

ROMANIA

(19) **OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI**
București



(11) **Nr. brevet: 111453 B1**

(51) **Int.Cl.⁶ C 05 C 5/04;**
C 05 G 1/08

BREVET DE INVENȚIE

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) **Nr. cerere: 95-01750**

(61) **Perfecționare la brevet:**
Nr. **108235**

(22) **Data de depozit: 06.10.1995**

(62) **Divizată din cererea:**
Nr.

(30) **Prioritate:**

(86) **Cerere internațională PCT:**
Nr.

(41) **Data publicării cererii:**
BOPI nr.

(87) **Publicare internațională:**
Nr.

(42) **Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:**
31.10.1996 BOPI nr. **10/1996**

(56) **Documente din stadiul tehnicii:**
RO 108235; 102372; FR 2388778

(45) **Data eliberării și publicării brevetului:**
BOPI nr.

(71) **Solicitant: S.C. TURNU S.A. Turnu Măgurele, județul Teleorman, RO**

(73) **Titular: (71)**

(72) **Inventatori: Voinea Oprea, Ogradnic Mihai, Filipescu Laurențiu, RO**

Mandatar:

(54) **Procedeu de granulare a unui îngrășământ azotos**

(57) **Rezumat:** Invenția este perfecționarea invenției **RO 108235** și se referă la granulara unui îngrășământ azotos, conținând 20 ... 30% azot amoniacal și nitric, format dintr-un amestec fosfogips, deshidratat parțial, și dolomită sau calcar, fin mărunțite, și o soluție de azotat de amoniu cu concentrația 92 ... 96%. Suspensia rezultată este deshidratată până la un conținut de 0,5 ... 2,0 % apă și granulată

într-un granulator tip plunger, sub un reciclu masic 1/2 .. 2/1 între produsul finit și masa granulară suport pentru depunerea topiturii solidificate. Produsul obținut este omogen din punct de vedere granulometric, are o densitate mare și nu se prăfuieste în timpul manipulării și transportului.

Revendicări: 1

RO 111453 B1



Invenția de față se referă la un procedeu de granulare a unui îngrășământ azotos, de tipul nitrocalcarului, conținând azotat de amoniu și un amestec de diluanți inerti, al căror rol constă în: reducerea capacității de explozie a azotatului de amoniu, tamponarea soluției solului și ameliorarea compoziției solului și este o perfecționare a invenției cu brevetul **RO 108235**.

Ingrășământul are același efect fertilizant, ca azotatul de amoniu și nitrocalcarul, pe care le poate înlocui, prezentând avantajul unei distribuții granulometrice uniforme și al cărui grad de prăfuire este mai mic.

Procedeele curente, de fabricare a îngrășămintelor azotoase, similare nitrocalcarului, folosesc ca material inert calcarul și dolomita, fin mărunțite, rezultând îngrășăminte cu un conținut de 25 ... 30% azot amoniacal și nitric. Recent, acești diluanți au fost înlocuiți, parțial, cu fosfogipsul uscat și mărunțit, deshidratat parțial în cursul anhidrizării topiturii îngrășământului, până la un conținut de 0,3 ... 0,5% apă, când rezultă un produs cu 0,5% P_2O_5 și 5% sulf ca ion sulfat, superior din punct de vedere agrochimic sortimentelor clasice de nitrocalcar. Procedeu de fabricare a unui îngrășământ azotos, conținând 27% azot, 0,5% P_2O_5 soluție și 5% sulf sub formă de ioni sulfat, conform invenției protejată prin brevetul RO 108235 constă în aceea că se amestecă la temperatura de 140 ... 150°C azotat de amoniu topit, conținând 95% NH_4NO_3 , cu un compus inert constituit din fosfoghips parțial deshidratat și eventual dolomită, caz în care raportul fosfoghips: dolomită este 2 : 1, raportul azotat de amoniu : compus inert fiind de 10:1 ... 10:3 după care masa omogenă se deshidratează la 160 ... 170°C și se granulează.

