

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **15896**

(13) **С1**

(46) **2012.06.30**

(51) МПК

C 01B 25/45 (2006.01)

C 05G 1/00 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАЛИЙАММОНИЙФОСФАТА
И ГРАНУЛИРОВАННЫХ КОМПЛЕКСНЫХ УДОБРЕНИЙ**

(21) Номер заявки: а 20100532

(22) 2010.04.08

(43) 2011.12.30

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный техно-
логический университет" (ВУ)

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

(73) Патентообладатель: Учреждение образо-
вания "Белорусский государственный
технологический университет" (ВУ)

(56) ВУ 10465 С1, 2008.

ВУ 7282 С1, 2005.

ВУ 7410 С1, 2005.

SU 92163, 1960.

EP 0229535 A2, 1987.

US 4398936, 1983.

RU 2103348 С1, 1998.

(57)

Способ получения калийаммонийфосфата и гранулированного комплексного удобрения, заключающийся в том, что осуществляют взаимодействие фосфорнокислого аммония с хлористым калием путем перемешивания при температуре 90-95 °С аммофоса, хлорида калия и воды, взятых в количествах, обеспечивающих мольное соотношение K^+ и NH_4^+ , равное (0,75-1):1, и содержание фосфорнокислого аммония в пересчете на P_2O_5 , равное 13-17 мас. %, полученную суспензию подвергают горячему фильтрованию, отделяют шламовый осадок, фильтрат охлаждают, выпавшие кристаллы калийаммонийфосфата отфильтровывают от маточного раствора, промывают водой и сушат, маточный раствор смешивают со шламовым осадком и добавляют карбамид, аммофос и хлористый калий в соотношении, зависящем от марки получаемого комплексного удобрения, и подвергают сушке и грануляции в аппаратах БГС или РКСГ.

Изобретение относится к производству минеральных удобрений и может быть использовано для получения калийаммонийфосфата (водорастворимого бесхлорного комплексного удобрения) для тепличного овощеводства и гранулированных комплексных удобрений.

Известен способ получения сложных удобрений путем взаимодействия водных растворов фосфорнокислого аммония и хлористого калия с выделением в твердую фазу изоморфных твердых растворов монофосфатов калия и аммония, введением в маточный раствор безводного сульфата натрия, донасыщения полученной смеси аммиаком и отделением выпавших в осадок диаммофоса и глазерита. Аммиак, оставшийся в растворе, после отделения диаммофоса и глазерита в виде хлористого аммония регенерируют отгонкой известью [1].

Недостатками указанного способа являются многостадийность и сложность практической его реализации. В частности, регенерация аммиака потребует строительства сложной

системы газоочистки, а образующийся в процессе регенерации известью хлорид кальция имеет очень ограниченный спрос в качестве товарного продукта.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения водорастворимого бесхлорного сложного удобрения, включающий взаимодействие раствора фосфорнокислого аммония концентрацией 16-20 мас. % в пересчете на P_2O_5 , полученного путем выщелачивания аммофоса, с хлористым калием при мольном соотношении $K^+ : NH_4^+$, равном (0,75-1):1, и последующую кристаллизацию однозамещенных фосфатов калия и аммония, при этом 10-20 мас. % от общего количества хлористого калия вводят на стадии выщелачивания аммофоса водой, перед кристаллизацией горячий раствор фильтруют при температуре 75-95 °С и образующийся после кристаллизации осадок промывают водой [2]. Маточный раствор после отделения кристаллов однозамещенных фосфатов калия и аммония одновременно со шламовым осадком, образующимся после выщелачивания аммофоса, используют для получения суспендированного жидкого комплексного удобрения [3].

Недостатками данного способа являются:

многостадийность процесса получения однозамещенных фосфатов калия и аммония. В частности, наличие в технологии трех стадий фильтрования: суспензии после выщелачивания аммофоса, горячего фильтрования раствора перед кристаллизацией осадка и отделение целевого продукта после кристаллизации;

невысокое качество продукта за счет содержания нерастворимых в воде соединений, в состав которых входят соединения фтора и примеси, содержащиеся в хлориде калия, что нежелательно для удобрений, используемых в тепличных хозяйствах;

сезонный характер производства и потребления суспендированных жидких комплексных удобрений, приготовленных на основе образующихся маточных растворов и шламового осадка, сдерживающий процесс производства водорастворимого бесхлорного удобрения в осенне-зимний период. Создание непрерывного производства потребует дополнительных затрат на строительство обогреваемых хранилищ для суспендированных жидких комплексных удобрений, что увеличит себестоимость целевого продукта.

