



(19) **UA** (11) **73 120** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 05C 9/00, C 05G 3/00**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 2001118225, 24.04.2000

(24) Дата начала действия патента: 15.06.2005

(30) Приоритет: 03.05.1999 US 09/303,703

(46) Дата публикации: 15.06.2005

(86) Заявка РСТ:
РСТ/US00/10996, 20000424

(72) Изобретатель:

Ченен Майкл Дж., US,
ван Боммель Бернхард, BE,
Грубер Патрик Ричард, US

(73) Патентовладелец:

КАРГИЛЛ, ИНКОРПОРЕЙТЕД, US

(54) КОНДИЦИОНИРОВАННЫЙ МАТЕРИАЛ УДОБРЕНИЯ, КОТОРЫЙ СОДЕРЖИТ ПРОИЗВОДНУЮ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ, СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И СПОСОБ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ

(57) Реферат:

Кондиционированный материал удобрения, который содержит содержащее мочевины удобрение и кондиционирующий агент молочно-кислотного происхождения, который содержит лактид или полилактид средней молекулярной массы меньше приблизительно 25000, причем кондиционирующий агент в данном материале содержится в количестве приблизительно от 0,1% масс. до 5% масс. Предлагается способ кондиционирования удобрения, который включает стадию смешивания

содержащего мочевины удобрения с кондиционирующим агентом при температуре приблизительно от 135°C до 145°C и способ использования кондиционированного материала удобрения.

Официальный бюллетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2005, N 6, 15.06.2005. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **73 120** (13) **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 05C 9/00, C 05G 3/00**

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 2001118225, 24.04.2000
(24) Effective date for property rights: 15.06.2005
(30) Priority: 03.05.1999 US 09/303,703
(46) Publication date: 15.06.2005
(86) PCT application:
PCT/US00/10996, 20000424

(72) Inventor:
CHANEN MICHAEL J., US,
van Bommel Bernhard, BE,
Gruber Patrick Richard, US
(73) Proprietor:
CARGILL, INCORPORATED, US

(54) **CONDITIONED FERTILIZER MATERIAL INCLUDING DERIVATIVE OF LACTIC ACID, METHOD TO MAKE IT AND METHOD TO USE IT**

(57) Abstract:

A conditioned fertilizer product is provided. The conditioned fertilizer product includes urea containing fertilizer and lactic acid derived conditioning agent. The conditioning agent is preferably included at a concentration of between about 0,1 % by wt. and about 5 % by wt. The conditioning agent is preferably lactide or polylactide (mol. wt. less then 25000). A method for conditioning fertilizer is provided including

a step of mixing urea containing fertilizer and conditioning agent at a temperature of between about 135°C and about 145°C. A method for using conditioned fertilizer product is provided.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2005, N 6, 15.06.2005. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **73 120** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 05C 9/00, C 05G 3/00**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВИНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2001118225, 24.04.2000

(24) Дата набуття чинності: 15.06.2005

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 03.05.1999 US 09/303,703

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.06.2005

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки
відповідно до договору РСТ:
PCT/US00/10996, 20000424

(72) Винахідник(и):

Ченен Майкл Дж. , US,
ван Боммель Бернхард Джордж , BE,
Грубер Патрік Річард , US

(73) Власник(и):

КАРГІЛЛ, ІНКОРПОРЕЙТЕД, US

(54) КОНДИЦІОНОВАНИЙ ДОБРИВНИЙ МАТЕРІАЛ, ЩО МІСТИТЬ ПОХІДНУ МОЛОЧНОЇ КИСЛОТИ, СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ І СПОСІБ ВИКОРИСТАННЯ

(57) Реферат:

Кондиціонований добривний матеріал, який містить сечовиновмісне добриво і кондиціонувальний агент молочнокислотного походження, який містить лактид або полілактид середньої молекулярної маси менше приблизно 25000, причому кондиціонувальний агент у даному матеріалі міститься в кількості приблизно від

0,1% мас. до 5% мас. Пропонується спосіб кондиціонування добрива, який включає у себе стадію змішування сечовиновмісного добрива з кондиціонувальним агентом при температурі приблизно від 135°C до 145°C та спосіб використання кондиціонованого добривного матеріалу.

UA 73 120 C2

Опис винаходу

Винахід стосується кондиціонованого добривного матеріалу, а також способу його кондиціонування і способу використання кондиціонованого добривного матеріалу. Зокрема, винахід стосується використання кондиціонуального агента молочнокислотного походження для кондиціонування сечовиновмісного добрива.

Передумови до створення винаходу

Як відомо, гранульована сечовина знаходить широке застосування в якості джерела азоту в хімічних добривних матеріалах. Відомі також способи одержання сечовинного добрива і способи надання йому форми часток шляхом грудкування і/або гранулювання. У загальному випадку промислове вироблення сечовини базується на використанні основної реакції аміаку з двоокисом вуглецю за підвищених температур і тиску. Промислова технологія одержання сечовини описана, наприклад, в [Kirk-Otmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., Vol. 23 (1983) pgs. 551-562]. У цих промислових процесах продукти реакції, зазвичай, складаються на 70-80% з водних розчинів сечовини, які у подальшому можуть піддаватися обробці з метою формування твердих часток сечовини, таких як гранули, див. [Kirk-Otmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., Vol. 23 (1983) pgs. 562-572]. Отримувані за цією технологією частки/гранули сечовини виказують схильність до грудкування і пухкості. Грудкування призводить до того, що свіжоприготований вільноплинний матеріал перетворюється у складському відвалі на густу, тверду, практично суцільну масу. З іншого боку, пухкість цього матеріалу надає гранулам сечовини здатність легко руйнуватися з роздрібненням на малі частки. В результаті цього в процесі вантажно-розвантажувальних робіт, транспортування і постачання гранул сечовини на удобрюваний ґрунт утворюються значні кількості пилу. Сучасні машини з постачання хімічного добрива на ґрунт часто обладнані в механізми розсіювання обертового турбовентиляторного типу, які здатні руйнувати гранули сечовини. В результаті такого руйнування менші частки добрива падають ближче до механізму його розсіювання і утворюють на поверхні ґрунту більш вузьку і концентровану смугу, ніж на це розраховувалося. Крім того, утворюваний таким чином пил є шкідливим для здоров'я.

Було винайдено чимало способів, спрямованих на подолання грудкування і пухкості сечовини. В одному з них у якості кондиціонуального агента застосовувалися невеликі кількості добавок формальдегіду. При цьому формальдегід, кількість добавок якого складала у середньому приблизно від 0,1% (мас.) до 0,5% (мас), реагував із сечовиною з утворенням продуктів їх реакції. Але поряд з тим, що добавки формальдегіду в сечовину змінювали у кращу сторону схильність останньої до грудкування і пухкості, Агенство із захисту навколишнього середовища (EPA: Environmental Protection Agency) США віднесло формальдегід до класу токсичних і/або канцерогенних матеріалів. Віднесення формальдегіду до класу шкідливих речовин приводить до обмеження або повної заборони його використання в сільськогосподарських продуктах, а також використання його як кондиціонуального агента при готуванні сечовини для добрива.

