

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202392839 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.12.07(51) Int. Cl. C05G 5/12 (2020.01)
C05C 9/00 (2006.01)
C05D 9/00 (2006.01)(22) Дата подачи заявки
2022.04.08

(54) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПРОДУКТА УДОБРЕНИЯ ИЗ МИКРОНИЗИРОВАННОЙ СЕРЫ С МОЧЕВИНОЙ

(31) 63/173,409

(72) Изобретатель:

(32) 2021.04.10

Ийер Сатиш (CA)

(33) US

(86) PCT/CA2022/050548

(74) Представитель:

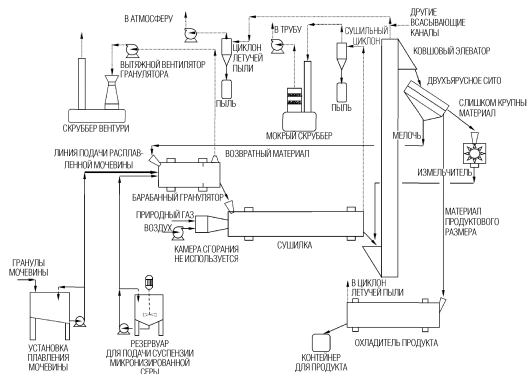
(87) WO 2022/213213 2022.10.13

Медведев В.Н. (RU)

(71) Заявитель:

САЛВАРИС ИНК. (CA)

(57) Описан способ производства продуктов удобрения мочевины и элементарной серы, содержащий приготовление расплавленной мочевины; приготовление водной суспензии микронизированных частиц серы; смешивание расплавленной мочевины с водной суспензией микронизированных частиц серы, причем микронизированные частицы серы по существу остаются в микронизированном твердом состоянии; и распыление смеси расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы в гранулятор, в котором вода выпаривается из смеси, что приводит к образованию серо-мочевинных гранул с равномерным распределением мочевины и микронизированных частиц серы. Также описана композиция удобрения из мочевины и элементарной серы, получаемая этим способом.



202392839

A1

A1

202392839

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

2420-579559EA/030

СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПРОДУКТА УДОБРЕНИЯ ИЗ МИКРОНИЗИРОВАННОЙ СЕРЫ С МОЧЕВИНОЙ

ПЕРЕКРЕСТНАЯ ССЫЛКА НА РОДСТВЕННЫЕ ЗАЯВКИ

[0001] Настоящая заявка испрашивает приоритет американской предварительной патентной заявки № 63/173409, поданной 10 апреля 2021 г., полное содержание которой включено в настоящий документ посредством ссылки.

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

[0002] Настоящее изобретение относится к процессу приготовления композиции микронизированной серы с мочевиной для использования, например, в качестве удобрений.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0003] Мочевина и сера обычно используются в композициях удобрений для обеспечения необходимых питательных веществ для роста растений. Удобрения обычно производятся путем смешивания элементарной серы или микронизированной серы с мочевиной в качестве основного питательного макроэлемента.

[0004] Элементарная сера в удобрении медленно окисляется в почве, поскольку этот процесс зависит от количества и активности микробов. Использование микронизированной серы обычно является желательным, поскольку малый размер частиц серы увеличивает площадь поверхности, доступной для микробной колонизации, что приводит к увеличению скорости окисления.

[0005] Типичный процесс производства серно-мочевинного удобрения включает в себя смешивание расплавленной мочевины с расплавленной элементарной серой и распыление суспензии в гранулятор (вращающийся барабан, лоток или гранулятор с псевдооживленным слоем) для формирования гранул при охлаждении.

[0006] Смешивание расплавленной мочевины с расплавленной элементарной серой обычно приводит к получению удобрений с большими глобулами серы, а не с гомогенным распределением мелкой микронизированной серы в гранулах удобрения.

[0007] Смешивание расплавленной мочевины с твердой микронизированной серой обычно приводит к плавлению частиц серы, разрушению частиц серы небольшого размера и предотвращает гомогенное распределение частиц серы в гранулах удобрения.

[0008] Другие способы включения серы в удобрения включают в себя распыление элементарной серы на внешнюю поверхность гранул мочевины после ее формирования путем грануляции для формирования покрытой серой мочевины, что опять же предотвращает гомогенное распределение серы по гранулам.

[0009] Соответственно, существует потребность в улучшенном способе производства удобрений с мочевиной и микронизированной серой с большей однородностью распределения мелких частиц серы.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0010] В различных аспектах настоящее изобретение предлагает способы

производства гранул из мочевины и микронизированной серы, а также серно-мочевинные композиции удобрений.

[0011] В одном варианте осуществления существует способ производства гранул мочевины и микронизированной серы, содержащий:

а) приготовление и поддержание расплавленной мочевины при подходящей температуре для впрыскивания в гранулятор;

б) приготовление и поддержание суспензии микронизированных частиц серы с содержанием воды не менее 20 мас.%, с относительно однородным распределением микронизированных частиц по размерам, для впрыскивания в гранулятор;

с) перед впрыскиванием в гранулятор объединение суспензии мочевины и микронизированной серы, при этом содержащаяся в суспензии вода охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы, и частицы микронизированной серы по существу остаются в твердом состоянии; и

д) распыление смеси мочевины и микронизированной суспензии серы в гранулятор с использованием форсунки, где приблизительно 20 мас.% воды, содержащейся в смеси карбамида и суспензии микронизированной серы, выпаривается, при этом гранулятор формирует гранулы мочевины и микронизированной серы с относительно однородным распределением мочевины и частиц микронизированной серы.

[0012] Способ может включать в себя объединение мочевины и суспензии микронизированной серы в тройнике перед впрыскиванием в гранулятор. Способ может включать в себя выдерживание расплавленной мочевины при температуре по меньшей мере 135°C перед объединением с суспензией микронизированной серы. Способ может включать в себя поддержание суспензии микронизированной серы при температуре, которая равна по меньшей мере температуре плавления серы, перед объединением с расплавленной мочевиной.

[0013] Микронизированные частицы серы могут иметь средний диаметр менее приблизительно 30 мкм, предпочтительно менее приблизительно 7 мкм, и более предпочтительно менее приблизительно 5 мкм.

[0014] После формирования в грануляторе серно-мочевинные гранулы могут находиться по существу в затвердевшей форме без необходимости использования специального сушильного оборудования. В существующую систему можно добавить некоторое дополнительное тепло для завершения процесса сушки.

[0015] В другом варианте осуществления существует композиция серно-мочевинного удобрения, полученная или получаемая путем:

а) приготовления и поддержания расплавленной мочевины в реакторе для получения мочевины при подходящей температуре для впрыскивания в гранулятор;

б) приготовления и поддержания суспензии микронизированных частиц серы с содержанием воды не менее 20 мас.%, с относительно однородным распределением микронизированных частиц по размерам, для впрыскивания в гранулятор;

с) перед впрыскиванием в гранулятор объединения суспензии мочевины и

микронизированной серы, при этом содержащаяся в суспензии вода охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы, и частицы микронизированной серы по существу остаются в твердом состоянии;

d) распыления смеси мочевины и суспензии микронизированной серы в гранулятор с использованием форсунки, где приблизительно 20 мас.% воды, содержащейся в смеси карбамида и суспензии микронизированной серы, выпаривается, при этом гранулятор формирует гранулы мочевины и микронизированной серы с относительно однородным распределением мочевины и частиц микронизированной серы; и

e) формирования гранул композиции серно-мочевинного удобрения без дополнительной стадии сушки в специализированном сушильном оборудовании, при котором гранулятор формирует серо-мочевинные гранулы с относительно однородным распределением мочевины и микронизированных частиц серы.

[0016] Эти варианты осуществления имеют тенденцию обеспечивать получение серо-мочевинносодержащих удобрений, в которых микронизированные частицы серы имеют желаемый малый размер и относительно гомогенное распределение за счет предотвращения плавления или формирования более крупных глобул серы.

