

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202092598** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2021.12.31

(51) Int. Cl. **C05B 7/00** (2006.01)
C05C 1/02 (2006.01)
C05G 1/06 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2020.06.23

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ NP-УДОБРЕНИЯ С РЕГУЛИРУЕМЫМ СООТНОШЕНИЕМ ПИТАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ В ЦЕЛЕВОМ ПРОДУКТЕ

(96) KZ2020/033 (KZ) 2020.06.23
(71) Заявитель:
**РЕСПУБЛИКАНСКОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ НА ПРАВЕ
ХОЗЯЙСТВЕННОГО ВЕДЕНИЯ
"ЮЖНО-КАЗАХСТАНСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ М.
АУЭЗОВА" МИНИСТЕРСТВА
ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН (KZ)**

(72) Изобретатель:
**Кыдыралиева Азиза Досымбеккызы,
Ураков Кинис Нурмагамбетович,
Бестерек Уйлесбек, Болысбек
Айдарбек Алибекулы, Жумабеков
Дауржан Саттарович, Абрамов Сергей
Владимирович (KZ)**

(74) Представитель:
Саипов А.А. (KZ)

(57) Изобретение относится к способу получения сложных азотно-фосфорных гранулированных минеральных удобрений расширенного ассортимента на основе аммиачной селитры и фосфоритной муки и может найти практическое применение на объектах химической промышленности, занятых производством минеральных удобрений для нужд производителей сельскохозяйственной продукции. Сущность способа заключается в том, что раствор аммиачной селитры смешивается с расчетным количеством фосфатного сырья. В полученную смесь в последующем добавляется минеральная модифицирующая добавка в необходимом количестве. В качестве исходной жидкой системы берут раствор аммиачной селитры, концентрации 64-71%, получаемый по традиционной технологии производства аммиачной селитры на выходе из первой ступени выпарки. В качестве фосфатного сырья используют фосфоритную муку марки ФМ-2 СТ.ТОО 930640000252-01-2011. Модифицирующие минеральные добавки - сульфаты железа и аммония - также берут в расчетных количествах, обеспечивающих требуемые массовые соотношения питательных элементов в получаемых продуктах. Изобретение позволяет получить азотно-фосфорные удобрения с содержанием азота от 11 до 23% и фосфора в виде P_2O_5 от 5 до 11% на базе действующего оборудования по производству аммиачной селитры. Предлагаемый способ отличается от известного тем, что после первой ступени выпарки действующего по традиционной схеме производства аммиачной селитры отбирают расчетный объем упаренного раствора аммиачной селитры известной концентрации (не выше 71%) и температуры 110-130°C. В раствор аммиачной селитры вводят расчетные количества фосфоритной муки и модифицирующих минеральных добавок с получением смеси концентрации 80-85%. Полученная смесь с температурой 120-130°C, после интенсивного перешивания в течение 20-40 мин, направляется на грануляцию. В полученном гранулированном NP удобрении массовые соотношения питательных элементов - азота (N) и пятиоксида фосфора (P_2O_5) - находятся в ожидаемых пределах 1:1; 1,3:1; 2,7:1; 3,5:1; 4,6:1.

**202092598
A1**

202092598

A1

**Способ получения NP – удобрения с регулируемым соотношением
питательных веществ в целевом продукте**

Изобретение относится к производству двойных сложных удобрений NP составов на основе аммиачной селитры и фосфатного сырья. Сущность способа заключается в том, что раствор аммиачной селитры смешивается с расчетным количеством фосфатного сырья. В полученную смесь в последующем добавляется минеральная модифицирующая добавка в необходимом количестве. В качестве исходной жидкой системы берут раствор аммиачной селитры, концентрации 64-71%, получаемый по традиционной технологии производства аммиачной селитры на выходе из первой ступени выпарки. В качестве фосфатного сырья используют фосфоритную муку марки ФМ-2 СТ.ТОО 930640000252-01-2011, Модифицирующие минеральные добавки – сульфаты железа и аммония также берут в расчетных количествах, обеспечивающих требуемые массовые соотношения питательных элементов в получаемых продуктах. Изобретение позволяет получить азотно-фосфорные удобрения с содержанием азота от 11% до 23 % и фосфора в виде P_2O_5 от 5% до 11% на базе действующего оборудования по производству аммиачной селитры.

