

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **202490208**

(13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
**2024.04.12**

(22) Дата подачи заявки  
**2022.08.24**

(51) Int. Cl. **C05B 1/02** (2006.01)  
**C05B 1/04** (2006.01)  
**C05B 1/06** (2006.01)  
**C05B 1/10** (2006.01)  
**C05B 11/08** (2006.01)  
**C05B 11/10** (2006.01)  
**C05B 19/00** (2006.01)  
**C05B 19/02** (2006.01)  
**C05G 5/12** (2020.01)  
**C05G 5/40** (2020.01)  
**C05B 7/00** (2006.01)  
**C05D 9/00** (2006.01)  
**C05D 9/02** (2006.01)

(54) **КОГЕРЕНТНЫЕ ДИСПЕРГИРОВАННЫЕ ГРАНУЛЫ И СПОСОБЫ ОБРАЗОВАНИЯ КОГЕРЕНТНЫХ ДИСПЕРГИРОВАННЫХ ГРАНУЛ**

(31) **63/236,853**

(32) **2021.08.25**

(33) **US**

(86) **PCT/US2022/041364**

(87) **WO 2023/028134 2023.03.02**

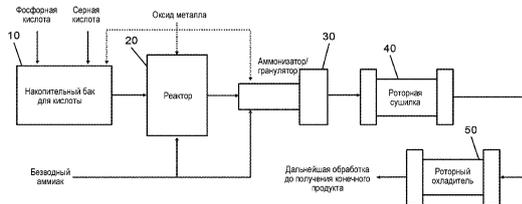
(88) **2023.04.20**

(71) Заявитель:  
**ФОСФОЛЮШНЗ ИНК. (US)**

(72) Изобретатель:  
**Айзексон Кайл Дж., Вальц Аарон,  
Свишер Хантер Р. (US)**

(74) Представитель:  
**Билык А.В., Поликарпов А.В.,  
Соколова М.В., Путинцев А.И.,  
Черкас Д.А., Игнатьев А.В., Дмитриев  
А.В., Бельтюкова М.В. (RU)**

(57) Раскрыты когерентные диспергируемые гранулы, включающие по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, причем по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы. Раскрыты способы образования когерентных диспергируемых гранул, включающие совместную агломерацию по меньшей мере одного из фосфата аммония, суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата и частиц оксида металла в роторном барабанном аммонизаторе-грануляторе или грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул и сушку когерентных диспергируемых гранул.



**A1**

**202490208**

**202490208**

**A1**

## КОГЕРЕНТНЫЕ ДИСПЕРГИРОВАННЫЕ ГРАНУЛЫ И СПОСОБЫ ОБРАЗОВАНИЯ КОГЕРЕНТНЫХ ДИСПЕРГИРОВАННЫХ ГРАНУЛ

### РОДСТВЕННЫЕ ЗАЯВКИ

**[0001]** Данная заявка испрашивает и приоритет предварительной заявки на патент США № 63/236853, поданной 25 августа 2021 г., под названием «Когерентные диспергируемые гранулы и способ образования когерентных диспергируемых гранул», которая включена в настоящий документ посредством ссылки во всей своей полноте.

### ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

**[0002]** Данная заявка направлена на когерентные диспергируемые гранулы и способы образования когерентных диспергируемых гранул. В частности, данная заявка направлена на когерентные диспергируемые гранулы, имеющие отдельные домены оксидов металлов и фосфатные домены, сцепленные между собой, а также способы образования когерентных диспергируемых гранул, включая введение добавок на основе оксидов металлов в способы грануляции.

### УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

**[0003]** Фосфор является ключевым питательным веществом для роста растений. Хорошо известно, что материалы на основе оксидов металлов способствуют адсорбции и селективной, медленной десорбции ортофосфатов в почвах, уменьшая сток фосфора, одновременно обеспечивая растениям достаточное количество питательных веществ. Оксид металла, используемый в настоящее время в полевых условиях, используется в качестве удобрения для почвы, которое адсорбирует фосфор, который позже вносится в почву.

**[0004]** Во всем мире 90% производимой фосфорной кислоты используется в той или иной степени в качестве удобрения (38% диаммонийфосфата («ДАФ»), 29% моноаммонийфосфата («МАФ»), 8% тройного суперфосфата («ТСФ»), 15% других удобрений, такие как простой суперфосфат («ПСФ»)). В Соединенных Штатах использование МАФ превышает использование ДАФ, и его рыночная доля увеличивается. Почти вся фосфорная кислота для применения в качестве удобрений производится в рамках многостадийного процесса, который включает добычу фосфоритной руды, обогащение и обработку концентрированной серной кислотой. После производства фосфорной кислоты подходящей чистоты фосфорную кислоту можно подвергнуть множеству других технологических процессов для производства жидких удобрений, твердых удобрений, кормов для животных и многого другого.

**[0005]** Несмотря на то, что производственные процессы различаются для каждого типа

твердых удобрений (например, МАФ, ДАФ, гранулированный ТСФ и гранулированный ПСФ), существуют также некоторые сходства в процессах. Например, с установками аммиачно-грануляционного производства фосфатов (тех, которые производят МАФ и ДАФ) единственным существенным отличием является соотношение ввода аммиака к фосфорной кислоте. В противном случае все оборудование и инструменты для производства МАФ и ДАФ могут оставаться практически одинаковыми в обоих процессах. Несмотря на то, что производственные процессы также могут различаться в зависимости от региона, основной процесс в значительной степени стандартизирован во всей отрасли. Действительно, большинство всех установок аммиачно-грануляционного производства в США используют определенный тип вращающегося барабанного смесителя, который был разработан и запатентован Управление ресурсами бассейна Теннесси («TVA»), включающий либо стадию предварительной нейтрализации, либо трубчатый поперечный реактор. Базовый аммонизатор-гранулятор с вращающимся барабаном оснащен вращающимся цилиндром с открытым концом, в котором находится вращающийся слой переработанных твердых веществ.

**[0006]** В принятом TVA процессе аммонизации-грануляции фосфорную кислоту смешивают с около 93% серной кислоты в накопительном баке для кислоты (см. фиг. 1). Затем смешанные кислоты подают в футерованный кислотный реактор, где они частично нейтрализуются жидким или газообразным безводным аммиаком. Около 70% масс. всего аммиака вводят в данный корпус реактора с образованием суспензии фосфата аммония и около 22% масс. воды, которая транспортируется во вращающийся барабанный аммонизатор-гранулятор и распределяется по слою. Остальные около 30% масс. аммиака барботируют из-под суспензии. Агломерация происходит во вращающемся барабане и завершается в сушилке. Влажные гранулы затем проходят через ротационную сушилку, а затем их доводят до температуры окружающей среды в охладителе.

**[0007]** Напротив, большую часть гранулированного ТСФ производят посредством способа грануляции Дорра-Оливера (см. фиг. 3), который включает фосфорную кислоту с контролируемой кислотностью и измельченную фосфатную руду, подаваемую в реактор, а измельченную породу и суспензию фосфорной кислоты подают в гранулятор, а затем сушат, как правило, непрерывным способом. Гранулированный ПСФ проходит аналогичный процесс; однако измельченный фосфоритный порошок вступает в реакцию с серной кислотой вместо фосфорной кислоты.

**[0008]** Для повышения эффективности адсорбции фосфора оксидом металла была разработана сложная агломерированная диспергируемая гранула, в которой мелкие

частицы оксида металла, а также мелкие МАФ, ДАФ, гранулированный ТСФ и/или гранулированный ПСФ агломерированы в одну гранулу. Данный способ требует начальной обработки оксида металла, начальной обработки МАФ, ДАФ, гранулированного ТСФ и/или гранулированного ПСФ и последующей агломерации/совместной грануляции всех компонентов. Данный способ агломерации также ограничивает размер и прочность получаемых гранул.

**[0009]** Диспергируемые гранулы и способ получения диспергируемых гранул не ухудшаются вследствие вышеописанных ограничений.

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

**[0010]** В одном иллюстративном варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, причем по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.

**[0011]** В другом иллюстративном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул включает размещение фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты в накопительном баке для кислоты, реакцию фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты с аммиаком в реакционном сосуде с образованием фосфата аммония, введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония, совместную агломерацию фосфата аммония и частиц оксида металла во вращающемся барабанном аммонизаторе-грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул и сушку когерентных диспергируемых гранул. Когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.

**[0012]** В другом иллюстративном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул включает смешивание измельченного фосфоритного сырья и по меньшей мере одного из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты в реакторе, реакцию измельченного фосфоритного сырья по меньшей мере с одним из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты в реакторе с образованием по меньшей мере одного из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата, с

введением частиц оксида металла в присутствии по меньшей мере одного из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата, совместной агломерацией по меньшей мере одной из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата и частиц оксида металла в роторном барабанном грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул и сушку когерентных диспергируемых гранул. Когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один суперфосфатный или нитрофосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.

**[0013]** В другом иллюстративном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул включает плавление по меньшей мере одного кислого фосфата из твердой формы в жидкую форму, введение частиц оксида металла в присутствие по меньшей мере одного кислого фосфата, совместную агломерацию по меньшей мере одного кислого фосфата и частиц оксида металла в роторном барабанном грануляторе с вращающимся барабаном с образованием когерентных диспергируемых гранул и сушки когерентных диспергируемых гранул. Когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

**[0014]** Данные и другие признаки, аспекты и преимущества настоящего изобретения станут более понятными при прочтении следующего подробного описания со ссылкой на прилагаемые графические материалы, в которых подобные обозначения представляют собой подобные элементы во всех графических материалах, при этом

**[0015]** Фиг. 1 представляет собой схему получения МАФ и ДАФ из фосфорной кислоты при использовании стадии предварительной нейтрализации, известной и используемой в настоящее время.

**[0016]** Фиг. 2 представляет собой схему производства когерентных диспергируемых гранул согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0017]** Фиг. 3 представляет собой схему производства гранулированного ТСФ и гранулированного ПСФ по меньшей мере из одной из фосфорной кислоты или серной кислоты и фосфоритной руды, известных и используемых в настоящее время. Схема

производства нитрофосфата будет идентична, за исключением замены серной или фосфорной кислоты азотной кислотой.

**[0018]** Фиг. 4 представляет собой схему производства когерентных диспергируемых гранул согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0019]** Фиг. 5 представляет собой схематический вид в поперечном разрезе когерентной диспергируемой гранулы согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0020]** Фиг. 6 представляет собой график сравнения прогнозируемого и фактического доступного  $P_2O_5$  в когерентных диспергируемых гранулах согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0021]** Фиг. 7 представляет собой график сравнения общего содержания азота в когерентных диспергируемых гранулах (прогнозируемого и фактического) согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0022]** Фиг. 8 представляет собой график, коррелирующий содержание оксида алюминия с использованием аммиака при производстве когерентных диспергируемых гранул согласно варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0023]** Фиг. 9 представляет собой график зависимости содержания глинозема от снижения содержания азота в когерентных диспергируемых гранулах, в соответствии с одним из вариантов осуществления настоящего изобретения.

