



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **105146** (13) **C2**
(51) МПК (2014.01)
C05D 7/00
C01B 25/32 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: а 2013 09451	(72) Винахідник(и): Перепелиця Олександр Петрович (UA), Самчук Анатолій Іванович (UA), Іщенко Віра Миколаївна (UA), Петренко Тетяна Володимирівна (UA), Попенко Едуард Сергійович (UA), Огар Тетяна Вікторівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 29.07.2013	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 10.04.2014	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 80256 U, 27.05.2013 RU 2058278 C1, 20.04.1996 RU 2220122 C2, 27.12.2003 RU 2268569 C2, 27.01.2006
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.12.2013, Бюл.№ 23	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.04.2014, Бюл.№ 7	

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ БІОЛОГІЧНО АКТИВНОЇ СУМІШІ

(57) Реферат:

Винахід належить до хімічних способів одержання біологічно активних сумішей з підвищеною ефективною дією, які посилюють ріст, покращують якість рослин і можуть знайти застосування в сільському господарстві. Заявлено спосіб одержання біологічно активної суміші методом змішування дефекату цукрового виробництва з фосфатною кислотою з наступною гомогенізацією та нагріванням, причому в суміш додатково вносять природний розчин бішофіту в кількості 8,3-31,3 мас. %, а нагрівання здійснюють при 105-115 °С протягом 1-2 годин.

UA 105146 C2

Винахід належить до хімічних способів одержання біологічно активних речовин з підвищеною ефективною дією, які посилюють ріст і покращують якість рослин і можуть знайти застосування в сільському господарстві.

Найближчим технічним рішенням до запропонованого є спосіб одержання біологічно активної суміші взаємодією кальційкарбонатного осаду цукрового виробництва (дефекату) з фосфатною кислотою, яку беруть у вихідній суміші в кількості 7,1-36,2 мас. %. [Пат. України на корисну модель № 80256 "Спосіб одержання біологічно активної суміші", опубліковано 27. 05. 2013, Бюл. № 10].

Відомий також спосіб одержання модифікованих молібдату або вольфрамату кальцію, у якому в якості вихідної сировини використовують дефекат [О.П. Перепелиця, А.І. Самчук і ін. Пат. України № 85942 на винахід "Спосіб одержання модифікованих молібдату або вольфрамату кальцію", опубл. 10.03.2009 р. Бюл № 5. 2009].

Недоліком відомого способу одержання біологічно активної суміші є те, що він не забезпечує збільшену висоту та товщину сходів рослин. Тобто, відомий спосіб дає суміш, біологічна активність якої потребує покращення.

В основу винаходу поставлена задача визначити оптимальні умови способу одержання біологічно активної суміші з підвищеною ефективною дією введенням до відомої суміші дефекату і фосфатної кислоти додаткової домішки - природного розчину бішофіту (наприклад, Полтавський горизонт), який є джерелом магнію, калію, молібдену і селену, але оптимальний вміст якого у вихідній суміші не встановлено.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб передбачає змішування дефекату з фосфатною кислотою. Згідно винаходу до складу вихідної суміші додають природний розчин бішофіту у кількості 8,3-31,3 мас. %, а процес нагрівання вихідної суміші зазначеного складу проводять при 105-115 °С протягом 1-2 годин.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і технічним результатом полягає у наступному: пропонується у вихідну суміш дефекату і фосфатної кислоти додатково вводити природний розчин бішофіту у визначених дослідом оптимальних кількостях, а саме - 8,3-31,3 мас. %, нагрівати суміш до 105-115 °С протягом 1-2 год. Оптимальний вміст природного бішофіту у вихідних сумішах забезпечує підвищену ефективність біологічної дії одержаних кінцевих продуктів.

Природний розчин бішофіту має густину $\rho=1,18$ г/см³ і концентрацію чистого магнію хлориду $\omega=20$ мас. %. Фосфатна кислота має кваліфікацію "технічна", її густина $\rho=1,617$ г/см³, а вміст чистої фосфатної кислоти у ній $\omega=73,5$ мас. %, концентрація фторид-іону у ній не повинна бути шкідливою для рослин. Замість фосфатної кислоти використаної кваліфікації у запропонованому способі можна використовувати її промислові відходи, але тоді їх належить аналітично контролювати на вміст фторид-, хлорид-, сульфат-іонів, а також на вміст токсичних металів. Щоб оцінити біологічну дію лише природного розчину бішофіту, спочатку досліджували вплив на ріст жита окремо взятих порошків чистої землі, самого дефекату і землі з домішкою 6,79 мас. % природного розчину бішофіту ($\rho=1,18$ г/см³ і вмістом чистого магнію хлориду 20 мас. %).

