



(10) **LT 5478 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **5478** (51) Int. Cl. (2006): **C05B 7/00**

(21) Paraiškos numeris: **2006 042**

(22) Paraiškos padavimo data: **2006 05 31**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2007 12 27**

(45) Patent paskelbimo data: **2008 03 26**

(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: —

(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: —

(30) Prioritetas: —

(72) Išradėjas:

Jonas DASTIKAS, LT
Rimantas GOKAS, LT
Aleksandras RAKAUSKAS, LT
Vladas STANYNAS, LT
Darius MONKELIS, LT

(73) Patent savininkas:

Otkrytoje akcionernoje obščestvo „Mineralnochemičeskaja kompanija
„EvroChim“, Dubininskaja 53, str. 6, 115054 Moskva, RU

(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:

Aurelija ŠIDLAUSKIENĖ, Patentinės patikėtinės Aurelijos Šidlauskienės firma,
K. Būgos g. 29, LT-44326 Kaunas, LT

(54) Pavadinimas:

Diamonio fosfato gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas priskiriamas diamonio fosfato, plačiai naudojamo kaip trąša žemės ūkyje, gavimo būdai. Būdas apima vienastadijinį skysto ir dujinio amoniako neutralizavimą rūgščiu tirpalu, kurio molinis santykis $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4 = 0,5 \div 0,7$, iki produkto, kurio molinis santykis $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4 = 1,65 \div 1,82$, granuliavimą ir džiovinimą viename aparate, išskiriamų dujų valymą. Skysto ir dujinio amoniako padavimas santykiu $1:(0,25 \div 3,0)$ leidžia valdyti granuliavimo procesą ir džiovinti produktą reakcijos šiluma. Tokiu būdu 2-4 mm prekinės frakcijos išeiga siekia 90÷92 %. Nurodytas vienastadijinis neutralizavimas supaprastina procesą ir sumažina produkto gamybos energetines sąnaudas.

Išradimas skirtas fosforo mineralinių trąšų gamybai, o konkrečiai, diamonio fosfato, kuris plačiai naudojamas kaip trąša žemės ūkyje, gavimo būdui.

Žinomas diamonio fosfato gavimo būdas, apima amoniako neutralizavimą rūgščių komponentu, turinčiu fosforo rūgšties, iki molinio santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,75$, granuliavimą, produkto džiovinimą ir išsiskiriančių dujų valymą. (Technologija fosfornych i kompleksnych udobrenij. Pod. red. Enenčika S.D. i Brodskogo A.A. M., Chimija, 1987, st. 194) Žinomame būde atliekama dviejų stadijų amoniako neutralizacija fosforū rūgštimi. Neutralizacijos rezultate pirmoje stadijoje iki molinio santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=1,35-1,40$, gaunamas dalinai neutralizuotas fosfatinis tirpalas (pulpa). Šio būdo trūkumas yra tas, kad dėl sumažinto paduodamos amonio fosfatų pulpos klampumo, granuliavimo procese susidaro didelis smulkios frakcijos kiekis ir todėl prekinės frakcijos 2÷4 mm išeiga neviršija 70 %.

Žinomas diamonio fosfato gavimo būdas apima amoniako neutralizavimą rūgščių komponentu, turinčiu fosforo ir sieros rūgšties, iki molinio santykio 1,75, granuliavimą, džiovinimą, gauto produkto klasifikavimą, išsiskiriančių dujų valymą (RF patentas 2122989, C 05B7/00). Šio būdo trūkumai yra didelės energetinės sąnaudos ir nepakankama produkto kokybė (poringumas, susislėgimas), sąlygojami dviejų neutralizacijos stadijų, antros neutralizacijos stadijos suderinimu su granuliavimo stadija, atskirai vykdomu džiovinimo procesu. Padidintas amoniako sunaudojimas neutralizacijai padidina energetines sąnaudas amoniako recirkuliacijai sistemoje, o pulpos nevienalytiškumas po pirmos neutralizacijos stadijos apsprendžia granuliuto produkto nevienalytiškumą, tai padidina jo poringumą ir susislėgimą, apsprendžia nepakankamą prekinės frakcijos 2÷4 mm išeigą. Apdorojimas autoklave neužtikrina racionalaus reakcijos šilumos panaudojimo, dėl ko granuliacijos ir džiovinimo procese reikalingos padidintos energijos sąnaudos.