[0017] В этих вариантах осуществления присутствие воды в смеси мочевины и микронизированных частиц серы имеет тенденцию обеспечивать снижение температуры при объединении расплавленной мочевины с суспензией микронизированной серы. Содержание воды имеет тенденцию защищать микронизированные частицы серы в суспензии, а также предотвращает отверждение мочевины при разбавлении, так что когда смесь находится в свободнотекущем жидком состоянии и впрыскивается в гранулятор (например, через сопло), происходит относительно или в целом однородное нанесение на гранулы мочевины и микронизированных частиц серы. Тепло, естественным образом выделяемое в процессе затвердевания мочевины, имеет тенденцию к дальнейшему испарению любой или всей оставшейся воды в смеси мочевины и микронизированных частиц серы, что позволяет устранить потребность в специализированном сушильном оборудовании для сформированных гранул.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

[0018] Вышеописанные и другие аспекты настоящего изобретения станут более очевидными из следующего описания конкретных вариантов его осуществления и сопроводительных чертежей, которые иллюстрируют принципы настоящего изобретения исключительно в качестве примера.

[0019] Фиг. 1 показывает схематическое изображение примерной установки для производства удобрений одного варианта осуществления.

[0020] Фиг. 2 показывает схематическое изображение примерной системы линий подачи мочевины и микронизированной серы для впрыскивания в гранулятор в одном варианте осуществления.

[0021] Фиг. 3 показывает полученную с помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) микрофотографию гранулы мочевины и микронизированной серы,

полученной в соответствии с одним вариантом осуществления, при увеличении 80х, 350х и 500х.

[0022] Фиг. 4 показывает полученную с помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии микрофотографию гранулы мочевины и микронизированной серы, полученной в соответствии с одним вариантом осуществления, при увеличении 80х, 350х и 500х.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ

[0023] Следующее описание и описанные в нем варианты осуществления представлены в качестве иллюстрации примера или примеров конкретных вариантов осуществления принципов настоящего изобретения. Эти примеры представлены с целью объяснения, а не ограничения этих принципов и настоящего изобретения. Следует иметь в виду, что для полного понимания описанных здесь примерных вариантов реализации были предоставлены многочисленные конкретные детали. Однако специалистам в данной области техники будет понятно, что описанные в настоящем документе варианты осуществления могут быть реализованы на практике без этих конкретных деталей. В других случаях хорошо известные способы, процедуры, устройства, оборудование и компоненты не были описаны подробно, чтобы не усложнять описанные в настоящем документе варианты осуществления. Кроме того, это описание не следует рассматривать как ограничивающее каким-либо образом область охвата вариантов осуществления, описанных в настоящем документе, а скорее как простое описание реализации различных описанных в настоящем документе вариантов осуществления.

[0024] Терминология, используемая в настоящем документе, предназначена только для описания конкретных вариантов осуществления, и не является ограничивающей примерные варианты осуществления настоящего изобретения. Термины и фразы, используемые в данном описании, имеют свои обычные значения, которые будут понятны специалисту в данной области техники. Такие обычные значения можно получить, обратившись к техническим словарям, таким как *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 14th Edition*, by R. J. Lewis, John Wiley & Sons, New York, N. Y., 2001.

[0025] Используемые в настоящем документе формы единственного числа включают в себя также и множественное число, если контекст явно не указывает иное.

[0026] Фраза «и/или» должна пониматься как означающая «любой один или оба» из элементов, соединенных этой фразой, то есть элементов, которые в некоторых случаях присутствуют конъюнктивно, а в других случаях присутствуют дизъюнктивно. Таким образом, в качестве неограничивающего примера, ссылка на «А и/или В», когда она используется вместе с открытым выражением, таким как «содержащий», может относиться в одной реализации только к А (опционально включая элементы, отличающиеся от В); в другой реализации только к В (опционально включая элементы, отличающиеся от А); и в еще одной реализации как к А, так и к В (опционально включая другие элементы); и т.д.

[0027] Термин «массовый процент», «мас.%», «процент по весу», а также их вариации относятся к концентрации вещества в виде массы этого вещества, деленной на

общую массу состава, содержащего это вещество, и умноженной на 100.

[0028] Как будет понятно специалистам в данной области техники, все числа, включая те, которые выражают количества реагентов или ингредиентов, такие свойства, как молекулярная масса, условия реакции и т.д., являются приблизительными и понимаются как опционально модифицированные. во всех случаях термином «приблизительно». Эти значения могут варьироваться в зависимости от желаемых свойств, которые стремятся получить специалисты в данной области техники, используя идеи описаний, приведенных в настоящем документе. Также подразумевается, что такие значения по своей сути содержат изменчивость, обязательно возникающую в результате стандартных отклонений, обнаруживаемых в соответствующих тестовых измерениях.

[0029] Термин «приблизительно» может относиться к отклонению $\pm 5\%$, $\pm 10\%$, $\pm 20\%$ или $\pm 25\%$ от указанного значения. Например, «приблизительно 50» процентов в некоторых вариантах осуществления могут варьироваться от 45 до 55 процентов. Для диапазонов целых чисел термин «приблизительно» может включать в себя одно или два целых числа, которые больше и/или меньше указанного целого числа на каждом конце диапазона. Если явно не указано иное в настоящем документе, термин «приблизительно» включает в себя значения и диапазоны, близкие к указанному диапазону, которые эквивалентны с точки зрения функциональности композиции или варианта осуществления.

[0030] Кроме того, подразумевается, что используемые в настоящем документе термины «содержит», «содержащий», «включает» и/или «включающий» определяют наличие заявленных признаков, целых чисел, стадий, операций, элементов и/или компонентов, но не исключают присутствия или добавления одного или нескольких других признаков, целых чисел, стадий, операций, элементов, компонентов и/или их групп.

[0031] Хотя изобретение было описано со ссылкой на некоторые конкретные варианты осуществления, специалистам в данной области техники будут очевидны различные его модификации. Любые примеры, представленные в настоящем документе, включены исключительно с целью иллюстрации изобретения и не предназначены для его ограничения каким-либо образом. Любые чертежи, представленные в настоящем документе, предназначены исключительно для иллюстрации различных аспектов настоящего изобретения и не предназначены для изображения в масштабе или ограничения изобретения каким-либо образом. Область охвата прилагаемой формулы изобретения не должна ограничиваться предпочтительными вариантами осуществления, изложенными в приведенном выше описании, но должна иметь самую широкую интерпретацию, соответствующую настоящему описанию в целом.

[0032] Используемый в настоящем документе термин «материал удобрения» означает любое вещество, которое включает в себя любой из первичных макронутриентов, вторичных макронутриентов или микроэлементов или их комбинаций.

[0033] В одном варианте осуществления существует способ приготовления, содержащий:

- а) приготовление и поддержание расплавленной мочевины при подходящей

температуре для впрыскивания в гранулятор;

b) приготовление и поддержание суспензии микронизированных частиц серы с содержанием воды не менее 20 мас.%, с относительно однородным распределением микронизированных частиц по размерам, для впрыскивания в гранулятор;

c) перед впрыскиванием в гранулятор объединения суспензии мочевины и микронизированной серы, при этом содержащаяся в суспензии вода охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы, и частицы микронизированной серы по существу остаются в твердом состоянии; и

d) распыление смеси мочевины и микронизированной суспензии серы в гранулятор с использованием форсунки, где приблизительно 20 мас.% воды, содержащейся в смеси карбамида и суспензии микронизированной серы, выпаривается, при этом гранулятор формирует гранулы мочевины и микронизированной серы с относительно однородным распределением мочевины и частиц микронизированной серы.

[0034] В некоторых вариантах осуществления способ может включать в себя объединение мочевины и суспензии микронизированной серы в тройнике непосредственно перед распылительным соплом, расположенным внутри гранулятора. Время контакта между этими двумя потоками может быть минимальным, например менее одной секунды, или подходящим временем для того, чтобы предотвратить плавление микронизированных частиц серы при контакте с расплавленной мочевиной или затвердевание потока мочевины в линии подачи питания.

[0035] Количеством времени для объединения расплавленной мочевины и суспензии микронизированной серы можно управлять, изменяя объемную скорость потока каждого из них в линиях подачи к тройнику, а также расположением и расстоянием между тройником и соплом (соплами), распыляющим смесь в грануляторе.