Изобретение относится к способу получения сложных азотно-фосфорных гранулированных минеральных удобрений расширенного ассортимента на основе аммиачной селитры и фосфоритной муки, и может найти практическое применение на объектах химической промышленности, занятых производством минеральных удобрений для нужд производителей сельскохозяйственной продукции.

Известен способ получения азотно-фосфорных удобрений [патент РФ №2169720, кл. C05B 7/00, C05G 1/06, 2000], включающий смешение раствора аммиачной селитры концентрацией 85-90% с 20-30%-ным раствором аммофоса, выпаривание, и последующее гранулирование с получением готового продукта NP состава.

Недостатками способа являются: использование в качестве композиционной добавки готового гранулированного удобрения; осложнение технологического процесса из-за необходимости узла растворения аммофоса.

Известен способ получения азотно-фосфорных удобрений [патент РФ №2171795, кл. C05B 7/00, C05C 1/00, 2000], включающий смешение фосфорсодержащего компонента с раствором аммиачной селитры концентрации 89-92%, с последующим выпариванием, гранулированием смеси и получением NP состава удобрительного продукта. При этом в качестве фосфорсодержащего компонента используют экстракционную фосфорную кислоту концентрацией 52-54% P_2O_5 или нейтральный раствор моноаммонийфосфата полученный аммонизацией экстракционной фосфорной кислоты.

Недостатками способа являются: образование в ходе процесса коррозионно-агрессивных фтористых соединений; необходимость в предварительной очистке фосфорсодержащего компонента от примесей.

Известен способ получения азотно-фосфорных удобрений [патент РФ №2404149, кл. C05B 7/00, C05C 1/00, 2010], включающий смешение фосфорсодержащего компонента - 16-30% концентрации и осветленного раствора фосфата аммония, полученного аммонизацией экстракционной фосфорной кислоты с высококонцентрированным раствором аммиачной селитры с последующим выпариванием, гранулированием смеси и получением NP состава удобрительного продукта.

Недостатками способа являются: необходимость в предварительном осветлении раствора фосфата аммония; необходимость в дополнительной нейтрализации смеси осветленного раствора фосфата аммония и концентрированного раствора аммиачной селитры.

Наиболее близким к описываемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения азотно-фосфорных удобрений [патент РФ №2253639, C05B 7/00, C05 G 1/06, C05C 1/02, 2005], включающий смешение расплава фосфорсодержащей компоненты с плавом аммиачной селитры, последующее гранулирование полученной смеси с переводом в готовый продукт NP состава. При этом в качестве фосфорсодержащей компоненты используют гранулированное минеральное двойное удобрение, содержащее одновременно нитрат аммония, моноаммонийфосфат и фосфат кальция при общем содержании усвояемого фосфора 13-21 % в пересчете на P_2O_5 .

Недостатки известного способа заключаются в: использовании в качестве основных компонентов получаемого удобрения плавов аммиачной селитры и нитроаммофосфата, веществ, придающих целевому продукту ярко выраженные кислотные; необходимости предварительной очистки расплава композиционной фосфатной добавки – нитроаммофосфата от неплавкой твердой фазы; отсутствии возможности регулирования соотношений питательных веществ в получаемом продукте и расширения ассортимента выпускаемой продукции.

Технической задачей настоящего изобретения является получение NP удобрения с регулируемым соотношением питательных веществ в выпускаемой продукции расширенного ассортимента.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения NP – удобрения с регулируемым соотношением питательных веществ в выпускаемой продукции расширенного ассортимента на основе аммиачной селитры и фосфатной добавки, включающем смешение фосфатной компоненты с раствором аммиачной селитры, концентрации 64-71%, получаемым по традиционной технологии производства аммиачной селитры на выходе из первой ступени выпарки, добавку модифицирующих добавок необходимой массы, грануляцию полученной смеси с получением целевого продукта.

