

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66 415

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 16a, 7/00

Zgłoszono: 21.VIII.1962 (P. 99 531)

Pierwszeństwo: 19.VI.1962 dla zastrz. 1, 2
08.IX.1961 dla zastrz. 3, 4
Wielka Brytania

MKP C05b 7/00

Opublikowano: 20.XII.1972

UKD

Współtwórcy wynalazku: J. A. Brownlie, G. A. Wemyss

Właściciel patentu: Scottish Agricultural Industries Limited Edynburg
(Szkocja)

Sposób wytwarzania granulowanego nawozu mieszane

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania granulowanego nawozu mieszane

Wartość agronomiczna nawozu zależy od ilości zawartych w nim substancji odżywczych dla roślin, zwłaszcza azotu, fosforu i potasu. Zawartość substancji odżywczych dla roślin w mieszanym nawozie można przedstawić procentowym stosunkiem wagowym N:P₂O₅:K₂O.

Fosfor określony jako P₂O₅ jest wprowadzany do nawozu mieszane najczęściej przez dodanie pojedynczego superfosfatu o zawartości P₂O₅ 18—21%, potrójnego superfosfatu o zawartości 45—50% P₂O₅ lub fosforanów amonu, takich jak fosforan jednoamonowy NH₄H₂PO₄, fosforan dwuamonowy (NH₂)₂HPO₄ lub ich mieszanin. W fosforanie jednoamonowym stosunek atomowy N:P=1,0, podczas gdy w równocząsteczkowej mieszaninie fosforanu jednoamonowego i dwuamonowego stosunek atomowy N:P=1,5.

W celu wytworzenia wysokoprocentowych nawozów mieszanych, o zawartości %N+%P₂O₅+%K₂O >30%, jako jedyne źródło P₂O₅ stosuje się superfosfaty, ewentualnie z dodatkiem fosforanów amonu. Obecność superfosfatu jest korzystna przy granulowaniu mieszanek nawozowych, gdyż z uwagi na jego tiksotropowe właściwości działa on jak środek wiążący.

Natomiast za pomocą znanych metod nie daje się granulować mieszanek nawozowych, zawierających

2

jako jedyne źródło P₂O₅, fosforan amonowy i dlatego w praktyce do granulowanych nawozów wprowadza się możliwie dużo superfosfatu.

Stwierdzono, że stałe fosforany amonowe, jeżeli zawierają odpowiednią ilość wilgoci, wykazują w procesie granulacji nawozów mieszanych, podobnie jak superfosfat, właściwości tiksotropowe, w związku z czym mogą być stosowane do wytwarzania granulowanych nawozów mieszanych zamiast superfosfatu, przy czym otrzymuje się produkt w wysokim stopniu zhomogenizowany.

Zawartość wilgoci potrzebna do granulacji nie jest wielkością stałą i zależy od składu mieszanki nawozowej, typu granulatów, zawartości wody w poszczególnych składnikach i ich własności fizycznych oraz wilgoci zawartej w nowej postaci fosforanu amonowego w mieszaninie. Na przykład w nawozie mieszanym o dużej zawartości mocznika ilość wilgoci niezbędna do granulacji wynosi około 2%, podczas gdy nawóz o dużej zawartości superfosfatu może zawierać w granulacie około 10% wody. Z tych względów sumaryczną ilość wody zawartej w granulacie ustala się laboratoryjnie do poszczególnego zestawu mieszanki.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania granulowanego nawozu mieszane, w którym stały składnik zawierający fosforan amonu o stosunku atomowym N:P=0,95—1,6 jest zmieszany z innymi składnikami i poddany granulowaniu na mokro. W sposobie według wynalazku stosuje się

stały składnik zawierający przed jego zmieszaniem z innymi składnikami co najmniej 15% ogólnej ilości wody wymaganej w procesie granulowania na mokro i co najmniej 5% P_2O_5 w stosunku do całkowitej masy poddanej granulowaniu.

