



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 230 050** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК<sup>7</sup> **C 05 B 11/06, 7/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2003120026/15, 07.07.2003

(24) Дата начала действия патента: 07.07.2003

(46) Дата публикации: 10.06.2004

(56) Ссылки: RU 2141462 C1, 20.11.1999.  
RU 2141461 C1, 20.11.1999.  
RU 2182142 C1, 10.05.2002.  
БАБКИН В.В., БРОДСКИЙ А.А. Фосфорные  
удобрения России. - М.: Маргус, 1995, с.189-192.  
EP 0039241 A, 04.11.1981.

(98) Адрес для переписки:  
173012, г.Великий Новгород, ОАО "Акрон"

(72) Изобретатель: Орлова М.А. (RU),  
Грошева Л.П. (RU), Горшкова Н.В.  
(RU), Самсонов Ю.К. (RU), Лысенко Е.В. (RU)

(73) Патентообладатель:  
Открытое акционерное общество "Акрон" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БЕСХЛОРНОГО NPK УДОБРЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения сложных минеральных удобрений, в частности бесхлорных удобрений путем азотнокислотного разложения природных фосфатов. Сущность способа заключается в том, что аммонизацию нитратно-фосфатного раствора проводят сначала до pH 2,5-3,0, а затем до pH 5,8-6,0, выпаривают получаемые растворы до остаточной влажности 0,4-1,0% с

получением однородных маловязких пластов, гранулируют NPK удобрение методом приллирования, при этом в качестве калийной составляющей используют сульфат калия, который вводится непосредственно перед приллированием. Способ позволяет получить NPK удобрение, содержащее серу в водорастворимой форме и имеющее высокую агрохимическую эффективность. 3 табл.

RU 2 230 050 C 1

RU 2 230 050 C 1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 230 050** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) Int. Cl.<sup>7</sup> **C 05 B 11/06, 7/00**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2003120026/15, 07.07.2003

(24) Effective date for property rights: 07.07.2003

(46) Date of publication: 10.06.2004

(98) Mail address:  
173012, g.Velikij Novgorod, OAO "Akron"

(72) Inventor: Orlova M.A. (RU),  
Grosheva L.P. (RU), Gorshkova N.V.  
(RU), Samsonov Ju.K. (RU), Lysenko E.V. (RU)

(73) Proprietor:  
Otkrytoe aktsionernoe obshchestvo "Akron" (RU)

(54) **METHOD FOR PREPARING CHLORINE-FREE NPK-FERTILIZER**

(57) Abstract:

FIELD: chemical technology, fertilizers.  
SUBSTANCE: invention relates to technology for preparing complex mineral fertilizers, in particular, chlorine-free fertilizers by method of nitric acid decomposition of natural phosphates. Method involves the following stages. Ammonization of nitrate-phosphate solution is carried out firstly to pH 2.5-3.0 and then to pH 5.8-6.0. Prepared solutions are evaporated

to the residual moisture value 0.4±1.0% to obtain homogenous melts with a low viscosity index. NPK-fertilizer is granulated by prilling method using potassium sulfate as a potassium component that is added before prilling stage immediately. Method provides preparing NPK-fertilizer containing water-soluble sulfur and displaying the high agrochemical effectiveness. EFFECT: improved preparing method. 3 tbl, 1 ex

RU 2 230 050 C1

RU 2 230 050 C1

Изобретение относится к технологии получения минеральных удобрений и может найти применение в производстве приллированных сложных удобрений.

Известен способ получения сложных NPK удобрений путем разложения природных фосфатов азотной кислотой, отделением нерастворимых примесей отстоем, вымораживанием и отделением нитрата кальция от NP раствора, подпиткой фосфорной кислотой или аммиаком, смешением раствора с сульфатом калия, удалением сульфата кальция, выпариванием раствора с последующим гранулированием или приллированием [Патент, Индия, №168731, МПК С 05 D 11/00, 16.12.1986].