Як альтернативний кондиціонуальний агент була розроблена формальдегідсечовина. В патентах США №№ 3112343 (автори: Elstrom, et al.), 4160782 (автори: Van Hiatte, et al.) і 4204053 (автори: Allgeuer, et al.) описана реакція формальдегіду з сечовиною з утворенням формальдегідсечовинних продуктів. Але міркування щодо шкідливості для здоров'я і безпеки все ж є факторами, які обмежують використання формальдегіду в добривних матеріалах. Риск, пов'язаний із використанням формальдегідсечовинного кондиціонуального агента, стосується його зберігання і маніпулювання ним перед змішуванням з розплавленою сечовиною і зумовлений він наявністю в кондиціонуальному агенті вільного формальдегіду.

Здатності опору грудкуванню часткам добрива надавалося покриттям їх глиною, тальком і/або поверхнево-активними речовинами. Окрім того, для зменшення пилоутворення на частки розбризкували різноманітні масла.

В інших способах для поліпшення у сечовини стійкості до грудкування і пухкості застосовувалась її обробка лігносульфонатами [Патент США № 4587358 (автор: Blouin)] і модифікованим лігносульфонатом [Патент США № 5032164 (автори: Sanford, et al.)].

Були розроблені способи застосування полімерів полімолочної кислоти у контрольованому звільнюванні матеріалів, у тому числі, сільськогосподарського призначення і для регулювання викидання відходів [Патенти США № 5563238 (автори: Bonsignore, et al.) і № 5360892 (автори: Bonsignore, et al.)]. Був запропонований також спосіб застосування на гранульованому добриві покриття, що розпадається, однією зі складових якого була полі-3-гідрокси-3-алкілпропіонова кислота [Патент США № 5176734 (автори: Fujita, et al.)].

Даним винаходом пропонується кондиціонований добривний матеріал, який включає у себе добриво, що містить сечовину і кондиціонуальну кількість кондиціонуального агента молочнокислотного походження. Кондиціонуальний агент молочнокислотного походження застосовується у кількості, достатній для зниження грудкуутворюваності і пухкості сечовиновмісного добрива, характерних для нього при відсутності в ньому кондиціонуального агента молочнокислотного походження. У загальному випадку вміст у добриві кондиціонуального агента молочнокислотного походження складає приблизно від 0,1% (мас.) до 5% (мас.). У кращому варіанті здійснення винаходу кондиціонуальний агент застосовується у кількості до 2% (мас.). Сечовиновмісне добриво містить принаймні приблизно 50% (мас.) сечовини. Як кондиціонуальний агент молочнокислотного походження при цьому застосовуються такі речовини, як молочна кислота, олігомери молочної кислоти, полімери молочної кислоти, лактиди, олігомери лактиду, полімери лактиду, взяті поодиноці або в сумішах між собою.

Кондиціонований добривний матеріал може одержуватися шляхом змішування при температурі в межах приблизно від 135°C до 145°C сечовиновмісного добрива з кондиціонуальним агентом молочнокислотного

походження у кількості приблизно від 0,1% (мас.) до 5% (мас). При цьому кращий вміст кондиціонувального агента становить приблизно від 0,2% (мас.) до 2% (мас), а ще кращий - приблизно від 0,2% (мас.) до 0,4% (мас). У кращому варіанті здійснення кондиціонований добривний матеріал має форму гранул, середній розмір яких знаходиться в межах приблизно від 0,7мм до 5мм.

Даним винаходом пропонується також спосіб кондиціонування добрива. Цей спосіб включає у себе стадію змішування сечовиновмісного добрива з кондиціонувальним агентом при температурі в межах приблизно від 135°C до 145°C для одержання розплавленої суміші ' сечовиновмісного добрива з кондиціонувальним агентом і стадію охолодження суміші для одержання гранул. У кращому варіанті здійснення застосовують кондиціонувальний агент, одержаний із молочної кислоти. Стадія змішування при температурі в межах приблизно від 135°C до 145°C у кращому варіанті триває приблизно від 5 с до 120 с. Стадія охолодження у кращому варіанті включає у себе гранулювання з одержанням гранул середнім розміром приблизно від 0,7мм до 5мм.

Винаходом пропонується спосіб використання кондиціонованого добривного матеріалу. Цей спосіб включає у себе стадію постачання гранул добрива на ґрунт за допомогою приведеного в дію двигуном пристрою для розсіювання добрива. Кращим пристроєм для розсіювання добрива, який приводиться в дію двигуном, є обертовий турбовентиляторний польовий розсіювальний пристрій.

Скорочений опис креслень

Фіг. 1: схематичне зображення кращого варіанта способу одержання гранул сечовини за даним винаходом.

Докладний опис винаходу

Добрива часто піддають оброблянню кондиціонувальним агентом для регулювання їхньої грудкоутворюваності і пухкості. Термін "кондиціонування" стосується оброблення добрива кондиціонувальним агентом для поліпшення властивостей грудкоутворюваності і пухкості цього добрива порівняно з його необробленим станом. Грудкоутворюваність називають схильність добрива до поглинання води і утворювання порівняно густої твердої маси. У гранульованого добрива грудкоутворюваність стає причиною того, що воно під час зберігання і/або транспортування утворює тверду масу, утруднюючи його використання у сучасному обладнанні з постачання хімічних добрив на ґрунт. З іншого боку, пухкість добрива характеризує його схильність до розділення на малі частки, що призводить до суттєво неоднорідного розподілу добрива на ґрунті. Розпушені гранули сечовини важко рівномірно розсіяти на поверхні ґрунту, оскільки звичайні машини з розсіювання добрив розраховані на постачання добрив з відносно стійким розміром гранул. Окрім того, розпушування гранул може викликати шкідливе для здоров'я пилотворення.

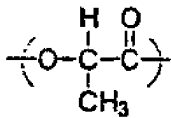
Згідно з даним винаходом кондиціонувати можна різноманітні типи добрив. В число найбільш підходящих для кондиціонування за даним винаходом добрив входять азотовмісні матеріали. Серед них найбільш підходящими є сечовиновмісні добрива. Цілком зрозуміло, що термін "сечовиновмісне добриво" стосується добрив, вміст сечовини в яких складає приблизно 20% (мас.) і краще, якщо приблизно 50% (мас). Ще більш підходящими сечовиновмісними добривами є такі, вміст сечовини в яких складає приблизно 90% (мас). Додатковими добривами, які застосовуються згідно з даним винаходом замість або на додаток до сечовиновмісних добрив, можуть бути сульфат амонію (AS), нітрат амонію (AN), потрійний суперфосфат (TSP), діамонійфосфат (DAP), хлорид калію (KCl) і суміші або комбінації цих добрив.

