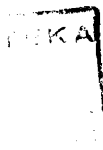


Warszawa, 12 czerwca 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



6056 7/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

16a 7/00

Nr 22963.

Kl. 16, 6.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
(Oberhausen-Holteln, Niemcy).

Sposób wytwarzania nawozów pełnych.

Zgłoszono 12 października 1932 r.

Udzielono 19 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 12 listopada 1931 r. (Niemcy).

Wytwarzanie nawozów pełnych, zawierających fosforan amonowy, napotyka dotychczas w technice znaczne trudności, których przyczyna leży w tem, że nie udaje się bezpośrednio wytwarzanie fosforanu dwuamonowego w stanie stałym, ponieważ nadzwyczaj trudno jest otrzymać kwas fosforowy o dużym stężeniu metodą rozszczepiania fosforanów surowych, które udaje się rozszczepiać tylko stosunkowo rozcieńczonemi kwasami. Przy rozszczepianiu należy wprowadzać tyle cieczy, aby powstała zmulona zawiesina, dająca się łatwo odśadczać. Poza tem do płókania rozszczepionych fosforanów nawet przy najstaranniejszym stosowaniu zasady przeciwprądu zużywane są znaczne ilości wody, wobec czego zazwyczaj otrzymuje się tylko 30% -owy kwas fosforowy. Stężanie tego kwasu fosforowego przez wyparowywanie napotyka

znowu znaczne trudności ze względu na znaczne ilości zawartego w kwasie fosforowym kwasu fluorowodorowego, który w wyższych temperaturach atakuje materiały ceramiczne. Z tego powodu wielokrotnie uciekano się w celu otrzymania kwasu o dużym stężeniu do stosunkowo drogiego wytwarzania kwasu fosforowego przez redukowanie fosforanów i przekształcanie powstającego fosforu gazowego na kwas fosforowy.

Okazało się, że można w prosty sposób wytwarzać fosforan amonowy w stanie stałym z kwasu fosforowego nawet o nieznanym stężeniu, jeśli wytwarza się go jednocześnie z azotanem amonowym przez nasycanie amonjakiem mieszanin kwasu azotowego i fosforowego. Uzyskuje się przytem gotowy nawóz pełny.

Wyszukując ciepło reakcji, powstające

przy nasycaniu kwasów amonjakiem, wprowadza się według wynalazku w sposób ciągły do nasycalnika amonjak i mieszaninę kwasów w ilościach równoważnych, przy czem utrzymuje się odczyn kąpieli nasycalnika w pobliżu punktu obojętnego. W przypadku stosowania kwasów fosforowych o małym stężeniu, łatwych do otrzymania w technice, ciepło reakcji zobojętnienia nie wystarcza do zupełnego wyparowania wody, wprowadzonej z kwasami. Wskutek tego postępuje się w ten sposób, że w nasycalniku albo też w specjalnym aparacie, leżącym poza nasycalnikiem, lecz (najlepiej) połączonym z nim, doprowadza się do praktycznie obojętnej masy reakcyjnej ciepło dodatkowe przez ogrzewanie z zewnątrz w dowolny sposób. Pracuje się przytem tak, aby pomimo wyparowania wody azotan amonowy nie wydzielał się w stanie stałym, lecz aby był zawarty w obiegu reakcji jako masa stopiona, służąca jako ośrodek zawiesiny i ośrodek, przenoszący wydzielony stały fosforan. Wyparowywanie wody kwasu fosforowego odbywa się przy tym sposobie w masie reakcyjnej, którą, jeżeli chodzi o korozję, można uważać za nieszkodliwą. Możliwe jest zupełne wyparowanie, chociaż bowiem cała masa otrzymywanego fosforanu amonowego znajduje się w stanie stałym, w praktycznie bezwodnej masie stopionego azotanu amonowego zawarta jest ilość cieczy, potrzebna do tego, aby przeprowadzić taki sposób dodatkowego ogrzewania, któryby wytwarzał rzadkopłynną lub najwyżej rzadkopapkową konsystencję wyparowanej masy, konieczną do uniknięcia zatkania aparatu. Przy wykonywaniu sposobu należy dbać o dokładne mieszanie masy reakcyjnej. Można ściągać masę z naczynia, w którym zachodzi reakcja, przez przelew lub

