



УКРАЇНА

(19) UA (11) 7157 (13) C1

(51)5 C 05 B 11/06

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СКЛАДНОГО ДОБРИВА

1

(21) 94051445

(22) 22.03.93

(31) 5043290

(32) 25.05.92

(33) (RU)

(46) 30.06.95. Бюл. № 2

(56) 1. Авторское свидетельство НРБ

№ 11062, кл. C 05 B, 1967.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 1011617, кл. C 05 B 11/08, 1983 (прототип).(71) Виробниче об'єднання "Придніпровський
хімічний завод" (UA)(72) Спіцин Володимир Олександрович, Ло-
мазов Володимир Семенович, Кулигін
Сергій Борисович, Коровін Юрій Федорович,
Чупринко Віталій Георгійович, Зубровський

2

Андрій Васильович, Овчіннікова Клавдія
Ніколаєвна (RU)(73) Виробниче об'єднання "Придніпровський
хімічний завод" (UA)(57) Способ получения удобрения, включаю-
щий разложение фосфатного сырья азотной
кислотой, нейтрализацию полученной су-
спензии аммиаком с получением азотнофос-
фатной пульпы и с последующей подачей ее
на грануляцию и сушку, о т л и ч а ю щ и й с я
тем, что на нейтрализацию подают су-
спензию с соотношением в ней $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5 =$
 $= (1,3-1,5):1$ и процесс нейтрализации ве-
дут до получения в пульпе соотношения
между три- и дикальцийфосфатом в пре-
делах $1:(8-13)$.

Изобретение относится к способу
получения сложного удобрения, например
нитрофоса, полученного азотнокислотной
переработкой фосфатного сырья и широко
используемого в сельском хозяйстве.

Известен способ получения сложного
удобрения, заключающийся в разложении
фосфатного сырья азотной кислотой и по-
следующей нейтрализации полученной
азотнокислотной вытяжки газообразным
аммиаком. Нейтрализацию ведут до
 $\text{pH} = 1-1,65$ при температуре $50-60^\circ\text{C}$ в те-
чение $1,5-2,0$ ч, при этом $80\% \text{P}_2\text{O}_5$ остается
в виде монокальцийфосфата – водораствор-
имой форме. Образовавшуюся пульпу раз-
деляют на компоненты экстракцией
органическим растворителем [1].

Недостатком способа является получе-
ние удобрения с повышенной гигроскопич-

ностью, а также отсутствие у него пролонги-
рованного действия.

Наиболее близким к предложенному по
технической сущности и достигаемому ре-
зультату является другой известный способ
получения сложного удобрения [2], включа-
ющий разложение фосфатного сырья азот-
ной кислотой, нейтрализацию продукта
реакции аммиаком с получением азотнофос-
фатной пульпы с последующей грануляцией
и сушкой готового продукта. По этому спосо-
бу фосфатное сырье (Каратау) разлагают
азотной кислотой в течение 60 мин при 50°C .
Из полученной суспензии фильтрацией вы-
деляют нерастворимый остаток. Получен-
ную азотнофосфорнокислотную вытяжку с
соотношением в ней CaO к P_2O_5 равным 1
подают на нейтрализацию. Нейтрализацию
ведут до $\text{pH} = 1,6-2,5$. Затем в эту пульпу
вводят мочевиноформальдегидный раствор,

(19) UA (11)

7157

(13) C1

перемешивают при температуре 40–80°C до загустевания пульпы и подают ее на грануляцию и сушку. Смешение нейтрализованной пульпы с мочевино-формальдегидным раствором приводит к установлению фиксированного соотношения между водной и усвояемой частью P_2O_5 и сообщает удобрению пролонгированное действие.

Недостатком способа является достаточно большое количество водорастворимой формы P_2O_5 12,7–16%, а усвояемой – 16,1–17,0%, что во многих случаях нерентабельно для сельского хозяйства. Кроме того, способ требует проведения трудоемкой стадии фильтрации после разложения и введения в процесс мочевино-формальдегидного раствора.

В основу изобретения поставлена задача усовершенствования способа получения сложного удобрения, в котором нейтрализацию суспензии, полученной после разложения фосфатного сырья азотной кислотой, проводят при определенном соотношении в ней CaO и P_2O_5 и ведут нейтрализацию до определенного соотношения в пульпе три- и дикальцийфосфата, в результате чего обеспечивается получение сложного удобрения, в котором часть P_2O_5 находится в лимонорастворимой форме, т.е. получают удобрение пролонгированного действия. Такое удобрение применяется на почвах, склонных к закислению, и слабокислых, обладает мелиорирующими свойствами.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения сложного удобрения, включающем разложение фосфатного сырья азотной кислотой, нейтрализацию полученной суспензии аммиаком с получением азотно-фосфатной пульпы и с последующей подачей ее на грануляцию и сушку, согласно изобретению, на нейтрализацию подают суспензию с соотношением в ней $CaO:P_2O_5 = (1,3–1,5):1$ и процесс нейтрализации ведут до получения в пульпе соотношения между три- и дикальцийфосфатом в пределах 1:(8–13).