Кращим кондиціонувальним агентом за даним винаходом є такий, що біохімічно розпадається або розкладається. При цьому бажано, щоб кондиціонувальний агент розпадався або розкладався на речовини, котрі поліпшують родючість ґрунту невдовзі після потрапляння добрива в ґрунт. До числа кращих кондиціонувальних агентів належать молочна кислота, лактид і олігомери та полімери молочної кислоти і/або лактиду. Ці кондиціонувальні агенти в цілому можуть зватися кондиціонувальними агентами молочнокислотного походження.

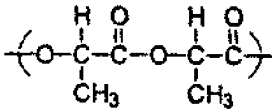
Таким чином, кондиціонувальні агенти молочнокислотного походження є кращими кондиціонувальними агентами за даним винаходом. Кондиціонувальні агенти молочнокислотного походження містять молочну кислоту і продукти реакції молочної кислоти, які дають продукти, що містять молочнокислотні залишки. У загальному випадку продукти або компоненти, які містять молочнокислотні залишки, відносяться до олігомерів або полімерів, що містять молочнокислотні залишки. Наприклад, лактид є циклічним димером молочної кислоти і, отже, містить залишок із двох молекул молочної кислоти. До числа олігомерів молочної кислоти належить лактид, включаючи D-лактид, L-лактид і мезолактид. Крім того, олігомери, що містять молочнокислотні залишки, включають DP-2, DP-3 та ін. Олігомери і полімери, що містять молочнокислотний залишок, часто відрізняються між собою за їхньою молекулярною масою. Наприклад, олігомери, зазвичай, мають молекулярну масу менше приблизно 5000 і, як правило, менше приблизно 2000, а полімери, зазвичай, мають молекулярну масу більше, ніж приблизно 2000 і, як правило, більше приблизно 5000. В контексті даного винаходу олігомери і/або полімери, що містять молочнокислотний залишок, звуться полілактидом, полімолочною кислотою або PLA. Полімери часто одержують назву від мономеру, із якого вони побудовані, а в деяких випадках - від найменшої повторюваної ланки в полімері. Наприклад, найменшою повторюваною ланкою у полілактиді є молочна кислота (фактично залишки молочної кислоти). Але промисловий полілактид одержують, як правило, шляхом полімеризації лактидного мономеру, а не молочної кислоти. Лактидний мономер є, звісно, димером молочної кислоти. Застосовувані тут терміни "полімолочна кислота", "полілактид" і "PLA" охоплюють собою як полімери на основі молочної кислоти, так і полімери на основі полілактиду і, таким чином, є взаємозамінними. Іншими словами, терміни "полімолочна кислота", "полілактид" і "PLA" жодною мірою не обмежують сфери свого застосування тими способами, в які утворений полімер.

Термін "полімер на основі полілактиду" або "полімер на основі молочної кислоти" несе в собі те значення,

що він стосується як гомополімерів, так і співполімерів молочної кислоти або полілактиду, де відповідний полімер містить принаймні 50% (мас.) повторюваних ланок із молочнокислотних залишків або повторюваних ланок із полілактидних залишків. В цьому розумінні термін "повторювана ланка із молочнокислотного залишку" означає те, що структура цієї ланки виражається формулою:



Таким чином, вважаючи на це визначення, зрозуміло, що полілактидом може зватися як полімер, який містить молочнокислотний залишок, так і полімер, який містить лактидний залишок. Використовуваний тут термін "повторювана ланка із лактидного залишку" означає те, що він виражає таку повторювану ланку:



Зрозуміло, що повторювана ланка із лактидного залишку може бути одержана із L-лактиду, D-лактиду і мезолактиду. L-Лактид будується із двох S-молочнокислотних залишків, D-лактид будується із двох R-молочнокислотних залишків, а мезолактид будується із обох залишків - S-молочнокислотного і R-молочнокислотного.

Зрозуміло, що терміни "PLA-полімер" і "полілактидний полімер" не обмежують визначення полімеру до такого, що містить лише лактидні залишки і/або молочнокислотні залишки, якщо окремо не зазначається, що це є саме так. Використовувані тут терміни "PLA-полімер" і "полілактидний полімер" охоплюють собою полімери, які містять вищерозглянуті повторювані ланки із молочнокислотного залишку у кількості принаймні 50% (мас.) від загальної кількості повторюваних ланок в полімері. У кращому варіанті здійснення полілактидний полімер містить принаймні близько 75% (мас), а краще, якщо близько 90% (мас.) повторюваних ланок із молочнокислотного залишку. Крім того, терміни "PLA-склад" і "полілактидний склад" не обмежують складу полімеру до такого, що включає у себе як компонент лише полілактид або полімолочну кислоту, якщо окремо не зазначається, що це є саме так. В такий склад можуть входити також інші полімери або компоненти, скомбіновані з полімером, що містить принаймні 50% (мас.) полілактиду, краще, якщо близько 75% (мас), а ще краще, якщо принаймні близько 90% (мас.) полілактиду.

Полімерні склади на основі PLA за даним винаходом, як правило, одержуються шляхом полімеризації лактиду або молочної кислоти. В деяких випадках на практиці такою полімеризацією може бути співполімеризація, де лактидний або молочнокислотний мономер співполімеризується з іншим матеріалом. Іноді спочатку проводять полімеризацію молочної кислоти або лактиду, одержуючи полімерну суміш, яку піддають подальшій реакції, наприклад, співполімеризації з іншим матеріалом для здійснення тих чи інших модифікацій, що стосуються, наприклад, пластичності, ударної стійкості, молекулярної маси і/або полідисперсності.

У патенті США № 5510526 (автори: Baniel, et al.) описане відновлення молочної кислоти із ферментаційного бульйону. Молочна кислота після відновлення може піддаватися оброблянню згідно з патентом США № 5142023 (автори: Gruber, et al.) для одержання полілактидного полімеру. Способи, що стосуються відновлення молочної кислоти, полімеризації молочної кислоти, деполімеризації і очищення для одержання лактиду і полімеризації лактиду, описані в патентах США №№ 5510526, 5142023, 5338822, 5798435, 5714573 і в заявках на патенти США № 08/862612, 08/850319 і 09/053836. Ці публікації включені тут як посилання.

Полілактидний полімер є особливо вигідним, оскільки він може отримуватися із відновлюваних ресурсів, а його біохімічний розклад є відносно швидким і дозволяє повернути його біомасу в навколишнє середовище. Таким чином, полілактидний полімер може вважатися відносно нешкідливим для навколишнього середовища матеріалом.

