

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.⁷
C05G 5/00

(11) 공개번호 특2001-0053190
(43) 공개일자 2001년06월25일

(21) 출원번호	10-2000-7014780		
(22) 출원일자	2000년12월26일		
번역문제출일자	2000년12월26일		
(86) 국제출원번호	PCT/FI 1999/00568	(87) 국제공개번호	WO 2000/00452
(86) 국제출원출원일자	1999년06월28일	(87) 국제공개일자	2000년01월06일
(81) 지정국	AP ARIPO특허 : 케냐 레소토 말라위 수단 스와질랜드 우간다 시에라리온 가나 감비아 짐바브웨 EA 유라시아특허 : 아르메니아 아제르바이잔 벨라루스 키르기즈 카자흐스탄 몰도바 러시아 타지키스탄 투르크메니스탄 EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 독일 덴마크 스페인 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투갈 스웨덴 핀란드 사이프러스 OA OAPI특허 : 부르키나파소 베냉 중앙아프리카 콩고 코트디부아르 카메룬 가봉 기네 말리 모리타니 니제르 세네갈 차드 토고 기네비소 국내특허 : 알바니아 아르메니아 오스트리아 오스트레일리아 아제르바이잔 보스니아-헤르체고비나 바베이도스 불가리아 브라질 벨라루스 캐나다 스위스 중국 쿠바 체코 독일 덴마크 에스토니아 스페인 핀란드 영국 그루지야 헝가리 이스라엘 아이슬란드 일본 케냐 키르기즈 북한 대한민국 카자흐스탄 세인트루시아 스리랑카 라이베리아 레소토 리투아니아 룩셈부르크 라트비아 몰도바 마다가스카르 마케도니아 몽고 말라위 멕시코 노르웨이 뉴질랜드 슬로베니아 슬로바키아 타지키스탄 투르크메니스탄 터어키 트리니다드토바고 우크라이나 우간다 미국 우즈베키스탄 베트남 폴란드 포르투갈 루마니아 러시아 수단 스웨덴 싱가포르 아랍에미리트 인도네시아 인도 가나 감비아 유고슬라비아 짐바브웨 시에라리온 그레나다 크로아티아 남아프리카		
(30) 우선권 주장	981490	1998년06월29일	핀란드(FI)
	982013	1998년09월18일	핀란드(FI)
(71) 출원인	케미라 아그로 오이		
(72) 발명자	핀란드 핀-00180 헬싱키 포크칼란카투 3 반브렘프트아더 벨기에그림보르겐비-1852달스트라트111 포우카리주하니 핀란드핀-12430마살라티난쿠자4디24		
(74) 대리인	김태홍, 김승호, 김진희		

심사청구 : 없음

(54) 복합 비료 과립의 제조 방법

요약

본 발명은 식물 영양소인 질소, 인 및 칼륨 중 2 종 이상을 함유하는 복합 비료 과립을 제조하는 방법에 관한 것으로서, 이 방법은

1종 이상의 고체 비료 원료와 경우에 따라 재순환 재료를 포함하는 고체 공급 재료를 제공하는 단계,

목적하는 부분을 용융시키고 용융된 상태로 상기 부분을 유지하는 용융기에 공급 재료 또는 이의 일부를 공급하는 단계,

용융된 재료 또는 부분적으로 용융된 재료와 경우에 따라 기타 목적하는 고체 원료를 과립기에 제공하여 과립화된 생성물을 얻는 단계, 및

과립화된 생성물을 냉각하고, 경우에 따라 스크리닝하여 소정 크기 분포를 나타내는 건조 복합 비료 과립을 얻는 단계를 포함하지만, 단 물이나 수성 액체는 공정내로 도입하지 않는다.

명세서

기술분야

본 발명은 고체 과립화를 이용하여 복합 비료 과립을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

"복합 비료"라는 용어는 몇가지 다른 의미로 정의되고 사용된다. 복합 비료는 식물 영양소인 질소, 인 및 칼륨 중 2 종 이상을 포함한다. 복합 비료는 화학적으로 또는 블렌딩하여 생성한다. 복합 비료는 과립, 펠렛, 프리ل(prill) 또는 결정 형태일 수 있고, 자유 유형형일 수 있다.