Określenie „stały składnik” oznacza podstawowy składnik mieszanki nawozowej, zawierający fosforan amonu o określonym stosunku atomowym N:P i ewentualnie inne dodatki azotowe zwiększające zawartość azotu, przy czym stosunek atomowy N:P w mieszaninie zawierającej oprócz fosforanu amonu również inne związki azotowe lub fosforowe odnosi się wyłącznie tylko do fosforanu amonu zawartego w stałym składniku.

Przy stosunku atomowym N:P niższym od 0,95, fosforan amonowy staje się zdecydowanie kwaśnym, korodującym i hygroskopijnym wskutek obecności wolnego kwasu fosforowego, natomiast przy stosunku atomowym N:P powyżej 1,6 szybko wzrasta prężność par amoniaku w fosforanie amonowym, co utrudnia możliwość jego zastosowania do produkcji granulowanego nawozu mieszanego.

W sposobie według wynalazku korzystnie stosuje się, jako stały składnik, fosforan amonu uzyskany z kwasu fosforowego w procesie mokrym przerobu fosforytów.

Jeżeli stały składnik nawozu mieszanego składa się z fosforanu amonu, otrzymanego z kwasu fosforowego w procesie mokrym, zawiera on wodę w ilości 3,5—15% w zależności od stosunku atomowego N:P w fosforanie amonu i pochodzenia fosforytu użytego do wytwarzania kwasu fosforowego w procesie mokrym.

W sposobie według wynalazku składnik fosforowy, stanowiący fosforan amonu, jest produktem stałym, jednak wprowadzenie pary wodnej i/lub wody podczas mieszania w granulatorze mieszanki zawierającej fosforan amonu powoduje przyrost zawartości wilgoci, wskutek czego fosforan amonu ma tendencję do przechodzenia z fazy stałej w fazę ciekłą w postaci roztworu wodnego, powodując aglomerację mieszanki nawozowej.

W sposobie według wynalazku stosuje się również oprócz fosforanu amonu inne łatwo rozpuszczalne w wodzie związki zawierające azot, takie jak azotan amonu lub mocznik, przy czym przy stosowaniu konwencjonalnych metod granulacji na mokro nie zachodzą trudności w otrzymaniu granulatu, ponieważ wilgotność wymagana do granulacji jest już zachowana we wprowadzonym fosforanie amonu przed dodaniem wymienionych domieszek.

Korzystnie jest do stałego składnika fosforowego, zawierającego fosforan wprowadzić co najmniej jeden dodatkowy związek zawierający azot, taki jak azotan amonu, siarczan amonu lub mocznik, ponieważ dodatek ten zmienia charakterystykę rozpuszczalności stałego składnika fosforowego, umożliwiając regulację zawartości wilgoci w granulacie, przy czym tak jak w konwencjonalnych sposobach granulacji na mokro, można część suchej granulowanej mieszanki zawracać w procesie do obiegu.

Korzystne zakresy zawartości wilgoci dla stałych składników zawierających fosforan amonowy

pochodzący z kwasu fosforowego wytworzonego metodą mokrą z fosforytu Nauru podane są w poniższej tablicy, przy czym stosunek wagowy N: P_2O_5 w stałym składniku, zawierającym fosforan amonu dotyczy całkowitej ilości N i P_2O_5 w tym składniku i obejmuje sumarycznie zawartość wszystkich związków zawierających azot i fosfor.

Tablica

Charakterystyka stałego składnika			
Stosunek atomowy N:P w fosforanie amonowym	Inny składnik zawierający azot	Stosunek wagowy N : P_2O_5	Korzystny zakres wilgoci w %
0,95	—	1 : 4	6—12
1,3—1,6	—	1:3,5—1:2,8	3,5—9
1,0	siarczan amonu	1:2	5—10
1,0	„ „	1:1	4—9
1,0	„ „	2:1	3—8
1,6	„ „	1:2	4—9
1,6	„ „	1:1	4—8
1,6	„ „	2:1	3—7
1,0	azotan amonu	1:2	4—8
1,0	„ „	1:1	4—8
1,0	„ „	2:1	2,5—7
1,6	„ „	1:2	3—7
1,6	„ „	1:1	3—7
1,6	„ „	2:1	2,5—6
1,0	mocznik	1:2	3—5
1,0	„	1:1	2—4
1,6	„	1:2	2—4