Заявниками було знайдено, що концентрація кислоти в полілактидному полімері впливає на швидкість його гідролізу. Отже зростання концентрації кислоти повинно прискорювати її гідролітичний розклад. Відповідно до цього для підвищення стійкості цього матеріалу проти гідролізу, а отже для збільшення терміну його зберігання, концентрацію в ньому кислотних залишків (включаючи концентрації кислоти і залишкового лактиду) можна зменшити до мінімального рівня. Заявники вважають, що додавання карбонової кислоти певного типу і певної кількості до складу полілактиду дозволить одержувати склад полілактиду, в якому рівні лактиду будуть нижчими порівняно з тими складами, які не мають карбонової кислоти в малих кількостях. Очікується, що це буде підвищувати стійкість матеріалу щодо гідролізу. Способи підвищення стабільності полілактидних складів описані в заявці на патент США сер. № 09/053836, включеній тут як посилання. І навпаки, підвищення концентрації кислоти повинно збільшувати швидкість гідролізу, а отже і швидкість розкладу матеріалу.

Зрозуміло, що, маючи з одного боку можливість введення в кондиціонувальний агент додаткових компонентів, включаючи радикали співполімеру, комбінації полімерів і додаткові структурні одиниці, такі як стабілізатори і пластифікатори, з іншого боку, з точки зору зменшення витрат, бажано зменшувати кількість цих компонентів в кондиціонуальному агенті. Крім того, бажано також зменшити до мінімуму використовувану кількість кондиціонуального агента, оскільки він призводить до розрідження добрива. Добриво вводиться в ґрунт як джерело живлення рослин. Додавання в нього додаткових компонентів збільшує вартість добрива і призводить до його розрідження. Відповідно до цього бажано використовувати якомога менше кондиціонуального агента для регулювання грудкоутворюваності і пухкості добрива, не збільшуючи при цьому

занадто сильно його вартості.

Сечовину можна приготувати за допомогою реакції аміаку з двоокисом вуглецю за підвищених температур і тиску. Приклади промислового застосування такої реакції описані в енциклопедії з хімічної технології [Kirk-Otmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., Vol. 23 (1983) pgs. 551-562]. Розплавлена сечовина у загальному випадку містить воду в кількості приблизно від 3,5% (мас.) до 4% (мас). Для того, щоб кінцевий сечовинний продукт містив воду в кількості менше приблизно 0,25% (мас), воду бажано із нього видаляти. У кращому варіанті здійснення винаходу кількість води в сечовині повинна знаходитися в межах приблизно від 0,2% (мас.) до 0,25% (мас). Взагалі кількість води в сечовині повинна бути достатньо малою, щоб уникнути грудкоутворення.

Способи обробки розплавленої сечовини для її перетворення на грудкоподібну або гранульовану форму належать до фінішної частини процесів її оброблення. Добре відомі декілька способів фінішного оброблення сечовини, які можуть застосовуватися згідно з даним винаходом [Kirk-Otmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., Vol. 23 (1983) pgs. 562-572; і Smith, у доповіді "The Urea Granule - An "In Form" choice", поданій на Симпозіумі Крупа Уде з добрив, в Дортмунді в червні 1998 р. (Krupp Uhde Fertilizer Symposium, Dortmund, June 1998)]. Ці способи, застосовувані для одержання грудок і гранул за даним винаходом, відомі як: черпаковий спосіб грудкування; спосіб грудкування зі статичною голівкою; спосіб грудкування з ультразвуковою і резонансною голівкою; спосіб лоткового гранулювання; спосіб гранулювання в барабані; спосіб гранулювання в барабані зі спадною завісою; спосіб гранулювання у псевдозрізженому шарі; спосіб гранулювання у сфонтанованому (псевдозрізженому) шарі.

Згідно з даним винаходом кондиціонувальний агент добавляється в розплавлене добриво. Якщо добриво містить сечовину, то температура при цьому повинна бути вище за температуру плавлення сечовини. У загальному випадку ця температура вище, ніж приблизно 135°C. Оскільки сечовина є температурочутливим матеріалом, її бажано не перегрівати і не піддавати дії високих температур занадто тривалий час. За підвищених температур сечовина є схильною до самополімеризації з утворенням біурету. Біурет являє собою димер сечовини і, як відомо, є токсичним для деяких рослин. Для уникнення утворення біурету в процесі виготовлення добрива розплавленій сечовині бажано забезпечити температуру нижче ніж приблизно 145°C протягом часу менше приблизно 5 хвилин. Температурний режим розплавленої сечовини бажано витримувати у межах приблизно від 135°C до 145°C протягом часу менше приблизно 3 хвилин. Щоб уникнути утворення біурету, витримувати сечовину у розплавленому стані бажано протягом часу менше приблизно 50 с, а краще - менше 40 с. У кращому варіанті здійснення винаходу гранули утворюються протягом приблизно 30 с після розплавлення сечовини.

У кращому варіанті полілактид є таким, що він плавиться за температури нижче найвищої температури, до якої нагрівається сечовина. Іншими словами, бажано, щоб полілактид плавився і диспергувався у розплавленій сечовині. Взагалі це відповідає температурі плавлення полілактиду менше, ніж приблизно 135°C, а краще, якщо менше приблизно 130°C. У кращому варіанті полілактид має показник текучості вище приблизно 500 г за ASTM D-1238 при температурі 135°C. У загальному випадку бажано, щоб полілактид був відносно аморфним. Аморфний полілактид, як правило, має температуру плавлення нижчу, ніж полілактид напівкристалічний. Аморфний полілактид в цілому відповідає полілактиду, що містить D-лактидні залишки у кількості приблизно від 15% (мас.) до 85% (мас.) і краще, якщо приблизно від 25% (мас.) до 75% (мас).

У загальному випадку бажано кількість кондиціонувального агента в розплавленій сечовині підтримувати якомога меншою, знижуючи таким чином до бажаних рівней грудкоутворення і пухкості. Відповідно до цього кількість кондиціонувального агента, що вводиться у розплавлену сечовину, повинна бути меншою, ніж приблизно 5% (мас). Краще, якщо кількість кондиціонувального агента, що вводиться у розплавлену сечовину, складає менше приблизно 2% (мас). Для забезпечення бажаного зниження грудкоутворення і пухкості кондиціонувальний агент повинен уводитися у кількість, більшій за приблизно 0,1% (мас). Краще кількість кондиціонувального агента складає приблизно від 0,2% (мас) до 1% (мас), а ще краще, якщо приблизно від 0,25% (мас) до 0,5% (мас).

