



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 803

(21) PV 3990-86.C  
(22) Přihlášeno 30 05 86

(40) Zveřejněno 14 03 89  
(45) Vydáno 27.7.1990

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 05 B 11/06

(75)  
Autor vynálezu

VÍDEŇSKÝ JAN ing. CSc.,  
GLASER VLADIMÍR doc. ing. CSc.,  
VOSOLSOBĚ JAN prof. ing. CSc., PRAHA,  
VYBÍRAL ZDENĚK ing., LOVOSICE,  
VOKŘÁL VÁCLAV ing., LIBOCHOVICE,  
HAVRÁNEK JOSEF ing., LOVOSICE

(54)

Způsob výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo NP nebo NPK hnojiva

(57) Podstata způsobu spočívá v tom, že před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním se rozložená břěčka, která se získá rozkladem fosfátů kyselinou dusičnou, částečně zamonikalizuje při vyloučení pevné fáze, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny ze vzniklé suspenze oddělí. Tato fáze se s výhodou v případě výroby NP nebo NPK hnojiva může přidávat zpět do vyráběného hnojiva v některé z dalších operací, po úpravě poměru vápníku ku oxidu fosforečnému, vedoucí ke vzniku konečného produktu. Účinkem navrženého způsobu výroby je omezení tvorby tzv. klků a s tím spojených technologických potíží při smísení organické a anorganické fáze při přímém vymražování rozložené břěčky.

265 803

Vynález se týká způsobu výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK hnojiva.

Při výrobě hnojiv typu NP nebo NPK, vycházející z přírodních fosfátů, využívající k úpravě poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímý vymrazovací způsob, kterým se ze systému odstraní  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ , se rozklad fosfátové suroviny provádí kyselinou dusičnou. Princip přímého vymrazování spočívá v tom, že k podchlazení rozložené břečky dochází při jejím přímém styku s ochlazenou a s břečkou nemísitelnou kapalinou, například s benzínem. Blíže o této technologii pojednávají knihy I. Harmaniak: Priemyselné hnojivá, Alfa 1975 a V. Lakota: Výroba kombinovaných hnojiv, SNTL 1964. Za podmínek provozního režimu dochází při vymrazování k tvorbě tzv. klků, které ucpávají vymrazovací zařízení tím, že brání oddělování jednotlivých fází. Jednou z příčin těchto potíží jsou obtížně rozložitelné příměsi obsažené ve fosfátové surovině, jejichž odstranění z rozložené břečky je proces velmi náročný, neboť se jedná o částice velmi malých rozměrů, převážně koloidního charakteru.

Jak je zřejmé, spočívá nedostatek dosud používaných způsobů, využívajících přímého vymrazování, především v tom, že nedochází před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným k účinnému přečištění rozložené břečky od obtížně rozložitelných příměsí obsažených ve fosfátové surovině.

Tuto nevýhodu řeší způsob výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK

hnojiva, zahrnující rozklad fosfátové suroviny kyselinou dusičnou, úpravu poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, u NP hnojiv dále amoniakalizaci vymražené břečky, u NPK hnojiv vedle amoniakalizace i kalizaci vymražené břečky, jehož podstata spočívá v tom, že před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním se rozložená břečka částečně zamoniakalizuje při vyloučení pevné fáze, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny ze vzniklé suspenze oddělí.

Základní účinek způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že dochází k omezení tvorby tzv. klků při smísení organické a anorganické fáze. Tím se způsob výroby podle vynálezu stává oproti dosud známým způsobům výhodnějším.

Při navrženém způsobu výroby se postupuje například tak, že rozložená břečka se částečně zamoniakalizuje, aby se vyloučila pevná fáze, která spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny se ze vzniklé suspenze oddělí a s výhodou se může přidávat zpět do vyráběného hnojiva v některé z dalších operací, následujících po úpravě poměru vápníku ku oxidu fosforečnému.

Výše uvedený způsob výroby je dále blíže popsán na konkrétních příkladech provedení.

