



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **115281** (13) **U**
(51) МПК (2017.01)
C01B 25/26 (2006.01)
C01B 25/28 (2006.01)
C01B 25/30 (2006.01)
C05D 7/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2016 10760</p> <p>(22) Дата подання заявки: 26.10.2016</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.04.2017</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.04.2017, Бюл.№ 7</p>	<p>(72) Винахідник(и): Перепелиця Олександр Петрович (UA), Українець Анатолій Іванович (UA), Петренко Тетяна Володимирівна (UA), Гаврилук Микола Микитович (UA), Аникієнко Микола Миколайович (UA), Самчук Анатолій Іванович (UA), Перепелиця Володимир Олександрович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)</p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ НРК-ДОБРИВА "АМОДЕКАФОСУ"

(57) Реферат:

Спосіб одержання НРК-добрива методом змішування дефекату цукрового виробництва з водним розчином фосфатної кислоти, зв'язуючим інгредієнтом та водним розчином амоніаку з наступним розмішуванням, гранулюванням, визріванням і висушуванням суміші. Як зв'язуючий інгредієнт використовують калій сульфат у кількості 7,7-34,2 мас. %, а процес розмішування проводять у три етапи, причому на третьому етапі додають водний розчин амоніаку до рН рідкої фази суміші 6,5-7,5.

UA 115281 U

Корисна модель належить до хімічних способів одержання мінеральних добрив, які посилюють ріст і якість рослин і можуть знайти застосування в сільському господарстві.

Найближчим технічним рішенням до запропонованого є спосіб одержання гранульованого мінерального добрива, збагаченого мікроелементами [1 - Гришина І.А., Чепляев А.І., Розмахнин В.Б. і співавтори. Пат. РФ № 2058278, С 05 В 19/00; С 05 С 1/00; опубл. 20.04.1996], у відповідності до якого фосфати амонію змішують з дефекатом цукрового виробництва (далі у тексті - "дефекатом"), взятим у кількості 10-90 % від маси сухої шихти, а як зв'язуюче використовують воду в кількості 10-40 мас. %. Суміш гранулюють і сушать.

Відомий спосіб одержання біологічно активної суміші, згідно якого змішують дефекат і фосфатну кислоту, яку беруть в кількості 7,15-36,20 мас. % [2 - Перепелиця О.П., Самчук А.І., Коваль Т.В., Перепелиця В.О. Пат. України № 103568, С 05 D 7/00, С 01 В 25/32; опубл. 25.10.2013].

Відомий також спосіб одержання фосфатного добрива змішуванням дефекату та фосфатної кислоти до співвідношення $[CaO]:[P_2O_5] = (0,45-0,88): 1$, гранулюванням суміші, її дозріванням і висушуванням при 105 °С [3 - Шарипов Т.В., Мустафин А.Г., Юхин І.П., Середа Н.А. Євразійське пат. агентство. Пат. № 020435, С 01 В 11/10, С 01 Д 3/00; опубл. 28.11.2014].

Недоліком відомого способу є те, що в ньому використовують амофоси, одержання яких потребує окремого технологічного процесу. Крім цього недоліку, в одержаному згідно даного способу добриві немає достатнього вмісту калію, що є необхідним складовим елементом NPK-добрив; тому що у ньому не використовують інгредієнт, який містить калій у значних кількостях.

В основу корисної моделі поставлена задача визначити оптимальний вміст калій сульфату у суміші дефекату, водного розчину фосфатної кислоти, калій сульфату та 25 %-го водного розчину амоніаку.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі одержання NPK-добрива "АМОДЕКАФОСу" методом змішування дефекату цукрового виробництва з водним розчином фосфатної кислоти, зв'язуючим інгредієнтом та розчином амоніаку з наступним розмішуванням, гранулюванням і висушуванням суміші, згідно корисної моделі як зв'язуючий інгредієнт використовують калій сульфат у кількості 7,7-34,2 мас. %, а процес розмішування проводять у три етапи, причому на третьому етапі додають водний розчин амоніаку до рН рідкої фази суміші 6,5-7,5.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і технічним результатом полягає у наступному: пропонується у сумішах дефекату, водного розчину фосфатної кислоти, калій сульфату і води брати дефекат у кількості 5,1-22,8 мас. %, фосфатну кислоту - у кількості 22,4-45,4 мас. % у перерахунку на чисту кислоту, калій сульфат брати у кількості 7,7-34,2 мас. %, а 25 %-ий водний розчин амоніаку брати у кількості, що забезпечує рН рідкої фази цієї суміші у межах 6,5-7,5.

