

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## Č AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

260159

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 B 25/28

(22) Prihlásené 12 02 85  
(21) (PV 973-85)

(40) Zverejnené 16 05 88

(45) Vydané 15 04 89

(75)  
Autor vynálezu

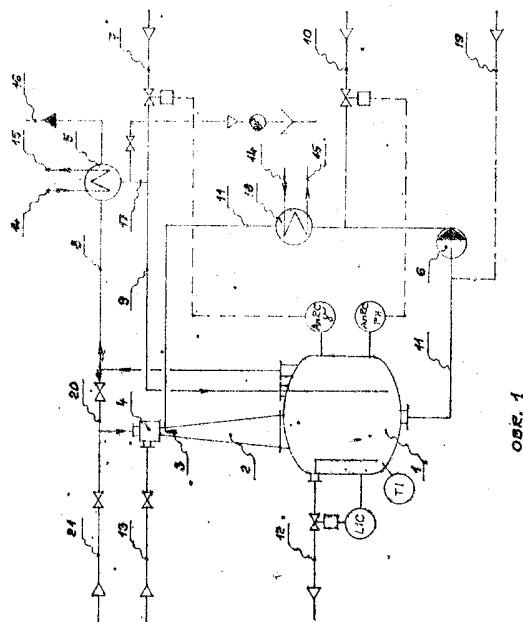
KRAJČÍ PAVOL ing., PÁL KOLOMAN, ONDRUŠ ŠTEFAN ing., ŠALA,  
BATYKA DEZIDER ing., TRNOVEC nad Váhom

(54) Spôsob neutralizácie trihydrogénfosforečnej kyseliny a zariadenie  
k jej uskutočneniu

1

Neutralizácia trihydrogénfosforečnej kyseliny amoniakom sa prevädla cirkulovaným zmesným roztokom hydrogén- a/alebo dihydrogénfosforečnanom amónnym s prídatkom trihydrogénfosforečnej kyseliny pri pH 1 až 7,5 v difúzore kvapalinoprúdeho ejektora. Amoniak obsahuje vodnú paru v molárnom pomere 1 : 0,1 až 1 : 3. Zariadením pre uskutočnenie je kvapalinoprúdy ejektor, ktorého dýza je cirkulačnou rúrou a čerpadlom prepojená s cirkulačnou nádržou, rúra procesných pár je na rúru výstupu inertov prepojená cez kondenzátor procesných pár a odvod procesných kondenzátov je rúrkovým prepojom procesovej vody spojený s cirkulačnou nádržou. Difúzor je spojený s rúrou vodnej pary a/alebo prepojovacou rúrou procesovej pary.

2



Vynález sa týka spôsobu neutralizácie kyseliny trihydrogénfosforečnej amoniakom a zariadenia k jej uskutočneniu.

Amónne soli trihydrogénfosforečnej kyseliny, popri dusičnanom amónnom a močovine sú významnými anorganickými soľami. Majú široké uplatnenie pri technológií výroby priemyselných hnojív a to jak pevných, tak v roztoku ako kvapalné hnojivá číre i suspenzné. Technologická príprava sa zabezpečuje neutralizáciou trihydrogénfosforečnej kyseliny amoniakom, alebo amoniakálnou vodou, a to podľa spôsobu uplatnenia pripravovaných fosforečnanov, obvykle v reakčných nádobách opatrených miešadlom v jednom, alebo vo dvoch stupňoch s priamym vstupom plynného, alebo kvapalného amoniaku a vody pre reguláciu výstupnej koncentrácie. Sú známe riešenia pracujúce na princípe sprchovacích kolón, kde do prúdu amoniakálnych pár sa nastrekuje kyselina trihydrogénfosforečná v dvojstupňovom zapojení, známe ako postup OTTO-v. Je známy postup priameho zmešovania kyseliny fosforečnej amoniaku vo vírivom reaktore s priamym rozstrekom ako tzv. postup GARDINIER-ov. Priemyselne našlo široké uplatnenie tzv. rúrkového T reaktora, ako zmešovacieho elementu s priamym vstrekom kyseliny a amoniaku do reakčnej zóny tvorenej rúrou, doplneného o separátor a účinný vypierač aerosolových exhalátorov. Tieto systémy, alebo ich kombinácie sú predmetom v literatúre publikovaných prác, ako i US patentov 3 813 233; 3 775 534. Uvedené systémy, pri ich uplatnení v príprave kvapalných NP roztokov z komerčných tzv. extrakčných kyselín s obsahom znečisťujúcich prímesí, najmä železa a hliníka poskytujú roztoky, v ktorých neutralizácia vznikajú nerozpustné fosforečnaný, ľahko sedimentujúce, čím znižujú užitnú hodnotu výrobkov v dôsledku zanásania skladovacích nádrží, dopravných rúr, aplikačnej techniky, ktoré vlastnosti sú charakterizované tzv. fluiditou, ako percentuálneho zbytku sedimentu z celkového objemu za stanovený čas. Táto dosahuje hodnoty 3 % a vyššie. V dôsledku toho je potrebný prípadok stabilizujúcich prísad, obvykle aktivovaného bentonitu, ako aj ďalších látok, ktoré priebeh sedimentácie spomaľujú.

