého stupňa akosti. Takúto úroveň nemožno dosiahnuť v prípade, keď hodnota spekavosti neupraveného granulátu presiahne hore uvedenú hranicu 320 N.

Pri nitrofosfátovom spôsobe prípravy NPK sa rozkladá mletý fosfát v prebytku 50 až 60 %-nej kyseliny dusičnej. Fosfátom sa zabezpečuje len menšia časť oxidu fosforečného v hnojive. Hlavným zdrojom je kyselina fosforečná, ktorá sa pridáva do procesu najčastejšie v mieste vstupu do neutrali-

začného uzla, kde sa mieša s produktom kyslého rozkladu fosfátu. Pri niekoľko stupňových neutralizačných systémoch sa kyselina fosforečná rozdeľuje do jednotlivých reaktorov vo väzbe na optimálne využitie čpavku (US pat. č. 3 130 039). K dosiahnutiu minimálne 50 %-ného podielu vodorozpustného oxidu fosforečného v produkte je potrebné, aby množstvo oxidu fosforečného z kyseliny fosforečnej bolo min. 2,3 násobkom tej istej zložky z fosfátu. Čpavkom zneutralizovaná NP brečka sa v ďalšom stupni upraví prídavkom draselnej soli na požadované zloženie hnojiva. Po granulácii, sušení, triedení a povrchovej úprave sa získka granulované NPK hnojivo.

Nevýhodou známych postupov prípravy nitrofosfátových NPK hnojív s obsahom 10 až 14 % hmot. dusíka, 18 až 22 % hmot. oxidu fosforečného, 10 až 14 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 18 až 22 percent hmot. oxidu draselného je, že povrchovo neupravený granulát má vysoký sklon k spekaniu (až 700 N).

V zmysle predmetného vynálezu bolo zistené, že v prípade ak sa pridá k rozkladnej zmesi pred neutralizáciou iba také množstvo kyseliny fosforečnej, ktorým sa upraví molárny pomer oxid vápenatý : oxid fosforečný v zmesi po rozklade apatitu na 2,15 až 2,25 s následným načpavkovaním na pH väčšie ako 3 a zvyšné množstvo kyseliny sa pridá k zmesi v nasledujúcom neutralizačnom stupni s dočpavkovaním na pH 5 až 5,8. Po pridaní draselnej soli, granulácii a sušení sa získka granulát, ktorý po vytriedení na obsah minimálne 95 % frakcie 1 až 4 mm dosahuje spekavosť podľa ISO 120 až 280 N, ktorá je významne nižšia ako u granulátov, získaných podľa známych postupov.

Ďalšou výhodou tohoto postupu je, že sa získka granulát s vyššou bodovou pevnosťou (30 až 40 N oproti 20 až 30 N) a zmes počas čpavkovania má lepší tok v dôsledku úplného a nevratného prechodu vápnika v prvom neutralizačnom stupni na hydrofosforečnan vápenatý a následného ovplyvnenia zloženia soľného systému v produkte.

Podstatou navrhovaného riešenia spôsobu prípravy granulovaného NPK hnojiva nitrofosfátového typu so zvýšenou odolnosťou voči spekaniu, obsahujúceho 10 až 14 % hmot. dusíka, 18 až 22 % hmot. oxidu fosforečného, 10 až 14 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 18 až 22 % hmot. oxidu draselného je, že k zmesi po rozklade apatitu 50 až 60 %-nou kyselinou dusičnou sa pred neutralizáciou pridá také množstvo 50 až 55 %-nej kyseliny fosforečnej, ktorým sa upraví molárny pomer oxid vápenatý : oxid fosforečný na 2,1 až 2,25 s následným načpavkovaním zmesi na pH väčšie ako 3 a zvyšná kyselina fosforečná sa pridá v nasledujúcom neutralizačnom stupni, pričom vzniklá zmes sa plynným čpavkom upraví na pH 5 až 5,8.

