

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **045168**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2023.10.31

(21) Номер заявки
201891952

(22) Дата подачи заявки
2017.02.28

(51) Int. Cl. **C05G 5/00** (2006.01)
C05B 7/00 (2006.01)
C05D 11/00 (2006.01)
C05D 9/00 (2006.01)
C05G 1/00 (2006.01)
C05G 3/06 (2006.01)

(54) **КОМПОЗИЦИЯ УДОБРЕНИЙ С НАНЕСЕННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ ПОКРЫТИЕМ**

(31) **62/301,239; 62/419,283**

(32) **2016.02.29; 2016.11.08**

(33) **US**

(43) **2019.02.28**

(86) **PCT/CA2017/050260**

(87) **WO 2017/147695 2017.09.08**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
СУЛВАРИС ИНК. (СА)

(72) Изобретатель:
**Айер Сатиш, Педерсен Эрик, Кнолл
Ричард, Эджибойи Бабасола, Флегел
Митчел (СА)**

(74) Представитель:
Рыбина Н.А., Рыбин В.Н. (RU)

(56) **US-20060084573
US-20160235093**

(57) В изобретении композиция удобрений содержит затравочную частицу с покрытием, нанесенным распылением, с удобрением, содержащим растворимое удобрение и микронизированные частицы серы. Способ получения композиции удобрений включает стадии получения затравочной частицы; получения распыляемой суспензии, содержащей раствор удобрения в воде, суспендированное нерастворимое удобрение и диспергирующий агент; и применения суспензии для нанесения слоя покрытия распылением из смеси растворимого и нерастворимого удобрения на затравочную частицу.

B1

045168

**045168
B1**

Область изобретения

Представленное изобретение касается композиций удобрений и более конкретно удобрения, образованного гранулами с наносимым распылением покрытием.

Уровень техники

Растения нуждаются в первичных макроэлементах для интенсивного роста, а также во вторичных макроэлементах и микроэлементах. Первичные макроэлементы включают углерод, водород, кислород, азот, фосфор и калий. Вторичные макроэлементы включают кальций, серу и магний, и обычно требуются в меньших количествах, чем первичные макроэлементы. Микроэлементы требуются в очень малых количествах и включают цинк, кальций, магний, марганец, железо, медь, молибден, селен, бор, хлор, кобальт и натрий.

Какое-либо удобрение, которое содержит элементарную серу, является желательным, если большая часть серы окисляется до доступной для растения сульфатной формы в сезон применения. Тем не менее, сера медленно окисляется в почве, потому что это зависит от микробной колонизации и активности. Скорости окисления возрастают, если частицы серы более мелкие из-за увеличенной площади поверхности, доступной для микробной колонизации. Следовательно, желательным является использовать микронизированные частицы серы.

Макро- и микроэлементы, как правило, добавляются в почву, используя удобрение в виде твердых частиц, образованных по способам гранулирования, пеллетирования или прессования. Гранулирование, как правило, осуществляют с использованием грануляторов, хорошо известных в данной области, включая грануляторы с сушкой распылением, барабанные грануляторы, лопастные смесители (лопастные мешалки с горизонтальным барабаном), псевдоожиженные слои, брикетировочные машины или лотковые грануляторы. Например, смесь удобрений может подаваться и распределяться на прокатном слое материала в барабанном грануляторе. Вода и/или пар могут подаваться в гранулятор для контроля температуры и влажности процесса гранулирования. Гранулы затем сушат и просеивают, увеличенного размера гранулы и заниженный по размеру материал (так называемый не отвечающий техническим требованиям тонкоизмельченный материал) возвращают обратно в гранулятор. Надрешеточный материал может быть измельчен или размолот первым перед подачей обратно в гранулятор. Заниженный по размеру и измельченный надрешеточный материал обеспечивает затравочные частицы, которые способствуют образованию гранул в грануляторе и образуют рециркуляционный поток в гранулятор.

В данной области существует потребность в альтернативных способах получения композиции удобрений, содержащих первичное удобрение и микронизированную серу.

Сущность изобретения

В одном аспекте, изобретение включает композицию удобрений, содержащую затравочную частицу и слой покрытия, содержащий водорастворимую корку из высушенного растворимого первичного макроэлементного удобрения, внутри которого диспергированы микронизированные частицы элементарной серы. Затравочная частица может быть твердой в какой-либо желаемой форме или размере, и может быть образована согласно какому-либо приемлемому способу, такому как гранулирование или прессование.

В одном варианте осуществления, затравочная частица может содержать мочевины, моноаммония фосфат (MAP), диаммония фосфат (DAP), микронизированную серу, соединеник калия или их смеси. Покровный слой может содержать мочевины, MAP, DAP, микронизированную серу, соединеник калия или их смеси. Композиция первичных макроэлементов покровного слоя может быть такой же или отличной от композиции первичных макроэлементов затравочной частицы.

В одном варианте осуществления, композиция может содержать диспергирующий агент в затравочной частице или покровном слое, или обоих. Диспергирующий агент может содержать анионное, катионное, амфотерное или неионное поверхностно-активное вещество, или их смеси.

В одном варианте осуществления, микронизированные частицы серы могут иметь средний диаметр менее чем около 30 мкм, и предпочтительно менее чем около 10 мкм.

В другом аспекте, изобретение может включать способ получения композиции удобрений, который включает стадии:

- (a) получения затравочной частицы;
- (b) получения способной к распылению суспензии, содержащей микронизированные частицы элементарной серы диспергированные в растворе первичного макроэлементного удобрения для образования на затравочной частице слоя покрытия, с последующей сушкой указанного слоя покрытия для формирования водорастворимой корки из высушенного первичного макроэлементного удобрения;
- (c) использования суспензии для распыления слоя покрытия из смеси растворимого и нерастворимого удобрения на затравочную частицу.

В одном варианте осуществления, сама затравочная частица содержит удобрение. Затравочная частица предпочтительно используется для формирования слоя в устройстве для нанесения покрытия, таком как вращающийся барабан, лотковый гранулятор или гранулятор с псевдоожиженным слоем, и слой непрерывно перемешивается с использованием механических или текучих средств. Предпочтительно, затравочную частицу нагревают с использованием горячего воздуха для того, чтобы нагреть слой материала до желаемой температуры.

Предпочтительно, распыляемая суспензия может быть нагрета для того, чтобы достичь более высокую концентрацию растворимых материалов в растворе перед нанесением покрытия распылением. В одном варианте осуществления, распыляемая суспензия может распыляться через форсунку, сконфигурированную в устройстве для нанесения покрытия таким образом, чтобы эффективно покрывать затравочные частицы в подвижном слое.

Краткое описание фигур

На фиг. 1 изображено схематическое представление одного примера объекта по производству удобрения, реализующего способ согласно представленному изобретению.

На фиг. 2 изображено схематическое представление альтернативного примера объекта по производству удобрения, реализующего способ согласно представленному изобретению.

На фиг. 3 изображено другое схематическое представление другого альтернативного примера объекта по производству удобрения, реализующего способ согласно представленному изобретению.

Подробное описание

Все другие термины и фразы, используемые в этом описании, имеют свои обычные значения, как их понимал бы специалист в данной области. Такие обычные значения могут быть получены со ссылкой на технические словари, такие как *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 14th Edition*, R.J. Lewis, John Wiley & Sons, New York, N.Y., 2001.

Ссылки в описании на "один вариант осуществления", "вариант осуществления" и т.д. указывают на то, что описанный вариант осуществления может включать в себя конкретный аспект, признак, структуру или характеристику, но не каждый вариант осуществления обязательно включает в себя этот аспект, признак, структуру или характеристики. Более того, такие фразы могут, но необязательно, ссылаться на один и тот же вариант осуществления, упомянутый в других частях описания. Кроме того, когда конкретный аспект, признак, структура или характеристика описаны в связи с одним вариантом осуществления, в пределах знаний специалиста в данной области техники будет объединить, воздействовать или связать такой аспект, признак, структуру или характеристику с какими-либо другими вариантами осуществления, явно или неявно описанными. Другими словами, какой-либо элемент или признак могут быть объединены с каким-либо другим элементом или признаком в разных вариантах осуществления, только в том случае, если не существует очевидной или свойственной несовместимости между двумя, или это специально исключено.

Как используется в данном документе, "удобрение" представляет собой какое-либо вещество, которое содержит какой-либо один из первичных макроэлементов, вторичных макроэлементов или микроэлемента, или их комбинаций.

В общем виде, изобретение включает композицию удобрений, содержащую затравочную частицу, покрытую распылением удобрением. Затравочная частица предпочтительно представляет собой удобрение, и покрытие может содержать такое же или отличающееся удобрение. В одном варианте осуществления, затравочная частица представляет собой твердое вещество в какой-либо желаемой форме или размере, и может быть образована путем гранулирования, прессования или пеллетирования.

В общем виде, один вариант осуществления способа согласно представленному изобретению включает стадии:

- (a) получения затравочной частицы, которая может содержать первичное или вторичное макроэлементное удобрение или микроэлемент, или их комбинации;
- (b) получения распыляемой суспензии, содержащей раствор удобрения в жидкой среде, такой как вода, суспендированное нерастворимое удобрение и диспергирующий агент; и
- (c) использования распыляемой суспензии для распыления слоя покрытия на затравочную частицу.