Предлагаемый способ отличается от известного тем, что после первой ступени выпарки действующего по традиционной схеме производства аммиачной селитры отбирают расчетный объем упаренного раствора аммиачной селитры известной концентрации (не выше 71%) и температуры 110-130°C.

В раствор аммиачной селитры вводят расчетные количества фосфоритной муки и модифицирующих минеральных добавок с получением смеси концентрации 80-85%.

При этом используют расчетные выражения:

$$\frac{ax}{c} = M_{\text{прод}}; \quad \frac{by}{d} = M_{\text{прод}}; \quad M_{\text{прод}} - (a + b) = m_d$$

Где: $M_{\text{прод}}$ - масса продукционного NP удобрения с регулируемым соотношением питательных веществ;

a – масса чистой аммиачной селитры, содержащейся в расчетном объеме раствора аммиачной селитры, прошедшего первую ступень выпарки;

x – известное содержание азота в продукционной аммиачной селитре по ГОСТ 2-2013, в %;

c – ожидаемое содержание азота в получаемом NP удобрении, в %;

b – масса фосфатной добавки, необходимой для смешения с расчетным объемом раствора аммиачной селитры;

y – известное содержание P_2O_5 в фосфатной добавке марки ФМ-2 по СТ.ТОО 930640000252-01-2011, в %;

d – ожидаемое содержание P_2O_5 в получаемом NP удобрении, в %;

m_d – общая масса модифицирующих минеральных добавок, необходимая для дополнительного введения в расчетную смесь раствора аммиачной селитры и фосфоритной муки.

Полученная смесь с температурой 120-130°C, после интенсивного перешивания в течение 20-40 мин, направляется на грануляцию.

В полученном гранулированном NP удобрении массовые соотношения питательных элементов - азота (N) и пяти окиси фосфора (P_2O_5) находятся в ожидаемых пределах 1:1; 1,3:1; 2,7:1; 3,5:1; 4,6:1.

Анализ состава и свойств композиционных составляющих и полученного удобрения проводился по методикам, приведенным в нормативной документации на удобрения:

- содержание азота общего в получаемом NP удобрении- по ГОСТ 30181.6-94;
- содержания $P_2O_{5\text{общ}}$; $P_2O_{5\text{усв}}$; $P_2O_{5\text{в/р}}$ в получаемом NP удобрении – по ГОСТ 20851.2-75;
- содержание влаги в получаемом NP удобрении – по ГОСТ 20851.4
- прочность гранул полученного NP удобрения – на приборе ИПГ – 1М;
- pH - на приборе И-160 МИ

Пример 1

NP удобрение на основе аммиачной селитры и фосфоритной муки получают на опытном участке производства аммиачной селитры.

В смеситель поступает 155л раствора аммиачной селитры концентрации 71% после первой ступени выпарки с температурой 110 -130°C. В смеситель подается 60,53 кг фосфоритной муки, 0.61 кг сульфата железе, 3,07 кг сульфата аммония. Смесь перемешивают в течение 20-40 мин. Затем смесь подают в гранулятор, поддерживая температуру смеси на входе в гранулятор 120 -130 °С, продукционных гранул на выходе из гранулятора - не менее 80 °С прямоточным потоком сушильного агента. При этом получают 211,99 кг NP удобрение, содержащее, % :

N _{общ}	23,0
P ₂ O _{5общ}	5,0
P ₂ O _{5усв}	4,6
P ₂ O _{5в/р}	1,0
Влаги	0,28

и имеющее рН = 6,47. прочность гранул 12,15 Н/ гр. Выход фракции 1-4 мм 94-98 %, в том числе фракции 2-4 мм 92-97 %. Процентные и массовые соотношения азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте соответственно равны 23:5; 4.6:1

Пример 2.

