



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 13 193 T2 2004.09.09**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 127 035 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 13 193.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/FI99/00568**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 932 903.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/00452**

(86) PCT-Anmeldetag: **28.06.1999**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **06.01.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **29.08.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **26.11.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **09.09.2004**

(51) Int Cl.7: **C05G 5/00**

**C05B 19/00, C05C 3/00, C05C 9/00,
C05D 1/02, B01J 2/00**

(30) Unionspriorität:

981490	29.06.1998	FI
982013	18.09.1998	FI

(73) Patentinhaber:

Kemira GrowHow Oy, Helsinki, FI

(74) Vertreter:

Beetz & Partner, 80538 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

**VAN BREMPT, Arthur, B-1852 Grimbergen, BE;
POUKARI, Juhani, FIN-12430 Masala, FI**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung eines Düngemittelverbundgranulats**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

- [0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Düngemittelverbundgranulats unter Verwendung der Feststoffgranulierung.
- [0002] Der Begriff „Verbunddüngemittel“ wird gemäß einiger verschiedener Bedeutungen definiert und verwendet; ein derartiges Düngemittel enthält mindestens zwei der Pflanzennährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium. Verbunddüngemittel werden auf chemischem Weg oder durch Mischen hergestellt. Sie werden in Form von Granulaten, Presslingen, Sprühkristallisationsprodukten oder Kristallen hergestellt und sind in der Regel frei fließend.
- [0003] Verbunddüngemittel (Düngemittelverbundstoffe) werden hergestellt und häufig benutzt, da sie leicht herzustellen, zu transportieren, zu lagern und anzuwenden sind, und da sie lokale oder regionale Nährstoffanforderungen, insbesondere grundlegende Nährstoffanforderungen, gut erfüllen. Zusätzlich zum Gehalt verschiedener Anteile der Primärnährstoffe ($N + P_2O_5 + K_2O$), können die Verbunddüngemittel bestimmte sekundäre Nährstoffe und Mikronährstoffe enthalten, die spezifisch auf die Nutzpflanzenbedürfnisse in bestimmten agroklimatischen Regionen abgestimmt sind.
- [0004] Granulat-Dünger besitzen verschiedene Vorteile gegenüber Pulvern, insbesondere die Verminderung der Staubmenge, eine verbesserte Gleichförmigkeit des Flusses beim Ausbringen der Dünger und – beim Mischen – Verbesserungen hinsichtlich der Entmischung.
- [0005] Bei der Klassifizierung der Granulierungsverfahren werden die physikalischen Eigenschaften der zu granulierenden Materialien herangezogen. Entsprechend der „Dichte“ der Materialien können die folgenden drei Gruppen unterschieden werden: Granulierung von Feststoffen, Granulierung von Aufschlämmungen oder Schmelzen und Granulierung aus Flüssigkeiten, gleichzeitig zu der Reaktion, durch die das Produkt gebildet wird.
- [0006] Grundlegende Verfahren zur Herstellung von Verbunddüngemitteln sind: Dampf/Wasser-Granulierung, chemische Granulierung oder Komplex- oder Aufschlämmungsgranulierung, Tropfenbildung oder Sprühkristallisation, Pressgranulierung, sowie trockenes Mixen oder Vermischen.
- [0007] Die grundlegenden Mechanismen, die für die anfängliche Bildung des Düngemittelkörnchens und dessen nachfolgendes Wachstum verantwortlich sind, sind Agglomeration und Akkretion. Die bekannten und in breitem Umfang angewendeten Verfahren zur Granulierung von Verbunddüngemitteln sind beispielsweise in „Fertilizer Manual“, Kluwer Academic Publishers, 1998, S. 434–451 und „Studies of Granulation of Compound Fertilizers Containing Urea: A Literature Review“, G. C. Hicks, National Fertilizer Development Center; Bull Y-108, 15 pp., 1976, gut beschrieben.
- [0008] Akkretion ist ein Vorgang, bei dem Schicht um Schicht eines flüssigen Materials auf einem festen Partikel aufgebracht wird, um dessen Größenwachstum zu bewirken; so sind z. B. die verwendeten Granulierungsverfahren des Aufschlämmungs-Typs zur Herstellung von DAP, MAP, TSP und einigen Nitrophosphat-Verbindungen Granulierungsverfahren des Akkretions-Typs.
- [0009] Die Agglomeration (Zusammenballung) oder Granulierung fester Partikel ist ein klassisches Verfahren, um Dünger zu granulieren, z. B. NPK-Produkte. Bei den meisten NPK-Formulierungen des Agglomerations-Typs werden 50–75% des Rohstoffs als feste Partikel zugeführt. Die (vorab gemischten) Rohstoffe werden in einen Granulierapparat eingegeben, in dem die Agglomeration gestartet wird. Dem Granulierapparat werden Dampf und/oder Wasser oder andere Flüssigkeiten zugeführt, um genügend Flüssigkeit bereit zu stellen, um die Granulierung voranzutreiben. In einigen Verfahren kann auch eine geringe Menge an Ammoniak zugegeben werden, um die Granulierung zu unterstützen und die Produktqualität durch Steigerung der CHR (kritische relative Humidität) und durch Verminderung des sauren Charakters zu verbessern. Die festen Partikel werden durch eine Kombination aus mechanischer Verzahnung und Verkittung miteinander verbunden und zu Körnern zusammengefügt.
- [0010] Es ist eine Anzahl von Herstellungsverfahren für Verbunddüngemittel in industrieller Größenordnung entwickelt worden und in Anwendung befindlich. Im Verfahren der Dampf/Wasser-Granulierung wird/werden Dampf und/oder Wasser oder Flüssigkeit von Nassabscheidern in den Granulierapparat gegeben, um ausreichend Flüssigphase und Plastizität bereit zu stellen, um die Agglomeration der trockenen Rohstoffe in Granulate der gewünschten Körnergröße des Produkts zu bewirken.
- [0011] Es ist üblich, Harnstoff als N-Quelle für Dünger der verschiedenen Typen und Qualitäten zu verwenden. Fester Harnstoff mit relativ hohem Biuret-Gehalt (0,8–2,0 Gewichts-%) wird hauptsächlich für direkte Applikation auf den Boden verwendet, schwache wässrige Harnstofflösungen mit niedrigem Biuret-Gehalt (max. 0,3 Gewichts-%) werden für Blattsprays verwendet.
- [0012] Die Verwendung von Harnstoff ist auch bei der Herstellung (körniger) Verbunddüngemittel, basierend z. B. auf Superphosphat oder Ammoniumphosphat, etabliert.
- [0013] Die konventionelle, feuchte Granulierung ist kein geeignetes Verfahren zur Herstellung von Formulierungen, die Harnstoff enthalten, insbesondere wenn auch Kaliumchlorid anwesend ist, da das Produkt sehr hygroskopisch wird und daher schwierig und kostenintensiv getrocknet werden muss.