Распыляемая суспензия предпочтительно находится в форме тонкоизмельченных твердых частиц удобрения, хорошо диспергированных в растворе первичного удобрения. Растворимое удобрение может служить в качестве связующего агента для нерастворимых материалов и помогает формировать твердые гранулы, когда формируется покрытие. Кроме того, или, альтернативно, связывающие агенты могут быть добавлены в распыляемую суспензию для того, чтобы помочь сформировать когезивный покровный слой, и способствовать прилипанию нанесенного распылением слоя покрытия к затравочной частице.

В одном варианте осуществления, распыляемая суспензия может быть образована путем растворения удобрения в водной дисперсии нерастворимого удобрения. Например, нерастворимое удобрение может содержать микронизированную элементарную серу, образованную по способу, такому как тот, который описан в совместных патентах США №№ 8679446 и 9278858, полное содержание которых включено в данный документ в виде ссылки, в допустимых случаях. В общем виде, в перегретую воду добавляют вплоть до 85 мас.% расплавленной серы, и поддерживают температуру выше температуры плавления серы, с концентрацией диспергирующего агента от около 0,01% до около 5,0 мас.%. Смесь затем смешивается или перемешивается с образованием тонкодисперсной эмульсии серы в воде. Быстрое охлаждение эмульсии в результате приводит к затвердеванию серы, которая остается суспендированной в диспергирующем растворе, образуя суспензию микронизированной серы твердое вещество/вода. После затвердевания микронизированной серы, диспергирующий агент может оставаться в растворе и помогать

в предотвращении агломерации или агрегации частиц серы. Микронизированная сера в данной суспензии твердое вещество/вода затем может быть отделена от раствора диспергирующего агента с получением частиц серы, покрытых слоем диспергирующего агента. Данные частицы серы затем могут быть повторно суспендированы, и при необходимости может быть добавлен дополнительный раствор диспергирующего агента, и непосредственно используется на следующей стадии представленного способа в виде суспензии твердое вещество/вода. В одном варианте осуществления, суспензия твердое вещество/вода микронизированной серы, которая является результатом стадии микронизации, может непосредственно использоваться на следующей стадии представленного изобретения, без предварительного отделения частиц серы от раствора диспергирующего агента.

Диспергирующий агент может представлять собой соединение нафталинсульфоната, такое как то, которое найдено в Morgwet™ или карбоксиметилцеллюлозу (КМЦ) или какое-либо поверхностно-активное вещество, которое помогает поддерживать расплавленную серу в высокодисперсном состоянии перед затвердеванием. Диспергирующий агент может представлять собой анионное, катионное, амфотерное или неионное поверхностно-активное вещество, или их комбинации. Приемлемые анионные поверхностно-активные вещества включают, но не ограничиваются этим, производные лигнина, такие как лигносульфонаты, ароматические сульфонаты и алифатические сульфонаты и их формальдегидные конденсаты и производные, жирные кислоты/карбоксилаты, сульфонируемые жирные кислоты и сложные эфиры фосфатов алкилфенол-, полиалкилерилов- или алкилалкоксилатов. Приемлемые катионные поверхностно-активные вещества включают, но не ограничиваются этим, азотсодержащие катионные поверхностно-активные вещества. В одном варианте осуществления, диспергирующий агент содержит неионное поверхностно-активное вещество. Приемлемые неионные поверхностно-активные вещества включают, но не ограничиваются этим, алкоксилированные жирные спирты, алкоксилированные жирные кислоты, алкоксилированные жирные простые эфиры, алкоксилированные жирные амиды, этоксилаты спирта, этоксилаты нонилфенола, этоксилаты октилфенола, этоксилированные масла семян, этоксилированные минеральные масла, алкоксилированные алкилфенолы, этоксилированные глицериды, этоксилаты касторового масла, и их смеси. Растворимое удобрение затем растворяют или частично растворяют в суспензии микронизированной серы твердое вещество/вода для создания распыляемой суспензии, используемой в качестве смеси для покрытия. В одном варианте осуществления, суспензию микронизированной серы твердое вещество/вода, содержащую диспергирующий агент, нагревают до температуры ниже температуры плавления серы, для того, чтобы растворить более растворимые удобрения или увеличить скорость растворения. Нагретая суспензия также может помочь в более быстрой сушке полученных в результате гранул.

Распыляемая суспензия может быть нанесена с использованием какого-либо традиционного способа покрытия и оборудования, такого как вращающийся барабан, лотковый гранулятор или псевдооживленный слой. Какое-либо которое постоянно поддерживает подвижный слой твердых частиц, будет способствовать относительно равномерному нанесению покрытия распылением. В одном варианте осуществления, затравочная частица предпочтительно используется для формирования слоя в устройстве для нанесения покрытия, таком как вращающийся барабан, лотковый гранулятор или гранулятор с псевдооживленным слоем, и слой непрерывно перемешивается механическим или текучим способом. Предпочтительно, затравочную частицу нагревают с использованием горячего воздуха с материалом слоя до желаемой температуры.

Распыляемая суспензия, содержащая растворимое и нерастворимое удобрение, затем распыляется через форсунку таким образом, чтобы эффективно покрыть затравочные частицы в подвижном слое. Нагревание может подводиться одновременно через подвижный слой для того, чтобы испарить растворитель и высушить гранулы.

В одном варианте осуществления, распыляемая суспензия наносится в виде мелкораспыленной струи на затравочную частицу, которая при высушивании после оставляет твердую корку из растворенного материала удобрения и встраивает суспендированное нерастворимое удобрение, переносимое в распыляемой суспензии. Предпочтительно, затравочная частица сохраняется в постоянном движении, и движение, таким образом, делает процесс покрытия более однородным и повторяемым. Распыляемая суспензия первоначально сталкивается и прилипает к поверхности затравочной частицы, таким образом, осаждающаяся и строя ее, и продолжает расти, получая в результате из покрытой затравочной частицы большую гранулу. Процесс нанесения покрытия может продолжаться до тех пор, пока гранулы не достигнут желаемого размера, соответствующего желаемому анализу питательного элемента N, P, K, S (азота, фосфора, калия и серы).

Скорость роста гранул может контролироваться, путем регулирования условий процесса, таких как скорость потока и концентрация раствора и суспензии и время пребывания гранулы в фазе покрытия.

В случае вращающегося барабана распылительные форсунки могут быть расположены близко к слою затравочной частицы на дне барабана. Расположение форсунки может быть выбрано так, чтобы поддерживать выброс распыления на минимуме и обеспечить, чтобы распыление хорошо рассредотачивалось и не сфокусировалось на небольшой площади. Распылительные форсунки могут быть ориентированы в каком-либо направлении, что способствует равномерному покрытию распыляемой суспензией и

предотвращает форсунки от засорения. Барабан может необязательно содержать перемешивающие лопасти для облегчения поворота слоя твердых частиц.

В случае псевдооживленного слоя распылительные форсунки могут быть расположены внутри слоя затравочной частицы для того, чтобы избежать или свести к минимуму перенос в мешочный фильтр. Более высокие скорости воздуха в псевдооживленном слое в результате приводят к более высокой фракции переноса, если форсунки расположены на внешней поверхности слоя. Ориентирование форсунок подходящим образом, например, горизонтально с небольшим нисходящим наклоном, может избежать закупоривания распределительной пластины и засорения отверстия форсунки из-за осаждения твердых частиц.

Затравочная частица может быть получена из какого-либо обычно применяемого способа производства, такого как прессование, гранулирование, пеллетирование, дробление, кристаллизация, псевдооживление или тому подобное, и полученные в результате затравочные частицы могут содержать какую-либо форму или желаемую форму. Выбор окончательной формы и размера гранул конечного продукта может определять форму и размер затравочной частицы, которая, в свою очередь, может влиять на процесс производства затравочной частицы.

В одном варианте осуществления, надрешеточный и подрешеточный материал из рециркулирующего потока процесса может рециркулироваться обратно, и использоваться для образования затравочной частицы или включения в затравочную частицу. Соответственно, затравочная частица может содержать все ингредиенты конечной гранулы продукта, включая микронизированную элементарную серу. Это может давать гранулу с двумя различными слоями, но с подобными ингредиентами, диспергированными по всей площади.

Затравочная частица может не содержать ни одного, содержать один или комбинацию из какого-либо первичного или вторичного макроэлемента, микроэлемента или инертного материала. Затравочная частица также может содержать материалы, пропитанные пестицидами. Макроэлементное удобрение может содержать хлорид калия (MOP), сульфат калия (SOP), мочевины, моноаммония фосфат (MAP), диаммония фосфат (DAP), кальция дигидрофосфат или монокальция фосфат, аммония сульфат, аммония нитрат, или их комбинации. Кроме того, затравочная частица может содержать элементарную серу, предпочтительно в микронизированной форме. Кроме того, никакой, один или комбинация из микроэлементов или вторичных питательных элементов, таких как цинк, кальций, магний, бор, железо, медь, марганец, молибден, натрий, кобальт, хлор, или селен могут быть добавлены в смесь для включения в затравочную частицу. В одном варианте осуществления, затравочная частица может быть лишена удобрения и просто содержать инертный носитель или носитель, пропитанный гербицидом или пестицидом.