Процес одержання NPK-добрива "АМОДЕКАФОСу" виконують у три етапи.

Перший етап включає змішування дефекату з водним розчином фосфатної кислоти у кількості 22,4-45,4 мас. % у перерахунку на чисту кислоту по відношенню до сумарної маси дефекату, чистої фосфатної кислоти і калій сульфату, його вносять на другому етапі, і води; проведення процесу взаємодії дефекату і водного розчину фосфатної кислоти.

Другий етап передбачає внесення до цієї попередньо одержаної суміші калій сульфату у кількості 7,7-34,2 мас. % по відношенню до сумарної маси суміші дефекату, чистої фосфатної кислоти, калій сульфату і води. Тут калій сульфат відіграє роль зв'язуючого інгредієнта і одночасно джерела калію.

Третій етап включає нейтралізацію надміру фосфатної кислоти 25 %-им водним розчином амоніаку до рН рідкої фази суміші у межах 6,5-7,5, перемішування суміші дефекату, водного розчину фосфатної кислоти, водного розчину амоніаку і сульфату калію до тістоподібної маси.

Потім здійснюють гранулювання суміші, проводять визрівання гранул суміші до твердого стану протягом 1-2 діб. Далі гранули одержаного NPK-добрива сушать на повітрі протягом 10-24 годин і фасують у тару.

Введення згідно запропонованого способу у робочу суміш калій сульфату як зв'язуючого інгредієнта і джерела калію у кількості 7,7-34,2 мас. % відрізняє його від відомого способу і забезпечує нову вищу якість одержаного добрива.

Якщо рН суміші після додавання 25 %-го водного розчину амоніаку <6,5, то це обмежує застосування одержаного добрива на кислих ґрунтах. Якщо ж рН суміші після нейтралізації фосфатної кислоти >7,5, то це обмежує застосування даного добрива на підзолистих ґрунтах. Отже рН робочої суміші у межах 6,5-7,5 є оптимальним. Вміст калію сульфату у робочій суміші менше 7,7 мас. % не забезпечує оптимальний вміст калію у добриві і не виконує роль зв'язуючого інгредієнта робочої суміші, придатної для формування гранул добрива. Такому

стану робочої суміші не сприяє вміст калій сульфату більше 34,2 мас. %. Тобто, калій сульфат в заявленому способі відіграє подвійну роль - і зв'язуючого інгредієнта, і джерела калію.

Отже вміст 25 %-го водного розчину амоніаку, що створює рН водної фази у межах 6,5-7,5 у суміші дефекату, водного розчину фосфатної кислоти, водного розчину амоніаку і калій сульфату при вмісті останнього 7,7-34,2 % по відношенню до маси суміші дефекату, безводної фосфатної кислоти, калій сульфату і води забезпечує позитивну дію одержаного згідно запропонованого способу кінцевого продукту на схожість і ріст рослин.

Використання дефекату як компонента суміші для одержання NPK-добрива створює можливість не тільки його утилізації, але і активного використання його органічної складової, суміші пектиноподібних речовин, кальцієвих солей органічних кислот. Використання розчинів фосфатної кислоти, амоніаку та сухого калій сульфату забезпечує можливість задавати необхідний вміст азоту, калію та фосфору у складі одержуваного згідно запропонованого способу NPK-добрива, до того ж калій сульфат відіграє роль зв'язуючого робочої суміші, що забезпечує можливість її гранулювати.

