

---

Octrooiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **7807219**

Nederland

⑲ NL

---

⑤4 **Werkwijze voor de bereiding van een korrelvormige NPK-kunstmeststof alsmede korrelvormige NPK-kunstmeststoffen verkregen met deze werkwijze.**

⑤1 Int.Cl<sup>3</sup>: C05G1/06.

⑦1 Aanvrager: Unie van Kunstmestfabrieken B.V. te Utrecht.

⑦4 Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.  
Octroobureau DSM  
Postbus 9  
6160 MA Geleen.

---

②1 Aanvraag Nr. 7807219.

②2 Ingediend 4 juli 1978.

③2 --

③3 --

③1 --

②3 --

⑥1 --

⑥2 --

---

④3 Ter inzage gelegd 8 januari 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

---

UNIE VAN KUNSTMESTFABRIEKEN B.V. te UTRECHT

Uitvinders: Johan W. HOOGENDONK te Geleen  
Servatius J. LUCASSEN te Schimmert

1

WERKWIJZE VOOR DE BEREIDING VAN EEN KORRELVORMIGE NPK-KUNSTMESTSTOF  
ALSMEDE KORRELVORMIGE NPK-KUNSTMESTSTOFFEN VERKREGEN MET DEZE  
WERKWIJZE

De uitvinding betreft een werkwijze voor de bereiding van een korrelvormige NPK-kunstmeststof waarbij vast kaliumchloride wordt gemengd met een - eventueel waterbevattend - vloeibaar mengsel van ammoniumnitraat en ammoniumfosfaat, dat eventueel nog andere  
5 kunstmestzouten kan bevatten, waarna het mengsel tot korrels verwerkt wordt.

Het bij een dergelijke werkwijze optredende probleem is de desintegratie van de korrels tijdens de opslag. Onder desintegratie wordt hier verstaan het verschijnsel, dat de korrels bij opslag  
10 als gevolg van voortgaande chemische reacties en hiermee gepaard gaande vorming van nieuwe kristallen een sterke afname in breeksterkte vertonen, aan het oppervlak gaan scheuren en er een ernstige uitbloei van zouten aan het oppervlak optreedt, hetgeen een hinderlijke stof-ontwikkeling en toename van fijne deeltjes tot gevolg heeft. Tevens treedt  
15 er door deze uitbloei samengroeiing tussen afzonderlijke korrels, het zogenaamde samenbakken, op. Het is weliswaar mogelijk gebleken om deze verschijnselen te onderdrukken door ofwel het kaliumchloride vóór de toevoeging te verwarmen ofwel het gehele mengsel van N-verbinding, P-verbinding en K-verbinding te verwarmen en gedurende langere tijd  
20 intensief te mengen vóór de verdere verwerking tot korrels, maar deze maatregelen vereisen een vrij aanzienlijk energieverbruik, terwijl door de lange mengtijd een relatief grote apparatuur benodigd is.

7807219

Het doel van de uitvinding is derhalve een eenvoudige werkwijze voor de bereiding van stabiele korrelvormige NPK-kunstmeststoffen, waarbij bovengenoemde nadelen niet of nagenoeg niet optreden.

Volgens de uitvinding kan dit doel bereikt worden door vast  
5 kaliumchloride te mengen met een eventueel waterbevattend, vloeibaar mengsel van ammoniumnitraat en ammoniumfosfaat, dat eventueel nog andere kunstmestzouten kan bevatten, waarbij men het kaliumchloride toevoegt in de vorm van deeltjes met een gemiddelde grootte van ten  
10 hoogste 50  $\mu$  en ten hoogste 1 gew.-% deeltjes groter dan 150  $\mu$  bevattend en met een temperatuur tussen 5 °C en 40 °C en het aldus verkregen mengsel tot korrels verwerkt.

Op deze wijze worden korrelvormige NPK-kunstmeststoffen verkregen welke bij opslag geen of nagenoeg geen neiging tot desintegratie vertonen. Het is hierbij niet nodig om het kaliumchloride  
15 voor de verwarmen of om een aparte menger te gebruiken waarin het mengsel gedurende een bepaalde tijd verblijft.

Het kaliumchloride kan in de N-P-smelt ingemengd worden aan het begin van de verwerking tot korrels.

Het mengsel kan tot korrels verwerkt worden door granulering, bijvoorbeeld met behulp van een granuleerschroef. Het kaliumchloride kan  
20 dan aan de N-P-smelt toegevoegd worden kort voordat deze smelt in de schroef gevoerd wordt of meteen in de granuleerschroef.

Het mengsel kan ook door prillen verwerkt worden. In dit geval kan het kaliumchloride gedoseerd worden in de prikop of in  
25 de leiding welke de N-P-smelt naar de prikop voert.

