

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202292572 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2022.11.17(51) Int. Cl. C05C 3/00 (2006.01)
C05F 11/02 (2006.01)(22) Дата подачи заявки
2021.03.09

(54) ОРГАНИЧЕСКОЕ ВОДОРАСТВОРИМОЕ УДОБРЕНИЕ С ГУМУСОВЫМИ СВОЙСТВАМИ

(31) 20162500.1

(32) 2020.03.11

(33) EP

(86) PCT/EP2021/055866

(87) WO 2021/180688 2021.09.16

(71) Заявитель:
НОВИХУМ ТЕКНОЛОДЖИЗ ГМБХ
(DE)(72) Изобретатель:
Ниннеманн Хорст (DE)(74) Представитель:
Веселицкий М.Б., Кузенкова Н.В.,
Каксис Р.А., Белоусов Ю.В., Куликов
А.В., Кузнецова Е.В., Соколов Р.А.,
Кузнецова Т.В. (RU)

(57) Изобретение относится к представленному в виде твердого вещества органическому водорастворимому удобрению с гумусовыми свойствами, содержащему углерод и азот с отношением углерода к азоту от 4 до 14, при этом от более 0 до 30% общего азота химически связано в виде аммонийного азота, от более 0 до 20% общего азота химически связано в виде легкогидролизуемого амидного азота и/или легкогидролизуемого амидоподобно связанного азота и по меньшей мере 50% общего азота химически связано в виде трудногидролизуемого амидного азота и/или трудногидролизуемого амидоподобно связанного азота. Изобретение относится далее к способу приготовления представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения и к применению подобного водорастворимого удобрения.

A1

202292572

202292572

A1

ОРГАНИЧЕСКОЕ ВОДОРАСТВОРИМОЕ УДОБРЕНИЕ С ГУМУСОВЫМИ СВОЙСТВАМИ

Настоящее изобретение относится к представленному в виде твердого
5 вещества органическому водорастворимому удобрению с гумусовыми
свойствами. Изобретение относится далее к способу приготовления
представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого
удобрения с гумусовыми свойствами. Кроме того, изобретение относится к
10 применению представленного в виде твердого вещества органического
водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами для последующего
улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью и/или в качестве
биостимулятора для уменьшения стресса у растений.

В качестве исходного материала для получения веществ, соответственно
смесей веществ с удобряющим действием уже сравнительно давно стал
15 представлять интерес бурый уголь благодаря своим химическим свойствам и
своей доступности.

Водорастворимые щелочные вытяжки из богатых гуминовыми веществами
источников, таких, например, как бурый уголь (экстрагированные гуминовые
вещества, гуминовая кислота, фульвокислоты), имеются в продаже в виде
20 биостимуляторов, например для применения в растениеводстве. Подобные
продукты представляют собой гуминовокислотные препараты с присущим им
низким содержанием азота и со свойствами окаменелостей. Доля азота, который
химически интегрирован в молекулярную структуру подобных удобрительных
продуктов, прежде всего доля трудногидролизуемого амидного азота, низка.
25 Предпочтителен был бы продукт с высокой долей трудногидролизуемого
амидного азота, прежде всего ввиду долгосрочного удобряющего действия и
улучшения почвы. Кроме того, амидоподобные структурные особенности
являются отличительным признаком высокоценных гумусовых веществ, как они
встречаются прежде всего в плодородных почвах, тогда как гуминовые вещества
30 с лишь низкой долей азотсодержащих структурных звеньев характерны для
менее плодородных почв. В результате отсюда для положительного влияния на
плодородие почвы вытекает целесообразность иметь в распоряжении гумусовые
вещества, которые по своей структуре соответствуют высокоценным гумусовым

веществам, встречающимся в природе (Scheffer F., "Lehrbuch der Bodenkunde", 14-е изд., сс. 53 и далее и сс. 383 и далее).

Пример применения гуминовых веществ из богатых ими источников, таких как бурый уголь, описывается в RO 129938. В данной публикации описывается жидкое удобрение, под которым подразумевается многокомпонентное удобрение (азотно-фосфорно-калийное удобрение), в котором, например, этилендиаминтетрауксусная кислота, питательные вещества, мезо- и микроэлементы содержатся в растворе и которое должно облегчать всасывание этих соединений растениями в их листовой аппарат. Компонентом такого жидкого удобрения является полученный из бурого угля раствор гуминовых веществ, содержащих гуматы и фульват калия. Поскольку при приготовлении такого раствора гуминовых веществ не вводится никакой азот (не проводится окислительный аммонолиз (аммоксидирование)), продукты представляют собой вышеописанные гуминовокислотные препараты с присущим им низким содержанием азота и со свойствами окаменелостей. Химическая связь азота в гуминах согласно RO 129938 не изменяется, и поэтому прежде всего содержание трудногидролизуемого амидного азота в продукте крайне мало, если подобный азот вообще присутствует.

В WO 2017/186852 A1 описан способ получения органического удобрения с гумусовыми свойствами путем окислительной и аммонизационной обработки бурого угля (окислительный аммонолиз). Описанным в этой публикации способом, который можно также назвать искусственной или стандартной гумификацией, получают органическое удобрение с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества. Однако такое органическое удобрение труднорастворимо в воде и поэтому должно перед соответствующими мероприятиями по посадке растений вноситься в почву. Ввиду труднорастворимости полученного таким способом удобрения в воде его последующее применение для удобрения существующей растительности сопряжено со значительными трудностями.

Одна из положенных в основу настоящего изобретения задач состояла в том, чтобы предложить представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, которое благодаря его водорастворимости можно было бы вносить в целях последующего применения

на уже существующей растительности и которое не имело бы недостатков известных, полученных из бурого угля водорастворимых удобрений. Еще одна задача изобретения состояла в том, чтобы предложить представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, пригодное для применения в качестве биостимулятора. Кроме того, задача изобретения состояла в том, чтобы предложить способ приготовления представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами. Помимо этого задача изобретения состояла в том, чтобы предложить представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, приготавливаемое описанным в настоящих материалах способом.

Указанные задачи решаются с помощью объектов, заявленных в независимых пунктах формулы изобретения.

В соответствии с этим в изобретении предлагается представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, содержащее углерод и азот с отношением углерода к азоту от 4 до 14, при этом

– от более 0 до 30% общего азота химически связано в виде аммонийного азота,

– от более 0 до 20% общего азота химически связано в виде легкогидролизуемого амидного азота и/или легкогидролизуемого амидоподобно связанного азота, предпочтительно в виде легкогидролизуемого амидного азота, и

– по меньшей мере 50% общего азота химически связано в виде трудногидролизуемого амидного азота и/или трудногидролизуемого амидоподобно связанного азота, предпочтительно в виде трудногидролизуемого амидного азота.

Долю аммонийного азота и амидного азота и/или амидоподобно связанного азота, предпочтительно амидного азота, в предлагаемом в изобретении удобрении можно определять методом Кьельдаля, как это описано ниже в примере или у Pansu и Gautheyrou в "Handbook of Soil Analysis", 2003, сс. 497 и далее.

Согласно изобретению под термином "удобрение" подразумевается чистое вещество или смесь веществ, которое/которая пополняет запас питательных веществ для возделываемых культурных растений и улучшает качество почвы для уже существующей на ней растительности и/или может использоваться в качестве биостимулятора, например для уменьшения стресса у растений.