[0036] В некоторых вариантах осуществления расплавленная мочевина может быть приготовлена путем подачи кусочков или гранул мочевины в плавильную установку для мочевины с постоянной скоростью потока. В других вариантах осуществления расплавленная мочевина может поступать из реактора получения мочевины. Плавильная установка или реактор получения мочевины может поддерживать стабильную температуру расплавленной мочевины, предпочтительно по меньшей мере 135°C. Расплавленная мочевина может передаваться из плавильной установки или реактора получения мочевины в гранулятор с использованием центробежного насоса с закрытой крыльчаткой и паровой рубашкой, оснащенного полностью закрытым электродвигателем с вентиляторным охлаждением. Переплавка кусочков или гранул мочевины имеет тенденцию к образованию повышенного количества биурета, который, как правило, является нежелательным соединением в конечном продукте. В таких случаях время пребывания расплавленной мочевины в плавильной установке или реакторе может быть уменьшено, или в расплав мочевины могут быть добавлены агенты, подавляющие образование биурета.

[0037] В некоторых вариантах осуществления расплавленная мочевина может быть получена с использованием коммерческого процесса производства мочевины, который в

основном обеспечивается, не ограничиваясь этим, следующими производителями: Stamicarbon (Нидерланды), Snam Progetti Saipem (Италия), Toyo (Япония) или Urea Casale (Италия) и др. Хотя различные лицензиары коммерческого процесса производства мочевины используют различные способы производства мочевины, окончательная стадия включает в себя производство расплава мочевины, который может быть дополнительно гранулирован для получения желаемого продукта в виде гранулированного удобрения с использованием одного из методов гранулирования, подробно описанных ниже. В некоторых вариантах осуществления расплавленная мочевина или расплав мочевины может поступать непосредственно из установки по производству мочевины без необходимости хранения в резервуаре для мочевины, что приводит к более стабильному содержанию биурета.

[0038] В некоторых одних вариантах осуществления суспензия микронизированных частиц серы с водой может быть приготовлена путем смешивания микронизированной элементарной серы и воды, содержащей диспергирующий агент. Например, микронизированные частицы серы могут быть сформированы таким способом, как описанный в патентах США №№ 8679446 и 9278858 или в патентном документе РСТ/СА2019/051904, полное содержание которых включено в настоящий документ посредством ссылки. Суспензия микронизированных частиц серы с водой может передаваться в гранулятор с использованием винтового насоса объемного действия.

[0039] В некоторых вариантах осуществления до 85 мас.% расплавленной серы добавляются в перегретую воду и поддерживаются выше температуры плавления серы с помощью диспергирующего агента в концентрации приблизительно 0,01-5,0 мас.%. Эта смесь затем перемешивается или взбалтывается для того, чтобы сформировать мелкодисперсную эмульсию серы в воде. Быстрое охлаждение эмульсии за счет снижения давления приводит к затвердеванию серы, которая остается суспендированной в растворе диспергирующего агента, формируя суспензию твердой микронизированной серы в воде. После затвердевания микронизированной серы диспергирующий агент может оставаться в растворе и способствует предотвращению агломерации или агрегации частиц серы. Микронизированная сера в этой суспензии твердого вещества в воде может быть затем использована непосредственно в тройнике и грануляторе или отделена от раствора диспергирующего агента для получения частиц серы, покрытых слоем диспергирующего агента. Эти частицы серы могут быть затем повторно суспендированы, и при необходимости дополнительный раствор диспергирующего агента может быть добавлен и непосредственно использован в виде суспензии микронизированных частиц серы по меньшей мере с 20 мас.% воды для смешивания с расплавленной мочевиной при их впрыскивании в гранулятор.

[0040] Диспергирующий агент может быть соединением нафталинсульфоната, таким как соединение, содержащееся в Morwet®, или карбоксиметилцеллюлозой (СМС), или любым поверхностно-активным веществом, которое помогает удерживать расплавленную серу в высокодисперсном состоянии до затвердевания. Диспергирующий

агент может быть анионным, катионным, амфотерным или неионогенным поверхностно-активным веществом, или их комбинациями. Подходящие анионные поверхностно-активные вещества включают в себя, не ограничиваясь этим, производные лигнина, такие как лигносульфонаты, ароматические сульфонаты и алифатические сульфонаты и их формальдегидные конденсаты и производные, жирные кислоты/карбоксилаты, сульфированные жирные кислоты и фосфатные эфиры алкилфенол-, полиалкилерил- или алкил-алкоксилатов. Подходящие катионные поверхностно-активные вещества включают в себя, не ограничиваясь этим, содержащие азот катионные поверхностно-активные вещества. В одном варианте осуществления диспергирующий агент содержит неионогенное поверхностно-активное вещество. Подходящие неионогенные поверхностно-активные вещества включают в себя, не ограничиваясь этим, алкоксилированные жирные спирты, алкоксилированные жирные кислоты, алкоксилированные эфиры жирных кислот, алкоксилированные жирные амиды, этоксилаты спиртов, этоксилаты нонилфенола, этоксилаты октилфенола, этоксилированные масла семян, этоксилированные минеральные масла, алкоксилированные алкилфенолы, этоксилированные глицериды, этоксилаты касторового масла, а также их смеси.

[0041] На Фиг. 2 показана система подачи расплавленной мочевины и суспензии микронизированной серы, которая обеспечивает их объединение и выпуск через общее распылительное сопло в гранулятор. В некоторых вариантах осуществления на линиях подачи расплавленной мочевины и суспензии микронизированной серы может быть установлен тройник. Один конец тройника может быть соединен с линией подачи водной суспензии микронизированной серы, а другой конец - с линией подачи расплавленной мочевины, при этом выходной конец тройника соединен с одним или более распылительным соплом (соплами) гранулятора. Тройник позволяет расплавленной мочеvine и водной суспензии микронизированных частиц серы смешиваться перед распылением в гранулятор. В других вариантах осуществления могут использоваться другие соединители, такие как, например, Y-образный соединитель или другие соединители и системы для смешивания жидкостей. Тип используемого соединителя и расположение соединителя по отношению к корпусу гранулятора могут быть определены на основе подходящего времени контакта между потоками питания расплавленной мочевины и суспензии микронизированной серы, чтобы предотвратить плавление микронизированных частиц серы после их контакта с расплавленной мочевиной или затвердевание потока мочевины в линии подачи питания.

[0042] Присутствие воды в смеси мочевины и микронизированных частиц серы имеет тенденцию снижать температуру при объединении расплавленной мочевины с суспензией микронизированной серы, и микронизированные частицы серы по существу остаются в твердом состоянии. Содержание воды имеет тенденцию защищать микронизированные частицы серы в суспензии, а также предотвращает отверждение мочевины при разбавлении, так что когда смесь находится в свободнотекущем жидком состоянии и впрыскивается в гранулятор (например, через сопло), происходит

относительно или в целом однородное нанесение на гранулы мочевины и микронизированных частиц серы.

[0043] Смесь мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы можно применять с использованием любого традиционного метода и оборудования для отверждения разбрызгиванием или гранулирования, такого как грануляционная башня, вращающийся барабан, тарельчатый гранулятор, сферонизатор или псевдооживленный слой. Например, оборудование, которое поддерживает постоянно движущийся слой твердых частиц, будет способствовать относительно равномерному нанесению покрытия распылением. В некоторых вариантах осуществления можно использовать гранулятор, такой как вращающийся барабан, тарельчатый гранулятор или гранулятор с псевдооживленным слоем.

[0044] В некоторых вариантах осуществления используется сопло для распыления смеси мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы, так что приблизительно 20 мас.% содержания воды в смеси испаряется во время процесса распыления.

[0045] В некоторых вариантах осуществления смесь мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы может просто капать на слой циркулирующих твердых частиц или выливаться из перфорированного устройства или вращающегося устройства для того, чтобы сформировать свободно падающие под действием силы тяжести капельки внутри высоких башен, таких как башня для отверждения разбрызгиванием.

[0046] В некоторых вариантах осуществления водная суспензия микронизированных частиц серы может отдельно распыляться или капать вместе с расплавленной мочевиной непосредственно на слой циркулирующего твердого слоя гранул, как в случае барабанного гранулятора, без смешивания в линии подачи. Линия подачи водной суспензии микронизированных частиц серы может проходить отдельно рядом с линией подачи расплавленной мочевины для распыления через сопло или простого капания. Затем в слое циркулирующих твердых веществ внутри барабанного гранулятора может происходить смешивание расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы. Существенная теплота кристаллизации мочевины в результате затвердевания мочевины будет передаваться слою циркулирующих твердых веществ, которые затем испаряют воду, присутствующую в суспензии микронизированных частиц серы, с образованием твердых гранул. Быстрый слой циркулирующих твердых веществ может помочь достаточно хорошо перемешать как расплавленную мочевину, так и микронизированные частицы серы для образования по существу однородных гранул. Этот способ дополнительно выгоден, поскольку он может не требовать каких-либо модификаций существующего процесса получения мочевины.

