

**RU**

(11)

2 213 718

(13)

C2

(51) МПК

[C05F 11/00 \(2000.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: [2001125806/13](#), 20.09.2001(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.09.2001(43) Дата публикации заявки: 20.06.2003 Бюл.
№ 17

(45) Опубликовано: 10.10.2003 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 223823, 21.11.1968. SU 1286601
A1, 30.01.1987. RU 2039030 C1, 09.07.1995.

Адрес для переписки:

656099, г.Барнаул, пр. Ленина, 61-а,
комн.801, АГУ, отдел информации

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Ефанов М.В.,
Галочкин А.И.,
Цепенюк О.С.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ОРГАНОМИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ
НА ОСНОВЕ ЛИГНИНСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к сельскому хозяйству, а именно к получению азотсодержащих органоминеральных удобрений. Исходное лигнинсодержащее сырье обрабатывают азотной кислотой с последующей аммонизацией полученных продуктов. В качестве исходного лигнинсодержащего сырья используют лигноуглеводные материалы, содержащие 20-40% лигнина, 30-60% целлюлозы и 13-35% гемицеллюлоз. Обработку ведут азотной кислотой из расчета 0,25-2 г моногидрата на 1 г сырья при интенсивном механическом измельчении реакционной смеси в течение 5-30 мин при 25°C. Изобретение позволяет снизить температуру проведения процесса и расширить сырьевую базу. 4 табл.

Изобретение относится к области получения азотных органоминеральных удобрений из лигнинсодержащего сырья и может быть использовано для получения азотсодержащих органоминеральных удобрений пролонгированного действия на основе лигноуглеводных растительных материалов.

Известен способ получения сложных удобрений на основе лигнина путем окисления лигнинсодержащего сырья газами, содержащими окислы азота, нитрозными газами, полученными при окислении NH_3 , отходящими газами производства HNO_3 при 25-120°C с последующей нейтрализацией аммиаком. Получают удобрение, содержащее 8.2% азота и 23.4% нерастворимых в воде веществ [Патент ЧССР 141421. МПК С 05 F 11/02. Опубл.09.12.1969 г.].

Основными недостатками известного способа являются сложность технологического процесса и низкий выход готового удобрения (около 25% от исходного лигнина).

Известен способ получения стимулирующих рост удобрений на основе лигнина путем обработки водной суспензии гидролизного лигнина азотной кислотой, меланжем или окислами азота при 50-150°C с последующей аммонизацией полученного продукта и добавлением к нему гидролизного лигнина (прототип) [А.С. СССР 223823. МПК С 05 F 5/00. Опубл. 06.08.1968 г. БИ 25].

Общими для прототипа и заявляемого изобретения являются такие признаки, как химические реакции, лежащие в основе способа получения удобрений (окисление и нитрование), и последовательность стадий процесса (обработка исходного сырья сначала азотной кислотой, а затем аммонизация водным раствором аммиака).

Предлагаемое изобретение отличается от прототипа тем, что в качестве исходного лигнинсодержащего сырья используется широкий набор лигноуглеводных материалов (древесина различных пород и ее отходы, однолетнее растительное сырье), содержащих основные компоненты в широких пределах: 20-40% лигнина, 30-60% целлюлозы и 13-35% гемицеллюлоз.

К недостаткам прототипа следует отнести: использование в качестве исходного сырья только гидролизного лигнина, высокую температуру проведения процесса (50-150°C), выделение значительного количества токсичных газов (оксидов азота и цианистого водорода), низкое содержание азота в конечном продукте (около 2%).

В предлагаемом изобретении указанные недостатки устраняются следующим образом. Использование в качестве лигнинсодержащего сырья для получения удобрений различных по составу лигноуглеводных материалов (отходов растительного сырья) позволяет значительно расширить сырьевую базу и удешевить сырье. Применение интенсивного механического измельчения реакционной массы позволяет сократить расход азотной кислоты (в 2-4 раза) и проводить технологический процесс при обычной температуре (25°C) в течение 5-30 мин при отсутствии вредных газовых выбросов.

Процент общего азота, содержащийся в сложном удобрении, получаемом предлагаемым способом, достигает 21%, включая азот нитрата аммония, что существенно увеличивает запасы легкоусвояемого азота в почве.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что воздушно-сухие образцы лигноуглеводных материалов, содержащих 20-40% лигнина, 30-60% целлюлозы и 13-35% гемицеллюлоз, совместно с азотной кислотой (в расчете 0.25-2 г моногидрата /г сырья) подвергаются интенсивному механическому измельчению на шаровой ротационной мельнице при 25°C в течение 5-30 мин с последующей аммонизацией полученного продукта известным способом.