В последующем описании настоящего изобретения представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами кратко обозначается как водорастворимое удобрение.

У предлагаемого в изобретении водорастворимого удобрения общий азот присутствует в высоком количестве, а сам азот с высокой долей химически встроен прежде всего в виде амидного азота и/или амидоподобно связанного азота, предпочтительно в виде амидного азота, в молекулярную структуру компонентов водорастворимого удобрения и поэтому представляет собой составную часть структуры предлагаемого в изобретении водорастворимого удобрения. Тем самым водорастворимое удобрение соответствует химическому характеру относящихся к современной геологической эпохе гуминовых кислот плодородных почв. Относящиеся к современной геологической эпохе гуминовые кислоты сформировались из образовавшегося в послеледниковый период углерода и совершенно несходны с гуминовыми кислотами из ископаемых источников, таких, например, как торф или уголь. Описанное в настоящих материалах водорастворимое удобрение отличается от известных водорастворимых гуматов, т.е. от известных удобрений, получаемых из бурого угля, прежде всего высокой долей химически связанного азота. Вследствие этого описанное в настоящих материалах водорастворимое удобрение проявляет особенно хорошую эффективность прежде всего при долгосрочном удабривании.

Ниже изобретение описано для варианта "амидный азот" (который предпочтителен). Признак "амидный азот" по смыслу используется в последующем как краткая форма признака "амидный азот и/или амидоподобно связанный азот, предпочтительно амидный азот".

Под термином "водорастворимое удобрение" подразумевается растворимость одной части удобрения в максимум 5000 частях воды, предпочтительно в максимум 1000 частях воды, прежде всего в менее чем 500 частях воды (в каждом случае при 20°C).

Согласно описанию настоящего изобретения удобрение рассматривается как водорастворимое в том случае, если оно образует либо истинный раствор, либо коллоидный раствор. Коллоидный раствор называют также коллоидной дисперсией или коллоидной суспензией.

5 Под водорастворимым удобрением прежде всего подразумевается коллоидная дисперсия. Водорастворимые удобрения с гумусовыми свойствами, как они описаны в настоящих материалах, называют также гидрофильными коллоидами.

10 Под коллоидными дисперсиями подразумеваются согласно настоящему описанию системы, в которых микроскопически малые частицы тонко диспергированы в некоторой среде, называемой дисперсионной средой. Частицы нерастворимы в дисперсионной среде. Размер отдельных частиц обычно находится в интервале от 1 нм до 1 мкм. При этом следует учитывать, что
15 частицами подразумеваются, например, пластинчатые частицы. Однако частицы могут быть также палочкообразными (двумерными) или сферическими (трехмерными). Размер частиц можно определять различными известными способами, например путем электронной микроскопии, по рассеянию света, путем рентгеновской дифрактометрии, по рассеянию нейтронов и т.д.

20 Коллоидные дисперсии отличаются прежде всего своими особыми коллоидными свойствами, как например, равномерное распределение частиц в дисперсионной среде, которое не изменяется в течение определенного периода наблюдения. Кроме того, у коллоидных дисперсий, соответственно суспензий возникает явление Тиндаля.

25 Дисперсные системы с приблизительно одинаковыми по размеру частицами называют моодисперсными или изодисперсными, а системы с неодинаковыми по размеру частицами – полидисперсными. В предпочтительном варианте водорастворимое удобрение, как оно описано в настоящих материалах, представляет собой полидисперсную систему.

30 Выражение "гумусовые свойства" является специальным термином, который известен специалисту в той области техники, к которой относится настоящее изобретение. Согласно данной формулировке под этим понятием подразумевается наличие у водорастворимого удобрения свойств, характерных

для гумуса, соответственно для составляющих его гуминовых веществ. К гуминовым веществам относятся фульвокислоты, гиматомелановые кислоты, гуминовые кислоты и гумины (H.J. Fiedler и H. Reissig, "Lehrbuch der Bodenkunde", изд-во Gustav Fischer Verlag Jena, 1964, с. 174, п. 4.423).

- 5 Гуминовые вещества, содержащиеся в предлагаемом в изобретении водорастворимом удобрении и придающие ему гумусовые свойства, отличаются от встречающихся в природе гуминовых веществ тем, что они водорастворимы и имеют обусловленное способом их приготовления крайне высокое содержание химически связанного азота. Поэтому выражение "гумусовые свойства"
- 10 означает, как это понимается в данной области техники, что удобрение содержит водорастворимые гуминовые вещества.

Сокращение "масс.%", используемое в настоящем описании и в формуле изобретения, обозначает "массовый процент" или "процент по массе" и характеризует массовую долю того или иного компонента в пересчете на общую

15 массу. О какой именно доле какого именно компонента идет речь и на общую массу чего именно она пересчитана, в каждом случае конкретно указано в соответствующем месте настоящего описания изобретения или сразу очевидно специалисту на основании общего контекста.

Если не указано иное или очевидно из контекста, все указанные в % данные

20 относятся к содержанию по массе, а соотношения – к соотношениям по массе.

Под "легкогидролизуемым амидным азотом" согласно описанию настоящего изобретения подразумевается та доля общего азота водорастворимого удобрения, которую можно за вычетом аммонийного азота высвободить раствором едкого натра из образца путем перегонки с водяным

25 паром (определение азота по Кьельдалю).

Под "трудногидролизуемым амидным азотом" согласно описанию настоящего изобретения подразумевается та доля общего азота образца, которая рассчитывается следующим образом:

$$\begin{aligned} & \text{доля трудногидролизуемого амидного азота} = \\ 30 \quad & = \text{доля общего азота} - \text{доля легкогидролизуемого амидного азота} - \text{доля} \\ & \quad \text{аммонийного азота.} \end{aligned}$$

Под "общим азотом" здесь и далее подразумевается общее содержание азота в водорастворимом удобрении. Общий азот можно определять

распространенными методами элементного анализа (например, с помощью прибора фирмы Elementar (vario EL cube, <https://www.elementar.com/de/produkte/organische-elementaranalyse/vario-el-cube.html>, см. также Pansu и Gautheyrou, "Handbook of Soil Analysis", 2003, сс. 327 и далее)).

Общий азот представляет собой сумму аммонийного азота, легкогидролизуемого и трудногидролизуемого амидного азота.

Представленное в настоящем описании органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами представляет собой водорастворимый богатый азотом гуминовокислотный препарат, который содержит интегрированный азот в своей химической структуре и находит применение, например, в ландшафтном строительстве, в промышленном/декоративном садоводстве, в плодо- и овощеводстве, в сельском хозяйстве и иных аналогичных областях. Такое удобрение содержит высокоценные гуминовые кислоты, как они могут также обнаруживаться в плодородных почвах. Известные до настоящего времени экстракты из бурого угля для применения в качестве удобрений дают бедные азотом гуминовокислотные препараты со свойствами окаменелостей и, следовательно, не содержат высокоценные гуминовые кислоты.

Согласно по меньшей мере одному варианту на долю общего азота в водорастворимом удобрении приходится от 3 до 11 масс.% в пересчете на сухую массу удобрения. В предпочтительном варианте на долю общего азота приходится от 4 до 9 масс.%, более предпочтительно от 4 до 8 масс.%, особенно предпочтительно от 4 до 6 масс.%, в пересчете на сухую массу удобрения.

