

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7583017号
(P7583017)

(45)発行日 令和6年11月13日(2024.11.13)

(24)登録日 令和6年11月5日(2024.11.5)

(51)国際特許分類	F I				
C 0 5 C	9/00	(2006.01)	C 0 5 C	9/00	A
C 0 5 G	5/12	(2020.01)	C 0 5 G	5/12	
B 0 1 J	2/00	(2006.01)	B 0 1 J	2/00	A

請求項の数 14 (全13頁)

(21)出願番号	特願2022-500697(P2022-500697)	(73)特許権者	523350291
(86)(22)出願日	令和2年6月8日(2020.6.8)		ティッセンクルップ ウーデ ゲゼルシャ
(65)公表番号	特表2022-539824(P2022-539824		フト ミット ベシュレンクテル ハフツ
	A)		ング
(43)公表日	令和4年9月13日(2022.9.13)		ドイツ連邦共和国 4 4 1 4 1 ドルトム
(86)国際出願番号	PCT/EP2020/065784		ント フリードリヒ - ウーデ - シュトラ
(87)国際公開番号	WO2021/004713		ーセ 1 5
(87)国際公開日	令和3年1月14日(2021.1.14)	(74)代理人	100114188
審査請求日	令和4年2月16日(2022.2.16)		弁理士 小野 誠
(31)優先権主張番号	102019118702.8	(74)代理人	100119253
(32)優先日	令和1年7月10日(2019.7.10)		弁理士 金山 賢教
(33)優先権主張国・地域又は機関	ドイツ(DE)	(74)代理人	100124855
前置審査			弁理士 坪倉 道明
		(74)代理人	100129713
			弁理士 重森 一輝
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 尿素生成におけるピウレット生成の低減

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粒状尿素の生成のための装置であって、合成ユニット(3)と、蒸発器ユニット(5)と、送達ポンプと、造粒ユニット(7)と、前記尿素を前記蒸発器ユニット(5)から前記造粒ユニットに搬送することができる、異なる直径を有する複数のライン(6)とを本質的に備え、前記ライン(6)の前記直径が、第1のラインが全負荷下で前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間を確保し、第2のラインが前記装置の部分負荷下で前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間を確保するように寸法決めされる装置。

【請求項 2】

前記尿素を前記蒸発器ユニット(5)から前記造粒ユニット(7)に搬送することができる前記複数のライン(6)の前記直径が、それぞれ20%の間隔を有する部分負荷下で前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間を確保するように、重ならないように調整されることを特徴とする、請求項1に記載の装置。

10

【請求項 3】

前記尿素を前記蒸発器ユニット(5)から前記造粒ユニット(7)に搬送することができる少なくとも3つのライン(6)を有することを特徴とする、請求項1または2に記載の装置。

【請求項 4】

前記尿素を前記蒸発器ユニット(5)から前記造粒ユニット(7)に搬送することができる3~5つのライン(6)を有することを特徴とする、請求項1または2に記載の装置。

20

【請求項 5】

前記尿素を前記蒸発器ユニット（５）から前記造粒ユニット（７）に搬送することができる少なくとも３つのライン（６）を有し、そのうち前記第２のラインの前記直径が、８０％という前記装置の部分負荷下での前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間を確保し、第３のラインが、６０％という前記装置の部分負荷下での前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間を確保することを特徴とする、請求項１から４のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 6】

前記尿素を前記蒸発器ユニット（５）から前記造粒ユニット（７）に搬送することができる前記ライン（６）を前記蒸発器ユニット（７）の方向に閉じることができる手段を有することを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の装置。

10

【請求項 7】

前記尿素を前記蒸発器ユニット（５）から前記造粒ユニット（７）に搬送することができる前記ライン（６）を前記蒸発器ユニット（７）の方向に閉じることができる弁の形態の手段を有することを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 8】

前記装置がオフラインである際に、好適な作動媒体によって前記ライン（６）を洗い流すことができる手段を有することを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 9】

前記装置がオフラインである際に、水または蒸気によって前記ライン（６）を洗い流すことができる手段を有することを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の装置。

20

【請求項 10】

前記装置がオフラインである際に、好適な作動媒体によって前記ライン（６）を洗い流すことができる弁の形態の手段を有することを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 11】

ビウレット含有量が低い粒状尿素の生成のための、請求項１から６のいずれか一項に記載の装置の使用であって、前記装置が部分負荷下で運転され、前記尿素がラインを通して前記蒸発器ユニット（５）から前記造粒ユニット（７）に搬送され、ラインの前記直径が生成物スループットに適合され、前記ラインの前記直径が前記装置内の前記複数のライン（６）の最大直径よりも小さい使用。