**[0024]** Фиг. 10 представляет собой график, соотносящий места связывания глинозема с адсорбированным фосфатом в когерентных диспергируемых гранулах, в соответствии с одним из вариантов осуществления настоящего изобретения.

**[0025]** Фиг. 11 представляет собой график зависимости растворимости  $P_2O_5$  в воде от содержания глинозема в когерентных диспергируемых гранулах в соответствии с одним из вариантов осуществления настоящего изобретения.

**[0026]** Фиг. 12 представляет собой график, соотносящий полученные гранулы с содержанием глинозема при производстве когерентных диспергируемых гранул в соответствии с одним из вариантов осуществления настоящего изобретения.

**[0027]** Фиг. 13 представляет собой график, коррелирующий вязкость суспензии с содержанием оксида алюминия при образовании когерентных диспергируемых гранул согласно одному варианту осуществления настоящего изобретения.

**[0028]** По возможности на всех графических материалах используются одинаковые номера для обозначения одних и тех же элементов.

## ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

**[0029]** В данном документе раскрыты когерентные диспергируемые гранулы 1 и

способы образования когерентных диспергируемых гранул 1, имеющих частицы оксида металла и частицы фосфата, присутствующие в виде отдельных доменов. Включение частиц оксида металла непосредственно в процесс производства МАФ, ДАФ, гранулированного ПСФ, гранулированного ТСФ и/или нитрофосфата позволяет получить сложную гранулу при сокращении количества отдельных стадий производства. Варианты осуществления настоящего изобретения, в отличие от гранул и способов, не имеющих одного или более признаков, раскрытых в настоящем документе, имеют большую эффективность производства, большую прочность гранул на раздавливание, меньшую межгранулярную изменчивость массового соотношения оксид металла:фосфат, улучшенное взаимодействие между оксидом металла и фосфорными доменами, улучшенную площадь поверхности и активность оксида металла, пониженное содержание влаги, большую гигроскопичность или их комбинации. Частицы оксида металла могут служить центрами кристаллизации для образования когерентных гранул, что приводит к улучшению поверхностного контакта между фосфатными доменами 3 и доменами оксида металла 2 и снижению вариабельности отношения оксид металла:фосфат между отдельными гранулами. Можно использовать меньшее количество связующего, увеличивая долю оксида металла и фосфора в одной грануле. Содержание влаги в гранулах может уменьшиться, и гранулы могут проявлять большую гигроскопическую стабильность.

**[0030]** В контексте данного документа термин «около» указывает на отклонение до 10 % от измененного таким образом значения. Все значения, измененные с использованием слова «около», также предназначены для передачи немодифицированного значения в качестве альтернативы, так что «около 10 мкм», в качестве примера, раскрывает как диапазон 9-11 мкм, так и конкретно 10 мкм.

**[0031]** В настоящем документе «когерентные» диспергируемые гранулы отличаются от «агломерированных» диспергируемых гранул тем, что «агломерированные» относятся к гранулам, образованным посредством механического агломерирования по меньшей мере двух типов предварительно образованных частиц вместе, тогда как «когерентный» относится к гранулам, образованным посредством агломерации одного типа предварительно образованной частицы со вторым доменом материала, который образуется одновременно. Структурные различия между когерентными диспергируемыми гранулами 1 и агломерированными диспергируемыми гранулами включают без ограничения большую прочность гранул на раздавливание, улучшенную стойкость к истиранию, пониженное содержание влаги, большую гигроскопическую стабильность, меньшую межгранулярную изменчивость массового отношения оксид металла:фосфат, большую площадь поверхности

контакта между доменами оксида металла 2 и фосфатными доменами 3, что приводит к более плотному сцеплению, увеличению площади поверхности оксида металла, уменьшению включения связующего, большей степени смешения доменов или их комбинации.

**[0032]** В одном варианте способы образования когерентных диспергируемых гранул 1 включают способы аммонизации-грануляции с фосфорной кислотой и необязательно серной кислотой, процессы грануляции с фосфорной кислотой и необязательно с серной кислотой или другие способы грануляции с жидким кислым фосфатом, расплавленным из твердого состояния.

**[0033]** Ссылаясь на Фиг. 2, в одном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул 1 включает размещение фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты в накопительном баке 10 для кислоты, реакцию фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты с аммиаком в реакционном сосуде 20 с образованием фосфата аммония, введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония, совместную агломерацию фосфата аммония и частиц оксида металла в аммонизаторе-грануляторе 30 с образованием когерентных дисперсных гранул 1, и сушка когерентных дисперсных гранул 1, причем по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один домен фосфата 3 присутствуют в когерентных дисперсных гранулах 1 в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе.

**[0034]** Ссылаясь на Фиг. 4, в одном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул 1 включает смешивание по меньшей мере одной из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты и измельченной фосфатной породы в реакторе 20, подачу суспензии в гранулятор 30, введение частиц оксида металла в присутствии агломерирующего суперфосфата или нитрофосфата, совместную агломерацию суперфосфата или нитрофосфата и частиц оксида металла в грануляторе 30 с образованием когерентных дисперсных гранул 1, и сушка когерентных дисперсных гранул 1, причем по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один домен фосфата 3 присутствуют в когерентных дисперсных гранулах 1 в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе.

**[0035]** В одном варианте осуществления способ образования когерентных диспергируемых гранул 1 включает плавление по меньшей мере одного кислого фосфата из твердой формы в жидкую форму, введение частиц оксида металла в присутствии по меньшей мере одного кислого фосфата, совместную агломерацию по меньшей мере одного кислого фосфата и частиц оксида металла в роторном барабанном грануляторе 30 для

образования когерентных диспергируемых гранул 1 и сушку когерентных диспергируемых гранул 1. Когерентные диспергируемые гранулы 1 включают по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один домен фосфата 3, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах 1 в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы 1 имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы. По меньшей мере один кислый фосфат может представлять собой без ограничения моноаммонийный фосфат, диаммонийный фосфат или их комбинации. Плавление по меньшей мере одного кислого фосфата и совместная агломерация по меньшей мере одного кислого фосфата и частиц оксида металла может включать любой подходящий процесс, включая без ограничения процесс паровой грануляции.

**[0036]** Оксид металла в по меньшей мере одном домене оксида металла 2 и частицах оксида металла может быть любым подходящим оксидом металла, включая, но не ограничиваясь этим, оксид алюминия,  $\alpha$ -глинозем,  $\beta$ -глинозем,  $\gamma$ -глинозем,  $\delta$ -глинозем, боксит, бокситовый остаток (также называемый красным шламом, красным шламом, бокситовыми хвостами или остатками переработки глинозема), квасцовый шлам, тригидрат глинозема, моногидрат глинозема, бемит, псевдобемит, гиббсит, оксид железа, гематит, маггемит, магнетит, гетит, гидроксид железа, оксид кальция, гидроксид кальция, оксид меди, оксид магния, оксид марганца, диоксид марганца, оксид никеля, диоксид кремния и оксид цинка, или их комбинации. Под термином «оксид металла» в данном документе понимают гидраты оксидов металлов и гидроксиды оксидов металлов.

**[0037]** Введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония может включать предварительное смешивание частиц оксида металла с фосфорной кислотой перед взаимодействием фосфорной кислоты с аммиаком, добавление частиц оксида металла в накопительный бак 10 для кислоты, добавление частиц оксида металла в реакционный сосуд 20, добавляя частицы оксида металла во вращающийся барабанный аммонизатор-гранулятор 30, или любую их комбинацию. В одном варианте осуществления частицы оксида металла поддерживаются в диапазоне pH от около 1,5 до около 7,5 с момента введения посредством когерентной агломерации, в качестве альтернативы от около 1,5 до 2,5, в качестве альтернативы от около 2 до 3, в качестве альтернативы от около 2,5 до около 3,5, в качестве альтернативы от около 3 до 4, в качестве альтернативы от около 3,5 до 4,5, в качестве альтернативы от около 4 до 5, в качестве альтернативы от около 4,5 до 5,5, в качестве альтернативы от около 5 до 6, в качестве альтернативы от около 5,5 до 6,5, в качестве альтернативы от около 6 до 7, в качестве альтернативы от около 6,5 до 7,5 или

любой поддиапазон или их комбинация .

**[0038]** В одном варианте осуществления реакционный сосуд 20 представляет собой реактор с поперечным трубчатым соединением. Введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония может включать подачу оксида металла через реактор с поперечным трубчатым соединением.

**[0039]** Сушка когерентных диспергируемых гранул 1 может включать сушку когерентных диспергируемых гранул 1 во вращающейся сушилке 40. Дополнительные частицы оксидов металлов можно вводить во вращающуюся сушилку 40 для сушки и дальнейшей агломерации с когерентными диспергируемыми гранулами 1.

**[0040]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут иметь более высокую прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул, чем сравнительные агломерированные диспергируемые гранулы, образованные посредством агломерации частиц оксида металла с предварительно образованными частицами фосфата. В одном варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы 1 имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 5,5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 6 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 6,5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 7 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 7,5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 8 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 8,5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 9 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 9,5 фунтов силы, в качестве альтернативы по меньшей мере 10 фунтов силы.

**[0041]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут иметь меньшую изменчивость межгранулярного массового отношения оксид металла:фосфат, чем сравнительные агломерированные диспергируемые гранулы, образованные посредством агломерации частиц оксида металла с предварительно образованными частицами фосфата, в качестве альтернативы на 5% меньшую изменчивость массового отношения оксид металла:фосфат, в качестве альтернативы на 10% меньше, в качестве альтернативы на 15% меньше, в качестве альтернативы на 20% меньше, в качестве альтернативы на 25% меньше. В одном варианте когерентные диспергируемые гранулы 1 имеют межгранулярную изменчивость массового соотношения оксид металла:фосфат  $\pm 40\%$ , в качестве альтернативы  $\pm 35\%$ , в качестве альтернативы  $\pm 30\%$ , в качестве альтернативы  $\pm 25\%$ , в качестве альтернативы  $\pm 20\%$ , в качестве альтернативы  $\pm 15\%$ . В контексте данного документа межгранулярную изменчивость измеряют относительно меньшего компонента оксида металла и фосфата, в

соответствии с измерением среднего значения по всем когерентным диспергируемым гранулам 1, например, если среднее массовое отношение оксид металла:фосфат составляет 50:50 с межгранулярной изменчивостью  $\pm 40\%$ , массовое отношение оксид металла:фосфат может составлять от 30:70 до 70:30. В качестве дополнительного пояснения, если среднее массовое отношение оксид металла:фосфат составляет 25:75 с межгранулярностью  $\pm 40\%$ , массовое отношение оксид металла:фосфат может находиться в диапазоне от 15:85 до 35:65.