복합 비료는 생산, 이송, 저장 및 적용하기 편리하고, 국소 또는 지역적인 영양 조건, 특히 기본적인 영양 요구를 만족시키기 때문에 제조되어 빈번하게 사용된다. 각종 비율의 1차 영양소($N + P_2O_5 + K_2$)를 함유하는 것 외에, 복합 비료는 특정 농업기후 지역의 농작물 요구에 특수한 일부 2차 및 미량영양소를 함유할 수 있다.

과립화된 비료는, 비료를 도포하는 경우 분진의 양을 감소시키고 흐름의 균일성을 개선시키며, 혼합하는 경우 분리된다는 점에서 분말을 능가하는 몇몇 장점이 있다.

과립화 방법을 분류하는데 있어서, 과립화하고자 하는 재료의 물성을 이용한다. 재료의 밀도에 따라서, 고체의 과립화, 슬러리 또는 용융물의 과립화 및 생성물이 형성되는 반응과 동시에 수행되는 유체의 과립화 방법의 3가지 군으로 구별할 수 있다.

복합 비료를 제조하는 기본 공정은, 스팀/물 과립화, 화학적 과립화 또는 복합체나 슬러리의 과립화, 소적 형성 또는 프리링, 압밀 과립화 및 건조 혼합 또는 블렌딩이다.

초기 비료 과립 형성과 그 후 성장 과정에 관여하는 기전은 응집 작용 및 부착 작용이다. 기존의 광범위하게 적용되는 복합 비료 과립화 방법은, 예컨대 문헌["Fertilizer Manual", Kluwer Academic Publishers, 1998, p434-451] 및 ["Studies of Granulation of Compound Fertilizers Containing Urea: a Literature Review", G.C. Hicks, National Fertilizer Development Center; Bull Y-108, 15 p, 1976]에 자세히 보고되어 있다.

부착 작용이란 유체 재료의 층위의 층을 고체 입자에 도포하여 크기를 증가시키는 과정이다. 예컨대 DAP, MAP, TSP 및 일부 질소인산염 화합물을 제조하는데 사용되는 슬러리형 과립화 과정은 부착형 과립화 과정이다.

고체 입자의 응집 작용 또는 과립화는 비료, 예컨대 NPK 생성물을 과립화하는 고전적인 방법이다. 대부분의 응집형 NPK 제제에서, 원료의 50~75%는 고체 입자로서 공급된다. (예비혼합된) 원료는 응집 작용이 개시되는 과립기에 공급한다. 과립화 시스템에서 과립화를 개선시키는데 충분한 액체를 공급하도록 물이나 기타 액체를 첨가한다. 일부 공정에서, 소량의 암모니아를 첨가하여 CHR(임계 상대 습도)을 증가시키고 산도를 감소시킴으로써 과립화를 촉진하고 생성물의 품질을 개선시킬 수 있다. 고체 입자는 기계적 연동 및 결합을 조합하여 과립으로 모아서 연결한다.

복합 비료를 제조하는 다수의 산업 규모 공정을 개발하고 적용한다. 스팀/물 과립화 공정에서, 스팀 및/또는 물이나 세정 액체를 과립기에 첨가하여 충분한 액상과 가소성을 제공하여 건조된 원료가 필요한 생성물 크기의 과립으로 응집되도록 한다.

상이한 종류 및 등급의 비료를 위한 N-공급원으로서 우레아를 사용하는 방법이 확립되어 있다. 비우렛 함량이 매우 높은(0.8~2.0 중량%) 고품분 우레아는 토양에 직접 도포하기 위해 주로 사용하고, 비우렛 함량이 낮은(최대 0.3 중량%) 약한 우레아 수용액은 잎 분무제로서 사용한다.

우레아를 사용하는 방법은, 예컨대 과인산염 또는 인산암모늄을 주성분으로 하는 (과립) 복합 비료의 제조에서 확립되었다.

종래의 습식 과립화는, 특히 염화칼륨이 존재하는 경우 우레아를 함유하는 제제를 생성하는 데 적절하지 않은 방법인데, 왜냐하면 생성물의 흡습성이 매우 높아서 건조하기가 어렵고 또 비용도 많이 들기 때문이다.

화학적 과립화에서, 다량의 고체 원료 이외에 물, 스팀, 세정 액체 및/또는 암모니아와 산을 과립기에 공급한다. 과립은 주로 응집 작용으로 형성되지만, 일부 공정에서는 부착에 의해서 과립 형성이 발생할 수도 있다.

