

连续生产聚磷酸铵液体肥的中试技术研究

张 恒¹, 杨 先¹, 舒艺周¹, 黄照昊¹, 马 航²

(1. 云南云天化以化磷业研究技术有限公司, 云南 昆明 650228;

2. 云南云天化股份有限公司 研究院, 云南 昆明 650228)

[摘 要] 针对传统聚磷酸铵 (APP) 液体肥生产工艺存在的聚合温度高、设备腐蚀严重、成本较高等问题, 开发了一种基于磷铵尿素法的连续化中试生产技术。通过采用双轴反应器与锚式反应器相结合的工艺设计, 系统考察物料配比、反应温度及停留时间对产品有效磷含量、总氮含量、聚合率及总养分的影响。结果表明, 在最优工艺条件 ($n(\text{氮})/n(\text{磷})=1.05$, 一级反应器温度 160 °C、转速 260 r/min, 二级反应器温度 180 °C、转速 35 r/min) 下, 可稳定制备聚合率达 81%、 $w(\text{总养分})$ 为 48.60% 的 11-37-0 规格的聚磷酸铵液体肥产品, 且产品聚磷酸铵液体肥日产量达到 1.57 t。该工艺具有流程简单、反应时间短、成本低等优势, 为连续化生产聚磷酸铵液体肥提供了技术支持。

[关键词] 聚磷酸铵; 液体肥料; 连续生产; 磷铵尿素法; 工艺优化; 中试

[中图分类号] TQ449*.6; TQ126.3*5 **[文献标志码]** B **[文章编号]** 2097-4566 (2026) 03-0035-05

Pilot-scale study on continuous production technology of ammonium polyphosphate liquid fertilizer

ZHANG Heng¹, YANG Xian¹, SHU Yizhou¹, HUANG Zhaohao¹, MA Hang²

(1. Yunnan ICL-YTH Phosphate Research and Technology Co., Ltd., Kunming 650228, China;

2. Research Institute, Yunnan Yuntianhua Co., Ltd., Kunming 650228, China)

Abstract: Aiming at the problems of high polymerization temperature, severe equipment corrosion and high cost in traditional ammonium polyphosphate (APP) liquid fertilizer production, a pilot-scale continuous production technology based on the ammonium phosphate-urea method is developed. By adopting a combined process design of a twin-screw reactor and an anchor reactor, the effects of material ratio, reaction temperature, and residence time on the effective phosphorus content, total nitrogen content, polymerization rate, and total nutrient content of the product are systematically investigated. The results show that under the optimal process conditions (the molar ratio of nitrogen and phosphorus of 1.05, first reactor at 160 °C and 260 r/min, second reactor at 180 °C and 35 r/min), ammonium polyphosphate liquid products with a polymerization rate of 81% and a total nutrient content of 48.60% can be stably prepared, and the daily production of 11-37-0 ammonium polyphosphate liquid fertilizer specification reaches 1.57 t. This process offers advantages such as simple flow, short reaction time, and low cost, providing technical support for the continuous production of ammonium polyphosphate liquid fertilizer.

Key words: ammonium polyphosphate (APP); liquid fertilizer; continuous production; ammonium phosphate-urea process; process optimization; pilot-scale

0 引言

聚磷酸铵 (APP) 是一类含氮、磷的聚磷酸盐, 根据聚合度可分为低聚、中聚和高聚 3 种类型^[1]。其中, 低聚 APP 因水溶性优异, 常作为农用液体肥料的核心原料。在聚磷酸铵液体肥中, 磷养

分以聚磷酸根形态存在, 聚合度通常为 2~18, 涵盖多种聚磷酸铵同分异构体^[2]。这一特殊结构赋予其诸多优良理化特性: 溶解度高, 可配制高磷含量的液体肥料; 其结晶温度低于 0 °C, 可加工为叶面肥施用且不会灼伤农作物叶片, 加之兼容性优

收稿日期: 2026-01-04

作者简介: 张 恒 (1996—), 男, 云南保山人, 工程师, 研究方向为磷化工、磷肥研发。

良,能与氮肥、钾肥及部分杀虫剂、杀菌剂复配使用,从而实现肥料功能集成化,契合现代农业精准施肥与简化管理的发展需求^[3-4];对金属离子具有较强的螯合能力,能有效抑制溶液中磷与金属杂质形成沉淀,可有效激活土壤中固定态微量元素,不仅为液体肥料中添加微量元素、制备高浓度高品质多元液体肥提供了可能,而且可减少土壤中铁、钙等金属离子对磷的固定作用,显著提升磷素有效性^[5];聚磷酸铵无法被农作物直接吸收,需在土壤中缓慢水解生成正磷酸盐,进而为农作物提供长效磷素营养,属于典型的缓释型长效肥料^[6],既能满足农作物全生育期的养分需求,又能显著提升磷素利用率^[7]。