**[0042]** Структурные различия между «когерентными диспергируемыми гранулами» и «агломерированными диспергируемыми гранулами» включают без ограничения большую прочность гранул на раздавливание, улучшенную устойчивость к истиранию, пониженное содержание влаги, большую гигроскопичность, меньшую межгранулярную изменчивость массового отношения оксид металла:фосфат, большую площадь поверхности контакта между оксидом металла и фосфатными доменами 3, более плотное сцепление между оксидом металла и фосфатными доменами 3, повышенную площадь поверхности оксида металла, уменьшенное включение связующего, большую степень смешения доменов или их комбинации.

**[0043]** На Фиг. 5 показано, что в одном варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы 1 включают по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один фосфатный домен 3, причем по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один фосфатный домен 3 присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах 1 в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе. По меньшей мере один домен оксида металла 2 может включать без ограничения активированный домен оксида металла 2, такой как без ограничения активированный оксид алюминия. По меньшей мере один фосфатный домен 3 может включать без ограничения МАФ, ДАФ, гранулированный ТСФ, гранулированный ПСФ или их комбинации.

**[0044]** По меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один фосфатный домен 3 могут быть межгранулярно гомогенно или гетерогенно распределены в когерентных диспергируемых гранулах 1. По меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один фосфатный домен 3 могут быть межгранулярно гомогенно или гетерогенно распределены в когерентных диспергируемых гранулах 1.

**[0045]** В одном варианте осуществления каждый из по меньшей мере одного домена оксида металла 2 по меньшей мере на 50% окружен по меньшей мере одним фосфатом, в качестве альтернативы по меньшей мере на 60% окружен, в качестве альтернативы по меньшей мере на 70% окружен, в качестве альтернативы по меньшей мере на 80% окружен,

в качестве альтернативы на по меньшей мере 90% окружен, в качестве альтернативы по меньшей мере 95% окружен, в качестве альтернативы по меньшей мере 99% окружен, в качестве альтернативы полностью окружен.

**[0046]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут иметь любое подходящее массовое отношение оксида алюминия к фосфату, включая без ограничения массовое соотношение от 10:1 до 1:10, в качестве альтернативы от 8:1 до 1:8, в качестве альтернативы от 7:1 до 1:7, в качестве альтернативы от 6:1 до 1:6, в качестве альтернативы от 5:1 до 1:5, в качестве альтернативы от 4:1 до 1:4, в качестве альтернативы от 3:1 до 1:3, в качестве альтернативы от 2:1 до 1:2, в качестве альтернативы от 3:1 до 1:1, в качестве альтернативы от 1:1 до 1:3, в качестве альтернативы около 2:1, в качестве альтернативы около 1:1, в качестве альтернативы около 1:2, или любой их поддиапазон или комбинацию данных диапазонов.

**[0047]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут дополнительно включать по меньшей мере одно из водорастворимого связующего, суспендирующего средства или эмульгатора. В одном варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы 1 включают 1-40% масс. водорастворимого связующего, в качестве альтернативы 5-35%, в качестве альтернативы 5-15%, в качестве альтернативы 10-20%, в качестве альтернативы 15-25%, в качестве альтернативы 20-30%, в качестве альтернативы 25-35% или любой их поддиапазон или комбинацию. Подходящие водорастворимые связующие включают без ограничения лигносульфонат кальция, лигносульфонат аммония или их комбинации. Подходящие суспендирующие агенты включают, но не ограничиваются ими, полисахариды, неорганические соли, карбомеры или их комбинации. Подходящие эмульгаторы включают без ограничения растительные производные, например, аравийскую камедь, трагакант, агар, пектин, каррагинан или лецитин, производные животного происхождения, например, желатин, ланолин или холестерин, полусинтетические вещества, например, метилцеллюлозу или карбоксиметилцеллюлозу, синтетические вещества, например, хлорид бензалкония, хлорид бензетония, щелочные мыла (включая олеат натрия или калия), аминные мыла (включая стеарат триэтаноламина), моющие средства (включая лаурилсульфат натрия, диоктилсульфосукцинат натрия или докузат натрия), сложные эфиры сорбитана, полиоксиэтиленовые производные сложных эфиров сорбитана, сложные эфиры глицерина или их комбинации. В другом варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы 1 не содержат водорастворимых связующих, суспендирующих средств, эмульгирующих средств, любых двух из вышеперечисленных, или всех из вышеперечисленных.

**[0048]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут дополнительно включать по меньшей мере один дополнительный домен, присутствующий в виде отдельного домена. Подходящие дополнительные домены включают без ограничения по меньшей мере один домен питательного вещества, по меньшей мере один домен пестицида, по меньшей мере один домен биологической добавки или их комбинации. По меньшей мере один дополнительный домен может быть когерентно агломерирован по меньшей мере с одним доменом оксида металла 2 и по меньшей мере одним фосфатным доменом 3 в когерентных диспергируемых гранулах 1, по меньшей мере один дополнительный домен может быть агломерирован с когерентно агломерированным по меньшей мере одним оксидным доменом металла 2 и по меньшей мере одним фосфатным доменом 3, по меньшей мере один дополнительный домен может быть нанесен на когерентно агломерированные по меньшей мере один домен оксида металла 2 и по меньшей мере один фосфатный домен 3, по меньшей мере один дополнительный домен может быть смешан с когерентными диспергируемыми гранулами 1, или их комбинации. В качестве неограничивающего примера, в одном варианте осуществления когерентная диспергируемая гранула 1 может включать по меньшей мере один домен питательного вещества, когерентно агломерированный по меньшей мере с одним доменом оксида металла 2 и по меньшей мере с одним фосфатным доменом 3, по меньшей мере один домен пестицида, агломерированный с когерентно агломерированным по меньшей мере одним питательным доменом, по меньшей мере одним доменом оксида металла 2 и по меньшей мере одним доменом фосфата 3, и по меньшей мере домен биологической добавки, покрытый по меньшей мере одним доменом пестицида, агломерированным с когерентно агломерированным по меньшей мере одним питательным доменом, по меньшей мере одним доменом оксида металла 2 и по меньшей мере одним фосфатным доменом 3.

**[0049]** Подходящий по меньшей мере один питательный домен включает без ограничения по меньшей мере одну добавку, выбранную из группы, состоящей из биодоступных видов молибдена, селена, цинка, меди, кобальта, железа, никеля, марганца, ванадия, кальция, калия, серы, хлора, кремния, магния, натрия, азота, бора и их комбинаций. Биодоступные разновидности вышеупомянутых питательных веществ включают без ограничения  $\text{MoO}_2^-$ ,  $\text{SeO}_2^-$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{ZnCl}^-$ ,  $\text{CuCO}_3$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{NiCl}^+$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{MnCl}^+$ ,  $\text{HVO}_4^{2-}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SiOH}_4$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  и  $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ .

**[0050]** Подходящие пестициды включают без ограничения гербициды, инсектициды, фунгициды, нематоциды или их комбинации. Подходящие гербициды включают без ограничения сульфонилмочевины, ингибиторы HPPD, хлорацетамиды, ингибиторы PPO,

фенилмочевину, триазины или их комбинации. Подходящие инсектициды включают без ограничения органофосфаты, карбамиды, пиретрины, неоникотиноиды, спинозины, индоксикарб, диамины или их комбинации. Подходящие фунгициды включают без ограничения стробилурины, пиримидины, триазолы, дикарбоксимиды или их комбинации. Подходящие нематоциды включают без ограничения авермектин, карбаматы, органофосфаты или их комбинации.

**[0051]** Подходящий домен по меньшей мере одной биологической добавки включает без ограничения по меньшей мере одну добавку, выбранную из группы, состоящей из гуминов, фульвиков, живых микробов, микробных метаболитов, растительных экстрактов, экзогенных растительных гормонов и их комбинаций. Можно использовать любые подходящие варианты составов, содержащих гуминовые или фульвовые кислоты, или любые материалы, полученные из органических веществ и содержащие многочисленные виды гуминовых и/или фульвовых кислот. Бактерии могут включать без ограничения виды *Rhodopseudomonas*, виды *Bacillus*, виды *Pseudomonas*, виды *Saccharomyces*, виды *Aspergillus*, виды *Candida*, виды *Streptococcus*, виды *Lactobacillus* или их комбинации. Экстракты растений могут включать, но не ограничиваются ими, фитогормоны, хинолы, пластохиноны, флавоноиды, метаболиты, стимулирующие рост растений, или их комбинации. Экзогенные растительные гормоны могут включать без ограничения IDAA, гиббереллин, абсцизовую кислоту, ауксины, жасмонаты, брассиностероиды, цитокинины, салициловую кислоту или их комбинации.

**[0052]** Частицы оксида металла, составляющие домен оксида металла 2, могут иметь любой подходящий размер. В одном варианте осуществления для поддержания адсорбционной способности фосфатов и оптимизации размера частиц оксида металла для проникновения в почвенный профиль при поверхностном нанесении предпочтительный размер частиц оксида металла составляет меньше около 300 мкм, в качестве альтернативы меньше около 150 мкм, в качестве альтернативы меньше около 100 мкм, в качестве альтернативы меньше около 75 мкм, в качестве альтернативы меньше около 50 мкм, в качестве альтернативы меньше около 25 мкм или меньше, или находится в пределах любого их поддиапазона или комбинации.

**[0053]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут дополнительно включать минеральные частицы. Минеральные частицы могут быть когерентно агломерированы в когерентные диспергируемые гранулы 1, агломерированы с когерентными диспергируемыми гранулами 1 или смешаны с когерентными диспергируемыми гранулами 1.

**[0054]** В одном варианте осуществления когерентные диспергируемые гранулы 1 включают 5-80% масс. домена оксида металла 2, 10-95% домена фосфата 3 и необязательно 1-50% водорастворимого связующего, в качестве альтернативы 30-40% домена оксида металла 2, 30-40% фосфатного домена 3 и 20-40% водорастворимого связующего, в качестве альтернативы 35% домена оксида металла 2, 35% фосфатного домена 3 и 30% водорастворимого связующего. В другом воплощении когерентные диспергируемые гранулы 1 включают 5-70% масс. оксида металла 2, 10-70% фосфатного домена 3, до 50% водорастворимого связующего и до 20% поверхностно-активных веществ и эмульгаторов вместе взятых, в качестве альтернативы состоят из 5-50% масс. домена оксида металла 2, 10-50% фосфатного домена 3, до 50% водорастворимого связующего и до 5% поверхностно-активных веществ и эмульгаторов вместе взятых.

