



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 230 718** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁷ **C 05 C 5/02, 1/02**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2003120025/15, 07.07.2003
(24) Дата начала действия патента: 07.07.2003
(46) Дата публикации: 20.06.2004
(56) Ссылки: RU 2182144 C1, 10.05.2002. Бабкин В.В., Бродский А.А. Фосфорные удобрения России. - М.: Маргус, 1995, с.261-263. EP 0104705 A, 04.04.1984. US 5720794 A, 24.02.1998. JP 2002-068867, 08.03.2002.
(98) Адрес для переписки:
173012, г. Великий Новгород, ОАО "Акрон"

(72) Изобретатель: Черкасова Т.Н. (RU),
Грошева Л.П. (RU), Горшкова Н.В.
(RU), Николаева И.И. (RU), Маклашина Е.А.
(RU), Самсонов Ю.К. (RU), Лысенко Е.В. (RU)
(73) Патентообладатель:
Открытое акционерное общество "Акрон" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ УДОБРЕНИЙ

(57) Реферат:
Изобретение относится к способам получения минеральных удобрений, в частности бесхлорных азотно-калийных удобрений. Способ получения комплексного удобрения состоит в том, что в процессе получения аммиачной селитры конверсией нитрата кальция с карбонатом аммония производят замену 4-21% карбоната аммония на карбонат калия и в результате смешанной конверсии получают раствор с массовой

долей суммы солей $60 \pm 5\%$, содержащий нитрат калия и нитрат аммония в массовом соотношении (5-25):(95-75). Полученный раствор используют в качестве жидкого комплексного удобрения или выпаривают воду и гранулируют приллированием. Технический результат состоит в упрощении способа получения азотно-калийного удобрения, содержащего нитрат калия и нитрат аммония и повышении его экономичности. 2 з.п. ф-лы.

RU 2 230 718 C1

RU 2 230 718 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 230 718** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.⁷ **C 05 C 5/02, 1/02**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2003120025/15, 07.07.2003

(24) Effective date for property rights: 07.07.2003

(46) Date of publication: 20.06.2004

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

(72) Inventor: Cherkasova T.N. (RU),
Grosheva L.P. (RU), Gorshkova N.V.
(RU), Nikolaeva I.I. (RU), Maklashina E.A.
(RU), Samsonov Ju.K. (RU), Lysenko E.V. (RU)

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

(54) **METHOD FOR PREPARING COMPLEX FERTILIZERS**

(57) Abstract:

FIELD: fertilizers, chemical technology.

SUBSTANCE: invention relates to methods for preparing mineral fertilizers, in particular, chlorine-free nitrogen-potassium fertilizers. Method for preparing the complex fertilizer in the process for preparing ammonium nitrate by conversion of calcium nitrate with ammonium carbonate involves replacing 4-21% of ammonium carbonate for potassium carbonate and after the mixed conversion the solution is prepared with mass part of salts sum $60 \pm 5\%$

and this solution contains potassium nitrate and ammonium nitrate in the mass ratio = (5-25):(95-75), respectively. The prepared solution is used as the liquid complex fertilizer or water is evaporated and product is granulated by prilling method. Invention provides simplifying method for preparing nitrogen-potassium fertilizer comprising potassium nitrate and ammonium nitrate and enhancing its economy.

EFFECT: improved preparing method.
3 cl, 1 ex

RU 2 230 718 C1

RU 2 230 718 C1

Изобретение относится к способам получения минеральных удобрений, в частности бесхлорных азотно-калийных удобрений, содержащих азот и калий в водорастворимой форме и может найти применение в производстве комплексных удобрений.

Известен способ получения азотно-калийных гранулированных удобрений [патент РФ № 2154620, С 05 С 1/02, 14.01.2000], который включает смешение аммиачной селитры с хлоридом калия и гранулирование полученной смеси в барабанном грануляторе, при этом аммиачную селитру используют в виде плава. Азотно-калийное удобрение, приготовленное в соответствии с данным способом, содержит 12-25% азота и 16,6-40% калия в пересчете на оксид калия.

