



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101160271 B

(45) 授权公告日 2013.02.06

(21) 申请号 200680012871.9

*C05G 3/00* (2006.01)

(22) 申请日 2006.04.03

*B01J 2/20* (2006.01)

(30) 优先权数据

05075927.3 2005.04.18 EP

(56) 对比文件

US 2002045727 A1, 2002.04.18,

US 2002045727 A1, 2002.04.18,

US 3388989 A, 1968.06.18,

US 3388989 A, 1968.06.18,

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007.10.18

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2006/003450 2006.04.03

审查员 白优爱

(87) PCT申请的公布数据

W02006/111331 EN 2006.10.26

(73) 专利权人 斯塔米卡邦有限公司

地址 荷兰斯塔德

(72) 发明人 简·韦比·韦尔夫凡德尔

马克·约瑟夫·布鲁韦尔

(74) 专利代理机构 北京东方亿思知识产权代理

有限责任公司 11258

代理人 肖善强

(51) Int. Cl.

*C05C 9/00* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

含尿素颗粒的制备工艺

(57) 摘要

本发明公开了含尿素颗粒的制备工艺,其中所述含尿素颗粒在包括给料装置、传动带以及从所述传动带上移除所形成的球粒的装置的球磨机中如下制备:将含尿素液体给料至所述给料装置,通过所述给料装置将含尿素液体的微滴加料至所述传动带,在所述传动带上,含尿素的微滴固化并冷却至 $\leq 55^{\circ}\text{C}$ 的温度,然后将形成的含尿素颗粒从所述传动带上移除。

1. 含尿素颗粒的制备工艺,其特征在于:所述含尿素颗粒在包括给料装置、传动带以及从所述传动带上移除所形成的球粒的装置的球粒机中如下制备:将含尿素液体给料至所述给料装置,通过所述给料装置将含尿素液体的微滴加料至所述传动带,在所述传动带上,含尿素微滴固化并冷却至 $\leq 55^{\circ}\text{C}$ 的温度,然后将形成的含尿素颗粒从所述传动带上移除。
2. 如权利要求1的工艺,其特征在于:所述含尿素液体是尿素熔体。
3. 如权利要求2的工艺,其特征在于:所述尿素熔体包含 $\geq 99\text{wt}\%$ 的尿素。
4. 如权利要求1-3中任何一项的工艺,其特征在于:在将所述含尿素颗粒从所述传动带上移除之后,将所述传动带清洁。
5. 如权利要求1-3中任何一项的工艺,其特征在于:所述含尿素液体含有添加剂。
6. 如权利要求5的工艺,其特征在于:所述添加剂是甲醛溶液或尿素与甲醛的反应产物。
7. 如权利要求1的工艺,其特征在于:所述含尿素液体是尿素与另一种肥料的混合物。
8. 如权利要求7的工艺,其特征在于:所述含尿素液体是尿素与硫酸铵的混合物。
9. 如权利要求8的工艺,其特征在于:所述含尿素液体是尿素与大于 $30\text{wt}\%$ 的硫酸铵的混合物。
10. 含尿素颗粒,其特征在于:所述颗粒在一侧是平坦的,并且所述颗粒的高度/直径比为 $0.99-0.1$ ,其中的直径是指颗粒平坦侧的直径。
11. 如权利要求10的含尿素颗粒,其特征在于:所述颗粒包含添加剂。
12. 如权利要求11的含尿素颗粒,其特征在于:所述添加剂是甲醛溶液或尿素与甲醛的反应产物。
13. 如权利要求10的含尿素颗粒,其特征在于:所述颗粒包含尿素和另一种肥料。
14. 如权利要求13的含尿素颗粒,其特征在于:所述颗粒包含尿素和硫酸铵。
15. 如权利要求14的含尿素颗粒,其特征在于:所述颗粒包含尿素和大于 $30\text{wt}\%$ 的硫酸铵。

## 含尿素颗粒的制备工艺

[0001] 本发明涉及含尿素颗粒的制备工艺。

[0002] 制备含尿素颗粒的已知和常用的工艺是造粒 (prilling) 和粒化 (granulation)。造粒在造粒塔中进行, 其中含尿素液体以精细微滴形式喷射。这些微滴在下降过程中被上升空气冷却并固化。在造粒塔底部, 收集固体颗粒。含尿素液体的粒化可在各种粒化设备中进行。种子颗粒被添加至粒化设备, 并在粒化设备中保持运动。含尿素液体被喷射到种子颗粒上并冷却。以此方式, 种子颗粒生长以得到尿素颗粒。

[0003] 例如, 这些工艺在 Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2002 中与尿素和肥料粒化有关的章节中有所描述。