Ukázalo sa, že uvedený problém je možné riešiť spôsobom neutralizácie a zariadením podľa tohto vynálezu, podstatou ktorého je, že neutralizácia amoniakom sa uskutočňuje cirkulovaným zmesným roztokom hydrogén- a/alebo dihydrogénfosforečnanu amónneho s prípadom trihydrogénfosforečnej kyseliny pri pH 1 až 7,5 v difúzore kvapalinoprúdeho ejektoru. Amoniak obsahuje paru v molárnom pomere 1 : 0,1 až 1 : 3. Zariadenie pre uskutočnenie spôsobu vyznačené tým, že dýza kvapalinoprúdeho ejektoru je cirkulačnou rúrou a čerpadlom prepojená s cirkulačnou nádržou, rúra procesných pár je na rúru výstupu inertov prepojená

cez kondenzátor procesových pár, odvod procesných kondenzátov je rúrkovým prepojom procesovej vody spojený s cirkulačnou nádržou. Difúzor je spojený s rúrou vodnej pary a/alebo prepojovacou rúrou procesovej pary.

Spôsob a zariadenie podľa vynálezu vytvára reakčné podmienky v turbulentnom toku s pozvolným priebehom neutralizácie, čím sa získavajú roztoky, ktoré aj bez prípadu stabilizujúcich prísad sú dostatočne stabilné, pričom prípadný sediment je späť ľahko dispergovateľný. Nevyžaduje sa zvláštnych dopĺňujúcich zariadení pre vypieranie aerosolových exhalácií aj v prípade, keď neutralizácia prebieha jednostupňove a pri vyšších koncentráciach cirkulujúceho roztoku.

Na pripojenom obrázku je znázornené schematické usporiadanie jednotlivých prvkov podľa vynálezu.

Cirkulačná nádrž 1 je cirkulačnou rúrou 11 a čerpadlom 6, chladičom roztoku 18 prepojená s dýzou 3 kvapalinoprúdeho ejektoru 2. Difúzor 4 kvapalinoprúdeho ejektoru 2 je napojený na rúru 13 výstupu amoniaku, rúru 21 vodnej pary a prepojovaciu rúru 20 procesovej pary. Cirkulačná nádrž 1 je opatrená výstupnou rúrou 12 roztoku. Procesové pary odchádzajú z cirkulačnej nádrže 1 rúrou 8 procesných pár cez kondenzátor 5 procesných pár. Neskondenzovaný podiel odchádza rúrou 16 výstupu inertov. Procesná voda vstupuje rúrou 7 prívodu procesnej vody a je prepojená odvodom 17 procesných kondenzátov z kondenzátora 5 procesných pár rúrkovým prepojom 9. Cirkulačná rúra 11 je prepojená s rúrou 10 kyseliny trihydrogénfosforečnej. Chladič roztoku 18 a kondenzátor 5 sú napojené na prívod chladiacej vody 14 a odvod chladacej vody 15.

V prípade prípravy vysokokoncentrovaných presýtených roztokov s prípadom a ditívnich prísad, tieto môžu vstupovať rúrou 19 do cirkulačnej rúry 11. V prípade nutnosti zvlášť vysokých požiadaviek ekologickej znečistenia, rúra 16 výstupu inertov môže byť napojená na asanačný absorber bežných konštrukčných typov.

