

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 15779

(13) С1

(46) 2012.04.30

(51) МПК

C 01D 9/10 (2006.01)

C 05G 1/00 (2006.01)

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТРАТА КАЛИЯ И КОМПЛЕКСНЫХ НК И NPK УДОБРЕНИЙ

(21) Номер заявки: а 20100238

(22) 2010.02.18

(43) 2011.10.30

(71) Заявитель: Учреждение образования  
"Белорусский государственный тех-  
нологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Дормешкин Олег Борисо-  
вич; Воробьев Николай Иванович;  
Новик Дмитрий Михайлович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-  
зования "Белорусский государственный  
технологический университет" (ВУ)

(56) ВУ 7470 С1, 2005.

ВУ 7410 С1, 2005.

GB 502158, 1937.

GB 352307, 1931.

CN 101643226 А, 2010.

SU 1393791 А1, 1988.

RU 2216526 С1, 2003.

RU 2202523 С1, 2003.

RU 2078064 С1, 1997.

(57)

Способ получения нитрата калия и комплексного НК или NPK удобрения, включающий обменное разложение хлорида калия и раствора нитрата аммония при их мольном соотношении (0,45-0,55):1 и температуре 60-80 °С, кристаллизацию нитрата калия при 10-20 °С, отделение его от маточного раствора и промывку, **отличающийся** тем, что используют раствор нитрата аммония концентрацией 45-55 мас. %, промывку кристаллов нитрата калия осуществляют водой с последующей подачей промывного раствора на растворение нитрата аммония, а образующийся маточный раствор смешивают с аммофосом и/или хлоридом калия в соотношении, зависящем от марки получаемого NPK или НК удобрения, и подвергают сушке и грануляции в аппаратах БГС или РКСГ.

Изобретение относится к производству минеральных удобрений и может быть использовано для получения нитрата калия и комплексных удобрений.

Известен способ получения нитрата калия конверсией хлорида калия в нитрат калия путем пропускания раствора хлорида калия через ионообменную колонку, содержащую NH<sub>4</sub>-форму катионита с образованием К-формы катионита и последующим пропусканием раствора нитрата аммония через катионит в К-форме с получением раствора нитрата калия [1].

Недостатком указанного способа является образование разбавленных растворов нитрата калия (9,7 мас. %, по KNO<sub>3</sub>) и хлорида аммония (5,2 мас. %, по NH<sub>4</sub>Cl), что потребует значительных затрат на их упарку, а также сложность процесса, обусловленная необходимостью постоянного перемещения NH<sub>4</sub>R и KR-катионитов из одной колонки в другую.

Известен способ получения нитрата калия и хлорида аммония, включающий обменное разложение хлорида калия нитратом натрия в насыщенном по данным солям растворе при

температуре 80-90 °С, охлаждение суспензии до 20 °С в течение 3,5-4 часов и выделение целевого продукта методом флотации с использованием флотореагентов [2].

Недостатками этого способа являются низкое качество продукта, содержащего 10,0-17,3 % хлорида натрия, что не позволяет использовать такой продукт в качестве бесхлорного азотно-калийного удобрения, значительные потери нитрата калия с камерным продуктом (до 26,8 %), низкая интенсивность процесса вследствие наличия длительной (до 4 часов) стадии охлаждения, наличие технически сложной стадии флотации и необходимость использования дорогостоящих флотореагентов (смеси октадециламина и октилсульфата натрия), а также проблема утилизации камерного продукта - хлорида натрия - в связи с его высокой загрязненностью нитратом калия и флотореагентами.

Другим аналогом предлагаемого изобретения является способ получения нитрата калия, включающий обменное разложение хлорида калия и раствора нитрата аммония при молярном соотношении хлорида калия и нитрата аммония, равном (1,1-1,15):1, при температуре 100 °С, охлаждение образующейся суспензии до 0 °С, выдерживание в течение 5 часов с последующим отделением выпавших кристаллов  $KNO_3$ , добавление к маточному раствору 55-75 %-ного раствора нитрата аммония, изотермическое упаривание полученного раствора при 123 °С, охлаждение и выдерживание раствора при 57 °С в течение 2 часов, отделение выпавших кристаллов хлорида аммония от раствора и возврат последнего на стадию обменного разложения [3].

