

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 21800

(13) С1

(46) 2018.04.30

(51) МПК

*C 05G 1/00* (2006.01)

*C 05B 17/00* (2006.01)

---

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПЛЕКСНОГО УДОБРЕНИЯ

---

(21) Номер заявки: а 20140509

(22) 2014.09.26

(43) 2016.04.30

(71) Заявитель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Дормешкин Олег Борисович; Минаковский Александр Федорович; Шатило Виктория Ивановна; Ларионова Ольга Игоревна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(56) SU 971833, 1982.

ВУ 11557 С1, 2009.

KZ 22171 А4, 2010.

RU 2342350 С1, 2008.

RU 2106329 С1, 1998.

UA 43795 А, 2001.

РАССОХИНА Л.Ю. и др. Вестник Казанского технологического университета. - 2006. - № 3. - С. 85-91.

ГОНЧАРИК И.И. и др. Ресурсо- и энергосберегающие технологии и оборудование, экологически безопасные технологии. Международная научно-техническая конференция. Материалы конференции. - Минск, 2005. - Ч. 1. - С. 26-29.

(57)

Способ получения комплексного удобрения, при котором осуществляют механическую активацию фосфорита до тонины помола 20-100 мкм, смешивают его при температуре 50-90 °С в течение 5-15 мин с насыщенным раствором минеральной соли, выбранной из группы, включающей сульфат аммония, нитрат аммония, мочевины, хлорид аммония и хлорид калия, при соотношении N:P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> или K<sub>2</sub>O:P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, равном (0,3-6,0):1, или с раствором, содержащим две из вышеуказанных солей, одна из которых хлорид калия, при соотношении N:P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>:K<sub>2</sub>O, равном (0,3-6,0):1:(0,3-6,0), после чего полученную суспензию упаривают и подвергают гранулированию и сушке.

Изобретение относится к производству комплексных минеральных удобрений, используемых в сельском хозяйстве.

Известен способ получения комплексных удобрений, заключающийся в разложении фосфатного сырья в азотсодержащем растворе с добавлением калийной соли при сверхтонком измельчении до тонины помола 0,1-0,15 мкм [1].

Недостатками данного способа являются:

нестабильные физико-химические и потребительские характеристики получаемых суспендированных жидких комплексных удобрений, невозможность производства этих удобрений в осенне-зимний период;

высокая энергоемкость процесса (продолжительность активации суспензии - 1-2 ч).

Известен способ получения комплексных удобрений путем механохимического разложения фосфатного сырья в жидкой фазе в присутствии фосфорсодержащих соединений

## ВУ 21800 С1 2018.04.30

с получением активированной суспензии удобрений или гранулированных удобрений. При этом в суспензию перед гранулированием вводят соединения калия [2].

Недостатком способа является необходимость использования дорогостоящих ингредиентов: ортофосфатов калия, натрия, кальция, марганца, меди, кобальта, цинка, железа и алюминия (для увеличения степени перевода  $P_2O_5$  в усвояемую форму); органических аминов (для получения стабильных суспензий), а также большая продолжительность активации суспензии - 1 ч.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения комплексных удобрений путем измельчения фосфоритов, смешения образовавшейся фосфоритной муки с минеральными солями, в качестве которых используют сульфат аммония, взятый в количестве 0,5-1,2 вес. ч. азота на 1 вес. ч. пентаоксида фосфора, который вводят в виде раствора или суспензии до образования суспензии с Ж:Т = (1-3,5):1, которую перед гранулированием выдерживают при перемешивании в течение 0,5-3 ч при 50-90 °С [3].

Недостатками данного способа являются:

невысокое относительное содержание  $P_2O_{5\text{св.}}$  в удобрении (не более 66 %);

высокие затраты энергии для выдержки суспензии перед гранулированием при повышенных температурах (50-90 °С) в течение 0,5-3 ч;

использование в качестве минеральной соли низкоконцентрированного азотного удобрения сульфата аммония, что ограничивает сельскохозяйственные возможности применения готового продукта, кроме того, эта добавка является физиологически кислым удобрением.