Водорастворимое удобрение представлено в виде твердого вещества. Сказанное означает, в частности, что водорастворимое удобрение по меньшей мере при комнатной температуре (20-30°C, преимущественно 25°C) представлено в твердом агрегатном состоянии. Твердое вещество в свою очередь может быть представлено, например, в порошкообразном виде, в виде гранулята или в виде пеллет.

В водорастворимом удобрении отношение углерода к азоту составляет от 4 до 14, преимущественно от 6 до 13, более предпочтительно от 8 до 12, особенно предпочтительно от 9 до 11, например 10.

В водорастворимом удобрении от более 0 вплоть до 30% общего азота химически связано в виде аммонийного азота. Химически связанным в виде аммонийного азота называют присутствующий в форме аммония (NH_4^+) азотный компонент. В предпочтительном варианте в водорастворимом удобрении от 20 до 30%, более предпочтительно от 23 до 28%, например 25%, общего азота химически связано в виде аммонийного азота.

В водорастворимом удобрении от более 0 вплоть до 20% общего азота химически связано в виде легкогидролизуемого амидного азота. Химически связанным в виде амидного азота называют присутствующий в форме амидов азотный компонент в по меньшей мере одном соединении. В предпочтительном варианте в водорастворимом удобрении от 5 до 18%, более предпочтительно от 10 до 15%, например 12%, общего азота химически связано в виде легкогидролизуемого азота.

В водорастворимом удобрении по меньшей мере 50% или более, преимущественно 60% или более, предпочтительнее 65% или более, прежде всего 70% или более, например 72,5%, содержащегося азота химически связано в виде трудногидролизуемого амидного азота.

В предпочтительном варианте общий азот складывается из долей аммонийного азота, легкогидролизуемого амидного азота и трудногидролизуемого амидного азота, в соответствии с чем сумма этих долей, равная 100%, составляет общую долю или общее содержание азота.

Водорастворимое удобрение может содержать дальнейшие элементы, такие как калий, кальций, кремний и/или фосфор.

Водорастворимое удобрение наряду с азотом обычно содержит углерод, водород, кислород и серу.

В предпочтительном варианте водорастворимое удобрение можно приготавливать путем окислительной и аммонизационной обработки бурого угля. Выражение "окислительная и аммонизационная обработка" известно специалисту. Такая обработка предпочтительно выполняется представленным в настоящем описании способом. Часто "окислительную и аммонизационную обработку" называют также "окислительным аммонолизом" ("аммоксидированием"). Окислительный аммонолиз был уже описан у Flaig и др. в статье "Umwandlung von Lignin in Huminsäuren bei der Verrottung von

Weizenstroh", Chem. Ber. 92(8), 1959, сс. 1973-1982. Кроме того, окислительная и аммонизационная обработка бурого угля описана, например, в WO 00/37394, WO 2017/186852 A1 и WO 2018/215508 A1.

5 Объектом изобретения является далее применение водорастворимого удобрения.

Водорастворимое удобрение может согласно одному из вариантов применяться для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью. Альтернативно этому или дополнительно к этому водорастворимое удобрение может применяться в качестве биостимулятора для
10 уменьшения стресса у растений, соответственно для укрепления здоровья растений.

Водорастворимое удобрение способствует улучшению почвы благодаря содержащимся в нем гуминовым веществам. Благодаря химически связанному азоту в форме аммонийного азота и/или амидного азота удается достичь крайне
15 эффективного удабривания растений путем внесения водорастворимого удобрения. Высокая доля амидного азота прежде всего приводит к замедленному, соответственно особенно длительно сохраняющемуся удобряющему действию.

Азот присутствует в водорастворимом удобрении в разнообразных
20 химически связанных формах (в виде его разнообразных химических соединений). Во-первых, азот присутствует в аммонийной форме и тем самым в такой форме краткосрочно доступен растениям. Во-вторых, азот присутствует в амидных формах, различающихся между собой своей гидролизуемостью. Такой азот в амидной форме среднесрочно или долгосрочно доступен растениям.

25 Для применения водорастворимое удобрение обычно растворяют в воде. Концентрация водорастворимого удобрения в предусмотренном для его применения водном растворе зависит от цели применения, удобряемых почв, вида растений, стадии роста и других факторов.

В общем случае концентрация водорастворимого удобрения в
30 предусмотренном для его применения растворе составляет от 0,005 до 5%, предпочтительно от 0,01 до 2%, более предпочтительно от 0,1 до 1,5%, особенно предпочтительно от 0,5 до 1,0%, например 0,7%.

Если предусмотрено применение водорастворимого удобрения в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений, то концентрация водорастворимого удобрения обычно составляет от 0,01 до 0,8%, предпочтительно от 0,1 до 0,6%, например 0,2%.

5 Если предусмотрено применение водорастворимого удобрения для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью, то концентрация водорастворимого удобрения обычно составляет от 1 до 5%, предпочтительно от 2 до 4%.

10 Предусмотренный для применения водный раствор может наряду с предлагаемым в изобретении водорастворимым удобрением содержать еще и другие вещества для улучшения почвы, борьбы с вредителями, уничтожения сорняков и т.д. Подобные вещества известны специалисту.

Предлагаемое в изобретении водорастворимое удобрение содержит прежде всего химические соединения общей структуры $\text{NH}_4\text{-R}$, где R обозначает $\text{C}_x\text{H}_y\text{O}_z\text{N}_v$. Значения x, y, z и/или v вытекают из значений для C, H, O и N, определенных путем элементного анализа и соответствующего расчета.

15 Аммонийный азот (NH_4^+) можно определять отдельно. В отличие от известных, имеющих в продаже гуматов аммония у предлагаемых в изобретении продуктов очень высокая доля действующего вещества представлена не в виде (краткосрочно действующего) аммонийного азота, а вследствие искусственной гумификации бурого угля путем его окислительной и аммонизационной

20 обработки в очень значительной части присутствует в остатке R химически связанной в виде амидного азота.

Объектом изобретения является далее способ приготовления предлагаемого в изобретении водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами. При этом все дефиниции и пояснения, относящиеся к водорастворимому удобрению, справедливы также в отношении способа его приготовления и наоборот.

25

Под таким способом подразумевается окислительная и аммонизационная обработка бурого угля, которая основана на способе, описанном в

30 WO 2017/186852 A1. При создании изобретения неожиданно было установлено, что на одной промежуточной стадии способа, описанного в WO 2017/186852 A1, образуется продукт, из которого простым путем возможно приготовление предлагаемого в изобретении удобрения, представленного в виде твердого

вещества. Благодаря этому повышается рентабельность известного способа. В отношении подробностей такого способа окислительной и аммонизационной обработки бурого угля можно поэтому сослаться на способ, описанный в WO 2017/186852, если только из последующего описания не вытекает отличие от этого способа.

Предлагаемый в изобретении способ осуществляют в непрерывном режиме, выполняя следующие стадии:

а) частицы бурого угля и/или частицы лигнина, предпочтительно частицы бурого угля, и водный раствор аммиака, а также при определенных условиях рецикловый продукт со стадии б) подают в качестве исходных материалов в контур диспергирования с диспергирующим устройством, рециркуляционной емкостью и циркуляционным насосом и эти исходные материалы диспергируют при одновременном измельчении частиц бурого угля и/или частиц лигнина, предпочтительно частиц бурого угля, до образования суспензии из частиц бурого угля и/или частиц лигнина, предпочтительно частиц бурого угля, и водного раствора аммиака, которую отбирают из контура диспергирования и подают на стадию б),

б) полученную на стадии а) суспензию подвергают в окислительном реакторе окислению кислородсодержащим окислителем при температуре ниже 100°C с образованием при этом продуктосодержащей суспензии,

в) от продуктосодержащей суспензии отделяют жидкую фазу,

г) полученную на стадии в) жидкую фазу подвергают сушке предпочтительно при температуре выше 50°C с образованием при этом органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества и при необходимости

д) охлаждают полученное на стадии г) твердое органическое водорастворимое удобрение.

