



(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **171013**

(13) **B**

(51) Int Cl⁵ **C 05 D 5/00, 11/00, C 05 B 19/02,
C 05 G 5/00**

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	880975	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	04.03.88	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	04.03.88	(30) Prioritet	11.03.87, DE, 3707785
(41) Alm. tilgj.	12.09.88		
(44) Utegningsdato	05.10.92		

(71) Patentsøker **Kali und Salz Aktiengesellschaft, Friedrich-Ebert-Strasse 160, D-3500 Kassel, DE**
(72) Oppfinner **Karl Richard Löblich, Barsinghausen, DE
Günter Bruns, Wenningsen, DE
Helmut Zentgraf, Burghaun-Steinbach, DE
Ernst Czaplinsky, Sehnde, DE**
(74) Fullmektig **Jan Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo**

(54) **Benevnelse** **Fremgangsmåte til granulering av vannoppløselige gjødningsmidler med høyt kiseritt-innhold**

(56) **Anførte publikasjoner** Ingen

(57) **Sammendrag** Fremgangsmåte til granulering av kieserit og av kieserit-kaliumsulfatblandinger, idet en del av utgangsgodset males til støvfinhet, det samlede gods fullgranuleres under tilsetning av en vandig fosfatopp-løsning og tørkes til en definert restfuktighet.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for granulering av kiseritt og av kiseritt-kaliumsulfatblandinger ved rulling av den vannfuktige granuleringsmasse.

5 På jord som er fattig på magnesium har det vist seg egnet å benytte gjødning med kiseritt og andre vannoppløslige gjødningsmidler med høyt kiserittinnhold, fordi magnesium-ionene fra det vannoppløslige magnesiumsulfathydrat hurtig står til disposisjon for planterøttene. Den moderne gjødningsteknikk krever granulatform på gjødningsmidlene som skal
10 utbringes.

Granuleringen av kiseritt og av kiserittrike blandinger ved rulleoppbygning har vist seg meget vanskelig. Dette har sin
15 årsak i kiseritetens fysiko-kjemiske egenskaper.

Fra DE-PS 36 18 058 er det kjent, til det i optimal kornform foreliggende kiserittrike granuleringsgods å tilsette granuleringshjelpemidler fra klassen sakkarider. Dette
20 forslag kunne med godt resultat ikke bare anvendes ved rullegranulering i granuleringslaboratorier, men også i storteknisk målestokk.

Ved granulering av massegjødningsmidler spiller prisen av
25 granuleringshjelpemidlet en ganske betraktlig rolle. Dessuten må hele tiden tilgjengeligheten være sikret. Dette er ved mange avfallsprodukter som inneholder sakkarider ikke alltid gitt, da tilgangen for disse er sesongbetinget forskjellig og de har en begrenset lagringsevne.

30 Derfor foreligger den oppgave å søke etter alternative hjelpemidler i gunstig påvirkning av oppbygningen av granuler ved rulling av fuktet kiserittrik granuleringsblanding, som dessuten sikrer granulenes fasthet over lange tidsrom.

35 Et metodisk alternativ til rullegranulering er pressgranulering som imidlertid, ved kiserittrike gjødningsmidler ved

fravær av alkaliklorider, byr på meget spesielle vanskeligheter. Dette skyldes på stivheten i de krystallinske kiserittpartiklers krystallgitter.

5 For å overvinne de nevnte vanskeligheter ble det i DE-PS 31 48 404 foreslått, til kiseritten å sette en oppløsning av natriumsulfat eller av alkalisilikater, -borater eller fosfater før pressingen. Denne forholdsregel førte til en forbedring av skalldannelsen og kvaliteten av de ved brytning
10 av skallene fremstilte kiserittgranulater. Det oppnådde fremskritt var imidlertid ikke tilstrekkelig å gi fremgangsmåten en permanent inngang i teknikken.