[0014] Bei der chemischen Granulierung werden neben einer großen Menge an festen Ausgangsstoffen außerdem Wasser, Dampf, Flüssigkeit von Nassabscheidern, und/oder Ammoniak und Säure in den Granulierapparat eingespeist; die Granulate werden meist durch Agglomeration gebildet, jedoch kann bei einigen Verfahren auch Granulatbildung mittels Akkretion erfolgen.

[0015] Tropfenbildung oder Prillen (Sprühkristallisation), Pressgranulierung, trockenes Mixen oder Mischen, etc. werden ebenfalls in recht breitem Umfang angewendet, um verschiedene Formulierungen von Granulatlüngern herzustellen.

[0016] Da bei den meisten traditionellen Verfahren der Granulierung stets etwas Wasser oder Feuchtigkeit vorliegt, ist Trocknung ein obligatorischer, schwieriger und teurer Schritt des Verfahrens und macht eine separate Apparatur zum Trocknen erforderlich. Um die Probleme der Granulierung, Produktqualität und Trocknung zu lösen, sind verschiedene von der Dünger-Art abhängige Verfahren in Entwicklung.

[0017] Ein Verfahren der Granulierung wird von Doshi, S. R. in dem Artikel „Fusion blend“, Fertilizer Research, vol. 30(1): p. 87–97, 1991, beschrieben. Es wird Wasser (oder Dampf) verwendet, um Feststoffe entweder in Form von Pulver oder Sprühkristallen oder Granulaten zusammenzufügen, ohne dabei andere Flüssigkeiten wie Ammoniak, Phosphorsäure oder Salpetersäure in das beschriebene Verfahren einzubeziehen; eine Trocknung bleibt nach wie vor essentiell.

[0018] Eine gewisse Menge an Wasser oder Feuchtigkeit ist stets Teil des Vorgangs. Der Vorgang steht in Beziehung, bzw. Abhängigkeit zu Temperatur und Feuchtigkeit des Materials. Zum Beispiel zeigt sich bei den meisten NPK-Düngern des Agglomerationstyps eine flüssige Phase von 300 kg/t Produkt als optimal.

[0019] Die Patentveröffentlichung GB 1,189,398 (Sumitomo) offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines NK-Düngers, wobei dieses Verfahren das Aufsprühen einer flüssigen Mischung aus Harnstoff, Kaliumchlorid, Gipsmineral und 1–10 Gewichts-% an Wasser auf das feste Material in einem Granulierapparat umfasst. Es wird keine Trocknung verwendet. Jedoch ist die im Verfahren zugegebene Menge an Wasser hoch genug, um den Harnstoff im gelösten Zustand zu halten, und das Endprodukt hat mit 1–2 Gewichts-% einen relativ hohen Wassergehalt.