#### P r í k l a d 1

Kvapalinoprúdnym ejektorom cirkulovalo 114 m<sup>3</sup>/hod. roztoku hydrogén- a dihydrogénfosforečnanu amónneho. Počiatočná hodnota pH sa pohybovala v rozmedzí hodnôt 1 až 1,2 a teplota 63 až 64 °C. Súčasne sa do cirkulačnej nádrže nastrekovala procesná voda v množstve 1,5 až 2,5 m<sup>3</sup>/h. v závislosti od mernej hmotnosti roztoku a do cirkulovaného roztoku 1 až 1,8 m<sup>3</sup>/h. extrakčná trihydrogénfosforečná kyselina. Do difúzora kvapalinoprúdeho ejektoru sa pridávala zmes amoniakálnych pár a vodnej pary v molárnom pomere 1 : 2, ktorý sa po-

stupne upravil na molárny pomer 1 : 0,15. Teplota roztoku sa udržovala na hodnote 63 až 67 °C. Postupne sa zvyšovalo pH až do dosiahnutia hodnoty 7,4. Získal sa roztok s mernou hmotnosťou  $1\ 210 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-3}$  s obsahom 7,9 % hmot. N a 19,4 % hmot. citro-rozpustného  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Použitá kyselina obsahovala 54,2 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; 1,83 % hmot.  $\text{R}_2\text{O}_3$ ; 2,9 % hmot.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 0,11 % hmot. oxidovateľných prímesí a 1,34 % hmot. sedimentujúcich častíc.

### Príklad 2

Do cirkulovaného roztoku s počiatočnými pH 1,5 kvapalinoprúdeho ejektoru, ako v príklade 1 sa nastrekovala extrakčná kyselina trihydrogénfosforečná zloženia 53,3 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; 1,8 % hmot.  $\text{R}_2\text{O}_3$ ; 3,6 % hmot.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 0,12 % hmot. oxidovateľných prímesí, 1,04 % hmot. sedimentu, procesná voda a do difúzora kvapalinoprúdeho ejektoru sa privádzala zmes plynného amoniaku a vodnej pary s molárnym pomerom 1 : 1,9 až 1 : 2,9. Cirkulovaný roztok sa udržoval v teplotnom intervale 66 až 87 °C. pH sa postupne zvyšovalo až na hodnotu 6,7. Prídavok procesnej vody sa reguloval podľa hodnoty mernej hmotnosti, ktorá dosiahla 1 390

kilogramov  $\cdot \text{cm}^{-3}$ , pri zložení roztoku 35,6 perc. hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; 13,1 % hmot. N. Ďalším prídavkom procesnej vody sa upravila mernej hmotnosť roztoku na hodnotu 1 262 kg  $\cdot \text{cm}^{-3}$ . Získaný roztok so zložením 9,1 % hmot. N; 23,9 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; pH 6,6 mal fluidditu 1,05 %.

### Príklad 3

Do cirkulovaného roztoku s počiatočným pH 1,2 kvapalinoprúdeho ejektoru, ako v príklade 1 sa nastrekovala trihydrogénfosforečná extrakčná kyselina zloženia 53,6 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ ; 1,49 % hmot.  $\text{R}_2\text{O}_3$ ; 2,9 % hmot.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 0,55 % hmot. sedimentu; 0,01 % hmot. oxidovateľných látok, procesný kondenzát a do difúzora kvapalinoprúdeho ejektoru sa pridávala zmes pár amoniaku a vodnej pary v molárnom pomere 1 : 3.

Cirkulovaný roztok sa udržoval pri teplote 70 až 90 °C. pH sa postupne zvyšovalo až na hodnotu 6,7 a mernú hmotnosť 1 322 kg  $\cdot \text{cm}^{-3}$ . Roztok so zložením 10,4 % hmot. N; 27,6 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$  sa kontinuálne odvádzal z cirkulačnej nádrže a po prídavku procesného kondenzátu sa upravil na konečné zloženie 9,1 % hmot. N; 24,2 % hmot.  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Fluidita pripravovaného roztoku bola 2,4 %.

### PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob neutralizácie trihydrogénfosforečnej kyseliny amoniakom, vyznačený tým, že neutralizácia amoniakom sa uskutočňuje cirkulovaným zmesným roztokom hydrogénu a/alebo dihydrogénfosforečnanu amónneho s prídavkom trihydrogénfosforečnej kyseliny pri pH 1 až 7,5 v difúzore kvapalinoprúdeho ejektoru.