Ingrășămintele fabricate conform procedeele cunoscute prezintă multiple avantaje, cum ar fi rezistență mecanică ridicată, a granulelor, stabilitate termică ridicată, viteză mare de dezagregare a granulei în sol etc. Procedeele de

granulare folosite pentru transformarea topiturii anhidre în produs solid granular, liber curgător - perlarea în turn și granulare pe taler - prezintă dezavantajele obținerii unor produse granulare poroase, cu granulometria neuniformă (perlarea în turn) sau necesită o rată mare de recirculare a materialului pulverulent la topire, în vederea controlului granulometriei (granularea pe taler). De asemenea, datorită porozității mari și fracției granulometrice sub 0,5 mm, produsele trebuie condiționate cu doze mai mari de aditivi (tratament cu agenți antiaglomeranți și pudrare cu diatomit, dolomită etc.).

Procedeu conform invenției înlătură deficiențele procedeele de fabricare/granulare a sortimentelor de îngrășăminte chimice de tipul nitrocalcarului, prin aceea că un amestec de fosfogips parțial deshidratat și dolomită sau calcar este adăugat topiturii de azotat de amoniu și după omogenizare și deshidratarea avansată, suspensia rezultată este granulată pe un granulator tip plunger, rezultând un produs dens cu granulometrie uniformă și cu o fracție subgabaritică redusă, având o rezistență mecanică, ridicată și cu un grad de prăfuire redus, corespunzător exigențelor impuse de normele ecologice.

Procedeu conform invenției constă în amestecarea fosfogipsului parțial deshidratat, cu un conținut de maximum 10% apă, inclusiv apa de hidratare, cu dolomită în proporție masică de 1 : 5 până la 2:1, măcinarea și uscarea amestecului la temperatură de 80 ... 100°C, urmată de dozarea amestecului în topitura de azotat de amoniu cu concentrația 92 ... 96%, la temperatura de 140 ... 150°C, astfel încât, în masa rezultată conținutul de azot total să fie de aproximativ 20 ... 30%, după care, amestecul lichid-solid este omogenizat și deshidratat, la o temperatură de 170 ... 180°C, până la un conținut de apă de 0,5 ... 2,0% și granulat în granulatorul tip plunger, folosind o fracție reciclată de granule cu dimensiunea mai mică de 1 mm, în raport masic 2/1 ... 1/2 față

de produsul finit, ca suport granulat pentru depunerea topiturii solidificate.

Procedeul conform invenției prezintă avantajul folosirii, ca material inert, a fosfogipsului, deșeu la fabricație, în tehnologia acidului fosforic de extracție, valorificând cantitățile mici de P_2O_5 existente în fosfogips, transformate în fosfați de calciu, care conferă granulei stabilitate dimensională și hidroscopicitate redusă.

Procedeul conform invenției prezintă avantajul obținerii unui produs dens cu granulometrie uniformă în limitele 2 ... 4 mm, al cărui grad de prăfuire mai mic de 1%, satisface normele ecologice stabilite pentru substanțele chimice granulare care se transportă și distribuie în regim pneumatic.

Se dau, în continuare, patru exemple care ilustrează invenție.

Exemplul 1. S-a preparat și s-a omogenizat o cantitate de 10 t suspensie solid-lichid din topitură de azotat de amoniu 94% și un amestec 1/1 masic fosfogips cu 10% apă și dolomită, care a fost măcinat și deshidratat parțial la 60°C. Suspensia rezultată a fost deshidratată la 175°C până la un conținut de apă de 0,6% și apoi granulată într-un granulator tip plunger cu lungimea de 800 mm și diametrul paletelor de 100 mm. Raportul între fracția recirculată și fracția considerată producție a fost 2 : 1. Temperatura materialului evacuat din plunger a fost 75°C. S-a obținut un produs granulat conținând 29,8% azot, 0,42% H_2O și 0,20% $Ca(NO_3)_2$ solubil. Granulația materialului este: 2,8% < 2 mm; 5,3% > 4 mm și 91,9% cuprinsă între 2 și 4 mm. Granulele au avut porozitatea 2,5% și gradul de prăfuire măsurat conform standardelor, de 500 mg/kg sau 0,5%, exprimat ca rezistență la abraziune. Rezistența mecanică la compresie a granulelor cu diametrul echivalent de 2 mm a fost 3,5 kg/granulă.