Žinomas diamonio fosfato gavimo būdas, apimantis skysto amoniako neutralizavimą rūgščių komponentu, turinčiu fosforo rūgšties iki molinio santykio 1,7, granuliavimą ir džiovinimą viename aparate, išsiskiriančių dujų valymą (RF patentas 2030370, C 05 B 7/00). Nurodyto būdo trūkumas yra tas, kad dviejų stadijų amoniako neutralizacijai naudojami du nuosekliai dirbantys vamzdiniai reaktoriai, ko pasekoje

neutralizacijos ir granuliavimo procesai tampa sunkiai valdomi, didelis kiekis amoniako su išsiskiriančiomis dujomis patenka į adsorbcijos aparatus, gaunamos didelės energetinės sąnaudos produkcijos vienetui, o prekinės 2÷4 mm frakcijos išeiga nestabili ir žymiai sumažinta.

Artimiausias pareikštajam būdai yra diamonio fosfato gavimo būdas, paremtas amoniako neutralizavimu rūgščių tirpalu, turinčiu fosforo rūgšties, vamzdiniame reaktoriuje, produkto granuliavimu ir džiovinimu viename aparate, išsiskiriančių dujų valymu (RF patentas 2026849, C 05 B 7/00). Šio technologinio proceso sudėtingumą apsprendžia pulpos apdorojimas autoklave po pirmos neutralizavimo stadijos. Dėl neutralizavimo ir granuliavimo-džiovinimo procesų suderinimo sudėtingumo metodas neužtikrina didelės prekinės frakcijos 2÷4 mm išeigos. Apdorojimas autoklave neužtikrina racionalaus reakcijos šilumos panaudojimo, kas sąlygoja padidintas energetines išlaidas granuliavimo ir džiovinimo metu.

Išradimo užduotis - granuluoto diamonio fosfato gavimas vienstagijine amonizacija. Techninis išradimo rezultatas - proceso supaprastinimas, energetinių išlaidų sumažinimas, prekinės 2÷4 mm frakcijos išeigos padidinimas iki 90 %. Šiuo atveju maksimaliai išnaudojama amonizacijos (neutralizacijos) proceso šiluma.

Iškeltas uždavinys ir techninis rezultatas pasiekiami tuo, kad diamonio fosfato gavimo būdas apima amoniako neutralizavimą rūgščių tirpalu, turinčiu fosforo rūgšties, granuliavimą ir produkto džiovinimą viename aparate, išsiskiriančių dujų valymą. Kaip rūgštus tirpalas naudojamas amoniako ir fosforo rūgšties mišinys, kurio molinis santykis $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=0,5\div0,7$, amoniako neutralizacija vykdoma viena stadija iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,65÷1,82, o neutralizacijai paduodamas skysto ir dujinio amoniako mišinys, esant jų masių santykiui 1:(0.25÷3,00).

Nauja šiame būde yra skysto ir dujinio amoniako neutralizacija rūgštiniu tirpalu, turinčiu fosforo rūgšties, vienos stadijos procesu nuo molinio santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4=0,5\div0,7$ tirpale iki santykio 1,65÷1,82 produkte. Skysto ir dujinio amoniako santykio kitimas nuo 1:0,25 iki 1:3 leidžia reguliuoti granuliavimo procesą, gaunant 2÷4 mm prekinės frakcijos išeigą nuo 90 % iki 92 % ir pasiekti pilną produkto išdžiovinimą reakcijos šiluma. Energija taupoma ir naudojant išsiskiriančią technologinę žemos temperatūros (30÷40 °C) šilumą skysto amoniako pavertimui dujiniu.