**[0055]** Когерентные диспергируемые гранулы 1 могут иметь любой подходящий размер (измеряемый по диаметру на основе медианы в образце). Подходящий размер для когерентных диспергируемых гранул 1 может включать без ограничения от около 0,4 мм до около 4,0 мм, в качестве альтернативы от около 0,4 мм до около 1,2 мм, в качестве альтернативы от около 0,9 мм до около 1,5 мм, в качестве альтернативы от около 1,2 мм до около 1,8 мм, в качестве альтернативы от около 1,5 мм до около 2,1 мм, в качестве альтернативы от около 1,8 мм до около 2,4 мм, в качестве альтернативы от около 2,1 мм до около 2,7 мм, в качестве альтернативы от около 2,4 мм до около 3,0 мм, в качестве альтернативы от около 2,7 мм до около 3,3 мм, в качестве альтернативы около 3,0 мм до около 3,6 мм, в качестве альтернативы от около 3,3 мм до около 4,0 мм, в качестве альтернативы около 0,4 мм, в качестве альтернативы около 0,5 мм, в качестве альтернативы около 0,6 мм, в качестве альтернативы около 0,7 мм, в качестве альтернативы около 0,8 мм, в качестве альтернативы около 0,9 мм, в качестве альтернативы около 1,0 мм, в качестве альтернативы около 1,1 мм, в качестве альтернативы около 1,2 мм, в качестве альтернативы около 1,3 мм, в качестве альтернативы около 1,4 мм, в качестве альтернативы около 1,5 мм, в качестве альтернативы около 1,6 мм, в качестве альтернативы около 1,7 мм, в качестве альтернативы около 1,8 мм, в качестве альтернативы около 1,9 мм, в качестве альтернативы около 2,0 мм, в качестве альтернативы около 2,1 мм, в качестве альтернативы около 2,2 мм, в качестве альтернативы около 2,3 мм, в качестве альтернативы около 2,4 мм, в качестве альтернативы около 2,5 мм, в качестве альтернативы около 2,6 мм, в качестве альтернативы около 2,7 мм, в качестве альтернативы около 2,8 мм, в качестве альтернативы около 2,9 мм, в качестве альтернативы около 3,0 мм, в качестве альтернативы около 3,1 мм, в качестве альтернативы около 3,2 мм, в качестве альтернативы около 3,3 мм, в качестве альтернативы

около 3,4 мм, в качестве альтернативы около 3,5 мм, в качестве альтернативы около 3,6 мм, в качестве альтернативы около 3,7 мм, в качестве альтернативы около 3,8 мм, в качестве альтернативы около 3,9 мм, в качестве альтернативы около 4,0 мм, в качестве альтернативы более чем около 4,0 мм или любой их поддиапазон или комбинацию. В одном не ограничивающем примере для травы на полях для гольфа можно применять когерентные диспергируемые гранулы 1 размером от около 0,5 мм до около 0,8 мм. В другом неограничивающем примере для кукурузы можно применять когерентные диспергируемые гранулы 1 посредством разбросного внесения слоем около 2,4 мм. В третьем неограничивающем примере для любой культуры при машинном внесении посредством полосного вспахивания можно применять когерентные диспергируемые гранулы 1 размером около 1,5 мм. В одном варианте осуществления, например, для внесения в виде суспензии, агломерированные диспергируемые гранулы 1 микронизированы и имеют размер частиц менее около 200 мкм, в качестве альтернативы менее около 150 мкм, в качестве альтернативы менее около 100 мкм, в качестве альтернативы менее около 75 мкм, в качестве альтернативы менее около 1 мкм, в качестве альтернативы менее около 1 мкм, в качестве альтернативы менее около 50 мкм, в качестве альтернативы менее около 25 мкм, в качестве альтернативы менее около 10 мкм, в качестве альтернативы менее около 5 мкм, в качестве альтернативы менее около 2 мкм, в качестве альтернативы менее около 1 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,75 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,5 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,25 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,1 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,05 мкм, в качестве альтернативы менее около 0,01 мкм при измерении по наибольшему размеру частиц.

## ПРИМЕРЫ

**[0056]** Примеры получали посредством стандартного способа производства гранулированного моноаммонийфосфата, при котором фосфорную кислоту помещали в накопительный бак 10 для кислоты, а затем обеспечивали ее реакцию с аммиаком в реакторе 20 с образованием моноаммонийфосфата. В некоторых опытах процесс проводили с использованием установки с предварительным нейтрализатором, в других – с использованием трубчатого поперечного реактора. Все подачи материала контролировали и применяли для расчета отношения материалов. Оксид алюминия смешивали с рециркулирующим сырьем и подавали в гранулятор 30 в требуемых отношениях, за исключением двух опытов, в которых оксид алюминия подавали непосредственно в емкость предварительного нейтрализатора и гранулировали как часть суспензии, подаваемой в гранулятор 30.

**[0057]** Вязкость определяли с использованием аналогового вискозиметра Brookfield Ametek, модели LVT.

**[0058]** Все образцы продукции, собранные в конце каждого периода испытаний, анализировали на содержание общего азота, общего  $P_2O_5$ , растворимого в воде  $P_2O_5$ , растворимого в цитрате  $P_2O_5$ , оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ), общей серы и влажности. Все химические анализы проводили в соответствии со способами AOAC International, за исключением общего азота, который определяли с использованием анализатора горения. Содержание влаги определяли с использованием вакуум-эксикатора.

**[0059]** Связные диспергируемые гранулы 1 характеризовали посредством анализа размера, прочности на раздавливание, стойкости к истиранию и ударопрочности, как указано в таблице 1. Анализ размера гранул проводили с использованием метода ситового анализа, описанного в процедуре IFDC S-107-1 в Руководстве по определению физических свойств удобрений (IFDC R-10). Данный метод позволяет определить размерный справочный номер (SGN) и индекс однородности (U.I.). Прочность гранул на раздавливание определяли с использованием датчика силы в соответствии с процедурой IFDC S-115 в Руководстве по определению физических свойств удобрений (IFDC R-10). Устойчивость к истиранию определяли посредством прокатки гранул вдоль стальных шариков, как описано в процедуре IFDC S-116 в Руководстве по определению физических свойств удобрений (IFDC R-10). Ударопрочность определяли посредством удара гранул внутри подвешенной системы, как описано в процедуре IFDC S-118 в Руководстве по определению физических свойств удобрений (IFDC R-10).

**[0060]** Таблица 1. Характеристики гранул.

Исследование	Содержание $Al_2O_3$ (измерено)	Сила раздавливания (фунт-сила) (гранулы 2,38–2,80 мм)	Сила раздавливания (фунт-сила) (гранулы 2,80–3,35 мм)	Ориентировочный размерный номер (SGN)	Индекс однородности	Устойчивость к истиранию (% разрушения)	Ударопрочность (% разбитых гранул)
по настоящему изобретению							
Подача 20,63% $Al_2O_3$ (настройка предварительного нейтрализатора)	13,7%	9,0	13,0	333	64	0,25%	1,92%
Подача 20,63% $Al_2O_3$ (установка трубчатого поперечного реактора)	13,6%	9,3	12,3	346	57	0,47%	1,88%
Подача 30% $Al_2O_3$ (установка)	23,5%	9,3	10,8	311	62	0,20%	1,89%

Исследование	Содержание Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (измерено)	Сила раздавливания (фунт-сила) (гранулы 2,38-2,80 мм)	Сила раздавливания (фунт-сила) (гранулы 2,80-3,35 мм)	Ориентировочный размерный номер (SGN)	Индекс однородности	Устойчивость к истиранию (% разрушения)	Ударопрочность (% разбитых гранул)
трубчатого поперечного реактора)							
Подача 30% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (установка предварительного нейтрализатора)	21,0%	8,8	10,1	317	63	0,17%	1,87%
Подача 40% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (установка предварительного нейтрализатора)	28,7%	8,8	10,1	315	63	0,15%	1,38%
Подача 50% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (установка предварительного нейтрализатора)	37,3%	9,0	12,1	311	63	0,18%	1,23%
Подача 5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> предварительный нейтрализатор	6,5%	10,6	13,4	326	62	0,44%	2,66%
Подача 10% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> предварительный нейтрализатор	6,4%	11,9	14,6	307	63	0,12%	1,69%
Сравнение							
Некогерентные (18,5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 10,2% твердого связующего, 71,2% измельченного МАФ)	12,2%	4,4		295	48	0,40%	

**[0061]** На Фиг. 6 показано сравнение расчетного содержания P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в когерентных диспергируемых гранулах 1 на основе прогнозируемого ввода материала в процесс аммонизации-гранулирования фосфорной кислотой и экспериментально определенного содержания P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Наклон линейной регрессионной модели статистически не отличается от  $m = 1$ , что указывает на соответствие экспериментально определенного доступного содержания P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> прогнозируемому содержанию P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

**[0062]** Ссылаясь на фиг. 7 график сравнивает рассчитанное общее содержание азота на основе прогнозируемых затрат материала в процессе аммиака-грануляции фосфорной кислоты и экспериментально определенное общее содержание азота. Наклон линейной регрессионной модели статистически меньше  $m = 1$ , что указывает на то, что

производственный процесс требует снижения расхода аммиака после добавления оксида металла в процесс.

**[0063]** Ссылаясь на фиг. 8 график коррелирует снижение количества аммиака, подаваемого в процесс аммонизации-грануляции фосфорной кислоты, относительно прогнозируемых значений ввода аммиака с экспериментально определенным содержанием оксида алюминия в полученных гранулах. С увеличением содержания оксида алюминия наблюдали более значительное снижение потребности в аммиаке при сохранении качества грануляции.

**[0064]** Ссылаясь на фиг. 9 график демонстрирует снижение содержания азота в гранулах по сравнению с прогнозируемым содержанием азота в гранулах по сравнению с экспериментально определенным содержанием оксида алюминия в полученных гранулах. С увеличением содержания оксида алюминия наблюдали более значительное снижение потребности в аммиаке при сохранении качества грануляции. По сравнению с Фиг. 8, это показывает, что снижение ввода аммиака во время производства привело к снижению общего содержания азота в гранулах.

