



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **112184** (13) **C2**
(51) МПК (2016.01)

C05B 11/00

C05B 11/06 (2006.01)

C05G 1/06 (2006.01)

C05G 5/00

C05C 5/04 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

<p>(21) Номер заявки: а 2013 15046</p> <p>(22) Дата подання заявки: 23.12.2013</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 10.08.2016</p> <p>(41) Публікація відомостей про заяву: 25.06.2015, Бюл.№ 12</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.08.2016, Бюл.№ 15</p>	<p>(72) Винахідник(и): Рищенко Ігор Михайлович (UA), Савенков Анатолій Сергійович (UA), Білогур Ірина Сергіївна (UA)</p> <p>(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", вул. Фрунзе, 21, м. Харків-2, 61002 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: SU 1313840 A1, 30.05.1987 RU 2266273 C1, 20.12.2005 US 4073635 A, 14.02.1978 US 5098461 A, 24.03.1992</p>
--	---

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ СКЛАДНОГО АЗОТНО-ФОСФАТНОГО ДОБРИВА ІЗ ЗБІДНЕНИХ ФОСФОРИТІВ

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі хімічної промисловості і може бути використаний для виробництва складного азотно-фосфорного добрива. Заявлено спосіб отримання складного азотно-фосфорного добрива, який включає розкладення збіднених фосфоритів нітратною кислотою, з отриманням нітрату кальцію та фосфорної кислоти, фільтрацію азотнокислотного розчину з вилученням нерозчиненого осаду, нейтралізацію відфільтрованого азотнокислотного розчину та випарювання, при цьому нейтралізацію здійснюють у дві стадії, причому на першій стадії нейтралізацію здійснюють при рН 2,9-3,1 з вилученням твердої фази CaHPO_4 , та здійснюють другу стадію нейтралізації при рН 6,0-7,0, потім випарюваний розчин після другої стадії нейтралізації змішують з твердою фазою CaHPO_4 з подальшою грануляцією та сушінням.

UA 112184 C2

Винахід належить до галузі хімічної промисловості і може бути використаний для виробництва складного азотно-фосфорного добрива із збіднених фосфоритів для сільського господарства.

Відомий також спосіб отримання складного добрива, це розкладення апатитового концентрату нітратною кислотою, вилучення нітрату кальцію кристалізацією, виділення азотно-фосфорного розчину та його нейтралізація аміаком до рН 0,6-1,2, розкладання збідненої сировини нейтралізованим азотно-фосфорним розчином у дві стадії, з наступною доамонізацією отриманої суспензії до рН 4,5-5,5, випарювання, перемішування упарюваної пульпи з плавом аміачної селітри і калійною сіллю, грануляцію і сушіння готового продукту.

По цьому способу апатитовий концентрат розкладаємо нітратною кислотою. Із суспензії при $T = -10^{\circ}\text{C}$ вилучаємо нітрат кальцію. Азотно-кислотну витяжку (АКВ) нейтралізують аміаком до рН 0,6-1,2 і направляють на розкладення збідненої фосфатної сировини. На першій стадії розкладання технологічні параметри наступні: Р:Т=(0,8-1,2):1 та температурі 60°C . Друга стадія розкладання - фосфорит дорозкладають (при цій температурі) або кількістю АКВ, або сумішшю її з нітратною кислотою при співвідношенні $\text{HNO}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=(0,8-2,5): (1,5-3)$ і після цього нейтралізуємо аміаком до рН 4,5-5,5. Потім отриману пульпу упарюють, змішують з плавом аміачною селітрою і калійною сіллю, гранулюють та сушать готовий продукт [1].

Недоліком цього способу є отримання продукту зі зниженим вмістом кількості P_2O_5 в засвоєній формі, при введенні в процес збідненої фосфатної сировини, яка містить нерозчинні домішки та її розкладення азотно-кислотою витяжкою.

Найбільш близьким за технологічною суттю та результатом, який досягається, до запропонованого винаходу, є спосіб отримання добрива розкладанням збідненої фосфатної сировини нітратною кислотою, фільтрацією азотно-кисlotної витяжки з виділенням нерозчиненого залишку, при цьому перед фільтрацією в АКВ вводять розчин нітрату кальцію в кількості 0,2-0,3 г СаО на 1 г нерозчиненого залишку, при витримуванні суміші 10-20 хв., з наступною нейтралізацією фосфоровмісного розчину при рН 4,5-5,5, сушінням і грануляцією готового продукту. Як розчи нітрату кальцію використовують фільтрат від розділення нейтралізованої суспензії [2].

Недоліком способу є невисокий ступінь переробки сировини в кінцевий продукт, яка складає 20-22 %, а також ускладнення в проведенні технологічного процесу за рахунок впровадження стадії рециркуляції частки маточного розчину та переробки його залишку.