В последующем изобретение более подробно описано на примере предпочтительного варианта с частицами бурого угля, однако все пояснения в равной степени относятся к лигнинам. Под лигнинами подразумеваются прежде всего технические лигнины, которые, например, образуются при производстве целлюлозы в качестве побочного продукта или в процессах получения топлива, электрической, тепловой энергии и химикатов из биомассы.

Тем самым представленный в настоящем описании способ соответствует описанному в WO 2017/186852 A1 способу, при этом жидкую фазу продуктосодержащей суспензии перерабатывают в дальнейшем в твердое органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами.

5 Вместо стадии г) может также осуществляться придание полученной на стадии в) жидкой фазе, ниже называемой жидким продуктом, товарного вида для окончательного применения, т.е. полученный на стадии в) жидкий продукт можно непосредственно использовать как удобрение. Для этого можно термическим или химическим путем частично или полностью удалять
10 избыточный NH_3 . Полученный таким путем избыточный аммоний (свободный аммиак) можно использовать по другому назначению или возвращать в процесс, осуществляемый по предлагаемому в изобретении способу.

Полученный на стадии в) жидкий продукт представляет собой коллоидную суспензию с гумусовыми свойствами, которая обладает свойствами, описанными
15 в отношении представленного в виде твердого вещества водорастворимого удобрения.

На стадии г) образуется органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества. Такое твердое водорастворимое удобрение сначала образуется в порошкообразном виде,
20 однако его можно обычным путем перерабатывать в дальнейшем, например, в гранулят и/или пеллеты. Водорастворимое удобрение прежде всего имеет остаточное влагосодержание максимум 30 масс.% в пересчете на общую массу высушенного продукта. В предпочтительном варианте высушенный продукт имеет остаточное влагосодержание 25 масс.% в пересчете на его общую массу. В
25 особенно предпочтительном варианте высушенный продукт имеет остаточное влагосодержание максимум 20 масс.% в пересчете на его общую массу.

Выражение "осуществление способа в непрерывном режиме" в контексте описания настоящего изобретения означает, что в ходе осуществления предлагаемого в изобретении способа непрерывно подают исходные материалы,
30 под которыми в данном случае подразумеваются прежде всего бурый уголь и водный раствор аммиака, а также при определенных условиях рецикловый продукт со стадии б) и которые переводят или превращают, выполняя стадии а)-в) и при необходимости г), в жидкий и/или высушенный продукт без

возникновения необходимости в прерывании такого способа или его стадий для образования продукта и его отбора из процесса.

5 Термин "контур диспергирования" обозначает систему, содержащую диспергирующее устройство, рециркуляционную емкость и циркуляционный насос. При этом данный термин охватывает также вариант, в котором диспергирующее устройство и циркуляционный насос расположены в одном агрегате.

10 В контур диспергирования на стадии а) исходные материалы при этом прежде всего непрерывно подают в таком же количестве, в котором из контура диспергирования отбирают и подают на стадию б) суспензию, и поэтому объем материала в контуре диспергирования остается в основном постоянным. Равным образом в окислительный реактор на стадии б) полученную на стадии а) суспензию непрерывно подают в таком же количестве, в котором из этого реактора отбирают окисленную продуктосодержащую суспензию и подают ее
15 полностью на стадию в) или частично на стадию в) и/или частично на стадию а) в качестве исходного материала.

Термин "суспензия", используемый в настоящих материалах, обозначает суспензию из частиц бурого угля и водного раствора аммиака, которую согласно настоящему описанию получают путем диспергирования или смешения частиц
20 бурого угля и водного раствора аммиака, а также при определенных условиях рециклового продукта со стадии б) в диспергирующем устройстве. Термин "суспензия" охватывает также то обстоятельство, что часть бурого угля переходит в раствор, т.е. под "суспензией" подразумевается смесь из собственно суспензии бурого угля и его раствора в водном аммиаке.

25 Согласно по меньшей мере одному варианту водный раствор аммиака, который используют на стадии а), получают путем растворения аммиака в воде. Водный раствор аммиака или исходные вещества для его приготовления, т.е. воду и аммиак, альтернативно или дополнительно можно также рекуперировать из процесса реакции, прежде всего со стадий в) и г), и вновь использовать при
30 осуществлении предлагаемого в изобретении способа. Подобная мера повышает его экономическую эффективность.

Водный раствор аммиака преимущественно имеет концентрацию вплоть до 10 масс.%. Концентрация водного раствора аммиака прежде всего составляет по

меньшей мере 2 масс.% в пересчете на общую массу этого водного раствора аммиака. Предпочтительнее концентрация от 3 до 8 масс.%, а еще более предпочтительна концентрация от 4 до 6 масс.%, в каждом случае в пересчете на общую массу водного раствора аммиака.

5 Значение pH водного раствора аммиака составляет преимущественно от 9 до 12.

Предлагаемый в изобретении способ позволяет использовать частицы бурого угля в качестве исходного материала, размер которых не играет решающей роли, поскольку при осуществлении предлагаемого в изобретении способа по меньшей мере на стадии а) происходит измельчение частиц бурого угля. Из практических соображений можно преимущественно использовать бурый уголь со средним размером его частиц более 10 мкм, при этом возможно также использование частиц бурого угля размером, например, до 10 мм. Более предпочтительны частицы бурого угля размером до 5 мм, еще более предпочтительно до 2 мм, еще более предпочтительно до 1 мм. Под частицами бурого угля подразумевается преимущественно буроугольная пыль с типичными средними размерами частиц от более 10 до 600 мкм, прежде всего от 200 до 300 мкм. Однако в альтернативном варианте возможно также применение рядового бурого угля с размером частиц до 10 мм, при этом такой рядовой бурый уголь
10
15
20
измельчается. Благодаря этому дополнительно расширяется спектр применения предлагаемого в изобретении способа. Перед началом собственно представленного в настоящем описании способа можно предусмотреть еще одну стадию, например измельчение бурого угля, например путем размола.

Бурый уголь можно использовать из различных месторождений (различного происхождения) в качестве исходного материала. Возможно использование бурого угля в смеси с техническими лигнинами из процессов целлюлозной промышленности, а также процессов гидролиза древесины, бурого угля в смеси с лигнином, а также лигноцеллюлозным материалом из процессов паровзрывной обработки для получения волокон и бурого угля в смеси с микроцеллюлозным
25
30
материалом, таким как древесина и кора в виде частиц. Указанные смеси можно при осуществлении предлагаемого в изобретении способа использовать в предварительно приготовленном виде либо получать путем смешения отдельных компонентов и водного раствора аммиака в диспергирующем устройстве.