Наслідком використання калій сульфату у кількості 7,7-34,2 % у складі суміші дефекату, чистої фосфатної кислоти, калій сульфату і води є забезпечення підвищеної стимулюючої дії одержаного NPK-добрива на ріст рослин, встановлено на дослідних посівах пшениці сорту "Смуглянка".

Згідно запропонованого способу NPK-добриво одержують наступним чином. Сухий дефекат, взятий із Капітанівського цукрового заводу Кіровоградської обл., що має вміст кальційкарбонату до 58 % змішують з 52,1 %-ою фосфатною кислотою, яку беруть у надлишку по відношенню до маси кальційкарбонату, який міститься в дефекаті, маса чистої кислоти складає 22,4-45,4 мас. % до маси суміші дефекату, чистої фосфатної кислоти, калій сульфату і води із таким розрахунком, щоб у подальшому процесі цей надлишок фосфатної кислоти реагував з 25 %-им водним розчином амоніаку з утворенням амонійдигідрогенфосфату та амонійгідрогенфосфату. Суміш розмішують у змішувачі до закінчення реакції. У суміш дефекату та фосфатної кислоти вносять калій сульфат у кількості 7,7-34,2 мас. % від маси суміші дефекату, чистої фосфатної кислоти, калій сульфату і води. Кількість прибавленого 25 %-го водного розчину амоніаку визначає рН водної фази робочої суміші, ця величина рН = 6,5-7,5.

Суміш розмішують повторно у змішувачі, витримують її до одержання тістоподібної маси, з якої формують гранули, які залишають на повітрі для визрівання протягом 1-2 діб, потім гранули сушать на повітрі ще 10-24 год., після чого фасують у герметично закриту тару.

Наприклад, ряд проб сумішей готували, виходячи із заданих мас дефекату, калій сульфату, об'ємів водних розчинів фосфатної кислоти та 25 %-го амоніаку, табл. 1.

Таблиця 1

Склад вихідних сумішей для одержання NPK-добрива

№ п/п	Зміст вихідних речовин у суміші для 1-го і 2-го етапів процесу одержання NPK-добрива								Розчин для 3-го етапу процесу одержання NPK-добрива
	Маса дефекату		Фосфатна кислота				Маса	K ₂ SO ₄	Об'єм 25 %-го NH ₃ ·H ₂ O, мл
	г	w, мас. %	Об'єм 52,1 %-ої H ₃ PO ₄ , мл	w, мас. % чистої H ₃ PO ₄	H ₂ O, г	w, мас. % H ₂ O	г	w, мас. %	
1	1,00	22,8	1,39	22,4	0,9	20,5	1,50	34,2	1,20
2	1,00	18,8	2,09	27,6	1,4	25,5	1,50	28,1	1,90
3	1,00	14,5	3,24	33,1	2,1	30,5	1,50	21,8	2,90
4	1,00	10,0	5,57	39,1	3,6	36,0	1,50	15,0	4,90
5*	1,00	5,1	12,53	45,4	8,1	41,7	1,50	7,7	10,00

*- суміш за 2 доби не переходила у тістоподібний стан, тому її не випробовували.

Одержані суміші згідно табл. 1 гомогенізували у фарфоровій ступці, спочатку, після додавання до наважки дефекату зазначеного об'єму фосфатної кислоти поки реакція виділення вуглекислого газу не припиниться 1-ий етап; а тоді вже після додавання калій сульфату, 2-ий етап; та 25 %-го водного розчину амоніаку до рН рідкої фази суміші = 6,5-7,5, 3-ій етап процесу; і згодом до утворення тістоподібної маси, придатної для формування гранул. Якщо формують

гранули, то їх залишають на 1-2 доби для дозрівання, а тоді сушать на повітрі протягом 1 доби, після чого фасують. Для визначення біологічної активності використовують порошкові зразки.

Для приготування даного NPK-добрива, використовують водні розчини фосфатної кислоти і більше, ніж 52,1 %.