Согласно прототипу, относительное содержание  $P_2O_{5\text{св.}}$  не превышает 66 % при соотношении N: $P_2O_5$ , равном (1,2-1,6):1,0. Однако, как показали исследования, выполненные авторами предлагаемого изобретения, введение предварительной стадии механической активации фосфатной составляющей, а также проведение взаимодействия фосфорита с азотсодержащей добавкой при соотношении N: $P_2O_5$ , равном (0,3-6,0):1,0, позволяет повысить относительное содержание  $P_2O_{5\text{св.}}$  до 95 %. Причем для механически активированных фосфоритов этот показатель на 10-20 % выше, чем для неактивированных, что подтверждает целесообразность предварительной стадии механоактивации.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является повышение относительного содержания  $P_2O_{5\text{св.}}$ ; снижение энергозатрат; интенсификация процесса разложения фосфатного сырья; расширение диапазона марок получаемых комплексных удобрений и агрохимических возможностей их использования.

Поставленная задача решается тем, что фосфорит подвергают механической активации до тонины помола 20-100 мкм, смешивают его при температуре 50-90 °С в течение 5-15 мин с насыщенным раствором минеральной соли, выбранной из группы, включающей сульфат аммония, нитрат аммония, мочевины, хлорид аммония и хлорид калия, при соотношении N: $P_2O_5$  или  $K_2O:P_2O_5$ , равном (0,3-6,0):1, или с раствором, содержащим две из вышеуказанных солей, одна из которых хлорид калия, при соотношении N: $P_2O_5:K_2O$ , равном (0,3-6,0):1:(0,3-6,0), после чего полученную суспензию упаривают и подвергают гранулированию и сушке.

Авторами настоящего изобретения в качестве минеральных добавок предлагается использовать помимо сульфата аммония, мочевины, нитрат аммония, хлорид аммония, а также хлорид калия. Данные соединения являются основными азотными и калийными однокомпонентными удобрениями, выпускаемыми современной промышленностью, и широко применяются в производстве комплексных минеральных удобрений. Поэтому их использование позволит значительно расширить ассортимент комплексных удобрений и сельскохозяйственные возможности их использования.

Как указано в прототипе, полученную после смешения с минеральной солью суспензию перед гранулированием выдерживают при перемешивании 0,5-3 ч при температуре

50-90 °С. Проведенные авторами данного изобретения исследования по получению комплексных удобрений путем взаимодействия механически активированных фосфоритов с растворами минеральных солей позволили установить, что проведение взаимодействия механически активированных фосфоритов с насыщенными растворами солей при температуре 50-90 °С в течение 5-15 мин обеспечивает получение продукта с относительным содержанием  $P_2O_{5\text{св}}$  до 95 % (в зависимости от количества вводимой минеральной добавки). Согласно [4], при продолжительности взаимодействия фосфатов с растворами солей более 15 мин при температуре 90-95 °С отмечается процесс ретроградации фосфора.

С целью интенсификации процесса получения комплексного удобрения, за счет снижения времени выдержки суспензии при повышенных температурах, предлагается на стадии измельчения осуществлять процесс механической активации фосфатной составляющей до тонины помола 20-100 мкм. Положительный эффект от введения стадии механической активации обусловлен тем, что в результате такого измельчения происходят глубокие структурные изменения фосфатной составляющей, позволяющие после обработки насыщенными растворами минеральных солей перевести до 95 %  $P_2O_5$  в усвояемую форму.

Сущность предлагаемого способа заключается в следующем.