Det ble derefter forsøkt å overføre de ved pressing samlede
15 erfaringer på rullegranuleringen, skjønt prosessen for granuloppbygningen herved er en helt annen. Ved anvendelse av natriumsulfat for fuktig granuleringsblanding kunne en tilstrekkelig granulddannelse bare oppnås ved en meget høy dosering av natriumsulfatet. Den høye anvendte mengde har
20 vist seg som uheldig fordi den i forbindelse med den høye restfuktighet som man må la bli tilbake for stabilisering av binding av granulene ved tørking, merkbart reduserer verdistoffinnholdet av granulatet. Derfor ble det i lang tid tvilt på overførbarheten av erfaringer som var oppnådd ved
25 pressgranulering til rullegranulering.

Nå er det overraskende funnet at oppbygningen av granulene ved rulling av fuktet kiseritt i motsetning til anvendelse av natriumsulfat som hjelpemiddel for rullegranulering fremmes
30 allerede ved meget små tilsetningsmengder av alkalifosfat i størrelsesorden på 2 til 6 kg pr. tonn godkorn og ved de til en restfuktighet på 1 til 4% tørkede granuler i motsetning til dem som er blitt fremstilt uten hjelpemiddel, har en meget stor lagringsstabilitet.

35 I tillegg ble det funnet at man kan erstatte alkalifosfatet som granuleringshjelpemiddel med vannoppløslig kalsium-

dihydrogenfosfat. På grunn av dets lille oppløsningshastighet krever man herav imidlertid en anvendt mengde som sterkt avhenger av korningen av dette hjelpemiddel og beveger seg mellom 10 og 80 kg pr. tonn godkorn.

5 I henhold til dette angår foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte av den innledningsvis nevnte art og denne karakteriseres ved at det til det ved oppmaling og sikting av feilkorn til en korning på 50 til 60% under 0,5 mm og 90%
10 under 1 mm fremstilte et returgoods settes frisk blanding med et innhold på minst 20% av støvkiseritt med en korning på 50 til 60% under 0,063 mm for supplering forholdsregel av godkornuttak og et vannoppløslig fosfat i en dosering på 0,1 til 8%, beregnet på den friske blandingens vekt, innstiller
15 den samlede blanding før rulling på en fuktighet på 9 til 13%, granulerer denne ved rulling og til slutt tørker granulene til en restfuktighet på 1 til 4% og separerer til god- og feilkorn.

20 Blant de alkalifosfater som er funnet egnet som granuleringshjelpemiddel menes alle forbindelser av natrium, kalium og i utvidet forstand også av ammonium med dihydrogenfosfat-, hydrogenfosfat- og fosfatanioner. Hjelpemidlene på basis av vannoppløslige fosfater forsinker den for tidlige hydratisering av de fineste kiserittandeler i den fuktete kiseritt-
25 granuleringsmasse og sinker reaksjonen mellom komponentene i en blanding av kiseritt og kaliumsalter, spesielt kaliumsulfat. Disse reaksjoner er riktignok ønskelige for fastgjøring av granulene, de bør imidlertid ikke forløpe så
30 hurtig at de mest mulig allerede er avsluttet før rulleoppbygningen og komprimeringen av granulene ved videre rulling.

Den beste virkning av de fundne hjelpemidler for rullegranuleringen, oppnås når kiseritten eller den kiserittrike
35 blanding foreligger med en kornfordeling som muliggjør den optimale strukturkomprimering ved rulling. Diameteren av de

største primærpartikler i granuleringsblandingen må ligge tydelig under den nedre grense av produktets godkornområde.

Videre må det være tilstrekkelig fine deler tilstede. Et i og for seg for rullegranulering uegnet kornspektrum av primærpartiklene lar seg for det meste korrigere ved tilsetning av en støvfin oppmalt komponent av blandingen i forholdet på 1 del støv til 2,5 til 4 deler grovere granuleringsgods. For de støvfint oppmalte komponenter, fortrinnsvis støvkiseritt, skal i det minste gå 50% gjennom en sikt på 63 μ m maskevidde. Til returgodset som er å innlemme i granuleringsblandingen som stammer fra feilkorn av den kontinuerlige granulering, behøver det ikke å stilles fullt så strenge krav som til friskgods i blandingen.