В одном варианте осуществления, затравочная частица может содержать комбинацию порошкообразного соединения калия (калия хлорида, калия сульфата и/или калия нитрата) и микронизированной элементарной серы, которая была спрессована для получения спрессованных затравок смешанного удобрения. Соотношение серы к соединению калия в затравочной частице может варьироваться от 0,1% до около 50 мас.% или больше.

В другом варианте осуществления, затравочная частица может содержать фосфат аммония (MAP и/или DAP) и микронизированную элементарную серу. Соотношение серы к фосфату аммония в затравочной частице может варьироваться от 0,1% до около 50 мас.% или больше. Например, смесь из MAP и микронизированной серы может быть образована путем добавления микронизированной серы перед предварительным нейтрализатором или реактором с трубной крестовиной с фосфорной кислотой и аммиаком, или после предварительного нейтрализатора или реактора с трубной крестовиной к суспензии аммония фосфата. Данная суспензия, содержащая частицы аммония фосфата и микронизированные частицы серы затем может подаваться в гранулятор в виде распыляемой суспензии на стадии покрытия.

Размер затравочной частицы может находиться в диапазоне от около 30 меш по Американской шкале для измерения частиц (0,60 мм) до около 5 меш по Американской шкале для измерения частиц (4,0 мм), и находится предпочтительно в диапазоне от около 12 меш по Американской шкале для измерения частиц (1,70 мм) до около 8 меш по Американской шкале для измерения частиц (2,8 мм), в зависимости от условий процесса, помогающих грануляторному росту и желаемому размеру покрытого продукта. Желаемый средний диаметр гранулы в производстве удобрения, как правило, составляет от 1 мм до 4 мм.

Распыляемая суспензия может содержать один или комбинацию из растворимых и/или нерастворимых удобрений в жидком основании. В одном варианте осуществления, материал покрытия может содержать растворимый в воде материал удобрения в сочетании с нерастворимым материалом. Нерастворимый материал предпочтительно находится в тонко измельченной или микронизированной форме. Жидкое основание покрытия, наносимого распылением, предпочтительно представляет собой воду, и предпочтительно может содержать растворенный диспергирующий агент. В одном варианте осуществления, распыляемая суспензия может содержать растворенную мочевины в концентрации вплоть до 95 мас.% по отношению к воде, и микронизированные частицы серы. Соотношение серы и мочевины может варьироваться от около 0,1% до около 50 мас.% или больше, и может добавляться для образования распыляемой суспензии микронизированной серы в водном растворе мочевины. Данная распыляемая суспензия затем может распыляться и высушиваться над затравочной частицей для роста гранулы до

желаемого размера и анализа N, K, P, S в грануляторе с псевдооживленным слоем.

Толщина покрытия, наносимого распылением, может зависеть от размера затравочной частицы, и желаемой размера, и анализа N, P, K, S конечного продукта. В одном варианте осуществления, средняя толщина покрытия предпочтительно составляет от около 0,30 мм до около 0,63 мм, но может находиться в диапазоне от 0,1 мм до более 4 мм в зависимости от адгезионных свойств материалов, использованных в затравке и в распыляемой суспензии.

Растворимый материал в распыляемой суспензии также может действовать в качестве связующего вещества для нерастворимых материалов в суспензии. Это позволяет нерастворимым материалам внедряться в суспензию и сильно прилипать к грануле, таким образом, добавляя требуемую прочность на раздавливание, желаемую в производстве удобрений.

В одном варианте осуществления, при использовании ситуации вращающегося барабана, работающего по прямоточному или противоточному способу, распылительные форсунки могут быть расположены близко к точке входа затравок, и оставшаяся секция барабана используется для тщательного высушивания гранул в потоке горячего воздуха. Температура горячего воздуха может быть максимально возможной, ограниченной температурной чувствительностью материалов удобрений и гранулы для того, чтобы увеличить тепловой КПД. Размер гранулы может контролироваться за счет скорости барабана и высоты накопительного кольца. Как правило, распылительная секция барабана не содержит никаких лопастей. Секция сушки барабана предпочтительно может быть оборудована лопастями для облегчения лучшего контакта для более быстрой сушки.

В одном варианте осуществления, псевдооживленный слой может быть разделен по меньшей мере на распылительную секцию и секцию сушки. Предусмотренными могут быть несколько секций распыления для того, чтобы способствовать большим количествам производства и лучшего поддержания равномерности гранулирования. Аналогичным образом, предусмотренными могут быть несколько секций высушивания для достижения равномерной сушки при большей пропускной способности. Скорость воздуха может быть выбрана в зависимости от плотности, формы и размера затравочной частицы, подаваемой в него. Температура псевдооживляющего воздуха предпочтительно должна быть как можно выше, чтобы минимизировать затраты на оборудование, ограниченные температурной чувствительностью материалов удобрений и гранулы. В некоторых случаях удобрение может не быть чувствительным к температуре, но большие гранулы могут трескаться под действием стресса температурного градиента. Первая секция псевдооживленного слоя может содержать секцию покрытия с форсунками, встроенными в слой затравочной частицы. Вторая по ходу движения секция слоя может использоваться для высушивания растворителя для получения сухого продукта.

Покрытый и высушенный продукт, полученный с использованием либо вращающегося барабана, либо псевдооживленного слоя, может также подвергаться последующей обработке. В одном варианте осуществления при использовании ситуации с вращающимся барабаном противопылевой агент, способствующий контролю запыленности и свойствам хранения продукта, может распыляться вблизи выходного отверстия гранул или может применяться в отдельном охлаждающем барабане. В другом варианте осуществления, при использовании ситуации с псевдооживленным слоем, агент покрытия может наноситься в виде распыления на самом конце сушильной секции, снова путем встраивания форсунок в слой твердых веществ для того, чтобы избежать переноса. В другом варианте осуществления покрытый и высушенный продукт может быть глазурирован либо водой, либо раствором растворимых удобрений, чтобы увеличить прочность на раздавливание продукта.

Концентрация растворенного вещества в распыляемой суспензии влияет на скорость роста гранул. Более высокая концентрация растворенного вещества помогает быстрее расти гранулы, таким образом, снижая время пребывания и уменьшая потребление энергии для испарения растворителя, что приводит к меньшему и экономичному дизайну оборудования. Более высокая температура воздуха помогает уменьшить массу воздушного потока, тем самым, повышая тепловую эффективность системы, но поток воздуха должен быть сбалансирован относительно скорости псевдооживления воздухом, необходимой для поддержания хорошего расширения слоя и эффективного псевдооживления. Обычные установки мочевины используют процесс гранулирования с псевдооживленным слоем для серийного производства. В таких случаях существующий псевдооживленный слой может быть модифицирован и модернизирован для облегчения нанесения покрытия распыляемой суспензией, содержащей мочевино-серу, на гранулы мочевины.

Отработанный воздух из псевдооживленных слоев может быть отведен в циклон или мешочный фильтр для очистки воздуха перед тем, как быть выброшенным в атмосферу. Собранная пыль может быть возвращена обратно в более раннюю точку процесса, такую как, реактор для суспензии или затравочная частица.

Таким образом, одна гранула готового продукта может содержать один или несколько материалов удобрения, все в желаемой комбинации и пропорциях, как требуется для изготовления различных видов продуктов для того, чтобы удовлетворить потребности различных сельскохозяйственных культур, почв и климатических условий.

Примеры

Следующие примеры предназначены исключительно для иллюстрации конкретных вариантов осуществления изобретения, а не для ограничения заявленного изобретения.

Пример 1. Схема установки.

На фиг. 1 изображено схематическое представление установки по производству удобрений, сконфигурированной для реализации способа, описанного в данном документе, и получение композиции удобрений согласно представленному изобретению. Реактор для смешивания эмульсии (10) смешивает воду, азотное, фосфорное или калийное (N, P, или K) макроэлементное удобрение, которое может представлять собой концентрированный раствор, или твердые гранулы, и либо сухие микронизированные частицы серы, либо суспензию микронизированной серы твердое вещество/вода. При этом микронизированные частицы серы имеют средний диаметр предпочтительно менее чем около 30 мкм, и более предпочтительно менее чем около 10 мкм.

Затравочная частица в виде гранул N, P, или K (или их смеси) подаются в гранулятор с псевдооживленным слоем (12), который включает четыре зоны, каждая из которых продувается воздухом для того, чтобы псевдооживлять частицы. Затравочная частица сначала входит в первую зону покрытия и сушки (14), в которой используется горячий воздух. Распыляемая суспензия распыляется через форсунки в первой зоне покрытия и сушки (14). Частицы мигрируют во вторую зону покрытия и сушки (16), в которой также используется горячий воздух и также содержит распылительные форсунки для введения распыляемой суспензии.

Покрытие, наносимое распылением, рост гранул и сушка гранул происходит в первых двух зонах (14, 16). Затем частицы переходят в зону сушки (18) и затем в зону охлаждения и покрытия (20), где может наноситься тонкое пылевое супрессивное пленочное покрытие после обработки. Предназначенный для продажи продукт извлекается из сборника продукта (22).