Фосфоритную муку подвергают механической активации в аппарате планетарного типа или в вибромельнице до тонины помола 20-100 мкм, смешивают его при температуре 50-90 °С с раствором азот- или калийсодержащей минеральной соли при соотношении N: $P_2O_5$  или  $K_2O:P_2O_5$ , равном (0,3-6,0):1, либо с растворами двух солей, одна из которых содержит калий, при соотношении N: $P_2O_5:K_2O$ , равном (0,3-6,0):1:(0,3-6,0), интенсивно перемешивают в течение 5-15 мин до образования однородной суспензии. В качестве минеральной соли используют сульфат аммония, нитрат аммония, мочевины, хлорид аммония, хлорид калия в виде водных растворов, близких к насыщению при 20 °С. Полученную суспензию гранулируют и сушат при температуре не более 90 °С до остаточной влажности не более 1 %. Указанный способ позволяет достичь относительного содержания усвояемой формы  $P_2O_5$  в удобрении до 95 %.

В табл. 1, 2 представлена зависимость относительного содержания усвояемой формы  $P_2O_5$  в удобрениях, полученных на основе Вятско-Камского фосфорита, от количества и соотношения компонентов.

Таблица 1

**Зависимость относительного содержания усвояемой формы  $P_2O_5$  (%) в двухкомпонентных удобрениях от количества вводимых минеральных солей и массового соотношения питательных элементов в исходной смеси**

Массовое соотношение фосфорит:соль	Раствор минеральной соли				
	40 % ( $(NH_4)_2SO_4$ ) (N: $P_2O_5$ )	20 % $NH_4Cl$ (N: $P_2O_5$ )	50 % $NH_4NO_3$ (N: $P_2O_5$ )	50 % $CO(NH_2)_2$ (N: $P_2O_5$ )	20 % $KCl$ ( $K_2O:P_2O_5$ )
Вятско-Камский фосфорит ( $P_2O_{5\text{общ.}} = 22,4$ мас. %; $P_2O_{5\text{св.}} = 7,25$ мас. %)					
2:1	55,00 (0,8:1)	43,95 (1,3:1)	48,93 (1,6:1)	41,59 (2,5:1)	40,23 (3,4:1)
1:1	71,40 (1,3:1)	68,16 (1,7:1)	63,96 (2,4:1)	54,82 (3,8:1)	55,92 (4,9:1)
1:2	86,34 (2,2:1)	83,60 (2,7:1)	80,54 (3,9:1)	69,89 (5,9:1)	66,32 (5,9:1)
1:4	95,12 (4,0:1)	90,47 (5,2:1)	89,72 (6,0:1)	-	-

Таблица 2

**Зависимость относительного содержания усвояемой формы  $P_2O_5$  в трехкомпонентных удобрениях от состава композиций**

Система	Массовое соотношение $N:P_2O_5:K_2O$	Относительное содержание усвояемой формы $P_2O_5$ , %
Вятско-Камский фосфорит+ +KCl+CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	1:1:1	41,16
	1,3:1:1,5	47,62
Вятско-Камский фосфорит+ +KCl+(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1:1:1	65,35
	1,3:1:1,5	66,73
Вятско-Камский фосфорит+KCl +(NH <sub>4</sub> )Cl	1:1:1	37,19
	1,3:1:1,5	38,80

Эффект повышения содержания  $P_2O_{5\text{усв.}}$  в удобрении достигается предварительной механической активацией фосфорита и увеличением количества вводимых минеральных добавок, а также расширением диапазона соотношений  $N:P_2O_5:K_2O$  в исходной смеси.

Эффект сокращения энергозатрат и повышения интенсивности процесса достигается путем введения дополнительной стадии механической активации фосфорита, сокращением времени взаимодействия с минеральными добавками.

Предложенное техническое решение поясняется следующими примерами.

