



## Ausschlusspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

208 972

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) C 05 C 9/00

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

21) AP C 05 C/ 2413 720  
31) 8103205

(22) 02.07.82  
(32) 03.07.81

(44) 18.04.84  
(33) NL

71) siehe (73)  
72) HJFTE VAN, WILLY H. P.; VANMARCKE, LUC A., BE  
73) COMPAGNIE NEERLANDAISE DE L'AZOTE; BRÜSSEL, DE  
74) IPB (INTERNATIONALES PATENTBUERO BERLIN) 61078/18/39/37 1020 BERLIN WALLSTR. 23/24

## 54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HARNSTOFF ALS HAUPTBESTANDTEIL ENTHALTENDEN KOERNERN

(57) Verfahren zur Herstellung von Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenen Körnern durch Versprühen einer wässrigen Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 85–98 Gew.-%, der als Kristallisationsverzögerer für den Harnstoff Magnesiumhydroxyd, ein anorganisches Magnesiumsalz oder eine Mischung solcher Stoffe zugegeben ist, und die einen oder mehrere andere Düngerstoffe in Lösung und/oder Suspension enthalten kann, in Form sehr feiner Tropfen mit einem mittleren Durchmesser zwischen 20 und 120 Mikron in einem Fließbett von Harnstoffteilchen bei einer Temperatur, bei der das Wasser aus der auf den Teilchen versprühten Lösung verdampft und Harnstoff oder Harnstoff enthaltendes Material auf den Teilchen fest wird unter Bildung von Körnern mit einer gewünschten Grösse. Die so erhaltenen Körner sind mit Superphosphat- und Tripelphosphatkörnern verträglich.

241372 0 - 1 -

61 078 18

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenden Körnern für die Anwendung als Düngemittel in der Landwirtschaft.

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Aus der niederländischen Patentanmeldung 7 806 213 ist ein Verfahren zur Herstellung von Harnstoffkörnern bekannt, wobei eine wässrige Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 70 bis 99,9 Gew.-%, vorzugsweise 85 bis 96 Gew.-%, in einem Fließbett von Harnstoffteilchen versprüht wird in Form sehr feiner Tropfen mit einem mittleren Durchmesser von 20 bis 120 Mikron bei einer Temperatur, bei der das Wasser aus der auf den Teilchen versprühten Lösung verdampft und Harnstoff auf den Teilchen fest wird, unter Bildung von Körnern mit einer gewünschten Größe, die 25 mm oder mehr betragen kann. Weil bei diesem Verfahren viel Staub entsteht, wird der Harnstofflösung ein Kristallisationsverzögerer für den Harnstoff, insbesondere ein wasserlösliches Additions- oder Kondensationsprodukt von Formaldehyd und Harnstoff, zugegeben, wodurch die Staubbildung während der Granulation nahezu ganz unterdrückt wird. Die Anwesenheit des Kristallisationsverzögerers hat zur Folge, daß die Körner bei ihrem Aufbau plastisch bleiben, so daß durch das Rollen und/oder Stoßen beim Aufbau mechanisch starke, glatte und runde Körner entstehen. Die so erhaltenen Körner haben eine große Bruchfestigkeit, eine große Stoßfestigkeit und eine geringe Neigung zur Staubbildung durch gegenseitiges Reiben, und backen außerdem nicht zusammen, sogar nicht bei langer Lagerung, obwohl Harnstoff von Natur eine starke Neigung zum Zusammenbacken zeigt.

Es sind Kunstdüngerkörner bekannt, die außer Harnstoff auch einen oder mehrere andere Düngerstoffe enthalten. Solche Körner können erhalten werden durch Granulieren in einem Fließbett einer wässrigen Harnstofflösung, die einen oder mehrere andere Düngerstoffe in Lösung und/oder Suspension enthält.