Воздух из гранулятора с псевдооживленным слоем (12) собирают в мешочный фильтр (24), где взвешенные мелкие частицы фильтруют или разделяют и собирают. В зависимости от их состава мелкие частицы могут быть рециклизованы на более ранние стадии процесса.

Альтернативная схема установки показана на фиг. 2. В реакторе (100) получают суспензию моноаммония фосфата и микронизированной серы в воде путем взаимодействия фосфорной кислоты и аммиака с добавлением микронизированной серы с получением распыляемой суспензии растворенного MAP и суспендированной микронизированной серы. Распыляемая суспензия затем вводится в гранулятор/сушилку (110), вместе с нагретым воздухом. Затравочная частица вводится в гранулятор/сушилку (110), и распыляемая суспензия наносится на затравочную частицу и сушится. Полученные в результате гранулы осаждаются в ковшовый элеватор (120) и затем осаждаются на вибрационное сито (130), используемое для отделения продукта диаметром в диапазоне 2,36-4,00 мм. Материал конечной крупности затем собирают, охлаждают и упаковывают. Продукт также может получать покрытие при последующей обработке.

Надрешеточный материал из сит направляется в молотковую дробилку (140) или измельчитель и уменьшается до мелких частиц. Недостаточного размера мелкие фракции объединяют с измельченным надрешеточным материалом и, необязательно, контролируемой фракцией материала конечной крупности, и направляются на конвейер (150), где он предварительно нагревается и используется в качестве затравочной частицы в грануляторе/сушилке (110).

На всех стадиях используются меры по контролю над пылью в виде фильтров, сушильных циклонов, мокрых скрубберов и/или венчурных скрубберов для уменьшения или устранения летучих выбросов пыли.

Пример 2. Получение микронизированной серы с использованием неионных поверхностно-активных веществ.

Подходящая микронизированная сера может быть получена с использованием способов, описанных в совместных патентах США №№ 8679446 и 9278858. Как правило, исходную серу нагревают до температуры выше температуры плавления серы, таким образом, что исходная сера плавится и образует жидкую серу. Раствор диспергирующего агента готовят с удельной концентрацией и нагревают до температуры около равной или более высокой, чем температура жидкой серы. Раствор диспергирующего агента и жидкую серу затем смешивают в гомогенизаторе для получения эмульсии расплавленной серы и раствора диспергирующего агента. Затем эмульсию серы охлаждают для затвердевания серы и затем могут непосредственно использовать в качестве распыляемой суспензии, или могут разделять и сушить, чтобы в остатке получить сухой продукт частиц серы, который может использоваться для образования затравочной частицы или повторного суспендирования, и использовать в качестве распыляемой суспензии.

Табл. А показывает примеры неионных поверхностно-активных веществ, используемых в качестве диспергирующих агентов для получения микронизированной серы и распределения по размеру частиц, где PSD D50 представляет собой значение диаметра частицы при 50% в совокупном распределении и PSD D95 представляет собой значение диаметра частицы при 95% в совокупном распределении. Табл. В, кроме того, показывает приемлемый диапазон концентраций для Triton X-405, неионного поверхностно-активного вещества. Табл. В также показывает примеры диспергирующих агентов, включающие ситуа-

цию использования дополнительного поверхностно-активного вещества, анионного и неионного поверхностно-активного вещества.

Таблица А

Распределение по размеру частиц различных неионных поверхностно-активных веществ

Производитель	Поверхностно-активное вещество	Концентрация (% мас.)	PSD D50 (мкм)	PSD D95 (мкм)
Dow	Ecosurf (Tergitol EH-6)	2,50%	15,24	34,22
Dow	Triton X405	3,00%	6,71	27,75
Dow	Triton X-100	3,00%	14,52	33,02
Dow	Tamol SN	3,00%	6,48	13,64
Stepan	Makon 10	3,00%	11,75	41,99
Stepan	Makon TD-12	3,00%	12,55	42,83
Stepan	Makon TSP-16	3,00%	10,97	35,93
Stepan	Polystep TSP-16	3,00%	9,18	31,78
Stepan	StepFac 8171	3,00%	7,11	14,75

Как можно видеть, каждое неионное поверхностно-активное вещество успешно давало микронизированную серу с подходящим распределением по размеру частиц.

Таблица В

Распределение по размеру частиц различных неионных поверхностно-активных веществ

Поверхностно-активное вещество	PSD50 (среднее от 2 образцов)	PSD95 (среднее от 2 образцов)
5% Triton X-405	8,86	31,85
3% Triton X-405	6,71	27,75
1,50% Triton X-405	7,02	16,6
1,00% Triton X-405	8,51	23,47
0,75% Triton X-405	9,04	24,89
0,50% Triton X-405	10,85	28,78
0,25% Triton X-405	10,37	25,38
0,15% Triton X-405	9,44	29,3
0,10% Triton X-405	11,79	31,43
0,05% Triton X-405	7,84	28,9
0,30% Triton X-405	6,06	11,29
0,60% Morwet		
0,30% Triton X-405	15,24	38,36
1,80% Morwet		
0,30% Triton X-405	16,61	41,52
1,50% Morwet		

Подходящие распределения по размеру частиц были получены в широком диапазоне концентраций поверхностно-активных веществ.

Пример 3. Получение гранул МАР/мочевины и микронизированной элементарной серы путем гранулирования в псевдооживленном слое.

Получено было удобрение, которое состояло из или гранул мочевины, или гранул моноаммония фосфата (МАР), покрытых смесью из сольюбилизированной мочевины или МАР, и микронизированной элементарной серы, которая была получена, как описано в совместном патенте США №№ 8679446 и 9278858. Гранулы мочевины или МАР имели распределение по размерам, показанное в табл. 1 ниже. Сера была микронизирована и имела PSD50 около 7 микрон.

Таблица 1

Образец	Свойства исходного материала % выше размера ячейки					Свободная насыпная плотность (кг/м ³)	Содержание влаги (%)
	5	6	7	8	10		
	Микрон						
Мочевина	0,2	2,3	29,3	67,1	92,1	743	0,3
МАР	0,7	8,4	38,9	81,2	94,0	985	1,9
Сера	-	-	-	-	-	543	5,5

Частицы мочевины и МАР, соответственно, использовались в качестве затравочной частицы в испытаниях отделения. Распыляемая суспензия представляла собой смесь из микронизированной элементарной серы, диспергирующего агента (от 0,001% до 5,0% (% мас.)), воды и либо мочевины, либо МАР. Табл. 2 ниже показывает массу материала, используемого в каждом прогоне. Проценты представляют собой соотношения твердого вещества к воде. Растворимые твердые вещества находились в диапазоне от 40% до 80% по отношению к воде, и нерастворимая часть находилась в диапазоне от 10% до 24% по отношению к растворимому удобрению. Это было сделано для того, чтобы достичь желаемые соотношения сера:мочевина и сера:МАР.

Таблица 2

Прогон #	Содержания растворов прогона				Общая масса (кг)
	Вода (кг)	Сера (кг)	Мочевина (кг)	МАР (кг)	
1	73	8 (10%)	109 (60%)	0	190
2	73	16 (14%)	109 (60%)	0	198
3	55	20 (14%)	136 (70%)	0	211
4	73	12 (24%)	0	50 (40%)	135
5	110	18 (24%)	0	76 (40%)	204

Мочевину или МАР медленно добавляли к воде, при этом мешалка перемешивала содержимое с высокой скоростью. Когда мочевину смешивали с водой, температура раствора значительно понижалась. Раствору необходима была температура больше, чем около 70°C для растворения мочевины, поэтому раствор нагревали, используя рубашку реактора для смешивания и сопроводительного теплоконтроля труб до температуры в диапазоне 85-93°C. Для достижения густой суспензии и во избежание образования сгустка, порошок микронизированной элементарной серы, покрытый слоем диспергирующего агента, медленно добавляли к раствору мочевины. Скорость вращения мешалки увеличивалась по мере добавления серы, поскольку сера загущала раствор, и турбулентность помогла диспергировать какие-либо комки.

Затравочную частицу, состоящую из мочевины или МАР и распыляемой суспензии, подавали в гранулятор с псевдооживленным слоем FB 10 при условиях, указанных в табл. 3. Было проведено три прогона испытаний подачи мочевины и два прогона испытаний подачи МАР.

Таблица 3

Прогон #	Тип сырья	Условия прогона		
		Скорость	Скорость	Температура
		подачи	подачи	подачи
		твердого	жидкости	жидкости
		сырья (кг/ч)	(кг/ч)	(°C)
1	Мочевина	95	70	102
2	Мочевина	96	130	90
3	Мочевина	96	168	91
4	МАР	95	167	85
5	МАР	94	237	79

Добавление распыляемой суспензии (подача жидкости) увеличивалось во время прогона 2 для того, чтобы увеличить размер конечной гранулы продукта. Для запуска системы требуется предварительный нагрев материала в трех зонах путем включения вентилятора мешочного фильтра и двух вентиляторов псевдооживленного слоя. Воздух от вентилятора нагревался с использованием горячих генераторов, работающих на природном газе. Слои нагревались около до 70-90°C и, как только температура слоя нагревалась, включался подающий механизм твердых частиц (затравочной частицы), и добавляли распыляемую суспензию. В каждой секции слоя использовалась одна распылительная форсунка, форсунки внедрялись в слой.