**[0065]** Ссылаясь на фиг. 10 показан процент потенциальных мест связывания  $Al_2O_3$ , которые были использованы ортофосфатом в процессе аммонизации-грануляции фосфорной кислоты, в зависимости от содержания  $Al_2O_3$  в полученных гранулах. Снижение содержания аммиака прямо пропорционально количеству адсорбционных участков  $Al_2O_3$ , которые были задействованы свободным ортофосфатом в процессе производства. С увеличением содержания  $Al_2O_3$  эффективность адсорбции  $Al_2O_3$  снижается.

**[0066]** На Фиг. 11 процент общего содержания  $P_2O_5$ , растворимого в воде, растворимого в цитрате или нерастворимого в цитрате, сравнивается с содержанием  $Al_2O_3$  в готовых гранулах. С увеличением содержания  $Al_2O_3$  содержание растворимого в воде  $P_2O_5$  уменьшалось, а растворимая в цитрате и нерастворимая в цитрате фракции  $P_2O_5$  увеличивались. Это указывает на то, что значительная часть ортофосфата действительно была адсорбирована на частицах  $Al_2O_3$  в процессе грануляции.

**[0067]** На Фиг. 12 процент гранул, полученных в процессе производства, сравнивается с содержанием оксида алюминия в гранулах. Эффективность грануляции снижалась по мере увеличения содержания оксида алюминия. Исходя из данной тенденции, в одном из вариантов осуществления содержание оксида алюминия 60% масс. может быть наибольшей теоретической степенью включения, которая будет способствовать выполнимому объему производства.

**[0068]** Ссылаясь на Фиг. 13, в одной из итераций производственных испытаний оксид алюминия подавали непосредственно в корпус 20 реактора предварительного нейтрализатора. Затем суспензию из данного резервуара подавали в гранулятор 30. Вязкость суспензии поддерживали ниже около 2000 сП для ее адекватной подачи в гранулятор 30. Скорость подачи оксида алюминия в предварительный нейтрализатор измерялась как процентное отношение выбранных материалов (оксид алюминия, аммиак (газ) и фосфорная кислота (жидкость)) на всех стадиях процесса (т.е. 10% содержание  $Al_2O_3$  в готовых гранулах) по отношению к вязкости суспензии. В испытанном аппарате содержание  $Al_2O_3$  в гранулах более 10% не могло быть подано в предварительный нейтрализатор без негативного влияния на производственные условия.

**[0069]** Несмотря на то, что в вышеприведенном описании проиллюстрированы и описаны иллюстративные варианты осуществления, специалистам в данной области будет понятно, что в них могут быть внесены различные изменения, а их элементы могут быть заменены эквивалентами без отклонения от объема настоящего изобретения. Кроме того, может быть сделано множество модификаций для адаптации конкретной ситуации или материала к идеям изобретения в пределах его необходимого объема. Следовательно, предполагается, что данное изобретение не ограничивается конкретным вариантом осуществления изобретения, раскрытым в качестве наиболее эффективного режима, предполагаемого для реализации этого изобретения, но что изобретение будет включать в себя все варианты осуществления, попадающие в объем прилагаемой формулы изобретения.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Когерентные диспергируемые гранулы, содержащие по меньшей мере один домен оксида металла; и по меньшей мере один фосфатный домен, причем по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, когерентно агломерированных вместе, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул не менее 5 фунтов силы.
2. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, имеющие межгранулярную изменчивость массового отношения оксид металла:фосфат  $\pm 40\%$ .
3. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, в которых по меньшей мере один домен оксида металла включает домен активированного оксида металла.
4. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, в которых по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен равномерно внутригранулярно распределены в когерентных диспергируемых гранулах.
5. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, в которых по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен равномерно межгранулярно распределены в когерентных диспергируемых гранулах.
6. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, в которых по меньшей мере один домен оксида металла по меньшей мере на 80% окружен по меньшей мере одним фосфатным доменом.
7. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, в которых массовое отношение оксид металла:фосфат находится в диапазоне от 5:1 до 1:2.
8. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, дополнительно включающие по меньшей мере одно из водорастворимого связующего, суспендирующего средства или эмульгатора.
9. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 1, дополнительно включающие по меньшей мере один дополнительный домен, присутствующий в виде отдельного домена, причем по меньшей мере один дополнительный домен выбран из группы, состоящей из по меньшей мере одного питательного домена, по меньшей мере одного пестицидного домена, по меньшей мере одного домена биологической добавки, и их комбинаций.
10. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 9, в которых по меньшей мере один

дополнительный домен когерентно агломерирован по меньшей мере с одним металлоксидным доменом и по меньшей мере с одним фосфатным доменом в когерентных диспергируемых гранулах.

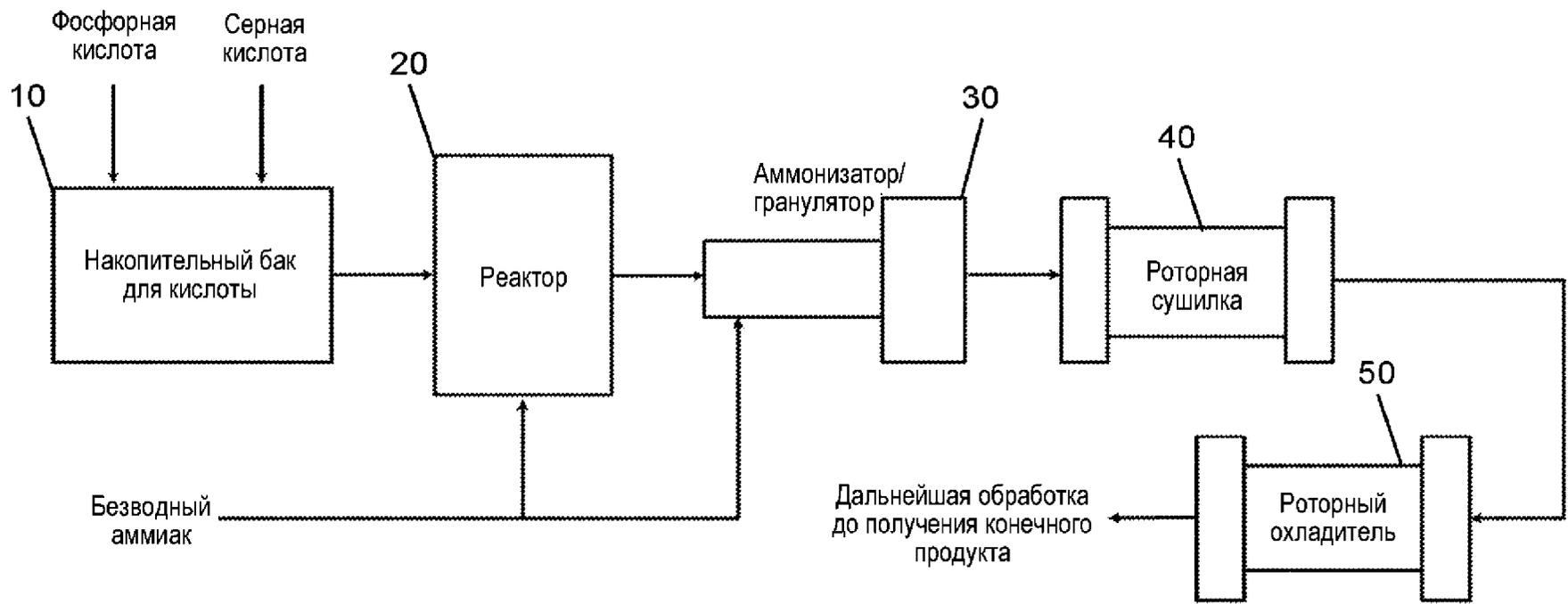
11. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 9, в которых по меньшей мере один дополнительный домен агломерирован с когерентно агломерированными по меньшей мере одним доменом оксида металла и по меньшей мере одним фосфатным доменом.
12. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 9, в которых по меньшей мере один дополнительный домен нанесен на когерентно агломерированными по меньшей мере одним доменом оксида металла и по меньшей мере одним фосфатным доменом.
13. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 9, в которых по меньшей мере один питательный домен включает по меньшей мере одну добавку, выбранную из группы, состоящей из биодоступных видов молибдена, селена, цинка, меди, кобальта, железа, никеля, марганца, ванадия, кальция, калия, серы, хлора, кремния, магния, натрия, азота, бора, и их комбинаций.
14. Когерентные диспергируемые гранулы по п. 9, в которых по меньшей мере один домен биологических добавок включает по меньшей мере одну добавку, выбранную из группы, состоящей из гуминов, фульвиков, живых микробов, микробных метаболитов, растительных экстрактов, экзогенных растительных гормонов и их комбинаций.
15. Способ образования когерентных диспергируемых гранул, включающий
  - размещение фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты в накопительном баке для кислоты;
  - взаимодействие фосфорной кислоты и необязательно серной кислоты с аммиаком в реакторном сосуде с образованием фосфата аммония;
  - введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония;
  - совместную агломерацию фосфата аммония и частиц оксида металла во вращающемся барабанном аммонизаторе-грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул; и
  - сушку когерентных диспергируемых гранул,
  - причем когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.
16. Способ по п. 15, в котором введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония включает предварительное смешивание частиц оксида металла с фосфорной

кислотой перед осуществлением реакции фосфорной кислоты с аммиаком.