Sumažėjus skysto ir dujinio amoniako santykiui mažiau kaip iki 1:0,25 arba padidėjus daugiau kaip iki 1:3, granuliavimo procesas tampa mažai jautrus santykio pokyčiams, o frakcijos $2 \div 4$ mm išeiga pasiekia mažiau kaip 90 %, be to, esant santykiui daugiau kaip 1:3 išauga reakcijos šilumos nuostoliai ir nesureagavusio amoniako išsiskyrimas į dujinę fazę, ko pasėkoje išauga absorbcinės sistemos apkrovimas. Molinis amoniako ir fosforo rūgšties santykis pradiniam rūgštiniame tirpale ir produkto pulpoje, tiekiamoje į granuliavimą, duoda galimybę amonizacijos (neutralizacijos) procesą atlikti vienoje stadijoje. Santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ sumažėjimas rūgščiame tirpale mažiau kaip 0,5, o amonizacijos laipsnio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ produkte mažiau kaip 1,65 pablogina granuliavimo procesą, sumažina produkto išeigą, pablogina jo kokybę (padidėja susigulėjimas, sumažėja prekinės frakcijos išeiga). Santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ rūgščiam tirpale padidėjimas daugiau kaip 0,7, o amonizacijos laipsnio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ produkte daugiau kaip 1,82 padidina amoniako nuostolius neutralizacijos metu, padidina energijos nuostolius amoniako recirkuliacijai, pablogina granulometrinę produkto sudėtį.

Kaip rūgštus tirpalas naudojamas ekstrakcinės fosforo rūgšties ir absorbcinio skysčio mišinys, kuriame $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ santykis lygus $0,5 \div 0,7$, fosforo rūgšties ir absorbcinio skysčio su sieros rūgšties priedu mišinys, kuriame $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ santykis lygus $0,5 \div 0,7$. Koncentruota sieros rūgštis (92÷93 masės %) gali būti, pavyzdžiui, pridedama skaičiuojant $40 \div 80$ kg 1000-čiui kg P_2O_5 .

Figūroje 1 pateikta šiame išradime aprašomo diamonio fosfato gamybos įranga, iliustruojanti jo gamybos technologinę schemą.

Gamyba pagal šį išradimą realizuojama tokiu būdu: į vamzdinį reaktorių 1 paduodamas skystas ir dujinis amoniakas santykiu 1:(0,25÷3,0) atitinkamai ir fosforo rūgšties tirpalas iš surinktuvo 6. Skystas ir dujinis amoniakas paduodamas į vamzdinį reaktorių 1 automatiškai pagal fosforo rūgšties sunaudojimą surinktuve 6. Skysto ir dujinio amoniako santykis keičiamas nuo 1:0,25 iki 1:0,3, tai apsprendžia prekinės frakcijos kiekį granuliuotam produkte po būgninio granulatoriaus–džiovintuvo 2. Padidinus dujinio amoniako kiekį smulkios frakcijos kiekis produkte padidėja, o sumažinus – sumažėja. Neutralizacijos reakcijos produktas – diamonio fosfato pulpa, kurios temperatūra $147 \div 150^\circ \text{C}$, išpurškiama būgniniame granuliatoriuje–džiovintuve 2 ant produkto sluoksnio ir išdžiovinama kaitinimo dujomis. Kadangi neutralizacijos

reakcijos metu išsiskiria didelis kiekis šilumos, tai padidinus skysto ir dujinio amoniako santykį iki 1:0,9 ir daugiau, produktas išdžiovinamas pagrinde tik naudojant reakcijos šilumą. Išdžiovintas produktas prasijojamas pro sieta 3, stambi frakcija susmulkinama smulkintuve 4 ir kartu su smulkia frakcija sugrįžta į būgninį granuliatorių–džiovintuvą 2, o prekinė frakcija 2÷4 mm atšaldoma aušiklyje 5. Oras kartu su diamonio fosfato dulkėmis išsiurbiamas iš aušiklio 5 ventiliatoriumi 14, išvalomas vandeniu absorberyje 13 ir išmetamas į atmosferą. Absorbcinis skystis – amonio fosfatų tirpalas iš surinktuvo 12 patenka į antros dujų valymo pakopos surinktuvą 9, į kuri paduodama fosforo rūgštis. Absorberyje 10 dujos išvalomos nuo amoniako ir floro liekanų ir ventiliatoriumi 11 išmetamos į atmosferą. Fosforo rūgšties tirpalo perteklius iš surinktuvo 9 paduodamas į pirmos dujų valymo pakopos surinktuvą 7. Iš būgninio granuliatoriaus–džiovintuvo 2 95 ± 110 °C temperatūros dujos patenka į pirmos pakopos dujų valymo absorberį, kuriame fosforo rūgšties absorbcinio skysčio molinis santykis $\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4$ padidėja iki 1,1÷1,3, o skysčio perteklius į reaktoriaus baką 6, į kuri pridedama 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgštis ir 92,5 % sieros rūgštis. Iš reaktoriaus bako 6 80 ± 90 °C temperatūros fosforo rūgšties tirpalas, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis yra 0,5÷0,7 paduodamas į vamzdinį reaktorių 1 neutralizacijai skystu ir dujiniu amoniaku.