Даний винахід передбачає декілька сортів запропонованого матеріалу. У загальному випадку передбачається можливість створення добривного матеріалу, готового до використання. Цей сорт матеріалу має середній розмір часток у межах приблизно від 0,7мм до 1,2мм. Його частки у загальному випадку є грудкованими і мають низький вміст біурету. Грудкований сорт має частки розміром приблизно від 0,9мм до 2,2мм. Монодобрильний сорт у загальному випадку має середній розмір часток у межах приблизно від 1,0мм до 3,0мм. Цей сорт може бути грудкованим і/або гранульованим. Об'ємно-змішаний сорт у загальному випадку має середній розмір часток приблизно від 2,0мм до 5,0мм. Цей сорт являє собою, як правило, змішані гранули із азоту, калію і фосфору середнім розміром приблизно від 3,0мм до 4,0мм і у загальному випадку призначається для розкидання по великій поверхні. Глибинно-удобрювальний сорт у загальному випадку має розмір часток приблизно від 6,0мм до 12,0мм і може кваліфікуватися як супергранульована сечовина, призначена для високоефективного азотування ґрунту. Зрозуміло, що частки всіх цих розмірів можуть характеризуватися як гранули.

Кондиціоноване добриво повинно мати низькі рівні грудкоутворюваності і пухкості. Ці властивості можуть відображатися такими характеристиками, як вологопоглинання й опір роздавлуванню. Сечовино-кондиціоноване добриво, частки якого мають розмір завтовшки приблизно 8мм і завширшки приблизно 20мм, повинно мати опір роздавлуванню більше, ніж приблизно 15кг, а його вологопоглинання повинно складати менше, ніж приблизно 121% в умовах, описаних у Прикладі 1. Більш того, заявники вважають за ще краще, якщо таке добриво буде

мати опір роздавлюванню на рівні більше приблизно 19кг, а вологопоглинання - на рівні менше приблизно 116%.

На Фіг. 1 схематично зображений спосіб одержання гранул добрива за даним винаходом, позначений посилальним номером 10. Отже спосіб 10 одержання гранульованого добрива включає у себе оброблення розплавленого добрива 11 і кондиціонувального агента 17. У кращому варіанті здійснення розплавлене добриво 11 являє собою розплавлений розчин сечовини 12, а кондиціонувальним агентом 17 є полілактид, що містить кондиціонувальний агент 20. Розчин 12 розплавленої сечовини постачається насосом 14 до статичного змішувача 16. Температура, за якої постачається розчин 12 розплавленої сечовини, знаходиться у межах приблизно від 135°C до 145°C. Розплавлений полілактид 18 постачається до статичного змішувача 16 при температурі у межах приблизно від 135°C до 145°C. Розплавлений полілактид 18 додають до розплавленої сечовини 12 у кількості приблизно від 0,1% (мас.) до 5% (мас.).

Розплавлений полілактид 18 можна одержувати шляхом розплавлення гранул полілактиду в плавильному баку або екструдері 22. Молекулярна маса полілактиду повинна бути достатньо низькою для того, щоб його у розплавленому стані можна було перепускати через дозувальний насос 24 і одержувати у статичному змішувачі 16 дозовану кількість консистентного розплавленого полілактиду 18. У кращому варіанті здійснення передбачається розплавлення полілактиду перед його введенням до статичного змішувача, але зрозуміло, що постачатися до статичного змішувача він може також у твердому стані. Отже полілактид може розплавлятися після приведення його в контакт з розплавленою сечовиною. Полілактид бажано розплавляти, оскільки постачуваний у твердому стані він є доволі липким. Крім того, очікується, що завантажування твердого полілактиду до статичного змішувача буде призводити до збільшення часу перебування розплавленої сечовини при підвищеній температурі.

Розплавлений полілактид 18 і розплавлена сечовина 12 подаються до статичного змішувача 16, де готується достатньо перемішаний полілактид-сечовинний склад 30. Склад 30 подається до гранулятора 32, де його температура швидко знижується, і утворюються гранули 34. Очікується, що надлишкова вологість на стадії гранулювання повинна видалятися. Утворені гранули 34 спрямовуються до сита 36, де видаляються занадто великі і небажані гранули 38, які потім можуть бути роздрібнені і використані як зародковий матеріал в грануляторі 32. Одержувані гранули являють собою кондиціонований сечовинний матеріал 40.

Нижче наведені Приклади, що ілюструють даний винахід. Вони жодною мірою не обмежують об'єму винаходу.

Приклад 1

В експерименті використовувалася формальдегідсечовина марки UF-80 виробництва фірми Borden Chemicals, Канада, яка містила 20% води, 57% формальдегіду і 23% сечовини. Сечовина з низьким вмістом біурету була придбана у фірми Sigma Chemical. В експерименті застосовувалися полілактидний полімер, лактид і молочна кислота виробництва фірми Cargill Dow Polymers. Перед використанням сечовину, полілактид і лактид зберігали в герметично закритих поліетиленових мішках, а потім поміщали в герметично закриті пластмасові посудини з десикантними мішечками. Всі матеріали зберігалися при температурі приблизно 25°C.

Було проведене порівняння застосування полілактиду, лактиду і молочної кислоти у якості кондиціонувальних агентів сечовини у кількостях 0,25%, 0,5% і 1% з некондиціонованою сечовиною. Крім того, було проведене порівняння некондиціонованої сечовини із сечовиною, обробленою формальдегідсечовиною як кондиціонувальним агентом у кількості 0,88% - типовою дозою для промислових процесів. Властивості випробуваних кондиціонувальних агентів наведені в Табл. 1.

Таблиця 1			
Середня молекулярна маса і показник текучості випробуваних кондиціонувальних агентів			
Матеріал	Середня молекулярна маса полімеру	Добавка R-молочної кислоти, %	Показник текучості при 135°C, г
Формальдегідсечовина -80	-	відсутні	>500
Необроблена сечовина	—	відсутні	>500
PLA	20000	24	>500
PLA	57000	24	188
PLA	52000	5	0,3
PLA	103000	21	2
PLA	139000	11,5	49,8
Мезолактид	144	50	>500
L-лактид	144	0	>500
D, L-лактид	144	50	>500
Молочна кислота	90	мономер	>500

Опір роздавлюванню виміряли за методикою, описаною в [Патент США № 4587358 (автор: Blouin); Патент США № 5132164 (автори: Sanford et al.)]. Зразки сечовини масою 40г нагрівали за допомогою нагрівного кожуха з реостатним терморегулятором за безперервного ручного перемішування при температурі 135 °C. Далі сечовину негайно передавали у попередньо нагріту тарілку з магнітним перемішувачем для підтримання її температури у межах 135-137°C. В розплавлену сечовину додавали кондиціонувальні агенти, і суміш безперервно перемішували протягом приблизно 2 хвилин. Далі суміш виливали у фарфорові кольорові тарілки, де вона швидко тверділа, приймаючи форму напівсферичних сегментів завтовшки приблизно 8мм і завширшки приблизно 20мм. Після охолодження і старіння протягом 4 годин напівсферичні гранули були піддані випробуванням на твердість шляхом стискування їх до точки руйнування у приладі Ametek для випробувань на

роздавлювання. Твердість визначали як середню величину по 9 реплікатах. Необроблену сечовину нагрівали, перемішували і формували в гранули таким самим чином.