소적 형성 또는 프리링, 압밀 과립화, 건조 혼합 또는 블렌딩 등은 상이한 과립 비료 제제를 제조하는데 매우 널리 이용된다.

일부 물이나 수분이 대부분의 종래의 과립화 공정에서 존재하기 때문에, 건조 단계는 공정의 필수 단계가 되는데, 이 단계는 까다롭고 비용이 많이 드는 단계이며, 별도의 구조물이 필요하게 된다. 과립화, 생성물 품질 및 건조의 문제를 해결하기 위해서, 상이한 비료 등급 의존형 공정을 개발한다.

과립화 공정은 Doshi, S.R.의 문헌["Fusion blend", Fertilizer Research vol. 30(1): p87-97, 1991]에 개시되어 있다. 분말형, 프리링형 또는 과립형으로 고체를 응집시키는데 물(또는 증기)을 사용하지만, 기타 액체, 예컨대 암모니아, 인산 또는 질산은 개시된 방법에 사용되지 않는다. 건조 단계는 필수 단계이다.

일부 물이나 습기가 공정 중에 포함된다. 이 공정은 온도 및 재료의 수분과 관련이 있다. 예를 들어, 대부분의 응집형 NPK 비료의 경우, 생성물 1t 당 약 300 kg의 액상이 최적의 것으로 확인된다.

특허 공보 GB1,189,398호(스미모토)에는 우레아, 염화칼륨, 석고 및 1~10 중량%의 물의 액체 혼합물을 과립기내 고체 재료상에 분무하는 단계를 포함하여 NK 비료를 제조하는 방법을 개시하고 있다. 건조 단계는 사용하지 않는다. 그러나, 공정에 첨가된 물의 양은 용해된 상태로 우레아를 유지하는데 충분히 많아

서, 최종 생성물의 수분 함량은 1~2 중량%로 매우 높다.

특히 공보 US 4,138,750호(TVA)는 인산, 황산, 무수 암모니아 및 우레아로부터 비료를 생성하는 방법을 개시하고 있는데, 이 방법에서 특별히 고안된 파이프 교차형 반응기를 사용하여 인산, 황산 및 무수 암모니아로부터 수분 함량이 낮은 균질한 용융물 또는 슬러리를 생성한다. 이 파이프 교차형 반응기에는 예비 중화기가 필요하지 않으며, 또한, 용융물 또는 슬러리의 수분 함량이 낮기 때문에 건조기를 생략한다. 중화 반응열로 파이프 교차형 반응기내의 재료를 건조한다.

원료 및 생성물의 물/수분 함량 때문에, 공정 및 생성물 품질 문제, 예컨대 흡습성 및 가소성 증가 문제는, 증기/물 및 화학적 과립화 공정을 이용하여 비료를 과립화하는 경우, 특히 예컨대 SSP, TSP 및/또는 우레아가 생성물내에 존재하는 경우에 종종 발생한다. 흡습성 및 가소성은 건조, 스크리닝 및 분쇄 작업을 어렵게 한다. 게다가 이들 복합 비료의 저장 특성은 이들 물질을 함유하지 않는 비료의 저장 특성보다 열악한 경우가 빈번하다.

발명의 상세한 설명

본 발명은 복합 비료를 제조하는데 있어서 과립화, 생성물 품질 및 저장 등의 문제를 해결하고자 개발한 것이다. 본 발명은 NPK, NK 등의 복합 비료의 제조 공정에 관한 것으로서, 이 공정에서 고체 원료를 혼합기에서 혼합하고 과립기로 공급한 다음, 여기에 고온 공기도 공급한다. 원료는 물이나 기타 액체, 예컨대 암모니아, 인산 또는 황산의 보조 없이 과립화된다. 따라서, 여기서의 과립화는 진정한 고체 과립화 공정이다. 물 또는 임의의 기타 액체가 첨가되지 않기 때문에, 과립화된 생성물을 건조할 필요가 없다. 또한, 생성물의 물리적 품질이 더욱 우수하다.

특히, 본 발명의 공정은 건조 단계에서 더 높은 온도를 요하는 기존의 과립화 방법을 능가하는 장점이 있다. 구체적으로, 습도 및 건조 온도를 제어하는 것은 중요하고 어렵다. 고온은 과립화 재료의 용융을 유발하여, 용융된 재료가 방출기 말단 부근에 있는 건조기의 내벽과 날개 부분에 정착하게 된다. 습도 및 온도에 대한 최적치는 생성물에 따라 크게 다르다.