Согласно по меньшей мере одному варианту под применяемым на стадии а) диспергирующим устройством одновременно подразумеваются смесительное устройство и измельчительное устройство. При этом частицы бурого угля и водный раствор аммиака, а также при определенных условиях рецикловый продукт со стадии б) можно перемешивать в диспергирующем устройстве при одновременном измельчении частиц бурого угля до тех пор, пока не образуется суспензия из измельченных частиц бурого угля и водного раствора аммиака. Измельчение частиц бурого угля в диспергирующем устройстве позволяет получать частицы бурого угля со сравнительно однородным их распределением по размерам, благодаря чему возможно образование особо гомогенной дисперсии, которая подается на окисление на стадии б).

В предпочтительном варианте частицы бурого угля измельчаются в диспергирующем устройстве до среднего размера не более 10 мкм, преимущественно менее 8 мкм, особенно предпочтительно менее 6 мкм, прежде всего менее 4 мкм. Преимущество измельчения частиц бурого угля состоит в увеличении реакционной поверхности и получении тем самым частиц со сравнительно однородным их распределением по средней крупности, что способствует проведению стадии б). Под средним размером частиц подразумевается среднеобъемный, т.е. усредненный по объему, размер частиц. Его можно определять по методу дифракции лазерного излучения

Методика измерения среднеобъемного размера частиц известна специалисту и описана, например, в WO 2017/186852 A1. В соответствии с этим содержание публикации WO 2017/186852 A1 в части, касающейся измерения среднеобъемного размера частиц, включено в настоящее описание в качестве ссылки.

Измельчение частиц бурого угля может осуществляться в диспергирующем устройстве с системой из ротора, статора и зубчатого венца на том и другом. Такая система может иметь различную ширину зазора между ротором и статором, что позволяет путем выбора соответствующей системы подобного типа задавать степень измельчения. Подобные системы достаточно широко известны из уровня техники и поэтому более подробно не поясняются в данном месте описания.

В предпочтительном варианте диспергирующее устройство представляет собой замкнутую систему, благодаря чему предотвращается газообмен с внешней средой. Диспергирующее устройство может, например, представлять собой одну из моделей серии МТ-VP. Такие устройства известны специалисту, например, из публикации ЕР 1674151, содержание которой включено в настоящее описание в качестве ссылки, и поэтому более подробно не поясняются в данном месте описания.

Согласно по меньшей мере одному варианту камера диспергирования выполнена таким образом, что режим движения потока в ней обычно носит турбулентный характер, который способствует тонкому диспергированию твердого материала в жидкости.

В предпочтительном варианте непосредственно в диспергирующее устройство, прежде всего в его камеру диспергирования, добавляют окислитель. В качестве такого окислителя можно использовать, например, кислородсодержащий газ, выбранный из кислорода, обогащенного кислородом воздуха и воздуха. Помимо этого в качестве такого окислителя можно использовать, например, озон или пероксид водорода, в частности водный раствор пероксида водорода. Предпочтительно же добавление кислородсодержащего газа, прежде всего воздуха.

Циркуляционный насос может перекачивать через контур диспергирования смесь из частиц бурого угля и водного раствора аммиака. Циркуляционный насос может быть частью диспергирующего устройства. Циркуляционный насос всасывает суспензию из рециркуляционной емкости и нагнетает ее в диспергирующее устройство.

После прохождения диспергирующего устройства суспензия бурого угля может вновь попадать в рециркуляционную емкость. Из нее и тем самым из контура диспергирования непрерывно отбирается полученная в диспергирующем устройстве суспензия бурого угля и подается на стадию б). Во избежание седиментации рециркуляционная емкость может быть оснащена мешалками.

Частицы бурого угля и водный раствор аммиака можно использовать в отношении, например, 30 масс.% частиц бурого угля на 70 масс.% водного

раствора аммиака. Эти значения указаны в пересчете на общую массу смеси из частиц бурого угля и водного раствора аммиака.

Альтернативно этому можно использовать по меньшей мере 10 масс.% частиц бурого угля и 90% масс.% водного раствора аммиака. В

5 предпочтительном варианте можно использовать по меньшей мере 12 масс.% частиц бурого угля на 88 масс.% водного раствора аммиака.

Средняя продолжительность пребывания смеси из частиц бурого угля, водного раствора аммиака, а также при определенных условиях рециклового

10 продукта со стадии б) в диспергирующем устройстве может составлять, например, 6 ч.

Под средней продолжительностью пребывания согласно настоящему изобретению может подразумеваться период времени, в течение которого достигается определенный результат, например образование суспензии на

15 стадии а) или окисление суспензии на стадии б), отделение на стадии в), проводимая при необходимости сушка продукта окисления на стадии г) или охлаждение на стадии д).

В предпочтительном варианте средняя продолжительность пребывания добавляемых на стадии а) исходных материалов составляет от 30 до 300 мин, более предпочтительно от 45 до 240 мин, особенно предпочтительно от 60 до

20 180 мин. Средняя продолжительность пребывания рассчитывается, как это принято при проведении процесса в непрерывном режиме, на основании общего объема диспергирующего устройства и на основании объема подаваемого в него и/или отбираемого из него материала.

Полученную на стадии а) суспензию можно из рециркуляционной емкости контура диспергирования подавать на стадию б). На стадии б) суспензия, полученная на стадии а), смешивается в окислительном реакторе с

25 кислородсодержащим окислителем при температуре ниже 100°C.

В предпочтительном варианте температура в окислительном реакторе составляет по меньшей мере 50°C, более предпочтительно от 60 до 90°C, особенно предпочтительно от 70 до 80°C.

30

Под окислителем может подразумеваться кислородсодержащий газ. Альтернативно этому в качестве такого окислителя можно использовать озон или пероксид водорода.

В предпочтительном варианте кислородсодержащий газ подают под избыточным давлением по меньшей мере 0,15 МПа (1,5 бара), более предпочтительно избыточное давление от 0,2 до 0,8 МПа (от 2 до 8 бар), еще более предпочтительно избыточное давление от 0,3 до 0,7 МПа (от 3 до 7 бар), а особенно предпочтительно избыточное давление от 0,4 до 0,6 МПа (от 4 до 6 бар).

Средняя продолжительность пребывания суспензии в окислительном реакторе составляет преимущественно от 15 до 300 мин, более предпочтительно от 30 до 240 мин, особенно предпочтительно от 45 до 120 мин. Полученную на стадии б) суспензию называют при осуществлении представленного в настоящем описании способа продуктосодержащей суспензией. Такая продуктосодержащая суспензия содержит продукт окисления.

Используемый на стадии б) окислительный реактор дополнительно может быть также соединен с еще одним контуром диспергирования, в который может подаваться суспензия бурого угля и из которого она может вновь возвращаться в окислительный реактор. Дополнительные перемешивание и измельчение частиц бурого угля в еще одном контуре диспергирования способствует дальнейшей гомогенизации суспензии. Это в свою очередь может положительно влиять на реакцию окисления и способствовать ее протеканию, благодаря чему возможно дальнейшее влияние на соотношение между формами, в которых азот химически связан в продукте. Такой еще один контур диспергирования может при осуществлении представленного в настоящем описании способа представлять собой контур диспергирования, аналогичный описанному выше в отношении стадии а).

Избыточный газ, например кислородсодержащий газообразный окислитель и/или аммиак, можно вновь подавать в суспензию. Рекуперированный аммиак можно использовать, например, для приготовления его водного раствора, применяемого на стадии а). Такие меры позволяют повысить экономическую эффективность предлагаемого в изобретении способа.