Недостатками данного способа являются высокие энергетические затраты, необходимые для упаривания растворов, а также для нагревания растворов первоначально до 100 °С и далее повторно от 0 до 123 °С; многостадийность и сложность процесса, образующийся в качестве побочного продукта хлорид аммония имеет малый спрос на рынке, в связи с чем его реализация представляется проблематичной; наличие стадий длительного выдерживания растворов (первоначально 5 часов, затем еще 2 часа), что не позволяет проводить процесс в непрерывном режиме, а только в периодическом.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению по технической сути и достигаемому результату является способ, в котором к раствору  $NH_4NO_3$  концентрацией 45-50 мас. %, добавляют мелкокристаллический хлорид калия в мольном соотношении  $KCl : NH_4NO_3 = (0,45-0,55) : 1$  и нагревают до полного растворения хлорида калия (температура растворения - 60-80 °С). Образовавшийся гомогенный раствор охлаждают при интенсивном перемешивании до температуры 10-20 °С. Выпавший кристаллический осадок отделяют методом фильтрации и промывают на фильтре исходным раствором аммонийной селитры. Продукционный осадок содержит в пересчете на сухое вещество 16,5-18 мас. % N; 38-42 мас. %  $K_2O$  и не более 0,2 мас. %  $Cl^-$ , что позволяет использовать его в качестве бесхлорного азотно-калийного удобрения - нитрата калия. Раствор, полученный после промывки осадка, смешивается с исходным раствором  $NH_4NO_3$  и направляется на конверсию. Маточный раствор после отделения целевого продукта, содержащий 12-14 мас. % N и 7-8 мас. %  $K_2O$ , смешивается с твердым карбамидом в мольном соотношении  $CO(NH_2)_2 : NO_3^- = (2-3) : 1$  до полного растворения твердой фазы в течение 10-30 минут с получением жидкого комплексного удобрения [4].

Недостатки указанного способа:

получаемый продукт будет содержать от 14 до 16 мас. %  $NH_4NO_3$ , что приводит к уменьшению содержания основного компонента - нитрата калия. Кроме того, азот в конечном продукте будет присутствовать не только в нитратной, но и в аммонийной форме, в то же время в удобрениях, применяемых в тепличных хозяйствах, присутствие аммонийного азота нежелательно;

производство и потребление жидких удобрений носит сезонный характер, что обуславливает, в свою очередь, создание сезонного производства нитрата калия;

при круглогодичном производстве нитрата калия получение на базе маточных растворов жидких удобрений требует строительства обогреваемых хранилищ для хранения этих

# ВУ 15779 С1 2012.04.30

удобрений в зимний период либо осуществления производства нитрата калия только в летний период, то есть производство нитрата калия также будет носить сезонный характер.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является повышение качества получаемого продукта и создание непрерывного технологического процесса.

Поставленная задача решается путем обменного разложения хлорида калия и раствора нитрата аммония при их мольном соотношении (0,45-0,55) : 1 и температуре 60-80 °С, кристаллизации нитрата калия при 10-20 °С, отделения его от маточного раствора и промывки, используют раствор нитрата аммония концентрацией 45-55 мас. %, промывку кристаллов нитрата калия осуществляют водой с последующей подачей промывного раствора на растворение нитрата аммония, а образующийся маточный раствор смешивают с аммофосом и/или хлоридом калия в соотношении, зависящем от марки получаемого NPK или НК удобрения, и подвергают сушке и грануляции в аппаратах БГС или РКСТ.

Предложенное техническое решение поясняется следующими примерами.