따라서, 본 발명은 식물 영양소인 질소, 인 및 칼륨 중 2종 이상을 포함하는 복합 비료 과립을 제조하는 방법을 제공하며, 이 방법은

1종 이상의 고체 비료 원료와 경우에 따라 재순환 재료를 포함하는 고체 공급 재료를 제공하는 단계,

목적하는 부분을 용융시키고 용융된 상태로 상기 부분을 유지하는 용융기에 공급 재료 또는 이의 일부를 공급하는 단계,

용융된 재료 또는 부분적으로 용융된 재료와 경우에 따라 기타 목적하는 고체 원료를 과립기에 제공하여 과립화된 생성물을 얻는 단계, 및

과립화된 생성물을 냉각하고, 경우에 따라 스크리닝하여 소정 크기 분포를 나타내는 건조 복합 비료 과립을 얻는 단계를 포함하지만, 단 물이나 수성 액체는 공정내로 도입하지 않는다.

용융기내 공급 재료 또는 이의 일부를 용융시키는 단계는 용융기내로 고온 공기를 도입하여 실시할 수 있다. 기타 수단, 예컨대 히터로 용융 단계를 실시할 수도 있다.

본 발명의 바람직한 양태에 따라서, 공정은 연속적으로 수행하고, 공급 재료의 유속과 용융기내로 유입되는 고온 공기의 온도를 제어하여 공정 중에 공급 재료의 용융된 부분을 일정하게 유지한다. 용융된 공급 재료의 최적 비율은 원하는 비료 등급과 사용된 원료에 따라 좌우된다. 용융된 재료의 최적 비율은 등급에 따라, 예컨대 약 10~40 중량%, 바람직하게는 약 10~25 중량%, 더욱 바람직하게는 약 12~20 중량%일 수 있다.

고온 공기의 보조하에 용융 단계를 수행하는 경우, 용융기내로 유입되는 고온 공기의 적절한 온도는 200~550°C이다. 용융기 유출구에서, 고온 공기의 온도는 약 90~120°C이다.

용융기에서 방출되는 용융된 재료 또는 부분적으로 용융된 공급 재료의 온도는 70~135°C, 바람직하게는 70~110°C인 것이 적절하다.

본 발명의 공정은 원료의 모든 개개 성분을 용융기내로 도입하거나, 또는 원료의 개개 성분중 하나 또는 일부를 용융기내로 도입하고 나머지 성분은 과립기내로 도입하여 수행할 수 있다.

용융기 및/또는 과립기내로 공급하고자 하는 재료는 예열할 수 있다. 이는 공정의 온도 제어 관점에서 바람직하다. 재료는 약 80~약 110 °C 범위의 온도로 예열하는 것이 적절할 수 있다.

과립화 온도는 비료의 배합에 따라 다양할 수 있다. 과립화 온도는 바람직하게는 약 75~약 125°C, 더욱 바람직하게는 약 80~약 125°C이다.

스크리닝하고자 하는 냉각된 과립형 생성물의 온도는 통상적으로 약 40~60°C이다.

본 발명에 사용할 수 있는 전형적인 고체 비료 원료로는, 예컨대 우레아, 인산디암모늄(DAP), K₂SO₄(SOP), 인산모노암모늄(MAP), 인산염 암괴(rock), 염화칼륨(MOP, 즉 KCl), 단일 과인산염(SSP), 삼중 과인산염(TSP), 황산암모늄(AS) 및 염화암모늄(AC)이 있다.

비료 원료는 우레아, 특히 우레아 프릴과 1종 이상의 기타 비료 원료를 포함하는 것이 바람직하다.

또한, 황산마그네슘 및/또는 하나 또는 몇몇 미량 성분, 즉 미량영양소, 예컨대 붕소를 첨가할 수 있다.

나아가, 벤토나이트, 방해석, 산화칼슘, 황산칼슘(무수 또는 반수화물), 백운석 및/또는 모래 및/또는 임의의 기타 종래부터 사용되는 충전제를 첨가할 수 있다.

본 발명에 따라서, 모든 고체 원료(고체 비료 원료와 경우에 따라 재순환 재료, 미량영양소 및 충전제)를

용융기내로 도입할 수 있다. 그러나, 용융기내로 고체 원료의 일부를 도입하고 남은 고체 원료는 과립기내로 도입할 수 있다.