FB-10 успешно наносил покрытие распылением на затравочные частицы, чтобы увеличить размер частицы гранулы и получить продукт из мочевины/микронизированной серы или продукт из МАР/микронизированной серы. Образцы продукта 5×8 меш (стандарт США) продукт были взяты для анализа во время прогонов с 2 по 5.

Табл. 4.1 и 4.2 ниже показывают результаты испытаний. Надрешеточный продукт был +5 меш, продукт нужного размера был 5×8 меш, и мелкий материал был -8 меш. Показатели мелкого материала мешочного фильтра были взяты для прогонов 3 и 5, и они, как было измерено, составляли 6 и 2 кг/ч, соответственно. Время пребывания для пробегов 3 и 5 составляли 26 и 25 минут, соответственно.

Таблица 4.1

Прогон #	Тип сырья	Результаты испытаний и анализ продукт				
		Содержание	Свободная	Показатель	Показатель	Показатель
		влаги (%)	насыпная	надрешеточн	продукта	мелкого
			плотность	ого продукта	нужного	продукта
			(кг/м ³)	(кг/ч)	размера	(кг/ч)
					(кг/ч)	
2	Мочевина	0,3	652	14	109	3
3	Мочевина	0,3	641	86	119	3
4	МАР	1,2	935	16	108	10
5	МАР	1,1	930	46	206	18

Таблица 4.2

Прогон #	Анализ продукта (прод.) % выше размера ячейки				
	5	6	7	8	10
	Микрон				
	4750	3350	2800	2360	2000
2	0,1	15,4	68,4	97,4	99,9
3	1,4	32,3	76,6	97,4	99,9
4	0,2	15,1	66,7	95,4	99,7
5	0,3	20,9	66,2	94,3	99,9

Очевидно, что изменение концентрации и скорости распыляемой суспензии в сочетании с временем пребывания в псевдооживленном слое влияет на размер частиц продукта. Скорость подачи затравочной частицы поддерживалась на уровне от 94 до 96 кг/ч во время прогонов с 2 по 5. Как правило, существовало увеличение размера гранул, поскольку увеличивалась скорость подачи распыляемой суспензии.

Скорость подачи распыляемой суспензии в пробеге 3 увеличилась до 119 кг/ч со 109 кг/ч в пробеге 2. Это в результате привело к увеличению на 10 кг/ч по размеру продукта мочевины/микронизированная сера и 72 кг/ч надрешеточного продукта мочевины/микронизированная сера. Аналогичным образом, при получении продукта MAP/микронизированная сера, скорость подачи распыляемой суспензии увеличивалась с 167 кг/ч (прогон 4) до 237 кг/ч (прогон 5), и показатель продукта нужного размера увеличивался на 98 кг/ч, тогда как показатель надрешеточного продукта увеличивался на 30 кг/ч. Таким образом, увеличение скорости жидкости для обработки MAP/микронизированная сера в результате приводило к 90% увеличению продукта 5x8 меш, в то время как увеличение скорости жидкости для обработки мочевины/микронизированная сера в результате приводило к 9% увеличению выхода продукта 5x8 меш. Для процесса мочевины/микронизированная сера более низкое увеличение выхода нужного размера было частично связано с большим увеличением надрешеточной фракции.

Образцы от всех трех зон продукта были взяты во время прогонов 2, 3, и 5. Содержание влаги для каждой зоны слоя также анализировалось и представлено в табл. 5 ниже.

Таблица 5

Условия прогона			
Прогон #	Зона 1 (%)	Зона 2 (%)	Зона 3(%)
2	0,7	0,4	0,3
3	0,9	0,7	0,4
5	1,5	1,0	1,0

Химический анализ продуктов проводили в соответствии со способами Ассоциации химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Образцы продуктов исследовали на общий азот, общий P_2O_5 , K_2O , общую S и влажность.

Химический анализ полученного в результате продукта фосфат/микронизированная сера 5x8 меш показал общий азот - 11,7%, P_2O_5 - 46,6%, и общую серу - 5,0%. Анализ продукта фосфат/микронизированная сера 5+ меш показал общий азот - 11,1%, P_2O_5 - 50,3%, и общую серу - 5,0%.

Химический анализ полученного в результате продукта мочевины/микронизированная сера 5x8 меш показал общий азот - 44,1%, и общую серу - 4,5%. Анализ продукта мочевины/микронизированная сера 5+ меш показал общий азот - 43,0%, и общую серу - 8,9%.

Исследования физических свойств проводились на продуктах в соответствии с Руководством по определению физических свойств удобрения (IFDC-R-10).

Выбранными физическими свойствами, которые определялись, были прочность гранулы на раздавливание (IFDC S115), и прочность на истирание (IFDC S116).

Прочность гранулы на раздавливание для продукта мочевины/микронизированная сера находилась в диапазоне от 2,86 до 3,39 кг/гранула. Прочность гранулы на раздавливание для продукта фосфат/микронизированная сера находилась в диапазоне от 8,67 до 9,90 кг/гранула. Прочность на истирание для обоих продуктов соответствует приемлемым критериям.

Еще одно исследование, состоящее из гранул мочевины, смешанных с микронизированной элементарной серой, также было завершено с использованием более высокой концентрации мочевины в распыляемой суспензии. Распыляемая суспензия в данном исследовании представляла собой смесь мочевины и микронизированной элементарной серы, покрытую слоем диспергирующего агента в количествах, показанных в табл. 6. Растворимая мочевина находилась в диапазоне от 85 до 95% по отношению к воде, и нерастворимая микронизированная элементарная сера находилась в диапазоне от 14% до 17% по отношению к растворимой мочеvine.

Таблица 6

Прогон #	Соотношение материалов серии подачи жидкости		
	Серя:Мочевина	Мочевина: H_2	Общая масса
	на (%)	O (%)	(кг)
1	14	90	260 (571 фунтов)
2	17	90	134 (295 фунтов)
3	17	85	213 (468 фунтов)

При смешивании материалов с помощью мешалки температуру поддерживали 80-100°C, чтобы позволить мочеvine раствориться. Затравочную частицу и распыляемую суспензию подавали в гранулятор с псевдооживленным слоем FB 10 в условиях, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Прогон #	Условия прогона			
	Скорость	Скорость	Температура	Температура
	подачи	подачи	подачи	газовой
	твердого	жидкости	жидкости (°С)	впускной
	сырья (кг/ч)	(кг/ч)	форсунки (°С)	
1	48	41	106	144
2	49	41	106	21
3	73	86	99-100	169

Табл. 8 показывает результаты исследования. После прогона процесса в течение около 1 часа скорость продукта и скорость подачи рециркуляции были почти одинаковыми, что позволяло подавать чистую мочевины в качестве затравочной частицы, которую следует заменить рециркуляционной подачей. Последняя скорость, зарегистрированная для рециркуляционной подачи, составляла 73 кг/ч, и 75 кг/ч для продукта 5×8 меш. В идеальном случае, при скорости подачи жидкости 91 кг/ч и скорости подачи твердых частиц 80 кг/ч, регулируя потерю влаги от высыхания в псевдоожиженном слое, показатель продукта 5×8 меш и комбинированные показатели надрешеточных и мелкоизмельченных материалов будут составлять 80 кг/ч каждый. Несмотря на то, что скорость подачи могла быть стабилизирована, процесс необходимо будет проводить в течение более длительного периода времени, чтобы позволить рециркулирующей подаче состоять из таких же по анализу N, P, K, S, как и распыляемая суспензия, для того, чтобы получить гомогенный продукт удобрения.

Таблица 8

Результаты исследования и анализ продукта
% Выше размера ячейки

Прогон	образец	4	5	6	8	10	12	20	насы- пная плотн- ость (г/см ³)
		% Выше размера в микронах							
		4750	4000	3350	2360	2000	1700	850	
3	5×8 меш FB продукт	0	0,4	20,4	88,7	99,7	-	100,0	0,663
3	5×8 меш FB продукт	0	0,4	17,9	86,7	99,8	-	100,0	0,614
3	Непросеянный FB продукт	2,1	7,4	14,9	36,7	65,5	-	100,0	0,625
3	Измельчен- ный надрешеточ- ный +рециклизов- анный мелкий материал	0,3	0,5	0,8	1,7	16,9	54,8	99,9	0,710

Химический анализ продуктов мочевины/микронизированная сера проводили в соответствии со способами Ассоциации химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Образцы продуктов исследовали на общий азот, общий P₂O₅, K₂O, общую S, и влажность.

Химический анализ полученного в результате прогона #3 продукта мочевины/микронизированная сера показал общий азот - 41,7% и общую серу - 10,1%.

Исследования физических свойств проводили на продукте мочевины/микронизированная сера в соответствии с Руководством по определению физических свойств удобрения (IFDC-R-10). Выбранные физические свойства, которые определялись, представляли собой прочность гранулы на раздавливание

(IFDC S115), и прочность на истирание (IFDC S116).