[0047] В случае вращающегося барабанного гранулятора распылительные сопла могут быть расположены ближе к нижней части барабана над слоем циркулирующих твердых гранул. Положение сопла может быть выбрано, чтобы свести унос распыляемого вещества к минимуму, максимизировать испарение воды и способствовать распределению

распыляемого вещества по поверхности так, чтобы оно не было сосредоточено на небольшой площади. Распылительные сопла могут быть ориентированы в любом направлении, что способствует равномерному покрытию смеси мочевины и суспензии микронизированных частиц серы и предотвращает засорение сопел. Барабан может опционально включать в себя перемешивающие лопасти или ребра, способствующие переворачиванию слоя твердых частиц.

[0048] В случае гранулятора с псевдооживленным слоем распылительные сопла могут быть расположены под или внутри слоя материалов удобрения, чтобы избежать или минимизировать их перенос потоком воздуха в пылеуловительную камеру. Более высокие скорости воздуха в псевдооживленном слое приводят к более высокой доле уноса, если сопла расположены вне слоя. Правильная ориентация сопел, например горизонтально с небольшим наклоном вниз, позволяет избежать засорения распределительной пластины и засорения отверстия сопла из-за твердых отложений.

[0049] В некоторых вариантах осуществления микронизированные частицы серы могут иметь средний диаметр менее приблизительно 30 мкм, предпочтительно менее приблизительно 7 мкм, и более предпочтительно менее приблизительно 5 мкм.

[0050] В некоторых вариантах осуществления гранулы мочевины и микронизированной серы не нуждаются в дальнейшей обработке с помощью специального сушильного оборудования, поскольку тепло, выделяющееся в процессе затвердевания мочевины, испаряет остаточное содержание воды, введенной из водной суспензии микронизированных частиц серы. В некоторых вариантах осуществления дополнительное тепло может вводиться в форме горячего воздуха, проходящего в процессе грануляции, чтобы способствовать более быстрому испарению воды. В некоторых вариантах осуществления осушенный воздух можно пропускать через оборудование для грануляции и оборудование для охлаждения гранул продукта, чтобы способствовать эффективному испарению воды из гранул.

[0051] В некоторых вариантах осуществления существует композиция серно-мочевинного удобрения, полученная или получаемая описанными в настоящем документе способами.

Примеры

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

Пример 1 - Схема пилотной установки

[0052] Фиг. 1 показывает схематическое изображение пилотной установки по производству удобрений, реализующей один вариант осуществления настоящего изобретения. В этом примере гранулы мочевины плавятся в установке для плавления мочевины и поддерживаются при температуре по меньшей мере 135°C. Расплавленная мочевина передается из плавильной установки в барабанный гранулятор по линии подачи расплавленной мочевины.

[0053] Микронизированная элементная сера и вода, содержащая 1,25 мас.%

поверхностно-активного вещества, смешиваются и выливаются в резервуар для подачи суспензии микронизированной серы. Гомогенная суспензия перемешивается с помощью электрической мешалки с четырьмя лопастями, двухъярусными крыльчатками и шестеренчатым насосом прямого вытеснения Jabsco® для рециркуляции суспензии в резервуаре. **[0013]** Микронизированные частицы серы имеют средний диаметр предпочтительно менее приблизительно 30 мкм, предпочтительно менее приблизительно 7 мкм, и более предпочтительно менее приблизительно 5 мкм. Водная суспензия микронизированных частиц серы подается в барабанный гранулятор по линии подачи с помощью винтового насоса прямого вытеснения Moyno®.

[0054] Установка грануляции в одном варианте осуществления представляет собой гранулятор вращающегося барабанного типа диаметром около 92 см и длиной около 180 см. Подпорная перегородка высотой 15 см расположена на расстоянии 25,4 см от разгрузочного конца гранулятора. Гранулятор работает под углом наклона 1,5 градуса (°) к горизонтали.

[0055] Газы, отбираемые из гранулятора, обрабатываются в прямоточном скруббере типа Вентури. Очистная система в качестве средства очистки использует воду. Очистная система состоит из скруббера типа Вентури из армированного полиэстера, рециркуляционного уплотнительного бака, центробежного насоса и вентилятора.

[0056] Из барабанного гранулятора гранулированный материал под действием силы тяжести выгружается во вращающуюся сушилку барабанного типа, используемую в качестве проточного охладителя. Проточный охладитель работает с прямоточным воздушным потоком с температурой окружающей среды. Проточный охладитель работает под углом наклона 2,0° к горизонтали.

[0057] Пылеуловитель циклонного типа располагается в канале технологического воздуха между выходом сушилки и вентилятором сушилки. Вытяжной канал вентилятора сушилки соединен с мокрым скруббером. В этой системе очистки в качестве средства очистки используется вода. Система очистки состоит из рециркуляционного бака, насоса рециркуляции жидкости скруббера и вентилятора.

[0058] Ковшовый элеватор используется для перемещения материала из проходного охладителя в наклонную двухъярусную систему просеивания с механической вибрацией. Корпус сита оснащен ситами увеличенного и уменьшенного размера для получения продукта размером от 2,36 мм до 4,00 мм. Негабаритный материал из системы сортировки направляется в цепную мельницу. Измельченный материал, выгружаемый из цепной мельницы, возвращается в систему сортировки. Материал меньшего размера из системы сортировки возвращается (рециркулирует) в гранулятор вместе с контролируемой фракцией материала продуктового размера, когда это необходимо, для обеспечения контроля грануляции. Фракция продуктового размера из системы сортировки передается в охладитель продукта, который работает с прямоточным потоком воздуха, подаваемым в систему сбора летучей пыли. Из охладителя продукта материал определенного размера выгружается в мешки или бункеры.

[0059] Установка оборудуется системой сбора летучей пыли. Эта система состоит из сети всасывающих каналов, соединенных с пылесборником циклонного типа. В пылесборник поступает пыль из элеваторов, сортировочной системы и конвейеров. Центробежный вентилятор выбрасывает воздух в атмосферу.

Пример 2 - Система доставки расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы

[0060] Водная суспензия микронизированных частиц серы передается в барабанный гранулятор по линии подачи питания, сделанной из труб из нержавеющей стали 316 диаметром 1,27 мм. Резервуар подачи суспензии микронизированной серы также содержит байпасную линию для подачи водной суспензии микронизированных частиц серы в резервуар с двухпозиционным клапаном на каждой линии для блокировки потока в любом направлении. Байпасная линия позволяет контролировать расход водной суспензии микронизированных частиц серы и обеспечивает способ измерения объемной скорости потока, поступающего в питающий резервуар, и вычисления по разности объемной скорости потока, поступающего в гранулятор.

[0061] Линия подачи расплавленной мочевины соединена с тройником. Один конец тройника соединен с потоком расплавленной мочевины, отводная линия соединена с потоком водной суспензии микронизированных частиц серы, а другой конец тройника соединен с распылительным соплом, таким как полая конусная распылительная насадка WhirlJet® № 10, которое располагается в 32 см от загрузочной стороны гранулятора и в 35 см от стенки гранулятора. Тройник позволяет расплавленной мочеvine и водной суспензии микронизированных частиц серы смешиваться перед распылением в гранулятор.

Пример 3 - Подача расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы в гранулятор и результаты испытаний

[0062] Подача мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы в гранулятор тестировалась дважды (7-1308 и 7-1309) с использованием условий, представленных ниже в Таблице 1.