Недостатки способа:

- громоздкость технологической схемы;
- образование отходов производства (осадок нерастворимых примесей, сульфат кальция);
- двухстадийное выведение кальция из раствора разложения (вымораживанием и осаждением сульфатом калия, что способствует усложнению и удорожанию схемы);
- выведение кальция в виде сульфата кальция или технического гипса, который не находит широкого применения;
- использование дополнительного реагента - фосфорной кислоты.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ получения бесхлорных NPK удобрений, по которому фосфатное сырье разлагают азотной кислотой, из раствора разложения путем кристаллизации и фильтрации выделяют часть кальция в виде нитрата кальция. Полученный при этом фильтрат - нитратно-фосфатный раствор - аммонизируют в две стадии. На первой стадии газообразным аммиаком до pH 1,5; на второй - аммиачной водой и/или газообразным аммиаком до pH 5,0-5,5, нейтрализованный раствор выпаривают до остаточной влажности пульпы 10-20%, добавляют сульфат калия и гранулируют с одновременной сушкой готового продукта [Патент РФ №2141462, МПК С 05 В 11/06, С 05 В 7/00]. По прототипу получаемый продукт гранулируется в барабанах, сущность такого способа заключается в распылении пульпы на мелкоизмельченный, некондиционный продукт (ретур) во вращающемся барабане с образованием гранул неправильной формы.

Недостатки способа:

- нерациональное проведение аммонизации нитратно-фосфатного раствора, а именно: аммонизация на первой ступени до pH 1,5, приводит к интенсивной аммонизации на второй ступени, что способствует возникновению местных пересыщений и повышению вязкости раствора. Это связано с осаждением примесей (соединений кальция, алюминия, железа и др.) в неблагоприятных условиях, что приводит к формированию мелкодисперсных кристаллов с искаженной (полу-аморфной) кристаллической структурой. Кальций в условиях пересыщений, как правило, осаждается в виде мелкокристаллического трикальцийфосфата;
- на второй ступени нецелесообразно использование аммиачной воды, так как с ней вносится дополнительное количество воды,

которую затем необходимо выпаривать;

- высокое содержание влаги в пульпе после смешения с сульфатом калия перед гранулированием. Это способствует протеканию ионообменных процессов между сульфатом калия и соединениями кальция с образованием сульфата кальция. Указанные взаимодействия приводят к переходу водорастворимой формы серы (сульфат калия) в общую форму (сульфат кальция), что снижает агрохимическую эффективность удобрения;

- требуется сушка продукта;
- образуются гранулы неправильной формы.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа получения бесхлорного NPK удобрения, содержащего серу, в водорастворимой форме с высокой агрохимической эффективностью по упрощенной и рациональной технологической схеме с последующим гранулированием методом приллирования.

Для решения поставленной задачи предлагается способ, отличающийся более рациональным распределением нейтрализующего реагента, а именно газообразного аммиака, по ступеням аммонизации, выпариванием получаемого аммонизированного раствора до получения маловязкого однородного плава, смешением его с сульфатом калия и гранулированием NPK удобрения методом приллирования. Существенную роль при способе гранулирования методом приллирования играют физико-химические свойства плава. Пульпу, полученную по указанному в прототипе способу, невозможно использовать для гранулирования методом приллирования в башнях из-за ее высокого влагосодержания и высокой вязкости. В предлагаемом способе полученный маловязкий однородный плав распыляется в ствол гранбашни с охлаждением капель встречным потоком воздуха с образованием гранул сферической формы.

Согласно заявляемому способу бесхлорное NPK удобрение, содержащее серу в водорастворимой форме, получается азотнокислотным разложением апатитового концентрата, с вымораживанием нитрата кальция и дальнейшей переработкой его в продукционный мел, нейтрализацией нитратно-фосфатного раствора в две стадии газообразным аммиаком: на первой - до pH 2,5-3,0, на второй - до 5,8-6,0, выпариванием до остаточной влажности 0,4-1,0 мас.%, смешением с сульфатом калия и гранулированием методом приллирования.

Достижимый технический результат:

- более рациональное распределение нейтрализующего реагента, а именно газообразного аммиака, по ступеням аммонизации, которое позволяет избежать местной переаммонизации и увеличения вязкости раствора;
- использование газообразного аммиака на второй ступени нейтрализации вместо аммиачной воды позволяет уменьшить нагрузку на выпарную систему или использовать дополнительное количество воды на других стадиях технологического процесса, например, для отмывки нитрата кальция или мела;
- нитратно-фосфатный раствор

выпаривается до остаточной влажности 0,4-1,0 мас.%, что позволяет получить однородный солевой плав;

- хорошие реологические свойства (вязкость, однородность) получаемого плава позволяют получать удобрение методом приллирования;

- получаемый продукт не требует подсушивания;

- получение продукта в виде гранул сферической формы позволяет улучшить его товарный вид;

- получаемый продукт содержит серу в водорастворимой форме, что является дополнительным питательным элементом и повышает агрохимическую ценность удобрения;

- получение бесхлорного NPK удобрения с высокой агрохимической эффективностью.