Oppfinnelsen skal forklares nærmere ved hjelp av noen eksempler:

Eksempel 1

306 vektdeler av en kiseritt med $d' = 0,4$ mm og en jevnhetskoeffisient $n = 1,8$ forblandes tørt med 194 vektdeler støvkiseritt med en korning på 60% $< 0,063$ mm, med 5 vektdeler kalsiumdihydrogenfosfatmonohydrat med en korning på 80% $< 0,063$ mm og med 414 vektdeler returgodset som fremstilles ved frasikting, henholdsvis oppmaling av feilkorn til en korning på 50% $< 0,5$ mm, og fuktes derefter med 81 vektdeler vann. Den fuktige blanding tilføres til en roterende granulerings-trommel. Deri oppbygger det seg under avrullingsprosessen de rå (friske, fuktige) granuler som komprimerer seg ved videre rulling til råfaste kuleformede strukturer. De rå granuler tørkes derefter til en restfuktighet på 1,5%. De tørkede granuler siktes derefter, idet det utnås 513 vektdeler godkorn med en korning på 1 til 4 mm som produkt. 372 vektdeler av granulatet fremkommer som underkorn som tilbakeføres til prosessbegynnelsen. De 42 vektdeler overkorn oppmales til $< 0,5$ mm og tilbakeføres også.

Godkornutbytte utgjør 55% av den teoretisk mulige, beregnet på den samlede blanding. Uten granuleringshjelpemiddel ligger godkornutbyttet på 37%. I den begynnende bristefasthet og i slitasjeprøven består det ingen forskjell mellom de to fremgangsmåter. Etter 1 dags lagringstid øker fastheten av de med fosfat fremstilte granuler sterkere enn de uten fosfater. Etter 4 ukers lagringstid har granulene uten fosfat 9 N/korn bristefasthet og de med kalsiumhydrogenfosfat som granuleringshjelpemiddel fremstilte granuler viser en verdi på 33 N/korn. Sistnevnte viser slitasjeprøve 2 til 3% slittasje.

Eksempel 2

Tilsetter man til den i eksempel 1 omtalte blanding 7 vektdeler av et trippelsuperfosfat med rundt 70% kalsiumdihydrogenfosfatmonohydrat i en oppmaling med et korningstygdepunkt nær 0,1 mm i stedet for det findelte fosfat, så iakttar man bare en relativ svak effekt så vel med hensyn til godkornutbyttet av granuleringen som beveger seg noe over 40%, som også med hensyn til slitasjefasthet som etter 4 uker ligger ved 11%.

Eksempel 3

Tilsetter man til den i eksempel 1 omtalte blanding derimot 25 vektdeler av det i eksempel 2 omtalte trippelsuperfosfat istedenfor i 5 vektdeler av det findelte kalsiumdihydrogenfosfatmonohydrat så får man praktisk talt de samme resultater som i eksempel 1; godkornutbytte ligger mellom 50 og 55%. Slitasjen ligger etter 4 uker i prøven ved 2 til 3% tap. Bristefastheten når omtrent 40 N/korn.

Eksempel 4

Til en forblanding av 438 vektdeler returgoods, 369 vektdeler kiseritt med $d' = 0,4$ mm og 124 vektdeler støvkiseritt settes en oppløsning av 1 vektdel kaliumdihydrogenfosfat i 68 vektdeler vann til fuktning. Etter rulling og tørking til en restfuktighet på 2% lar det seg frasikte 504 godkorn mellom 1

og 4 mm. Dette tilsvarer et godkornutbytte på 53% av det teoretisk mulige. Feilkorn tilbakeføres til prosessbegynnelsen. Etter 4 ukers lagringstid av det granulerte produkt ligger bristefastheten ved 31 N/korn og slitasjen ved 4%.