Прочность гранулы на раздавливание для продукта мочевины/микронизированная сера находилась в диапазоне от 3,58 до 3,92 кг/гранула. Прочность на истирание соответствовала приемлемым критериям.

Пример 3. Получение гранул MAP и микронизированной серы путем барабанного гранулирования.

Удобрение, состоящее из MAP и микронизированной элементарной серы, было получено исходя из фосфорной кислоты и аммиака в качестве исходного сырья и с использованием модифицированной роторной барабанной сушилки в качестве оборудования для гранулирования и сушки.

MAP частицы использовались в качестве затравочной частицы для начала, but но были заменены на MAP/микронизированную серу для подачи на повторный цикл сразу после того, как процесс стабилизировал скорость продукта и подачу на повторный цикл. Распыляемую суспензию получали в предварительном нейтрализаторе, в который загружены товарного класса фосфорная кислота и аммиак в молярном соотношении 1:1. Затем фильтрованную и высушенную микронизированную серу, покрытую диспергирующим агентом добавляли при около 15 мас.% и 22 мас.% по отношению к MAP.

Затем распыляемую суспензию растворенного MAP и микронизированной серы распыляли во вращающемся барабане для того, чтобы нанести покрытие на затравочную частицу в условиях, когда ее нагревали и сушили. Вращающийся барабан был разделен на секцию подачи/распыления и секцию сушки с использованием внутренней водоудерживающей перегородки. Секция подачи/распыления была гладкой, тогда как секция сушки использовала подъемно-лопастные насадки для каскадирования гранул. Нагретый воздух прямооточно протекал через вращающийся барабан. Вращающийся барабан работал под углом наклона 2,0°, и скорость вращения была установлена на 12 об/мин.

Гранулы из вращающегося барабана переносили на вибрационное сито с использованием центробежного ковшового элеватора. 4-мм надрешеточное и 2,36-мм подсевное сито дали продукт в желаемом диапазоне размера. Надрешеточный материал направляли на молотковую мельницу, измельчали и смешивали с материалом, проходящим через сито, и возвращали обратно в загрузочную секцию вращающегося барабана в качестве затравочной частицы.

Гранулы продукта нужного размера охлаждали, используя прямооточный воздушный поток, и собирали в мешки. Некоторое количество продукта дополнительно сушили во вращающейся барабанной сушилке.

Химический анализ продуктов фосфат/микронизированная сера проводили в соответствии со способами Ассоциации химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Образцы продуктов исследовали на общий азот, общий P₂O₅, K₂O, общую S, и влажность. Химический анализ полученного в результате продукта фосфат/микронизированная сера показал общий азот - 9,3%, P₂O₅ - 48,5%, и общую серу - 13,8%. В отдельном прогоне концентрация микронизированной серы в суспензии MAP/сера увеличивалась, и анализ питательных веществ показал общий азот - 8,4%, P₂O₅ - 43,0%, и общую серу - 21,1%. При стабилизации скорости продукта и рециркуляции подачи в течение периода времени, анализ N, P, K, S, как ожидается, стабилизируется, чтобы получить однородный продукт удобрения, который состоит из первоначального мас.% микронизированной серы, введенной в процесс.

Исследования физических свойств проводились на продуктах в соответствии с Руководством по определению физических свойств удобрения (IFDC-R-10). Выбранные физические свойства, которые определялись, представляли собой анализ размера по способу сухого просеивания (IFDC S107, Процедура 1), прочность гранулы на раздавливание (IFDC S115), и прочность на истирание (IFDC S116).

Анализ размеров продуктов удобрения определяется как диапазон диаметра частиц материала. Его, как правило, измеряют просеиванием, процессом разделения смеси частиц в соответствии с их фракцией размера. Анализ размеров, проведенный на образцах продукта, показал, что все просеянные продукты фосфат/микронизированная сера имели больше, чем 98,2% гранул, удерживаемых между ситами 2,00 мм и 4,00 мм.

Прочность гранулы на раздавливание находилась в диапазоне от 0,67 до 2,57 кг/гранула перед стадией сушки, от 1,65 до 3,51 кг/гранула после стадии сушки. Прочность на истирание соответствовала приемлемым критериям.

Пример 4. Получение гранул соединения калия/микронизированная сера путем барабанного гранулирования.

Удобрение, состоящее из соединения серы и микронизированной элементарной серы получали, исходя из хлорида калия и микронизированной элементарной серы в качестве исходного сырья, и с использованием модифицированной вращающейся барабанной сушилки в качестве оборудования для гранулирования и сушки.

Крупные частицы хлорида калия (KCl) использовались в качестве затравочной частицы для начала, но были заменены на рециклизованный материал подачи KCl/микронизированная сера сразу после того, как процесс стабилизировал скорость продукта и рециклизовал подачу материала. Распыляемая суспензия состояла из смеси растворенного KCl и 15 мас.% микронизированной элементарной серы. Раствор KCl поддерживали выше 95°C для того, чтобы поддерживать концентрацию раствора KCl как минимум на 34% K₂O. Реактор для суспензии микронизированной серы был оснащен мешалкой для того, чтобы

поддерживать серу в хорошо диспергированном состоянии.

Гранулирование материала происходило во вращающейся барабанного типа сушилке путем распыления распыляемой суспензии КС/микронизированная сера в грануляторе/сушилке. Вращающаяся барабанного типа сушилка имела гладкую секцию с водоудерживающей перегородкой для первой одной трети сушилки, и оставшиеся две трети сушилки имели подъёмно-лопастные насадки. Материал в первой трети гранулятора/сушилки образовывал слой прокатки с суспензией, которую распыляли поверх верхней части слоя с образованием гранул. Распыляемая суспензия распылялась в грануляторе/сушилке через выпускное отверстие распылительной форсунки, расположенной так, чтобы суспензию распыляли на слой материала в первой секции. Вторая секция гранулятора/сушилки, содержащая подъёмно-лопастные насадки, создавала каскады материала, который сушился с использованием прямоточного потока воздуха. Камера сгорания с природным газом находилась на входе (конец подачи материала) гранулятора/сушилки. Рабочая температура гранулятора/сушилки контролировалась косвенно путем измерения температуры выходящего материала гранулятора/сушилки и регулирования соотношения воздух-газ камеры сгорания для поддержания желаемой рабочей температуры. Гранулятор/сушилка работала под углом наклона 2,0 градуса от горизонтали, и скорость вращения гранулятора/сушилки была максимальной при 12 оборотах в минуту (об/мин.). Гранулятор/сушилка была оборудована двумя рядами молотков, каждый из которых содержит четыре молотка.

Циклонного типа сборник пыли был расположен в вытяжном воздушном/газовом канале между выпускным отверстием гранулятора/сушилки и гранулятор/сушилка вытяжным вентилятором. Вентилятор гранулятора/сушилки выпускается в мокрый скруббер и затем в атмосферу.

Центробежного типа ковшовый элеватор использовали для переноса материала из выпускного отверстия гранулятора/сушилки в вращающийся барабанного типа технологический охладитель. Технологический охладитель работал с противоточным воздушным потоком. Циклонного типа сборник пыли был расположен в воздушном вытяжном канале между воздушным выпускным отверстием технологического охладителя и вытяжным вентилятором. Технологический охладитель работал с углом наклона 2,0° от горизонтали.

Корпус сита был снабжен скреплённым квадратным ячеистого типа надрешеточным ситом (4,0-миллиметровое [мм] отверстие) и скреплённым квадратным ячеистого типа подсевным ситом (2,36-мм отверстие) для того, чтобы получить продукт с диапазоном размеров от 2,36 до 4,00 мм. Надрешеточный материал из системы просеивания направляли на молотковую мельницу. Измельченный материал, выгружаемый из молотковой мельницы, возвращался (рециркулировался) на конвейер вместе с материалом, проходящим через сито из системы просеивания, и контролируемой фракцией материала продукта нужного размера, когда это необходимо, для поддержания контроля грануляции. Фракция продукта нужного размера подавалась в охладитель продукта, который работал со скоростью вращения 9 об/мин. Материал продукта нужного размера собирали в мешки.

Пыль из элеваторов, систем просеивания, охладителя продукта и конвейеров была собрана системой улавливания сдуваемой пыли. Газы из технологического охладителя проходили через циклонного типа сборник пыли, расположенный в вытяжном воздушном/газовом канале между выпускным отверстием охладителя и вытяжным вентилятором охладителя перед тем, как он выводился в атмосферу.

Химический анализ продуктов соединения калия/микронизированная сера проводили в соответствии со способами Ассоциации химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Образцы продуктов исследовали на общий азот, общий P_2O_5 , K_2O , общую S и влажность.

Химический анализ каждого из продуктов композитных образцов показал, что общая сера находилась в диапазоне от около 13,2% до около 15,0% и K_2O составлял 52,1% K_2O . При стабилизации скорости продукта и рециркуляции подачи в течение периода времени, анализ N, P, K, S, как ожидается, стабилизируется, чтобы получить однородный продукт удобрения, который состоит из первоначального мас.% микронизированной серы, введенной в процесс. Содержание влаги во всех анализируемых продуктах составляло менее чем 0,1%.