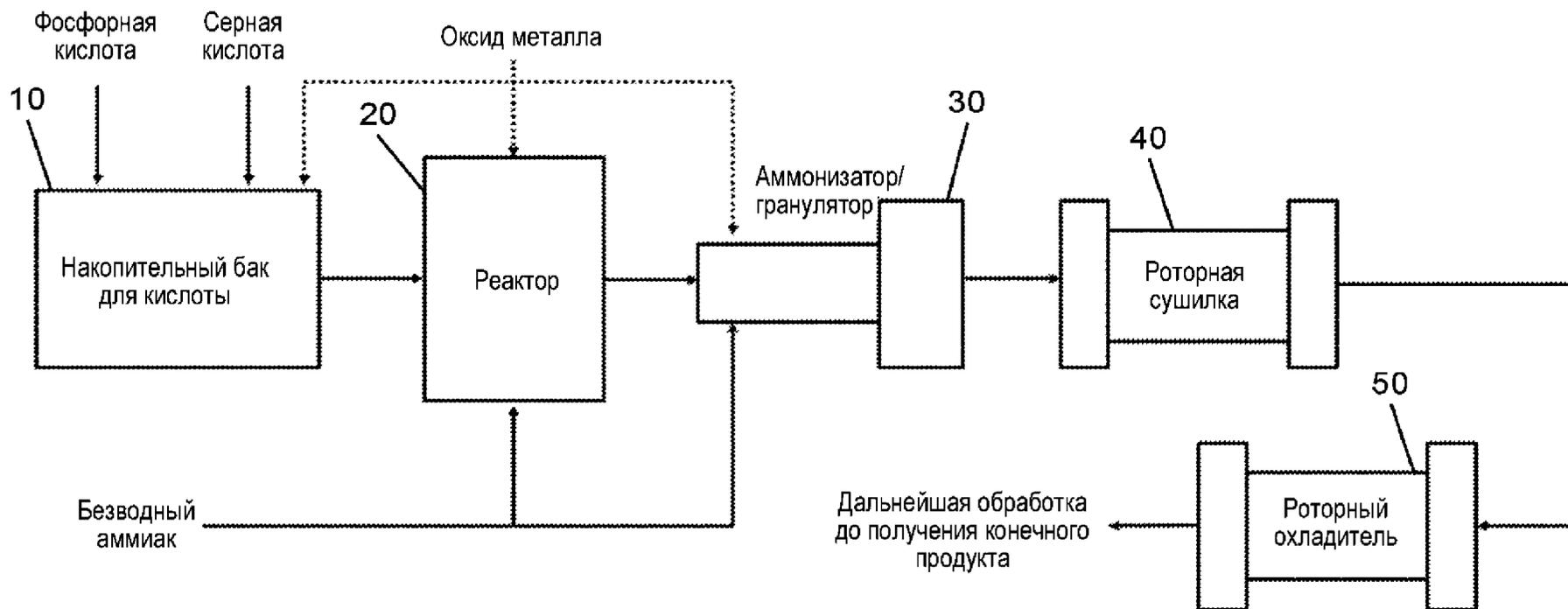
17. Способ по п. 15, в котором введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония включает добавление частиц оксида металла по меньшей мере в одно из бак для накопление кислоты, реакционного сосуда или аммонизатора-гранулятора с вращающимся барабаном.
18. Способ по п. 15, в котором корпус реактора представляет собой трубчатый поперечный реактор.
19. Способ по п. 18, в котором введение частиц оксида металла в присутствии фосфата аммония включает подачу частиц оксида металла через трубчатый поперечный реактор.
20. Способ по п. 15, в котором сушка когерентных диспергируемых гранул включает сушку когерентных диспергируемых гранул в ротационной сушилке.
21. Способ по п. 20, дополнительно включающий введение частиц оксида металла в ротационную сушилку.
22. Способ образования когерентных диспергируемых гранул, включающий
  - смешивание измельченного фосфоритного сырья и по меньшей мере одной из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты в реакторе;
  - взаимодействие измельченного фосфоритного сырья по меньшей мере с одной из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты в реакторе с образованием по меньшей мере одной из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата;
  - введение частиц оксида металла в присутствии по меньшей мере одного из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата;
  - совместную агломерацию по меньшей мере одной из суспензии суперфосфата или суспензии нитрофосфата и частиц оксида металла во роторном барабанном грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул; и
  - сушку когерентных диспергируемых гранул,
  - причем когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один суперфосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.
23. Способ по п. 22, в котором введение частиц оксида металла в присутствие по меньшей мере одного из суперфосфатного шлама или нитрофосфатного шлама включает

предварительное смешивание частиц оксида металла по меньшей мере с одной из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты до смешивания по меньшей мере одной из фосфорной кислоты, серной кислоты или азотной кислоты с измельченной фосфатной породой.

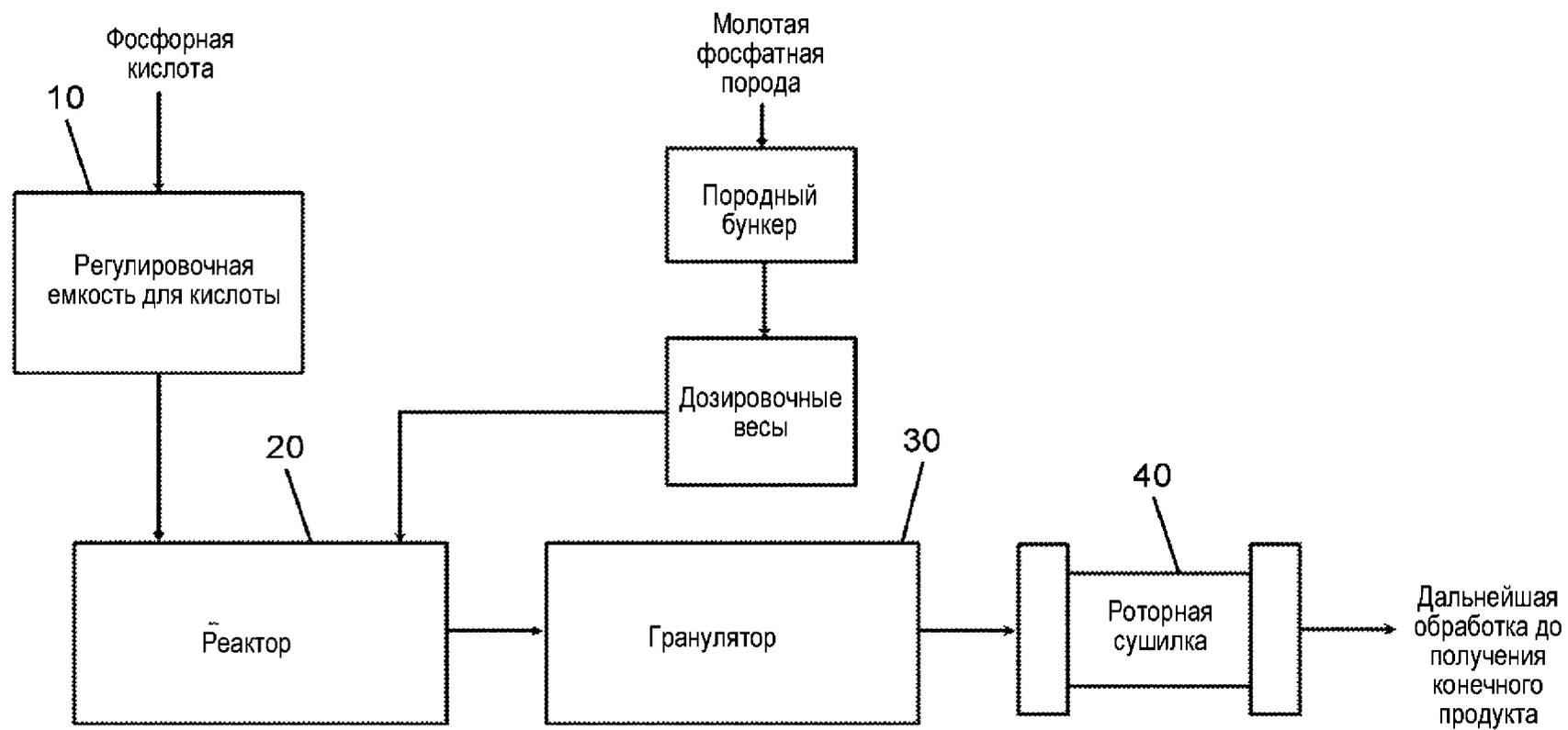
24. Способ по п. 22, в котором введение частиц оксида металла в присутствие по меньшей мере одной из суперфосфатной суспензии или нитрофосфатной суспензии включает добавление частиц оксида металла по меньшей мере в одно из накопительного бака для кислоты перед реактором, дозировочные весы фосфатного сырья перед реактором, реактора или роторного барабанного гранулятора.
25. Способ по п. 22, в котором сушка когерентных диспергируемых гранул включает сушку когерентных диспергируемых гранул в ротационной сушилке.
26. Способ по п. 25, дополнительно включающий введение частиц оксида металла в ротационную сушилку.
27. Способ образования когерентных диспергируемых гранул, включающий
  - плавление по меньшей мере одного кислого фосфата из твердой формы в жидкую форму;
  - введение частиц оксида металла в присутствии по меньшей мере одного кислого фосфата;
  - совместная агломерация по меньшей мере одного кислого фосфата и частиц оксида металла в роторном барабанном грануляторе с образованием когерентных диспергируемых гранул; и
  - сушку когерентных диспергируемых гранул,
  - причем когерентные диспергируемые гранулы включают по меньшей мере один домен оксида металла и по меньшей мере один фосфатный домен, которые присутствуют в когерентных диспергируемых гранулах в виде отдельных доменов, и когерентные диспергируемые гранулы имеют прочность на раздавливание когерентных диспергируемых гранул по меньшей мере 5 фунтов силы.
28. Способ по п. 27, в котором по меньшей мере один кислый фосфат выбран из группы, состоящей из моноаммонийфосфатов, диаммонийфосфатов и их комбинаций.
29. Способ по п. 27, в котором плавление по меньшей мере одного кислого фосфата включает и совместная агломерация по меньшей мере одного кислого фосфата и частиц оксида металла включает процесс грануляции паром.