30

【請求項 12】

ビウレット含有量が低い粒状尿素の生成のための、請求項６に記載の装置の使用であって、前記装置が部分負荷下で運転され、前記尿素が１つまたは複数のライン（６）を通して前記蒸発器ユニット（５）から前記造粒ユニット（７）に搬送され、１つまたは複数のライン（６）の総断面積が生成物スループットに適合され、（１または複数の）前記ラインの総断面積が、全負荷下の１または複数の前記ライン内の前記尿素の最適な滞留時間に必要となる断面積よりも小さい使用。

【請求項 13】

40

粒状尿素の生成のための方法であって、請求項１から６のいずれか一項に記載の装置の運転を含み、前記合成ユニット（３）からの生成物が、水溶液または熔融物として液体形態の後者を残し、生成物流が、前記蒸発器ユニット（５）の下流で１つまたは複数のライン（６）を通して前記造粒ユニット（７）に搬送され、１つまたは複数のライン（６）の直径または総断面積が生成物スループットに適合される方法。

【請求項 14】

生成物スループットが、全負荷下でのシステムの生成物スループットよりも小さいことを特徴とする、請求項１２に記載の方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

50

【 0 0 0 1 】

本発明は、合成ユニット、蒸発器ユニットおよび造粒ユニットを有する、粒状尿素の生成装置であって、部分負荷運転下でのビウレットの形成を抑制するために、蒸発器ユニットと造粒ユニットとの間の領域に異なる直径または断面を有する生成物ラインが使用される、粒状尿素の生成装置に関する。

【 背景技術 】

【 0 0 0 2 】

粒状肥料の生成方法は、技術文献および特許文献に広範囲に記載されており、これに関して、米国特許第 6 , 2 0 3 , 7 3 0 号、ドイツ特許第 2 8 2 5 0 3 9 号または米国特許第 4 , 9 4 7 , 3 0 8 号が例として挙げられ得る。従来、これらの方法の範囲では、合成

10

【 0 0 0 3 】

尿素は現在、生物学的に使用可能な窒素含有量が約 4 6 % と高いため、世界中で最も頻繁に使用される窒素肥料の 1 つである。尿素的追加の利点は、例えば、硝酸カリウムまたは硝酸アンモニウムと比較してリスクの可能性が低いこと、ならびに尿素が経済的な出発材料、すなわちアンモニアおよび二酸化炭素から工業的規模で生成され得るという事実からなる。

【 0 0 0 4 】

20

尿素的生成は、高温および高圧で行われる 2 つの反応工程で行われる。迅速かつ発熱性である第 1 の反応工程では、カルバミン酸アンモニウムへの 2 部のアンモニアおよび 1 部の二酸化炭素の変換が起こる ($2 \text{NH}_3 + \text{CO}_2 \rightarrow [\text{NH}_2\text{COO}][\text{NH}_4]$)。このことから、緩徐かつ吸熱性の第 2 の工程では、水を除去することによって尿素が得られる ($[\text{NH}_2\text{COO}][\text{NH}_4] \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_2 - \text{CO} - \text{NH}_2$)。第 2 の工程は、緩徐な反応であるため、最大限に完全な変換を確実にするために、比較的長い滞留時間を有する別個の容器内で大部分が行われる。

【 0 0 0 5 】

さらに、固体生成物を得るためには、反応中に生成されたプロセス水を反応混合物から実質的に (すなわち、通常約 3 % の残留含水量まで) 除去する必要がある。この目的のために、高温の反応混合物から水を抽出して、高濃度の尿素溶液を生成し、その後、これをさらに処理して粒状生成物を形成することができる。処理の結果として、尿素凝縮物の形成が高温の高濃度尿素溶液中でも起こることは、残念ながら避けられない。例えば、ドイツ特許第 1 9 7 4 4 4 0 4 号から、生成物溶液中の温度および滞留時間に応じて、生体由来効果を有さず、したがって微粒子中の活性成分濃度を低下させる、尿素的のポリマーおよび凝縮物が形成されることが知られている。

30

【 0 0 0 6 】

尿素的生成では、特に問題となる副生成物の 1 つがビウレットであり、ビウレットは、2 つの尿素的分子からアンモニアを除去することによって形成され得る ($2 \text{NH}_2 - \text{CO} - \text{NH}_2 \rightarrow \text{NH}_3 + \text{NH}_2 - \text{CO} - \text{NH} - \text{CO} - \text{NH}_2$)。ビウレットは、窒素送達剤として活性が低いだけでなく、強い植物毒性作用も有する。例えば、相当量のビウレットが植物の成長を低下させ、その結果、施肥の目的とは正確に反対の結果が得られることが観察されている。ほとんどの植物では、尿素的肥料中のビウレットの割合が約 1 % 以下であることが許容されるが、一部の植物、例えば柑橘類の木は、わずか 0 . 5 % のビウレット含有量を有する尿素的を用いて施肥すると、ビウレットに曝露せず長時間経った後であっても元の緑色に完全に戻らない黄色の葉の形成によって、目に見える損傷を受ける (R . L . M i k k e l s e n , B e t t e r C r o p s 2 0 0 7 , V o l . 9 1 , N o . 3 , p . 6 / 7 を参照)。これらの確認された悪影響に加えて、ビウレットに関連する起こり得る健康リスクに関して未解決の課題がさらに存在する。

40

【 0 0 0 7 】

50

尿素溶液中のビウレットの発生に関連して、ビウレット形成が、生成システム内の濃縮尿素的温度および滞留時間の増加とともに増大することが観察されている。ビウレット形成の関係は、例えば、オーストリア特許第 2 8 5 6 2 1 号、スイス特許第 6 1 7 6 7 2 号または英国特許第 1 4 0 4 0 9 8 号に記載されており、30 年超にわたって知られている。
【0008】

この場合、溶液を約 110 ~ 150 ° の温度に加熱して、好適な時間内に生成物溶液から必要量の水を除去しなければならないため、最初に形成された尿素溶液からの蒸発（すなわち、水の除去）による濃縮中および直後にかなりの割合のビウレットが形成される。尿素が液体形態で造粒ユニットに導入されると、比較的少ないエネルギー消費で尿素的造粒を行うことができるため、この高温は後続のパイプラインにも広がる。したがって、特に、一般に蒸気によって加熱されるパイプラインがさらに加熱される場合、生成物の最終品質に関連する量のビウレットが、蒸発器ユニットと造粒ユニットとの間のパイプライン内で形成される可能性がある。

10

【0009】

ビウレット形成を抑制するために、ドイツ特許第 1 9 7 4 4 4 0 4 号は、ジシアンジアミドを加えることによって尿素的結晶化を阻害し、その結果、70 ~ 90 ° の温度で行うことができる方法を開示している。これらの温度では、ビウレット形成は大幅に低減される。ただし、この方法の欠点は、ドイツ特許第 1 9 7 4 4 4 0 4 号に記載されている例によれば、5 重量%を超えて加えなければならない生物学的に不活性なジシアンジアミドという高い要件である。最終的な効果では活性でない添加剤を加えることは、対応してさらに大きな構造容積をさらに必要とし、方法の運転コストをかなりの程度まで増加させる。

20

【0010】

蒸発器がビウレット形成の重大な供給源として特定されているため、日本特許第 5 7 1 7 1 9 5 6 号では、蒸発器が噴霧タワーとして構成され、その結果、生成物溶液中に生成される非常に大きな液体表面積によって非常に迅速かつ効果的な水抽出が可能である、溶液の特別な濃縮が提案されている。ただし、この解決策の欠点は、著しく複雑性の高い制御および調整技術を必要とする、著しく精巧度が高い蒸発器設計である。さらに、この方法は、尿素的粒状物の本質的な生成物特徴である、従来の尿素的生成物では通常である 2 . 0 ~ 4 . 0 mm の粒径を粒子の 90 ~ 95 % にもたらしことを保証しない。

【0011】

30

英国特許第 1 4 0 4 0 9 8 号では、造粒前にビウレットを分離するために、尿素溶液がイオン交換器を通して送られる方法が提案されている。ただし、この方法は、追加のプロセス構成要素を必要とし、したがって、イオン交換材料の定期的に必要とされる再生のために生じる比較的高い運転コストを伴う。

【0012】

欧州特許第 1 7 1 1 4 4 7 号では、ビウレットの形成を低減するために、蒸発器ユニットの後かつ造粒ユニットの前に造粒ユニットの方向に生成物流が搬送される自動調整ポンプの使用が提案されている。この手段は、蒸発器と粒状物との間のビウレット形成をある程度低減することができるため、オフガス中の遊離アンモニアの割合を大幅に低減し得るという結果を有する。

40

【0013】

上述の解決策手法の共通の特徴は、システムの通常運転中のビウレット形成の低減を目的としていることである。ただし、運転中には、例えば、システムをその時点で立ち上げているか立ち下げているため、必要な出発材料の 1 つがシステムに完全に負荷をかけるのに十分な量で利用できないため、または尿素的肥料の需要が低いために季節的に（例えば、冬に）生成が減少するため、システムを全負荷で動作させることができない時間もある。システムが全負荷下で運転されていない期間に生成される尿素的は、多くの場合、システムが全負荷下で動作している期間に生成される尿素的よりも高いビウレット含有量を有することが観察されている。これにより、これらの時間中に生成された尿素的はもはや肥料の仕様要件を満たさず、したがって、生成者によって高い費用をかけて処分されなければならない

50

いことになる可能性がある。材料がもはや肥料として使用できない程度までビウレット含有量が増加しない場合であっても、ビウレット含有量が、供給者によって保証された最大含有量を超える可能性があるため、この材料は、異なる仕様で、したがって比較的低い価格で販売されなければならない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0014】

【文献】米国特許第6,203,730号

【文献】ドイツ特許第2825039号

【文献】米国特許第4,947,308号

【文献】ドイツ特許第19744404号

【文献】オーストリア特許第285621号

【文献】スイス特許第617672号

【文献】英国特許第1404098号

【文献】日本特許第57171956号

【文献】欧州特許第1711447号

【非特許文献】

【0015】

【文献】R. L. Mikkelsen, Better Crops 2007, Vol. 91, No. 3, p. 6 / 7

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

この背景に対して、尿素生成システムがシステムのために意図された全負荷で運転されていなくても、一定した生成物品質を保証することができる装置および方法が必要とされている。本発明は、この必要性に対処する。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【発明を実施するための形態】

【0018】

本発明の文脈では、用語「全負荷」は、システムにおける尿素的平均スループットを指し、システムは、尿素的平均スループットについて設計されている。例えば、「1000 t / 日」システムは、通常の運転条件下で1日当たり1000 tの尿素的を生成するように設計されている。したがって、そのようなシステムでは、全負荷運転下で1日当たり1000 tの尿素的が生成される。

【0019】

「部分負荷」運転中には、通常の運転条件下で可能であるよりも少ない尿素的が同じシステム内で生成される。例えば、システム内の50%部分負荷の下では、通常の運転条件（「全負荷」）下での1日生成量の50%が達成されるに過ぎない。「1000 t / 日」システムでは、これは、500 t / 日の量に相当する。

【0020】

ライン6に関連する用語「直径」は、「平均直径」として理解されるべきである。したがって、例えば、楕円形の断面を有するラインの直径は、このラインの平均直径に相当する。

【0021】

ラインの「断面積」は、それぞれの流れ方向に対して垂直な断面積である。

【0022】

本発明は、蒸発器ユニットと造粒ユニットとの間に異なる直径を有する複数のラインを有する装置を使用すると、既存のシステム内で均一性の高い生成物品質の尿素的を生成することができるという驚くべき発見に基づいている。システムが全負荷で運転されない場合

10

20

30

40

50

、そのような構造は、全負荷運転よりも細いラインを通して尿素溶液または尿素溶融物を送ることを可能にする。その結果、全負荷運転用に設計されたラインにおける生成物スループットの低下のために生じる滞留時間の延長が回避され、ピウレット発生の増加が抑制される。

【 0 0 2 3 】

第 1 の態様によれば、本発明は、合成ユニット 3 と、蒸発器ユニット 5 と、送達ポンプと、造粒ユニット 7 と、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる、異なる直径を有する複数のライン 6 とを本質的に備える、粒状尿素的生成のための装置に関する。この場合、ラインの直径は、第 1 のラインが全負荷下でライン内の尿素的最適な滞留時間を確保し、第 2 のラインが装置の部分負荷下でライン内の尿素的最適な滞留時間を確保するように寸法決めされる。ライン内の尿素的「最適な滞留時間」は、ラインを通過して搬送される尿素的量に基づいており、全負荷下の尿素的量は部分負荷下よりも大きいため、全負荷下で使用されるラインの直径は、部分負荷下のライン内の尿素的最適な滞留時間を確保することが意図されたラインの直径よりも大きい。

10

【 0 0 2 4 】

尿素的「最適な滞留時間」は、（例えば、システムの構造、および添加剤の必要な滞留時間のために）技術的なプロセス上の理由のために必要な、ライン内の尿素的滞留時間として理解されるべきである。最小値よりも長い滞留時間は、一般に、熱条件のためにアンモニアおよびピウレットの形成を増加させる。

【 0 0 2 5 】

合成ユニット 3 と、蒸発器ユニット 5 と、送達ポンプと、造粒ユニット 7 と、異なる直径を有する複数のライン 6 とを備えることが意図されている、尿素的生成装置に関連する用語「本質的に」は、尿素的生成が行われるシステムの領域が、この粒状物の生成を本質的に妨げるいかなる構成部分も有しないという点で理解されるべきである。ただし、これは、例えば、尿素的生成の副生成物を洗浄もしくは処理するために提供される構成部品もしくは装置、またはそれを用いて、使用可能な中間生成物をプロセスに再利用することができるラインを除外するものではない。

20

【 0 0 2 6 】

複数のライン 6 は、装置内で互いに平行に配置されるのが好都合である。以下に説明する装置の実施形態についても同様である。

30

【 0 0 2 7 】

本発明による装置は図 1 A に概略的に示されており、図 1 A では、1 および 2 は、合成ユニット 3 へのアンモニアおよび二酸化炭素の供給ラインを表し、4 は、合成ユニット 3 と蒸発器ユニット 5 との間のラインを表し、8 は、装置からの粒状尿素的取出しを示す。図 1 B は、全負荷下でのシステムの運転を概略的に表しており、全負荷下でのシステムの運転中、尿素的は、大きい方の直径を有する供給ラインを通過して蒸発器ユニットから造粒ユニット内に搬送されるのに対して、小さい方の直径を有する供給ラインは閉じられている。それに対応して、図 1 C は、部分負荷下でのシステムの運転を表しており、部分負荷下でのシステムの運転中、尿素的は、小さい方の直径を有する供給ラインを通過して蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送されるのに対して、大きい方の直径を有する供給ラインは閉じられている。

40

【 0 0 2 8 】

上述の実施形態による装置は、尿素的を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる複数のライン 6 の直径によって好都合に改良され得、複数のライン 6 の直径は、それぞれ約 20 % の間隔を有する部分負荷下でライン内の尿素的最適な滞留時間を確保するように、重ならないように調整される。加えて、または代替として、そのような装置は、尿素的を蒸発器ユニット 5 から造粒ユニット 7 に搬送することができる少なくとも 3 つ、好ましくは 3 ~ 5 つのライン 6 を有する。1 つの特に好都合な構成では、装置は、尿素的を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる少なくとも 3 つのライン 6 を有し、そのうち第 2 のラインの直径は、約 80 % という装置の部分負荷下でのライン内の尿

50

素の最適な滞留時間を確保し、第3のラインは、約60%という装置の部分負荷下でのライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する。さらに好ましい構成では、装置は、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる少なくとも3つのライン6を有し、そのうち第2のラインの直径は、約60%という装置の部分負荷下でのライン内の尿素の最適な滞留時間を確保し、第3のラインは、約20%という装置の部分負荷下でのライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する。この設計により、100%、80%、60%および20%の負荷下で最適な滞留時間が確保され得る。

【0029】

これに加えて、装置は、100%を超える、例えば110%の負荷下でのライン内の尿素の最適な滞留時間を確保するように構成されたライン直径を有する追加のライン6を有することが可能である。このような比較的高い負荷は、例えば、造粒機を洗浄した後に尿素溶液を処理する際に発生し得る。

10

【0030】

本発明による装置の合成ユニット3において、第1段階では、アンモニアおよび二酸化炭素から炭酸アンモニウムが生成され、これらがそれぞれの供給ライン1および2を通して合成ユニット3に搬送される。合成ユニットの第2段階では、カルバミン酸アンモニウムは、その後、尿素および水に変換される。第1段階および第2段階では、120~200バール、特に140~175バールの範囲の圧力が設定されることが好ましい。第2段階中の温度は、一般に、170~200、特に185~190の範囲である。

【0031】

20

合成段階から得られた反応混合物は、尿素および水から本質的になるが、少量の炭酸アンモニウムと、過剰なアンモニアの少量の残留物とによって汚染されている可能性がある。合成ユニットから得られる典型的な組成物は、約54重量%の尿素と、26重量%の水と、カルバミン酸アンモニウム、二酸化炭素およびアンモニアの残留部分とを含有する。

【0032】

蒸発器ユニット5では、反応中に生じる水の大部分が除去される。この目的のために、合成段階から取り出された溶液は、(液体)濃縮尿素溶融物およびガス流に好都合に変換され、これらは蒸発器ユニットから排出される。典型的には、尿素溶融物は、この領域内で、約0.2~5重量%の残留水分含有量まで濃縮される。

【0033】

30

蒸発器ユニット5は、真空条件下で運転され、直列の1つまたは複数の蒸発器を有し得る。蒸発した流れに含有され得る少量の過剰のカルバミン酸アンモニウムは、プロセス条件下でアンモニアおよび二酸化炭素に変換される。真空条件下では、このアンモニアおよび二酸化炭素は、その後、蒸発器ユニットから排出されるガス流に主に移送される。このガス流はまた、真空条件下で放出される少量の過剰アンモニアを含有し得る。

【0034】

蒸発器ユニットが複数の蒸発器を含む場合、尿素が1つの蒸発器ユニットから次の蒸発器ユニットに搬送されるラインが、同様に、異なる直径を有する複数のラインの形態であることが好都合であり得る(ライン6について上述したのと同様)。

【0035】

40

造粒ユニット7は、流動床造粒、ドラム造粒もしくはパン造粒、または同様の公知の造粒装置を含み得る。造粒ユニットの主な機能は、尿素溶融物を固化した粒子の流れに変換することにある。粒状物とも呼ばれるこれらの固化した粒子は、尿素生成システムの主要な生成物である。

【0036】

尿素の固化の範囲では、尿素が液相から固相に変化する際に放出される結晶化熱を除去する必要がある。さらに、一般に、固化した尿素粒子から追加の熱が抽出されて、固化した尿素粒子を最終生成物の安全な貯蔵および輸送を可能にする温度まで冷却する。造粒の範囲内の熱の除去は、通常、以下の2つの方法で達成される：

(i) 水の蒸発によって。この水は、尿素溶融物の一部として造粒ユニットに到達し、

50

造粒プロセスの範囲内の好適な位置に噴霧されて、空気入口温度を低下させてもよい；

(i i) 空気による冷却によって。通常、結晶化熱および冷却熱の大部分は、空気による冷却によって放出される。この目的のために、完成した固化した生成物 1 k g 当たり 3 ~ 3 0 k g の空気に相当する量の空気が一般に必要とされる。

【 0 0 3 7 】

空気は、造粒ユニット内の尿素溶融物および固化した尿素粒子と直接接触するため、必然的に一定の割合の尿素ダストによって汚染される。造粒を行う方法に応じて、空気中のダストの量は、0 . 0 5 ~ 1 0 % (最終生成物の生成物流に関して表される) である。尿素を回収し、冷却に使用される空気を浄化するために、本発明による装置には、例えば、国際公開第 2 0 1 3 / 1 6 5 2 4 5 号に記載されているような好適な回収装置および浄化装置を好都合に設けてもよい。

10

【 0 0 3 8 】

送達ポンプは、好都合には、欧州特許第 1 7 1 1 4 4 7 号に記載されているような自動調整回転ポンプであってよい。好適な回転ポンプは、例えば、オーストリア特許第 2 8 1 6 0 9 号またはオーストリア特許第 2 9 1 0 0 3 号に記載されている。本発明の範囲では、蒸発器が造粒機と同じ平面内に設置され、回転ポンプがわずかに下方に配置されることは、このような構成によって供給ラインが短くなり得るため、さらに有利である。その結果、ライン経路内の尿素の滞留時間も相応に短縮される。対応する構造は、同様に欧州特許第 1 7 1 1 4 4 7 号に詳細に記載されている。

【 0 0 3 9 】

20

本発明の第 2 の好都合な態様は、合成ユニット 3 と、蒸発器ユニット 5 と、送達ポンプと、造粒ユニット 7 と、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる、異なるまたは等しい断面積を有する複数のライン 6 とを有する装置に関する。ライン 6 の断面積は、この場合、ライン内の尿素の最適な滞留時間が、全負荷下で複数のラインのうちの 2 つ以上を通して尿素が流れる間に確保されるように寸法決めされる。換言すれば、この記載された装置は、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送する 2 つ以上のラインを使用することによる通常運転用に設計されているが、本発明の第 1 の態様の実施形態によれば、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送する 1 つのラインのみが使用される。

【 0 0 4 0 】

30

「最適な滞留時間」の定義については上記の解説が参照され、上記の解説は断面積にも同様に適用され得る。用語「本質的に」については、第 1 の態様の文脈内の対応する解説も有効である。

【 0 0 4 1 】

2 つ以上のラインの断面積について、ラインの最小断面積が、ラインの最大断面積の少なくとも 1 0 % 、特に少なくとも 2 0 % であることが好ましい。

【 0 0 4 2 】

第 2 の態様による実施形態では、ラインの断面積は、ライン内の尿素の最適な滞留時間が、全負荷下で複数のラインの全部を通して尿素が流れる間に確保されるように寸法決めされることが有利であり得る。例えば、装置は 2 つのラインを有することが考えられ、そのうち第 1 のラインは、システムの 6 0 % 負荷下での尿素の最適な滞留時間を確保し、第 2 のラインは、システムの 4 0 % 負荷下での尿素の最適な滞留時間を確保する。全負荷下では両ラインが開かれるため、ラインはともに、装置の全負荷下でのライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する輸送能力を有する。

40

【 0 0 4 3 】

上記の実施形態の特に有利な一実施形態では、この装置は、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる 3 つのラインを有する。これらのラインの断面積は、第 1 、第 2 および第 3 のラインが、それぞれ装置の約 5 0 % 、約 3 3 % または約 1 7 % 部分負荷下でライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する断面積を有するように適合されることが特に好ましい。この実施形態では、ライン全部が開いている場合、ライン内の尿

50

素の通常の滞留時間は、装置の全負荷下で確保され得る。さらに、第 1 および第 2 のライン、または第 1 および第 3 のラインの組合せによって、第 3 または第 2 のラインが同時に閉じられた場合、それぞれ装置の 83 % または 67 % 部分負荷下で尿素の最適な滞留時間を確保することができる。全体として、3 つのラインのみを有するこの装置では、装置の 100 %、83 %、77 %、50 %、33 % および 17 % 部分負荷下で最適な滞留時間を確保することができる。

【 0 0 4 4 】

これに代わる好ましい実施形態では、装置は、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができる 3 つのラインを有し、これらの 3 つのラインの断面積は、第 1、第 2 および第 3 のラインが、それぞれ装置の約 60 %、約 40 % または約 20 % 部分負荷下でライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する断面積を有するように適合される。この実施形態は、全負荷下で開く必要があるのは 2 つのラインのみであるが、それにもかかわらず、3 つのラインのみによって約 20 % の段階での適合が可能であるという、上述の実施形態を超える利点を有する。

【 0 0 4 5 】

第 1 および第 2 の態様による上述の装置は、尿素を蒸発器ユニットから造粒ユニットに搬送することができるライン 6 を蒸発器ユニットの方向に閉じることができる、好ましくは弁の形態の手段を有することによって、好都合に改良され得る。好ましくは、ラインの各々は、対応する手段を有する。装置は、装置がオフラインである際に好適な作動媒体によってライン 6 を洗い流すことができる、好ましくは弁の形態の手段を有することによって、さらに好都合に改良され得る。特に、水または蒸気が、好適な作動媒体として想定され得る。洗い流すことによって、ライン内の尿素の結晶化が回避され得るか、例えば、尿素の結晶化によって引き起こされるライン内の閉塞が除去され得る。

【 0 0 4 6 】

本発明はまた、上述の実施形態のハイブリッドであって、ライン 6 のうちの 1 つが、ライン内の尿素の最適な滞留時間が全負荷下でこのラインを通して尿素が流れる間に確保されるように寸法決めされた断面積を有し、ライン 6 のうちの複数の追加のラインの断面積が、ライン内の尿素の最適な滞留時間が部分負荷下で追加のラインのうちの 2 つ以上を通して尿素がさらに流れる間に確保されるように寸法決めされるハイブリッドを含む。したがって、対応する装置は、例えば、全負荷下でライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する 1 つのライン 6 と、40 % 部分負荷下でライン内の尿素の最適な滞留時間を確保する 2 つのライン 6 とを有してもよい。「全負荷」ラインが閉じている間にこれらの 2 つのラインが開かれる場合、80 % 部分負荷下で 2 つのライン内の尿素の最適な滞留時間が確保され得る。

【 0 0 4 7 】

本発明の第 3 の態様は、ピウレット含有量が低い粒状尿素の生成のための上記の第 1 の態様による装置の使用であって、装置が部分負荷下で運転され、尿素がライン 6 を通って蒸発器ユニット 5 から造粒ユニット 7 に搬送され、ライン 6 の直径が生成物スループットに適合され、ラインの直径が装置内の複数のラインの最大直径よりも小さい使用に関する。上記から分かるように、全負荷下では複数のラインのうち最大直径を有するラインが使用される必要があるため、装置が全負荷下で運転されていない場合、この使用が作用し始める。

【 0 0 4 8 】

本発明の第 4 の態様によれば、本発明は、ピウレット含有量が低い粒状尿素の生成のための上記の第 2 の態様による装置の使用であって、装置が部分負荷下で運転され、尿素が 1 つまたは複数のライン 6 を通って蒸発器ユニット 5 から造粒ユニット 7 に搬送され、1 つまたは複数のライン 6 の総断面積が生成物スループットに適合され、ラインの総断面積が、全負荷下の 1 または複数のライン内の尿素の最適な滞留時間に必要となる断面積よりも小さい使用に関する。したがって、この使用は、装置が全負荷下で運転されていない際にのみ作用し始める。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 9 】

最後に、本発明の第 5 の態様は、粒状尿素の生成のための方法であって、上述の第 1 および第 2 の態様による装置の運転を含み、生成物が、合成ユニット 3 から水溶液または熔融物として液体形態で取り出され、生成物流が、蒸発器ユニット 5 の下流で 1 つまたは複数のライン 6 を通って造粒ユニット 7 に搬送され、ラインの直径または総断面積が生成物スループットに適合される方法に関する。記載された方法の範囲では、生成物スループットは、全負荷下のシステムの生成物スループット未満であることが好ましい。

【 0 0 5 0 】

以下の表は、例として、複数のラインの本発明による使用による、60%部分負荷下での尿素システムの運転中のピウレットの回避を説明し、ここで、約60%のスループット用に設計されたラインが使用される。この場合は、135で155メートルトン/時の尿素溶解物の質量流量に基づいた。

【表 1】

表

	全負荷下での蒸発器と造粒機との間のピウレット形成	60%部分負荷下での蒸発器と造粒機との間のピウレット形成
蒸発器ユニットと造粒ユニットとの間の全負荷用に設計されたラインの使用	107kg/h	170kg/h

【 0 0 5 1 】

蒸発器ユニットと造粒ユニットとの間に、全負荷用に設計されたラインの代わりに60%部分負荷用に設計されたラインを使用すると、比較的小さいライン直径のため、ライン内の尿素の滞留時間が短くなる。したがって、ピウレット形成の割合は、全負荷に対して指定された107kg/hのピウレット含有量に対応した。

【符号の説明】

【 0 0 5 2 】

- 1アンモニア用の供給ライン
- 2二酸化炭素用の供給ライン
- 3合成ユニット
- 4蒸発器ユニットへの原料尿素の供給ライン
- 5蒸発器ユニット
- 6造粒ユニットへの尿素溶液 / 熔融物のライン
- 7造粒ユニット
- 8造粒ユニットからの尿素の取出し

10

20

30

40

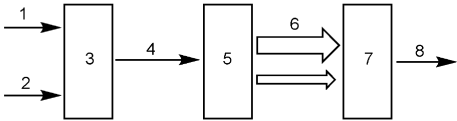
50

【図面】

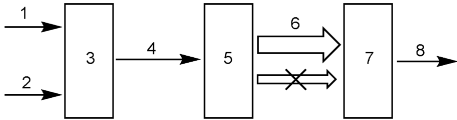
【図 1】

Figur 1

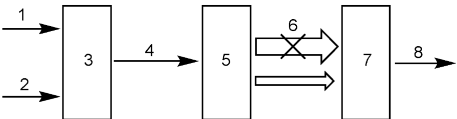
A



B



C



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(74)代理人 100137213
弁理士 安藤 健司

(74)代理人 100196483
弁理士 川寄 洋祐

(74)代理人 100160255
弁理士 市川 祐輔

(74)代理人 100219265
弁理士 鈴木 崇大

(74)代理人 100216839
弁理士 大石 敏幸

(74)代理人 100228980
弁理士 副島 由加里

(74)代理人 100151448
弁理士 青木 孝博

(74)代理人 100146318
弁理士 岩瀬 吉和

(74)代理人 100127812
弁理士 城山 康文

(73)特許権者 501186597
ティッセンクルップ アクチェンゲゼルシャフト
ドイツ連邦共和国, 4 5 1 4 3 エッセン, ティッセンクルップ アレー 1
ThyssenKrupp Allee 1 4 5 1 4 3 Essen Germany

(74)代理人 100114188
弁理士 小野 誠

(74)代理人 100119253
弁理士 金山 賢教

(74)代理人 100124855
弁理士 坪倉 道明

(74)代理人 100129713
弁理士 重森 一輝

(74)代理人 100137213
弁理士 安藤 健司

(74)代理人 100183519
弁理士 櫻田 芳恵

(74)代理人 100196483
弁理士 川寄 洋祐

(74)代理人 100160749
弁理士 飯野 陽一

(74)代理人 100160255
弁理士 市川 祐輔

(74)代理人 100146318
弁理士 岩瀬 吉和

(74)代理人 100127812
弁理士 城山 康文

(72)発明者 シュミッツ, マルティナ
ドイツ国、4 5 2 3 9 ・エッセン・シュタインベック・4 3

審査官 柴田 啓二

(56)参考文献 特表 2 0 0 7 - 5 3 4 5 8 5 (J P , A)

米国特許出願公開第 2 0 0 7 / 0 0 5 9 4 4 6 (U S , A 1)
米国特許出願公開第 2 0 1 4 / 0 2 0 6 9 0 2 (U S , A 1)
(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C 0 5 C 9 / 0 0
B 0 1 J 2 / 0 0