Пример 1. Промышленные испытания предлагаемого способа проведены на действующем производстве нитроаммофоски по следующей схеме.

Азотнокислотное разложение апатитового концентрата проводили 58% азотной кислотой при температуре 55-60°C с расходом 1,3 т 100% кислоты на 1 т апатитового концентрата. Далее раствор разложения охлаждали до (-7)÷(-10)°C, отделяли образованные при этом кристаллы нитрата кальция и перерабатывали в мел.

Нитратно-фосфатный раствор нейтрализовали газообразным аммиаком в две стадии: на первой - до pH 2,5-3,0, на второй - до pH 5,8-6,0 с одновременным разбавлением раствором амселитры.

Аммонизированный раствор выпаривали до остаточной влаги 0,5-0,7 мас.%, смешивали с сульфатом калия в соотношении  $\text{NP}:\text{K}_2\text{SO}_4=2,5:1$  и гранулировали методом приллирования в башне. При этом был получен продукт, химический состав которого представлен в табл. 1.

В полевых условиях была проверена эффективность NPK с сульфатом калия на дерново-подзолистых почвах. Использование данного удобрения повышает урожайность и качество различных культур по сравнению с контролем на 15-35%, по сравнению с использованием NPK с хлоридом калия - на 4-6% (табл. 2). При агрохимических испытаниях отмечена высокая окупаемость удобрений урожаем для ряда культур (табл. 3).

#### Формула изобретения:

Способ получения бесхлорного NPK удобрения, включающий азотно-кислотное разложение фосфатного сырья, вымораживание и отделение нитрата кальция, аммонизацию нитратно-фосфатного раствора, выпаривание, смешение с сульфатом калия, гранулирование, отличающийся тем, что аммонизацию нитратно-фосфатного раствора проводят газообразным аммиаком в две стадии, на первой стадии до pH 2,5÷3,0, на второй - до pH 5,8÷6,0, выпаривание осуществляют до остаточной влажности 0,4÷1,0 мас.% с получением маловязких однородных плавов, гранулируют NPK удобрение, содержащее серу в водорастворимой форме, методом приллирования.

Таблица 1

Химический состав готового продукта.  
NPK с сульфатом калия

№ п/п	Химический состав, % мас.							
	N общ.	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> усв	N/ P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Вод.	K <sub>2</sub> O	S	Cl	Влага
1	16,4	16,1	1,02	12,5	15,4	5,7	0,2	0,26
2	16,7	16,5	1,01	12,8	15,4		0,25	0,22
3	16	15,8	1,01	13,1	15,7		0,42	0,18
4	16	15,8	1,01	13,1	15,7		0,37	0,33
5	16	16,5	0,97	13,3	16,1	5,8	0,29	0,29

Влияние бесхлорной азофоски на урожай сельскохозяйственных культур.

Таблица 2

Варианты опыта	Урожай, ц/га						
	Мн. травы зелен. масса	Ячмень зерно	Картофель	Капуста	Лен-долгунец		
					соломка	семена	волокно
Контроль (без удобрений)	135,5	17,5	178,0	895,0	42,5	6,0	6,7
NPK с KCl	160,0	22,8	194,5	974,5	54,0	7,6	8,7
NPK с K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	167,0	23,6	203,0	1035,0	58,5	8,0	10,0
Достоверная разница, ц/га	19,9	1,7	11,8	42,5	7,1	1,1	1,2

Оплата питательных веществ удобрений урожаем (кг/кг).

Таблица 3

Варианты опыта	Мн. травы зелен. масса	Ячмень зерно	Картофель	Капуста	Лен-долгунец		
					соломка	семена	волокно
NPK с KCl	16,7	4,9	10,9	26,7	10,0	1,5	1,7
NPK с K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	26,7	5,2	10,0	47,8	14,2	2,0	2,7