Напівсферичні зразки сечовини випробувались на вологопоглинання шляхом витримання потрійних, двограмових напівсфер протягом 48 годин при 22 °С і відносній вологості 95%. Вологопоглинання визначали шляхом зважування і обчислення збільшення маси у відсотках.

Середню молекулярну масу полілактидних матеріалів визначали за допомогою гель-проникної хроматографії. Були проведені вимірювання також показника текучості, як наочного показника прийнятності матеріалу. Показник текучості визначали за методикою ASTM D-1238. Згідно з цією методикою були прийняті такі умови визначення показника текучості: температура 135 °С, 6 хвилинний нагрів перед вимірюваннями, маса плунжера 2160г і розмір отвору 0,082дюйма (2,083мм). Показник текучості визначали як час, потрібний для переміщення стандартного об'єму матеріалу. Одержані часові значення показника текучості перетворювали на грами переміщеного матеріалу. Таким чином, чим вищою є величина цієї маси, тим нижчою є в'язкість матеріалу при температурі 135°С.

Формальдегідсечовина значно поліпшувала опір сечовини роздавлюванню і зменшувала її вологопоглинання в умовах високої вологості. Полілактид із середньою молекулярною масою 20000 і 24% вмістом залишків R-молочної кислоти був випробуваний як кондиціонувальний агент при концентраціях 1%, 0,5% і 0,25%. Зазначений полілактид давав поліпшення, подібне тому, що одержувалось від формальдегідсечовини при 1% і 0,5%, але був значно менш ефективним, ніж формальдегідсечовина при 0,25%. Вищезазначений полілактид давав поліпшення, подібне тому, що одержувалось із формальдегідсечовиною при 1% і 0,5%. При 0,25% полілактид з молекулярною масою 20000 був трохи менш ефективним, ніж формальдегідсечовина. Від початку експерименту полімер зазнав певної деградації, що призвело до деякого зниження його ефективності.

Таблиця 2			
Опір роздавлюванню і вологопоглинання кондиціонованої сечовини			
Кондиціонувальний агент, мол. маса/% R-молоч. кислоти, концентрація	Опір роздавлюванню, кг (стандарт, похибка)	Вологопоглинання, % (стандарт, похибка)	Примітка
Необроблений контрольний зразок	11,8(1,3)	121,5(0,5)	Під час повторного твердіння сечовина розширилася
Формальдегідсечовина 80, доза 0,88%	19,5(1,2)	115,6(0,5)	Кондиціонувальний агент (рідкий) диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
Полімолочна кислота (20000/24%), 1%	19,6(1,0)	115,1(0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
Полімолочна кислота (20000/24%), 0,5%	18,9(1,0)	115,0(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
Полімолочна кислота (20000/24%), 0,25%	16,9 (0,9)	116,0(0,6)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (103000/21%), 1%	14,5(1,2)	120,9 (0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (103000/21%), 0,5%	12,1 (1,2)	121,2(0,7)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (103000/21%), 0,25%	11,5(0,8)	121,3(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (139000/11,5%), 1%	11,1(0,8)	121,5(0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (139000/11,5%), 0,5%	11,0(0,8)	121,0(0,6)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (139000/11,5%), 0,25%	11,0(1,2)	121,2(0,6)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/24%), 1%	16,4(1,1)	119,4(0,3)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувалася 1/2, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/24%), 0,5%	12,5 (0,8)	120,0(0,3)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувалася 1/2, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/24%), 0,25%	12,0 (0,9)	121,1 (0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувалася 1/2, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/5%), 1%	11,7(1,2)	120,9 (0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/5%), 0,5%	11,1(1,2)	121,5(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
Полімолочна кислота (57000/5%), 0,25%	11,5(1,1)	121,6(0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, не диспергувався, сечовина розширилася
L-лактид (144), 1%	18,7(1,2)	116,5(0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
L-лактид (144), 0,5%	15,2 (0,8)	120,9 (0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

L-лактид (144), 0,25%	14,1 (1,0)	121,6(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
D, L-лактид (144), 1%	18,7(1,2)	116,9(0,6)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
D, L-лактид (144), 0,5%	15,0(1,4)	120,8 (0,4)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
D, L-лактид (144), 0,25%	14,3(1,0)	121,8(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
Мезолактид (144), 1%	20,9(1,2)	117,0(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
Мезолактид (144), 0,5%	16,2(1,1)	120,7 (0,3)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
Мезолактид (144), 0,25%	14,8 (0,9)	121,8(0,5)	Кондиціонувальний агент розм'як, диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
Молочна кислота (90), 1%	21,6(1,5)	119,5(0,2)	Кондиціонувальний агент (рідкий), диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина не розширилася
Молочна кислота (90), 0,5%	13,9(1,6)	120,8 (0,4)	Кондиціонувальний агент (рідкий), диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася
Молочна кислота (90), 0,25%	12,5(1,1)	121,7(0,4)	Кондиціонувальний агент (рідкий), диспергувався в розплавленій сечовині, сечовина розширилася

Полілактид з молекулярною масою 57000 і 24% вмістом R-молочної кислоти і полілактид з молекулярною масою і 21% вмістом R-молочної кислоти були менш ефективними, ніж формальдегідсечовина. Полілактид з молекулярною масою 52000 і 5% вмістом R-молочної кислоти і полілактид з молекулярною масою 139000 і 11,5% вмістом R-молочної кислоти були значно менш ефективними, ніж формальдегідсечовина. Лактиди давали поліпшення опору роздавлюванню таке саме, що й формальдегідсечовина при 1%, але вони були значно менш ефективними на нижчих рівнях. Усі лактиди були менш ефективними щодо зниження вологопоглинання сечовини порівняно з формальдегідсечовиною і полілактидом молекулярної маси 20000. Молочна кислота при 1% давала поліпшення опору роздавлюванню таке саме, що й формальдегідсечовина, але вологопоглинання знижувала у мінімальному ступені. За нижчих рівнів молочна кислота була менш ефективною, ніж формальдегідсечовина.

Можна вважати, що найбільш ефективними кондиціонувальними агентами є такі, що розплавляються і диспергують у розплавленій сечовині. До них належать формальдегідсечовина, низькомолекулярні полілактиди з високим умістом R-молочної кислоти (20000/24%), лактиди і молочна кислота, дисперговані в сечовині при температурі 135°C. Полілактид з молекулярною масою 57000 і 24% умістом R-молочної кислоти частково диспергувався і був більш ефективним, ніж полілактид більшої молекулярної маси і меншим умістом R-молочної кислоти. Полілактид з високою молекулярною масою для його застосування в тих чи інших процесах, зазвичай, нагрівають до 160-190°C. Полілактид з низькою молекулярною масою і високим умістом R-молочної кислоти є аморфним полімером, який розплавляється за відносно низької температури. Випробування текучості розплаву показали, що матеріал (молекулярною масою 57000, уміст R-молочної кислоти 24%) з показником текучості (MFI: melt flow index) принаймні 188г при температурі 135°C є лише частково ефективним. Якщо ж матеріал має MFI більше 500г, то він буде ефективним за його дози 1%.