Заявляемое изобретение осуществляется следующим образом. Навеску воздушно-сухих опилок лигноуглеводных материалов фракции 0.5-0.75 мм массой 5.0 г

помещают в вибрационную мельницу и добавляют 60%-ный раствор азотной кислоты (из расчета 0.25-2.0 г моногидрата HNO_3 на 1 г сырья). Реакционную массу подвергают интенсивному механическому измельчению при 25°C в течение 5-30 мин. Полученную смесь выгружают из мельницы, отделяют от размалывающих тел и подвергают аммонизации известным способом и сушат на воздухе. Выход полученного удобрения составляет 111-121% от массы исходного сырья. Содержание нитрата аммония в составе полученных органоминеральных удобрений составляет 10-18% при содержании нитроэфирного азота (ONO_2) в составе лигноуглеводных материалов 1-3%. При меньшей продолжительности измельчения, например 1-2 мин, содержание нитроэфирных групп в составе продуктов незначительно (0.5-0.6%).

Пример 1. Навеску 5.0 г воздушно-сухих опилок древесины осины (фракция 0.5-0.75 мм) помещают в вибромельницу и добавляют 60%-ный раствор азотной кислоты (из расчета 2.0 г моногидрата на 1 г сырья). Реакционную массу подвергают интенсивному механическому измельчению при 25°C в течение 5 мин. Полученную смесь выгружают из мельницы, отделяют от размалывающих тел и подвергают аммонизации известным способом. Выход полученного удобрения составляет 111% от массы исходного сырья. Содержание нитрата аммония - 10.1%, нитроэфирного азота - 1.1%. Примеры 2-5 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но с использованием в качестве лигнинсодержащего сырья различных лигноуглеводных материалов (табл. 1). Примеры 6-10 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при различной продолжительности измельчения (табл. 2). Примеры 11-15 проведены в условиях, аналогичных примеру 8, но при различных количествах азотной кислоты (табл. 3). Примеры 16 и 17 проведены в условиях, аналогичных примеру 12, но при различной температуре (табл. 4).

Полученные продукты являются стимулирующими рост удобрениями, увеличивающими длину растений зернобобовых культур на 9-17%.

Формула изобретения

Способ получения азотсодержащих органоминеральных удобрений на основе лигнинсодержащего сырья, заключающийся в обработке исходного сырья азотной кислотой с последующей аммонизацией полученных продуктов, отличающийся тем, что в качестве исходного лигнинсодержащего сырья используют лигноуглеводные материалы, содержащие 20-40% лигнина, 30-60% целлюлозы и 13-35% гемицеллюлоз, обработку которых ведут азотной кислотой (из расчета 0,25-2 г моногидрата на 1 г сырья) при интенсивном механическом измельчении реакционной смеси в течение 5-30 мин при 25°C.

Таблица 1

Свойства азотсодержащих органоминеральных удобрений на основе различных лигноуглеводных материалов

Пример	Лигноуглеводный материал	Выход, %	Содержание азота, %		
			Общего	нитрата аммония	нитроэфирного
1	Древесина осины	111	11,2	10,1	1,1
2	Древесина березы	112	12,2	10,3	1,9
3	Древесина сосны	113	13,5	10,8	2,7
4	Подсолнечная лузга	115	14,9	11,5	3,4
5	Костра льна	115	15,3	11,7	3,6

Таблица 2

Свойства азотсодержащих органоминеральных удобрений на основе древесины осины

Пример	Продолжительность измельчения, мин	Выход, %	Содержание азота, %		
			Общего	нитрата аммония	нитроэфирного
1	5	111	11,2	10,1	1,1
6	10	114	13,9	12,3	1,6
7	15	117	17,4	15,2	2,2
8	20	120	20,0	17,1	2,9
9	25	121	21,3	18,2	3,1
10	30	121	21,4	18,2	3,2

Таблица 3

Свойства азотсодержащих органоминеральных удобрений на основе древесины осины

Пример	Количество HNO_3 , г/г древесины	Выход, %	Содержание азота, %		
			Общего	нитрата аммония	нитроэфирного
8	2,0	120	20,0	17,1	2,9
11	1,5	119	19,2	16,4	2,8
12	1,0	116	15,8	13,1	2,7
13	0,5	113	13,2	11,2	2,0
14	0,25	112	11,7	10,3	1,4
15	5,0	120	20,2	17,3	2,9

Таблица 4

Свойства азотсодержащих органоминеральных удобрений на основе древесины осины

Пример	Температура, °C	Выход, %	Содержание азота, %		
			Общего	нитрата аммония	нитроэфирного
12	25	116	15,8	13,1	2,7
16	50	117	16,8	13,4	3,4
17	100	118	16,8	13,6	3,2

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: [2001125806](#)

Дата прекращения действия патента: **21.09.2005**

Извещение опубликовано: [10.11.2006](#)БИ: 31/2006