聚磷酸铵液体肥主要分为清液型与悬浮型两类^[8]。清液型液体肥生产工艺简便,核心在于把控原料化学性质及配伍科学性;悬浮型液体肥本质为过饱和体系,对原料要求相对宽松,选材范围更广泛。

目前,聚磷酸铵液体肥的工业化生产方法主要有两种,即聚磷酸氨化法与磷铵尿素法^[9]。聚磷酸氨化法以热法或湿法聚磷酸为原料,与合成氨反应生成聚磷酸铵液体,代表性产品规格为11-37-0和10-34-0;磷铵尿素法则以磷酸一铵(MAP)或磷酸二铵(DAP)为磷源、尿素为氮源,通过热缩合反应制备而成。现有生产工艺多采用热法聚磷酸与氨进行中和聚合,存在聚合温度高、循环倍数大(反应器内循环物料量越多,循环倍数越大,导致能耗变高,反应器利用率变低,停留时间不稳定,进而导致聚合度不稳定)、设备腐蚀严重、装置规模受限及生产成本偏高等问题。此外,传统间歇生产模式还面临批次间质量波动大、操作强度高、能耗损耗显著、难以实现规模化放大等技术痛点^[10]。

基于此,本文采用磷铵尿素法,针对性设计专用反应装置,先制备水溶性低聚聚磷酸铵固体或流体,再经加水溶解、通氨调节pH,最终制得聚磷酸铵液体肥。该连续化工艺相较于传统间歇法,展现出多重显著优势:(1)生产效率高,实现原料连续投入与产品连续产出,大幅度缩短设备启停、装卸料等辅助时间,显著提升生产效率;(2)产品质量稳定,通过精确调控反应温度、物料停留时间等关键参数,保障产品聚合率及养分含量的均一性与稳定性,有效规避批次间质量波动;(3)过程可控性强,反应进程易于实时监控与动态调节,为工艺

优化及自动化控制提供有力支撑;(4)能耗与成本更低,连续反应热利用效率更高,单位产品的人工、能耗及设备维护成本显著降低;(5)易规模化放大,连续化流程为工业级大规模生产奠定了坚实基础。与市售聚磷酸铵液体肥产品生产工艺相比,该工艺还具备工艺流程简单、反应周期短、综合成本更低的竞争优势。

1 实验部分

1.1 实验原料

水溶性磷酸一铵($w(\text{总养分}) \geq 70\%$),工业尿素($w(\text{总养分}) \geq 46\%$)。

1.2 实验设计

本实验需要达到完全连续生产,即原料不间断投入和产品不间断产出,则需要一种可以兼顾运输和反应的设备。通过研究,提出使用塑料工业上的双轴反应器来作为主要设备,既具有加热功能,又可以运输物料,同时双螺杆挤出机还具有一定的自清洁功能,螺杆不会被物料堵住影响生产。

1.3 实验流程

实验在300 t/a连续法聚磷酸铵装置上进行,工艺流程见图1。

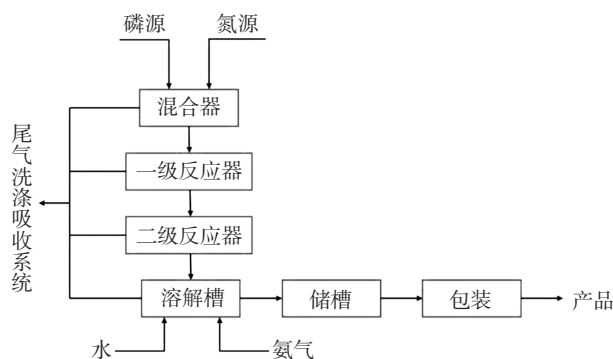


图1 连续法聚磷酸铵工艺流程

Fig.1 Process flow of continuous production of APP

实验将磷源和氮源分别通过上料机加入混合器中混合均匀,再通过加料机输送至一级反应器,一级反应器在输送物料的同时加热熔融两种物料,促使两种物料在熔融输送时进行初步反应,物料从一级反应器出来时,状态为熔融状的液态物料。液态物料继续进入二级反应器,二级反应器采用锚式反应器,中空腔体有足够的空间用来发泡,锚式桨叶可以将过多泡沫打散。物料自二级反应器出料后进入溶解槽,向溶解槽中加水将聚磷酸铵溶解并冷却,同时加入氨气调节溶液的pH并补充N含量,得到聚磷酸铵液体肥。将聚磷酸铵液体肥转移至液体肥储槽保存,包装得