Как указано в прототипе, частичное введение хлорида калия на стадии выщелачивания аммофоса позволяет снизить содержание нерастворимого осадка за счет взаимодействия гексафторсиликата аммония, присутствующего в растворе фосфорнокислого аммония, с хлоридом калия с образованием нерастворимого осадка гексафторсиликата калия, который отделяется совместно с фторфосфатным шламом. Введение дополнительной стадии горячего фильтрования раствора перед кристаллизацией однозамещенных фосфатов калия и аммония позволяет выделить аквафосфатные комплексы железа и алюминия (в состав которых также входит фтор) и предотвратить их соосаждение с кристаллизующимся продуктом.

Авторами экспериментально установлено, что содержание фторид-иона в продукте достигает 0,1-0,3 % и его наличие обусловлено присутствием водонерастворимых соединений. Кроме того, в используемом для конверсии хлористом калии (галургическом), также содержатся нерастворимые примеси, присутствие которых обусловлено технологией получения данного продукта. Все это отрицательно влияет на качество получаемого продукта - калийаммонийфосфата. Проведенные исследования по снижению содержания фтора и нерастворимого осадка позволили установить, что введение всей нормы хлорида калия на стадию выщелачивания аммофоса позволит получить продукт с содержанием нерастворимых примесей не более 0,1 % и фторид-иона не более 0,05 %, а также упростить технологический процесс получения калийаммонийфосфата, совместив стадии выщелачивания и конверсии.

Положительный эффект от введения всего хлорида калия на стадию выщелачивания обусловлен тем, что степень обесфторивания повышается при увеличении нормы вводимого хлорида калия, следовательно, это позволит снизить содержание соединений фтора и

нерастворимых примесей. Кроме того, сокращение числа технологических стадий значительно упрощает процесс получения калийаммонийфосфата.

Согласно прототипу, образующиеся после кристаллизации калийаммонийфосфата маточные растворы и шламовый осадок после выщелачивания аммофоса используют для приготовления суспендированных жидких комплексных удобрений с целью создания безотходной технологии. При этом производство калийаммонийфосфата является периодическим и носит сезонный характер. При непрерывном производстве в течение всего года возникает потребность в строительстве обогреваемых, снабженных перемешивающими устройствами хранилищ для суспендированных жидких комплексных удобрений.

Авторами экспериментально установлено, что на основе побочных продуктов возможно получение твердых гранулированных комплексных удобрений различных марок. Данное техническое решение позволит создать непрерывное круглогодичное производство калийаммонийфосфата и гранулированных комплексных удобрений.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является повышение качества продукта за счет снижения в нем водонерастворимых примесей и соединений фтора, упрощение технологического процесса и замена периодического производства калийаммонийфосфата непрерывным круглогодичным производством калийаммонийфосфата и твердых гранулированных комплексных удобрений.

Поставленная задача решается тем, что совмещаются стадии выщелачивания и конверсии, причем весь хлористый калий вводится на стадию выщелачивания аммофоса при мольном соотношении $K^+ : NH_4^+$ в растворе, равном (0,75-1):1. При этом содержание фосфорнокислого аммония в пересчете на P_2O_5 в растворе должно составлять 13-17 мас. %. Процесс выщелачивания и конверсии осуществляется при температуре 90-95 °С. Образующаяся суспензия фильтруется при этой же температуре с целью отделения водонерастворимых соединений - фосфатного шлама. Полученный раствор охлаждается, в результате чего происходит кристаллизация калийаммонийфосфата, который отделяют методом фильтрации и промывают водой. Маточный раствор, образующийся после отделения кристаллов калийаммонийфосфата, смешивают с фосфатным шламом, твердым карбамидом, хлористым калием и аммофосом в соотношении, зависящем от марки получаемого удобрения, и подвергают сушке и грануляции в аппаратах БГС или РКСГ с получением различных марок твердых гранулированных комплексных удобрений.

Сущность предлагаемого способа заключается в следующем.