Het kaliumchloride heeft een temperatuur tussen 5 °C en 40 °C. Bij lagere temperaturen wordt het effect van de werkwijze volgens de uitvinding minder, terwijl hogere temperaturen wel toelaatbaar zijn doch een afzonderlijke verwarmingsstap vereisen en geen  
30 extra voordeel bieden. Bij een temperatuur van het kaliumchloride tussen 10 °C en 25 °C, dus normale omgevingstemperatuur, worden met de werkwijze volgens de uitvinding zeer bevredigende resultaten verkregen.

Kaliumchloride van de gewenste deeltjesgrootte kan op  
35 bekende wijze verkregen worden door malen van grof KCl. Het is

7807219

hierbij niet noodzakelijk om uit te gaan van zuiver KCl. Technisch KCl, dat kleine hoeveelheden NaCl en/of  $MgCl_2$  bevat, kan zonder meer toegepast worden. Ook KCl, dat bedekt is met een kleine hoeveelheid van een organisch bekledingsmiddel, kan zonder voorafgaande zuivering  
5 toegepast worden.

De werkwijze volgens de uitvinding is geschikt voor de bereiding van NPK-kunstmeststoffen van verschillende samenstelling, zoals bijvoorbeeld 17-17-17, 15-15-15, 20-10-10, 25-5-5, etc.

Het vloeibare mengsel van ammoniumnitraat en ammoniumfos-  
10 faat kan op bekende wijze bereid worden, b.v. door ammoniëren van een mengsel van salpeterzuur en fosforzuur, of door toevoegen van ammoniumnitraat aan fosforzuur gevolgd door ammoniëren, of verkregen zijn bij een zogenaamd nitrofosfaatproces. Dit mengsel kan 0-10 gew.-% water bevatten, berekend op het totale gewicht en bevat  
15 in de meeste gevallen 4-5 gew.-% water.

Het ammoniumnitraat kan voor een deel vervangen zijn door andere ammoniumzouten, b.v. ammoniumsulfaat, of in de vorm van een dubbelzout, b.v. ammoniumnitraatsulfaat toegepast worden. Eveneens kan het ammoniumfosfaat gedeeltelijk vervangen zijn door andere  
20 meststoffen, b.v. alkali- en/of aardalkali-fosfaten, of in de vorm van dubbelzouten, b.v. ammoniumfosfaatsulfaat toegepast worden. Het ammoniumfosfaat is bij voorkeur aanwezig als orthofosfaat, doch kan desgewenst geheel of gedeeltelijk als metafosfaat of polyfosfaat aanwezig zijn. Bovendien kan het gesmolten mengsel nog andere met het  
25 systeem compatibele kunstmestzouten bevatten, b.v. calciumnitraat, magnesiumzouten etc.

#### Voorbeeld I

In een mengsel werd vast, korrelvormig KCl, dat een gemid-  
delde deeltjesgrootte van  $110 \mu$  had, en voorverwarmd was tot  $115^\circ C$ ,  
30 gemengd met een vloeibaar mengsel van ammoniumnitraat en ammonium-  
fosfaat, dat een  $N:P_2O_5$ -verhouding van 1 : 1, een temperatuur van  
 $160^\circ C$  en een vochtgehalte van 4,5 gew.-% bezat. Het gevormde mengsel,  
dat een viscositeit van 100-150 cP had, werd intensief gemengd  
gedurende ongeveer 25 seconden, en aansluitend in een granuleerschroef  
35 gegraneleerd. De hoeveelheid KCl was zodanig gekozen, dat een produkt

7807219

met een N : P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : K<sub>2</sub>O-verhouding van 17 : 17 : 17 verkregen werd.

Daar gebleken is, dat een vermindering van de opslagstabiliteit van de NPK-mestkorrels grotendeels te wijten is aan een onvoldoende omzetting van KCl en NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, waardoor nog vrij KCl in de korrel aanwezig is, werden van het mengsel uit het mengvat monsters genomen, en werd de omzettingsgraad van het KCl hierin röntgenanalytisch bepaald. Het bleek, dat na een mengtijd van 25 seconden ongeveer 90 % van het KCl was omgezet.

Het uit de granuleerschroef verkregen product vertoonde bij een opslag van meer dan 6 maanden nagenoeg geen desintegratieverschijnselen. De breeksterkte van het produkt bleek nagenoeg onveranderd (55-60 kg/cm<sup>2</sup>), terwijl de hoeveelheid gevormde kleine deeltjes en ook de hoeveelheid samengegroeide korrels verwaarloosbaar klein was. De korrels vertoonden géén uitbloei aan het oppervlak.

#### 15 Voorbeeld II

Op dezelfde wijze als in voorbeeld I werd KCl, dat gemalen was tot een gemiddelde deeltjesgrootte van 60 μ en voorverwarmd was tot 85 °C, gemengd met eenzelfde N-P-smelt, en na een mengtijd van 5 seconden in een granuleerschroef gegraneleerd.

Röntgenanalytisch werd vastgesteld, dat na een mengtijd van 5 seconden ongeveer 90 % van het KCl omgezet was.

Het gevormde granulaire product vertoonde eveneens na een opslag van meer dan 6 maanden geen desintegratieverschijnselen.