[0020] Die Patentschrift US 4,138,750 (TVA) offenbart ein Verfahren für die Herstellung von Düngern aus Phosphorsäure, Schwefelsäure, wasserfreiem Ammoniak und Harnstoff, bei dem ein spezifisch gestalteter Rohrkreuz-Reaktor verwendet wird, um eine homogene Schmelze oder eine auf Phosphorsäure, Schwefelsäure und wasserfreiem Ammoniak basierende Aufschlämmung mit niedrigem Feuchtigkeitsgehalt herzustellen. Der Rohrkreuz-Reaktor eliminiert die Notwendigkeit eines Vorneutralisators, wobei außerdem aufgrund des geringen Feuchtigkeitsgehalts der Schmelze oder Aufschlämmung der Trockner eliminiert wird. Die Wärme der Neutralisationsreaktion trocknet das Material in dem Rohrkreuz-Reaktor.

[0021] Aufgrund des Wasser- bzw. Feuchtigkeitsgehalts der Rohstoffe und Produkte werden Probleme hinsichtlich des Verfahrens und der Produktqualität, wie etwa gesteigerte Hygroskopizität und Plastizität, oft auftreten, wenn Dünger unter Verwendung von Dampf/Wasser und chemischen Granulierungsverfahren zu Granulat verarbeitet werden, insbesondere, wenn z. B. SSP, TSP und/oder Harnstoff im Produkt vorliegen. Die Hygroskopizität und Plastizität erschweren die Schritte der Trocknung, Siebung und Zerkleinerung, außerdem sind die Lagerungseigenschaften derartiger Verbunddüngemittel oft schlechter als die solcher Dünger, die diese Substanzen nicht beinhalten.

[0022] Die vorliegende Erfindung ist entwickelt worden, um die Probleme im Bezug auf die Granulierung, Produktqualität, Lagerung, etc. bei der Herstellung von Verbunddüngemitteln zu lösen. Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Verbunddüngemitteln wie etwa NPK, NK etc., bei der feste Ausgangsstoffe in einem Mixer gemischt und einem Granulierapparat zugeführt werden, dem außerdem Heißluft zugeführt wird. Die Rohstoffe werden ohne Hilfe von Wasser oder irgendwelcher anderer Flüssigkeiten wie etwa Ammoniak, Phosphorsäure oder Schwefelsäure granuliert. Somit ist diese Granulierung ein wirkliches Verfahren der Feststoffgranulierung. Da kein Wasser oder irgendeine andere Flüssigkeit zugegeben wird, besteht keine Notwendigkeit für eine Trocknung des granulierten Produktes. Darüber hinaus ist auch die physikalische Qualität des Produktes gut.

[0023] Insbesondere besitzt das Verfahren der vorliegenden Erfindung große Vorteile gegenüber bekannten Verfahren der Granulierung, die höhere Temperaturen in der Trocknungsphase benötigen. Insbesondere ist die Kontrolle der Feuchtigkeit und der Trocknungstemperatur wichtig und schwierig; eine hohe Temperatur kann das Schmelzen des granulierten Materials bewirken, das dann an den Innenwänden festklebt und nahe dem Austrittsende aus dem Trockner austritt. Die optimalen Werte für Feuchtigkeit und Temperatur variieren stark von Produkt zu Produkt.

[0024] Somit stellt die vorliegende Erfindung ein Verfahren für die Herstellung eines Düngemittelverbundgranulats bereit, das mindestens zwei der Pflanzennährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium enthält, wobei das Verfahren die Stufen:

- Bereitstellen eines festen Ausgangsmaterials, das mindestens einen festen Düngemittelrohstoff und wahlweise rezirkuliertes Material umfasst,
- Füllen des Ausgangsmaterials oder eines Teils von ihm in ein Schmelzaggregat zum Schmelzen eines

- gewünschten Teils davon und Halten dieses Teils im geschmolzenen Zustand,
- Leiten des teilweise geschmolzenen Materials und wahlweise anderer gewünschter fester Rohstoffe in einen Granulierapparat, um ein granuliertes Produkt zu erhalten, und
 - Abkühlen und wahlweise Sieben des granulierten Produktes, um trockenes Düngemittelverbundgranulat mit der gewünschten Korngrößenverteilung zu erhalten,

umfasst, unter der Voraussetzung, dass kein Wasser oder keine wässrige Flüssigkeit in das Verfahren eingeführt wird.

[0025] Das Schmelzen eines Teils des Ausgangsmaterials in dem Schmelzaggregat kann durch Einleiten von Heißluft in das Schmelzaggregat bewirkt werden. Das Schmelzen kann auch durch andere Mittel, z. B. durch Heizvorrichtungen, erreicht werden.