Beispiele von Düngerstoffen, die oft zusammen mit Harnstoff zu Körnern verarbeitet werden, sind Ammoniumsulfat, Ammoniumdiwasserstoffphosphat und Diammoniumwasserstoffphosphat. Harnstoff und Ammoniumsulfat enthaltende Körner dienen zum Düngen von schwefelarmen Böden und enthalten meistens bis 40 Gew.-% und vorzugsweise 15 bis 20 Gew.-% Ammoniumsulfat. Harnstoff und Ammoniumdiwasserstoffphosphat oder Diammoniumwasserstoffphosphat enthaltende Körner werden oft auf Spezifikation des Verbrauchers gemacht, der einen gewissen Prozentsatz Phosphat in den Körnern verlangt. Auch andere Düngerstoffe werden manchmal mit Harnstoff zu Körnern verarbeitet.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung von Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenden Körnern mit verbesserten Eigenschaften, insbesondere mit guter Lagerbeständigkeit beim Vermischen mit billigen Düngemitteln wie Superphosphat- und Tripelphosphatkörnern.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, neuartige Kristallisationsverzögerer für die Herstellung von Harnstoff aufzufinden.

24 1372 0

<sup>3</sup>  
- 4a -

Es wurde nun gefunden, daß bestimmte Magnesiumverbindungen gute Kristallisationsverzögerer für Harnstoff sind, und daß Körner, erhalten durch Granulieren einer Harnstofflösung, die einen solchen Kristallisationsverzögerer enthält, unvergleichliche Eigenschaften besitzen, auch wenn die Harnstofflösung einen oder mehrere andere Düngerstoffe in Lösung oder Suspension enthält.

Die Erfindung bezieht sich daher auf ein Verfahren zur Herstellung von Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenen Körnern durch Versprühen einer wässrigen Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 85 bis 98 Gew.%, der ein Kristallisationsverzögerer für den Harnstoff zugegeben ist und die einen oder mehrere andere Düngerstoffe, wie Ammoniumsulfat, Ammoniumdiwasserstoffphosphat und Diammoniumwasserstoffphosphat, in Lösung und/oder Suspension enthalten kann, in Form sehr feiner Tropfen mit einem mittleren Durchmesser zwischen 20 und 120 Mikron in einem Fließbett von Harnstoffteilchen bei einer Temperatur, bei der das Wasser aus der auf den Teilchen versprühten Lösung oder Suspension verdampft und Harnstoff oder Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltendes Material auf den Teilchen fest wird unter Bildung von Körnern mit einer gewünschten Größe, welches Verfahren dadurch gekennzeichnet wird, daß als Kristallisationsverzögerer Magnesiumhydroxyd, ein anorganisches Magnesiumsalz oder eine Mischung solcher Stoffe angewendet wird.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß die Anwesenheit von Magnesiumhydroxyd und/oder einem anorganischen Magnesiumsalz beim Granu-

lieren einer Harnstoff enthaltenden Lösung in einem Fliessbett zur Folge hat, dass der Aufbau der Körner gut verläuft und die Bildung von Flugstaub vermieden wird oder auf ein Minimum beschränkt wird, während ausserdem die erhaltenen Harnstoffkörner eine grosse Bruchfestigkeit, ein grosses scheinbares Spezifisches Gewicht und in den meisten Fällen verminderte Neigung zum Zusammenbacken zeigen, und in manchen Fällen sogar bei langer Lagerung nicht mehr zusammenbacken. Von sehr besonderem Belang ist weiter, dass die gemäss der Erfindung erhaltenen Körner mit Superphosphat- und Tripelphosphatkörnern verträglich sind, wodurch sie sich für Bulk Mischung mit diesen Phosphatdüngern eignen.

Es ist bekannt, dass herkömmliche Harnstoffkörner sich nicht eignen zur Anwendung in heterogenen binären und ternären Düngstoffmischungen, wie N-P- oder N-P-K-Mischungen, durch Bulk Mischung mit einem billigeren Superphosphat oder Tripelphosphat, weil solche Harnstoffkörner mit diesen Phosphaten nicht verträglich sind. Mischungen solcher Harnstoffkörner mit Superphosphat- oder Tripelphosphatkörnern verfließen nach einiger Zeit unter Bildung eines nicht handhabaren und unbrauchbaren Breis. Gemäss einem Vortrag von G. Hoffmeister und G.H. Megar während "The Fertilizer Industry Round Table" am 6. November 1975 in Washington D.C., wird diese Unverträglichkeit durch eine Reaktion der nachstehenden Gleichung



verursacht.