Exemplul 2. S-a repetat experimentul din exemplul 1, în aceleași condiții, cu excepția faptului că raportul fracție recirculată/fracție scoasă ca

producție a fost 1/1. S-a obținut un produs conținând 28,7 azot, 0,48% H_2O și 0,25% $Ca(NO_3)_2$ solubil. Granulația materialului a fost 3,6% < 2 mm; 8,9% > 4 mm și 87,5 % cuprinsă între 2 și 4 mm. Granulele au porozitatea 3,9% și gradul de prăfuire 800 mg/1 sau 1,2% exprimat ca rezistență la abraziune. Rezistența mecanică la compresie a granulelor cu diametrul echivalent de 2 mm este 2,8 kg/granulă.

Exemplul 3. S-a repetat experimentul din exemplul 1, în aceleași condiții, cu excepția faptului că diluantul inert a fost format din 20% fosfogips și 80% carbonat de calciu rezidual de la fabricarea nitrofosfaților amestecați într-o soluție conținând 2% H_3PO_4 , filtrați, măcinați, deshidratați parțial la 60°C. S-a obținut un produs conținând 26,5% azot, 0,5% apă și 0,3% $Ca(NO_3)_2$ solubil. Granulația materialului a fost 2,5% < 2 mm; 6,5 % > 4 mm și 91,0% cuprinsă între 2 și 4 mm. Granulele au avut porozitatea 3,9 % și gradul de prăfuire 450 mg/kg sau 0,9 %, exprimat ca rezistență la abraziune.

Exemplul 4. S-a repetat experimentul din exemplul 1, pe o instalație industrială, cu capacitatea de 350 t/zi, folosind un granulator tip plunger cu capacitatea de 500 t/zi. Produsul obținut conține 27,1% azot, 0,45% H_2O și 0,20% $Ca(NO_3)_2$ solubil. Granulația materialului a fost 2,0 % < 2 mm; 5,5 % > 4 mm și 92,5 % cuprinsă între 2 și 4 mm rezistența mecanică la compresie a granulelor cu diametrul echivalent 2 mm a fost 4,18 kg/granulă.

Granulele au avut porozitatea 3,5% și gradul de prăfuire 480 mg/kg sau 0,84 %, exprimat ca rezistență la abraziune.

Revendicare

Procedeu de granulare a unui îngrășământ azotos, conținând 20 ... 30% azot amoniacal și nitric 0,3 ... 0,6% P_2O_5 și 4 ... 5% sulf sub formă de ioni sulfat și 0,3...0,4% apă, având den

sitate, stabilitate termică, stabilitate dimensională mare a granulelor, mai mare decât ale nitrocalcarului, și un grad redus de prăfuire la transport și depozitare, în care se amestecă la 140 ... 150°C topitura de azotat de amoniu cu concentrația 92 ... 96% cu un material inert fin mărunțit, format din fosfogips parțial deshidratat și dolomită, conform invenției cu brevet **RO108235, caracterizat prin aceea că** materialul inert mai conține și calcar, respectiv carbonat de calciu rezidual, iar raportul fosfogips: dolomita sau calcar, este de 1:5 până

la 2:1, rezultând o suspensie care se deshidratează până la un conținut de 0,5 ... 2,0 % apă la 170 ... 180°C și se granulează pe un granulator tip plunger, sub un raport masic de reciclare 1/2 până la 2/1 între produsul finit și masa granulară suport pentru solidificarea topiturii, la 50 ... 80°C, când rezultă un produs cu densitatea aparentă mai mare de 1,75 g/cm² și porozitatea < 3% și cu fracția granulometrică 2 ... 4 mm cuprinsă între 90 ... 94%, având rezistența mecanică > 3,5 kg/granulă (2 mm) și gradul de prăfuire < 1%.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Stefan Rodica**

Examinator: **chim. Iliescu Octavian**