Jak widać z załączonej tablicy stały składnik stanowi fosforan amonu wytworzony z fosforytu Nauru o różnym stosunku atomowym N i P w zakresie 0,96—1,6 i zawiera jako inny składnik azotowy azotan amonu, siarczan amonu lub mocznik. Kolumna określająca stosunek wagowy N: P_2O_5 odnosi się do całej mieszanki nawozowej poddanej granulacji i stanowi wartość sumaryczną. Korzystny zakres wilgoci określa zawartość wilgoci dla końcowego produktu po granulacji.

Jeżeli stały składnik zawiera inny składnik niż wskazano w tablicy, proporcję pozostałych składników wprowadzanych do mieszaniny ustala się ze stosunku N: P_2O_5 podanego w tablicy, w odniesieniu do korzystnego zakresu wilgoci.

Stale składniki, o stosunku wagowym N: P_2O_5 — 1:2, 1:1 i 2:1 przytoczone powyżej, mogą być stosowane kolejno w sposobie według wynalazku, na przykład do wytwarzania nawozów o stosunku N: P_2O_5 : K_2O wynoszącym 1:2:1, 1:1:1,5 i 2:1:1 z substancją zawierającą potas, taką jak chlorek potasowy.

Jeżeli stały składnik zawierający fosforan amonu zawiera niższą wilgotność niż wskazano w tablicy, trudno jest osiągnąć dobre zgranulowanie nawet

przy dodatkowym wprowadzeniu wody, natomiast przy zawartości wilgoci w stałym składniku powyżej wskazanej, granulacja jest nieodpowiednia wskutek powstawania granulek o zbyt dużych rozmiarach i zbrylania.

Jeżeli jest pożądane wytwarzanie granulowanego nawozu mieszanego zawierającego fosforan amonowy o stosunku atomowym N:P wyższym niż w stałym składniku zawierającym fosforan amonu, można to osiągnąć przez amoniakowanie w stadium, w którym miesza się fosforan amonowy z innymi składnikami nawozu i poddaje granulacji mokrej.

Proces wytwarzania stałego składnika, zawierającego fosforan amonu, w przerobie fosforytów metodą moką jest opisany w brytyjskim opisie patentowym nr 951 776.

Następujące przykłady wyjaśniają sposób według wynalazku, przy czym podane części oznaczają części wagowe.

W podanych przykładach zestawy mieszanek nawozowych poddanych granulacji ustalono każdorazowo na podstawie analiz laboratoryjnych poszczególnych składników i prób preparatywnych, z uwzględnieniem zawracanych mieszanek z cyklu procesu granulowania. Podane zawartości wody dotyczą zawartości wilgoci mieszaniny w procesie granulacji i dotyczą zarówno wody wprowadzonej z surowcem i wody lub pary dodawanej w procesie granulowania.

Przykład I. Granulowany mieszany nawóz zawierający 13,5%N:13,5%P₂O₅:13,5%K₂O wytwarzano z wydajnością 4 ton/godzinę w znanym urządzeniu do granulowania, stosując jako surowce handlowy chlorek potasu, siarczan amonu oraz stały fosforan amonu, o składzie 10,9% N, 50,8% P₂O₅ oraz 9,6%H₂O i stosunku atomowym N:P 0,95, przy czym stały składnik zawiera około 82,3% fosforanu amonu i 6,5% siarczanu amonu. Wyszuszony produkt z poprzedniej szarży, w ilości 3,2 tony/godzinę, wraz z nową porcją surowca, wprowadzono do granulatora. Granulację prowadzono w temperaturze 66°C w ciągu 7,5 minut, stosując parę wodną przy całkowitym zapotrzebowaniu wody razem z parą wodną 0,31—0,55 ton/godzinę.