바람직한 양태에서, 본 발명의 공정은 과립형 생성물을 스크리닝하여 크기가 2~5 mm인 건조 복합 비료 과립을 얻는 단계를 포함한다.

스크리닝에서 얻은 체 통과 크기(< 2 mm)의 재료와 체 잔류 크기(> 5 mm)의 재료는 상기 재순환 재료로서 재순환시킬 수 있다. 경우에 따라, 대형 재료는 재순환시키기 전 스크리닝 후에 제분할 수 있다. 스크리닝으로부터 얻은 재순환 재료의 온도는 통상적으로 약 60℃ 이하이다.

용융기 및 과립기는 별도의 유닛일 수 있지만, 용융기 및 과립기는 동일한 장치의 일부일 수도 있다.

본 발명은, 원료가 암모니아, 인산 또는 황산과 같은 임의의 기타 액체 또는 물의 도움 없이 과립화되기 때문에 종래 기법의 통상적인 과립화 방법을 능가하는 장점을 갖는다. 물 또는 임의의 기타 액체를 첨가하지 않기 때문에, 생성물을 건조할 필요가 없다. 이로서 과립화 조작은 더욱 간단해지고, 건조하기 위한 별도의 장치가 필요하지 않기 때문에 투자 비용이 저렴하다.

최종 생성물은 원료로부터 유래한 낮은 수분 함량(0.2~0.6 중량%)을 보유한다. 부수적인 건조 단계는 필요하지 않다. 종래의 방법으로 생산된 생성물의 수분 함량은 보통 약 1~2 중량%로서 이미 언급한 응집 문제와 적용 문제를 유발한다.

본 발명은 다음 실시예에서, 그리고 실시예에 의해서 예시된다. 추가로, 다음 실시예에서 얻은 생성물 과립의 강도는 3개월 저장 후에 검사하였으며, 그 강도는 변하지 않는 것으로 밝혀졌다.

실시예

실시예 1

고체 과립화용 벤치 스케일(bench scale) 공정

배합(kg/t)

원료	등급		
	15-15-15 DAP+SSP	15-15-15 MAP+ 모래	17-17-17 MAP+NH ₄ Cl
우레아	249	255	204
MAP(리투아니아 11-50)	-	300	340
DAP(퍼니스 17-45)	210	-	-
SSP(리투아니아 19%)	287	-	-
NH ₄ Cl(N 26%)	-	-	153
KCl(K ₂ O 60%)	250	250	284
모래(%)	-	175	-

고체 원료의 혼합물을 벤치 스케일 과립기에 공급하였다. 우레아를 프릴로서 첨가하였다. 과립기의 시작 부분에서 고온 공기를 사용하여 혼합물을 용융시켰다. 과립화는 과립기와 부분적으로는 냉각기에서 수행하였다.

공정 조건 및 결과는 표 1에 제시되어 있다.

[표 1]

공정 조건:	등급		
	15-15-15 DAP+SSP	15-15-15 MAP+모래	17-17-17 MAP+NH ₄ Cl
공급물+재순환물(kg/h)	8.3	10.1	11.9
재순환물 비율	0.2	0.2	0.2
공기 히터			
온도(℃)	336	316	322
압력(bar)	1.8	1.8	1.8
생성물 온도(℃)			
과립기 유출구 온도	97	92	97
냉각기 유출구 온도	30	32	35
과립화	양호	매우 양호	양호
생성물 특성			
H ₂ O(KF)(%)	0.25	0.15	0.28

N(%)	15.2	16.1	18.2
총 P ₂ O ₅ (%)	15.9	15.0	17.1
K ₂ O(%)	15.8	16.7	18.5
과립 강도 N	52	40	50
마모(%)	0	0.2	0.7
분쇄(%)	37	32	45
CRH(%)	34	35	43
수분 흡수 80% RH			
2시간(%)	2.8	2.7	3.2
4시간(%)	5.7	5.5	6.2
6시간(%)	8.8	8.3	9.1

등급 15-15-15는 DAP+SPP를 함유할 때보다 MAP+모래를 함유할 때 더 우수하게 과립화되었다.

염화암모늄을 함유하는 등급 17-17-17도 양호하게 과립화되었다. 염화암모늄은 우레아와 부분적으로 반응하여 우레아·NH₄Cl을 형성한다. 각 생성물의 영양소 함량은 양호하였다. 생성물의 물성은 우수하였고, 생성물은 매우 건조된 상태였다.