Большую роль для получения определенного состава удобрения имеет, в первую очередь, суспензия, которая поступает на нейтрализацию и сам процесс нейтрализации. Способ не предусматривает проведение фильтрации после стадии разложения, вся масса (суспензия) поступает дальше на переработку. Состав ее зависит от таких факторов, как применяемое сырье, концентрация и количество азотной кислоты. Для достижения желаемого результата необходимо получить строго определенное соотношение $CaO:P_2O_5$ в растворе разложения. При снижении этого соотношения менее 1,3

в готовом продукте падает доля P_2O_5 в цитратнорастворимой форме, что связано с образованием некоторого количества монокальцийфосфата при нейтрализации этой суспензии. При условии увеличения этого соотношения более 1,5 лимонорастворимая форма P_2O_5 в готовом продукте также уменьшается за счет увеличения доли нерастворимой части фосфата.

Не менее важным для получения удобрения с определенным количеством P_2O_5 в лимонорастворимой форме является и проведение стадии нейтрализации. Эта стадия может быть проведена при различных условиях (температуре, глубине аммонизации, при разном составе пульпы), но при этом необходимо провести процесс так варьируя эти условия, чтобы соотношение три- и дикальцийфосфата после нейтрализации перед грануляцией были строго определены. Так, при снижении этого соотношения в пульпе, идущей на грануляцию, присутствует некоторая доля монокальцийфосфата, приводящего к тому, что в удобрении появляется водорастворимая форма. При увеличении доли трикальцийфосфата получают удобрение с ограниченной степенью применения, так как оно будет требовать и повышенной кислотности, чтобы в ней усваиваться.

Целесообразность выбранных интервалов проиллюстрирована в таблице 1.

Способ проиллюстрирован следующими примерами:

Пример 1. 0,385 т природного фосфата разлагают 0,495 т 45% азотной кислотой в течение 3 ч при температуре 40°C. Получается суспензия с соотношением в растворе $CaO:P_2O_5 = 1,3$. Полученную суспензию в количестве 0,880 т направляют на нейтрализацию, которую ведут аммиаком в течение 1,5 часа до получения в азотнофосфатной пульпе соотношения между дикальцийфосфатом и трикальцийфосфатом, равным (8–13):1.

Полученную пульпу подают на грануляцию в барабанный гранулятор и далее на сушку, которую проводят при температуре 100°C. Получают готовый продукт следующего состава: содержание азота общ. 21,1%, P_2O_5 общ. – 16,9%, P_2O_5 усв. – 14,3%, P_2O_5 лимон. – 2,1%, P_2O_5 водн. – 0, прочность гранул 30 мПа, влага 1,0%, степень разложения фосфата 97%.

Пример 2. На разложение берут 100,0 кг фосфата с содержанием 32,4% P_2O_5 , добавляют 123,8 кг 47% HNO_3 . Разложение ведут 3 часа при температуре 50°C. Полученная суспензия содержит в растворе разложения соотношение $CaO:P_2O_5$, равное 1,5. Эта сус-

пензия направляется на нейтрализацию аммиаком в течение 1,5 часа при температуре 80°C. Нейтрализацию ведут до получения в азотнофосфатной пульпе соотношения между CaHPO_4 и $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ равным (8-13):1. Далее полученную пульпу подают на грануляцию и сушку при температуре 110°C. Получают готовый продукт следующего состава: содержание азота общ. - 21,3%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ - 13,85%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ - 11,4%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{лим.}}$ - 2,3%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{вод.}}$ - 0%, прочность гранул 28 мПа, степень разложения фосфата 99%.

Пример 3. 1000 кг природного фосфата разлагают 1,286 т 47% азотной кислоты в течение 2 часов при температуре 60°C. В полученной суспензии соотношение $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5 = 1,4:1$. Данную суспензию направляют на нейтрализацию аммиаком при температуре 70°C. Нейтрализацию ведут

при интенсивном перемешивании реакционной массы. Далее пульпу с соотношением $\text{CaHPO}_4:\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 = (8-13):1$, направляют на сушку, грануляцию с получением готового продукта следующего состава: $\text{P}_2\text{O}_{5\text{усв.}}$ 14,0%, $\text{N}_{\text{общ.}}$ 21,0%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{общ.}}$ 14,4%, $\text{P}_2\text{O}_{5\text{лим.}}$ 2,1% с влажностью до 1%.

Использование предложенного способа позволит получить удобрение пролонгированного действия, применяемого на почвах, склонных к закислению, и слабокислых.

Способ прост в технологическом оформлении, так как исключает трудоемкую и длительную стадию фильтрации. Позволяет более полно использовать фосфатное сырье, снижает количество отходов. Удобрение обладает мелиорирующими свойствами.

Влияние технологических параметров на состав готового продукта

№№ п/п	Соотношение $\text{CaO}:\text{P}_2\text{O}_5$ в рас- творе разложе- ния	Соотношение $\text{CaHPO}_4:\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ в пульпе после нейтрализации	Содержание P_2O_5 в готовом продукте, %			
			общ.	вод.	усв.	лим.
1	1,2	15:1	16,2	1,6	13,5	0,9
2	1,3	13:1	15,8	0	14,3	1,1
3	1,4	12:1	16,0	0	14,5	1,2
4	1,5	10:1	15,7	0	14,1	1,3
5	1,6	8:1	16,0	0	13,6	1,6
6	1,65	7:1	15,9	0	13,1	1,9

Упорядник В. Чупринко

Техред М.Моргентал

Коректор О. Козоріз

Замовлення 4511

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