[0004] 上述工艺的缺点是, 由于喷射含尿素溶液而形成细粉尘, 这些细粉尘聚集在冷却空气中。因此必须在造粒和粒化过程中所用的大量冷却空气可被排放到环境中之前清除其中的大部分粉尘。

[0005] 为了造粒和粒化, 需要使用大量冷却空气。这导致能量消耗高。而且, 由于在造粒和粒化工艺中形成粉尘, 因此这些工艺是对环境不友好的工艺。

[0006] 本发明的目的是消除这些缺点。

[0007] 上述目的通过本发明的工艺来实现, 在所述工艺中, 含尿素颗粒在包括给料装置、传动带以及从所述传动带上移除所形成的球粒的装置的球粒机 (pelletizer) 中如下制备: 将含尿素液体给料至所述给料装置, 通过所述给料装置将所述含尿素液体的微滴加至所述传动带, 在所述传动带上, 含尿素微滴固化并冷却至  $\leq 55^{\circ}\text{C}$  的温度, 然后将形成的含尿素颗粒从所述传动带上移除。

[0008] 在球粒机中, 形成含尿素颗粒, 而不需要喷射精细微滴, 也不必使用与颗粒直接接触的冷却空气。以此方式, 不会形成含尿素粉尘的空气流。

[0009] 使用球粒机的另一个优点是得到的颗粒具有均匀、预定的形状和组成。

[0010] 球粒机包括给料装置、传动带以及从所述传动带上移除所形成的球粒的装置。例如, Encyclopedia of Chemical Technology, 第四版, 第 22 卷, 第 244 和 245 页中描述了作为环带系统的球粒机。

[0011] 含尿素液体被给料至给料装置。给料装置可例如包括具有孔的筛, 通过其来压制含尿素液体。给料装置位于传动带上方, 并且含尿素液体通过给料装置底部的筛的孔来加料。以此方式, 在传动带上形成含尿素液体的微滴。给料装置可以例如穿孔式柱状滚筒, 其旋转并将微滴在柱状滚筒底部加料至传动带。传动带可以是连续式传动带, 从给料装置离开, 其上带有含尿素微滴。在给料装置之后的传动带部分通过例如冷却水间接冷却。用于间接冷却传动带的其它介质例如是空气和其它液体。微滴在传动带上固化, 并在固化后作为含尿素颗粒从传动带上移除。含尿素颗粒通常通过刮削从传动带上移除, 但也可以使用本领域技术人员已知的其它方式来移除颗粒。

[0012] 通常, 含尿素液体以高于尿素熔点的温度离开给料装置。尿素的熔点为  $135^{\circ}\text{C}$ 。通常, 含尿素液体以  $135\text{--}140^{\circ}\text{C}$  的温度离开给料装置。在传动带上, 微滴被冷却至  $\leq 55^{\circ}\text{C}$  的温度并固化。然后, 将含尿素颗粒从传动带上移除。在大于  $55^{\circ}\text{C}$  的温度下, 含尿素颗粒对于处

理来说不够坚固。这些颗粒易于破碎,并且粉尘会存在于最终产品中。粉尘的存在使颗粒在运输和储存过程中易于结块。

[0013] 可以通过传动带速度、传动带长度以及通过冷却介质的温度和量来影响颗粒的温度。

[0014] 为了易于从传动带上移除含尿素颗粒,可以在从传动带移除固化颗粒之后且在将微滴加料至传动带之前将隔离剂 (release agent) 涂覆在传动带上。对传动带进行清洁也可能是必须的,以防止残留含尿素颗粒。例如,这可以通过在润湿后刮掉残留颗粒来完成。

[0015] 得到的含尿素颗粒 (例如由造粒和粒化得到的颗粒) 并非球形,而是在颗粒接触传动带的一侧是平坦的。颗粒的高径比 (高度 / 直径, h/d 比) 为 0.99-0.1。“颗粒的直径”是颗粒平坦侧的直径。优选地,形成的颗粒具有 0.7-0.3 的 h/d 比。这是体积密度较高并且颗粒在运输过程中结块的可能性较低的原因。

[0016] 含尿素液体可被定义为包含溶解、分散或液体形式的尿素的任何液体。因此,液体可以是含尿素溶液、含尿素浆液或含尿素熔体。

[0017] 优选地,含尿素液体是尿素熔体。更优选地,尿素熔体包含  $\geq 99\text{wt}\%$  的尿素,并且最优选包含  $\geq 99.7\text{wt}\%$  的尿素。

