

一种新型硫基硝态氮肥的开发

李庆青，李广乾

(河北冀衡赛瑞化工有限公司)

摘要：本文对开发一种新型硫基硝态氮肥的技术方案、研究内容及效果进行了阐述，通过优化工艺、对一系列技术参数攻关，成功制取水溶性好的高含硫的纯氮肥，符合市场需求，性价比高，希望能对行业上的新型肥料开发起到一定的启迪作用。

关键词：硝酸铵；硫酸铵；硫基硝态氮肥

河北冀衡赛瑞化工有限公司成立于 2009 年 4 月，由河北冀衡集团有限公司和四川金象化工产业集团股份有限公司共同出资设立。公司采用先进的“双加压法”硝酸、“硝镁法”、硝酸浓缩、“加压中和”法硝酸铵、高塔熔体造粒等工艺技术建设了 30 万吨/年稀硝酸、10 万吨/年浓硝酸、40 万吨/年硝酸铵、70 万吨/年硝硫基复合肥等装置。以上装置自 2010 年 10 月开车以来，运行状况和经济指标良好，尤其在符合市场需求的新型肥料开发方面，一直是公司不断发展的强力支撑。

1 项目概述

本技术依据为通过硝酸铵溶液经二段蒸发水分后，与硫酸铵按不同比例均匀混合，操作简单，配比精准，硫含量可控制较高，制得纯度高、含量均匀的具有水溶性的高端硫基硝态氮肥。本技术的关键点在于精确控制硫酸铵在一、二级混料槽的硝酸铵溶液中的添加比例，反应温度，搅拌形式、喷头孔径、喷头内外圈转动频率等参数，成功实现制得高端成品肥料并节约能源。

2 研究方案

(1) 工艺路线及原料的确定：根据节能、环保、清洁生产的原则，摸索最为适合的工艺路线及原料。

(2) 料浆在一、二级混料槽的反应温度的确定。

(3) 硝酸铵与硫酸铵的混合比例的摸索。

(4) 硫酸铵在不同混合槽比例的确定：根据最大限度制成混合料浆，粘度适合造粒的要求，摸索出合适的添加比例。

(5) 搅拌频率、浆叶形式的摸索：根据最有利于料浆迅速形成的原则，摸索最佳

参数。

(6) 造粒机喷头孔径、造粒机喷头内外圈频率的摸索：根据最大程度生成符合国标颗粒的原则，摸索最佳参数。

3 主要研究内容

3.1 工艺路线及原料的确定

国内现有的补硫补氮方法都属于几种肥料混合使用，因肥料中含有农作物不需要的养分（如钾元素），存在着养分浪费施用成本高现象；硫和氮元素的施用比例不易掌握；混合肥料不是全水溶肥料，施肥难度大，造成最终施用效果差。以上为目前国内对上述作物施肥的诸多缺陷；美国国际肥料发展中心生产的两种硝硫酸铵产品存在着硝酸和硫酸与氨中和，反应设备材质要求高，操作控制反应难度较大，操作现场氨味较大等缺点。

根据以上的分析，结合试验结果，公司综合考虑，采用硝酸铵溶液与硫酸铵在一定温度与搅拌状态下分级混合工艺，能够避免以上生成方法的缺点，为最适合的工艺路线。

3.2 料浆在一、二级混料槽的反应温度的摸索

序号	一级混料槽温度 (°C)	料浆粘稠度 (mPa.s)	二级混料槽温度 (°C)	料浆粘稠度 (mPa.s)
1	150	41.0	145	45.0
2	153	39.5	148	42.5
3	155	38.0	150	40.0
4	158	36.1	152	38.1
5	160	34.0	155	36.0
6	162	32.0	158	33.0
7	165	29.0	160	29.5
8	166	27.0	162	27.5
9	168	25.5	165	26.5
10	170	25.0	168	26.0

结论：根据以上结果得知，一混料槽适宜的温度在 165-168 °C，二级混料槽适宜的温度在 160-165 °C。

3.3 硝酸铵与硫酸铵的混合比例（重量比）的摸索

序号	硝酸铵与硫酸铵投料比例（重量比）	二级混料槽出料料浆粘稠度 (mPa.s)	造粒机成粒情况
1	4.0:1	15.5	成粒不规则，颗粒强度<5N
2	3.6:1	20.0	成粒不规则，颗粒强度<10N
3	3.3:1	23.6	不规则粒较多，颗粒强度<15N
4	3.0:1	25.5	有少量不规则粒，颗粒强度约 15N
5	2.5:1	26.0	颗粒均匀，有光泽
6	2.0:1	27.3	颗粒均匀，光泽度好
7	1.5:1	28.5	颗粒均匀，光泽鲜亮
8	1.0:1	29.5	颗粒较均匀，光泽度较差
9	0.9:1	32.0	颗粒不规则，无光泽
10	0.8:1	35.0	颗粒不成形