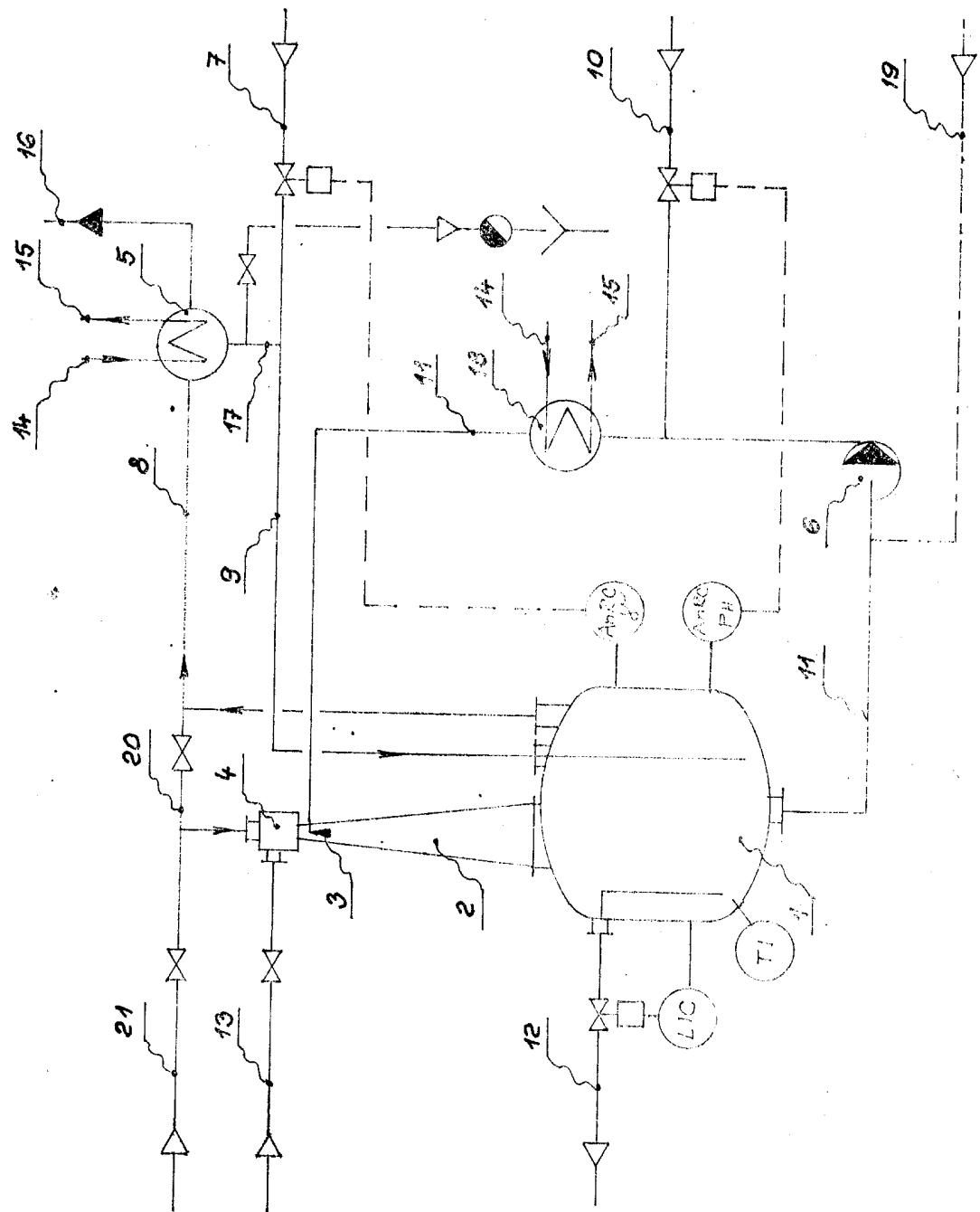
2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že amoniak obsahuje vodnú paru v molárnom pomere 1 : 0,1 až 1 : 3.

3. Zariadenie pre uskutočnenie spôsobu podľa bodu 1 a 2, pozostávajúce z cirkulačnej nádrže, kvapalinoprúdeho ejektoru, kon-

denzátoru, čerpadla a prepojovacích rúr vyznačené tým, že dýza (3) kvapalinoprúdeho ejektoru (2) je cirkulačnou rúrou (11) a čerpadlom (6) prepojená s cirkulačnou nádržou (1), rúra (8) procesných pár je na rúru (16) výstupu inertov prepojená cez kondenzátor (5) procesných pár a odvod (17) procesných kondenzátov je rúrkovým prepojom (9) procesnej vody spojený s cirkulačnou nádržou (1).

4. Zariadenie podľa bodu 3, vyznačené tým, že difúzor (4) je spojený s rúrou (21) vodnej pary a/alebo prepojovacou rúrou (20) procesnej pary.

260159



四