Таблица 1. Сводные данные испытаний, полученные в ходе производства гранулированных частиц мочевины и микронизированной серы

Идентификатор теста	7-1308	7-1309
Расчетная производительность, кг/час	344	360
Установка плавления мочевины:		
Потоки питания		
Кусочки мочевины, кг/час	272	308
Условия		
Температура расплавленной мочевины, °C	135	132
Барабанный гранулятор:		
Потоки питания	111,5	80,5
Водная суспензия микронизированных частиц серы, кг/час	310-320	310-320
Расплавленная мочевина, кг/час		
Условия	46	55
Температура слоя, °C	25	26

Идентификатор теста	7-1308	7-1309
Температура возврата, °С	5,6	3,0
Отношение возврата к продукту	20	20
Скорость вращения, об/мин	45	45
Скорость барабана, % от критической скорости		
Сушилка:		
Условия		
Пропускная способность, кг/час	1,826	1,370
Природный газ, кг/час	0,0	0,0
Температура топочной камеры, °С	38	31
Температура материала при выгрузке, °С	30	-
Температура отходящих газов, °С	25	26
Скорость вращения, об/мин	8	10
Скорость барабана, % от критической скорости	18	21
Холодильник продукта:		
Условия		
Температура материала при выгрузке, °С	22	26
Условия окружающей среды:		
Температура (мин/макс), °С	15/19	12/17
Относительная влажность (мин/макс), %	41/55	64/71

Мониторинг общего содержания серы

[0063] Образцы пыли были собраны для обоих тестов 7-1308 и 7-1309 в выпускном канале элеватора сушилки, сушилке и входных каналах циклонов летучей пыли для определения пылевой нагрузки и общего содержания серы в каждом потоке, как показано в Таблице 2. В дополнение к этому, пыль, собранная в нижней части каждого циклона, была взвешена и химически проанализирована. Целью этого анализа было контролировать общее содержание серы во время работы установки и сравнивать его с общим содержанием серы в продукте. Химические анализы и количество пыли, собранной в нижней части каждого циклона, приведены в Таблице 3.

Тест 7-1308

[0064] Водная суспензия микронизированных частиц серы закачивалась в гранулятор на максимальной скорости насоса при закрытом клапане обратной линии; затем расплавленная мочевины закачивалась в гранулятор. Как только распыление в грануляторе стабилизировалось, скорости потока расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы доводились до целевых значений. Два образца распыленной суспензии были собраны и отправлены на химический анализ, который показал общее содержание твердых веществ 9,0 и 9,1 мас.% соответственно. Нижеприведенная Таблица 2 показывает концентрации пыли и серы в различных пробах воздушных потоков. Нижеприведенная Таблица 3 показывает результаты химических анализов и количество пыли, собранной во время теста. Всего было собрано 169 кг пыли, из которых 129 кг - из нижнего потока циклона сушилки и 40 кг - из нижнего потока циклона летучей пыли.

[0065] Во время последних 10 мин теста были испытаны три различных настройки насоса для водной суспензии микронизированных частиц серы при закрытом клапане возвратной линии. Насос устанавливался на скорость 100 об/мин, 50 об/мин и 35 об/мин при поддержании стабильной настройки расплавленной мочевины на уровне 59% шкалы. Примерно через пять минут при каждой настройке скорости отбиралась проба распыленной суспензии расплавленной мочевины и водной суспензии микронизированных частиц серы и отправлялась на химический анализ. Результаты показали, что содержание элементарной серы в образцах составило 24,2, 14,6 и 10,2 мас.% соответственно. На основании этих результатов были выбраны другие скорости потока для теста 7-1309.

Таблица 2. Концентрации пыли в различных отобранных пробах воздушных потоков

№ теста	Положение образца	Содержание пыли в воздухе	Полное содержание серы	Полная концентрация серы в воздушном потоке
		(г/м ³)	(%)	(г/м ³)
7-1308	Элеватор сушилки	4,91	16,34	0,80
	Входное отверстие циклона сушилки	6,67	13,19	0,88
	Входное отверстие циклона летучей пыли	0,80	19,44	0,16
7-1309	Элеватор сушилки	6,37	17,50	1,11
	Входное отверстие циклона сушилки	22,82	8,37	1,91
	Входное отверстие циклона летучей пыли	0,80	16,33	0,13

Таблица 3. Химические анализы и количество пыли, собранной из нижней части циклона

№ теста	Положение	Образец №	Химический анализ ^a (%)			Количество собранной пыли (кг)
			Всего азота	Всего серы	Влага ^b	
7-1308	Сушилка	1	40,3	11,95	0,17	106
		2	38,4	14,62	0,33	23
	Летучая пыль	3	39,8	14,27	0,06	40
7-1309	Сушилка	1	41,8	9,58	0,18	121
		2	42,6	8,67	0,21	387
	Летучая пыль	3	39,3	14,03	0,34	45

^a Химические анализы проводились в соответствии с методами Ассоциации официальных химиков-аналитиков (АОАС), за исключением общего содержания азота и общего содержания серы, которые анализировались с использованием метода Международного центра разработки удобрений (IFDC) в анализаторе горения.

^b Содержание влаги определялось методом вакуум-эксикатора.

Тест 7-1309

[0066] Водная суспензия микронизированных частиц серы закачивалась в гранулятор на скорости насоса 100 об/мин; затем расплавленная мочевины закачивалась в

гранулятор. Скорость закачки водной суспензии микронизированных частиц серы медленно уменьшалась до 45 об/мин, а затем увеличивалась до 50 об/мин, чтобы увеличить концентрацию элементарной серы. Поток расплавленной мочевины также пропорционально увеличивался для достижения целевого содержания 10 мас.% элементарной серы в конечном продукте. Объемная скорость потока расплавленной мочевины колебалась от 310 кг/час до 320 кг/час. Объемная скорость потока водной суспензии микронизированных частиц серы варьировалась от 74,4 кг/час до 87,4 кг/час, где объемная скорость потока рассчитывалась на основе количества водной суспензии микронизированных частиц серы, подаваемой в систему за конкретный период. Вышеприведенная Таблица 2 показывает концентрации пыли и серы в различных пробах воздушных потоков. Вышеприведенная Таблица 3 показывает результаты химических анализов и количество пыли, собранной во время теста. Всего было собрано 553 кг пыли, из которых 508 кг - из нижнего потока циклона сушилки и 45 кг - из нижнего потока циклона летучей пыли.

Химический анализ

[0067] Химические анализы отобранных образцов из каждого теста проводились в соответствии с методами Ассоциации официальных химиков-аналитиков (АОАС). Результаты химических анализов показаны в нижеприведенной Таблице 4. В дополнение к этому, также было определено содержание влаги в образцах из различных технологических потоков, как показано в нижеприведенной Таблице 5.

Таблица 4. Химические анализы образцов, произведенных на установке

№ теста	Образец № ^a	Химический анализ ^b (%)			
		Всего Азот	Всего серы	Биурет	Влага ^c
7-1308	1	35,7	18,1	6,58	2,56
7-1309	1	40,5	11,6	— ^d	1,76
	2	38,1	13,7	4,51	2,43

^a Образец 1 для теста 7-1308 был собран в конце дня, а образцы 1 и 2 для теста 7-1309 были собраны в середине и конце дня соответственно.

^b Химические анализы проводились в соответствии с методами АОАС, за исключением общего содержания азота и общего содержания серы, которые анализировались с использованием метода IFDC в анализаторе горения.

^c Содержание влаги определялось на неизмельченном образце методом вакуумного эксикатора для теста 7-1308. Содержание влаги образцов 1 и 2 теста 7-1309 определялось на неизмельченном образце с использованием метода вакуумной печи и метода вакуумного эксикатора соответственно.

^d Химический анализ не выполнялся.

[0068] Полное содержание серы в образце 1 для теста 7-1308 составило 18,1 мас.%. Для теста 7-1309 полное содержание серы в образце 2 составило 13,7 мас.%.

Таблица 5. Содержание влаги в образцах из различных технологических потоков

№ теста	Образец №	Содержание влаги в различных технологических потоках ^a (%)			
		Рецикл	Гранулятор	Сушилка/Холодильник	Продукт
7-1308	1	— ^b	—	—	—
	2	2,63	3,49	2,67	2,56

7-1309	1	1,28	1,65	1,40	1,76
	2	2,04	2,80	2,45	2,43

^a Содержание влаги в образце 1 для обоих тестов определялось с использованием метода вакуумной печи на неизмельченном образце. Содержание влаги в образце 2 для обоих тестов определялось с использованием метода вакуум-эксикатора на неизмельченном образце. Составные образцы были собраны в течение последнего часа работы.

^b Образцы не собирались.