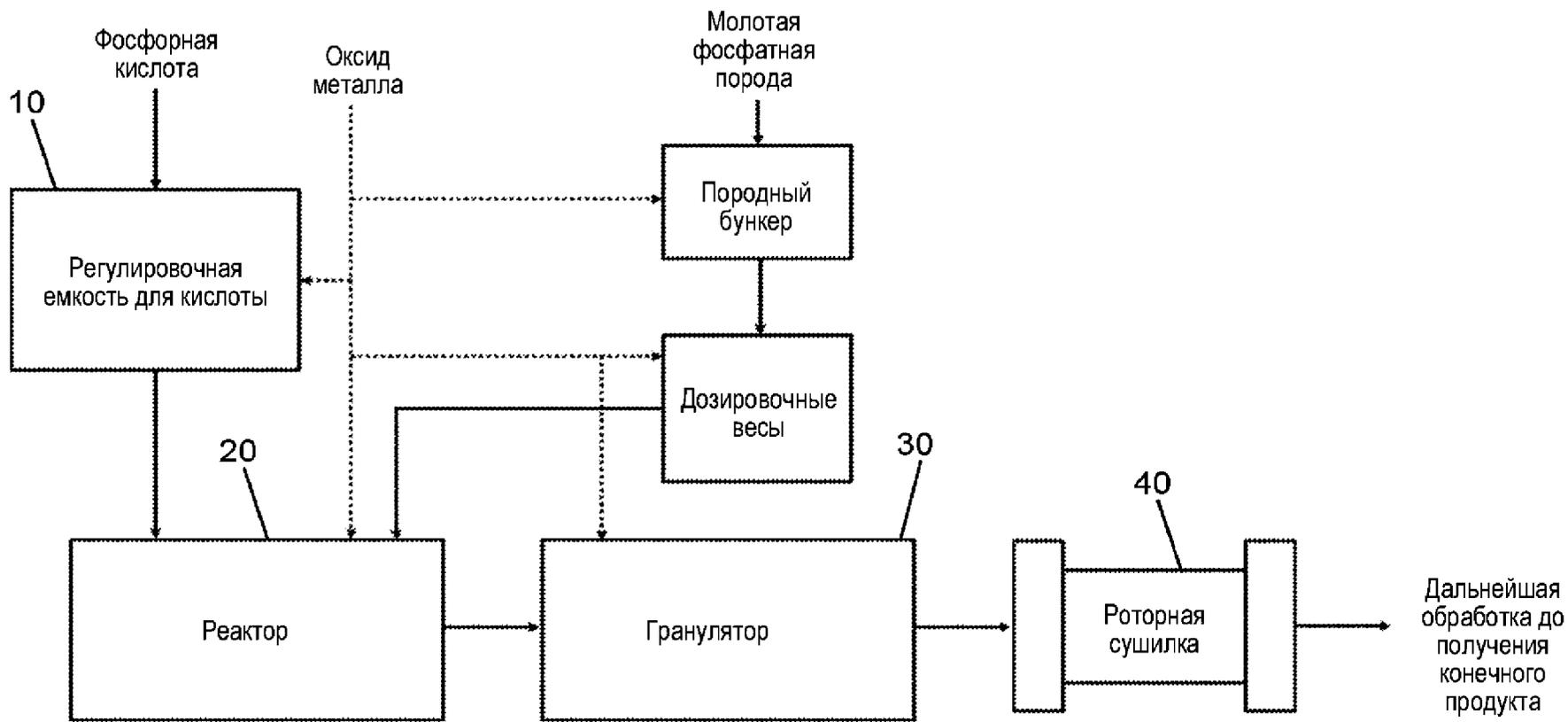
Фиг. 1



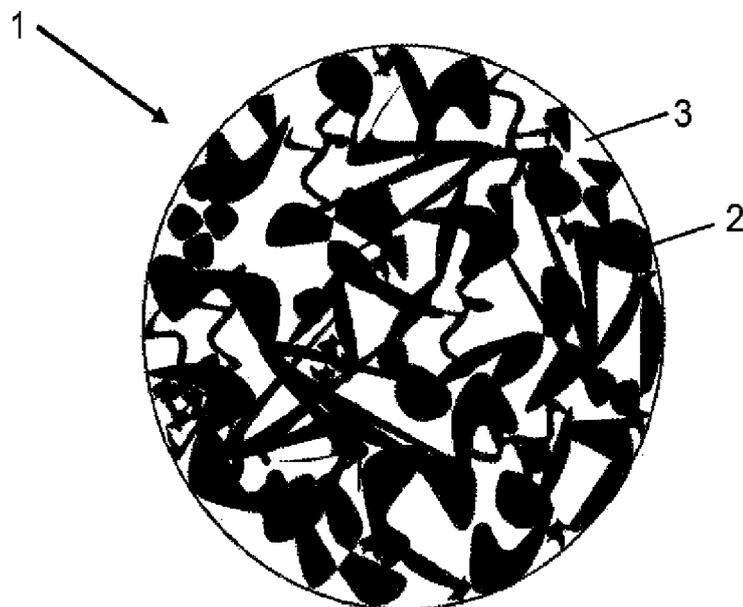
Фиг. 2



Фиг. 3

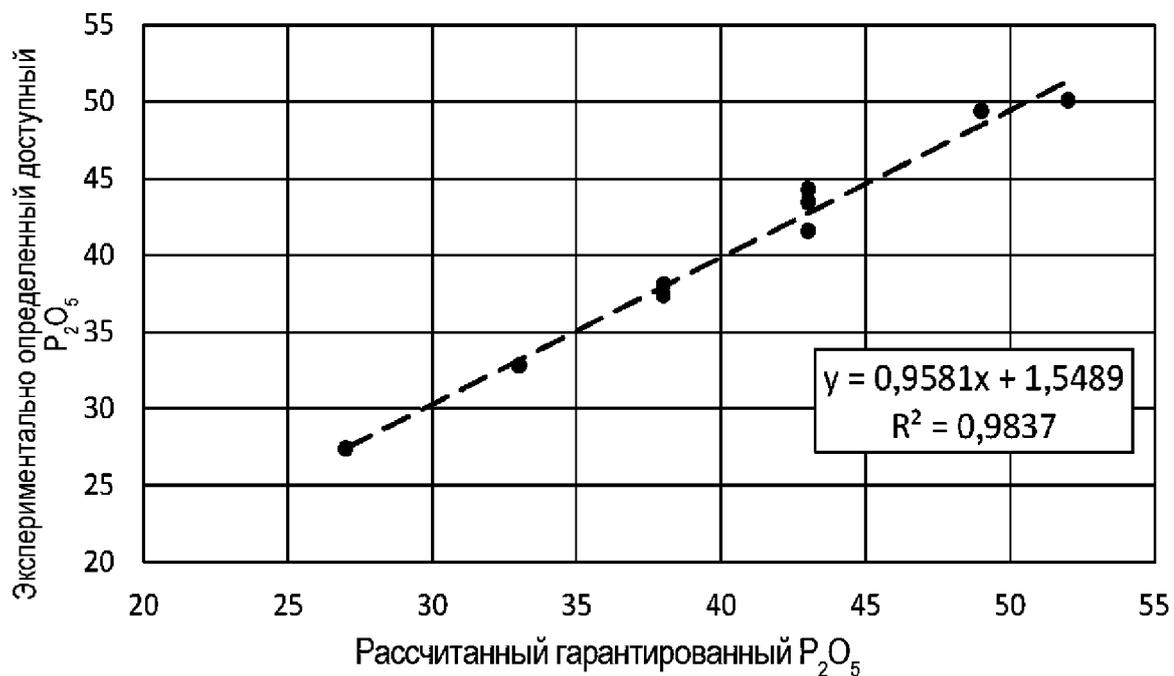


Фиг. 4



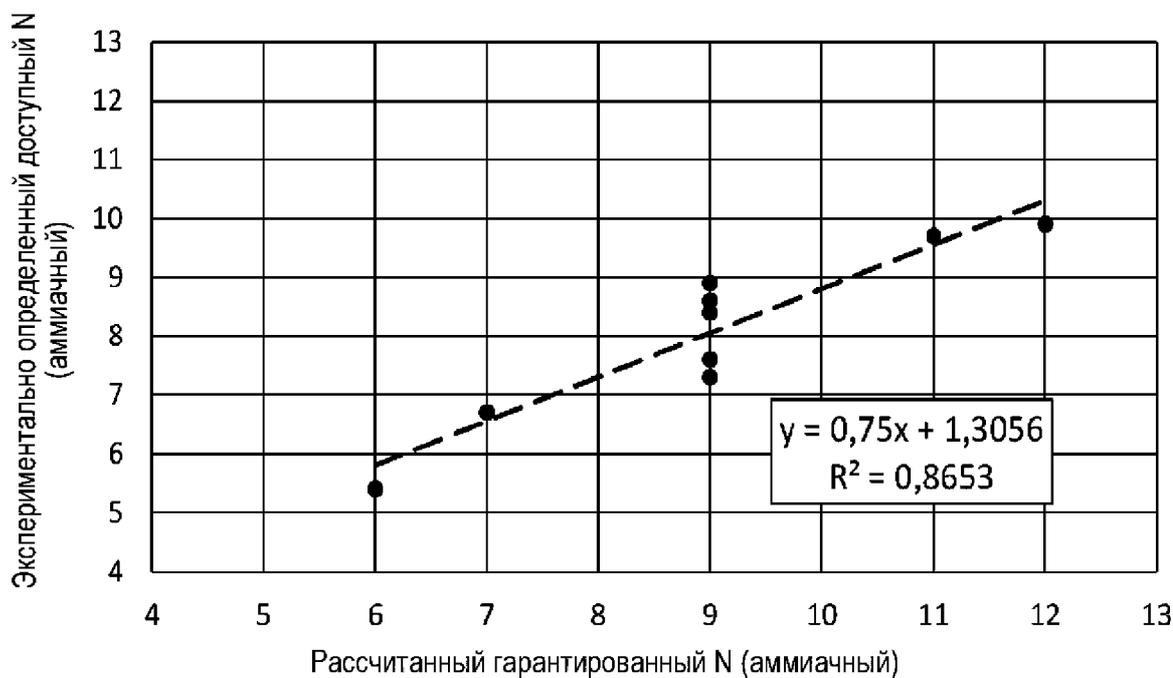
Фиг. 5

Прогнозируемый гарантированный  $P_2O_5$  по сравнению с фактическим доступным  $P_2O_5$