Исследования физических свойств проводили на продуктах соединения калия/микронизированная сера в соответствии с Руководством по определению физических свойств удобрения (IFDC-R-10). Выбранные физические свойства, которые определялись, представляли собой анализ размера по способу сухого просеивания (IFDC S107, процедура 1), прочность гранулы на раздавливание (IFDC S115), и прочность на истирание (IFDC S116).

Анализ размеров продуктов удобрения определяется как диапазон диаметра частиц материала. Его, как правило, измеряют просеиванием, процессом разделения смеси частиц в соответствии с их фракцией размера. Анализ размеров, проведенный на образцах продукта, показал, что все просеянные продукты имели больше, чем 97,5% гранул, удерживаемых между ситами 2,00 мм и 4,00 мм.

Прочность на раздавливание определяется как минимальная сила, необходимая для раздавливания отдельных частиц. Прочность на раздавливание измеряется путем приложения давления к отдельным гранулам - как правило, конкретного диапазона размеров (-2,80 мм + 2,36 мм) - и регистрации давления, необходимого для разрушения каждой гранулы. Прочность на раздавливание гранул использовалась для прогнозирования ожидаемых свойств обработки и хранения гранул и пределов давления, применяемых

во время хранения мешков и сыпучих материалов.

Средняя прочность на раздавливание продуктов калийное соединение/микронизированная сера составляла от около 1,54 до около 2,35 кг/гранула.

Прочность на истирание представляет собой стойкость к образованию пыли и мелких частиц и разрушению гранулы в результате контакта гранулы с гранулой и гранулы с оборудованием во время обработки. Прочность на истирание определяется путем измерения процента пыли и мелких частиц (процентное разрушение), образованных, когда образец подвергается действию абразивного типа. Прочность на истирание для двух исследуемых продуктов составляла от около 3,42% до около 3,90% от разрушения.

Определения и толкование.

Описание представленного изобретения было представлено в целях иллюстрации и описания, но оно не предназначается быть исчерпывающим или ограниченным изобретением в раскрытой форме. Многие модификации и варианты будут очевидны квалифицированным специалистам в данной области без отхода от объема и сущности изобретения. Варианты осуществления были выбраны и описаны для лучшего объяснения принципов изобретения и практического применения, а также для того, чтобы дать возможность другим специалистам в данной области понять изобретение для различных вариантов осуществления с различными модификациями, которые являются приемлемыми для конкретного рассматриваемого использования.

Соответствующие структуры, материалы, действия и эквиваленты всех средств или стадий плюс функциональные элементы в формуле изобретения, прилагаемой к настоящему описанию, предназначены для включения какой-либо структуры, материала или действия для выполнения функции в сочетании с другими заявленными элементами как конкретно заявлено.

Далее отмечается, что формула изобретения может быть составлена для исключения какого-либо необязательного элемента. Таким образом, данное изложение предназначено для использования в качестве предшествующей основы для использования исключительной терминологии, такой как "исключительно", "только" и т.п., в связи с перечислением элементов формулы изобретения или использованием "отрицательного" ограничения. Термины "предпочтительно", "предпочтительный", "предпочитают", "необязательно", "могут", и аналогичные термины используются для обозначения того, что пункт, условие или стадия, на который ссылаются, является необязательным (факультативным) признаком изобретения.

Формы единственного числа включают ссылку на множественное число, если контекст явно не диктует иное. Термин "и/или" означает какой-либо один из пунктов, какую-либо комбинацию пунктов, или все пункты, с которыми связан этот термин. Термин "и/или" означает какой-либо один из пунктов, какую-либо комбинацию пунктов, или все пункты, с которыми связан этот термин. Фраза "один или несколько" легко понимается специалистом в данной области, особенно при чтении в контексте ее использования.

Как будет понятно квалифицированному специалисту в данной области, все числа, включая те, которые выражают количества реагентов или ингредиентов, свойства, такие как молекулярная масса, условия реакции и тому подобное, являются аппроксимациями и понимаются как такие, которые являются необязательно модифицированными во всех случаях посредством термина "около". Эти значения могут варьироваться в зависимости от желаемых свойств, которые ищутся, чтобы быть полученными, специалистами в данной области, используя наставления описания в данном документе. Также понятно, что такие значения по своей природе содержат вариабельность, неизбежно возникающую в результате стандартных отклонений, обнаруженных в их соответствующих измерениях исследования.

Термин "около" может относиться к вариации $\pm 5\%$, $\pm 10\%$, $\pm 20\%$, или $\pm 25\%$ от указанного значения. Например, "около 50" процентов могут в некоторых вариантах осуществления варьировать от 45 до 55 процентов. Для целых диапазонов термин "около" может включать одно или два целых числа, больше, чем и/или менее чем перечисленное целое число на каждом конце диапазона. Если не указано иное в данном документе, термин "около" предназначен для включения значений и диапазонов, близких к указанному диапазону, которые эквивалентны с точки зрения функциональности композиции или варианта осуществления.

Как будет понятно квалифицированному специалисту в данной области, для каких-либо и всех целей, в частности с точки зрения предоставления письменного описания, все диапазоны, приведенные в данном документе, также охватывают какие-либо и все возможные поддиапазоны и комбинации их поддиапазонов, а также отдельные значения, составляющие диапазон, в частности целочисленные значения. Выделенный диапазон (например, массовые проценты или углеродные группы) включает в себя каждое конкретное значение, целое число, десятичное число или идентичность в пределах диапазона. Какой-либо перечисленный диапазон может быть легко распознан как достаточно описывающий и позволяющий разбить тот же самый диапазон, по крайней мере, пополам, на три, четыре, пять или десять частей. В качестве неограничивающего примера каждый обсуждаемый в данном документе диапазон может быть легко разбит на нижнюю треть, среднюю треть и верхнюю треть и т.д.

Специалисту в данной области будет также понятно, что все формулировки, такие как "вплоть до", "по меньшей мере", "больше", "менее чем", "больше, чем", "или более" и подобные, включают указанное

число, и такие термины относятся к диапазонам, которые затем могут быть разбиты на поддиапазоны, как обсуждалось выше. Таким же самым образом все соотношения, приведенные в данном документе, также включают все подсоотношения, попадающие в пределы более широкого соотношения. Соответственно, конкретные значения, приведенные для радикалов, заместителей и диапазонов, приведены только для иллюстрации; они не исключают других определенных значений или других значений в пределах определенных диапазонов для радикалов и заместителей.

Специалист в данной области также легко поймет, что если члены сгруппированы вместе общим способом, таким как, в группе Маркуша, изобретение охватывает не только всю группу, перечисленную в целом, но каждый член группы индивидуально и все возможные подгруппы основной группы. Кроме того, для всех целей изобретение охватывает не только основную группу, но также основную группу, в которой отсутствуют один или несколько членов группы. Следовательно, изобретение предусматривает явное исключение какого-либо одного или нескольких членов приведенной группы. Соответственно, оговорки могут относиться к какой-либо из раскрытых категорий или вариантов осуществления, при условии, что какой-либо один или несколько приведенных элементов, видов или вариантов осуществления могут быть исключены из таких категорий или вариантов осуществления, например, как используется в явном отрицательном ограничении.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения твердой частицы удобрения, включающий стадии нанесения покрытия распылением на затравочную частицу способной к распылению суспензии, содержащей микронизированные частицы элементарной серы, диспергированные в растворе первичного макроэлементного удобрения для образования слоя покрытия на затравочной частице, и последующей сушки указанного слоя покрытия для формирования водорастворимой корки из высушенного первичного макроэлементного удобрения, внутри которого диспергированы микронизированные частицы элементарной серы, при этом указанная корка способствует устойчивости гранул к раздавливанию и снижению пылеобразования, а также быстрейшему высвобождению микронизированной элементарной серы, что сокращает время начала доступности удобрения для растений.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что затравочная частица содержит первичное макроэлементное удобрение.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что затравочная частица содержит микронизированные частицы серы, смешанные с первичным макроэлементным удобрением.

4. Способ по пп.1, 2 или 3, отличающийся тем, что затравочная частица содержит мочевины, моноаммония фосфат (MAP), диаммония фосфат (DAP), микронизированную серу или соединение калия или их смеси.

5. Способ по пп.1, 2, 3 или 4, отличающийся тем, что стадия нанесения покрытия распылением происходит во вращающемся барабане или грануляторе с псевдоожиженным слоем.

6. Способ по п.4, отличающийся тем, что распыляемая суспензия содержит такой же первичный макроэлемент или комбинацию макроэлементов как и затравочная частица.

7. Способ по любому из пп.1-6, отличающийся тем, что распыляемую суспензию получают путем эмульгирования жидкой серы в растворе диспергирующего агента, охлаждения эмульсии с получением суспензии микронизированной элементарной серы и растворения первичного макроэлемента в суспензии.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что диспергирующий агент содержит анионное, катионное, амфотерное или неионное поверхностно-активное вещество или их смеси.