[0069] Содержание влаги увеличивалось по мере того, как в систему подавалось больше водной суспензии микронизированных частиц серы. Несмотря на содержание влаги выше 1,0 мас.%, продукт казался твердым на ощупь. Измерения, проведенные во время работы установки с помощью анализатора влажности, показали значения влажности на выходе гранулятора в пределах 0,1-1,2 мас.%. Эти значения используются для управления процессом в качестве руководства для настройки переменных процесса. Во время тестов влажность окружающей среды была высокой, что привело к более высокому уровню влаги в продукте.

[0070] Содержание биурета в образцах было высоким из-за времени пребывания расплавленной мочевины в установке для плавления мочевины. Специалисту в данной области техники известно, что содержание биурета быстро возрастает по мере того, как расплав мочевины дольше выдерживается при хранении или в линиях подачи. Образцы гранул мочевины, подаваемых в установку для плавления мочевины, и расплавленная мочевина анализировались на содержание биурета. Все образцы расплавленной мочевины брались за 30 мин до завершения тестов. Содержание биурета в гранулах мочевины составило 0,36 мас.%. Содержание биурета в расплавленной мочеvine из тестов 7-1308 и 7-1309 составило 7,66 и 4,20 мас.% соответственно.

Примеры физических свойств

[0071] Тесты физических свойств проводились на образцах продукта из тестов 7-1308 и 7-1309 в соответствии с Руководством по определению физических свойств удобрений (IFDC R-10). Выбранными определяемыми физическими свойствами были анализ размера методом сухого просеивания (IFDC S-107, процедура 1), прочность гранул на раздавливание (IFDC S-115), стойкость к истиранию (IFDC S-116), критическая относительная влажность (IFDC S-101) и влагопоглощение-проникновение (IFDC S-100). Перед проведением анализа размеров, определения прочности на раздавливание и стойкости к истиранию образцы сушили в конвекционной печи при температуре 80°C до тех пор, пока лаборатория не сообщала о содержании влаги ниже 0,5 мас.%. Все образцы были высушены до содержания влаги 0,0 мас.%. Результаты испытаний физических свойств выбранных продуктов показаны в нижеприведенной Таблице 6.

Таблица 6. Физические свойства продуктов

Физическое свойство	Идентификатор образца	
	Тест 7-1308	Тест 7-1309
Анализ размеров ^a (Совокупный процент остатка на сите)		

4,00 мм	23,0	20,1
3,35 мм	43,0	43,4
2,80 мм	72,8	79,7
2,36 мм	97,4	99,3
2,00 мм	99,6	99,7
1,70 мм	99,7	99,8
Расчетный средний диаметр частицы (SGN)	322	325
Прочность гранул на раздавливание^b (фракция -2,80 +2,36 мм)		
Среднее значение, кг/гранула	2,87	2,34
Диапазон, кг/гранула	1,95-4,45	1,75-3,20
Стойкость к истиранию^c (% ухудшения)	0,77	0,66
Критическая относительная влажность^d (%)	75-80	75-80
Влагопоглощение-проникновение^e (72 час при 30°C и 80% отн.влажности)		
Влагопоглощение, мг/см ²	110,47	142,15
Проникновение влаги, см	3,16	2,49
Влагоемкость, мг/см ³	34,94	59,72
Влагоемкость, %	4,32	7,58
Целостность гранул, влажная	Неудовлетворите льная	Неудовлетворите льная

^a. Определен в соответствии с процедурой (IFDC S-107), описанной в Руководстве для определения физических свойств удобрений (IFDC-R-10).

^b. Определена в соответствии с процедурой (IFDC S-115), описанной в Руководстве для определения физических свойств удобрений (IFDC-R-10).

^c. Определена в соответствии с процедурой (IFDC S-116), описанной в Руководстве для определения физических свойств удобрений (IFDC-R-10).

^d. Определена в соответствии с процедурой (IFDC S-101), описанной в Руководстве для определения физических свойств удобрений (IFDC-R-10).

^e. Определено в соответствии с процедурой (IFDC S-100), описанной в Руководстве для определения физических свойств удобрений (IFDC-R-10).

Анализ размеров

[0072] Анализ размеров продуктов удобрения определяется как диапазон диаметров частиц материала. Обычно он измеряется путем просеивания - процесса разделения смеси частиц по их размерной фракции. Анализ размеров продуктов показывает, что от 76,6% до 79,6% материала имели размеры от 2,00 мм до 4,00 мм для образцов, отобранных в ходе тестов 7-1308 и 7-1309, соответственно. Расчетный средний диаметр частицы (SGN) является диаметром, выраженным в миллиметрах x 100, гранул удобрения, рассчитанным на основе медианы (или средней точки) внутри образца. Это означает, что половина гранул удобрения больше установленного SGN, а половина меньше. SGN определяется путем пропускания удобрения через различные сита и использования количества, удерживаемого каждым ситом. Значения SGN серомочевинных продуктов варьировались от 322 до 325 для образцов тестов 7-1308 и 7-1309, соответственно. SGN зависит от процесса грануляции и размеров сит, используемых в системе просеивания установки грануляции.

Примеры прочности гранул на раздавливание

[0073] Прочность на раздавливание определяется как минимальная сила,

необходимая для раздавливания отдельных частиц. Прочность на раздавливание измеряется путем приложения давления к отдельным гранулам, обычно определенного диапазона размеров (от -2,80 до +2,36 мм), и регистрации давления, необходимого для разрушения каждой гранулы. Прочность гранул на раздавливание полезна для прогнозирования ожидаемых свойств гранулированных удобрений при обращении и хранении, а также для определения пределов давления, которые могут применяться при хранении в мешках и навалом. Прочность на раздавливание микронизированных серо-мочевинных продуктов находилась в диапазоне 2,34-2,87 кг/гранула, как показано выше в Таблице 6. При коммерческом производстве прочность гранул мочевины на раздавливание можно повысить за счет добавления связующего вещества, которое в основном представляет собой химическое вещество на основе формальдегида. Однако гранулы мочевины, которые были закуплены для испытаний, представляли собой мочевины, предназначенную для корма для животных, и не содержали связующего вещества на основе формальдегида. Связующее химическое вещество не добавлялось, поскольку продукт имел достаточную прочность на раздавливание гранул даже в отсутствие связующего химического вещества. При желании добавление химического связующего увеличит прочность гранул на раздавливание.

Стойкость к истиранию

[0074] Стойкость к истиранию представляет собой устойчивость к образованию пыли и мелких частиц, а также к разрушению гранул в результате контакта гранулы с гранулой и гранулы с оборудованием во время обработки. Стойкость к истиранию определяется путем измерения процентного содержания пыли и мелких частиц (процента разложения), образующихся при подвергании образца абразивному воздействию. Значения стойкости к истиранию для микронизированных серо-мочевинных продуктов варьировались от 0,66% до 0,77% разложения в тестах 7-1309 и 7-1308, соответственно, как показано выше в Таблице 6.

Критическая относительная влажность

[0075] Критическая относительная влажность (CRH) определяется как относительная влажность атмосферы, при которой материал поглощает влагу из атмосферы и ниже которой он не поглощает влагу из атмосферы. CRH для продуктов из тестов 7-1308 и 7-1309 составляла 75-80%, как показано выше в Таблице 6. На значения CRH не влияет присутствие микронизированной серы.

Влагопоглощение-проникновение

[0076] Гигроскопичность представляет собой степень, в которой материал поглощает влагу из атмосферы. Гигроскопичность удобрений важна при рассмотрении условий хранения насыпной кучи, а также сыпучести материала при транспортировке и внесении в поле. Материалы удобрений различаются по своей способности противостоять физическому разрушению (намачиванию и размягчению) при воздействии влажной атмосферы. Даже материалы с приблизительно одинаковыми CRH часто ведут себя по-разному из-за различий во «влагоудерживающей способности»; следовательно, одного

только определения CRH недостаточно для определения гигроскопичности удобрения.

[0077] Гигроскопичность удобрений сравнивается путем воздействия различных периодов влажности на образцы, содержащиеся в полностью заполненных стеклянных чашках с открытым верхом. Испытания на гигроскопичность состоят из определения: (1) влагопоглощения, которое является скоростью поглощения влаги на единицу открытой поверхности; (2) проникновения влаги, которое является глубиной проникновения влаги (видимое намокание материала); (3) влагоудерживающей способности, которая представляет собой количество влаги, которое отдельные частицы удобрения поглотят, прежде чем влага будет передана за счет капиллярного действия соседним частицам; и (4) целостности смоченных гранул, которая определяется качественно путем обработки верхнего поверхностного слоя образца после того, как он подвергся воздействию влажной атмосферы. Целостность гранул затем оценивается как превосходная, хорошая, удовлетворительная или плохая. Целостность гранул представляет собой качественное наблюдение, основанное на прочности верхнего поверхностного слоя гранул после воздействия в течение 72 час. Оценка «превосходная» указывает на отсутствие признаков деградации, а «хорошая» - на незначительную деградацию материала. Оценка «удовлетворительно» означает, что материал деградировал, но твердая сердцевина осталась. Оценка «плохо» означает, что материал больше не сохраняет свою первоначальную форму.