[0026] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird das Verfahren kontinuierlich durchgeführt und der geschmolzene Teil des Ausgangsmaterials während des Verfahrens durch Regelung der Durchflussgeschwindigkeit des Ausgangsmaterials und der Temperatur der in das Schmelzaggregat eingeleiteten Heißluft konstant gehalten. Der optimale Anteil des geschmolzenen Ausgangsmaterials ist abhängig von Art/Typ des gewünschten Düngers und von den verwendeten Rohstoffen. Der optimale Anteil des geschmolzenen Materials kann z. B. etwa 10–40 Gewichts-%, bevorzugt etwa 10–25 Gewichts-%, noch bevorzugter etwa 12–20 Gewichts-%, in Abhängigkeit vom Typ betragen.

[0027] Wenn das Schmelzen mittels Heißluft ausgeführt wird, beträgt eine geeignete Temperatur der in das Schmelzaggregat geleiteten Heißluft zwischen 200°C und 550°C. Am Auslass des Schmelzaggregats hat die Heißluft eine Temperatur von etwa 90°C bis 120°C.

[0028] In geeigneter Weise beträgt die Temperatur des teilweise geschmolzenen Ausgangsmaterials bei Verlassen des Schmelzaggregats zwischen 70°C und 135°C, bevorzugt zwischen 70°C und 110°C.

[0029] Das Verfahren der Erfindung kann ausgeführt werden, indem entweder sämtliche einzelnen Komponenten der Rohstoffe in das Schmelzaggregat geleitet werden, oder indem eine oder einige der einzelnen Komponenten der Rohstoffe in das Schmelzaggregat geleitet und der Rest der Komponenten dem Granulierapparat zugeleitet wird.

[0030] Das in das Schmelzaggregat und/oder den Granulierapparat einzuleitende Material kann vorewärmt werden. Dies ist im Hinblick auf die Temperaturkontrolle des Verfahrens bevorzugt. Geeigneter Weise kann das Material auf eine Temperatur im Bereich von etwa 80°C bis etwa 110°C vorewärmt werden.

[0031] Die Temperatur der Granulierung kann in Abhängigkeit von der Rezeptur des Düngers variieren. Die Temperatur der Granulierung liegt vorzugsweise zwischen etwa 75°C und etwa 125°C, noch bevorzugter zwischen etwa 80°C und etwa 125°C.

[0032] Die Temperatur des abgekühlten, zu siebenden, granulierten Produkts liegt typischer Weise etwa zwischen 40°C und 60°C.

[0033] Typische feste Düngemittelrohstoffe, die für die vorliegende Erfindung verwendet werden können, sind z. B. Harnstoff, Diammoniumphosphat (DAP), K_2SO_4 (SOP), Monoammoniumphosphat (MAP), Phosphaterz, Kaliumchlorid (MOP, d.h. KCl), normales Superphosphat (SSP), Triple-Superphosphat (TSP), Ammoniumsulfat (AS) und Ammoniumchlorid (AC).

[0034] Bevorzugt umfassen die Düngemittelrohstoffe Harnstoff, insbesondere Harnstoff-Sprühkristalle, und mindestens einen anderen Düngemittelrohstoff.

[0035] Zusätzlich können Magnesiumsulfat und/oder eines oder mehrere Spurenelemente (Mikronährstoffe) wie etwa Bor, zugegeben werden.

[0036] Weiterhin können Bentonit, Calcit, Calciumoxid, Calciumsulfat (wasserfreies Calciumsulfat oder Calciumsulfat-Hemihydrat), Dolomit und/oder Sand und/oder jeder andere, üblicherweise verwendete Füllstoff zugegeben werden.

[0037] Gemäß der vorliegenden Erfindung können sämtliche feste Rohstoffe (feste Düngemittelrohstoffe und wahlweise rezirkuliertes Material, Mikronährstoffe und Füllstoffe) in das Schmelzaggregat geleitet werden. Es ist jedoch ebenfalls möglich, einen Teil der festen Rohstoffe in das Schmelzaggregat und die verbleibenden festen Rohstoffe in den Granulierapparat zu leiten.

[0038] Bei einer bevorzugten Ausführungsform umfasst das Verfahren der Erfindung den Schritt der Siebung des granulierten Produkts, um trockenes Düngemittelverbundgranulat mit einer Körnchengröße von 2 bis 5 mm zu erhalten.

[0039] Das beim Sieben erhaltene Unterkornmaterial (< 2 mm) und Überkornmaterial (> 5 mm) kann jeweils als das genannte rezirkulierte Material zurückgeführt werden. Wahlweise kann das Überkornmaterial nach dem Sieben zermahlen werden, bevor es zurückgeführt wird. Die Temperatur des rezirkulierten Materials aus der Siebung beträgt typischer Weise etwa 60°C oder weniger.