#### Příklad 1

Ve vsádkovém míchaném reaktoru byl rozkládán při teplotě ca  $60^{\circ}\text{C}$  apatit Kola kyselinou dusičnou o koncentraci 54 % hmot. v množství odpovídajícím 10 %nímu přebytku oproti spotřební normě. Po 60ti minutách rozkladu byla získaná břečka zamoniakalizována na pH 1,9. Vzniklá pevná fáze byla spolu s nerozloženým zbytkem fosfátu oddělena filtraceí. Zbylý čirý filtrát po ochlazení byl smíchán a dále třepán s ochlazeným benzínem. Teplota vymražování byla udržována na ca  $-15^{\circ}\text{C}$ . Po skončení třepání došlo k samo-

volnému rychlému oddělení benzínu bez vzniku mezifáze tzv. klků od zbylé suspenze, obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou a krystalky tetrahydrátu dusičnanu vápenatého. Ty byly odděleny filtrací. Produktem byl roztok obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou, nevmražený dusičnan vápenatý a zbylou kyselinu dusičnou.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez uvedené amoniakalizace a oddělení pevné fáze vznikají tzv. klky v množství cca 0,5 % obj. Vzhledem k tomu, že průmyslový proces je kontinuální, dochází k postupnému zvětšování objemu těchto klků, a tím i ke vzniku technologických potíží ve vymražovacím zařízení.

#### Příklad 2

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo apatitu Kola byl použit fosforit Senegal.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez předchozí amoniakalizace a oddělení pevné fáze vznikly tzv. klky v množství cca 15 % obj. Vzhledem k tomu, že průmyslový proces je kontinuální, dochází k rychlému zvětšování objemu těchto klků, a tím i k postupnému ucpání vymražovacího zařízení.

#### Příklad 3

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo apatitu Kola byl použit fosforit Togo.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez předchozí amoniakalizace a oddělení pevné fáze vznikly tzv. klky v množství cca 11 % obj.

#### Příklad 4

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že ofiltrovaná vzniklá pevná fáze spolu s nerozloženým zbytkem z apatitu Kola byla přidána do přečištěné vymražené

a amoniakem na pH = 4,6 zneutralizované břechky. Produktem bylo po vysušení NP hnojivo obsahující převážně hydrogenfosforečnan vápenatý, dihydrogenfosforečnan amonný a dusičnan amonný. Téměř veškerý obsah  $P_2O_5$  byl rozpustný v kyselině citrónové. Fyzikální vlastnosti získaného NP hnojiva byly přibližně srovnatelné s odpovídajícími typy průmyslově vyráběných hnojiv.

#### Příklad 5

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že odfiltrovaná vzniklá pevná fáze spolu s nerozloženým zbytkem z apatitu Kola byla přidána do přečištěné vymražené a amoniakem zneutralizované břechky (pH = 4,6) spolu s chloridem draselným. Produktem bylo po vysušení NPK hnojivo. Fyzikální a chemické vlastnosti získaného hnojiva byly srovnatelné s odpovídajícími typy průmyslově vyráběných hnojiv.

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby směsi obsahující převážně kyselinu trihydrogenfosforečnou nebo/a NP nebo/a NPK hnojiva, zahrnující rozklad fosfátové suroviny kyselinou dusičnou, úpravu poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, u NP hnojiv dále amoniakalizaci vymražené břechky, u NPK hnojiv vedle amoniakalizace i kalizaci vymražené břechky, vyznačující se tím, že před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním se rozložená břechka částečně zamonikalizuje při vyloučení pevné fáze, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny ze vzniklé suspenze oddělí.

C 05B 7/06

Opravy ve vytištěných popisech vynálezů

Ve vytištěném popisu vynálezu k autorskému osvědčení  
č. 265 803 ( PV 3990-86.C ) je chybně vytištěno příjmení  
prvního autora.

Správně: VÍDENSKÝ JAN ing. CSc.,

26.10. 1990

TISK - Zýková

Int. CI. 4  
C 05B 11/06