5

Eksempel 5

I blandingen ifølge eksempel 4 erstattes kaliumdihydrogenfosfat med 1,5 vektdeler diammoniumhydrogenfosfat. Man får her praktisk talt samme resultat som i eksemplet foran.

10

Eksempel 6

En blanding av 434 vektdeler returgods, 288 vektdeler kaliumsulfat med et innhold på 51,3% K_2O og 180 vektdeler støvkiseritt med et innhold på 27,4% MgO fuktes med en blanding av 6 vektdeler av en 36%-ig natriumdihydrogenfosfatoppløsning og 92 vektdeler vann og rulles for granulering i trommel. De rå granuler tørkes derefter til 4% restfuktighet. Ved sikting av de tørre granuler fremkommer 490 vektdeler godkorn og 434 vektdeler feilkorn. Godkornutbyttet utgjør 53%. Produktet har et innhold på 30% K_2O og 10% MgO .

20

Bristefastheten ligger umiddelbart etter tørkingen allerede ved 24 N/korn. I løpet av 5 dager stiger den til 57 N/korn. Slitasjen ligger i denne prøven ved 3%, ved lengre lagring opptrer det ingen endringer.

25

Når man granulerer samme blanding uten fosfattilsetning som hjelpemiddel, fastslår man at man i stedet for ca. 11% råfuktighet, alt etter temperaturen i granuleringsblanding, trengte 13 til 15% råfuktighet. Fordi komponentene kaliumsulfat og kiseritt uten fosfatet reagerer for hurtig under dobbeltsaltdannelse og granulene herder allerede før siste formgivning, har produktet som ble fremstilt uten fosfat et mindre godt utseende enn det med fosfat. På grunn av den ruere overflate av de uten hjelpemiddel fremstilte granuler, blir slitasjen i prøven 5 til 6% høyere, enn ved de glattere granuler.

30

35

Tydeligvis sinker det vannoppløslige fosfat såvel hydrata-
sjonen av kiseritten som også dobbeltsaltdannelsen av
hydratisert kiseritt og kaliumsulfat således at den i riktig
5 korning og råfuktighet foreliggende granuleringsblanding
forblir plastisk tilstrekkelig lenge under rulleprosessen.

10

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte til granulering av kiseritt og av kiseritt-
kaliumsulfatblandinger ved rulling av den vannfuktige
granuleringsmasse, k a r a k t e r i s e r t v e d a t
det til det ved oppmaling og sikting av feilkorn til en
korning på 50 til 60% under 0,5 mm og 90% under 1 mm
fremstilte returgods settes frisk blanding med et innhold
10 på minst 20% av støvkiseritt med en korning på 50 til 60%
under 0,063 mm for supplering av godkornuttak
og et vannoppløslig fosfat i en dosering på 0,1 til 8%,
beregnet på den friske blandingens vekt, innstiller den
samlede blanding før rulling på en fuktighet på 9 til 13%,
15 granulerer denne ved rulling og til slutt tørker granulene
til en restfuktighet på 1 til 4% og separerer til god- og
feilkorn.

2.

20 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d a t det til granuleringsmassen, som det vannoppløse-
lige fosfat, settes 1 til 8 vekt-% kalsiumdihydrogenfosfat,
beregnet på dens friskgodsdel.

3.

25 Fremgangsmåte ifølge krav 1 og 2, k a r a k t e r i s e r t
v e d a t kalsiumdihydrogenfosfatet forblandes før fukting
med de tørre komponenter av granuleringsblandingen.

4.

30 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d a t det vannoppløslige fosfat tilsettes i form av et
ønskelig alkali- eller ammoniumfosfat med et dihydrogen-,
monohydrogen- eller et fosfatanion.

5.

Frengangsmåte ifølge krav 1 og 4, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det til blandingen settes 0,2 til 0,6 vekt-%
alkalifosfat, referert til friskgodsdelen.

5

6.

Frengangsmåte ifølge krav 1, 4 og 5, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at alkalifosfatet settes til blandingen
som oppløsning sammen med granuleringsvannet.

10

15

20

25

30

35