Зерна жита висівали у глиняний ґрунт 17.10.2012 р., станом на 25.10.2012 р. і на 31.10.2012 р. було встановлено, що в усіх дослідках вплив випробуваних речовин на висоту сходів і схожість жита для різних названих вище порошків речовин близький.

Так само близькі до цих результатів показники дають суміші дефекату і бішофіту, якщо вміст останнього лежить у межах 3,64-9,53 мас. %. При вмісті бішофіту більше 9,53 мас. % (перевірені суміші 11,94 і 14,08 мас. %) спостерігається значне зменшення середньої висоти сходів у рядках (~ на 50 %). Отже самі суміші дефекату та бішофіту стимулюючого ефекту на ріст жита не дають.

Тому для підвищення ефективності стимулюючої біологічної дії пропонується спосіб, де біологічно активну суміш готують на основі дефекату цукрового виробництва, природного розчину бішофіту та фосфатної кислоти.

У винаході ставиться задача знайти оптимальний вміст природного розчину бішофіту у вихідній суміші та умови її нагрівання, щоб спосіб згідно винаходу забезпечував підвищену ефективність стимулюючої біологічної дії одержуваних кінцевих продуктів.

Якщо у дослідках на глиняному ґрунті концентрація чистої фосфатної кислоти, що відповідає формулі H_3PO_4 , у вихідній суміші менша 12,0 мас. %, а бішофіту - менше 22,2 мас. %, то одержаний цим способом продукт проявляє менший стимулюючий ефект на ріст рослин (жита). При концентрації чистої фосфатної кислоти у вихідній суміші більшій 29,4 мас. % одержаний запропонованим способом продукт проявляє гальмівну дію на ріст рослин і їх схожість.

Отже, у дослідях на глиняному ґрунті лише вміст у вихідній суміші (дефекат - фосфатна кислота - бішофіт) природного розчину бішофіту в кількості 22,3-31,3 мас. % гомогенізація і нагрівання вихідної суміші при 105-115°C протягом 2 годин забезпечує підвищену стимулюючу біологічну дію кінцевого продукту на ріст рослин.

5 Додаткове введення у вихідну суміш розчину природного бішофіту дозволяє використовувати його природні запаси, а також такі біологічно активні елементи як калій, молібден та селен, які є у його складі.

Наслідком використання у даному способі у дослідях на глиняному ґрунті суміші з вмістом природного розчину бішофіту 22,3-31,3 мас. %, гомогенізації суміші і її нагріванні при 105-115 °C
10 протягом 2 годин є забезпечення підвищення ефективності дії стимулюючої ріст рослин (встановлено на посівах жита) біологічно активної суміші.

Приклад 1

Для дослідів на глиняному ґрунті стимулюючу ріст рослин (жита) біологічно активну суміш з підвищеною ефективною дією одержують наступним способом. Висушений на повітрі дефекат цукрового виробництва з вмістом CaCO_3 51-58 мас. % (Капітанівський цукровий завод, Кіровоградська обл.), який беруть у складі суміші у кількості 57,6-32,7 мас. %, змішують з природним розчином бішофіту, який беруть у складі вихідної суміші у кількості 34,0-19,3 мас. %, і змішують з фосфатною кислотою ($\rho=1,617 \text{ г/см}^3$, $\omega=73,5$ мас. % чистої фосфатної кислоти), яку беруть у кількості 6,2-35,0 мас. % (у перерахунку на чисту кислоту H_3PO_4). Суміш з названих трьох інгредієнтів, наважки яких беруть на технічних терезах з точністю до $\pm 0,02 \text{ г}$, розтирають в фарфоровій ступці до одержання однорідної маси, яку переносять у фарфорові тиглі і спікають при 105-115 °C протягом 2-х годин. Одержують (після охолодження) сипкий порошок кінцевого продукту. Склад інгредієнтів у вихідній суміші для дослідів на глиняному ґрунті (до нагрівання) наведено в таблиці 1.

