



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 804

(21) PV 3991-86.E
(22) Přihlášeno 30 05 86

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

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 05 B 11/06

(75)
Autor vynálezu

VÍDENSÝ 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 při rozkladu fosfátové suroviny kyselínou dusičnou nebo k již rozložené břecce se přidává disperzní pevná fáze, jako síran vápenatý, expandovaný perlit, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, ze vzniklé suspenze oddělí. Tato fáze se 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 břecčky.

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 vymražovací 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 vymražování spočívá v tom, že k podchlazení rozložené břečky dochází při jejím přímém styku s ochlazenou a s břečkou nemísitelnou kapalinou, například benzínem. Blíže o této technologii pojednávají knihy I. Harmaniak: Priemyselne hnojiva, Alfa 1975 a V. Lakota: Výroba kombinovaných hnojiv, SNTL 1964. Za podmínek provozního režimu dochází při vymražování k tvorbě tzv. klků, které ucpávají vymražovací 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, z nichž část má koloidní charakter.

Jak je zřejmo, spočívá nedostatek dosud používaných způsobů využívajících přímého vymražování 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 amoniakalizací vymražené břečky, u NPK hnojiv vedle amoniakalizace i kalizaci vymražené břečky, jehož podstata spočívá v tom, že k výchozí surovině nebo/a k částečně nebo/a k úplně rozložené břečce se přidává disperzní pevná fáze jako síran vápenatý, expandovaný perlit, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, 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 do prvního reaktoru rozkladného zařízení, sestávajícího ze čtyř za sebou řazených reaktorů, se dávkuje kyselina dusičná a fosfátová surovina. Síran vápenatý přidávaný do čtvrtého rozkladného reaktoru se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny oddělí ze suspenze filtrací a při výrobě pevných hnojiv je možno ho přidávat do 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 cca 60°C apatit Kola kyselinou dusičnou o koncentraci 54 % hmot. v množství odpovídajícím 10-%nímu přebytku oproti spotřební normě. Po 60 minutách rozkladu byl přidán dihydrát síranu vápenatého v množství odpovídajícím 10 % hmotnosti apatitu Kola, který byl dále ze vzniklé suspenze spolu s obtížně rozložitelnými složkami z apatitu Kola oddělen filtrací. Zbylý čirý filtrát po ochlazení byl

smíchán a dále třepán s ochlazeným benzínem. Teplota vymra-
žování byla udržována na cca -10°C . Po skončení třepání
došlo k samovolnému 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 trihydrogenfosforeč-
nou, nevymražený dusičnan vápenatý a zbylou kyselinu dusičnou.

Při vymražování rozkladem vzniklé břečky bez přídavku
dihydrátu síranu vápenatého a oddělení pevné fáze vznikají
tzv. klky v množství cca 0,5 % obj. Vzhledem k tomu, že
průmyslový proces je kontinuální, dochází k postupnému zvět-
šování 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 přídavku
dihydrátu síranu vápenatého a oddělení pevné fáze vznikají
tzv. klky v množství cca 15 % obj. Vzhledem k tomu, že prů-
myslový proces je kontinuální, dochází k rychlému zvětšová-
ní objemu těchto klků, a tím i k postupnému ucpání vymražo-
vacího zařízení.

Příklad 3

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že
odfiltrovaný dihydrát síranu vápenatého spolu s obtížně
rozložitelnými složkami z apatitu Kola byl přidán do přečiš-
tění vymražené a amoniakem na $\text{pH} = 4,6$ zneutralizované břeč-
ky. Produktem bylo po vysušení NP hnojivo obsahující pře-
vážně hydrogenfosforečnan vápenatý, dihydrogenfosforečnan
amonný a dusičnan amonný. Fyzikální vlastnosti získaného
NP hnojiva byly přibližně srovnatelné s odpovídajícími
typy průmyslově vyráběných hnojiv.

Příklad 4

265 804

Proces byl veden jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že odfiltrovaný dihydrát síranu vápenatého spolu s obtížně rozložitelnými složkami z apatitu Kola byl přidán do přečištěné vymražené a amoniakem na pH = 4,6 zneutralizované břečky spolu s chloridem draselným. Produktem bylo po vysušení NPK hnojivo. Fyzikální a chemické vlastnosti získaného hnojiva byly srovnatelné s odpovídajícími typy průmyslově vyráběných hnojiv.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

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, vyznačující se tím, že k výchozí surovině nebo/a k výchozím surovinám nebo/a k částečně nebo/a k úplně rozložené břečce se přidává disperzní pevná fáze jako síran vápenatý, expandovaný perlit, která se spolu s obtížně rozložitelnými složkami z fosfátové suroviny, před úpravou poměru mezi vápníkem a oxidem fosforečným přímým vymražováním, ze vzniklé suspenze oddělí.