[0040] Das Schmelzaggregat und der Granulierapparat können separate Einheiten sein, jedoch können das Schmelzaggregat und der Granulierapparat auch Teile derselben Vorrichtung sein.

[0041] Diese Erfindung hat Vorteile gegenüber herkömmlichen Verfahren der Granulierung aus dem Stand der Technik, da die Rohstoffe ohne Zuhilfenahme irgendwelchen Wassers oder irgendeiner anderen Flüssigkeit wie etwa Ammoniak, Phosphorsäure oder Schwefelsäure zu Granulat verarbeitet werden. Da kein Wasser oder irgendeine andere Flüssigkeit zugegeben wird, besteht keine Notwendigkeit zur Trocknung des Produkts. Dies vereinfacht die Durchführung der Granulierung und verringert Investitionskosten, da keine separate Apparatur zur Trocknung benötigt wird.

[0042] Das Endprodukt wird, ausgehend von den Rohstoffen, einen niedrigen Wassergehalt aufweisen (0,2–0,6 Gewichts-%). Es ist keine zusätzliche Trocknung erforderlich. Der Wassergehalt der nach herkömmlichen Verfahren hergestellten Produkte beträgt normalerweise etwa 1–2 Gewichts-%, was die bereits erwähnten Schwierigkeiten im Bezug auf Verklumpung und Ausbringung hervorruft.

[0043] Die Erfindung wird in und anhand der folgenden Beispiele veranschaulicht. Zusätzlich wurde die Stärke des Produktgranulats, das in den folgenden Beispielen erhalten wurde, nach 3 Monaten Lagerung getestet; die Stärke wurde dabei als unverändert ermittelt.

Beispiel 1
Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

Rezeptur (kg/t)

	TYP		
Rohstoffe	15-15-15	15-15-15	17-17-17
	DAP + SSP	MAP + Sand	MAP + NH ₄ Cl
Harnstoff	249	255	204
MAP (Litauen 11-50)	-	300	340
DAP (Pernis 17-45)	210	-	-
SSP (Litauen 19%)	287	-	-
NH ₄ Cl (N 26%)	-		153
KCl (K ₂ O 60%)	250	250	284
Sand	-	175	-

[0044] Das Gemisch der festen Rohstoffe wurde in den Labor-Granulierapparat eingespeist. Harnstoff wurde in Form von Sprühkristallen zugegeben. Das Schmelzen der Mischung erfolgte mittels Heißluft im Anfangsabschnitt des Granulierapparats. Die Granulierung wurde in dem Granulierapparat und teilweise im Kühler durchgeführt.

[0045] Die Verfahrensbedingungen und -Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

	TYP		
	15-15-15	15-15-15	17-17-17
	DAP + SSP	MAP + Sand	MAP + NH ₄ Cl
Prozessbedingungen:			
Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	8,3	10,1	11,9
Verhältnis Rezyklat	0,2	0,2	0,2
Luftheizer:			
- Temperatur (°C)	336	316	322
- Druck (bar)	1,8	1,8	1,8
Temperatur des Produkts (°C):			
Granulierapparat Auslass	97	92	97
Kühler Auslass	30	32	35
Granulierung	Gut	Sehr gut	Gut
Produkteigenschaften:			
H ₂ O (KF) (%)	0,25	0,15	0,28
N (%)	15,2	16,1	18,2
P ₂ O gesamt (%)	15,9	15,0	17,1
K ₂ O (%)	15,8	16,7	18,5
Granulatstärke (N)	52	40	50
Abrieb (%)	0	0,2	0,7
Zersplitterung (%)	37	32	45
CRH (%)	34	35	43
Absorption Feuchtigkeit 80% RH			
2 h (%)	2,8	2,7	3,2
4 h (%)	5,7	5,5	6,2
6 h (%)	8,8	8,3	9,1

[0046] Der Typ 15-15-15 granuliert besser, wenn er MAP + Sand statt DAP + SSP enthält.

[0047] Der Typ 17-17-17, der Ammoniumchlorid enthält, granuliert ebenfalls gut. Ammoniumchlorid reagiert teilweise mit Harnstoff und bildete Harnstoff × NH₄Cl. Der Nährstoffgehalt jedes Produkts war gut. Die physikalischen Eigenschaften der Produkte waren gut; die Produkte waren sehr trocken.

