



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

211279

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 08 08 80
(21) (PV 5484-80)

(51) Int. Cl.³
C 05 B 11/00

(40) Zverejnené 30 06 81

(45) Vydané 15 08 83

(75)

Autor vynálezu

JUHÁS MILAN ing., HERMANN ĽUBOŠ, TEREN JÁN ing.,
NÁDVORNÍK RÓBERT ing. CSc., HUTÁR EDUARD ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby kvapalných NP-hnojív ortofosforečnanového typu

Spôsob výroby kvapalného NP hnojiva ortofosforečnanového typu neutralizáciou kyseliny fosforečnej amoniakom a/alebo čpavkovou vodou tak, že sa amoniak a kyselina fosforečná dávkujú do reakčného prostredia charakterizovaného hodnotou pH 5,5 až 7,5 a teplotou 85 až 110 °C. Vznikajúca reakčná zmes sa následne zmieša s vodou v hmotnostnom pomere 1:0,07 až 0,9 a podrobí sa ochladeniu a prípadne sa zmieša so stabilizačnou prísadou /bentonit, attapulgit, humát a pod./.

Predmetom vynálezu je spôsob výroby kvapalných NP hnojív ortofosforečnanového typu.

Pri výrobe kvapalných NP hnojív neutralizáciou kyseliny fosforečnej amoniakom dochádza v priebehu neutralizácie k vyzrážavaniu nečistôt obsiahnutých v extrakčnej kyseline fosforečnej, ako sú predovšetkým Al, Fe, Mg a Ca. Množstvo a štruktúra tohoto vyzrážaného podielu sú závislé na spôsobe priebehu samotnej neutralizačnej reakcie a pri vzniku väčšieho množstva tohto podielu vyznačujúceho sa štruktúrou spôsobujúcou jeho rýchlu sedimentáciu, vznikajú značné ťažkosti pri transporte, skladovaní a aplikácii týchto kvapalných hnojív.

Na zlepšenie vlastností tohoto podielu a zníženie jeho sedimentačnej rýchlosti bolo vyvinutých niekoľko výrobných postupov.

Známy je postup dvojstupňovej neutralizácie /Agricultural and Food Chemistry, september-október 1961, 343-348/, pri ktorom sa v prvom stupni prevádza neutralizácia do pH 7 alebo vyššie a v druhom stupni sa kyselinou vyrovná pH na hodnotu 6,7 za súčasného pridávania 1 až 2% hydrofilnej hlíny s napučiavacími vlastnosťami. Spôsob výroby kvapalných NP hnojív ako suspenzií ortofosforečnanového typu chráni US patent 3 813 233. Neutralizácia v prvom stupni prebieha v rozsahu pH 2 až 5,5 a pri teplotách 71 až 110 °C, v druhom stupni pri pH 5,4 až 6,5 a pri teplotách 38 až 110 °C. Tento spôsob výroby bol postupne v TVA prepracovaný na trojstupňovú neutralizáciu, pričom v jednotlivých stupňoch sa udržiavajú hodnoty pH 5,4; 6,5; 7,0; a teploty 110 °C; 93 až 99 °C; 49 až 60 °C; /US patent 4 066 432/. Firma Montecatini Edison proklamuje výrobu kvapalného hnojiva s dobrou skladovateľnosťou neutralizáciou v prvom stupni pri pH 4 až 5 a teplote 90 až 120 °C a doneutralizovaním na pH 6 až 8 pri teplote 80 až 120 °C. Výsledná suspenzia fosforečnanov amónnych sa ochladí v priebehu max. 20 minút na teplotu 0 až 32 °C počas chladenia sa pridáva dispergačné činidlo /Derwent, sekcia AGDOC: 09 274 V/06 = GB 1 436-142 Week X 21, str. 20, 1976/. Podľa doterajších poznatkov najlepšie výsledky sa dosiahli pri výrobe trojstupňovou neutralizáciou, ktorá je zatiaľ realizovaná ako pokusná výroba v TVA.

Teraz sa zistilo, že dobré výsledky je možné dosiahnuť spôsobom výroby podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že pri neutralizácii kyseliny fosforečnej amoniakom sa amoniak a kyselina fosforečná dávajú do reakčného prostredia charakterizovaného hodnotou pH 5,5 až 7,5 a minimálnou teplotou 85 °C a vznikajúca reakčná zmes sa následne zmieša s vodou v hmotnostnom pomere 1:0,07 až 0,9, podrobí sa ochladeniu a prípadne sa zmieša so stabilizačnou prísadou.