Durch Reaktion von 1 Mol Monocalciumphosphatmonohydrat, Hauptbestandteil von Superphosphat und Tripelphosphat, mit 4 Mol Harnstoff wird ein Harnstoff Monocalciumphosphataddukt gebildet, wobei 1 Mol Wasser frei wird. Weil das Addukt sehr gut löslich ist, löst es sich glatt in das freigewordene Wasser unter Bildung eines grossen Volumens Lösung, das

die Körner in der Mischung benetzt, wodurch die Reaktion immer schneller um sich greift. Es sind keine kommerziell akzeptablen Mittel bekannt, Harnstoff mit Superphosphat oder Tripelphosphat verträglich zu machen. Für Bulk Mischung mit Harnstoff werden daher bis jetzt die teureren phosphatdüngerstoffe Monoammoniumphosphat und Diammoniumphosphat angewendet.

Die gemäss der Erfindung erhaltenen Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenden Körner sind jedoch in allen Verhältnissen mit Superphosphat- und Tripelphosphatkörnern verträglich, wodurch sie sich zur Bulk Mischung mit diesen Phosphatdüngerstoffen eignen.

Beispiele von anorganischen Magnesiumsalzen, die bei dem erfindungsgemässen Verfahren angewendet werden können, sind Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Magnesiumnitrat, Magnesiumcarbonat und basisches Magnesiumcarbonat. Das Magnesiumhydroxyd oder das anorganische Magnesiumsalz wird der zu granulierenden Harnstoff enthaltenden Lösung oder Suspension in einer Menge zugegeben, die mit mindestens mit 0,1 Gew.-% MgO, vorzugsweise 0,4-1 Gew.-% MgO, bezogen auf den Feststoffgehalt der Lösung oder Suspension, äquivalent ist. Mengen über 1,5 Gew.-%, berechnet als MgO, sind nicht schädlich, aber bieten keine besonderen Vorteile. Der Zusatz kann der zu granulierenden Harnstoff enthaltende Lösung oder Suspension in Form eines Pulvers oder einer wässrigen Lösung oder Suspension zugegeben werden.

Vorzugsweise werden die Körner nach ihrer Bildung auf 30°C oder auf eine niedrige Temperatur abgekühlt, z.B. mit Hilfe eines Luftstroms, dessen Feuchtigkeitsgehalt vorzugsweise derart herabgesetzt ist, dass die Körner während der Kühlung keine Feuchtigkeit aus der kühlen Luft aufnehmen.

Die Erfindung bezieht sich auch auf kompatible heterogene Kunstdüngermischungen von durch Anwendung des Verfahrens gemäss der Erfindung

241372 0

6  
- 7 -

61 078 18

erhaltenen Harnstoff enthaltenden Körnern mit Superphosphat- oder Tripelphosphatkörnern und erwünschtenfalls einem oder mehreren anderen kornförmigen Düngerstoffen.

Außer Harnstoff enthaltenden Körnern und Superphosphat- oder Tripelphosphatkörnern wird meistens Kalidüngerstoff, wie KCl, in die Mischung aufgenommen. Zum Vermeiden von Segregation der Mischung sollen die Körnerabmessungen der zu mischenden Komponenten aneinander angepaßt sein.

Als Ausgangsmaterial für das erfindungsgemäße Verfahren wird eine wässrige Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 85 bis 98 Gew.-% verwendet. Für die Granulation von Harnstoff zusammen mit einem oder mehreren anderen Düngerstoffen wird vorzugsweise eine Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 90 bis 95 Gew.-% angewendet, welcher der andere Düngerstoff in festem Zustand, vorzugsweise in fein gemahlener Form, oder als wässrige Lösung oder Suspension zugegeben wird. Die Löslichkeit der zuzugebenden Düngerstoffe in der wässrigen Harnstofflösung variiert. So ist die Löslichkeit von Ammoniumsulfat in einer 95 Gew.-%-igen Harnstofflösung 12 % und in einer 90 Gew.-%-igen Harnstofflösung 20 %. Ammoniumdiwasserstoffphosphat und Diammoniumwasserstoffphosphat können mit 90 bis 95 Gew.-%-igen Harnstofflösungen sehr viskose Lösungen bilden, die schwer versprühbar sind. Dies kann dadurch vermieden werden, daß man die Harnstofflösung und eine wässrige Lösung des Phosphats den Sprühern getrennt zuführt und dort nur kurz miteinander vermischt, bevor die Mischung versprüht wird.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird an Hand der nachstehenden Beispiele näher erläutert.