Beispiel 2

Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

TYP	NK16-0-31	
	2A	2B
Rezeptur	16-0-31	16-0-31
	Füllstoff	Füllstoff
	Bentonit	CaSO ₄ Hemihydrat
	kg/t	kg/t
Harnstoff (Sprühkristalle)	348	348
KCl (weiß)	517	517
Bentonit	125	-
CaSO ₄ x 0,5 H ₂ O	-	125
(als Trockensubstanz)		

[0048] Das Gemisch der festen Rohstoffe wurde zusammen mit dem Rezyklat in den Labor-Granulierapparat eingespeist. Das Schmelzen erfolgte mittels Heißluft im Anfangsabschnitt des Granulierapparats. Die Granulierung wurde in dem Granulierapparat und teilweise im Kühler durchgeführt.

[0049] Die Produkte wurden mit Esso Beschichtungsöl 2 kg/t + Talkum 3 kg/t beschichtet.

[0050] Es wurde eine sehr gute oder gute Granulierung bei guter Produktqualität erzielt. Allerdings bewirkte der hohe Feuchtigkeitsgehalt der Luft während des Verfahrens einen gewissen sofortigen Anstieg des Wassergehalts des Endprodukts.

[0051] Die Verfahrensbedingungen und Ergebnisse der Produkttests sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

TYP	NK 16-0-31	
	2A	2B
	16-0-31	16-0-31
	Füllstoff	Füllstoff
	Bentonit	CaSO ₄ Hemihydrat
Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	9,0	9,0
Verhältnis Rezyklat	0,7	0,4
Luftheizer:		
-Temperatur (°C)	294	238
-Druck (bar)	1,6	1,6
Temperatur Dünger (°C):		
-Granulierapparat Auslass	104	88
-Kühler Auslass	28	27
Granulierung	Sehr gut	Gut
Produkteigenschaften		
Chemische Analyse:		
Wasser (KF) (%)	0,77	0,78
Harnstoff-N (%)	16,6	16,8
N (%)	16,6	16,8
K ₂ O (%)	31,8	30,9
S (%)	0,51	3,0
pH	7,3	5,6
Physikalische Eigenschaften:		
Granulatstärke (N)	27	41
Abrieb (%)	1,3	1,1
Wichte (kg/l)	0,77	0,80
Fließfähigkeit (kg/min)	4,83	4,80
Zersplitterung (%)	52	45
CRH (%)	40	38
Absorption Feuchtigkeit 80% RH		
2 h (%)	2,9	2,7
4 h (%)	5,0	4,5
6 h (%)	7,0	6,8

[0052]

Beispiel 3

Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

TYP	18 – 12 – 6 + 1,5 MgO
	kg/t
Harnstoff (Sprühekristalle)	172
KCl (weiß)	100
Kovdor Phosphat	155
DAP (Pernis) 17–45	143
AS (Leuna)	366
MgSO ₄	53

[0053] Das Gemisch der festen Rohstoffe wurde zusammen mit dem Rezyklat in den Labor-Granulierapparat eingespeist. Das Schmelzen erfolgte mittels Heißluft im Anfangsabschnitt des Granulierapparats. Die Granulierung wurde in dem Granulierapparat und teilweise im Kühler durchgeführt.

[0054] Die Produkte wurden mit Esso Beschichtungsöl 2 kg/t + Talkum 3 kg/t beschichtet.

[0055] Es wurde eine sehr gute Granulierung bei guter Produktqualität erzielt. Die Verfahrensbedingungen und Ergebnisse der Produkttests sind in Tabelle 3 dargestellt.

[0056]

Tabelle 3

TYP	18 – 12 – 6 + 1.5 MgO
Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	9,0
Verhältnis Rezyklat	0,6
Luftheizer:	
Temperatur (°C)	233
Druck (bar)	1,6
Temperatur Dünger (°C):	
Granulierapparat Auslass	98
Kühler Auslass	28
Granulierung	Gut
Produkteigenschaften Chemische Analyse:	
Wasser (KF) (%)	0,36
Harnstoff-N (%)	8,5
NH ₄ -N (%)	9,7
N (%)	18,2
P ₂ O ₅ – gesamt (%)	11,3
P ₂ O ₅ – NAC (%)	6,0 (53%)
P ₂ O ₅ – WS (%)	5,5 (49%)
K ₂ O (%)	8,4
Mg (%)	1,3
S (%)	10,8
pH	5,8
Physikalische Eigenschaften:	
Granulatstärke (N)	41
Abrieb (%)	0,6
Wichte (kg/l)	0,84
Fließfähigkeit (kg/min)	4,88
Zersplitterung (%)	59
CRH (%)	40
Absorption Feuchtigkeit 80% RH	
2 h (%)	3,3
4 h (%)	5, 2
6 h (%)	

Beispiel 4

Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

TYP	12 – 12 – 17 + 2 MgO + 0,5 B ₂ O ₃
	kg/t
Harnstoff (zerkleinert)	264
Marokko Phosphat	270
TSP (P ₂ O ₅ 45%)	89
KCl (weiß)	284
MgSO ₄	64
Colemanit	6

[0057] Das Gemisch der festen Rohstoffe und das Rezyklat wurden in der Zuführschnecke des Granulierapparats auf etwa 100°C vorgeheizt. Das Schmelzen erfolgte mittels Heißluft in der Granuliertrommel. Die Granulierung wurde in dem Granulierapparat und teilweise in der Kühltrommel durchgeführt.