结论：根据以上结果得出，硝酸铵与硫酸铵比例在 3.0:1-1.0:1 之间，可以满足生产要求。

4 硫酸铵在不同混合槽添加比例的确定

4.1 硫酸铵添加比例

序号	在一级混料槽的比例 (%)	在二级混料槽的比例 (%)	一级混料槽料浆粘稠度 (mPa.s)	二级混料槽料浆粘稠度 (mPa.s)
1	40	60	20.3	33.5
2	45	55	21.0	32.5
3	48	52	21.5	31.0
4	50	50	22.5	30.0
5	52	48	23.0	29.2
6	54	46	24.0	28.3
7	56	44	25.0	27.0
8	58	42	25.5	26.5
9	59	41	25.9	26.1

序号	在一级混料槽的比例 (%)	在二级混料槽的比例 (%)	一级混料槽料浆粘稠度 (mPa.s)	二级混料槽料浆粘稠度 (mPa.s)
10	60	40	26.2	26.0
11	61	39	26.5	25.1
12	63	37	27.5	24.2
13	65	35	29.0	23.0
14	67	33	30.5	22.1
15	70	30	32.0	21.5

结论：根据以上数据得出，在其他调节稳定的前提下，硫酸铵在一、二级混料槽分配的比例为 60:40 时，料浆粘稠度最为适宜。

5 搅拌频率、浆叶形式的摸索

根据搅拌浆最大转速 300r/min (转速过大则混料槽向外溅料明显，不利于正常安全生产)，设置变频调节，摸索搅拌频率及搅拌桨形式(搅拌浆主要分为框式、锚式、浆式、推进式)

5.1 搅拌频率摸索 (在浆叶形式不变前提下)

序号	一级混料槽搅拌频率 (Hz)	一级混料槽料浆状态	二级混料槽搅拌频率 (Hz)	二级混料槽料浆状态
1	20	浆不均匀，有硬块	20	浆不均匀，有硬块
2	22	浆不均匀，有硬块	22	浆不均匀，有硬块
3	24	浆不均匀	24	浆不均匀
4	26	浆液较均匀	26	浆液不均匀
5	28	浆液均匀	28	浆液较均匀
6	29	浆液均匀	30	浆液均匀
7	30	浆液均匀，光泽亮	31	浆液均匀
8	31	浆液均匀，光泽亮	32	浆液均匀，光泽亮
9	32	浆液均匀，光泽亮，有较明显旋涡	33	浆液均匀，光泽亮，产生旋涡

序号	一级混料槽 搅拌频率 (Hz)	一级混料槽料浆状 态	二级混料槽 搅拌频率 (Hz)	二级混料槽料浆状 态
10	33	浆液均匀, 旋涡明显	34	浆液均匀, 光泽亮, 有较明显旋涡
11	35	浆液旋涡大	36	浆液均匀, 旋涡明显
12	37	浆液有向上溅现象	38	浆液旋涡大
12	39	浆液有向上溅现象	40	浆液有向上溅现象
14	41	浆液飞溅	44	浆液飞溅
15	45	浆液溅出混料槽	46	浆液溅出混料槽

结论：根据以上结果，确定一级混料槽搅拌频率控制 30Hz，二级混料搅拌频率控制 32Hz，最为适合。

5.2 浆叶形式的摸索

序号	搅拌形式	一级混料槽浆液状态	二级混料槽浆液状态
1	锚式	料浆内层流动差	料浆内层流动差
2	框式	料浆混合不均匀	料浆混合不均匀
3	浆式	料浆在混料槽底部积料	料浆在混料槽底部积料
4	推进式	料浆挠动剧烈	料浆挠动剧烈
5	浆式+ 推进式	料浆混合均匀, 有光泽, 流动平稳	料浆混合均匀, 有光泽, 流动平稳

结论：根据以上结果，可以看出采用“浆式+推进式”组合搅拌形式，最有利于料浆状态。

6 造粒机喷头孔径、造粒机喷头内外圈转动频率的摸索

6.1 造粒机喷头孔径

序号	造粒机喷头孔径 (mm)	国标 GB15063-2009 成粒率 (%)
1	1.8	73
2	1.9	74
3	2.0	76

序号	造粒机喷头孔径 (mm)	国标 GB15063-2009 成粒率 (%)
4	2.1	80
5	2.2	85
6	2.4	83
7	2.5	80
8	2.6	78
9	2.7	75

结论：根据以上结果得知，喷头孔径在 2.2mm 时成粒率最高。

6.2 造粒机喷头内外圈转动（差动）频率（最大转速 1450 rpm）

序号	喷头内圈频率 (Hz)	喷头外圈频率 (Hz)	颗粒粒径小于 1.0mm 所占比例 (%)	颗粒粒径大于 4.75mm 所占比例 (%)
1	45	27	24.5	1.5
2	42	26	23	2.0
3	40	25	21.5	3.0
4	38	24	20.2	3.5
5	35	23	19.5	3.9
6	32	22	18.9	4.2
7	30	21	18.0	4.5
8	28	20	16.5	5.0
9	25	19	15.0	5.4
10	22	18	13.5	5.8
11	20	17	13.3	6.9
12	18	16	13.0	8.0

