



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 19.XII. 1967 (P 124 190)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.XII.1971

Kl. 16 e, 1/00

MKP C 05 g, 1/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jan Turlej, Tadeusz Romotowski, Witold Janiczek

Właściciel patentu: Instytut Nawozów Sztucznych, Tarnów (Polska)

Sposób otrzymywania ciekłych nawozów wieloskładnikowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania ciekłych nawozów wieloskładnikowych, zawierających azot, fosfor i potas, z kwasu fosforowego ekstrakcyjnego, nawozowej soli potasowej i amoniaku.

Znane metody otrzymywania wieloskładnikowych nawozów ciekłych z kwasu ortofosforowego posiadają szereg wad. Na przykład w czasie zobojętniania kwasu ortofosforowego amoniakiem do pH = 6,8 powstaje w roztworze duża objętościowo ilość osadu szlamowego, złożonego na przykład ze związków glinu, żelaza, fluoru. Osad ten powoli sedimentuje i jest bardzo trudny do odfiltrowania.

Po kłopotliwym oddzieleniu osadu dodaje się do roztworu sól potasową, przeważnie chlorek potasowy w celu uzyskania trójskładnikowego nawozu płynnego.

Zastosowanie termicznego kwasu fosforowego, wolnego od wymienionych wyżej zanieczyszczeń, pozwala ominąć trudności związane z wydzielaniem się szlamowego osadu powstającego przy amonizacji kwasu ekstrakcyjnego, jednakże kwas termiczny jest znacznie droższy i nie zawsze dostępny.

Radykalnym rozwiązaniem problemu trudno oddzielających się osadów jest także uprzednia przeróbka kwasu fosforowego na kwas superfosforowy. Kwas superfosforowy zawiera skondensowane formy kwasu fosforowego tworzące związki kom-

2

pleksowe z zawartymi w kwasie zanieczyszczeniami, dzięki czemu w czasie amonizacji nie wytrącają się te zanieczyszczenia lecz pozostają w roztworze. Dodatkową korzyścią jest możliwość uzyskania wyższych stężeń składników w ciekłym gotowym nawozie. Przeróbka na kwas superfosforowy jest jednakże kosztowna, a postępująca w czasie magazynowania hydroliza polifosforanów powoduje, że nawozy ciekłe tego typu nie są całkowicie zabezpieczone przed wytrącaniem się osadów w czasie dłuższego magazynowania.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie klarownych i trwałych ciekłych nawozów wieloskładnikowych ze zwykłego ekstrakcyjnego kwasu ortofosforowego, przy czym trudności związane z wydzielaniem się osadu w czasie amonizacji zostają w znacznym stopniu wyeliminowane. Stwierdzono, że można znacznie polepszyć sedimentację i filtrowanie powstających osadów, jeżeli zmieni się kolejność dodawania składników do roztworu kwasu fosforowego.

Sposób według wynalazku polega na dodawaniu do kwasu fosforowego wymaganej ilości chlorku potasowego przed zakończeniem amonizacji roztworu. W tym celu najpierw rozpuszcza się w kwasie fosforowym całą potrzebną ilość chlorku potasowego, a następnie uzyskany roztwór amonizuje się do pH = 6,5—7,5 lub też chlorek potasowy dodaje się sukcesywnie w czasie amonizacji do pH = 4—5, po czym dopiero amonizuje się do

końcowego pH = 6,5—7,5 lub też najpierw wstępnie amonizuje się kwas fosforowy do pH = 2,5, to jest do punktu, w którym jeszcze nie następuje wydzielanie się osadu, dodaje się całą ilość chlorku potasowego, a następnie amonizuje do końcowego pH = 6,5—7,5.

Uzyskane w ten sposób roztwory zawierają zawieszinę fluorokrzemianów względnie fosforanów glinu, żelaza i potasu bardzo szybko sedymentującą, tworzącą w krótkim czasie osad stanowiący nie więcej niż 15—25% objętości roztworu. Według wynalazku, główną część klarownego roztworu oddziela się od osadu drogą dekantacji, zaś opadnięty osad utylizuje się osobno, lub też poddaje filtracji i przemywaniu wodą, przy czym odsączony roztwór łączy się z roztworem zdekantowanym a popłuczyny wykorzystuje się do rozcieńczania wyjściowego kwasu fosforowego. Odsączony i przemyty osad zawiera około 16% fluoru w przeliczeniu na suchą substancję i może, jako produkt odpadowy stanowić surowiec wyjściowy do otrzymywania związków fluoru.