25

Таблиця 1

Склад вихідних сумішей дефекату, природного розчину бішофіту та фосфатної кислоти для одержання біологічно активної суміші з підвищеною ефективною дією (до нагрівання); посів у глиняний ґрунт

№ п/п проби	Мас. % дефекату	Мас. % Розчину бішофіту	Мас. % 73,5 %-ної H_3PO_4 , $\rho=1,617 \text{ г/см}^3$	Мас. % чистої H_3PO_4	Сумарна маса суміші у пробі, г
1	57,57	33,98	8,45	6,20	3,50
2	53,02	31,29	16,37	11,94	3,75
3	47,85	28,24	23,91	17,60	3,50
4	42,40	25,02	32,58	23,95	3,00
5	37,75	22,28	39,97	29,40	3,50
6	32,75	19,33	47,92	34,96	3,50
7	76,04	0	23,95	17,60	4,0

Під час розмішування вихідної суміші і наступного періоду відбувається взаємодія магнію хлориду природного розчину бішофіту та кальційкарбонату дефекату з фосфатною кислотою, що супроводжується утворенням хлоридної кислоти та виділенням вуглекислого газу, після розмішування одержують в'язку суміш. Одержану суміш переносять у фарфорові тиглі, які ставлять у сушильну шафу при температурі 105-115 °C і витримують 2 години (глиняний ґрунт). Ця операція забезпечує виділення із суміші хлоридної кислоти, яка шкодить ґрунтам. Вихід біологічно активної суміші з підвищеною ефективною дією на рослини, одержаної запропонованим способом складає 91-94 мас. % (в лабораторних умовах).

35 Підвищену ефективність стимулюючої дії одержаної за даним способом біологічно активної суміші встановлюють на дослідних посівах жита в лабораторних умовах. Першу серію дослідів провели з 8 жовтня 2012 р по 20 лютого 2013 р в лабораторії Ж-713 НУХТ, на підвіконнику, без впливу прямого сонячного проміння на місцевому глиняному ґрунті (з верхнім шаром перегнилого листя), насипаному у картонний ящик розміром $46 \times 27,5 \times 13,5 \text{ см}^3$, шар землі мав товщину 11 см. У землі ящика, стінки та дно якого були застелені потрійним шаром тонкої поліетиленової плівки для забезпечення водонепроникності, кінцем пестика зробили комірки діаметром $\sim 1 \text{ см}$ і глибиною $\sim 1 \text{ см}$, куди насипали по 0,3 г просушеної суміші із згаданих трьох інгредієнтів. Зерна жита клали пінцетом на середину порошку суміші, до верху комірки залишали $\sim 0,5 \text{ см}$, зверху зерна засипали землею. Над кожним зерном після засипання землею
45 була невелика ямка, у яку вприскували воду. У кожному рядку було 8 або 9 зерен, відстань між

зернами у рядку була ~ 40 мм, відстань між рядками була 30-35 мм. Рядки були розділені один від одного фанерними дощечками на глибину ~ 8 см. Зерна і сходи жита відразу після посіву, а надалі протягом перших трьох тижнів з часу посіву через 1-2 дні сприскували 200-300 мл води ранком і ввечері з оприскувача.

- 5 В таблиці 2 показні результати дослідження впливу біологічно активної суміші підвищеної ефективності, одержаної запропонованим способом, на ріст сходів жита, яке посіяне у глиняний ґрунт 8.11.2012 р. (нумерація і склад такі, як і у таблиці 1).

Таблиця 2

Результати дослідження впливу біологічно активної суміші підвищеної ефективності, одержаної запропонованим способом, на сходи жита, посіяного 8.11.2012 р. у глиняний ґрунт

№ п/п проби (рядка)	Посіяно зерен, шт.	Маса сухої суміші у комірці, г ($\pm 0,02$ г)	Вміст природного р-ну бішофіту, мас. %	Схожість %, 16.11.12 р.	Середня висота сходів у рядку, мм (± 1 мм)	
					27.11.12 р.	6.12.12 р.
1	8	0,3	33,98	75,0	209	227
2	9	0,3	31,29	77,8	247	267
3	9	0,3	28,24	88,9	228	279
4	8	0,3	25,02	75,0	234	244
5	9	0,3	22,88	88,9	213	240
6	9	0,3	19,33	55,0	186	235
7	9	0,3 (без бішофіту)	0	44,4	171	233

- 10 3 таблиці 2 видно, що вміст природного розчину бішофіту 22,3-31,3 мас. % забезпечує схожість жита 75-88,9 % і підвищує середню висоту сходів до 209-277 мм (27.11.12 р.). Станом на 6.12.12 р. стимулюючу дію суміші з підвищеною біологічною активністю спостерігали лише у пробах № 2 - № 5, а у пробах № 1, № 2 і № 7 такого ефекту не було. Якщо у суміші не використовували бішофіт, (проба № 7), то схожість становила лише 44,4 %, а середня висота сходів досягала лише 171 мм (27.12.12 р.).