[0058] Die Produkte wurden mit SK Fert FWS AG 2 kg/t + Talkum 3 kg/t beschichtet.

[0059] Es wurde eine sehr gute oder gute Granulierung bei guter Produktqualität erzielt. Die Verfahrensbedingungen und Ergebnisse der Produkttests sind in Tabelle 4 dargestellt.

[0060]

Tabelle 4

TYP	12 – 12 – 17 + 2 MgO + 0,5 MgO
Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	5,3
Verhältnis Rezyklat	0,6
Temp. Granulierung (°C)	etwa 120
Luft vom Kühler (°C)	27
Granulierung	Gut
Produkteigenschaften Chemische Analyse:	
Wasser (KF) (%)	0,35
Harnstoff-N (%)	12,4
P ₂ O ₅ – gesamt (%)	12,2
P ₂ O ₅ – NAC (%)	6,0 (49%)
P ₂ O ₅ – WS (%)	2,8 (23%)
K ₂ O (%)	18,8
Mg (%)	1,5
B (%)	750
pH	4,8
Physikalische Eigenschaften	
Granulatstärke (N)	40
Abrieb (%)	0,1
Wichte (kg/l)	0,82
Fließfähigkeit (kg/min)	5,4
CRH (%)	23
Absorption Feuchtigkeit 80% RH	
2 h (%)	3,2
4 h (%)	5,5
6 h (%)	8,0

[0061]

Beispiel 5

Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

TYP	12-6-24
	kg/t
Harnstoff (zerkleinert)	264
SSP (P ₂ O ₅ 20%)	100
Marokko-Phosphat	130
KCl (weiß)	400
Colemanit	6
Bentonit	80

[0062] Das Gemisch der festen Rohstoffe und das Rezyklat wurden in der Zuführschnecke des Granulierapparats auf etwa 100°C vorgeheizt. Das Schmelzen erfolgte mittels Heißluft in der Granuliertrommel. Die Granulierung wurde in dem Granulierapparat und teilweise in der Kühltrommel durchgeführt.

[0063] Die Produkte wurden mit SK Fert FW5 AG 2 kg/t + Talkum 3 kg/t beschichtet.

[0064] Es wurde eine sehr gute oder gute Granulierung bei guter Produktqualität erzielt. Die Verfahrensbedingungen und Ergebnisse der Produkttests sind in Tabelle 5 dargestellt.

[0065]

Tabelle 5

TYP	12-6-24
Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	5,1
Verhältnis Rezyklat	0,84
Temp. Granulierung (°C)	etwa 120
Luft vom Kühler (°C)	28
Granulierung	Sehr gut
Produkteigenschaften Chemische Analyse:	
Wasser (KF) (%)	0,27
Harnstoff-N (%)	13,1
P ₂ O ₅ – gesamt (%)	6,0
P ₂ O ₅ – NAC (%)	2,9 (48%)
P ₂ O ₅ – WS (%)	0,84 (14%)
K ₂ O (%)	25,8
B (%)	850
pH	6,1
Physikalische Eigenschaften:	
Granulatstärke (N)	39
Abrieb (%)	0,1
Wichte (kg/l)	0,84
Fließfähigkeit (kg/min)	5,6
CRH (%)	15
Absorption Feuchtigkeit 80% RH	
2 h (%)	2,1
4 h (%)	4,1
6 h (%)	6,0

[0066]

Beispiel 6

Verfahren für die Feststoffgranulierung im Labormaßstab

TYP	15-15-15
Harnstoff (46%)	276 kg/t
DAP (17-45)	142 kg/t
Phosphaterz (P ₂ O ₅ 32%)	270 kg/t
K ₂ SO ₄ (K ₂ O 50%)	300 kg/t

[0067] Das Gemisch der festen Rohstoffe und das Rezyklat wurden mittels IR in der Zuführschnecke der Trommel auf etwa 100°C vorgeheizt. Die Außenwand der Granuliertrommel wurde ebenfalls mittels IR erhitzt. Der Harnstoff wurde zuvor zerkleinert. Beim Schmelzen des Harnstoffs in der Granuliertrommel wurde eine geringe Menge an Heißluft verwendet. Die Trocknungstrommel diente als Kühler.

[0068] Die Produkte wurden mit SK Fert FW5 AG 2 kg/t + Talkum 3 kg/t beschichtet.