실시에 2

고체 과립화용 벤치 스케일 공정

등급	NK16-0-31	
배합	2A	2B
	16-0-31 총전제 벤토나이트	16-0-31 총전제 CaSO ₄ 반수화물
우레아(프릴)	348 kg/t	348 kg/t
KCl(백색)	517 kg/t	517 kg/t
벤토나이트	125 kg/t	-
CaSO ₄ ·0.5H ₂ O(건조된 물질로서)	-	125 kg/t

고체 원료의 혼합물을 재순환물과 함께 벤치 스케일 과립기에 공급하였다. 과립기의 초기 부분에서 고온 공기로 용융시켰다. 과립화는 과립기와, 부분적으로는 냉각기에서 수행하였다.

생성물은 에소(Esso) 코팅 오일 2 kg/t + 활석 3 kg/t로 코팅하였다.

생성물 품질이 우수한 매우 양호하거나 또는 양호한 과립화 결과를 얻었다. 그러나, 공정 중의 공기의 습도가 높으면 최종 생성물의 수분 함량이 즉시 증가하였다.

시험 생성물의 공정 조건 및 결과는 표 2에 제시되어 있다.

[표 2]

등급	NK 16-0-31	
	2A	2B
	16-0-31 총전제 벤토나이트	16-0-31 총전제 CaSO ₄ 반수화물
공급물+재순환물 kg/h	9.0	9.0
재순환물 비율	0.7	0.4
공기 히터		
-온도(°C)	294	238
-압력(bar)	1.6	1.6
fert의 온도(°C)		
-과립기 유출구	104	88
-냉각기 유출구	28	27
과립화	매우 양호	양호
생성물 특성		

화학적 분석		
물(KF)(%)	0.77	0.78
우레아-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
물성		
과립 강도 N	27	41
마모(%)	1.3	1.1
부피 중량(kg/ℓ)	0.77	0.80
유동성(kg/분)	4.83	4.80
분쇄(%)	52	45
CRH(%)	40	38
수분 흡수 80% RH		
2시간(%)	2.9	2.7
4시간(%)	5.0	4.5
6시간(%)	7.0	6.8

실시예 3

고체 과립화용 벤치 스케일 공정

등급	18-12-6 + 1.5 MgO
우레아(프릴)	172 kg/t
KCl(백색)	100 kg/t
Kovdor 인산염	155 kg/t
DAP(퍼니스) 17-45	143 kg/t
AS(류나)	366 kg/t
MgSO ₄	53 kg/t

고체 원료 혼합물은 벤치 스케일 과립기로 재순환물과 함께 공급하였다. 과립기의 시작 부분에서 고온 공기로 용융시켰다. 과립기와 부분적으로 냉각기에서 과립화를 수행하였다.

생성물은 에소(Esso) 코팅 오일 2 kg/t + 활석 3 kg/t으로 코팅하였다.

생성물 품질이 우수한 매우 양호한 과립화 결과를 얻었다. 생성물 시험의 공정 조건 및 결과는 표 3에 제시되어 있다.

[표 3]

등급	18-12-6 + 1.5 MgO
공급물+재순환물 kg/h	9.0
재순환물 비율	0.6
공기 히터	
-온도(℃)	233
-압력(bar)	1.6
fert의 온도(℃)	
-과립기 유출구	98
-냉각기 유출구	28
과립화	양호
생성물 특성	
화학적 분석	
물(KF)(%)	0.36
우레아-N(%)	8.5
NH ₄ -N(%)	9.7

N(%)	18.2
P ₂ O ₅ -총(%)	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
물성	
과립 강도 N	41
마모(%)	0.6
부피 중량(kg/ℓ)	0.84
유동성(kg/분)	4.88
분쇄(%)	59
CRH(%)	40
수분 흡수 80% RH	
2시간(%)	3.3
4시간(%)	5.2
6시간(%)	

실시예 4

고체 과립화용 벤치 스케일 공정

등급	12-12-17 + 2 MgO + 0.5 B ₂ O ₃
우레아(압착됨)	264 kg/t
모로코 인산염	270 kg/t
TSP(P ₂ O ₅ 45%)	89 kg/t
KCl(백색)	284 kg/t
MgSO ₄	64 kg/t
회분광	6 kg/t

고체 원료 및 재순환물의 혼합물을 과립기의 공급 나사부에서 약 100℃로 예열하였다. 과립화 드럼에서 고온 공기로 용융시켰다. 과립화는 과립기와 부분적으로 냉각 드럼에서 수행하였다.