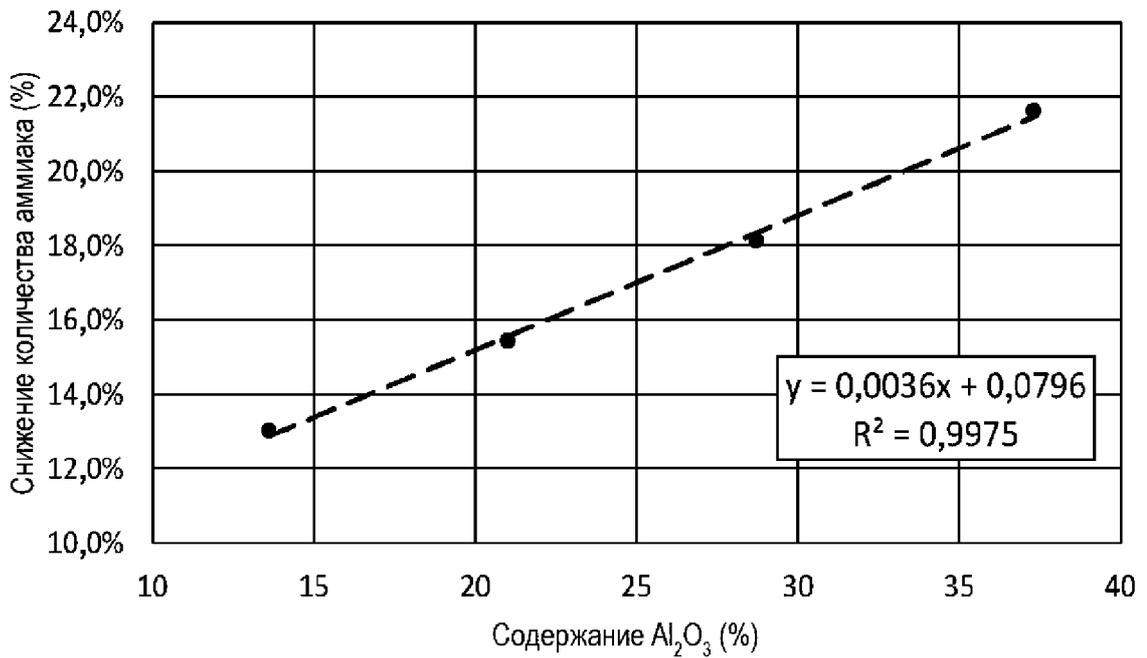
Фиг. 6

Прогнозируемый гарантированный N по сравнению с фактическим доступным N



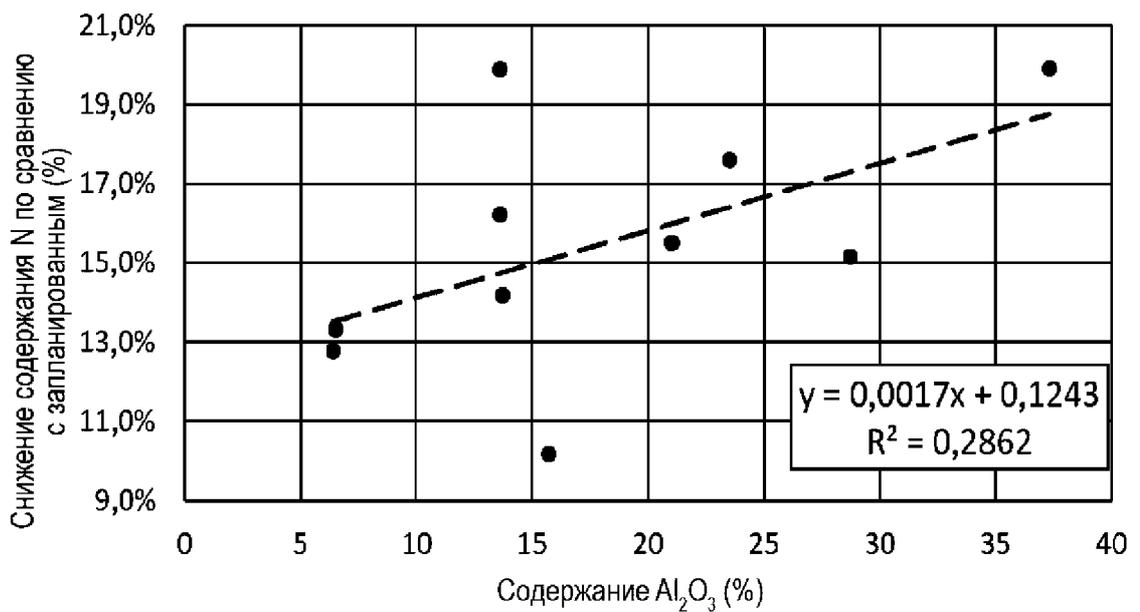
Фиг. 7

Коррелирует ли содержание  $Al_2O_3$  с уменьшением потребления аммиака?



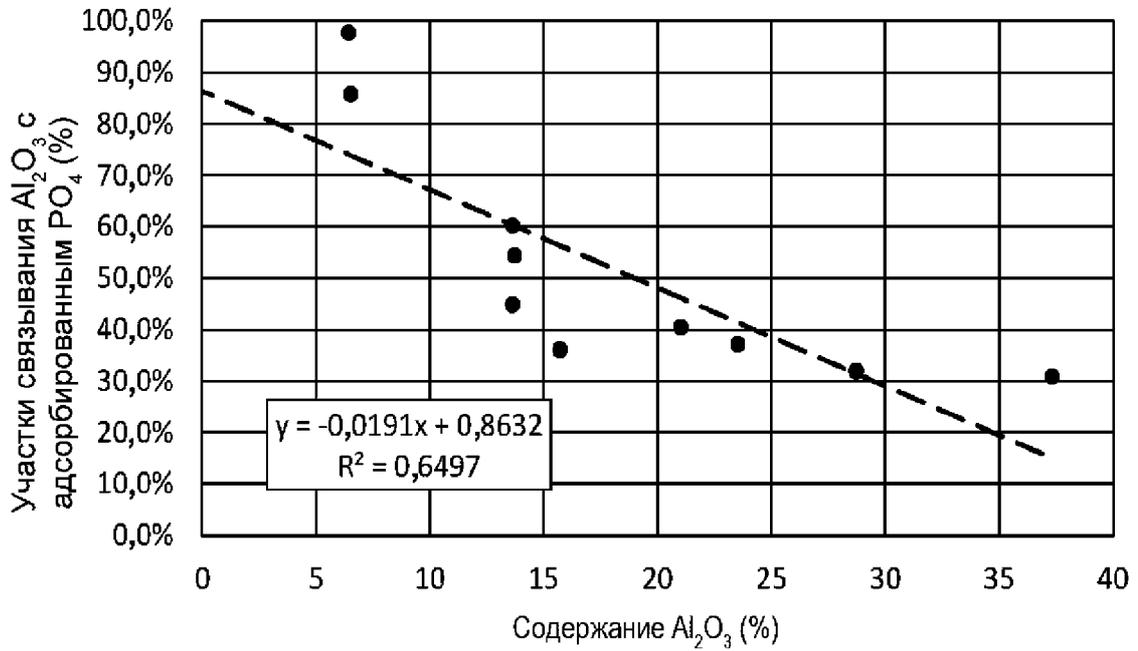
Фиг. 8

Коррелирует ли содержание  $Al_2O_3$  с уменьшением содержания N в гранулах?



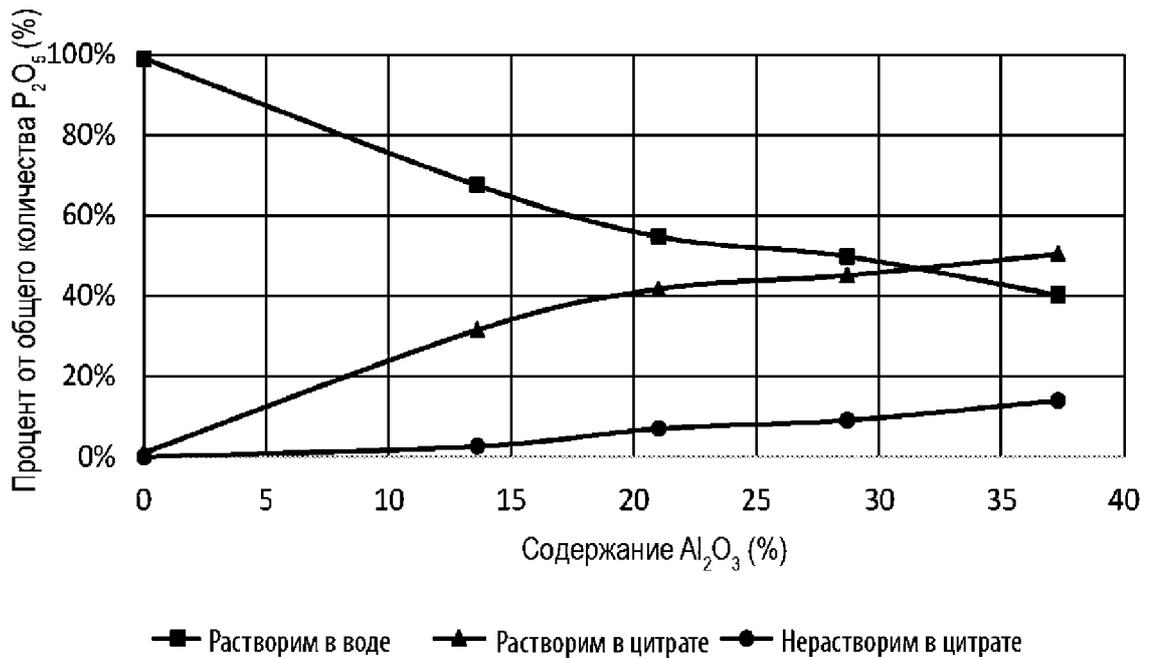
Фиг. 9

Какой процент участков связывания  $Al_2O_3$  содержит адсорбированный фосфат?

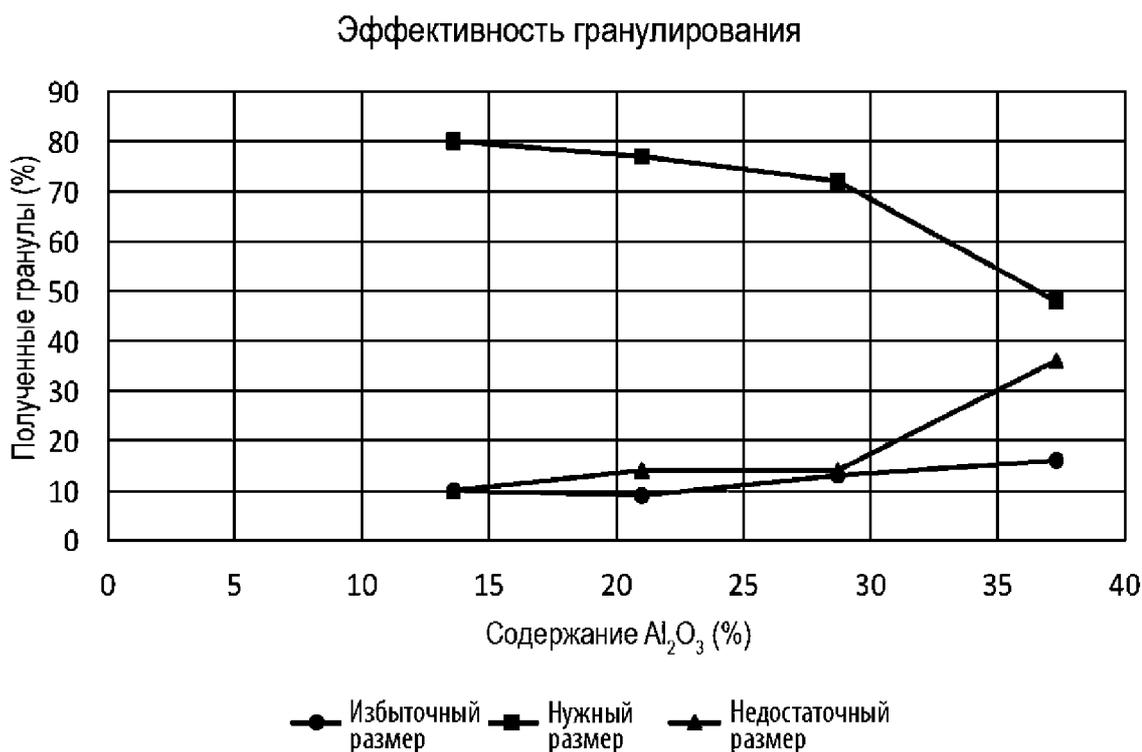


Фиг. 10

Какой процент от общего количества  $P_2O_5$  растворим в воде, растворим в цитрате или нерастворим в цитрате?



Фиг. 11



Фиг. 12



Фиг. 13