Осуществляют взаимодействие фосфорнокислого аммония с хлористым калием путем перемешивания при температуре 90-95 °С аммофоса, хлорида калия и воды, взятых в количествах, обеспечивающих мольное соотношение K^+ и NH_4^+ , равное (0,75-1):1, и содержание фосфорнокислого аммония в пересчете на P_2O_5 , равное 13-17 мас. %, полученную суспензию подвергают горячему фильтрованию, отделяют шламовый осадок, фильтрат охлаждают, выпавшие кристаллы калийаммонийфосфата отфильтровывают от маточного раствора, промывают водой и сушат. Продукционный осадок содержит в пересчете на сухое вещество, мас. %: N - 3,0-1,5; P_2O_5 - 48-52; K_2O - 24-28; Cl - не более 0,5; F⁻ - не более 0,05; н.о. - не более 0,1. Это позволяет использовать его в качестве водорастворимого бесхлорного удобрения для тепличного овощеводства. Раствор, полученный после промывки осадка, направляется на стадию выщелачивания и конверсии. После отделения целевого продукта маточный раствор, содержащий 2,5-4,5 мас. % N; 3,5-5,5 мас. % P_2O_5 ; 7,0-9,0 мас. % K_2O , смешивают со шламовым осадком и добавляют карбамид, аммофос и хлористый калий в соотношении, зависящем от марки получаемого комплексного удобрения, и подвергают сушке и грануляции в аппаратах БГС или РКСГ.

Эффект снижения содержания в продукте нерастворимых примесей и соединений фтора, а также упрощение технологического процесса достигаются за счет совмещения стадий выщелачивания аммофоса водой и конверсии образующегося раствора фосфорнокислого аммония хлоридом калия с последующим отделением нерастворимых примесей методом горячего фильтрования.

ВУ 15896 С1 2012.06.30

Эффект замены периодического технологического процесса непрерывным достигается за счет использования образующихся побочных продуктов для получения товарного продукта - твердых гранулированных комплексных удобрений.

Предложенное техническое решение поясняется следующим примером.

Пример

К 1000 г аммофоса добавляют 2200 г воды и 600 г хлорида калия (мольное соотношение $K^+ : NH_4^+ = 1:1$). Смесь нагревают при перемешивании в течение 1 ч при температуре 90-95 °С. Полученную суспензию разделяют фильтрованием при этой же температуре.

В результате образуется 3230 г раствора и 520 г фосфатного шлама, содержащего (в пересчете на сухое вещество): 43,0 мас. % P_2O_5 общ; 42,4 мас. % P_2O_5 усв; 28,5 мас. % P_2O_5 вод; 13,0 мас. % NH_4^+ ; 12,2 мас. % Cl^- ; 12,4 мас. % K^+ .

Полученный раствор калийаммонийфосфата охлаждают при интенсивном перемешивании до 20 °С и отфильтровывают выпавшие кристаллы. Осадок после фильтрации промывают 300 г воды.

При этом получено 442 г осадка, содержащего 13,0 мас. % влаги, 518 г промывного фильтрата и 2570 г маточного раствора.

Продукционный осадок после сушки содержит 0,15 мас. % Cl^- , 48,1 мас. % P_2O_5 , 2,0 мас. % N и 25,2 мас. % K_2O , 0,05 мас. % F и 0,05 мас. % н.о.

Маточный раствор содержит 9,41 мас. % Cl^- ; 5,3 мас. % P_2O_5 ; 2,91 мас. % N; 7,22 мас. % K_2O .

Полученный маточный раствор в количестве 2570 г упаривают, смешивают со шламовым осадком в количестве 520 г, дополнительно вводят 336 г карбамида, 56,3 г аммофоса, 66,4 г галургического хлористого калия. Смесь гранулируют методом окатывания и сушат. При этом получено 1443,1 г гранулированного NPK удобрения марки 18:18:18.

Варьируя количество добавляемых компонентов, можно получать различные марки гранулированных комплексных удобрений по заказам потребителей.

Положительный эффект предлагаемого изобретения заключается в повышении качества получаемого продукта за счет снижения содержания фтора, входящего в состав водонерастворимых примесей, и создании непрерывного технологического процесса.

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 Гомельском химическом заводе, РУП "ПО Беларуськалий", а также на предприятиях Республиканского объединения "Белгроссервис".

Источники информации:

1. А.с. СССР 92163, НКИ 16,4, заявл. 430619, 1950.
2. Пат. 10465 ВУ, МПК⁷ С 05D 1/00, С 05В 7/00 // БИ № 2. - 2008.
3. Пат. 7282 ВУ, МПК⁷ С 05D 1/02, С 05В 7/00 // БИ № 3. - 2005.