- 15 При збільшеному вмісті фосфатної кислоти у вихідних сумішах, а саме: 34,96 мас. % схожість жита становить 55,5 %, а середня висота сходів жита досягає 186 мм (27.11.12 р.). Спостереження за ростом сходів жита дозволяють зробити висновок, що суміш, одержана з інгредієнтів, які не містять бішофіт - малоефективна, а суміш, де вміст природного розчину бішофіту дорівнює 34,0 мас. % також має низьку ефективність.

- 20 Отже, тільки вміст природного розчину бішофіту у вихідній суміші 22,3-31,3 мас. % (глиняний ґрунт) і наступна її гомогенізація і нагрівання до 105-115 °C протягом 2-х годин дає можливість одержати сухий сипкий цільовий продукт з підвищеною ефективністю дії, який можна вносити у ґрунт.

- 25 Приклад 2

- 6.03.13 проведена друга серія дослідів, у яких замість глиняного ґрунту використовували чистий білий пісок. Досліджувану вихідну суміш нагрівали при 105-115 °C протягом 1 години. Перед формуванням гнізд під суміші поверхню піску у ящику обприскували 0,2 л води, щоб вологість піску дозволяла робити комірки кінцем фарфорового товкачика. Комірки мали конічну форму з середнім діаметром ~ 14 мм, їх глибина була ~ 20 мм, відстань між центрами комірок була ~ 3,5-4,0 см, відстань між рядами ~ 3,6-4,0 см. У кожную комірку насипали по 0,8 г суміші трьох раніше названих інгредієнтів, по центру комірки на суміш клали пінцетом по одній зернині жита, до верху комірки залишалось ще ~ 3 мм, зверху над землею, яка засипала комірку, утворювалась ямка. Тоді кожную ямку окремо обприскували водою з пульверизатора, щоб над зерном був мокрий шар піску. Після цього поверхню піску в ящику (розміри якого такі, як у серії дослідів від 8.10.12 р.) рівномірно обприскували ~ 1,1 л води. Глибина шару піску у ящику - 11 см.

У таблиці 3 наведений склад вихідних сумішей (до нагрівання при 105-115 °C) і результати їх впливу на ріст сходів жита, посіяного у чистий пісок.

Таблиця 3

Результати дослідження впливу біологічно активної суміші підвищеної ефективності, одержаної при інших співвідношеннях інгредієнтів на сходи жита, посіяного 6.03.13 р. у пісок

№ п/п проби (рядка)	Посіяно зерен, шт.	Маса сухої суміші у комірці, г	Мас. % інгредієнта у суміші до нагрівання			Середня висота сходів (±1 мм)	
			Дефекату	Природного розчину бішофіту	H ₃ PO ₄ (чистої)	14.03.13 р.	198.03.13 р.
1	11	0,8	78,53	10,81	7,83	57,2	130,1
2	11	0,8	73,06	10,05	12,40	48,2	108,1
3	11	0,8	69,28	9,40	16,38	60,6	131,9
4	11	0,8	64,14	8,83	19,86	42,6	109,9
5	11	0,8	60,44	8,32	22,95	42,8	114,1
6	11	0,8	57,15	7,86	25,7	30,2	93,0
7	11	0,8	77,94	0	16,21	32,3	61,2

Для кожної проби (рядка) схожість складала 91 %, а підвищена ефективність біологічної дії спостерігалась при вмісті у вихідній суміші природного розчину бішофіту 8,3-10,8 мас. %.

5 Порівнянням середньої висоти сходів жита, посіяного на глиняному ґрунті (перша серія дослідів) і на чистому піску (друга серія дослідів), встановлено, що через 8 діб після посіву сходи першої серії дослідів були вищі сходів другої серії дослідів у 2 рази. Хоча і в посівах на чистому піску підвищена ефективність біологічно активних сумішей також спостерігається. Очевидно, що найкращі позитивні результати одержані на глиняному ґрунті.

10 Висновок. Таким чином, встановлено: запропонований спосіб одержання біологічно активної суміші методом змішування дефекату цукрового виробництва з фосфатною кислотою з наступною гомогенізацією та нагріванням, який відрізняється тим що у суміш додатково вносять природний розчин бішофіту в кількості 8,3-31,3 мас. %, а нагрівання проводять при 105-115 °С протягом 1-2 годин.

15

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

20 Спосіб одержання біологічно активної суміші методом змішування дефекату цукрового виробництва з фосфатною кислотою з наступною гомогенізацією та нагріванням, який відрізняється тим, що у суміш додатково вносять природний розчин бішофіту в кількості 8,3-31,3 мас. %, а нагрівання здійснюють при 105-115 °С протягом 1-2 годин.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601