Dane dotyczące szybkości sedymentacji dla sposobu według wynalazku podano w poniższej tabeli.

Sposób otrzymywania nawozu płynnego	Szybkość sedymentacji zawiesziny w 80°C (cm/godz.)	Uwagi
1	2	3
1. Amonizacja ekstrakcyjnego rozcieńczonego kwasu fosforowego bez wcześniejszego dodatku KCl. Sposób według wynalazku:	0—14	dekantat zwykle mętny
2. Dozowanie stałego technicznego lub nawozowego chlorku potasowego do rozcieńczonego ekstrakcyjnego kwasu fosforowego i amonizacja	65—78	dekantat klarowny podobnie w dalszych punktach
3. Dozowanie nawozowego KCl w formie wodnego roztworu do rozcieńczonego kwasu fosforowego i amonizacja	około 60	
4. Dozowanie kwasu fosforowego do wodnego roztworu nawozowej soli potasowej i amonizacja	około 50	

1	2	3
5. Jednoczesne dozowanie wodnego roztworu soli potasowej i gazowego amoniaku (przed osiągnięciem pH = 4—5) i amonizacja końcowa	około 65	
6. Amonizacja kwasu fosforowego do pH = 2,5, dozowanie soli potasowej i amonizacja końcowa	około 50	

Otrzymany roztwór klarowny można w zależności od potrzeby wzbogacać dodatkowymi składnikami nawozowymi, zwłaszcza azotem na przykład w postaci saletry amonowej lub mocznika, środkami ochrony roślin i mikroelementami.

Przykład I: Do kwasu ortofosforowego zawierającego 63 kg P_2O_5 (w 557 kg roztworu w razie zastosowania stałej soli potasowej lub 238 kg roztworu w przypadku wykorzystania wodnego roztworu KCl) dodaje się chlorku potasowego stałego lub w roztworze w ilości 69 kg w przeliczeniu na K_2O (masa roztworu 452 kg). Po dokładnym wymieszaniu składników, zobojętnia się tę mieszaninę gazowym amoniakiem do pH = 7.

Roztwór po amonizacji kieruje się do odstojnika, gdzie w ciągu około 150 min zachodzi sedymentacja osadu. Klarowny roztwór dekantuje się a pulpę z osadem filtruje. Filtrat miesza się z dekantatem i w efekcie uzyskuje się 645 kg trójskładnikowego nawozu płynnego, zawierającego 21% substancji odżywczych w proporcji $N : P_2O_5 : K_2O = 3 : 9 : 9$.

Popłuczki z przemycia osadu w czasie filtrowania zwraca się do procesu dla rozcieńczania wyjściowego kwasu fosforowego, a osad w ilości 57 kg stanowi produkt odpadowy, będący surowcem do przerobu na odpowiednie związki fluorowe.

Przykład II. Proces otrzymywania wieloskładnikowego nawozu płynnego przebiega w identyczny sposób, jak opisano w przykładzie I do momentu zmieszania dekantatu z filtratem, to jest uzyskania 645 kg nawozu. Następnie do 100 kg nawozu dodaje się 12,5 kg mocznika i uzyskuje nawóz płynny zawierający 24% substancji odżywczych w proporcji $N : P_2O_5 : K_2O = 8 : 8 : 8$. Oprócz mocznika dodaje się w zależności od potrzeby niewielkie ilości substancji zawierających mangan, cynk, miedź, bor, kobalt, molibden, będących mikroelementami oraz środków ochrony roślin.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania ciekłych nawozów wieloskładnikowych z ekstrakcyjnego kwasu fosforowego, amoniaku i rozpuszczalnej w wodzie soli potasowej, **znamienny tym**, że sól potasową do-

daje się do roztworu kwasu fosforowego przed zakończeniem jego amonizacji przy $\text{pH} = 6,5\text{--}7,5$, to jest przed amonizacją, lub w czasie amonizacji do $\text{pH} = 4\text{--}5$ lub po pierwszym stopniu amonizacji do $\text{pH} = 2,5$, po czym z uzyskanej zawiesiny po sedymentacji dekantuje się klarowny roztwór ciekłego nawozu.

2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że do klarownego roztworu ciekłego nawozu wprowadza się inne składniki nawozowe, środki ochrony roślin lub substancje wpływające na wzrost 5 względnie dojrzewanie roślin.