В смеситель поступает 155л раствора аммиачной селитры концентрации 71% после первой ступени выпарки с температурой 110 -130°C. В смеситель подается 102 кг фосфоритной муки, 0.306 кг сульфата железе, 3,71 кг сульфата аммония. Смесь перемешивают в течение 20-40 мин. Затем смесь подают в гранулятор, поддерживая температуру смеси на входе в гранулятор 120 -130 °С, продукционных гранул на выходе из гранулятора - не менее 80 °С прямоточным потоком сушильного агента. При этом получают 256,62 кг NP удобрение, содержащее, % :

N _{общ}	19,0
P ₂ O _{5общ}	7,0
P ₂ O _{5усв}	6,6
P ₂ O _{5в/р}	1,2
Влаги	0,27

и имеющее рН = 6,27. прочность гранул 8,06 Н/ гр. Выход фракции 1-4 мм 94-98 %, в том числе фракции 2-4 мм 86-90%. Процентные и массовые соотношения азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте соответственно равны 19:7; 2.7:1

Пример 3.

В смеситель поступает 155л раствора аммиачной селитры концентрации 71% после первой ступени выпарки с температурой 110 -130°C. В смеситель подается 79 кг фосфоритной муки, 0.672 кг сульфата железе, 5,46 кг сульфата аммония. Смесь перемешивают в течение 20-40 мин. Затем смесь подают в гранулятор, поддерживая температуру смеси на входе в гранулятор 120 -130

°С, продукционных гранул на выходе из гранулятора - не менее 80 °С прямоточным потоком сушильного агента. При этом получают 232,18 кг NP удобрение, содержащее, % :

N _{общ}	21,0
P ₂ O _{5общ}	6,0
P ₂ O _{5усв}	4,5
P ₂ O _{5в/р}	1,20
Влаги	0,27

и имеющее рН = 6,3. прочность гранул 8,5 Н/ гр. Выход фракции 1-4 мм 94-98 %, в том числе фракции 2-4 мм 90-95 %. Процентные и массовые соотношения азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте соответственно равны 21:6; 3.5:1

Пример 4.

В смеситель поступает 155л раствора аммиачной селитры концентрации 71% после первой ступени выпарки с температурой 110 -130 °С. В смеситель подается 212.8 кг фосфоритной муки, 0.64 кг сульфата железе, 5,43 кг сульфата аммония. Смесь перемешивают в течение 20-40 мин. Затем смесь подают в гранулятор, поддерживая температуру смеси на входе в гранулятор 120 -130 °С, продукционных гранул на выходе из гранулятора - не менее 80 °С прямоточным потоком сушильного агента. При этом получают 375,06 кг NP удобрение, содержащее, % :

N _{общ}	13,0
P ₂ O _{5общ}	10,0
P ₂ O _{5усв}	7,0
P ₂ O _{5в/р}	1,28
Влаги	0,27

и имеющее рН = 6,4, прочность гранул 8,7 Н/ гр. Выход фракции 1-4 мм 90-93 %, в том числе фракции 2-4 мм 80-85 %. Процентные и массовые соотношения азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте соответственно равны 13:10; 1.3:1

Пример 5.

В смеситель поступает 155л раствора аммиачной селитры концентрации 71% после первой ступени выпарки с температурой 110 -130 °С. В смеситель подается 276,70 кг фосфоритной муки, 0.83 кг сульфата железе, 6,41 кг сульфата аммония. Смесь перемешивают в течение 20-40 мин. Затем смесь подают в гранулятор, поддерживая температуру смеси на входе в гранулятор 120 -130 °С, продукционных гранул на выходе из гранулятора - не менее 80 °С прямоточным потоком сушильного агента. При этом получают 418,34 кг NP удобрение, содержащее, % :

N _{общ}	11,00
P ₂ O _{5общ}	11,00
P ₂ O _{5усв}	10,20
P ₂ O _{5в/р}	1,20

Влаги 0,28

и имеющее рН = 6,42. прочность гранул 66,84 Н/ гр. Выход фракции 1-4 мм 80-92 %, в том числе фракции 2-4 мм 79-81 %. Процентные и массовые соотношения азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте соответственно равны 11:11; 1:1.

Для наглядности, данные по составу и свойствам удобрений, полученных в примерах 1-5, сведены в таблицу.