Beispiel I

Der Effekt des erfindungsgemäßen Verfahrens wird an Hand folgender Versuche gezeigt, wobei eine wässrige Harnstofflösung ohne einen bekannten Kristallisationsverzögerer und mit diesem sowie mit Magnesium-



hydroxyd oder einem anorganischen Magnesiumsalz als Kristallisationsverzögerer in einem Fliesbett von Harnstoffteilchen versprüht wurde. Die Granulationsbedingungen und die physikalischen Eigenschaften der erhaltenen Körner sind in der nachstehenden Tabelle erwähnt.

Der in Tabelle A erwähnte "TVA Bottle Test" dient zur Bestimmung der Verträglichkeit von Harnstoffkörnern mit Superphosphat- und Tripelphosphatkörnern. Bei diesem Versuch wurde der Zustand eines Gemisches der zu prüfenden Harnstoffkörner mit Superphosphat- oder Tripelphosphatkörnern, das in einer geschlossenen 120 cm<sup>3</sup> Flasche auf 27°C gehalten wurde, periodisch kontrolliert. Solange das Gemisch nicht mehr als einige feuchte Stellen zeigte, wurde es aber als brauchbar qualifiziert.

Durch den in der Tabelle A erwähnten "Sackversuch" wurde die Neigung zum Zusammenbacken der geprüften Körner bestimmt. Bei diesem Versuch wurden Harnstoffkörner in 35 kg Säcke verpackt, die unter einem Gewicht von 1000 kg bei 27°C aufbewahrt wurden. Nach 1 Monat wurde der Gewichtsprozentsatz an Brocken je Sack bestimmt und wurde die mittlere Härte der Brocken gemessen. Unter Härte wird hier die Kraft in kg, ausgeübt durch einen Dynamometer, zum Auseinanderfallenlassen eines Brockens von 7 x 7 x 5 cm verstanden.

Der in der Tabelle erwähnte Kristallisationsverzögerer F 80 ist eine unter dem Namen "Formurea 80" handelsübliche, zwischen -20°C und +40°C stabile, klare, viskose Flüssigkeit, die gemäss Analyse pro 100 Gew.Tle. etwa 20 Gew.Tle Wasser, etwa 23 Gew.Tle. Harnstoff und etwa 57 Gew.Tle. Formaldehyd enthält, von welcher Menge Formaldehyd etwa 55% als Trimethylolharnstoff gebunden ist und der Rest in nicht-gebundenem Zustand vorhanden ist.

241372 0

- 9 -

TABELLE

| Versuch Nr.                            | 1    | 2    | 3                   | 4                                    |
|----------------------------------------|------|------|---------------------|--------------------------------------|
| <u>Kristallisationsverzögerer</u>      | kein | F 80 | Mg(HO) <sub>2</sub> | MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O |
| <u>Granulationsbedingungen</u>         |      | 1 %  | 1,2%                | 2,5%                                 |
| <u>Harnstofflösung</u>                 |      |      |                     |                                      |
| - Konzentration, Gew. %                | 94,6 | 94,5 | 94,5                | 95,5                                 |
| - Temperatur, °C                       | 130  | 130  | 130                 | 130                                  |
| - Menge, kg/Stunde                     | 280  | 280  | 280                 | 220                                  |
| <u>Zerstäubungsluft</u>                |      |      |                     |                                      |
| - Menge, Nm <sup>3</sup> /Stunde       | 130  | 130  | 130                 | 130                                  |
| - Temperatur, °C                       | 140  | 140  | 145                 | 146                                  |
| <u>Fluidisationsluft</u>               |      |      |                     |                                      |
| - Menge, Nm <sup>3</sup> /Stunde       | 850  | 850  | 850                 | 850                                  |
| - Temperatur, °C                       | 45   | 64   | 73                  | 67                                   |
| Bett-Temperatur, °C                    | 108  | 105  | 99                  | 94                                   |
| <u>Produkteigenschaften</u>            |      |      |                     |                                      |
| - scheinbare Dichte, g/cm <sup>3</sup> | 1,23 | 1,26 | 1,29                | 1,28                                 |
| - Bruchfestigkeit                      |      |      |                     |                                      |
| Ø 2,5 mm, kg                           | 2,1  | 2,8  | 4,2                 | 4,4                                  |
| - Staub, g/kg                          | 5,4  | <0,1 | <0,1                | <0,1                                 |
| <u>Sackversuch</u>                     |      |      |                     |                                      |
| - Brocken, %                           | 100  | 10   | 8                   | 31                                   |
| - Härte, kg                            | 22   | <1   | <1                  | 2,3                                  |
| <u>TVA Bottle Test</u>                 |      |      |                     |                                      |
| mit Superphosphat 50/50                |      |      |                     |                                      |
| - Brauchbarkeit, Tage                  | <3   | <3   | 21                  | >60                                  |
| mit Tripelphosphat 50/50               |      |      |                     |                                      |
| - Brauchbarkeit, Tage                  | <3   | <3   | 14                  | >14                                  |