Согласно по меньшей мере одному варианту можно непрерывно подавать в реактор определенный объем суспензии со стадии а) и непрерывно отбирать из реактора определенный объем продуктосодержащей суспензии.

На стадии в) от продуктосодержащей суспензии отделяют жидкую фазу. В предпочтительном варианте отделение происходит таким образом, что жидкая фаза отделяется от продуктосодержащей суспензии частично или полностью, предпочтительно частично. Жидкая фаза представляет собой прежде всего водную фазу. Жидкую фазу подают на стадию г).

Продуктосодержащая суспензия состоит из твердой фазы и жидкой фазы. При осуществлении представленного в настоящем описании способа отделяют прежде всего часть жидкой фазы. Оставшуюся продуктосодержащую суспензию, соответственно твердую фазу обычно подвергают дальнейшей переработке описанным в WO 2017/186852 путем.

Продуктосодержащую суспензию можно непрерывно отбирать из реактора в промежуточную емкость. Такая промежуточная емкость может находиться под нормальным давлением. Во избежание седиментации промежуточная емкость в предпочтительном варианте оснащена дополнительными мешалками.

Полученную на стадии б) продуктосодержащую суспензию можно согласно еще одному варианту полностью подавать на стадию в).

Согласно одному предпочтительному варианту отделение на стадии в) происходит на основе силы тяжести, например путем центрифугирования. Центрифугирование можно проводить в периодическом или непрерывном режиме.

В по меньшей мере одном предпочтительном варианте центрифугирование осуществляется в непрерывном режиме, особенно предпочтительно с использованием двухфазного декантера непрерывного действия (например, двухфазного декантера фирмы GEA Westfalia Separator Group GmbH).

Продолжительность стадии отделения жидкой фазы составляет преимущественно от 2 до 60 мин, более предпочтительно от 5 до 20 мин, особенно предпочтительно от 8 до 15 мин, например 10 мин.

Отделенную на стадии в) жидкую фазу подают на стадию г).

Стадия г) представляет собой стадию сушки. Стадию сушки можно осуществлять в любом устройстве, которое пригодно для удаления воды из водных растворов и их перевода в твердое вещество, например сушку можно проводить с использованием имеющегося в продаже (тонко-)пленочного выпарного аппарата.

Сушку в предпочтительном варианте проводят при температуре выше 50°C, преимущественно выше 60°C, особенно предпочтительно выше 70°C. В предпочтительном варианте сушку проводят при температуре не выше 120°C, более предпочтительно не выше 110°C. Сушку осуществляют до требуемой остаточной влажности.

Средняя продолжительность пребывания на стадии сушки обычно составляет менее 2 ч, предпочтительно менее 1 ч, особенно предпочтительно менее 0,5 ч.

Сушку можно проводить под нормальным или пониженным давлением, а в предпочтительном варианте ее проводят под нормальным давлением. Возможна многоступенчатая сушка при давлении разных уровней на различных ступенях. При проведении сушки под пониженным давлением ее продолжительность и/или температуру можно выбирать соответственно меньшими/меньшей.

В результате сушки образуется органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества. В предпочтительном варианте такое водорастворимое удобрение имеет остаточное влагосодержание максимум 30 масс.%, а в более предпочтительном варианте водорастворимое удобрение имеет остаточное влагосодержание максимум 25 масс.%, максимум 20 масс.% или максимум 15 масс.% в пересчете на общую массу высушенного продукта.

Образующийся при сушке выпар (вторичный пар) из аммиака и воды можно при необходимости после очистки, например путем перегонки, подавать, например, вновь на стадию а).

Охлаждение продукта на необязательной стадии д) можно проводить, например, во вращающемся барабане. Такой барабан может иметь диаметр от 0,5 до 1,5 м и длину от 2 до 5 м и вращаться со скоростью 20 об/мин.

Дополнительно на стадии сушки можно примешивать агломерирующую добавку, которая оказывает дальнейшее влияние на свойства продукта в отношении крупности его частиц (зернистости). Таким путем можно также повышать механическую стабильность продукта. Возможно получение мелкозернистого, непылящего продукта.

Согласно по меньшей мере одному варианту стадия в) и/или стадия г) предусматривают/предусматривает удаление свободного аммиака.

Таким образом, представленный в настоящем описании способ позволяет получать органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, которое способствует последующему улучшению почвы и содержит в своей химической структуре азот в виде интегрированной в нее особенности. Такой продукт можно далее использовать в качестве биостимулятора в растениеводстве.

Полученное высушенное органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами может, например, разбавляться со стороны конечного потребителя и в таком виде использоваться на уже существующей растительности для последующего улучшения почвы. При применении предлагаемого в изобретении водорастворимого удобрения оно используется в водном растворе в указанных выше концентрациях. В особенно предпочтительном варианте удобрение вносят с таким расчетом, чтобы норма внесения водорастворимого удобрения (рассчитанная в виде твердого вещества), прежде всего для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью, составляла из расчета на гектар земли от 50 до 500 кг, предпочтительно от 100 до 300 кг, более предпочтительно от 150 до 250 кг.

При использовании предлагаемого в изобретении водорастворимого удобрения в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений и для укрепления здоровья растений удобрение предпочтительно вносят с таким расчетом, чтобы норма внесения водорастворимого удобрения (рассчитанная в виде твердого вещества) составляла из расчета на гектар земли от 1 до 16 кг, предпочтительно от 4 до 14 кг, более предпочтительно от 6 до 10 кг.

Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение может прежде всего использоваться для последующего обогащения гумусом верхнего слоя почвы с существующей на ней растительностью, такой, например, как виноградники, косточковые культуры, яблони, цитрусовые культуры, миндаль. Для этого припочвенно вносят 5%-ный раствор удобрения, например, с нормой внесения 100 кг/га (в пересчете на сухое вещество). Альтернативно этому возможно длительное, но необязательно непрерывное внесение удобрения через оросительную систему в концентрации, например, 0,1%.

При поверхностном внесении на почвах с существующей на них растительностью с целью укрепления здоровья растений и уменьшения стресса у растений предлагаемое в изобретении удобрение вносят путем распыления, соответственно разбрызгивания. Для этого опрыскивателем для растений вносят

5 0,2%-ный раствор, например, с нормой внесения 8 кг/га.

Для обработки семенного материала, например семян газонных трав, используют преимущественно 0,1%-ный раствор.

Объектом изобретения является далее органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами, получаемое представленным в настоящем

10 описании способом. При этом все дефиниции и пояснения, относящиеся выше к способу и органическому водорастворимому удобрению с гумусовыми свойствами, справедливы также в отношении приготавливаемого в данном случае этим способом водорастворимого удобрения.

Ниже изобретение более подробно поясняется на примере его

15 осуществления.

Пример осуществления изобретения

Из расходной емкости непрерывно отбирается буроугольная пыль с расходом 100 кг/ч и подается в диспергирующее устройство (модель Ytron ZC).

Через рециркуляционную емкость в циркуляционную систему непрерывно

20 подается 5%-ный водный раствор аммиака с образованием в результате смеси, которая в пересчете на ее общую массу состоит на 20 масс.% из буроугольной пыли и на 80 масс.% из раствора аммиака. Эта смесь перекачивается через циркуляционную систему при средней продолжительности пребывания в ней 180 мин, при этом происходит интенсивное перемешивание и измельчение частиц

25 бурого угля.

Полученная суспензия бурого угля непрерывно отбирается из рециркуляционной емкости и подается в окислительный реактор.