Príklady prevedenia:

Príklad 1

Príklad odpovedá postupu podľa predmetného vynálezu. Za stáleho miešania v sklenej nádobe sa diskontinuálne rozložilo 1320 gramov jemne mletého Kola apatitu, obsahujúceho 39,5 % hmot. oxidu fosforečného prídavkom 3375 g 60 %-nej kyseliny dusičnej pri 70 °C počas 60 minút. K získanej zmesi sa primiešalo 500 g extrakčnej kyseliny fosforečnej s obsahom 52,5 % hmot. oxidu fosforečného, 3,5 % hmot. kyseliny sírovej, 1,1 % hmot. fluoru a 3,6 % hmot. oxidu železa, hliníka a horčíka.

Zmes s molárnym pomerom oxid vápenatý : oxid fosforečný = 2,24 sa upravila plynným čpavkom pri 110 až 120 °C na pH 3,7 a takto upravená obsahovala 8,3 % hmot. amoniakálneho dusíka, 14,6 % hmot. oxidu fosforečného a 12,8 % hmot. oxidu vápenatého.

K čiastočne zneutralizovanej zmesi sa pridalo 2264 g kyseliny fosforečnej hore uvedenej kvality, za súčasného čpavkovania pri 120 až 130 °C až na pH 5,7. Výsledná zmes o molárnom pomere oxid vápenatý : oxid fosforečný = 0,88 obsahovala 12,3 % hmot. vody, 10,6 % hmot. amoniakál. dusíka, 15,2 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 0,2 % hmot. vodorozpustného oxidu vápenatého. Do tejto NP brečky sa pridalo za miešania a vyhrievania pri 130 stupňov C 3340 g draselnej soli s obsahom 59 % hmot. oxidu draselného.

Časť vzniklej NPK brečky po vysušení v tenkej vrstve a po hrubom drvení sa dosu-

šila na obsah vody 1,2 % hmot. Získaná drť sa použila ako granulačné lôžko pre granuláciu zvyšnej NPK brečky v šnekovom laboratórnom granulátore pri pomere 2,5 kg drte na 1 kg bezvodej brečky.

Granuláciou pri 90 °C sa získal vlhký granulát s obsahom 3,4 % hmot. vody, ktorý sa sušením znížil na 1,2 % hmot. Z vysušeného granulátu sa získal produkt s obsahom 98,1 % hmot. frakcie 1 až 4 mm, 12 % hmot. dusíka, 20,1 % hmot. oxidu fosforečného, 11,05 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 19,90 % hmot. oxidu draselného.

Zo 6 reprodukčných pokusov sa stanovili spekavosti vytriedeného granulátu podľa ISO metódy. Tieto kolísali v intervale 126 až 231 N. Bodová pevnosť granúl dosahovala 29,5 až 41,8 N pri priemere 34,3 N.

Príklad 2

Postup zhodný s príkladom 1, iba čpavkovanie v prvom stupni sa viedlo do pH 2,3. Priemerná spekavosť vysušeného a vytriedeného granulátu (1,15 % vody, 98,4 % frakcie 1 až 4 mm) dosiahla 393 N, priemerná bodová pevnosť granúl 28,3 N.

Príklad 3

Postup ako u príkladu 1, ale celý objem kyseliny fosforečnej sa pridá k rozkladnej zmesi pred prvým stupňom čpavkovania a v tomto stupni sa zmes čpavkovala na pH 2,3. Priemerná spekavosť vytriedeného a vysušeného granulátu dosiahla 436 N a priemerná bodová pevnosť granúl 26,1 N.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy granulovaného NPK hnojiva nitro-fosfátového typu so zvýšenou odolnosťou voči spekaniu pri skladovaní s obsahom 10 až 14 % hmot. dusíka, 18 až 22 % hmot. celkového oxidu fosforečného, 10 až 14 % hmot. vodorozpustného oxidu fosforečného a 18 až 22 % hmot. oxidu draselného vyznačený tým, že k zmesi po rozklade apatitu 50 až 60 %-nou kyselinou du-

sičnou sa pred neutralizáciou plynným čpavkom pridá 50 až 55 %-ná kyselina fosforečná do molárneho pomeru oxid vápenatý : oxid fosforečný 2,1 až 2,25 s následným načpavkovaním zmesi na pH 3 a zbývajúca kyselina fosforečná sa pridá v nasledujúcom neutralizačnom stupni, pričom vzniklá zmes sa plynným čpavkom upraví na pH 5 až 5,8.