1 pavyzdys. 18,5 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m³ talpos surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5% koncentracijos sieros rūgšties ir 28 t/val absorbcinio skysčio – fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,1. Gautas mišinys – fosforo rūgšties tirpalas, kurio $\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,5 50 t/val kiekiu paduodama į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu ir dujiniu amoniaku santykiu 1:0,25 iki molinio santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4 = 1,8$. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 - 46,2 %, N – 18,1 %, drėgmė – 1,8 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 92 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos – 15 mg/m³ NH_3 .

2 pavyzdys. 20 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m³ surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5 % koncentracijos sieros rūgšties ir 26,5 t/val absorbcinio skysčio- fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,2. Gautas mišinys – fosforo rūgšties tirpalas, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,6, 50 t/val kiekiu paduodamas į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu ir dujiniu

amoniaku santykiu 1:0,9 iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,8. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur ji išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 - 46,2 %, N - 18,1 %, drėgmė - 1,7 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 92 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos - 15 mg/m³ NH_3 .

3 pavyzdys. 21,5 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m³ surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5% koncentracijos sieros rūgšties ir 25 t/val absorbcinio skysčio – fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,3. Gautas mišinys– 50 t/val fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,7, 50 t/val kiekiu paduodamas į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu ir dujiniu amoniaku (santykiu 1:3) iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,8. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 - 46,2 %, N - 18,1 %, drėgmė - 1,7 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 92 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos - 15 mg/m³ NH_3 .

4 pavyzdys. 18,5 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m³ surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5 % koncentracijos sieros rūgšties ir 28 t/val absorbcinio skysčio – fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,1. Gautas mišinys– 50 t/val fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,5 paduodamas į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu ir dujiniu amoniaku (santykiu 1:0,25) iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,65. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 - 46,2 %, N - 18,1 %, drėgmė - 1,8 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 90 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos - 15 mg/m³ NH_3 .

5 pavyzdys. 21,5 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m³ surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5 % koncentracijos sieros rūgšties ir 25 t/val absorbcinio skysčio – fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,3. Gautas mišinys– 50 t/val fosforo rūgšties tirpalo, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,7 paduodama į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu ir dujiniu amoniaku (santykiu 1:3) iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,82. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos

gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 -46,2 %, N – 18,1 %, drėgmė – 1,7 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 91 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos – $15 \text{ mg/m}^3 \text{ NH}_3$.

6 pavyzdys (kontrolinis). 21,5 t/val 52 % koncentracijos pagal P_2O_5 fosforo rūgšties 50 m^3 surinktuve sumaišoma su 2,6 t/val 92,5 % koncentracijos sieros rūgšties ir 25 t/val absorbcinio skysčio – fosforo rūgšties, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 1,3. Gautas mišinys – 50 t/val fosforo rūgšties, kurio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinis santykis 0,7 paduodama į vamzdinį reaktorių, kur jis neutralizuojamas skystu amoniaku iki $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ molinio santykio 1,8. Gauta pulpa išpurškiama į būgninį granuliatorių–džiovintuvą, kur išdžiovinama karštomis dujomis, klasifikuojama ir iš jos gaunama 45 t/val galutinio produkto sekančios sudėties: P_2O_5 – 46,2 %, N – 18,1 %, drėgmė – 1,7 %. 2÷4 mm frakcijos išeiga sudaro 74 %. Dujos išsivalo iki sanitarinės normos – $15 \text{ mg/m}^3 \text{ NH}_3$.