5 Вихід NPK-добрива згідно запропонованого способу складає ~87-93 %.

Ефективність одержаного NPK-добрива встановлювали на дослідному посіві пшениці сорту "Смуглянка", використовуючи для порівняння NPK-добриво виробництва Гомельського хімічного заводу (Гом. х. з.) згідно ТУ РБ 00203714.009-95.

10 Для посіву використовували ящик розміром 50 × 29 × 80 см³, наповнений супіщаним ґрунтом. У ящику робили п'ять окремих рядів, розділених водонепроникними перегородками. В кожному ряду тильною стороною пестики від ступки робили по 8-9 комірок глибиною до -14 мм, на дно яких насипали по 0,2 г порошку одержаного NPK - добрива (проби № 1-4, табл. 2) та по 0,2 г розтертого NPK - добрива Гомельського хімічного заводу (проба № 5, табл. 2), зверху засипали 0,5 г землі, клали по одній зернині (їх попередньо відбирали, використовуючи
15 найдобріші) у комірку, а тоді досипали такою ж землею доверху. Ряди комірок з NPK-добривом, зерном і землею рівномірно поливали, а висоту сходів вимірювали з точністю ±1 мм. Як видно із табл. 2 середня висота сходів пшениці сорту "Смуглянка" у пробах № 1-4, де використане розроблене згідно запропонованого способу NPK-добриво у середньому на 28,7 %
20 більша (а для проби № 4 - на 37,9 %), ніж для проби № 5, де використано NPK-добриво Гомельського хімічного заводу. Схожість пшениці також вища для проб № 1-4 (87,5 і 100 % проти 66,7 %), це дані станом на 29.06.2016 р. Станом на 5.07. 2016 висота сходів пшениці сорту "Смуглянка" у пробах № 1-4 - у середньому на 15,4 % більша, ніж для сходів одержаних з використанням заводського добрива (для проби № 4 - на 21,4 % - більша).

Таблиця 2

Результати дослідження біологічної ефективності одержаних згідно запропонованого способу NPK-добрив на ріст пшениці сорту "Смуглянка", посів 16.06.16 р.

№ п/п проби	Склад проби	21.06.16 р.		24.06.16 р.		29.06.16 р.		5.06.16 р.	
		h серед. мм	Схожість, %	h серед. мм	Схожість, %	h серед. мм	Схожість, %	h серед. мм	Схожість, %
1	У відпов. табл.1	50	100,0	176	100,0	223	100,0	281	100,0
2	-	41	87,5	167	87,5	203	87,5	276	87,5
3	-	47	100,0	177	100,0	229	100,0	283	100,0
4	-	53	87,5	191,4	87,5	240	87,5	300	87,5
5	NPK-добриво Гом. х. з.	1	11,1	90	66,7	174	75	247	66,7

Примітка: h серед. - середня висота сходів у ряду.

25

Висновок. Результати випробувань, наведені в табл. 2, переконливо свідчать про ефективність розробленого згідно запропонованого способу NPK-добрива, завдяки додатковому внесенню у робочу суміш зв'язуючого інгредієнта - калій сульфату у кількості 7,7-34,2 мас. %. Одержане добриво "АМОДЕКАФОС" може знайти застосування в сільському господарстві, зокрема в процесі вирощування пшениці.

30

Технічним результатом є одержання NPK-добрива "АМОДЕКАФОСу", яке може дати позитивний ефект при вирощуванні пшениці.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

35

Спосіб одержання NPK-добрива методом змішування дефекату цукрового виробництва з водним розчином фосфатної кислоти, зв'язуючим інгредієнтом та водним розчином амоніаку з наступним розмішуванням, гранулюванням, визріванням і висушуванням суміші, який **відрізняється** тим, що як зв'язуючий інгредієнт використовують калій сульфат у кількості 7,7-34,2 мас. %, а процес розмішування проводять у три етапи, причому на третьому етапі додають водний розчин амоніаку до рН рідкої фази суміші 6,5-7,5.

40

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

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

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