[0018] 含尿素溶液还可以包含其它物质,或者是尿素与一种或更多种其它物质的混合物。含尿素液体中的尿素量优选为 20-100wt%。

[0019] 含尿素液体可以含有添加剂。由于在球粒机中得到的颗粒具有均匀的组成,因此每个颗粒包含相同量的添加剂。

[0020] 本发明的工艺的优点是,添加剂可在球粒机之前与含尿素液体混合,以使添加剂均匀分布在颗粒中。

[0021] 添加剂的实例是甲醛及尿素 - 甲醛反应产物、微量营养元素以及硝化和尿素酶抑制剂。甲醛溶液可以以其本身添加,或者甲醛可以与尿素反应以形成尿素与甲醛的反应产物。微量营养元素的实例是硼、锰、铁、锌、铜和钼。微量营养元素可以作为盐 (硫酸盐、氯化物、硝酸盐)、作为氧化物或作为极小金属颗粒 (粉末) 存在于含尿素液体中。硝化抑制剂的实例是吡啶、双氰胺和吡唑。尿素酶抑制剂的实例是磷酸三酰胺和硫代硫酸铵。

[0022] 含尿素液体还可包含其它肥料。其它肥料的实例是硫酸铵以及各种磷酸盐,如磷酸一铵、磷酸二铵和硝化磷酸盐。

[0023] 使用球粒机的优点是可将固体量高的浆液球粒化。这样的浆液不易于在造粒塔或粒化机中喷射。

[0024] 尿素中可溶解至多 30wt% 量的硫酸铵,并且含有如此量的硫酸铵的液体可被造粒或粒化。更高量的硫酸铵将作为固体存在于混合物中。因此,混合物将为浆液。

[0025] 硫酸铵量大于 30wt% 的尿素 / 硫酸铵混合物可以通过本发明的工艺被球粒化,但不易于在造粒塔或粒化机中喷射。

[0026] 得到的含尿素颗粒可以在离开球粒机之后被涂布。涂布是指在颗粒上涂覆薄层以降低结块趋势。涂层的实例是精细、惰性的粉末、蜡、油和聚合物。精细、惰性的粉末的实例是硅藻土、滑石、石灰、高岭土和硫磺。蜡的实例是聚乙烯蜡、石蜡、脂肪胺和磺酸盐。聚合物涂层的实例是聚 (偏二氯乙烯) (PVDC) 涂层、聚烯烃 (聚乙烯、聚丙烯和乙烯共聚物)、聚氨酯、尿素 - 甲醛树脂、聚酯和醇酸树脂。

[0027] 得到的含尿素颗粒可以用作肥料。本发明的含尿素颗粒可以以其本身使用,或者在一个肥料撒布装置中与其它具有大致相同形状和尺寸的肥料颗粒混合,一起撒布在田地上。

[0028] 实施例

[0029] 测定破碎强度

[0030] 用 Lloyd Instruments 的装置 LRX 和 Material Testing 系统来测定破碎强度。用镊子将样品放置在破碎测试机的压制台的中部。放置颗粒,以使颗粒的平坦侧为受压侧。对颗粒施加以恒定速率增加的力。测定颗粒破碎时所施加的力,该力即为颗粒的破碎强度。破碎强度以牛顿 (N) 来测定。

[0031] 实施例 I

[0032] 在 Sandvik 处理系统的 Rotoform 装置中将尿素熔体球粒化。Rotoform 装置的传动带宽度为 600mm,冷却长度为 11m。将尿素含量为 99.8wt% 的尿素熔体给料至球粒机的给料装置。将温度为 137°C 的尿素熔体加料至传动带。传动带以 50m/min 的速度旋转。用温度为约 22°C 并且流率为 6.5-9m<sup>3</sup>/h 的冷却水冷却传动带。在传动带的转向点刮掉形成的尿素球粒。尿素球粒的温度为 32-38°C、直径为 3.15-4.00mm、高度为 2.0mm。球粒的破碎强度为 15N。

[0033] 实施例 II

[0034] 对根据实施例 I 得到的尿素球粒进行撒布测试。将尿素球粒给料至 Amazone 的 ZA-M Maxi S 1500 型肥料撒布装置。可以实现 24m 的作业宽度。

[0035] 对比实验 A

[0036] 在 Sandvik 处理系统的 Rotoform 装置中将尿素熔体球粒化。Rotoform 装置的传动带宽度为 600mm,冷却长度为 11m。将尿素含量为 99.8wt% 的尿素熔体给料至球粒机的给料装置。将温度为 150°C 的尿素熔体加料至传动带。传动带以 90m/min 的速度旋转。用温度为约 22°C 并且流率为 8.5-10m<sup>3</sup>/h 的冷却水冷却传动带。在传动带的转向点刮掉形成的尿素球粒。尿素球粒的温度为 56-69°C、直径为 3.5-5.4mm、高度为 1.9mm。尿素球粒可从传动带上移除,但在从传动带上移除球粒的过程中形成大量粉尘。球粒在储存后结块。