Недостатки данного способа:

- снижение агрохимической ценности удобрения из-за содержания ионов хлора в готовом продукте;

- техническая и аппаратная сложность осуществления процесса смешения аммиачной селитры, взятой в виде плава, с хлористым калием;

- увеличение коррозии оборудования и аппаратуры за счет введения ионов хлора в процесс получения N:K удобрения;

- увеличение опасности эксплуатации оборудования при смешении плава с хлористым калием вследствие сильного каталитического действия ионов хлора на процесс термического разложения аммиачной селитры (Справочник азотчика. /Под ред. Е.Я. Мельникова, стр.157, Химия, 1987).

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ получения комплексного N:K удобрения [патент РФ № 2182144, С 05 G 1/00, 09.01.2000].

Данный способ включает получение нитрата аммония из аммиака и азотной кислоты, добавка нитрата калия в аммиачную селитру вносится в виде 30-70%-ного раствора на стадии нейтрализации из расчета 2-20 мас.% от количества нитрата аммония, далее смешанный раствор упаривается и гранулируется.

Азотно-калийное удобрение содержит 34,2-30,4 мас.% азота и 0,9-9,3 мас.% калия в пересчете на оксид калия.

Недостатки этого способа:

- необходимость использования наиболее дорогостоящего калийного сырья - нитрата калия, что приводит к увеличению затрат на производство N:K удобрения;

- сложность регулирования состава и соотношения солей в готовом продукте при подаче раствора нитрата калия в нейтрализатор на стадию нейтрализации аммиака азотной кислотой;

- необходимость в дополнительном оборудовании для приготовления и дозирования раствора нитрата калия в нейтрализатор;

- увеличение нагрузки на оборудование стадии доупаривания смешанного раствора нитрата аммония и нитрата калия до состояния плава за счет использования нитрата калия в виде водного раствора.

Задачей предлагаемого изобретения является разработка простого и экономичного

способа получения смешанного раствора, содержащего нитрат калия и нитрат аммония в определенном соотношении, с последующей переработкой этого раствора в комплексные жидкие и гранулированные бесхлорные удобрения, содержащие азот и калий в водорастворимой форме.

Решение поставленной задачи достигается тем, что согласно предлагаемому способу смешанный раствор, содержащий нитрат калия и нитрат аммония, получают на основе нитрата кальция, в частности нитрата кальция из производства NPK удобрений.

Нитрат кальция, получаемый в производстве NPK удобрений, содержит примеси, ограничивающие его непосредственное использование, поэтому нитрат кальция перерабатывают в нитрат аммония (аммиачную селитру) и карбонат кальция (мел) конверсией с карбонатом аммония.

В соответствии с предлагаемым изобретением для решения поставленной задачи в процессе конверсии нитрата кальция часть карбоната аммония заменяют на карбонат калия и получают смешанный раствор, содержащий нитрат калия и нитрат аммония.

Соотношение нитрата калия и нитрата аммония в смешанном растворе определяется соотношением карбонатов калия и аммония, поступающих в реактор конверсии. Расход карбоната калия на конверсию устанавливают в зависимости от требований к составу готового продукта. Полноту конверсии нитрата кальция обеспечивают подачей карбоната аммония, контроль процесса ведут по избытку диоксида углерода в суспензии карбоната кальция.

Карбонат калия подают в реактор конверсии в виде полутораводного гидрата или в виде водного раствора с массовой долей карбоната калия $50 \pm 5\%$.

Карбонат аммония подают в реактор конверсии в виде раствора с массовой долей карбоната аммония $30 \pm 5\%$, приготовленного абсорбцией аммиака и диоксида углерода смешанным раствором нитрата калия и нитрата аммония в абсорбционной колонне.

Для гранулирования комплексного удобрения из плава на оборудовании производства чистой аммиачной селитры массовое соотношение нитрата калия и нитрата аммония в смешанном растворе регулируют в пределах (5-25):(95-75). Оптимальный состав смеси нитрата аммония с нитратом калия для гранулирования по способу приллирования выбран на основании данных по температуре кристаллизации плавов, которые приведены в статье Л.И. Олефира, А.И. Мищенко "Исследование физико-химических свойств сложных бесхлорных удобрений типа NK" [Химическая промышленность, 1983, № 3, стр.162].