생성물은 SK Fert FW5 AG 2 kg/t + 활석 3 kg/t으로 피복하였다.

매우 양호하거나 양호한 과립화 결과를 얻었으며, 생성물 품질이 우수하였다. 생성물 시험의 공정 조건 및 결과는 표 4에 제시되어 있다.

[표 4]

등급	12-12-17 + 2 MgO + 0.5 MgO
공급물+재순환물 kg/h	5.3
재순환물 비율	0.6
과립화 온도(℃)	약 120
냉각기로부터의 공기 온도(℃)	27
과립화	양호
생성물 특성	
화학적 분석	
물(KF)(%)	0.35
우레아-N(%)	12.4
P ₂ O ₅ -총(%)	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
물성	
과립 강도 N	40
마모(%)	0.1
부피 중량(kg/ℓ)	0.82
유동성(kg/분)	5.4
CRH(%)	23
수분 흡수 80% RH	
2시간(%)	3.2
4시간(%)	5.5
6시간(%)	8.0

실시에 5

고체 과립화용 벤치 스케일 공정

등급	12-6-4
우레아(압착됨)	264 kg/t
SSP(P ₂ O ₅ 20%)	100 kg/t
모로코 인산염	130 kg/t
KCl(백색)	400 kg/t
회분광	6 kg/t
벤토나이트	80 kg/t

고체 원료 및 재순환물의 혼합물을 과립기의 공급 나사부에서 약 100℃로 예열하였다. 과립화 드럼에서 고온 공기로 용융시켰다. 과립화는 과립기와 부분적으로 냉각 드럼에서 수행하였다.

생성물은 SK Fert FW5 AG 2 kg/t + 활석 3 kg/t으로 피복하였다.

매우 양호하거나 양호한 과립화 결과를 얻었으며, 생성물 품질이 우수하였다. 생성물 시험의 공정 조건 및 결과는 표 5에 제시되어 있다.

[표 5]

등급	12-6-24
공급물+재순환물 kg/h	5.1
재순환물 비율	0.84
과립화 온도(℃)	약 120
냉각기로부터의 공기 온도(℃)	28
과립화	매우 양호
생성물 특성	
화학적 분석	
물(KF)(%)	0.27
우레아-N(%)	13.1
P ₂ O ₅ -총(%)	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
물성	
과립 강도 N	39

마모(%)	0.1
부피 중량(kg/ℓ)	0.84
유동성(kg/분)	5.6
GRH(%)	15
수분 흡수 80% RH	
2시간(%)	2.1
4시간(%)	4.1
6시간(%)	6.0

실시예 6

	등급 15-15-15
우레아(압착됨)	285 kg/t
용융된 우레아	100%
DAP	117 kg/t
Yunnan 암괴 인산염	330 kg/t
MOP	255 kg/t
벤토나이트	6 kg/t

우레아를 별도의 반응기에서 용융시키고, 90℃로 예열된 기타 원료와 혼합하였다. 과립화 초기의 온도는 110.4℃였고, 과립화 종료시 온도는 103.2℃였다. 과립화 단계의 지속 시간은 4 분이였다.

생성물 특성

H₂O(KF) 0.09

과립 강도 N 34.5

과립화 결과가 매우 양호하였다.

실시예 7

고체 과립화용 벤치 스케일 공정

	등급 15-15-15
우레아(46%)	276 kg/t
DAP(17-45)	142 kg/t
암괴 인산염(P ₂ O ₅ 32%)	270 kg/t
K ₂ SO ₄ (K ₂ O 50%)	300 kg/t

고체 원료 및 재순환물의 혼합물은 드럼의 공급 나사부에서 IR을 사용하여 약 100℃로 예열하였다. 과립화 드럼의 외벽도 IR로 가열하였다. 우레아를 미리 압착하였다. 과립화 드럼의 우레아 용융시 소량의 고온 공기를 사용하였다. 건조 드럼은 냉각기로서 작용하였다.

생성물은 SF Fert FW5 AG 2 kg/t + 활석 3 kg/t로 피복하였다.