[0078] Все значения влагопоглощения-проникновения для микронизированных продуктов мочевины из тестов 7-1308 и 7-1309 показаны выше в Таблице 6. Значения влагопоглощения для серо-мочевинных продуктов находились в диапазоне 110,47-142,15 мг/см². Глубина проникновения влаги серо-мочевинных продуктов находилась в диапазоне 2,49-3,16 см. Влагоудерживающая способность гранулированных серо-мочевинных продуктов составила 33,76-59,72 мг/см³. Целостность смоченных гранул для всех продуктов была плохой.

Микрофотографии со сканирующего электронного микроскопа (SEM) и энергодисперсионная рентгеновская визуализация (EDX) гранул

[0079] В соответствии с примерным вариантом осуществления гранулированные образцы случайным образом отбирались и осторожно разрезались пополам с помощью стерильного хирургического лезвия. Каждая гранула индивидуально разрезалась на плоскую половину и закреплялась на держателе образца с помощью углеродной ленты. Затем образцы были покрыты тонким слоем (10-15 нм) золота, чтобы уменьшить заряд образца и улучшить качество изображения. Затем образцы с покрытием помещались в держатель образцов прибора SEM для анализа при увеличениях 80x, 350x и 500x, как показано на Фиг. 3. Визуализация EDX серы в комбинации с визуализацией SEM также была получена при увеличениях 80x, 350x и 500x, как показано на Фиг. 4. В этом примере все области/поля зрения гранулы выбирались случайным образом, чтобы предотвратить фиксацию на определенной области, а также предотвратить ухудшение качества образца с течением времени. Микрофотографии SEM и SEM/EDX показывают, что

микронизированные частицы серы равномерно распределены по грануле мочевины, что иллюстрируется частицами серы, которые показаны белым/светло-серым цветом на Фиг. 3 и 4.

[0080] Хотя вышеизложенное изобретение было описано довольно подробно в целях ясности и понимания, специалистам в данной области техники, как только они ознакомятся с этим раскрытием, будет понятно, что различные изменения в форме и деталях могут быть сделаны, не отступая от истинной области охвата настоящего изобретения, указанной в прилагаемой формуле изобретения. Таким образом, настоящее изобретение не должно ограничиваться точными компонентами или деталями методологии или конструкции, изложенными выше. За исключением тех случаев, когда это необходимо или присуще самим процессам, никакой конкретный порядок этапов или стадий способов или процессов, описанных в настоящем раскрытии, включая чертежи, не предполагается и не подразумевается. Во многих случаях порядок стадий процесса может быть изменен без изменения цели, эффекта или значения описанных способов.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

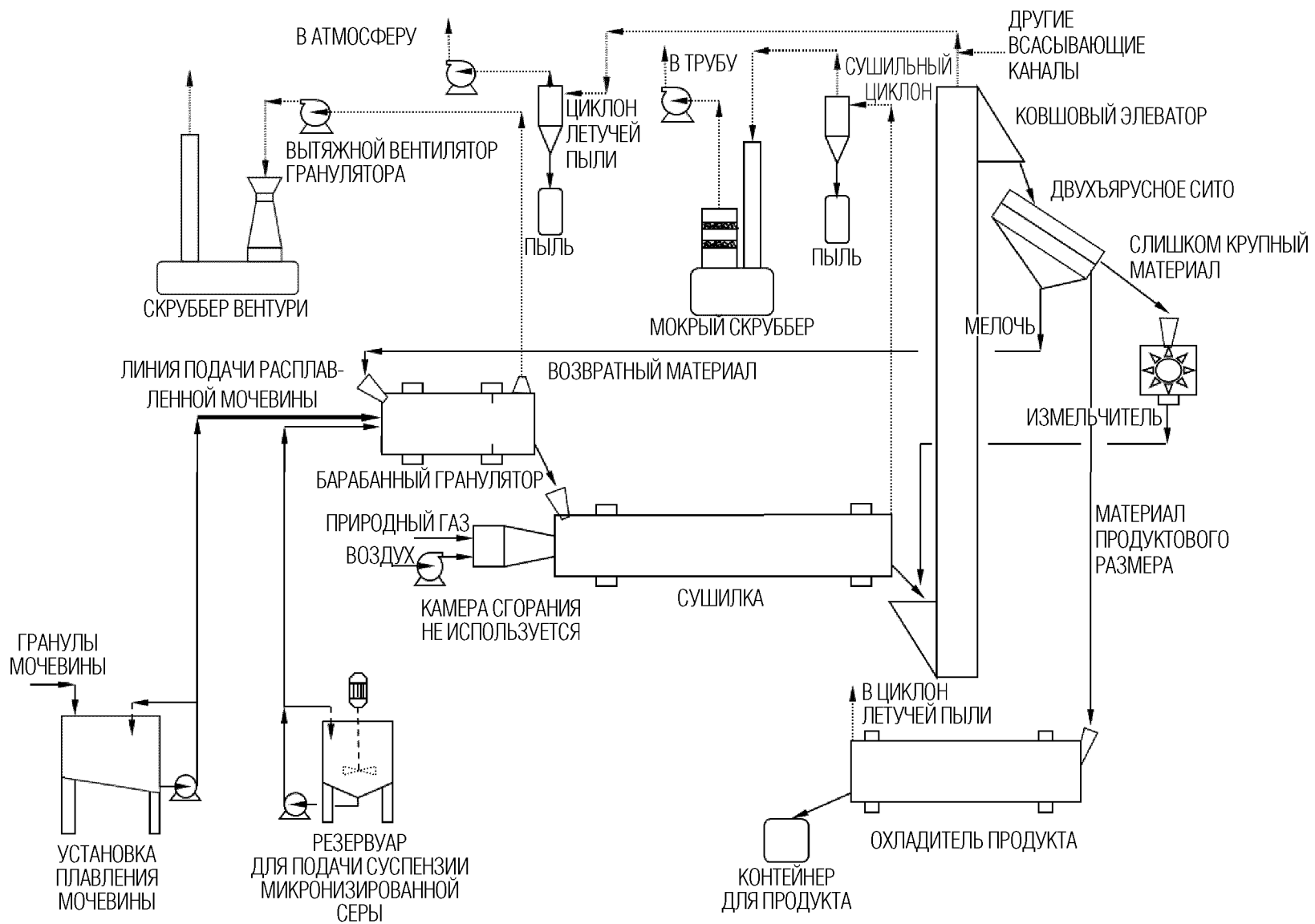
1. Способ производства гранул серномочевинного удобрения, содержащий стадии:
 - a) приготовления и поддержание расплавленной мочевины при подходящей температуре для впрыскивания в гранулятор;
 - b) приготовления и поддержания суспензии микронизированных частиц серы с содержанием воды не менее 20 мас.%, с относительно однородным распределением микронизированных частиц по размерам, для впрыскивания в гранулятор;
 - c) перед впрыскиванием в гранулятор объединение суспензии мочевины и микронизированной серы, при этом содержащаяся в суспензии вода охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы, и частицы микронизированной серы по существу остаются в твердом состоянии; и
 - d) распыление смеси мочевины и суспензии микронизированной серы в гранулятор с использованием форсунки, где приблизительно 20 мас.% воды, содержащейся в смеси карбамида и суспензии микронизированной серы, выпаривается, при этом гранулятор формирует гранулы мочевины и микронизированной серы с относительно однородным распределением мочевины и частиц микронизированной серы.
2. Способ по п. 1, в котором мочевина и суспензия микронизированной серы объединяются в тройнике возле входа в гранулятор.
3. Способ по п. 2, в котором содержание воды в суспензии микронизированной серы охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы без отверждения мочевины.
4. Способ по п. 3, в котором мочевина поддерживается при температуре по меньшей мере 135°C перед ее объединением с суспензией микронизированной серы.
5. Способ по п. 4, в котором приготовление и поддержание мочевины осуществляются в реакторе получения мочевины, связанного по текучей среде с тройником.
6. Способ по п. 5, в котором частицы микронизированной серы имеют средний диаметр меньше чем приблизительно 30 мкм.
7. Способ по п. 6, в котором частицы микронизированной серы имеют средний диаметр меньше чем приблизительно 7 мкм.
8. Способ по п. 7, в котором частицы микронизированной серы имеют средний диаметр меньше чем приблизительно 5 мкм.
9. Способ по п. 8, в котором гранулы серномочевинного удобрения производятся без дополнительной стадии сушки в специализированном сушильном оборудовании.
10. Композиция серномочевинного удобрения, получаемая путем:
 - a) приготовления и поддержания расплавленной мочевины при подходящей температуре для впрыскивания в гранулятор;
 - b) приготовления и поддержания суспензии микронизированных частиц серы с содержанием воды не менее 20 мас.%, с относительно однородным распределением микронизированных частиц по размерам, для впрыскивания в гранулятор;