Некондиціонована сечовина, охолоджувана із розплавленого стану у фарфорових тарілках, розширюється. Її кондиціонування, що поліпшує опір сечовини роздавлюванню, зменшує її розширення. Кондиціонування без розплаву і дисперсії у розплавленій сечовині не зменшувало її розширення. Для зменшення розширення сечовини полімеризована молочна кислота не була потрібною. Лактид і молочна кислота давали такий самий опір роздавлюванню, що й формальдегідсечовина при дозі 1%. Припускаючи, що внаслідок добавлення у сечовину лактидне кільце розкривається, розширювання сечовини може бути зв'язане з добавленням кислоти. Зниження розширення може бути зумовлене зв'язуванням вільного аміаку, утворенням комплексу сечовина-молочна кислота/лактат або водневих зв'язків. У патенті США № 5032164 (автори: Sanford et al.) повідомляється, що окислення лігносульфонатних цукрів до цукрів карбонової кислоти дає більш ефективне зв'язуюче для гранулювання сечовини. В патенті США № 4587358 (автор: Bouin) описане застосування лігносульфонатів у якості зв'язуючих без хімічної модифікації. Оскільки ефективність молочної кислоти і лактиду падає при дозах нижче 1 %, полімерна молочна кислота може впливати на адгезію часток сечовини. Величини pH 3%-х розчинів UF-80, молочної кислоти і PLA молекулярною масою 20000 становили відповідно 4,60, 3,73 і 5,60. Крім того, розчин лігносульфонату має pH близько 5,50.

Оскільки молочна кислота і лактид давали мінімальне зниження вологопоглинання сечовини, видається можливим, що полімерна молочна кислота утворює на частках сечовини гідрофобне покриття.

Приклад 2

В експерименті використовувався полілактид виробництва фірми Cargill Dow Polimers LLC of Minnetonka, шт. Міннесота. Середня молекулярна маса полілактиду складала 19500, і перед використанням його роздрібнювали до розміру сита №100 (США). Використання полілактиду в якості кондиціонуального агента порівнювалось з аналогічним використанням формальдегідсечовини в якості кондиціонуального агента і некондиціонованої сечовини. Як кондиціонуальний агент із формальдегідсечовини використовувався матеріал UF-80 виробництва Borden Chemicals, Канада. Він містив 20% води, 57% формальдегіду і 23% сечовини.

Опір роздавлюванню вимірювали за методикою, описаною в патенті США № 4587358 (автор: Blouin) і в патенті США № 5032164 (автори: Sanford et al.). Сечовина з низьким вмістом біурету була придбана у фірми Sigma Chemicals. Зразки розплавлені при 140°C сечовини кількістю 20г були піддані кондиціюванню доданням у них малих кількостей полімолочної кислоти або UF-80 з ретельним перемішуванням протягом 2 хвилин. Уведена в розплавлену сечовину полімолочна кислота цієї ж миті розплавлювалась. Далі суміш виливали у фарфорові кольорові тарілки, де вона швидко тверділа, приймаючи форму напівсферичних сегментів завтовшки приблизно 8 мм і завширшки приблизно 20мм. Після охолодження і старіння протягом 24 годин напівсферичні гранули були піддані випробуванням на твердість шляхом стискування їх до точки руйнування у приладі для випробувань на роздавлювання. Твердість зразків оцінювалась за її середнім значенням по 6 реплікатах. Необроблену сечовину нагрівали, перемішували і формували в гранули таким самим чином. Полімолочну кислоту і UF-80 добавляли у розплавлену сечовину в кількості 1% (мас). Одержані результати наведені в Табл. 3.

Таблиця 3		
Добавка	Середній опір роздавлюванню, кг	Стандартна похибка
Без добавок	14,3	1,1
1%UF-80	21,5	0,9
1% полімолочна кислота	22,4	1,4

Із наведених вище даних з очевидністю випливає, що полімолочна кислота підвищує опір роздавлюванню (твердість) у значно більшому ступені, ніж необроблена сечовина, і у межах стандартної похибки порівняно із сечовиною, кондиціонованою UF-80.

Приклад 3

Застосовані тут матеріали і методики були ідентичними таким у Прикладі 2. Одержані результати наведені в Табл. 4.

Таблиця 4			
Добавка	Доза, %	Середній опір роздавлюванню, кг	Стандартна похибка
Без добавки	0	16,3	0,7
UF-80	1	23,1	1,0
Полімолочна кислота	1	22,4	0,6
UF-80	0,75	21,3	1,7
Полімолочна кислота	0,75	22,3	1,2
UF-80	0,5	20,6	0,9
Полімолочна кислота	0,5	20,6	0,5

По цих даних видно, що полімолочна кислота підвищувала опір роздавлюванню (твердість) у значно більшій мірі, ніж необроблена сечовина і в межах стандартної похибки порівняно з обробкою формальдегідсечовиною UF-80 при дозах до 0,5%.

Приклад 4

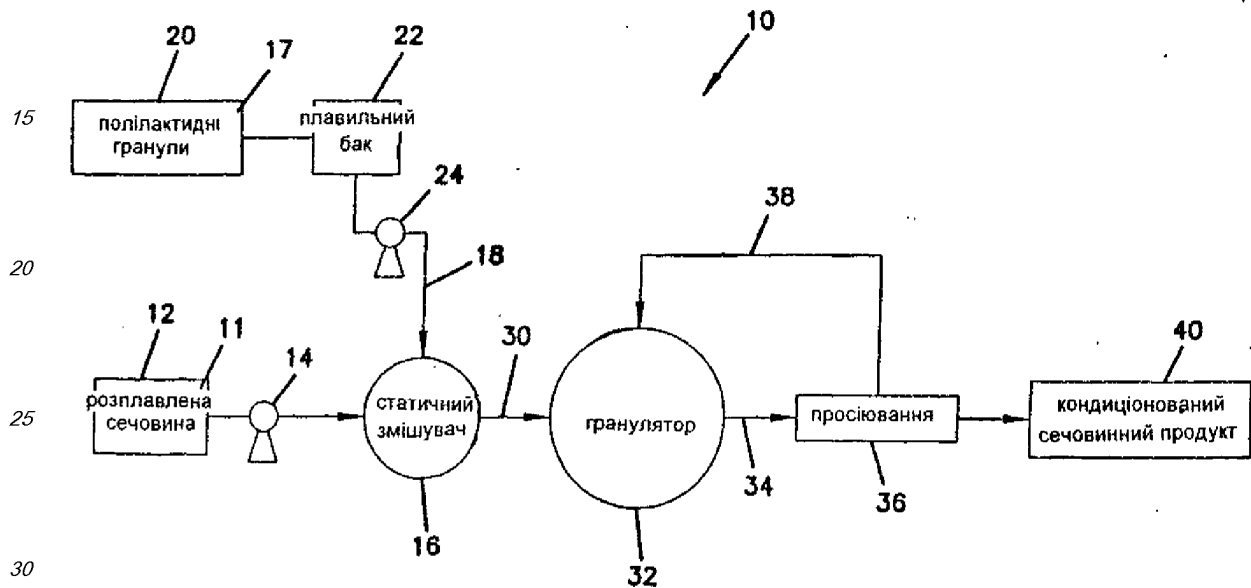
Застосовані тут матеріали і методики були такими самими, що й у Прикладі 2. Окрім того, гранули сечовини були випробувані на вологопоглинання або гігроскопічність шляхом витримання аналогічних гранул протягом 48 годин при температурі 22°C і відносній вологості 95%. Вологопоглинання визначали по збільшенню маси і виражали його величину у % (мас). Початкова маса гранул становила 2 г + 0,1 г. Дані вимірювань опору роздавлюванню і вологопоглинання наведені в Табл. 5.