9. Способ по п.1, который дополнительно включает стадию измельчения надрешеточной части продукта и объединения его с частью материала, проходящей через сито, с образованием затравочных частиц, и рециркуляцию затравочных частиц на стадию нанесения покрытия распылением, причем частицы, покрытые распылением, просеивают для получения части продукта нужного размера, надрешеточной части и части материала, проходящей через сито, при том, что нанесение покрытия распылением на затравочную частицу включает нанесение покрытия распылением на множество затравочных частиц с получением множества покрытых распылением частиц.

10. Способ по любому из пп.1-9, отличающийся тем, что частицу удобрения подвергают последующей обработке для повышения твердости и/или пылеподавления.

11. Способ по любому из пп.1-10, отличающийся тем, что макроэлемент добавляют к затравочной частице или распыляемой суспензии или обеим.

12. Способ по любому из пп.1-11, отличающийся тем, что микронизированные частицы элементарной серы имеют средний диаметр менее чем около 30 мкм.

13. Способ по п.12, отличающийся тем, что микронизированные частицы элементарной серы имеют средний диаметр менее чем около 10 мкм.

14. Способ по п.4, отличающийся тем, что распыляемая суспензия содержит первичный макроэлемент отличный от затравочной частицы.

15. Способ по любому из пп.10-14, отличающийся тем, что частицу удобрения покрывают пылеподавляющим покрытием.

16. Способ по любому из пп.10-15, отличающийся тем, что частицу удобрения глазируют водой или водным раствором удобрения.

17. Композиция удобрения для получения твердой частицы удобрения способом, как заявлено в п.1, содержащая затравочную частицу и слой покрытия, содержащий водорастворимую корку из высушенного растворимого первичного макроэлементного удобрения, внутри которого диспергированы микронизированные частицы элементарной серы.

18. Композиция удобрения по п.17, отличающаяся тем, что затравочная частица содержит первичное макроэлементное удобрение.

19. Композиция по п.17 или 18, отличающаяся тем, что затравочная частица содержит микронизированные частицы серы.

20. Композиция по п.18 или 19, отличающаяся тем, что первичный макроэлемент затравочной частицы содержит мочевины, MAP, DAP, микронизированную серу или соединение калия или их смеси.

21. Композиция по любому из пп.17-20, отличающаяся тем, что первичный макроэлемент покровного слоя содержит мочевины, MAP, DAP, микронизированную серу или соединение калия или их смеси.

22. Композиция по п.21, отличающаяся тем, что состав первичных макроэлементов слоя покрытия является таким же, как и состав первичных макроэлементов затравочной частицы.

23. Композиция по п.20, отличающаяся тем, что состав первичных макроэлементов слоя покрытия отличается от состава первичных макроэлементов затравочной частицы.

24. Композиция по любому из пп.17-23, дополнительно содержащая диспергирующий агент в затравочной частице или в покровном слое, или в обоих.

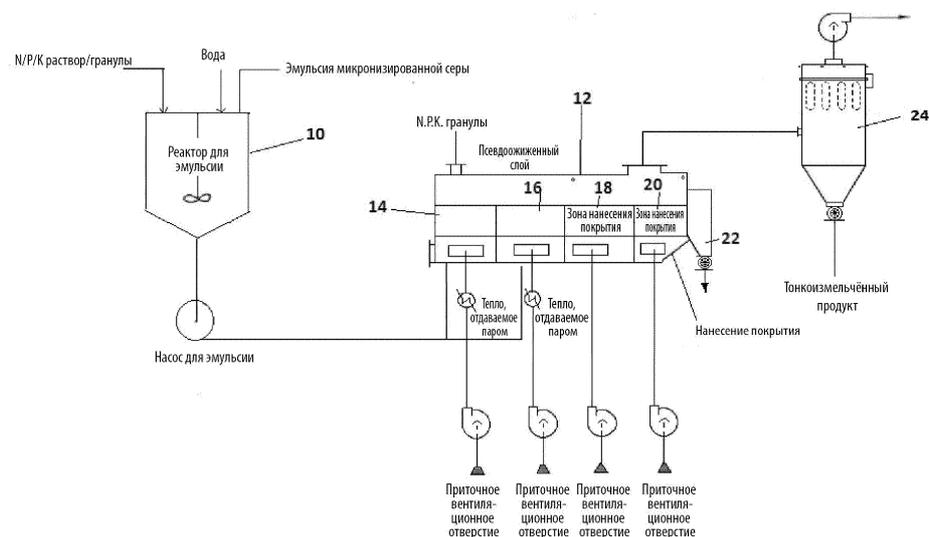
25. Композиция по п.24, отличающаяся тем, что диспергирующий агент содержит анионное, катионное, амфотерное или неионное поверхностно-активное вещество или их смеси.

26. Композиция по любому из пп.17-25, дополнительно содержащая пылеподавляющее покрытие или глазурь.

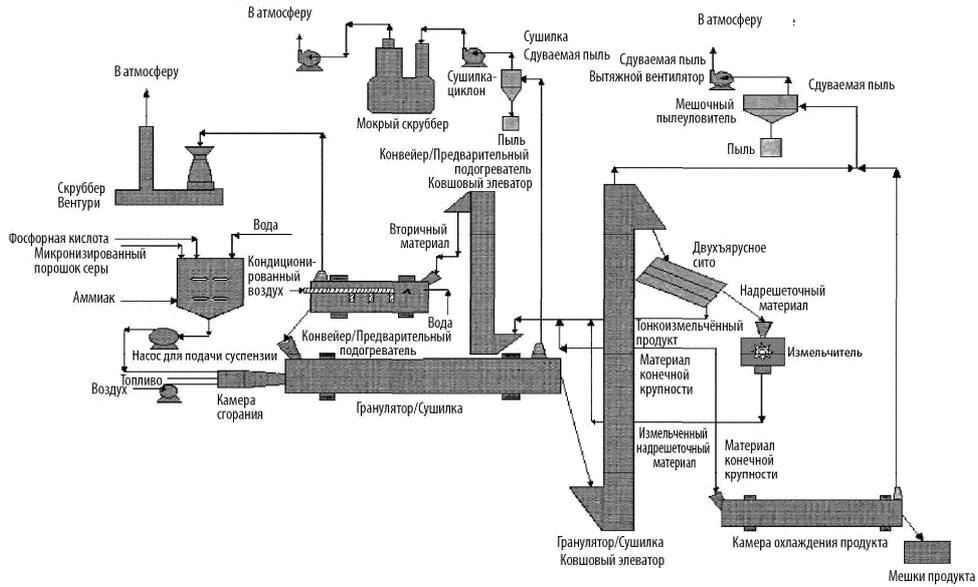
27. Композиция по любому из пп.17-26, дополнительно содержащая микроэлемент в затравочной частице или слое покрытия или в обоих.

28. Композиция по любому из пп.17-27, отличающаяся тем, что микронизированные частицы элементарной серы имеют средний диаметр менее чем около 30 мкм.

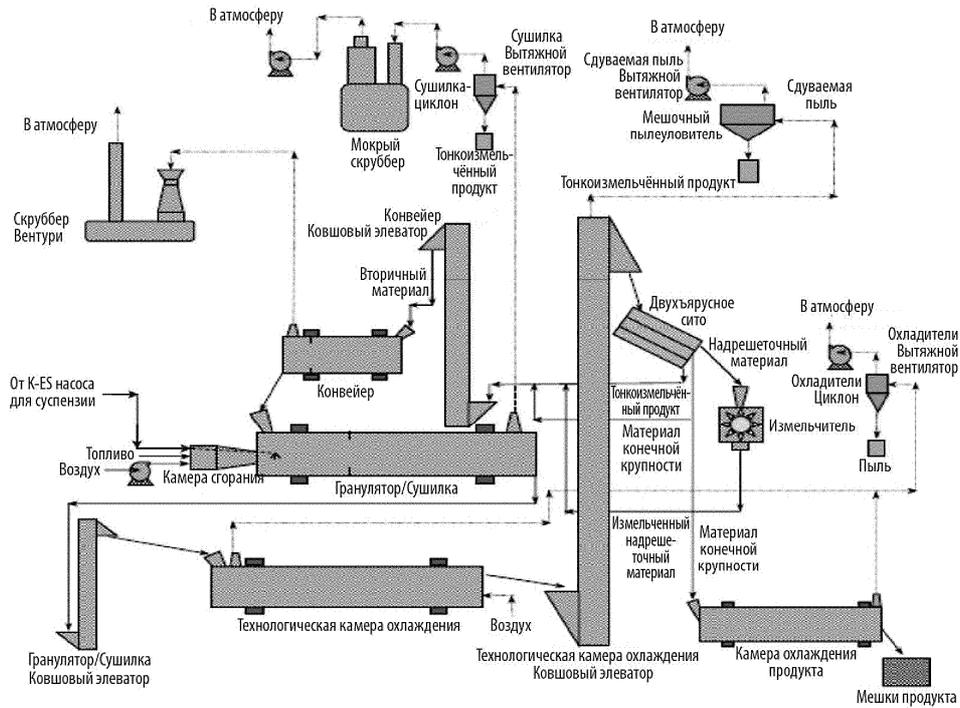
29. Композиция по п.28, отличающаяся тем, что микронизированные частицы элементарной серы имеют средний диаметр менее чем около 10 мкм.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3