공정 조건	
공급물+재순환물 kg/h	5.07
재순환물 비율	0.75
재순환 히터(℃)	179
과립화 드럼	
× 외부(℃)	268
× 내부(℃)	117
드럼에 유입되는 공기(℃)	287
냉각기에 유입되는 공기(℃)	24
냉각기로부터 유출되는 공기(℃)	28
과립화	양호
생성물 특성	
H ₂ O(KF)(%)	0.09

N(%)	15.5
P ₂ O ₅ -총(%)	15.4
K ₂ O(%)	16.1
S(%)	6.6
물성	
과립 강도 N	30
마모(%)	0.4
분쇄(%)	28
CRH(%)	18
수분 흡수 80% RH	
2시간(%)	2.6
4시간(%)	4.8
6시간(%)	6.6

SOP계 15-15-15는 양호하게 과립화되었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

식물 영양소인 질소, 인 및 칼륨 중 2종 이상을 함유하는 복합 비료 과립을 제조하는 방법으로서, 1종 이상의 고체 비료 원료와 경우에 따라 재순환 재료를 포함하는 고체 공급 재료를 제공하는 단계, 목적하는 부분을 용융시키고 용융된 상태로 상기 부분을 유지하는 용융기에 공급 재료 또는 이의 일부를 공급하는 단계,

용융된 재료 또는 부분적으로 용융된 재료와 경우에 따라 기타 목적하는 고체 원료를 과립기에 제공하여 과립화된 생성물을 얻는 단계, 및

과립화된 생성물을 냉각하고, 경우에 따라 스크리닝하여 소정 크기 분포를 나타내는 건조 복합 비료 과립을 얻는 단계를 포함하지만, 단 물이나 수성 액체는 공정내로 도입하지 않는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 공정은 연속적으로 수행하고, 공급 재료의 용융된 부분은 공급 재료의 유속과 용융기의 온도를 제어하여 공정 중에 일정하게 유지하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 용융된 공급 재료 또는 부분적으로 용융된 공급 재료의 온도가 70~135°C인 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 하나의 항에 있어서, 용융 단계가 용융기에 고온 공기를 도입하여 실시되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 용융기에 도입된 고온 공기의 온도가 200~550°C인 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 하나의 항에 있어서, 공급 재료의 10~40 중량%가 용융기내에서 용융되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 하나의 항에 있어서, 용융기에 공급하고자 하는 고체 공급 재료가 원료의 모든 개개 성분을 포함하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 8

제1항 내지 제6항 중 어느 하나의 항에 있어서, 용융기에 공급하고자 하는 고체 공급 재료가 원료의 개개 성분 중 하나 또는 일부를 포함하고, 나머지 성분은 과립기내로 공급되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 하나의 항에 있어서, 용융기에 공급하고자 하는 고체 공급 재료가 예열되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 하나의 항에 있어서, 과립기에 공급하고자 하는 고체 원료가 예열되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 11

제9항 또는 제10항에 있어서, 재료가 80~110℃ 범위의 온도로 예열되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 하나의 항에 있어서, 과립화 온도는 75~125℃, 바람직하게는 80~125℃의 범위인 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 하나의 항에 있어서, 비료 원료가 우레아, 인산디암모늄(DAP), K_2SO_4 (SOP), 인산모노암모늄(MAP), 염화칼륨(MOP), 인산염 암괴(rock), 단일 과인산염(SSP), 삼중 과인산염(TSP), 황산암모늄(AS) 및 염화암모늄(AC)으로 구성된 군에서 선택되는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 비료 원료가 우레아와 상기 비료 원료 중 기타 1종 이상의 성분을 포함하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 15

제1항 내지 제14항 중 어느 하나의 항에 있어서, 황산마그네슘 및 미량영양소로 구성된 군에서 선택된 1종 이상의 재료를 공정내로 추가로 도입하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 16

제1항 내지 제15항 중 어느 하나의 항에 있어서, 벤토나이트, 방해석, 산화칼슘, 무수황산칼슘, 황산칼슘 반수화물, 백운석 및 모래로 구성된 군에서 선택된 1종 이상의 충전제를 공정내로 추가로 도입하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 17

제1항에 있어서, 스크리닝으로 얻은 체 통과 크기의 재료와 체 잔류 크기의 재료를 재순환 재료로서 재순환시키고, 대형 재료는 필요에 따라 스크리닝 후에 제분하는 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.

청구항 18

제1항 내지 제17항 중 어느 하나의 항에 있어서, 건조 복합 비료 과립의 수분 함량이 0.6 중량% 미만, 바람직하게는 0.3 중량% 미만인 것이 특징인 복합 비료 과립의 제조 방법.