с) перед впрыскиванием в гранулятор объединения суспензии мочевины и микронизированной серы, при этом содержащаяся в суспензии вода охлаждает смесь мочевины и суспензии микронизированной серы, и частицы микронизированной серы по существу остаются в твердом состоянии;

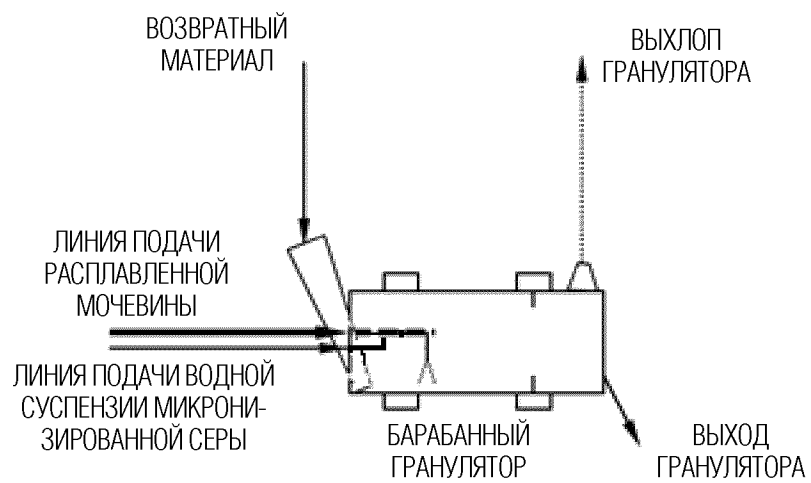
d) распыления смеси мочевины и суспензии микронизированной серы в гранулятор с использованием форсунки, где приблизительно 20 мас.% воды, содержащейся в смеси карбамида и суспензии микронизированной серы, выпаривается, при этом гранулятор формирует гранулы мочевины и микронизированной серы с относительно однородным распределением мочевины и частиц микронизированной серы; и

e) формирования гранул композиции серно-мочевинного удобрения без дополнительной стадии сушки в специализированном сушильном оборудовании, при котором гранулятор формирует серо-мочевинные гранулы с относительно однородным распределением мочевины и микронизированных частиц серы.

По доверенности

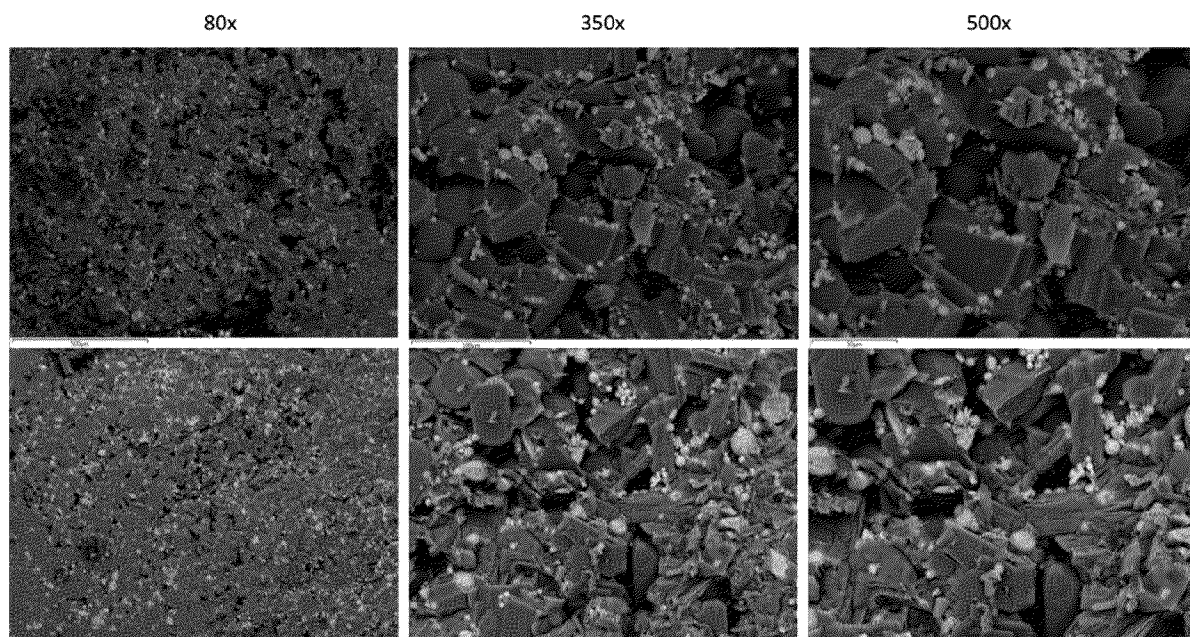


ФИГ. 1



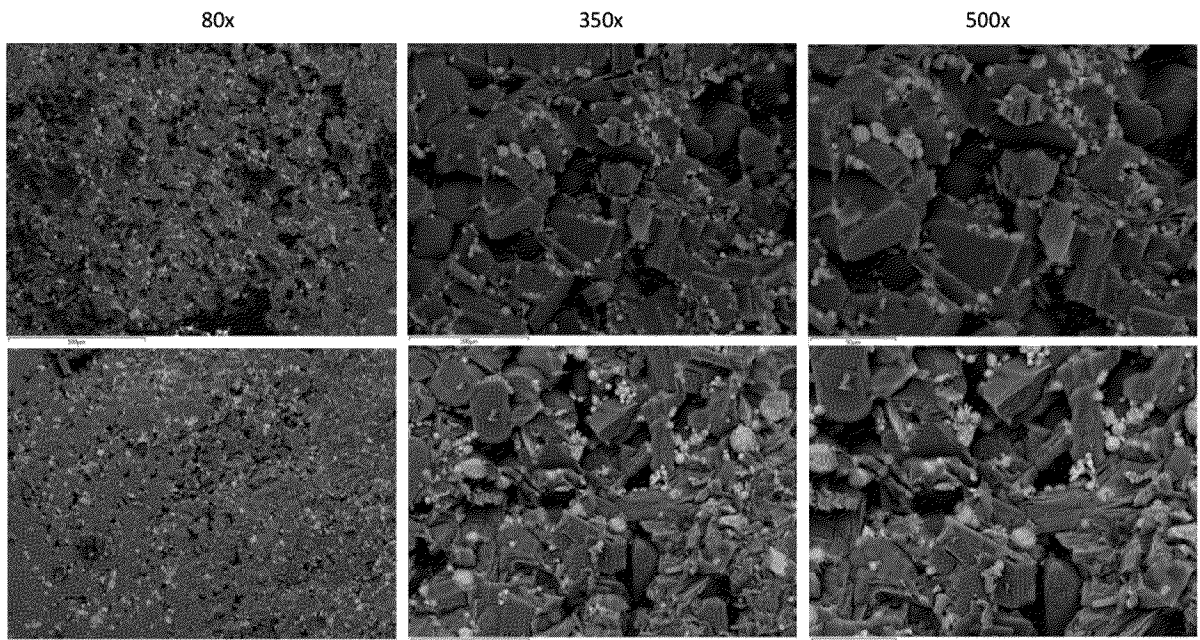
ФИГ. 2

3/4



ФИГ. 3

4/4



ФИГ. 4