inne urządzenie w miarę powstawania masy z wprowadzanych składników. Otrzymuje się produkt w stanie stałym, powstający bezpośrednio przy krzepnięciu masy reakcyjnej bez wydzielania się stałych składników, stanowiących bardzo wielką przeszkodę przy zwykłych sposobach nasycalnikowych. Produkt składa się z fosforanu amonowego i azotanu amonowego. Przy wytwarzaniu nawozów pełnych okazało się szczególnie celowym używanie soli potasowych, potrzebnych do uzupełniania mieszaniny, ewentualnie także soli wapniowych, domieszek gliny lub substancji humusowych, ewentualnie dodawanie kilku takich domieszek, przyczem powyższych domieszek dodaje się do stałej mieszaniny azotanu amonowego z fosforanem amonowym, przez ogrzewanie zaś mieszaniny albo przez wprowadzanie na ciepło powyższych składników nawozu dba się o to, by podczas mieszania lub po niem azotan amonowy występował częściowo pod postacią stopionej masy, dzięki czemu otrzymuje się masę ciastowatą, którą doprowadza się do krzepnięcia zapomocą walców chłodniczych, ślimacznic chłodniczych lub innych odpowiednich aparatów, przy jednoczesnej lub następującej potem granulacji. W celu uzyskania określonego odczynu można przeprowadzać mieszanie także w atmosferze amonjaku.

Przykład wykonania. Zobojętnianie kwasu azotowego i fosforowego uskutecznia się w zamkniętym nasycalniku ogrzewanym, zaopatrzonym w mieszaninę i przelew, o pojemności użytecznej 390 l. Nasycalnik ten napełnia się masą stopioną o temperaturze około 115°, składającą się z 45% azotanu amonowego, 47% fosforanu dwuamonowego i 8% wody. Co godzinę dodaje się mieszaniny kwasów

$$\begin{array}{rcl}
 47 \text{ kg } 50\% \text{-owego (na wagę) kwasu azotowego } (D=1,316) & = & 35,7 \text{ l} \\
 45,8 \text{ kg } 50\% \text{-owego (na wagę) kwasu fosforowego } (D=1,349) & = & 34,0 \text{ l} \\
 \hline
 92,8 \text{ kg} & & = 69,7 \text{ l}
 \end{array}$$

i jednocześnie przez kilka rur rozdzielczych, sięgających do dna naczynia, wprowadza się tyle amoniaku w stanie gazu, że zawartość nasycalnika pochłania na godzinę 13,7 kg NH_3 . Przez doprowadzanie ciepła zawartość nasycalnika utrzymuje się w temperaturze 115°. Przez przelew odpływa co godzinę pod postacią rzadkiej cieczy 64,8 kg masy stopionej, zawierającej 7,3% wody. Ilość ta odpowiada wydajności 4 tonn mieszaniny soli na 1 m³ i na dzień. Produkt doprowadza się przez oziębianie do krzepnięcia, miesza z 37 kg stałego technicznego chlorku potasu (92% KCl) i ogrzewa ponownie w drugim aparacie ogrzewanym tak, aby nastąpiło częściowe stopienie się.

Jeszcze w stanie słabo wilgotnym nawóz miesza się w ślimacznicy chłodniczej i ewentualnie suszy przy jednoczesnem przepuszczaniu nad nim strumienia amoniaku. Otrzymuje się w ten sposób około 100 kg nawozu pełnego o przybliżonym składzie:

16,5% N
16,5% P_2O_5
21,5% K_2O .

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania nawozów pełnych, znamienny tem, że mieszaninę kwasu azotowego i fosforowego zobojętnia się amoniakiem w nasycalniku, otrzymując odczyn praktycznie obojętny, wyzyskując ciepło reakcji oraz doprowadzając ciepło z zewnątrz, by powstawała masa stopiona, która przez bezpośrednie skrzepnięcie przechodzi w stan stały bez uprzedniego wydzielania stałych produktów, poczem do wytworzonej masy dodaje się innych składników nawozu w stanie stałym, przyczem przez jednoczesne doprowadzanie ciepła stapia się znowu przynajmniej znaczną część azotanu amonowego, wreszcie ciastowatą masę przeprowadza się w ostateczny produkt stały przez doprowadzanie do krzepnięcia na walcach, w ślimacznicach chłodniczych albo w innych dowolnych urządzeniach.

Ruhrchemie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.