**Пример 1.**

300 г фосфоритной муки Вятско-Камского месторождения ( $P_2O_{5\text{общ.}} = 22,4\%$ ) подвергают механической активации в вибромельнице в течение 5-15 мин до тонины помола 20-100 мкм, смешивают с 750 г 40 %-ного водного раствора сульфата аммония в течение 5-15 мин при соотношении  $N:P_2O_5$ , равном 2,9:1. Образовавшуюся суспензию упаривают и сушат при температуре, не превышающей 90 °С, до остаточной влажности не более 1 %. Полученное удобрение содержит 7,8 %  $P_2O_5$  в лимоннорастворимой форме (относительное содержание усвояемой формы  $P_2O_{5\text{отн.}} = 71,4\%$ ) и 10,2 % азота. Продукт имеет соотношение  $N:P_2O_5$ , равное 1,3:1.

**Пример 2.**

300 г фосфоритной муки Вятско-Камского месторождения ( $P_2O_{5\text{общ.}} = 22,4\%$ ) подвергают механической активации в вибромельнице в течение 5-15 мин до тонины помола 20-100 мкм, смешивают с 300 г 50 %-ного водного раствора сульфата аммония в течение 5-15 мин при соотношении  $N:P_2O_5$ , равном 1,5:1. Образовавшуюся суспензию упаривают и сушат при температуре, не превышающей 90 °С, до остаточной влажности не более 1 %. Полученное удобрение содержит 4,26 %  $P_2O_5$  в лимоннорастворимой форме ( $P_2O_{5\text{отн.}} = 95,12\%$ ) и 16,3 % азота. Продукт имеет соотношение  $N:P_2O_5$ , равное 3,8:1.

**Пример 3.**

300 г фосфоритной муки Вятско-Камского месторождения ( $P_2O_{5\text{общ.}} = 22,4\%$ ) подвергают механической активации в вибромельнице в течение 5-15 мин до тонины помола 20-100 мкм, смешивают с 675 г 40 %-ного водного раствора сульфата аммония и 111 г хлористого калия при соотношении  $N:P_2O_5:K_2O$ , равном 2,6:1:3,2. После интенсивного перемешивания в течение 5-15 мин образовавшуюся суспензию упаривают и сушат при температуре, не превышающей 90 °С. Продукт с остаточной влажностью 1-5 % гранулировали прессованием. Полученное удобрение содержит 7,8 % азота, 6,44 %  $P_2O_5$  в лимоннорастворимой форме ( $P_2O_{5\text{отн.}} = 66,73\%$ ) и 9,95 %  $K_2O$ , а его гранулы обладают статической прочностью 2,0-2,5 МПа. Гигроскопическая точка - 48,0 %. Продукт имеет соотношение  $N:P_2O_5:K_2O$ , равное 1,2:1:1,5.

Положительный эффект предлагаемого изобретения заключается в повышении относительного содержания  $K_2O_{5\text{усв.}}$ ; расширении ассортимента комплексных удобрений и сельскохозяйственных возможностей их использования; снижении энергозатрат; интен-

# ВУ 21800 С1 2018.04.30

сификации процесса получения удобрения; возможности использования низкоконцентрированных фосфатных руд, непригодных для кислотной переработки.

Возможность осуществления технологического процесса согласно заявляемому изобретению подтверждена данными расширенных лабораторных испытаний, проведенных на кафедре технологии неорганических веществ и общей химической технологии БГТУ.

Производство комплексных удобрений по предлагаемому способу может быть налажено на предприятиях по производству минеральных удобрений и иных предприятиях химической отрасли, обладающих измельчительным, смесительным, сушильным и грануляционным оборудованием.

## Источники информации:

1. А.с. СССР 697486, МПК С 05В 11/00, 1979.
2. А.с. СССР 981304, МПК С 05В 17/00, 1982.
3. А.с. СССР 971833, МПК С 05В 17/00, 1982 (прототип).
4. Букколини Н.В. Разработка рациональной технологии гранулированных комплексных удобрений с использованием низкосортных фосфоритов желвакового типа: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. - М., 1998. - 16 с.