结论：根据以上结果可知，造粒机喷头内外圈频率在 22Hz/18Hz 成粒率最高。

工艺流程简述：原料硫酸铵固体通过计量称计量后通过皮带机送入上塔斗提机，经上塔斗提机提升到造粒塔上缓冲仓暂存。经加压中和岗位生产的浓度 93-95%的硝酸铵溶液进入加有保温盘管的稀硝铵槽中暂存。

硝酸铵溶液通过装有计量装置的泵按比例打入造粒塔上的中间槽内，在中间槽内通气氨调节 pH 值呈中性，再用中间泵打入塔上的二段蒸发器中，经过二段蒸发器后得水分含量≤0.5%的溶液，溶液定量流入熔融槽，再由熔融槽分别依次进入一级混料槽、二级混料槽，硫酸铵固体料按一定比例计量后（硫酸铵总量的 60%）添加到一级混料槽，控制一级混料槽的温度在 165-168°C 及搅拌转速在 180 转/分，搅拌分上下三层浆叶，上面两层为平推式，最下面一层为下压式，在一级混料槽溢流口处设挡板，使混合液曲折溢流而出；硫酸铵固体料(硫酸铵总量的 40%)经计量后加入二级混料槽的贴近搅拌轴中心，二级混料槽控制温度在 160-165°C，搅拌转速控制 190 转/分，搅拌分上下两层浆叶，上层为浆式，下层为下压推进式，二级混料槽的溢流口处设带网格的挡板，使混合料浆均匀流出，混合料浆溢流入乳化机，乳化机内配置高速旋转剪切装置，起到将混合料浆充分研磨研细作用，乳化机出来的料浆流入造粒机，经造粒机喷头旋转喷出，自然降落至塔下料仓中得到颗粒均匀、配比适合的含氮、硫养分的复合肥成品。

7 国内同类产品技术情况

目前，我国许多地区因土质特点，大葱、大蒜、小麦等多种农作物非常需要具有高氮高硫相结合的肥料，目前国内针对此类状况采取的办法是：（1）施用硫酸钾或硫酸铵补硫，施用尿素补氮；（2）施用含硝酸铵的肥料补氮（硝酸铵因其具有爆炸性，我国早已经禁止将其单独当做肥料施用），施用硫酸铵补硫；（3）美国国际肥料发展中心生产了 2 种品位的硝硫酸铵产品，其规格分别为 30-0-0-5S 和 27-0-0-11S，在此两种产品中，前者较为普遍，含有 21% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 和 79% NH_4NO_3 。两种产品都是颗粒状产品，通过硝酸和硫酸中和氨生产，但存在着反应设备材质要求高，操作控制反应难度较大，操作现场氨味较大等缺点。我们开发的硫基硝态氮肥生产技术工艺简洁，流程短，计量准确，物料损失少、操作环境好，可实现全部 DCS 控制操作，自动化程度高，成品养分含量均匀，氮硫配比适合并且可调节，针对缺硫作物效果明显，养分利用率高，并且产品可作为滴灌肥、水溶性肥料使用，属于高端肥料。

8 技术创新点

- (1) 工艺简洁，流程短，计量准确，物料损失少、操作环境好，可实现全部 DCS 控制操作，自动化程度高，成品养分含量均匀，氮硫配比适合并且可调节，针对缺硫作物效果明显，养分利用率高。
- (2) 产品可作为滴灌肥、水溶性肥料使用，属于高端肥料。
- (3) 相对于施用混合肥料，硫基硝态氮肥施用直接，肥效明显，成本低，节约能源。
- (4) 产品本身具有自抗爆性，是一种具有安全性地硝硫基复合肥。

9 存在的问题及改进意见

目前本课技术存在的问题主要是生成成品颗粒强度偏低，一般在 15-25N，较其他肥料颗粒强度 ($\geq 25N$) 偏低，易粉化造成成品吸潮结块，下一步我们准备进一步完善工艺，摸索添加能够增加颗粒强度的有益元素，既能保证颗粒强度，又能增加对农作物的营养吸收，进一步提高肥料品质。

10 结术语

该项目通过硝酸铵溶液与硫酸铵按不同比例均匀混合，制备出纯度高、含量均匀的高端硫基硝态氮肥；采用的研究方法科学合理，工艺技术路线较为先进。在国家实施“减肥增效”促进农业现代化的大背景下，企业作为技术创新、产品创新的主体应该坚持不懈做出努力，为复合肥行业水平的不断提高做出应有的贡献。