Для усунення вказаних недоліків запропоновано спосіб отримання азотно-фосфорного добрива, який включає розкладення фосфатної сировини нітратною кислотою, відокремлення нерозчинного в кислоті осаду методом фільтрації, двоступінчасту нейтралізацію азотно-кислотного розчину (АКР) аміаком, відокремлення твердої фази при рН 2,9-3,1 на першому ступені та її подачу в барабан-гранулятор-сушарку (БГС), нейтралізацію розчину до рН 6,0-7,0 з наступним випарюванням і подачу його в БГС для отримання складного добрива.

Відмінними ознаками винаходу є підвищення ступеня переробки сировини в кінцевий продукт до 62-66 % за рахунок проведення процесів послідовно в технологічній лінії і вилучення стадії рециркуляції. Додатково ознакою винаходу є зменшення кількості технологічних стадій.

На фіг. 1 представлено технологічну схему отримання азотно-фосфорного добрива із збіднених фосфоритів.

Сировину фосфат-глауконітовий концентрат з бункера Б шнековим дозатором і нітратну кислоту 56 % подають до реактора РК1. Розкладення фосфориту здійснюють при температурі $55-60^{\circ}\text{C}$, внаслідок чого утворюється азотно-кислотний розчин, який далі направляють на фільтрацію, де виділяється тверда фаза спочатку у відстійнику ВТ і далі барабанний вакуум-фільтр БФ1. Азотно-кислотний розчин після фільтрації надходить у збірник ЗБ, звідки подається на амонізацію в реактор РА1. Амонізацію здійснюють рідким аміаком, який подається з цеху синтезу аміаку. При досягненні рН 2,9-3,1, процес зупиняється і суспензія подається на фільтр БФ2 для вилучення твердої фази - CaHPO_4 . Розчин після фільтрації подають до другої стадії амонізації до рН 6,0-7,0, і підігрівають до $130-140^{\circ}\text{C}$ для випаровування частини води. Після амонізації пульпа надходить в випарний апарат ВА. Далі упарений концентрований розчин змішують з твердою частиною отриманої після фільтрації БФ2, після чого направляють на гранулювання в барабанний - гранулятор-сушарку БГС і передають на склад готового продукту з наступним вмістом (мас. %): N 19,0-21,0; P_2O_5 8,0-10,0; СаО 9,0-11,0.

Запропонований винахід пояснюється наступними прикладами.

Приклад 1.

100 кг фосфориту (P_2O_5 13-14 %; СаО 30,5-31,0 %; нерозчинний залишок 28,0-29,0 %) розкладають 183 кг нітратної кислоти (56 % HNO_3) при температурі 60°C , механічному

перемішуванні протягом 15-25 хв. і отримуємо азотно-кислотний розчин (224 кг). Далі суспензію фільтрують, відокремлюючи осадок в кількості 47,0 кг, подають до нейтралізатора.

Суспензію нейтралізують аміаком в кількості 26,2 кг. Ретельно перемішують, доводять до рН 2,9-3,1. Отриману тверду фазу (18 кг) водимо до апарата БГС на грануляцію, а розчин далі направляємо до реактора-амонізатора г) від РА2 і доведемо рН 6,0-7,0. Отриману суміш піддають упарюванню і далі подають до апарата БГС на грануляцію. Готову продукцію (145 кг) направляємо на склад. Ступінь переробки сировини в кінцевий продукт становить 64,0-66,0 %

Приклад 2.

Спосіб проводять аналогічно прикладу 1. 100 кг фосфориту розкладають 105 кг нітратної кислоти (56 % HNO_3) при температурі 60 °С, механічному перемішуванні протягом 15-25 хв. і отримуємо азотно-кислотний розчин (205 кг). Далі суспензію фільтрують, відокремлюючи осадок в кількості 27,3 кг, подають до нейтралізатора. Суспензію нейтралізують аміаком в кількості 20,8 кг. Ретельно перемішують, доводять до рН 2,9-3,1. Отриману тверду фазу (35 кг) відводимо до апарата БГС на грануляцію, а розчин далі направляємо до реактора-амонізатора РА2 і доведемо рН 6,0-7,0. Отриману суміш піддають упарюванню і далі подають до апарата БГС на грануляцію. Готову продукцію (115,1 кг) направляємо на склад. Ступінь переробки сировини в кінцевий продукт становить 55,0-57,0 %.

Приклад 3.

Спосіб проводять аналогічно прикладу 1. 100 кг фосфориту розкладають 195,7 кг нітратної кислоти (56 % HNO_3) при температурі 60 °С, механічному перемішуванні протягом 15-25 хв. і отримуємо азотно-кислотний розчин (256,3 кг). Далі суспензію фільтрують, відокремлюючи осадок в кількості 39,4 кг, подають до нейтралізатора. Суспензію нейтралізують аміаком в кількості 30,0 кг. Ретельно перемішують, доводять до рН 2,9-3,1. Отриману тверду фазу (58 кг) відводимо до апарата БГС на грануляцію, а розчин далі направляємо до реактору-амонізатору РА2 і доведемо рН 6,0-7,0. Отриману суміш піддають упарюванню і далі подають до апарата БГС на грануляцію. Готову продукцію (166,0 кг) направляємо на склад. Ступінь переробки сировини в кінцевий продукт становить 64,0-66,0 %.