## Пример 1.

К 500 г раствора  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  с концентрацией 50 мас. %  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  добавляют 122,5 г галургического мелкокристаллического хлорида калия (мольное соотношение  $\text{KCl} : \text{NH}_4\text{NO}_3 = 0,50 : 1$ ). Образовавшуюся суспензию при интенсивном перемешивании нагревают до 60 °С. Затем полученный гомогенный раствор охлаждают при интенсивном перемешивании до 20 °С и фильтруют. Полученный после фильтрации осадок промывают 95 г воды.

При этом получено 89,7 г осадка, содержащего 5,6 мас. %, влаги, 120 г промывного раствора и 507,5 г маточного раствора, содержащего 10,6 мас. %  $\text{Cl}^-$ ; 26,1 мас. %  $\text{NO}_3^-$ ; 6,5 мас. %  $\text{K}^+$  и 9,9 мас. %  $\text{NH}_4^+$ .

Продукционный осадок после сушки содержит 0,1 мас. %  $\text{Cl}^-$ ; 61,2 мас. %  $\text{NO}_3^-$ ; 38,1 мас. %  $\text{K}^+$  и 0,47 мас. %  $\text{NH}_4^+$ .

Полученный маточный раствор в количестве 507,5 г упаривали и смешивали с аммофосом 176,9 г и хлористым калием 81,4 г, полученную смесь гранулировали методом окатывания и высушивали. При этом получено 527,8 г комплексного NPK удобрения марки 17:17:17.

## Пример 2.

К 500 г раствора  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  с концентрацией 55 мас. %  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  добавляют 148,3 г галургического мелкокристаллического хлорида калия (мольное соотношение  $\text{KCl} : \text{NH}_4\text{NO}_3 = 0,55 : 1$ ). Образовавшуюся суспензию при интенсивном перемешивании нагревают до 60 °С. Затем полученный гомогенный раствор охлаждают при интенсивном перемешивании до 20 °С и фильтруют. Полученный после фильтрации осадок промывают 145 г воды.

При этом получено 136,7 г осадка, содержащего 5,6 мас. %, влаги, 153 г промывного раствора и 503,7 г маточного раствора, содержащего 10,8 мас. %  $\text{Cl}^-$ ; 26,7 мас. %  $\text{NO}_3^-$ ; 7,3 мас. %  $\text{K}^+$  и 10,7 мас. %  $\text{NH}_4^+$ .

Продукционный осадок после сушки содержит 0,1 мас. %  $\text{Cl}^-$ ; 61,2 мас. %  $\text{NO}_3^-$ ; 38,1 мас. %  $\text{K}^+$  и 0,47 мас. %  $\text{NH}_4^+$ .

Полученный маточный раствор в количестве 503,7 г упаривали и смешивали с 42,6 г хлористого калия, полученную смесь гранулировали методом окатывания и высушивали. При этом получено 322,1 г комплексного НК удобрения марки 23:23.

Изменяя количество добавляемых компонентов, можно получать различные марки комплексных НК или NPK удобрений.

Положительный эффект предлагаемого изобретения заключается в повышении качества получаемого продукта, полной утилизации образующихся маточных растворов с получением концентрированных гранулированных комплексных удобрений, что обеспечивает возможность непрерывного ведения технологического процесса.

# ВУ 15779 С1 2012.04.30

Возможность осуществления технологического процесса согласно заявляемому изобретению подтверждена данными расширенных лабораторных испытаний, проведенных на кафедре технологии неорганических веществ БГТУ.

Практическая реализация изобретения может быть осуществлена на предприятиях по производству минеральных удобрений, в частности на ОАО "Гродно Азот", РУП "ПО Беларуськалий", а также на предприятиях Республиканского объединения "Белагросервис".

Источники информации:

1. А.с. СССР 1248650, МПК С 01D 9/10, В 01J 47/02, 1986.
2. А.с. СССР 1572997, МПК С 01D 9/08, 1990.
3. А.с. СССР 1393791, МПК С 01D 9/00, С 01D 1/16, 1988.
4. Патент 7470, МПК<sup>7</sup> С 01D 9/10, С 01 05 D 1/02, С 05 С 5/02, 9/00, 2005 (прототип).