Окислительный реактор представляет собой сосуд приемлемого объема. В этом реакторе суспензия бурого угля при средней продолжительности

30 пребывания 120 мин подвергается при перемешивании и при давлении 0,3 МПа (3 бара) и температуре 70°C барботированию сжатым воздухом. Окисленная продуктосодержащая суспензия непрерывно отбирается из реактора в

промежуточную емкость, которая при этом находится под нормальным давлением.

Из промежуточной емкости продуктосодержащая суспензия непрерывно переводится в центрифугу. В ней продуктосодержащая суспензия, которая
5 состоит из жидкой и твердой фаз, центрифугируется при 4000 об/мин. Таким путем жидкая фаза отделяется от продуктосодержащей суспензии.

Отделенная жидкая фаза продуктосодержащей суспензии затем непрерывно переводится с расходом, например, 300 л/ч в пленочный выпарной аппарат и подвергается в нем при средней температуре 115°C и при средней
10 продолжительности пребывания 0,5 ч сушке до остаточной влажности 25 масс.% в пересчете на общую массу высушенного продукта. При этом образуется органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества со скоростью 15 кг/ч.

После сушки удобрение охлаждается и при необходимости может при этом
15 подвергаться дополнительной агломерации путем дальнейшего примешивания агломерирующих добавок. На дальнейшей стадии твердое органическое водорастворимое удобрение можно упаковывать и подготавливать к отгрузке.

Полученное таким путем водорастворимое удобрение исследовали путем элементного анализа с получением следующих результатов:

20 С 54%
 N 8%
 H 5%
 S 0,3%

Формы, в которых химически связан азот, определяли следующим образом.

25 Аммонийный азот: Примерно 150 мг образца смешивают в соответствующей колбе с 2 г MgO и колбу присоединяют к дистилляционному аппарату Кьельдаля, например фирмы Gerhard, модель Varopdest. Аппаратура автоматически дозирует воду к смеси и автоматически отгоняет высвобождающийся NH_3 в приемник с борной кислотой. По расходу
30 борной кислоты, определяемому путем титрования раствором NaOH, рассчитывают содержание NH_4^+ в образце.

Легкогидролизуемый амидный азот: Определение аналогично аммонийному азоту, но при добавлении 8%-ного раствора NaOH вместо MgO. По расходу

борной кислоты, определяемому путем титрования раствором NaOH, и с учетом содержания аммония в образце рассчитывают содержание в нем амидного азота.

Трудногидролизуемый амидный азот: Вычисление по разности между общим содержанием азота в образце и суммарным количеством аммонийного и легкогидролизуемого амидного азота.

По результатам анализа в пересчете на весь продукт были получены следующие значения:

аммонийный азот	1,4%
амидный азот, легкогидролизуемый	0,8%
амидный азот, трудногидролизуемый	5,8%

Пример на применение

В одном опыте исследовалось, какое влияние оказывает предлагаемое в изобретении удобрение на жизнеспособность растений томатов.

В этом опыте прежде всего исследовалось, сколько ресурсов растение при стрессе при засухе должно затратить на свое управление стрессом, вследствие чего растение перестает участвовать в продуцировании биомассы (т.е. в конечном итоге в формировании урожая).

Растения томатов имеют находящиеся на мембране оксидазы (например, гомолог D оксидазы дыхательного взрыва ("respiratory burst oxidase homolog D", RbohD), которыми внеклеточно образуются активные формы кислорода (АФК). Такие оксидазы активируются сигнальными молекулами патогенов (так называемыми элиситорами) и мгновенно продуцируют в высоких концентрациях АФК (защитная реакция), которые обладают цитопатическим действием на патоген, а также на собственные клетки. По этой причине низкие концентрации АФК, которые достигают окружающую ткань (относительно места поражения) и после этого посредством RbohD распространяются по всему растению, обладают сигнальным действием и подготавливают в этой области набор защитных мер против окислительного стресса, вызываемого АФК (внутри-, как и внеклеточно). АФК-Сигналы активируются также у растений, подверженных тепловому стрессу (doi: 10.1080/14620316.2004.11511805). Однако помимо этого подготавливается также проявляющаяся в образовании АФК защитная реакция против патогенов, и поэтому при распознавании дальнейшего элиситора защитная реакция в виде образования АФК носит более интенсивный и более

быстрый характер (тем самым происходит повышенное образование АФК).
Такой подготовительный процесс называется праймингом (doi:
10.1016/j.jplph.2014.11.008).

5 При создании изобретения удалось продемонстрировать, что обработка
растения предлагаемым в изобретении удобрением уменьшает абиотический
стресс и интенсивность защитной реакции, проявляющейся в образовании АФК
и вызванной элиситором.

10 Сниженная защитная реакция на биотический элиситор в ранней фазе
вегетации является, таким образом, признаком стимулирующего рост эффекта. В
данном отношении предлагаемое в изобретении удобрение (Novihum Liquid)
испытывали совместно с традиционным продуктом (N25), а также с имеющимся
на рынке продуктом (конкурентный продукт) в сопоставлении с необработанным
контролем.

15 Используемое в опыте представленное в виде твердого вещества
предлагаемое в изобретении органическое водорастворимое удобрение (Novihum
Liquid) было приготовлено представленным в настоящем описании способом и
содержало аммонийный азот в количестве 2,0%, легкогидролизуемый амидный
азот в количестве 0,8% и трудногидролизуемый амидный азот в количестве 5,2%
в пересчете на свое общее количество. Отношение углерода к азоту составляло
20 7,6.

Для обработки растений приготавливали водный раствор удобрения
Novihum Liquid концентрацией 0,01% и выливали на субстрат в количестве 200
мл. Такую обработку проводили дважды за 4 недели.

25 Используемый в опыте традиционный продукт был приготовлен
способом согласно WO 2017/186852 и содержал аммонийный азот в количестве
1,6%, легкогидролизуемый амидный азот в количестве 0,4% и
трудногидролизуемый амидный азот в количестве 2,4% в пересчете на свое
общее количество. Отношение углерода к азоту составляло 13.

30 Этот продукт использовали следующим путем: 240 г продукта гомогенно
смешивали с 60 л субстрата для выращивания рассады (субстрат Floraton 3
фирмы Floragard).

Конкурентный продукт содержал аммонийный азот в количестве 0,2%.
Легкогидролизуемый азот не был обнаружен. Содержание

трудногидролизуемого азота составляло 0,7%. Отношение углерода к азоту составляло 43. Конкурентный продукт использовали следующим путем.

5 Конкурентный продукт был представлен в твердом виде. Из конкурентного продукта размешиванием в воде приготавливали водный раствор концентрацией 0,01%. В течение 4 недель растения дважды поливали этим водным раствором в количество по 200 мл каждый раз.

10 Используемые в опыте растения томатов были одного возраста, и их культивировали в 3-литровых горшках при в остальном одинаковых условиях, которые различались между собой лишь добавлением разных удобрений. Опыт проводили в 12 повторностях с каждым удобрением.

15 Стресс-тест проводили через 4 недели после посева. Проведение подобных стресс-тестов описано, например, в WO 2019/179656 и предлагается на коммерческой основе многими предоставляющими подобную услугу компаниями. В данном случае стресс-тест проводился компанией Vex-Biotec GmbH & Co. KG в г. Мюнстер.