№ п/ п	Содержание основных компонентов в целевом продукте, мас. %		Содержание питательных веществ, мас. %				Массовое соотношение питательных веществ N:P ₂ O ₅	рН, 10% р-ра	Влага, %	Прочн ость гранул , Н/гр	Гранулометрическ ий состав целевого продукта, масс. %	
	АС	ФМ	N,	P ₂ O ₅ общ.	P ₂ O ₅ усв.	P ₂ O ₅ а/р					1-4 мм	2-4 мм
1	2	3	4	6	7	8	8	9	10	11	12	13
1	32,0	64,7	11	11	10,20	1,30	1:1	6,42	0,28	66,84	80-92	79-81
2	37,8	58,8	13	10	7,00	1,28	1,3:1	6,40	0,28	8,70	90-93	80-85
3	55,2	41,2	19	7	6,60	1,20	2,7:1	6,27	0,27	8,06	94-98	86-90
4	61,0	35,3	21	6	4,50	1,20	3,5:1	6,30	0,27	8,06	94-98	90-95
5	66,8	29,4	23	5	4,60	1,00	4,6:1	6,47	0,28	12,15	94-98	92-97

Представленные данные показывают, что предложенный способ обеспечивает техническую возможность получения целевого NP – удобрения нейтрального свойства, с регулируемым соотношением питательных веществ, расширенного ассортимента.

Более того, использование в качестве фосфатной добавки к аммиачной селитре фосфоритной муки – достаточно дешевого минерального продукта, а также замена плава аммиачной селитры, получаемого, как правило, на известных производствах аммиачной селитры после второй или третьей ступеней выпарки, на раствор аммиачной селитры после первой ступени выпарки, т.е. исключение из традиционной технологической схемы производства аммиачной селитры высших ступеней выпарки, несомненно, обеспечивают существенное улучшение основных ТЭП действующих производств.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения на основе аммиачной селитры и фосфатной добавки NP – удобрения с регулируемым соотношением питательных веществ, включающий смешение аммиачной селитры с фосфоритной мукой, в количестве, обеспечивающем массовое соотношение питательных веществ - азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте в регулируемом пределе, отличающийся тем, что аммиачную селитру берут в виде технологического раствора действующего производства аммиачной селитры, концентрации 64-71%, прошедшего первую ступень выпарки, гранулирование полученной смеси с получением целевого продукта с рН $6.27 \div 6.47$.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в целях обеспечения полного соответствия массового соотношения питательных веществ - азота к пяти окиси фосфора в целевом продукте к ожидаемому показателю, в смесь раствора аммиачной селитры и фосмуки добавляют расчетное количество модифицирующих минеральных добавок, и в получаемом удобрении соотношение азота к пяти окиси фосфора регулируют в пределах $1 \div 4,6$.

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

202092598

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C05B 7/00 (2006.01)

C05C 1/02 (2006.01)

C05G 1/06 (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)

C05B 7/00, C05C 1/00, C05C 1/02, C05G 1/00, C05G 1/06

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)
EAPATIS, ESPACENET, PATENTSCOPE

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	RU 2253639 C2 (ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ «НАУЧНО-ИНЖЕНЕРНЫЙ ЦЕНТР» ООО «НИЦ») 2005.01.10, весь документ	1, 2
A	RU 2171795 C1 (ОАО «ЧЕРЕПОВЕЦКИЙ «АЗОТ»») 2001.08.10, весь документ	1, 2
A	RU 2407720 C1 (ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «ВОСКРЕСЕНСКИЕ МИНЕРАЛЬНЫЕ УДОБРЕНИЯ») 2010.12.27, весь документ	1, 2
A	US 4399936 (UNIE VAN KUNSTMESTFABRIEKEN, B.V.) 1983.08.16, весь документ	1, 2

☐ последующие документы указаны в продолжении

* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«Е» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«О» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

«Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

«У» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

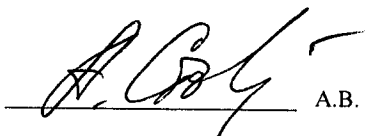
«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **12/04/2021**

Уполномоченное лицо:

Заместитель начальника Управления экспертизы

Начальник отдела химии и медицины


А.В. Чебан