Spôsob výroby podľa vynálezu zabezpečuje rovnaké kvalitatívne parametre ako ostatné výrobné postupy, ktoré sú však oproti spôsobu výroby podľa vynálezu komplikovanejšie a prevádzkovo náročnejšie. Pri novom spôsobe výroby sa neutralizácia kyseliny fosforečnej amoniakom uskutočňuje len v jednom stupni, pričom pri dodržiavaní pomerov medzi reakčnou zmesou a prídavnou vodou pravdepodobne v dôsledku hydrolytických procesov za daných teplôt s následným ochladením dochádza ku vzniku jemných homodisperzných suspenzií, ktoré sa v oblasti nenasýtených roztokov ortofosforečnanov amónnych vyznačujú takmer 100% stabilitou počas skladovania v priebehu 7 dní. V oblasti presýtených roztokov pri vzniku kryštálov ortofosforečnanov amónnych a pre prípad dlhodobieho skladovania je výhodné reakčnú zmes následne chladiť vodou v stanovených pomeroch čo najintenzívnejšie, čím dochádza k tvorbe veľmi jemných kryštálov ortofosforečnanov amónnych a získaný produkt ďalej stabilizovať prídáním stabilizačných prísad napr. na báze bentonitu, attapulgitu, humátu a pod.

Uvedené príklady objasňujú, ale nijako neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

Do neutralizačného reaktora o objeme 2 litre sa dávkovala čpavková voda, obsahujúca 21,08 % NH_3 , rýchlosťou 200 g.min⁻¹ a extrakčná kyselina fosforečná čierneho typu s obsahom 53,47 %

P_2O_5 rýchlosťou 200 g.min^{-1} . Týmto pomermi dávkovania sa udržiavalo pH reakčného prostredia na hodnote 6,9 a teplota na hodnote 93°C . K reakčnej zmesi vytekajúcej z reaktora rýchlosťou 400 g.min^{-1} bola priamo v sklenenom potrubí pridávaná voda v množstve 45 g.min^{-1} , čím sa dosiahol hmotový pomer reakčnej zmesi k vode 1:0,11. Vzniknutý produkt, ktorý sa nechal pozvoľna ochladiť, obsahoval 7,79 % N a 24,02 % P_2O_5 , vyznačoval sa 100% stabilitou a 100% vytekavosťou zo skladovacej nádoby po 7-dňovom skladovaní.

P r í k l a d 2

Do neutralizačného reaktora o objeme 2 litre sa dávkoval amoniak /99 %/ rýchlosťou $32,84 \text{ g.min}^{-1}$ a extrakčná kyselina fosforečná čierneho typu s obsahom 53,47 % P_2O_5 rýchlosťou 150 g.min^{-1} . Týmto pomermi dávkovania sa udržiavala teplota reakčného prostredia na hodnote 110°C a pH na hodnote 6,8. K reakčnej zmesi vytekajúcej z reaktora rýchlosťou $182,8 \text{ g.min}^{-1}$ bola pridávaná voda rýchlosťou 150 g.min^{-1} . Vzniknutý produkt bol intenzívne ochladený na teplotu 30°C a v homogenizátore zmiešaný s attapulgitom, ktorý bol pridaný v množstve 1,5 %. Pripravené ortofosforečnanové hnojivo je charakterizované nasledujúcimi vlastnosťami:

obsah celkového N:	8,03 %
obsah celkového P_2O_5 :	24,10 %
stabilita po 7 dňoch:	100 %
dynamická viskozita:	180 cP
vytekavosť po 7 dňoch:	100 %

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby kvapalného NP hnojiva ortofosforečnanového typu neutralizáciou kyseliny fosforečnej amoniakom a/alebo čpavkovou vodou vyznačujúci sa tým, že sa amoniak a kyselina fosforečná dávkujú do reakčného prostredia charakterizovaného hodnotou pH 5,5 až 7,5 a teplotou 85 až 110°C a vznikajúca reakčná zmes sa následne zmieša s vodou v hmotnostnom pomere 1:0,07 až 0,9 a podrobí ochladeniu a prípadne zmieša so stabilizačnou prísadou.