TABELLE (Fortsetzung)

| Versuch Nr.                             | 5                                                 | 6                                                          | 7                       | 8                                                     |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------------------------------|
| Kristallisations-<br>verzögerer         | $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$<br>2,5% | $\text{Mg}(\text{NO}_3) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$<br>2,5% | $\text{MgCO}_3$<br>1,5% | $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2$<br>1,5% |
| <u>Granulationsbedingungen</u>          |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| Harnstofflösung                         |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Konzentration, Gew. %                 | 95,5                                              | 95,5                                                       | 95,5                    | 95,5                                                  |
| - Temperatur, °C                        | 130                                               | 130                                                        | 130                     | 130                                                   |
| - Menge, kg/Stunde                      | 220                                               | 220                                                        | 220                     | 280                                                   |
| Zerstäubungsluft                        |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Menge, $\text{Nm}^3$ /Stunde          | 130                                               | 130                                                        | 130                     | 130                                                   |
| - Temperatur, °C                        | 144                                               | 144                                                        | 144                     | 148                                                   |
| Fluidisationsluft                       |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Menge, $\text{Nm}^3$ /Stunde          | 850                                               | 850                                                        | 850                     | 850                                                   |
| - Temperatur, °C                        | 70                                                | 67                                                         | 67                      | 63                                                    |
| Bett-Temperatur, °C                     | 102                                               | 99                                                         | 105                     | 105                                                   |
| <u>Produkteigenschaften</u>             |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - scheinbare Dichte,<br>$\text{g/cm}^3$ | 1,27                                              | 1,29                                                       | 1,29                    | 1,29                                                  |
| - Bruchfestigkeit                       |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| $\varnothing$ 2,5 mm, kg                | 2,9                                               | 2,8                                                        | 3,2                     | 3,5                                                   |
| - Staub, g/kg                           | < 0,1                                             | 0,1                                                        | < 0,1                   | < 0,1                                                 |
| Sackversuch                             |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Brocken, %                            | 100                                               | 39                                                         | 0                       | 0                                                     |
| - Härte, kg                             | 22                                                | 3,9                                                        | 0                       | 0                                                     |
| TVA Bottle Test                         |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| mit Superphosphat 50/50                 |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Brauchbarkeit, Tage                   | > 60                                              | > 60                                                       | > 60                    | > 60                                                  |
| mit Tripelphosphat 50/50                |                                                   |                                                            |                         |                                                       |
| - Brauchbarkeit, Tage                   | > 60                                              | 14                                                         | 14                      | 14                                                    |

Beispiel II

In einer Anzahl von Granulationsversuchen wurde eine Suspension von fein gemahlenem Ammoniumsulfat in einer 95 Gew.-%-igen wässrigen Harnstofflösung mit einem bekannten Kristallisationsverzögerer (F 80) und mit einer Magnesiumverbindung als Kristallisationsverzögerer in ein Fliessbett von Harnstoffteilchen versprüht. Der Ammoniumsulfatgehalt der Suspension betrug 20 Gew.-%.

Die Suspension wurde mit einer Temperatur von 120-130°C in einer Menge von etwa 300 kg/Stunde versprüht. Das Versprühen erfolgte mit Hilfe von Zerstäubungsluft mit einer Temperatur von 140°C unter einem Überdruck von 0,35 kg/cm<sup>2</sup> und in einer Menge von etwa 140 Nm<sup>3</sup>/Stunde. Das Bett wurde mit Luft in einer Menge von 650-850 Nm<sup>3</sup>/Stunde fluidisiert. Die Temperatur der Fluidisationsluft wurde derart geregelt, dass die Temperatur des Bettes zwischen 105 und 108°C gehalten wurde.