Verfahrensbedingungen:

Zufuhr + Rezyklat (kg/h)	5,07
Verhältnis Rezyklat	0,75
Rezyklat Heizer (°C)	179
Granuliertrommel	
x Außenseite (°C)	268
x Innenseite (°C)	117
Luft zur Trommel (°C)	287
Luft zum Kühler (°C)	24
Luft vom Kühler (°C)	28
Granulierung	Gut
Produkteigenschaften	
H ₂ O (KF) (%)	0,09
N (%)	15,5
P ₂ O ₅ – gesamt (%)	15,4
K ₂ O (%)	16,1
S (%)	6,6
Granulatstärke (N)	30
Abrieb (%)	0,4
Zersplitterung (%)	28
CRH (%)	18
Absorption Feuchtigkeit 80% RH	
2 h (%)	2,6
4 h (%)	4,8
6 h (%)	6,6

[0069] Auf SOP basierendes 15-15-15 granulierte gut.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Düngemittelverbundgranulats, das mindestens zwei der Pflanzennährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium enthält, wobei das Verfahren die Stufen

- Bereitstellen eines festen Ausgangsmaterials, das mindestens einen festen Düngemittelrohstoff und wahlweise rezirkuliertes Material umfasst,
- Füllen des Ausgangsmaterials oder eines Teils von ihm in ein Schmelzaggregat zum Schmelzen eines gewünschten Teils davon und Halten dieses Teils im geschmolzenen Zustand,
- Leiten des teilweise geschmolzenen Materials und wahlweise anderer gewünschter fester Rohstoffe in einen Granulierapparat, um ein granuliertes Produkt zu erhalten, und
- Abkühlen und wahlweise Sieben des granulierten Produkts, um trockenes Düngemittelverbundgranulat mit der gewünschten Korngrößenverteilung zu erhalten, umfasst, unter der Voraussetzung, dass kein Wasser oder keine wässrige Flüssigkeit in das Verfahren eingeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Verfahren kontinuierlich durchgeführt wird und der geschmolzene Teil des Ausgangsmaterials während des Verfahrens durch Regelung der Durchflussgeschwindigkeit des Ausgangsmaterials und der Temperatur des Schmelzaggregats konstant gehalten wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Temperatur des teilweise geschmolzenen Ausgangsmaterials zwischen 70 und 135 °C beträgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Schmelzvorgang durch Einleiten von Heißluft in das Schmelzaggregat durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei die Temperatur der in das Schmelzaggregat geleiteten Heißluft zwischen 200 und 550 °C beträgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei 10 bis 40 Gew.-% des Ausgangsmaterials im Schmelzaggregat geschmolzen werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das in das Schmelzaggregat zu leitende feste Ausgangsmaterial sämtliche einzelnen Komponenten der Rohstoffe umfasst.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das in das Schmelzaggregat zu leitende feste Ausgangsmaterial eine oder einige der einzelnen Komponenten der Rohstoffe umfasst und der Rest der Komponenten dem Granulierapparat zugeleitet wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei das in das Schmelzaggregat zu leitende feste Ausgangsmaterial vorerwärmt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei der in den Granulierapparat zu leitende feste Rohstoff vorerwärmt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, wobei das Material auf eine Temperatur im Bereich von 80 bis 110°C vorerwärmt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, wobei die Granuliertemperatur im Bereich von 75 bis 125°C und vorzugsweise 80 bis 125°C liegt.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei die Düngemittelrohstoffe aus der Gruppe ausgewählt werden, die aus Harnstoff, Diammoniumphosphat (DAP), K_2SO_4 (SOP), Monoammoniumphosphat (MAP), Kaliumchlorid (MOP), Phosphaterz, normalem Superphosphat (SSP), Triple-Superphosphat (TSP), Ammoniumsulfat (AS) und Ammoniumchlorid (AC) besteht.
14. Verfahren nach Anspruch 13, wobei die Düngemittelrohstoffe Harnstoff und mindestens einen anderen der Düngemittelrohstoffe umfassen.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, wobei zusätzlich mindestens ein Material, das aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Magnesiumsulfat und Mikronährstoffen besteht, in das Verfahren eingebracht wird.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, wobei zusätzlich mindestens ein Füllstoff, der aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Bentonit, Calcit, Calciumoxid, wasserfreiem Calciumsulfat, Calciumsulfat-Hemihydrat, Dolomit und Sand besteht, in das Verfahren eingebracht wird.
17. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das beim Sieben erhaltene Unter- und Überkornmaterial als recirkuliertes Material zurückgeführt und das Überkornmaterial wahlweise nach dem Sieben zermahlen wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, wobei der Feuchtigkeitsgehalt des trockenen Düngemittelverbundgranulats unter 0,6 Gew.-% und vorzugsweise unter 0,3 Gew.-% liegt.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen