

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7201708号

(P7201708)

(45)発行日 令和5年1月10日(2023.1.10)

(24)登録日 令和4年12月26日(2022.12.26)

(51)国際特許分類

F I

C 0 5 C 9/00 (2006.01)

C 0 5 C 9/00

A

B 0 1 J 2/00 (2006.01)

B 0 1 J 2/00

C

B 0 1 J 2/16 (2006.01)

B 0 1 J 2/16

請求項の数 15 (全15頁)

(21)出願番号 特願2020-562194(P2020-562194)

(86)(22)出願日 令和1年5月7日(2019.5.7)

(65)公表番号 特表2021-522154(P2021-522154
A)

(43)公表日 令和3年8月30日(2021.8.30)

(86)国際出願番号 PCT/EP2019/061739

(87)国際公開番号 WO2019/215193

(87)国際公開日 令和1年11月14日(2019.11.14)

審査請求日 令和2年12月16日(2020.12.16)

(31)優先権主張番号 18171205.0

(32)優先日 平成30年5月8日(2018.5.8)

(33)優先権主張国・地域又は機関
欧州特許庁(EP)

(73)特許権者 518211277

ティッセンクルップ フェルティリツァー

テクノロジー ゲゼルシャフト ミット

ベシュレンクテル ハフツング

ドイツ連邦共和国, 4 4 1 4 1 ドルト

ムント, フォスクーレ・3 8

(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 Germa

ny

(74)代理人 100114188

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 流動層造粒プラントのための内部冷却システム

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

調整可能な冷却設備を備えた流動層造粒機システムであって、

a.) 流動層造粒機 (1)、

b.) 前記流動層造粒機 (1) に外部接続されているか、前記流動層造粒機 (1) の内部部品を形成している第 1 の冷却器 (2)、

c.) 前記第 1 の冷却器 (2) および前記流動層造粒機 (1) に接続された製品スクリーン (3)、を少なくとも備え、

前記製品スクリーン (3) が、寸法通り最終製品粒子 (3 a) 用の出口と、過大寸法粒子 (3 b) 用の出口と、過小寸法粒子 (3 c) 用の出口とを少なくとも備え、前記過小寸法粒子 (3 c) 用の前記出口が、前記流動層造粒機 (1) に接続され、前記過大寸法粒子 (3 b) 用の前記出口が、1 つ以上の破砕機 (4) を介して前記流動層造粒機 (1) に接続され、

再循環冷却器 (6) が、前記流動層造粒機 (1) と過小寸法粒子 (3 c) 用の前記出口との間に配置および接続され、および / または

前記再循環冷却器 (6) が、前記流動層造粒機 (1) と前記過大寸法粒子 (3 b) 用の前記出口との間に配置され、

前記再循環冷却器 (6) が、2 つ以上の再循環入口 (1 6) を介して前記流動層造粒機に接続される、流動層造粒機システム。

【請求項 2】

前記流動層造粒機（１）が、前記流動層造粒機（１）の内部の造粒機空間（１ａ）と、前記造粒機空間（１ａ）の内部に配置された有孔板（７）と、前記有孔板（７）の中、上、上方または横に配置されたスプレーノズル（８）と、流動化空気入口（９）と、前記スプレーノズル（８）に接続された噴霧空気用の供給ライン（１０）と、前記スプレーノズル（８）に接続された液体溶融物用の供給ライン（１１）と、造粒シード入口（１２）と、造粒機出口開口部（１３）と、通気開口部（１４）とを少なくとも備える、請求項１に記載の流動層造粒機システム。

【請求項３】

前記第１の冷却器（２）が、前記第１の冷却器（２）の内部の冷却器空間と、前記冷却器空間の内部に配置された有孔板と、製品入口と、流動化空気入口と、冷却器出口開口部と、通気開口部とを備える、請求項１または２に記載の流動層造粒機システム。

10

【請求項４】

前記再循環冷却器（６）が、冷却媒体として気体または液体を使用する、請求項１から３のいずれか一項に記載の流動層造粒機。

【請求項５】

前記再循環冷却器（６）が、バルク流冷却器を備える、請求項１から４のいずれか一項に記載の流動層造粒機システム。

【請求項６】

有孔板（７）が、（流れ方向に）成長ゾーン（７ａ）および冷却ゾーン（７ｂ）、好ましくは（流れ方向に）少なくとも第１の成長ゾーン（７ａ１）、第１の冷却ゾーン（７ｂ１）、第２の成長ゾーン（７ａ２）および第２の冷却ゾーン（７ｂ２）、さらに好ましくは追加的に第３、第４または第５の成長ゾーン（７ａ３、４、５）および第３、第４または第５の冷却ゾーン（７ｂ３、４、５）を少なくとも備える、請求項１から５のいずれか一項に記載の流動層造粒機システム。

20

【請求項７】

前記再循環冷却器（６）が、前記再循環入口（１６）を介して前記成長ゾーン（７ａ）および／または前記冷却ゾーン（７ｂ）に接続され、好ましくは、前記再循環冷却器（６）が、前記再循環入口（１６）を介して、さらに好ましくは調整可能な再循環入口（１６）を介して、前記第１の成長ゾーン（７ａ１）および／または前記第２の成長ゾーン（７ａ２）に接続される、請求項６に記載の流動層造粒機システム。

30

【請求項８】

前記成長ゾーン（７ａ）および前記冷却ゾーン（７ｂ）が、仕切壁（１５）によって分割される、請求項６または７に記載の流動層造粒機システム。

【請求項９】

全部の成長ゾーン（７ａ_i）が、前記再循環入口（１６）を介して、好ましくは調整可能な再循環入口（１６）を介して、前記再循環冷却器（６）に接続される、請求項６から８に記載の流動層造粒機システム。

【請求項１０】

・流動層造粒機（１）にシード顆粒を導入する工程、
・前記シード顆粒を造粒し、製品顆粒を受け取る工程、
・第１の冷却器（２）に前記製品顆粒を搬送し、予冷された製品顆粒を受け取る工程、
・製品スクリーン（３）に前記予冷された製品顆粒を搬送し、寸法通り最終製品粒子（３ａ）、過大寸法粒子（３ｂ）および過小寸法粒子（３ｃ）を受け取る工程、
・前記流動層造粒機（１）に前記過小寸法粒子（３ｃ）を搬送し、プロセスから前記寸法通り最終製品粒子（３ａ）を除去し、破砕機（４）に前記過大寸法粒子（３ｂ）を搬送し、破砕粒子（３ｄ）を受け取る工程、
・前記流動層造粒機（１）に前記破砕粒子を搬送する工程、

40

を少なくとも含む、尿素含有粒子の温度制御造粒のためのプロセスであって、

前記過大寸法粒子および／または前記過小寸法粒子（３ｂ／３ｃ）が、前記流動層造粒機（１）に入る前に再循環冷却器（６）に移送され、および

50

前記過小寸法粒子（３ｃ）および／または前記破碎粒子（３ｄ）が、２つ以上の再循環入口（１６）を介して前記再循環冷却器（６）に接続された前記流動層造粒機（１）に入る、
プロセス。

【請求項１１】

前記造粒工程の温度が、１０２ ～ １１２ の範囲に維持される、請求項１０に記載のプロセス。

【請求項１２】

有孔板（７）が、（流れ方向に）成長ゾーン（７ａ）および冷却ゾーン（７ｂ）、好ましくは（流れ方向に）少なくとも第１の成長ゾーン（７ａ１）、第１の冷却ゾーン（７ｂ１）、第２の成長ゾーン（７ａ２）および第２の冷却ゾーン（７ｂ２）、さらに好ましくは追加的に第３、第４または第５の成長ゾーン（７ａ３、４、５）および第３、第４または第５の冷却ゾーン（７ｂ３、４、５）を少なくとも含む、請求項１０または１１に記載のプロセス。

【請求項１３】

前記過小寸法粒子（３ｃ）および／または前記破碎粒子（３ｄ）が、前記第１の成長ゾーン（７ａ）および／または前記第１の冷却ゾーン（７ｂ）に搬送され、さらに好ましくは、前記過小寸法粒子および／または前記破碎粒子が、前記第１の成長ゾーン（７ａ１）および／または前記第２の成長ゾーン（７ａ２）および／または第３の成長ゾーン（７ａ３）および／または第４の成長ゾーン（７ａ４）に搬送される、請求項１２に記載のプロセス。

【請求項１４】

請求項１から９のいずれか一項に記載の流動層造粒機システムを備える尿素造粒プラント。

【請求項１５】

アンモニア化合物、ニトレート、ホスフェート、尿素、元素硫黄、硫酸アンモニウム、ＵＡＳ（尿素 - 硫酸アンモニウム）および／またはそれらの混合物を含有する肥料顆粒を製造するための、請求項１から９のいずれか一項に記載の流動層造粒機システムの使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、調整可能な冷却設備を備えた流動層造粒機システム、尿素含有粒子の温度制御造粒のためのプロセス、尿素造粒プラント、およびアンモニア化合物を含有する肥料顆粒を製造するための流動層造粒機システムの使用に関する。

【背景技術】

【０００２】

世界の人口が継続的に増加しているため、信頼性が高く、製造が容易で安価な肥料を提供することが常に求められている。これらの従来の肥料は、窒素、ホスフェート、硫黄、カルシウム、セレン、カリウムまたは微量栄養素を含有し得る。

【０００３】

一般的に広く使用されている肥料は、その主成分として尿素を含有する。水溶性尿素は土壤中で急速に分解し、アンモニア化合物およびニトレート化合物を生じる。用途に基づいて、肥料は尿素のみ、または尿素と前述の成分、例えば、ホスフェート、硫黄、カリウムもしくは微量栄養素のうちの１つ以上との組合せを含有し得る。

【０００４】

尿素は、（簡略化された）２段階反応を介してアンモニアと二酸化炭素を反応させることにより、大規模な工業的規模で生成することができる。

【０００５】



輸送可能かつ貯蔵可能な尿素肥料を提供するためには、合成後プロセス工程が必要である。一般的な技術プロセスには、プリル化、ドラム造粒または流動層造粒などの多様な造粒技術が含まれる。特にプリル化プロセスは、比較的柔らかい粒子、および時には変形した不均一粒子のようないくつかの重大な欠点を抱えている。

【 0 0 0 6 】

これらの問題は、流動層造粒プロセスを使用することによって回避することができ、その結果、さらに硬く、さらに安定した均一な顆粒が得られる。得られる粒状尿素は、バルクブレンディング操作に特に適している。さらに、尿素ベースの肥料の混合および輸送中の分離または機械的損傷が低減される。

【 0 0 0 7 】

尿素の流動層造粒プロセスの例は、国際公開第 2 0 1 0 / 0 6 0 5 3 5 号、例えば、段落 [0 0 2 5] ~ [0 0 3 5]、図 1、または米国特許第 4 , 7 0 1 , 3 5 3 号、ドイツ特許第 3 1 1 6 7 7 8 号および米国特許第 4 , 2 1 9 , 5 8 9 号に見出すことができる。

【 0 0 0 8 】

造粒中、尿素肥料は硫酸アンモニウムまたは元素硫黄と組み合わせることができるため、1つの肥料で両方の植物栄養素を提供することができる。

【 0 0 0 9 】

流動層造粒プロセスは、成長液の非常に小さな液滴を吸収することによって成長する造粒シード (granulation seed) を提供することに基づく。これらの小さな液滴は、「噴霧化された」液体尿素溶融物を介して提供され得る。本発明内で使用される用語「噴霧化された」は、液体尿素溶融物（または他の好適な肥料溶融物）と空気などの加圧媒体との混合プロセスを指す。この混合プロセスにより、液体 / 気体のエマルジョン、または小さな液滴のエアロゾルが生成される。したがって、用語「噴霧化された」は、原子 / 共有結合の分子分離プロセスと混同しないようにすべきである。生成された液滴は、約 1 μm ~ 約 2 0 0 μm の中程度の寸法分布を有し得る。これらの小さな溶融液滴は、造粒シードの表面に蓄積し、固化し、それによって造粒粒子の大きさが増大する。これらの新鮮な「インサイチュ」製造された顆粒は、一般的に約 1 0 0 の温度を示し得、比較的柔らかい。粒子は、造粒機の流動層および / または別個の冷却装置でさらに冷却される。

【 0 0 1 0 】

最終製品の寸法、寸法分布、形状および機械的特性は、造粒プロセス中の温度に大きく依存する。したがって、例えば、硬度、固化またはダスト形成傾向に関して、一定の製品特性を有する再現性のある製品顆粒を得るためには、制御された温度環境が不可欠である。

【 0 0 1 1 】

流動層造粒プロセスを利用するプラントは、冷却に周囲空気を使用することに大きく依存する。したがって、流動層造粒プロセスの容量は、周囲空気の温度、または周囲空気によって除去され得る熱の量に依存して制限され得る。これにより、プラント内が高温になり、製造することができる製品の量が減少し得るか、製品品質が低下し、運転条件が悪化する可能性がある。さらに、特定の運転条件（例えば、非常に高い製品負荷）の間、造粒温度が高くなりすぎる可能性がある。これは主に、大容量もしくは高い周囲温度、またはその両方で運転している際に発生する。さらに、顆粒温度を約 9 5 から 6 0 ~ 7 0 に低下させるために、多くのプラントにはすでに流動層冷却器が取り付けられている。これには大量の周囲空気が必要であり、上記の運転条件の間でも困難な場合がある。

【 0 0 1 2 】

流動層造粒プロセスで使用される流動化空気は、粒子を流動化すること、および粒子を加熱または冷却するために使用されること、という2つの目的を有する。したがって、流動化空気流を変化させることによる流動層温度調整は、流動層の流動プロファイルの変化と常に組み合わせられるため、局所的な「ホットスポットまたはコールドスポット」の回避を実現することは困難である。不均一な温度プロファイルは、最終製品顆粒の多分散性を増加させる可能性があるほか、造粒機の運転時間にも負の影響を及ぼす。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 3 】

流動層造粒プロセスでの信頼性が高く再現性のある温度制御に関して、特に温暖な気候帯では、追加の改善が常に求められている。

【 0 0 1 4 】

周囲空気の冷却は外部冷却媒体を使用することによって可能であるが、多大な経済的および財政的コストがかかる。外部冷却媒体の使用は、周囲空気の湿度によっても制限される。さらに、肥料の吸湿性のため、露点よりも下に空気を冷却すると、空気が流動層に入る前に除去しなければならない水滴が形成される。

【 0 0 1 5 】

国際公開第 2 0 1 3 / 1 6 5 2 4 5 号は、尿素を生成するためのプラントを開示している。プラントは、合成および回収、蒸発および凝縮、尿素仕上げ、ならびにダストスクラビングのための従来のセクションを備える。本発明によれば、ダストスクラビングセクションからダストスクラビングセクションへの追加の蒸発および凝縮ループが導入される。

10

【 0 0 1 6 】

米国特許第 7 , 5 8 2 , 2 3 7 号は、流動層法または流動噴流層法を使用して粒状尿素を調製するための造粒プロセスを開示している。流動層の運転温度は 1 1 0 ~ 1 2 0 の範囲に制御される。

【 0 0 1 7 】

ドイツ特許第 1 , 4 6 2 , 6 3 3 号は、分類の前または後に冷却手順を使用して尿素を造粒するプロセスを開示している。

20

【 0 0 1 8 】

米国特許第 3 , 3 9 8 , 1 9 1 号は、硝酸アンモニウムおよび尿素を造粒するプロセスを開示している。

【 0 0 1 9 】

米国特許第 4 , 3 5 3 , 7 3 0 号は、複数の噴流層造粒ゾーンを提供することにより尿素を造粒するプロセスを開示している。同伴された微細な固体粒子は分離され、冷却され、ブライミング顆粒として噴流層造粒ゾーンに再循環させられる。

【 0 0 2 0 】

米国特許第 5 , 7 7 9 , 9 4 5 号は、固体粒子上に液体材料を適用することにより、液体材料から顆粒を製造するプロセスを開示している。

30

【 0 0 2 1 】

米国特許第 2 0 1 1 / 0 1 5 9 1 8 0 号は、寸法通り粒子、過大寸法粒子および過小寸法粒子のための分類器を含む、尿素顆粒を処理するための方法を開示している。

【 0 0 2 2 】

米国特許第 8 , 6 2 2 , 3 2 5 号は、ダストの生成が少ない液体組成物からの顆粒の製造プロセスを開示している。

【 0 0 2 3 】

米国特許第 3 , 1 1 7 , 0 2 0 号は、回転板上で尿素および硝酸アンモニウムを造粒するプロセスを開示している。最適な冷却挙動を利用するためには、再循環させる製品の量を多くする必要がある。造粒された粒子は、処理工程をさらに用いることなく、ふるいに直接移行される。

40

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 2 4 】

【 文献 】 国際公開第 2 0 1 0 / 0 6 0 5 3 5 号

米国特許第 4 , 7 0 1 , 3 5 3 号

ドイツ特許第 3 1 1 6 7 7 8 号

米国特許第 4 , 2 1 9 , 5 8 9 号

国際公開第 2 0 1 3 / 1 6 5 2 4 5 号

米国特許第 7 , 5 8 2 , 2 3 7 号

50

ドイツ特許第 1, 4 6 2, 6 3 3 号
米国特許第 3, 3 9 8, 1 9 1 号
米国特許第 4, 3 5 3, 7 3 0 号
米国特許第 5, 7 7 9, 9 4 5 号
米国特許第 2 0 1 1 / 0 1 5 9 1 8 0 号
米国特許第 8, 6 2 2, 3 2 5 号
米国特許第 3, 1 1 7, 0 2 0 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0025】

したがって、本発明の目的は、温暖な気候帯（例えば、年間平均気温が 30 を超える）に適した調整可能な冷却媒体と、高い生産能力とを備えた流動層造粒機システムを提供することである。

【0026】

本発明の目的は、請求項 1 に記載の流動層造粒機システムによって解決される。本発明の好ましい実施形態は、対応する従属請求項の対象である。

【0027】

本発明の目的は、請求項 10 に記載の、尿素含有粒子の温度制御造粒のためのプロセスによっても解決される。プロセスの好ましい実施形態は、対応する従属請求項の対象である。

【0028】

本発明の別の目的は、尿素含有肥料顆粒を製造するためのプラントを提供することである。

【0029】

さらなる態様では、本発明の別の目的は、肥料顆粒を製造するための尿素プラントの使用を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0030】

本発明による調整可能な冷却設備を備えた流動層造粒機システムは、流動層造粒機と、流動層造粒機に接続された第 1 の冷却器とを備える。第 1 の冷却器は、内部冷却セクションとして流動層造粒機の一部を形成することができてよい。第 1 の冷却器は、新しく製造された温かい粒子が製品スクリーンまたはふるいに付着するのを避けるために必要である。流動層造粒機の主な設備は、当技術分野で周知である。尿素の流動層造粒プロセスの例は、国際公開第 2 0 1 0 / 0 6 0 5 3 5 号、例えば、段落 [0 0 2 5] ~ [0 0 3 5]、図 1、または米国特許第 4, 7 0 1, 3 5 3 号、ドイツ特許第 3 1 1 6 7 7 8 号および米国特許第 4, 2 1 9, 5 8 9 号に見出すことができる。本発明の意味の範囲内では、用語「接続される」は、一般に、例えば、パイプ、ダクト、ポンプ、ホースを介して、プロセス液、固体または気体および / またはそれらの混合物を輸送または移送することができる / 輸送または移送するのに適した接続手段を指し、さらにタンク、リザーバおよび / またはポンプを含む。この定義には、低圧のガス状媒体、固体媒体および液状媒体（1 b a r 未満）、および高圧（1 b a r 超）のガス状媒体、固体媒体および液状媒体、ならびにそれらの混合物に適した接続手段が含まれる。製品スクリーンは第 1 の冷却器に接続される。製品スクリーン（またはふるい）は、製品冷却器からの粒状粒子を、所望の製品寸法「寸法通り」（例えば、2 m m ~ 4 m m）内の製品粒子と、過大寸法（所望の製品寸法を超える）粒子と、過小寸法（所望の製品寸法を下回る）粒子とに分離する。この粒径の分離および選択は、例えば、メッシュサイズが減少する異なるスクリーンを使用することによって達成され得る。好ましくは、最小スクリーン設備は、所望の粒径を超えるメッシュサイズを有する第 1 のスクリーンと、所望の粒径を下回る第 2 のスクリーンとを含み、したがって、製品スクリーンを 3 つの部分に分割する。本発明の意味の範囲内では、用語「所望の粒径を超える」は、好ましくは、所望の粒径の上限をわずかに超え（例えば 4 m m

10

20

30

40

50

超え)、過大寸法粒子の下限を下回るメッシュサイズを指す。したがって、実際のメッシュサイズは、例えば、前述の粒径に応じて、5%~25%の範囲で異なり得る。本発明の意味の範囲内では、用語「所望の粒径を下回る」は、好ましくは、所望の粒径の下限をわずかに下回り(例えば、2mm下回る)、過小寸法粒子の上限を上回るメッシュサイズを指す。したがって、実際のメッシュサイズは、例えば、前述の粒径に応じて、5%~25%の範囲で異なり得る。スクリーンの数は、プラントの容量によって異なり得る。製品スクリーンは、例えば、第1のスクリーンと第2のスクリーンとの間の最終製品粒子用の出口と、例えば、第1のスクリーンを超える過大寸法粒子用の出口と、例えば、第2のスクリーンを下回る過小寸法粒子用の出口とをさらに備える。過小寸法粒子用の出口は、流動層造粒機に接続され、過大寸法粒子用の出口は、破砕機、または粒径を減少させるための同様の装置を介して流動層造粒機に接続される。寸法通り最終製品粒子用の出口は、冷却器、ベルトコンベア、スケールおよび梱包装置などの(好適な)追加の処理ユニットに接続される。

10

【0031】

本発明によれば、製品スクリーンの過小寸法粒子用の出口と流動層造粒機との間に再循環入口を介して再循環冷却器が配置および接続され、それにより、新しいシード粒子として流動層造粒機に入る前に過小寸法粒子を効果的に冷却する。追加の再循環冷却器は、それぞれの粒状粒子の温度を低下させ、好ましくは、45~80の温度で流動層造粒機に入る過小寸法粒子をもたらす。過小寸法粒子により、流動層造粒機が効果的に冷却される。代替的または追加的に、再循環冷却器は、再循環入口を介して、過大寸法粒子の(1または複数の)出口と流動層造粒機との間に配置および接続される。これにより、破砕機の前または後に再循環冷却器が(流れ方向に)配置され得る。過小寸法粒子および/または破砕された過大寸法粒子は、1つ以上、好ましくは2つ、3つ、4つまたは5つの異なる再循環入口上の流動層造粒機に入るか、流動層造粒機内の異なる再循環入口に分配される。追加の1または複数の再循環冷却器は、任意の数のスクリーンからの材料が冷却されるように設置することができる。

20

【0032】

尿素流動層造粒プラントのための技術は、過大寸法および過小寸法の材料が流動層造粒機に戻され、そこで造粒プロセスのためのシード材料として利用される再循環流を示す(米国特許第8,622,325号を参照)。再循環材料は、流動層造粒機材料よりも低い温度を有する。この材料の流れは、好ましくは、プラント生産率の50%までとすることができ、造粒機への供給点は注意して選択しなければならない。造粒機の1つのセクションへの再循環材料の量が多すぎると、熱バランスに大きな影響を与え、造粒機のその領域内の流動層温度を低下させる。これも性能および製品品質に影響を与える。したがって、この再循環流を分割し、造粒機の様々なセクション(再循環入口)に再循環流を供給することが有益である。これにより、造粒機の温度プロファイルおよび造粒プロセスの乱れが減少する。再循環流に追加の再循環冷却を提供することにより、再循環材料の冷却効果を高めることができる。再循環流は、製品スクリーンから生じる。前述のように、再循環流は、製品仕様よりも大きい材料(「過大寸法」)および製品仕様よりも小さい材料(「過小寸法」)からなる。通常、過大寸法材料の量は、過小寸法材料の量よりも少ない。したがって、好ましい方法は、過小寸法粒子(小さめの材料)を冷却することであるが、過大寸法材料も冷却することができる。

30

40

【0033】

再循環分配システムと、再循環材料の追加の冷却とを使用することにより、流動層造粒機内部の温度プロファイルを最適化することが可能である。この冷却は周囲空気温度とは無関係であるため、高い周囲空気温度の期間中に必要な温度プロファイルを維持するために、または流動層プラントの運転能力を増加させるために利用することができる。好ましくは、流動層造粒機システムは、 $[m(3d) + m(3c)] / m(3a)$ として表される、破砕粒子(3d)の質量(m) + 過小寸法粒子(3c)の質量の合計 ÷ 寸法通り最終製品粒子(3a)の質量として定義される再循環比が1未満であることを可能にする。し

50

たがって、再循環ループに保持される粒子の量は、造粒機の総生産量よりも低い。ただし、再循環ループ内の粒子の温度制御は、造粒システムから出る粒子の温度制御よりもはるかに容易である（例えば、回転ドラムを利用した造粒システムによる）。

【 0 0 3 4 】

再循環冷却器は、1つ以上の再循環入口、さらに好ましくは2つ以上の再循環入口を介して流動層造粒機に接続される。造粒機内の最適な温度プロファイルを達成するために、再循環材料（例えば、過小寸法粒子および/または過大寸法破碎粒子）は、それが様々な位置で造粒機内に入るように分配され得る。小型プラントの場合、再循環入口は造粒機の第1のセクションに配置され、大型プラントでは、造粒機の長手方向軸に沿って配置された追加の再循環入口に再循環材料を分配する必要がある。入口は、造粒機内部の温度プロファイルが最適な範囲に留まるように配置される。

10

【 0 0 3 5 】

好ましくは、流動層造粒機は、流動層造粒機の内部に造粒機空間を備える。流動層造粒機は、造粒機空間の内部に配置された有孔板と、有孔板の中、上または横に配置されたスプレーノズルとをさらに備える。好ましくは、スプレーノズルは、有孔板に取り付けられる。好ましくは有孔板の下に配置される流動化空気入口は、肥料顆粒の流動層に必要な流動化空気を提供する。用語「流動化空気」は、空気またはCO₂、窒素、アルゴンもしくはそれらの混合物のような不活性ガスを含む。スプレーノズルは、噴霧空気用の供給ライン、および液体溶融物、好ましくは尿素を含有する液体溶融物用の供給ラインに接続される。本発明の意味の範囲内では、用語「溶融物」は、塩溶融物および濃縮塩溶液ならびにそれらの混合物、好ましくは50重量%を超える塩を含有する溶液を含む。これらの空気用および溶融物用の供給ラインを1つのラインに組み合わせることができてよい。さらに、流動層造粒機は、造粒シード入口を備える。用語「造粒シード入口」は、粒状シード（granular seed）を導入するための内部および/または外部の装置、ラインおよび開口部を含む。用語「内部」は、造粒機内での粒状シードの製造を指す。用語「外部」は、造粒機の外部から、例えば、流動層造粒機の外部のふるいまたは破碎機を介して、粒状シードを提供または製造することを指す。さらに、流動層造粒機は、造粒機出口開口部および通気開口部を備える。造粒機空間は、統合された開口部を有してもよい分離壁を備えてもよい。これらの分離壁は、造粒機出口開口部に向かう流動層の速度をさらに変更および修正し得る。造粒プロセス中に生成または放出されるダスト、例えば、尿素ダスト、およびアンモニアのような化学気相は、別個のスクラバユニット内で除去される。好ましくは、スクラバユニットは、少なくともダスト除去スクラバおよびアンモニア除去スクラバを備える。好適なスクラバの例は、国際公開第2005/032696号（図1）または国際公開第2010/60535号に見出すことができる。

20

30

【 0 0 3 6 】

好ましくは、流動層造粒システムは、第1の（好ましくは流動層）冷却器の内部に冷却器空間を有する少なくとも第1の冷却器と、冷却器空間の内部に配置された有孔板とを備える。好ましくは有孔板の下に配置される流動化空気入口は、肥料顆粒の流動層に必要な流動化空気を提供する。肥料顆粒は、製品入口を介して第1の冷却器内に搬送される。冷却された肥料顆粒は、冷却器出口開口部を介して第1の（流動層）冷却器から出る。さらに、第1の（流動層）冷却器は、通気開口部を備える。冷却プロセス中に生成または放出されるダスト、例えば、尿素ダスト、およびアンモニアのような化学気相は、通気開口部を介して別個のスクラバユニット内で除去される。好ましくは、スクラバユニットは、少なくともダスト除去スクラバを備える。

40

【 0 0 3 7 】

好ましい実施形態では、再循環冷却器は、冷却媒体として空気または水を使用する。

【 0 0 3 8 】

好ましくは、再循環冷却器は、いわゆるバルク流冷却器（bulk flow cooler）を備える。バルク流冷却器は、製品が流れる垂直通路からなる。通路は、冷却水によって冷却される金属板またはチューブによって形成される。このような装置は当業界で

50

周知であり、実証されている。

【 0 0 3 9 】

好ましくは、有孔板は、（粒状流方向に）少なくとも成長ゾーンおよび冷却ゾーン、さらに好ましくは（流れ方向に）少なくとも第1の成長ゾーン、第1の冷却ゾーン、第2の成長ゾーンおよび第2の冷却ゾーンを備える。用語「成長ゾーン」は、流動層造粒機内部の有孔板のセクションを指す。成長ゾーンは、例えば、尿素液滴を吸収することによって、粒径および重量が増加するセクションを示す。用語「冷却ゾーン」は、流動層造粒機内部の有孔板の別のセクションを指す。冷却ゾーンは、粒径および重量が比較的一定に維持され、粒子の温度が低下するセクションを示す。冷却ゾーンと成長ゾーンとの組合せは、流動層の温度制御を支援し、粒子の過熱を防ぐのに役立つ。好ましくは、冷却ゾーンはスプレーノズルを備えない。また、異なる冷却ゾーンと成長ゾーンとを互いに隣接して配置してもよい。

10

【 0 0 4 0 】

さらに好ましい実施形態では、（1または複数の）再循環冷却器は、（過大寸法粒子に関して：破砕機を介して）流動層造粒機の成長ゾーンおよび/または冷却ゾーンに接続される。冷却された過小寸法粒子または破砕粒子は、それぞれの成長ゾーンまたは冷却ゾーンの長手方向軸に沿って多数の入口を介して分配される。上記のこの接続設備により、周囲空気温度、または生産能力のレベルに関係なく、流動層を選択的に冷却することが可能になる。さらに好ましくは、再循環冷却器は、（それぞれの入口を介して）第1の成長ゾーンおよび/または第2の成長ゾーンに接続される。それぞれの造粒ゾーンに対する接続は、好適な入口および接続手段、例えば、ポンプ、チューブなどを介して実現することができる。好ましくは、成長ゾーンはいずれも、前述の入口を介して、さらに好ましくは、調整可能な再循環入口（16*i*）を介して再循環冷却器に接続される。全体的な製品品質に応じて、冷却された粒子を第1、第2、第3および/またはそれぞれの成長ゾーンに選択的に加えることができる。したがって、調整可能な入口を使用して、それぞれの成長ゾーン内で製品品質を制御することができる。

20

【 0 0 4 1 】

好ましくは、成長ゾーンおよび冷却ゾーンは、温度および流れ制御のための追加の手段を加える仕切壁により分離される。

【 0 0 4 2 】

好ましい実施形態では、成長ゾーンはいずれも、再循環入口を介して、好ましくは調整可能な再循環入口を介して、再循環冷却器に接続される。この設備により、非常に高度な温度制御が可能になる。

30

【 0 0 4 3 】

本発明のさらなる態様は、尿素含有粒子の温度制御造粒のためのプロセスを含む。第1の工程では、流動層造粒機にシード顆粒を導入し、続いて上記シード顆粒を造粒し、製品顆粒を受け取る。これらの上記製品顆粒は、第1の冷却器、好ましくは流動層冷却器に搬送/移送され、その結果、予冷された製品顆粒が得られる。第1の冷却器は、内部冷却セクションとして流動層造粒機の一部を形成することができてよい。予冷された製品顆粒は製品スクリーンに搬送され、最終製品粒子、過大寸法粒子および過小寸法粒子がもたらされる。製品スクリーン（またはふるい）は、製品冷却器から得られた粒状粒子を、所望の製品寸法内の「寸法通り」の製品粒子と、過大寸法（所望の製品寸法を超える）粒子と、過小寸法（所望の製品寸法を下回る）粒子とに分離する。この粒径の分離および選択は、例えば、メッシュサイズが減少する異なるスクリーンを使用することによって達成され得る。好ましくは、最小スクリーン設備は、所望の粒径を超えるメッシュサイズを有する第1のスクリーンと、所望の粒径を下回る第2のスクリーンとを含み、したがって、製品スクリーンを3つの部分に分割する。その後、過小寸法粒子は流動層造粒機に搬送され、造粒プロセスのための新しいシード粒子を形成し、流動層内の温度を均一に低下させる。したがって、過小寸法粒子は冷却媒体としても機能する。同時に、スクレーンおよび梱包などの造粒後プロセスのために、最終製品粒子が除去される。過大寸法粒子は破砕機に

40

50

搬送され、破碎粒子、したがって過小寸法粒子となり、好ましくは前述の過小寸法粒子とともに流動層造粒機に戻される。本発明のプロセスは、流動層造粒機に入る前に、（１または複数の）再循環冷却器に、過小寸法粒子および／または過大寸法破碎粒子を移送することを含む。これにより、過小寸法粒子または破碎粒子は、流動層の流動力学に大きな影響を与えることなく、流動層造粒機を効果的に冷却する。

【００４４】

好ましくは、造粒工程の温度は、１０２ ～ １１２ の範囲に維持される。この温度範囲により、造粒プロセスの生産性が高くなり、欠陥のある尿素含有顆粒の量が減少する。

【００４５】

本発明のプロセスで使用される有孔板は、別の好ましい実施形態では、（流れ方向に）少なくとも第１の成長ゾーンおよび第１の冷却ゾーンを備える。さらに好ましくは、さらに第２の成長ゾーンおよび第２の冷却ゾーン。流動層造粒機の寸法に応じて、第３、第４または第５（など）の成長ゾーンおよび冷却ゾーンがさらに存在してもよい。

【００４６】

好ましくは、過小寸法粒子および／または破碎粒子は、第１の成長ゾーンおよび／または第１の冷却ゾーンに搬送される。さらに好ましくは、過小寸法粒子および／または破碎粒子は、第１の成長ゾーンおよび／または第２の成長ゾーンおよび／または第３の成長ゾーンおよび／または第４の成長ゾーン（など）に搬送される。周囲温度または生産能力に応じて、冷却された過小寸法粒子および／または破碎粒子の選択的な導入により、流動層造粒機を選択された領域内の特定の温度低下が可能になる。

【００４７】

好ましくは、寸法通り最終製品粒子の量は、５００ ｔ / ｄ（トン / 日）～ ４０００ ｔ / ｄ（トン / 日）の範囲である。この大量の粒状粒子は、特に外部温度が著しく変化する場合、特別な冷却設備を必要とする。

【００４８】

好ましくは、 $[m(3d) + m(3c)] / m(3a)$ として表される、破碎粒子（３ｄ）の質量＋過小寸法粒子（３ｃ）の質量の合計÷寸法通り最終製品粒子（３ａ）の質量として定義される再循環比は１未満である。したがって、再循環ループに保持される粒子の量は、造粒機の総生産量よりも低い。

【００４９】

本発明はさらに、上記の本発明の流動層造粒機システムを備える尿素造粒プラントを含む。

【００５０】

本発明はさらに、アンモニア化合物、ニトレート、ホスフェート、尿素、元素硫黄、硫酸アンモニウム、ＵＡＳ（尿素 - 硫酸アンモニウム）および／またはそれらの混合物を含む肥料顆粒の製造について前述した本発明の流動層造粒機システムを含む。

【００５１】

本発明を以下の実施例でさらに説明する。実施例は保護の範囲を限定するものではない。

【００５２】

[実施例 １]

実施例 １ は、尿素生産量が ３ , ８５０ ｔ / 日であり、周囲空気温度が ３４ または ４２ に変化する、図 １ に記載の設備を有する尿素造粒プラントを含む。流動層造粒機の ４ つの異なる成長ゾーン（粒状流方向のゾーン １、２、３および ４）内の温度を表 １ に示し、試運転番号 １ および試運転番号 ２ として示す。各成長ゾーンは、別個の再循環入口（１６）によって供給され得る。

【００５３】

[実施例 ２]

尿素生産量が ３ , ８５０ ｔ / 日であり、周囲空気温度が ４２ である、図 ２ に記載の設備を有する尿素造粒プラント。流動層造粒機の ４ つの異なるゾーン（流れ方向にゾーン １、２、３および ４）内の温度を表 １ に示し、試運転番号 ３ として示す。各ゾーンは、別個

の再循環入口（１６）によって供給され得る。

【表１】

表 1

試運転番号 1		周囲空気:34℃		プラント設備:実施例 1		
ゾーン	再循環率	℃	再循環率	℃	再循環率	℃
1	100.0	77	60	104	50	110.7
2	0.0	118	40	104	30	111.5
3	0.0	104	0	104	10	98.8
4	0.0	104	0	104	10	98.8
試運転番号 2		周囲空気:42℃		プラント設備:実施例 1		
ゾーン	再循環率	℃	再循環率	℃	再循環率	℃
1	100.0	85.0	60.0	112.1	50	118.9
2	0.0	142.6	40.0	112.1	30	119.7
3	0.0	112.1	0.0	112.1	10	107.0
4	0.0	112.1	0.0	112.1	10	107.0
試運転番号 3		周囲空気:42℃		プラント設備:実施例 2		
ゾーン	再循環率	℃	再循環率	℃	再循環率	℃
1	-	-	60.0	105.8	50	116.2
2	-	-	40.0	107.4	30	106.2
3	-	-	0.0	112.1	10	106.2
4	-	-	0.0	112.1	10	100.6

【 0 0 5 4 】

表 1 は、流動層造粒機内の有孔板の部分的なセクション（粒状流方向のゾーン 1、2、3 および 4）内のプラント設備、周囲空気温度および異なる再循環負荷に応じて、異なる造粒機成長ゾーン 1～4 内の温度を示している。周囲温度 34℃での試運転番号 1 は、低い温度プロファイルを示している。異なる成長ゾーン 1～4 内の温度は、異なる成長ゾーンに異なる量の再循環させたシード材料（再循環率）を加えることによって調整することができる。試運転番号 2 では、周囲温度が 42℃に上昇すると、測定温度が大幅に上昇する。特に 120℃を超えるこの温度上昇を回避するには、造粒プラントの生産量を減少させる必要がある。そうでなければ、高温により、機械的な（硬度、固化傾向、ダスト形成）および化学的な（ピウレットのような尿素の副産物）製品品質を低下させることになる。

【 0 0 5 5 】

一方、試運転番号 3 の本発明による設備は、異なる造粒機成長ゾーン（ゾーン 1、2、3 および 4）内の温度の大幅な調整および低下を可能にする。この温度低下により、流動層造粒機の実験的な生産量の普通なら必然的な低下を回避し、高い周囲温度であっても製品の高い生産量および品質を実現することが可能になる。

【 0 0 5 6 】

本発明は、以下の図においてさらに説明される。図は例示目的のみを意図しており、保護の範囲を制限するものではない。図は正確な縮尺ではない。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 5 7 】

【図 1】最新技術による流動層造粒機システムの例示的な概略図を示す。

【図 2】本発明による流動層造粒機システムの概略図を示す。

【図 3】本発明による流動層造粒機の概略図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0058】

図1は、最新技術による流動層造粒機システムの例示的な概略図を示す。流動層造粒機システムは、流動層造粒機(1)と、流動層造粒機(1)に接続された第1の冷却器(2)とを備える。本発明の意味の範囲内では、用語「接続される」は、一般に、プロセス液、固体または気体および/またはそれらの混合物を輸送または移送することができる/輸送または移送するのに適した接続手段、例えば、パイプ、ダクト、ポンプ、ホースを指し、さらにタンク、リザーバおよび/またはポンプを含む。この定義には、低圧のガス状媒体、固体および液状媒体(1bar未満)ならびに高圧(1bar超、好ましくは10bar超)のガス状媒体、固体媒体および液状媒体に適した接続手段が含まれる。製品スクリーン(3)は第1の冷却器(2)に接続される。製品スクリーン(3)(またはふるい)は、製品冷却器からの粒状粒子を、所望の製品寸法内の寸法通り製品粒子(3a)と、過大寸法(所望の製品寸法を超える)粒子(3b)と、過小寸法(所望の製品寸法を下回る)粒子(3c)とに分離する。最小スクリーン(3)設備は、所望の粒径を超えるメッシュサイズを有する第1のスクリーンと、所望の粒径を下回る第2のスクリーンとを含み、したがって、製品スクリーンを3つの部分に分割する。製品スクリーンは、第1のスクリーンと第2のスクリーンとの間の寸法通り最終製品粒子(3a)用の出口と、例えば、第1のスクリーンを超える過大寸法粒子(3b)用の出口と、第2のスクリーンを下回る過小寸法粒子(3c)用の出口とをさらに備える。過小寸法粒子(3a)用の出口は、(再循環入口(16)を介して)流動層造粒機(1)に接続され、過大寸法粒子(3b)用の出口は、破碎機(4)、または破碎粒子(3d)をもたらす同様の装置を介して造粒機(1)に接続される。寸法通り最終製品粒子(3a)は、スケールおよび梱包装置などの好適な追加の処理ユニット(22)に移送される。

【0059】

図2は、本発明による流動層造粒機システムの概略図を示す。基本的な設備は、図1で説明した設備と同一である。本発明によれば、過小寸法粒子(3c)用の出口と流動層造粒機(1)との間に再循環冷却器(6)が配置され、それにより、新しいシード粒子として流動層造粒機(1)に入る前に過小寸法粒子(3c)を効果的に冷却する。この再循環冷却器(6)は、好ましくは45 ~ 80 の温度で流動層造粒機に過小寸法粒子(3c)を搬送することにより、それぞれの粒状粒子の温度を効果的に低下させる。これにより、過小寸法粒子(3c)は、プロセス性能を大きく変化させることなく、流動層造粒機を効果的に冷却する。過小寸法粒子は、再循環入口(16)、例えば第1の成長ゾーン(7a1)および第2の成長ゾーン(7a2)を介して1つ以上の異なるスポット上で流動層造粒機に入り、その中で分配される。

【0060】

図3は、本発明による流動層造粒機の概略図を示す。図3は、流動層造粒機(1)の内部に造粒機空間(1a)を有する流動層造粒機(1)を備える、本発明による流動層造粒機システムの概略図を示す。有孔板(7)は、造粒機空間(1a)の内部に配置される。スプレーノズル(8)は有孔板(7)上に、または有孔板(7)の上方に配置され、流動化空気入口(9)は有孔板(7)の下に配置される。噴霧空気用の複数の供給ライン(10)と、液体溶融物用の供給ライン(11)とがスプレーノズル(8)に接続される。これらの供給ライン(10、11)を1つのラインに組み合わせることができてよい。流動層造粒機(1)は、好ましくは図示されていない製品ふるいまたは破碎機と関連して、造粒シード入口(12)、造粒機出口開口部(13)および通気開口部(14)をさらに備える。流動層(21)は、有孔板(7)の下からの流動化空気を利用する対応する粒状粒子(20)によって形成される。流動化空気流は(II)と表示された矢印によって示され、流動層粒状粒子(20)の流れ方向は(I)と表示された矢印によって示されている。流動層(21)は、示された成長ゾーン(7a)と冷却ゾーン(7b)とを分離する1つ以上の仕切板(15)によって好ましくは分割される。

【符号の説明】

10

20

30

40

50

【 0 0 6 1 】

- (1) 流動層造粒機
- (1 a) 造粒機空間
- (2) 第 1 の冷却器
- (3) 製品スクリーン
- (3 a) 最終製品寸法通り粒子
- (3 b) 過大寸法粒子
- (3 c) 過小寸法粒子
- (3 d) 破碎粒子
- (4) 破碎機
- (6) 再循環冷却器
- (7) 有孔板
- (7 a) 成長ゾーン (第 1 の 7 a 1、第 2 の 7 a 2、それぞれ $i = 3、4、5、6、...$ に応じて 7 a i)
- (7 b) 冷却ゾーン (第 1 の 7 b 1、第 2 の 7 b 2、それぞれ $i = 3、4、5、6、...$ に応じて 7 b i)
- (8) スプレーノズル
- (9) 流動化空気入口
- (10) 噴霧空気用の供給ライン
- (11) 液体熔融物用の供給ライン
- (12) 造粒シード入口
- (13) 造粒機出口開口部
- (14) 通気開口部
- (15) 仕切板
- (16) 再循環入口
- (20) 粒状粒子
- (21) 流動層
- (22) 処理ユニット

10

20

【 図 面 】

【 図 1 】

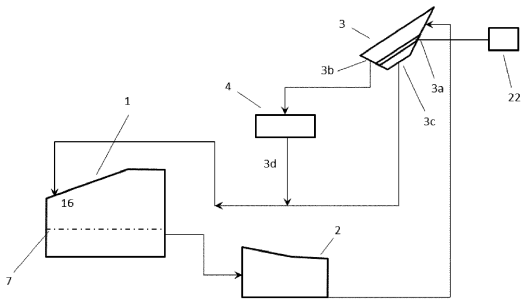


Figure 1

【 図 2 】

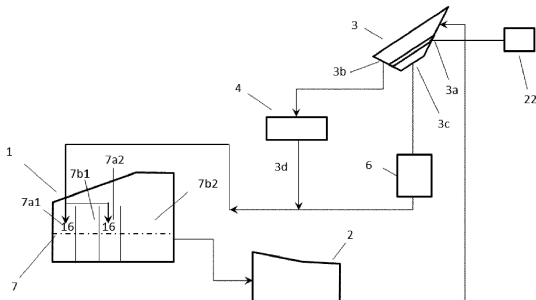


Figure 2

30

40

50

【 図 3 】

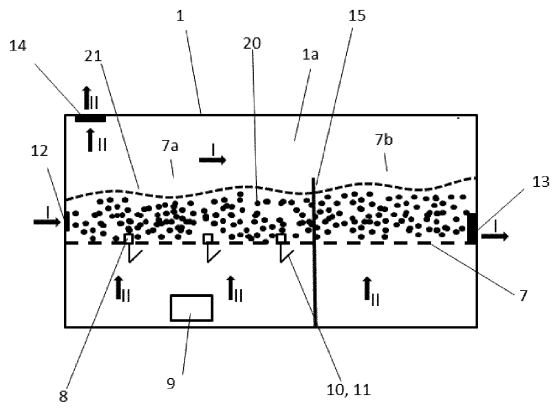


Figure 3

フロントページの続き

- 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 100143823
 弁理士 市川 英彦
 (74)代理人 100183519
 弁理士 櫻田 芳恵
 (74)代理人 100196483
 弁理士 川崎 洋祐
 (74)代理人 100203035
 弁理士 五味淵 琢也
 (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 100202267
 弁理士 森山 正浩
 (74)代理人 100182132
 弁理士 河野 隆
 (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 フランツレイヒ, ハロルド
 ドイツ国、4 4 2 8 9・ドルトムント、ボーディークシュトラセ・6 7
 (72)発明者 リークス, ロシツァ・マリアノバ
 ドイツ国、4 4 1 3 7・ドルトムント、メラークシュトラセ・4 3
 審査官 森 健一
 (56)参考文献 特開昭 5 4 - 0 1 6 4 2 7 (J P , A)
 特開平 1 1 - 1 3 7 9 8 8 (J P , A)
 特開 2 0 0 7 - 0 2 2 9 3 4 (J P , A)
 特開昭 5 3 - 0 9 2 7 1 5 (J P , A)
 米国特許第 0 3 1 1 7 0 2 0 (U S , A)
 特開昭 6 3 - 1 3 0 1 3 2 (J P , A)
 (58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)
 B 0 1 J 2 / 0 0
 C 0 5 C 9 / 0 0
 C 0 7 C 2 7 3 / 0 0
 C 0 7 C 2 7 5 / 0 0