20 На прилагаемом к описанию чертеже в графическом виде представлено продуцирование АФК в виде нормированной защитной реакции растений (томатов), обработанных разными удобрениями. Растения, обработанные предлагаемым в изобретении удобрением и классическим, нерастворимым в воде продуктом, затрачивают значительно меньшие ресурсы на стресс-реакцию, чем контрольные растения, соответственно растения, обработанные конкурентным продуктом.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

(первоначальная)

1. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
5 удобрение с гумусовыми свойствами, содержащее углерод и азот с отношением
углерода к азоту от 4 до 14, при этом
- от более 0 до 30% общего азота химически связано в виде аммонийного азота,
 - от более 0 до 20% общего азота химически связано в виде
10 легкогидролизуемого амидного азота и/или легкогидролизуемого амидоподобно
связанного азота, предпочтительно в виде легкогидролизуемого амидного азота,
и
 - по меньшей мере 50% общего азота химически связано в виде
трудногидролизуемого амидного азота и/или трудногидролизуемого
15 амидоподобно связанного азота, предпочтительно в виде трудногидролизуемого
амидного азота.
2. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по п. 1, в котором амидный азот и/или амидоподобно связанный азот
20 представляют/представляет собой предпочтительно амидный азот.
3. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по п. 1 или 2, в котором на долю общего азота приходится от 3 до 11
масс.% в пересчете на сухую массу удобрения.
25
4. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по одному из пп. 1-3, приготавливаемое путем окислительной и
аммонизационной обработки бурого угля.
- 30 5. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по одному из предыдущих пунктов, при этом твердое вещество
представлено в порошкообразном виде, в виде гранулята или в виде пеллет.

6. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение по одному из предыдущих пунктов, которое имеет остаточное влагосодержание максимум 30 масс.% в пересчете на его общую массу.

5 7. Способ приготовления представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6, который осуществляют в непрерывном режиме, выполняя следующие стадии:

а) частицы бурого угля и/или частицы лигнина и водный раствор аммиака, а
10 также при определенных условиях рецикловый продукт со стадии б) подают в качестве исходных материалов в контур диспергирования с диспергирующим устройством, рециркуляционной емкостью и циркуляционным насосом и эти исходные материалы диспергируют при одновременном измельчении частиц бурого угля и/или частиц лигнина до образования суспензии из частиц бурого
15 угля и водного раствора аммиака, которую отбирают из контура диспергирования и подают на стадию б),

б) полученную на стадии а) суспензию подвергают в окислительном реакторе окислению кислородсодержащим окислителем при температуре ниже 100°C с образованием при этом продуктосодержащей суспензии,

20 в) от продуктосодержащей суспензии отделяют жидкую фазу,

г) полученную на стадии в) жидкую фазу подвергают сушке с образованием при этом органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества.

25 8. Способ по п. 7, при осуществлении которого под частицами бурого угля и/или частицами лигнина подразумеваются частицы бурого угля.

9. Способ по п. 7, при осуществлении которого стадия в) и/или стадия г) предусматривают/предусматривает удаление свободного аммиака, а после
30 стадии г) выполняют стадию д), на которой охлаждают полученное на стадии г) твердое органическое водорастворимое удобрение.

10. Способ по одному из пп. 7-9, при осуществлении которого отделенная на стадии в) жидкая фаза представляет собой коллоидную суспензию.

5 11. Способ по одному из пп. 7-10, при осуществлении которого отделение на стадии в) выполняют путем центрифугирования.

12. Применение жидкой фазы, получаемой на стадии в) способа по одному из пп. 7-11, в качестве удобрения.

10 13. Применение по п. 12 для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью и/или в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений.

15 14. Применение представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6 для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью и/или в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений.

20 15. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6, приготавливаемое способом по одному из пп. 7-11.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

(измененная в соответствии со ст. 34(2)(b) Договора РСТ)

1. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение с гумусовыми свойствами, содержащее углерод и азот с отношением
углерода к азоту от 4 до 14, при этом

– от более 0 до 30% общего азота химически связано в виде аммонийного азота,

– от более 0 до 20% общего азота химически связано в виде
легкогидролизуемого амидного азота и/или легкогидролизуемого амидоподобно
связанного азота, предпочтительно в виде легкогидролизуемого амидного азота,
и

– по меньшей мере 50% общего азота химически связано в виде
трудногидролизуемого амидного азота и/или трудногидролизуемого
амидоподобно связанного азота, предпочтительно в виде трудногидролизуемого
амидного азота.

2. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по п. 1, в котором амидный азот и/или амидоподобно связанный азот
представляют/представляет собой предпочтительно амидный азот.

3. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по п. 1 или 2, в котором на долю общего азота приходится от 3 до 11
масс.% в пересчете на сухую массу удобрения.

4. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по одному из пп. 1-3, приготавливаемое путем окислительной и
аммонизационной обработки бурого угля.

5. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое
удобрение по одному из предыдущих пунктов, при этом твердое вещество
представлено в порошкообразном виде, в виде гранулята или в виде пеллет.

6. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение по одному из предыдущих пунктов, которое имеет остаточное влагосодержание максимум 30 масс.% в пересчете на его общую массу.

5 7. Способ приготовления представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6, который осуществляют в непрерывном режиме, выполняя следующие стадии:

а) частицы бурого угля и/или частицы лигнина и водный раствор аммиака, а
 10 также при определенных условиях рецикловый продукт со стадии б) подают в качестве исходных материалов в контур диспергирования с диспергирующим устройством, рециркуляционной емкостью и циркуляционным насосом и эти исходные материалы диспергируют при одновременном измельчении частиц бурого угля и/или частиц лигнина до образования суспензии из частиц бурого
 15 угля и/или частиц лигнина и водного раствора аммиака, которую отбирают из контура диспергирования и подают на стадию б),

б) полученную на стадии а) суспензию подвергают в окислительном реакторе окислению кислородсодержащим окислителем при температуре ниже 100°C с образованием при этом продуктосодержащей суспензии,

20 в) от продуктосодержащей суспензии отделяют жидкую фазу,

г) полученную на стадии в) жидкую фазу подвергают сушке с образованием при этом органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами в виде твердого вещества.

25 8. Способ по п. 7, при осуществлении которого под частицами бурого угля и/или частицами лигнина подразумеваются частицы бурого угля.

9. Способ по п. 7, при осуществлении которого стадия в) и/или стадия г) предусматривают/предусматривает удаление свободного аммиака, а после
 30 стадии г) выполняют стадию д), на которой охлаждают полученное на стадии г) твердое органическое водорастворимое удобрение.

10. Способ по одному из пп. 7-9, при осуществлении которого отделенная на стадии в) жидкая фаза представляет собой коллоидную суспензию.

5 11. Способ по одному из пп. 7-10, при осуществлении которого отделение на стадии в) выполняют путем центрифугирования.

12. Применение жидкой фазы, получаемой на стадии в) способа по одному из пп. 7-11, в качестве удобрения.

10 13. Применение по п. 12 для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью и/или в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений.

15 14. Применение представленного в виде твердого вещества органического водорастворимого удобрения с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6 для последующего улучшения почвы с уже существующей на ней растительностью и/или в качестве биостимулятора для уменьшения стресса у растений.

20 15. Представленное в виде твердого вещества органическое водорастворимое удобрение с гумусовыми свойствами по одному из пп. 1-6, приготавливаемое способом по одному из пп. 7-11.