#### Voorbeeld III

Op dezelfde wijze als in voorbeeld I werd volgens de uitvinding KCl, dat een gemiddelde korrelgrootte van 50 μ, een gehalte aan deeltjes groter dan 150 μ van minder dan 1 gew.-%, en een temperatuur van 20-25 °C had, zonder voorverwarming gemengd met N-P-smelt van dezelfde samenstelling en vervolgens gegraneleerd.

Röntgenanalytisch werd aangetoond, dat vrijwel meteen na toevoeging van het KCl aan het mengvat > 90 % van het KCl was omgezet.

Het resulterende, granulaire product vertoonde bij opslag van meer

dan 6 maanden géén desintegratieverschijnselen. De oorspronkelijke breeksterkte ( $55-60 \text{ kg/cm}^2$ ) bleek onveranderd en de hoeveelheid gevormde fijne deeltjes verwaarloosbaar klein. Er was geen samenbakking opgetreden en het produkt veroorzaakte bij verlading in zakken  
5 géén stofontwikkeling.

#### Voorbeeld IV

Op dezelfde wijze als in voorbeeld I werd het KCl met een gemiddelde deeltjesgrootte van  $110 \mu$  zonder voorverwarming met de N-P-smelt gemengd.

10 Röntgenanalytisch werd aangetoond, dat zelfs na een mengtijd van 30 seconden nog slechts 70 gew.-% van het KCl omgezet was. Het mengsel werd vervolgens in een granuleerschroef gegraneleerd. Het granulaire product vertoonde reeds na opslag van enkele weken zeer sterke desintegratieverschijnselen. De hoeveelheid samengekoekte  
15 korrels bedroeg 40 gew.-%, terwijl er bij verlading in zakken een hinderlijke stofontwikkeling optrad. De breeksterkte van de korrels was gedaald tot beneden  $35 \text{ kg/cm}^2$ .

#### Voorbeeld V

In een granuleerschroef werd een vloeibaar mengsel van  
20 ammoniumnitraat en ammoniumfosfaat, dat een  $\text{N:P}_2\text{O}_5$ -verhouding van 1 : 1, een temperatuur van  $160^\circ\text{C}$  en een vochtgehalte van 4,5 gew.-% had, gedoseerd. KCl met een gemiddelde deeltjesgrootte van  $50 \mu$  en minder dan 1 gew.-% groter dan  $150 \mu$  werd rechtstreeks aan deze schroef toegevoegd. Het  
25 toegevoegde KCl was niet voorverwarmd (temp.  $20-25^\circ\text{C}$ ). Röntgenanalytisch werd vastgesteld, dat in het gegraneleerde product  $>90$  gew.-% van het KCl was omgezet. Het produkt vertoonde bij een opslag van meer dan 6 maanden géén desintegratieverschijnselen. De breeksterkte bleek nagenoeg onver-  
30 anderd ( $55-60 \text{ kg/cm}^2$ ), terwijl er praktisch géén kleine deeltjes en in het geheel geen samengekoekte deeltjes gevormd waren. Het product vertoonde geen uitbloei aan het oppervlak en veroorzaakte geen stofontwikkeling bij verladen.

7807219

Voorbeeld VI

Op dezelfde wijze als in voorbeeld V werd een granulaire meststof bereid door direkt aan de granuleerschroef KCl toe te voegen, dat een gemiddelde deeltjesgrootte van 110  $\mu$  had en niet voorverwarmd was.

Röntgenanalyse toonde aan, dat in het gegrannuleerde product slechts 70 % van het KCl was omgezet.

Het product was na opslag van 6 weken dusdanig samengekoekt, dat overladen in zakken praktisch onmogelijk was. Tevens trad er een hinderlijke stofontwikkeling op.

7807219

## C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor de bereiding van een korrelvormige NPK-kunstmeststof waarbij vast kaliumchloride wordt gemengd met een, eventueel waterbevattend, vloeibaar mengsel van ammoniumnitraat en ammoniumfosfaat, dat eventueel nog andere kunstmestzouten kan bevatten,  
5 met het kenmerk, dat men het kaliumchloride toevoegt in de vorm van deeltjes met een gemiddelde grootte van ten hoogste 50  $\mu$  en ten hoogste 1 gew.-% deeltjes groter dan 150  $\mu$  bevattend en met een temperatuur tussen 5 °C en 40 °C, en het aldus verkregen mengsel tot korrels verwerkt.
- 10 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men deeltjesvormig kaliumchloride met een temperatuur tussen 10 °C en 25 °C toevoegt.
3. Werkwijze volgens conclusie 1-2, met het kenmerk, dat men het kaliumchloride toevoegt aan een verder op bekende wijze werkende  
15 granuleerschroef, waaraan tevens het vloeibaar mengsel van ammoniumnitraat en ammoniumfosfaat toegevoegd wordt.
4. Korrelvormige kunstmeststof verkregen met de werkwijze volgens een der conclusies 1-3.

7807219