Растворы с указанным соотношением солей получают в процессе конверсии нитрата кальция путем замены 4-21% карбоната аммония на карбонат калия в пересчете на сухое вещество.

После отделения и промывки конверсионного карбоната кальция и тонкой очистки смешанного раствора от твердых примесей массовая доля суммы нитратов калия и аммония в растворе составляет $60 \pm 5\%$. Полученный смешанный раствор

может использоваться в качестве жидкого комплексного удобрения для капельного орошения.

Для получения гранулированного комплексного удобрения смешанный раствор с массовой долей суммы нитратов калия и аммония $60 \pm 5\%$ и соотношением солей (5-25):(95-75) выпаривают до получения концентрированного раствора с массовой долей суммы солей $90 \pm 3\%$.

Упаривание смешанного раствора производят по технологии получения аммиачной селитры в производстве NPK удобрений с последующим доупариванием концентрированного раствора и гранулированием плава по способу приллирования на оборудовании производства аммиачной селитры.

Достижимый технический результат:

- возможность получения смешанных растворов с заданным соотношением нитрата калия и нитрата аммония;

- применение более дешевого калийсодержащего сырья - карбоната калия;

- расширение сферы применения нитрата калия - полупродукта производства NPK удобрений;

- получение удобрения с использованием оборудования производства NPK удобрений и аммиачной селитры без изменения норм технологического режима;

- сохранение водного и энергетического баланса производства аммиачной селитры за счет высокой концентрации солей в растворе, поступающем на стадию доупаривания и грануляцию.

Предлагаемый способ получения комплексного удобрения является экономичным и простым в исполнении. Испытания предлагаемого способа проведены при использовании расплава нитрата калия и раствора карбоната аммония из производства NPK удобрений и химических реактивов. Получение смеси нитрата калия и нитрата аммония с заданным соотношением солей в соответствии с предлагаемым изобретением иллюстрирует пример.

Пример.

В реактор конверсии непрерывно подают 107 г/мин расплава нитрата калия, 119 г/мин раствора карбоната аммония и 12,9 г/мин раствора карбоната калия.

Массовая доля калия в расплаве нитрата калия составляет 14,9%, массовая

доля азотной кислоты - 3,7%, фосфаты в пересчете на P_2O_5 - 0,26%, другие примеси не регламентируются. Массовая доля карбоната аммония в растворе составляет 31,2%, массовая доля карбоната калия в растворе 50,8%.

Полученную суспензию фильтруют, осадок карбоната кальция отделяют, промывают водой и направляют на сушку. Фильтрат после разделения суспензии и тонкой очистки от твердых примесей представляет собой смешанный раствор нитрата калия и нитрата аммония с массовой долей суммы солей 59,6% и массовым соотношением нитрата калия и нитрата аммония 11,4:88,6.

Смешанный раствор нитрата калия и нитрата аммония выпаривают до получения концентрированного раствора с массовой долей суммы солей $90 \pm 3\%$, доупаривают до состояния плава с массовой долей воды 0,4% и гранулируют по способу приллирования.

Содержание питательных элементов в гранулированном комплексном удобрении составляет, мас. %: N - 32,5, K_2O - 5,3.

Формула изобретения:

1. Способ получения комплексных удобрений, включающий получение смешанного раствора, содержащего нитрат калия и нитрат аммония, отличающийся тем, что смешанный раствор получают в процессе конверсии нитрата калия, при этом соотношение нитрата калия и нитрата аммония в смешанном растворе регулируют в пределах (5-25):(95-75), заменяя 4-21% карбоната аммония в процессе конверсии нитрата калия на карбонат калия, карбонат калия подают в реактор конверсии в виде полугидрата или в виде водного раствора с массовой долей карбоната калия ($50 \pm 5\%$), осадок конверсионного карбоната калия отделяют фильтрацией, полученный смешанный раствор используют или в качестве жидких комплексных удобрений или выпаривают с последующим гранулированием плава по способу приллирования и получают бесхлорные комплексные удобрения, содержащие азот и калий в водорастворимой форме.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что нитрат калия получают в производстве NPK удобрений.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что нитрат калия получают разложением природного карбоната калия азотной кислотой.