Tokiu būdu siūlomas išradimas leidžia supaprastinti diamonio fosfato gamybos technologiją, sumažinti energijos sąnaudas ir padidinti prekinės frakcijos išeigą.

Nurodytų privalumų dėka, išradimas gali būti panaudojamas fosforo mineralinių trąšų gamyboje.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Diamonio fosfato gavimo būdas, apimantis amoniako neutralizavimą rūgščių tirpalu, turinčiu fosforo rūgštis, granuliavimą ir džiovinimą viename aparate, išmetamų dujų valymą, b e s i s k i r i n t i s tuo, kad kaip rūgštus tirpalas, turintis fosforo rūgštis, naudojamas tirpalas, kuriame molinis santykis $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$ yra $0,5 \div 0,7$, amoniako neutralizacija atliekama vienoje stadijoje iki molinio santykio $\text{NH}_3:\text{H}_3\text{PO}_4 = 1,65 \div 1,82$ produkte, be to, neutralizacijai naudojamas skysto ir dujinio amoniako mišinys jų masių santykiu $1:(0,25 \div 3,00)$.

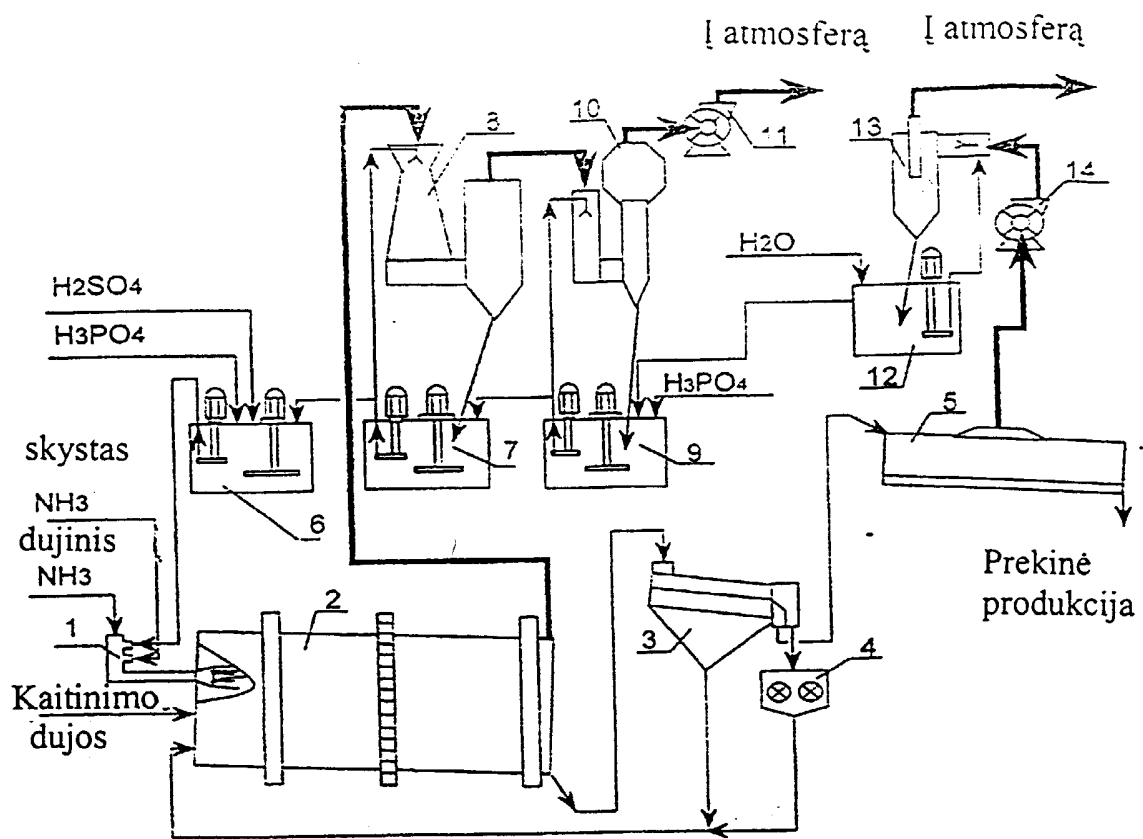


Fig. 1