Otrzymywany granulát zawierał na wyjściu 7,7% wilgoci i miał temperaturę 60°C, skąd kierowany był do suszarni, w której temperatura gazu wlotowego wynosiła 399°C, a wylotowego 113°C. Na wyjściu z suszarni granulát miał temperaturę 116°C i zawartość wilgoci 0,1—0,6%.

Przykład II. Granulowany mieszany nawóz, zawierający 14% N, 28% P₂O₅ i 14% K₂O, wytwarzano w sposób następujący: 10 części w przeliczeniu na suchą substancję stałego składnika, składającego się z fosforanu jednoamonowego i azotanu amonu o zawartości 36% N i 19% P₂O₅ w przeliczeniu na suchą substancję, co stanowiło z analitycznego wyliczenia 75% fosforanu amonu i 25% azotanu amonu oraz zawierającego 4—8% wilgoci, wymieszano wstępnie z 3 częściami chlorku potasu o zawartości potasu w przeliczeniu na K₂O 60% i wprowadzono do obrotowego granulatora z 13 częściami produktu zawracanego po rozdrobnieniu zbyt dużych granulek i bryłek. Granulator ogrze-

wano z zewnątrz, utrzymując temperaturę 60°C w obracającym się złożu granulowanego materiału. Najlepsze wyniki granulacji uzyskano przy zawartości wody w stałym składniku 4—8% i wprowadzaniu wody w ilości 0,64—0,78 części do granulowanej mieszanki. Otrzymany granulát zawierał na wyjściu 2,5—3% H₂O. W tych warunkach zawartość wody w stałym składniku zawierającym fosforan amonu wynosiła 50—100%. Najlepsze wyniki osiąga się przy zawartości wilgoci w stałym składniku w ilości 4—6%. Przy zawartości wilgoci powyżej 8% w stałym składniku, zawierającym fosforan amonowy, występowało zbyt duże zgranulowanie. Granulát z granulatora bębnowego wysuszono do zawartości 0,3% H₂O w współpadowej suszarce obrotowej, w której maksymalna temperatura stałych produktów wynosiła w przybliżeniu 100°C.

Przykład III. Granulowany nawóz o zawartości 19% N, 19% P₂O₅ i 19% K₂O wytworzono w sposób podobny jak opisano w przykładzie II. 10 części w przeliczeniu na suchą substancję stałego składnika, składającego się z mocznika i fosforanu jednoamonowego, o zawartości 28% P₂O₅, 28% N i zawartości wilgoci 2—4%, co odpowiada 43% mocznika i 57% fosforanu amonu, zmieszano wstępnie z 4,7 częściami chlorku potasu i granulowano w temperaturze 60°C w obrotowym granulatorze z 14,7 częściami produktu otrzymanego z poprzedniej szarży po uprzednim rozdrobnieniu, przy czym wprowadzano wodę w ilości 0,59—0,82 części na godzinę, co stanowiło 24—68% wody wprowadzonej ze stałym składnikiem.

Dobre wyniki granulacji uzyskano przy zawartości wilgoci w stałym składniku 2—4% i na wyjściu z granulatora 2,0—2,8%.

Granulát wysuszono do zawartości 0,5% H₂O w suszarni obrotowej, w temperaturze nie przekraczającej 70°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania granulowanego nawozu mieszanego, w którym stały składnik, zawierający fosforan amonu o stosunku atomowym N:P=0,95—1,6, jest zmieszany z innymi składnikami nawozowymi i poddany granulowaniu na mokro, **znamienny tym**, że stosuje się stały składnik zawierający przed jego zmieszczeniem z innymi składnikami co najmniej 15% ogólnej ilości wody wymaganej w procesie granulowania na mokro i co najmniej 5%P₂O₅ w stosunku do całkowitej masy poddawanej granulowaniu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako stały składnik stosuje się fosforan amonu otrzymany z kwasu fosforowego, pochodzącego z procesu mokrego, o zawartości wilgoci 3,5—15%.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako inny składnik nawozowy stosuje się sól amonową, taką jak azotan amonu lub siarczan amonu.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako inny składnik nawozowy stosuje się mocznik.