В таблиці 1 надано порівняльну характеристику способів отримання складного азотно-фосфорного добрива

Таблиця

Порівняльна характеристика способів отримання складного азотно-фосфорного добрива

№	Найменування	АКР	Готова продукція	Ступінь перетворення	Хімічний склад
		кг	кг	%	
1	Прототип	222,5	50,0	22,2	CaHPO_4
2	Приклад 1	223,8	145,0	64,7	$\text{CaHPO}_4 + \text{NH}_4\text{NO}_3 + \text{Ca}(\text{NO}_3)_2$
3	Приклад 2	205,0	115,1	56,0	
4	Приклад 3	256,3	166,0	65,0	

Аналіз даних таблиці показує, що підвищення ступеня переробки сировини в кінцевий продукт порівняно з прототипом 20-22 % до 62-66 % отримано за рахунок проведення процесів послідовно в технологічній лінії і вилучення стадії рециклу.

Джерела інформації:

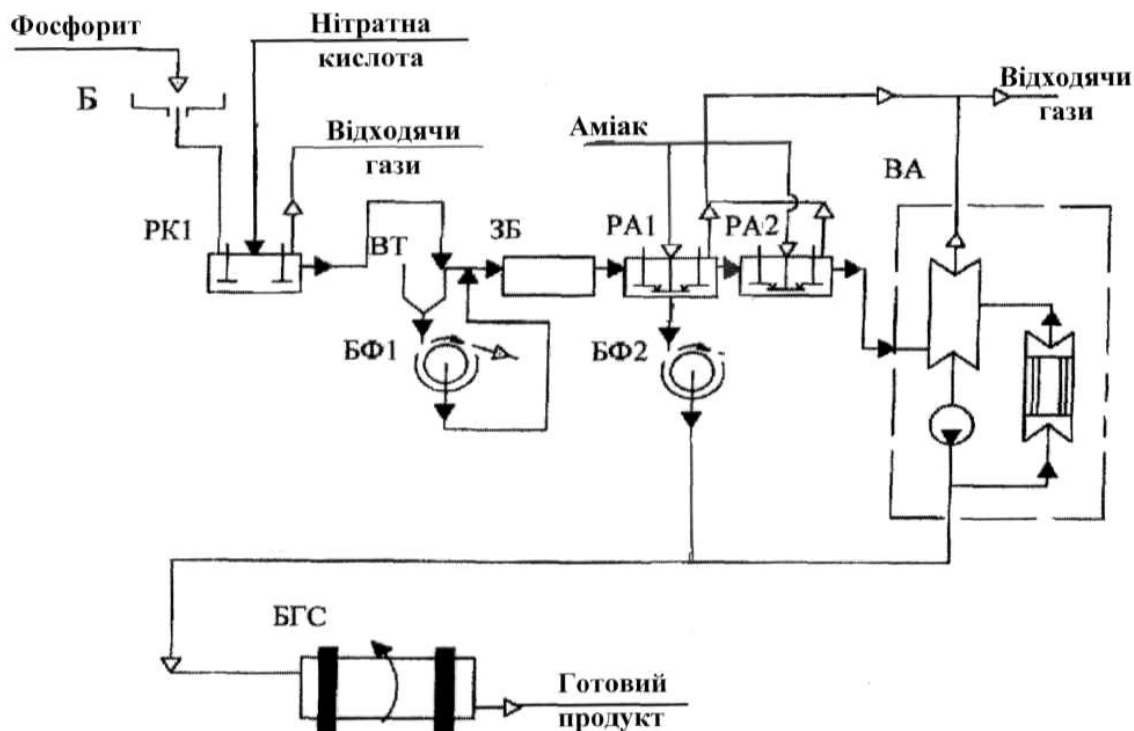
1. Патент России 2167843, МПК С 05 В11/04. Способ получения сложных удобрений. // Абрамов О.Б., Бризицкая Н.М., Дедов А.С. и др. / - БИ 27.05.2001.

2. А.с. СССР № 1313840, Кл. С 05 В11/06. Открытия. Изобретения. Способ получения удобрения из фосфатных руд. // Дмитриевский Б.А., Ярош Е.Б., Дмитриева Н.В. и др. Опубликовано 30.05.1987. Бюл. №18.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб отримання складного азотно-фосфорного добрива, який включає розкладення збіднених фосфоритів нітратною кислотою, з отриманням нітрату кальцію та фосфорної кислоти, фільтрацію азотнокислотного розчину з вилученням нерозчиненого осаду, нейтралізацію відфільтрованого азотнокислотного розчину та випарювання, який **відрізняється** тим, що нейтралізацію здійснюють у дві стадії, причому на першій стадії нейтралізацію здійснюють при рН 2,9-3,1 з вилученням твердої фази CaHPO_4 , та здійснюють другу стадію нейтралізації при рН

6,0-7,0, потім випарюваний розчин після другої стадії нейтралізації змішують з твердою фазою CaHPO_4 з подальшою грануляцією та сушінням.



Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601