In allen Versuchen verlief der Kornaufbau in dem Fliessbett ausgezeichnet. Das Produkt enthielt nur sehr wenig feines Material, was bedeutet, dass die versprühte Suspension nahezu ganz für den Aufbau der Körner gebraucht wurde. Die chemischen und physikalischen Eigenschaften der erhaltenen Körner sind in der nachstehenden Tabelle erwähnt.

241372 0

- 12 -

| Kristallisations-<br>verzögerer         | 1 % F 80 |      |      | Mg(OH) <sub>2</sub><br>1,2% | Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·2,6H <sub>2</sub> O<br>2,5% |
|-----------------------------------------|----------|------|------|-----------------------------|----------------------------------------------------------------|
| <hr/>                                   |          |      |      |                             |                                                                |
| <u>Chemische Eigenschaften:</u>         |          |      |      |                             |                                                                |
| - Feuchtigkeit, Gew. %                  | 0,18     | 0,13 | 0,21 | 0,18                        | 0,14                                                           |
| - Ammoniumsulfat, Gew. %                | 13,7     | 15,0 | 18,5 | 19,5                        | 18,6                                                           |
| - pH der 10.Gew. %-igen<br>Lösung       | 5,2      | 5,0  | 5,1  | 8,2                         | 5,0                                                            |
| <br><u>Physikalische Eigenschaften:</u> |          |      |      |                             |                                                                |
| - Bruchfestigkeit                       |          |      |      |                             |                                                                |
| Ø 2,5 mm, kg                            | 3,3      | 3,4  | 3,5  | 3,9                         | 4,0                                                            |
| - Sackversuch                           |          |      |      |                             |                                                                |
| - Brocken, %                            | 48       | 25   | 35   | 0                           | 0                                                              |
| - Härte, kg                             | 2,2      | 2,5  | 4,0  | 0                           | 0                                                              |
| - TVA Bottle Test                       |          |      |      |                             |                                                                |
| mit Superphosphat 50/50                 |          |      |      |                             |                                                                |
| - Brauchbarkeit, Tage                   | <3       | <3   | <3   | >60                         | >60                                                            |
| mit Tripelphosphat 50/50                |          |      |      |                             |                                                                |
| - Brauchbarkeit, Tage                   | <3       | <3   | <3   | >60                         | >60                                                            |

24 1372 0 -13-

Berlin, 18. 11. 1982  
AP C 07 C /241 372/0  
61 078 18

Verfahren zur Herstellung von Harnstoff enthaltenden  
Körnern

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltenden Körnern durch Versprühen einer wässrigen Harnstofflösung mit einer Harnstoffkonzentration von 85 bis 98 Gew.-%, der ein Kristallisationsverzögerer für den Harnstoff zugegeben ist und die einen oder mehrere andere Düngerstoffe, wie Ammoniumsulfat, Ammoniumdiwasserstoffphosphat und Diammoniumwasserstoffphosphat, in Lösung und/oder Suspension enthalten kann, in Form sehr feiner Tropfen mit einem mittleren Durchmesser zwischen 20 und 120 Mikron in einem Fließbett von Harnstoffteilchen bei einer Temperatur, bei der das Wasser aus der auf den Teilchen versprühten Lösung oder Suspension verdampft und Harnstoff oder Harnstoff als Hauptbestandteil enthaltendes Material auf den Teilchen fest wird unter Bildung von Körnern mit einer gewünschten Größe, gekennzeichnet dadurch, daß als Kristallisationsverzögerer Magnesiumhydroxyd, ein anorganisches Magnesiumsalz oder eine Mischung solcher Stoffe angewendet wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Menge Magnesiumhydroxyd und/oder anorganisches Magnesiumsalz, die der zu granulierenden Lösung oder Suspension zugegeben wird, mit mindestens 0,1 Gew.-% MgO, bezogen auf den Harnstoff in der Lösung, äquivalent ist.

22 NOV 1982 \* 049376

241372 0

14  
- 2 -

61 078 18

3. Verfahren nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Menge Magnesiumhydroxyd oder -salz 0,4 bis 1,0 Gew.-%, berechnet als MgO, beträgt.
4. Kompatibele heterogene Kunstdüngermischungen, gekennzeichnet durch Anwendung des Verfahrens gemäß den Punkten 1 bis 3 erhaltenen Harnstoff enthaltenden Körnern mit Superphosphat- oder Tripelphosphatkörnern und erwünschtenfalls einem oder mehreren anderen kornförmigen Düngerstoffen, wie KCL.