Таблиця 5			
Добавка	Доза, %	Середній опір роздавлюванню, кг	Стандартна похибка
Без добавки	0	15,1	2,2
UF-80	0,88	20,9	1,7
Полімолочна кислота	0,26	20,5	1,7
Полімолочна кислота	0,13	17,9	0,6
Полімолочна кислота	0,065	16,5	0,8
Добавка	Доза, %	Вологопоглинання, % від початкової маси	Стандартна похибка
Без добавки	0	119	0,0
UF-80	0,88	116,9	0,05
Полімолочна кислота	0,26	116,3	0,25
Полімолочна кислота	0,13	116,7	0,35

Полімолочна кислота	0,065	117,7	0,75
---------------------	-------	-------	------

По цих даних добре видно, що полімолочна кислота підвищує опір роздавлюванню (твердість) у значно більшій мірі, ніж необроблена сечовина, і в однаковій мірі з UF-80 при дозах до 0,26%. Згідно з цими результатами, як UF-80, так і полімолочна кислота дозволяють одержувати менш гігроскопічні гранули сечовини. Крім того, полімолочна кислота давала таке саме зниження вологопоглинання при дозах до 0,13%.

Вищенаведені опис, приклади і результати випробувань дають повну інформацію щодо виготовлення і використання кондиціонованого добривного матеріалу за даним винаходом. З погляду на існування найрізноманітніших варіантів здійснення даного винаходу у межах його сутності і об'єму останні визначаються Формулою винаходу, що додається.



ФІГ. 1

Формула винаходу

1. Кондиціонований добривний матеріал, який містить сечовиновмісне добриво і необхідну кількість кондиціонуального агента молочнокислотного походження, що містить лактид або полілактид середньої молекулярної маси менше приблизно 25000.
2. Кондиціонований добривний матеріал за п. 1, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент молочнокислотного походження присутній у концентрації в межах приблизно від 0,1% мас. до 5% мас.
3. Кондиціонований добривний матеріал за п. 1, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент молочнокислотного походження вибрано з групи, яка складається з молочної кислоти, лактиду, олігомерів, що містять молочнокислотні залишки, полімерів, що містять молочнокислотні залишки, і їхніх сумішей.
4. Кондиціонований добривний матеріал за п. 1, який відрізняється тим, що сечовиновмісне добриво містить принаймні приблизно 50% мас. сечовини.
5. Кондиціонований добривний матеріал за п. 1, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент молочнокислотного походження має показник текучості більший за 500 г відповідно до ASTM D-1238 при температурі 135°C.
6. Кондиціонований добривний матеріал за п. 1, який відрізняється тим, що кондиціонований добривний матеріал має форму гранул середнього розміру приблизно від 0,7 мм до 5 мм.
7. Кондиціонований добривний матеріал, що містить продукт змішування при температурі приблизно від 135°C до 145°C сечовиновмісного добрива і приблизно від 0,1% мас. до 5% мас. кондиціонуального агента, який відрізняється тим, що містить кондиціонуальний агент молочнокислотного походження, який містить лактид або полілактид середньої молекулярної маси менше приблизно 25000.
8. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент присутній у концентрації приблизно від 0,2% мас. до 2% мас.
9. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент присутній у концентрації приблизно від 0,2% мас. до 0,4% мас.
10. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціонований добривний матеріал має форму гранул середнього розміру приблизно від 0,7 мм до 5 мм.
11. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціонуальний агент має

показник текучості більший за 500 г відповідно до ASTM D-1238 при 135°C.

12. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціонувальний агент містить молочну кислоту.

13. Кондиціонований добривний матеріал за п. 7, який відрізняється тим, що кондиціоноване добриво містить гранули, середній опір роздавлюванню яких є вище приблизно 15 кг, а вологопоглинання - менше 121%.

14. Спосіб кондиціонування добрива, який відрізняється тим, що він включає стадії

а) змішування сечовиновмісного добрива з кондиціонувальним агентом молочнокислотного походження, який містить лактид або полілактид середньої молекулярної маси менше приблизно 25000 при температурі приблизно від 135°C до 145°C з одержанням розплавленої суміші; і

б) охолодження суміші з одержанням гранул.

15. Спосіб за п. 14, який відрізняється тим, що стадія змішування включає у себе додавання кондиціонувального агента у кількості приблизно від 0,2% мас. до 2% мас.

16. Спосіб за п. 14, який відрізняється тим, що стадія змішування включає у себе додавання кондиціонувального агента у кількості приблизно від 0,2% мас. до 0,4% мас.

17. Спосіб за п. 14, який відрізняється тим, що згадані гранули мають середній розмір у межах приблизно від 0,7 мм до 5 мм.

18. Спосіб за п. 14, який відрізняється тим, що стадія змішування включає у себе змішування протягом приблизно від 5 с до 120 с.

19. Спосіб використання кондиціонованого добривного матеріалу, який відрізняється тим, що включає розсіювання гранул добрива на ґрунті за допомогою приведеного в дію двигуном пристрою для розсіювання добрива, де гранули добрива містять продукт змішування при температурі в межах приблизно від 135 °C до 145°C сечовиновмісного добрива з кондиціонувальним агентом молочнокислотного походження, який містить лактид або полілактид середньої молекулярної маси менше приблизно 25000, у кількості останнього приблизно від 0,1% мас. до 5% мас.

20. Спосіб використання кондиціонованого добривного матеріалу за п. 19, який відрізняється тим, що приведений у дію двигуном пристрій для розсіювання добрива містить обертальний турбовентиляторний польовий розсіювальний пристрій.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2005, N 6, 15.06.2005. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.