到产品。

在混合器、一级反应器、二级反应器和溶解槽上连接有尾气吸收管道至尾气洗涤塔，尾气洗涤塔中加磷酸和水，吸收逸出的氨气，其余反应产生的CO₂和H₂O则直接排空，得到的吸收溶液返回MAP、DAP装置进行回收利用。

2 实验情况

2.1 一级反应器实验

一级反应器作为物料熔融与初步反应的核心单元，其温度直接决定原料的熔融状态、反应速率及副反应程度。对一级反应器的转速和温度进行实验探索，其中尿磷比根据实验室小试实验的探索，先选用 $n(\text{氮})/n(\text{磷})=1.10$ 进行实验，其他条件如表1所示。

表1 一级反应器实验条件

Table 1 Experimental conditions of the first reactor

编号	一级反应器温度/℃	一级反应器转速/(r·min ⁻¹)
1	140	220
2	160	260
3	180	300

在实验设计中，一级反应器出口所得的半成品物料聚合率应当为10%左右，可以较好地为原料熔融混合并节省后续反应时间，减少副反应的产生。一级反应器出口物料分析结果见表2。

表2 一级反应器出口物料分析结果

Table 2 Analysis results of the outlet materials from the first reactor

编号	尿素分解率/%	$w(\text{有效磷})/\%$	$w(\text{总氮})/\%$	pH	聚合率/%	$w(\text{总养分})/\%$
1	34.60	51.04	18.4	6.00	9	69.44
2	30.62	50.75	18.6	5.98	11	69.35
3	20.97	49.18	19.1	6.00	18	68.28

从表2分析结果来看，考虑聚合率及后续反应压力，一级反应器最接近实验设计要求的实验条件是温度160℃、搅拌转速260 r/min。后续可以以此为一级反应器的基础实验条件，即固定第一反应器的条件为温度160℃、搅拌转速260 r/min，以二级反应器作为主反应器来进行实验探索。

2.2 二级反应器条件正交实验

二级反应器聚合率有3个重要影响因素（物料配比、反应温度、停留时间），先以正交实验进行多因素及其交互作用分析，再进行单因素实验，以精准确定二级反应器最优工艺条件。

设计L₉(3³)正交实验，优化工艺参数组合，

验证各因素交互作用对产品性能的影响。因停留时间的调整是通过调整反应器转速实现的，选择二级反应器转速作为因素代替停留时间。实验以聚合率和总养分为核心评价指标，同时记录有效磷含量和总氮含量作为辅助参考，确保实验结果与单因素实验结论的一致性和互补性。

L₉(3³)正交实验因素水平见表3。正交实验设计及结果见表4，以聚合率、总养分为指标的极差分析分别见表5、表6。

表3 正交实验因素水平

Table 3 Factors and levels of orthogonal experimental

水平	A ($n(\text{氮})/n(\text{磷})$)	B (二级反应器温度/℃)	C (二级反应器转速/ (r·min ⁻¹))
1	0.95	140	15
2	1.10	180	30
3	1.25	220	45

表4 正交实验设计及结果

Table 4 Design and analysis results of the orthogonal experiment

实验号	A	B	C	$w(\text{总氮})/\%$	$w(\text{有效磷})/\%$	pH	聚合率/%	$w(\text{总养分})/\%$
1	1	1	1	9.78	35.22	6.90	79	45.00
2	1	2	3	9.93	36.12	6.40	84	46.05
3	1	3	2	9.98	36.90	6.80	80	46.88
4	2	1	3	9.92	37.48	6.70	82	47.40
5	2	2	2	11.88	37.92	6.60	91	49.80
6	2	3	1	10.54	37.37	6.40	81	47.91
7	3	1	2	11.19	36.98	6.70	80	48.17
8	3	2	1	11.68	36.75	6.70	85	48.43
9	3	3	3	11.01	36.41	6.40	80	47.42

表5 以聚合率为指标的极差分析结果

Table 5 Range analysis results of polymerization rate index

因素	$k1/\%$	$k2/\%$	$k3/\%$	最佳水平	极差/%
A	81.00	84.67	81.67	2	3.67
B	80.33	86.67	80.33	2	6.34
C	81.67	83.67	82.00	2	2.00

表6 以总养分指标的极差分析结果

Table 6 Range analysis results of total nutrients index

因素	$k1/\%$	$k2/\%$	$k3/\%$	最佳水平	极差/%
A	45.98	48.37	48.01	2	2.39
B	46.86	48.09	47.40	2	1.23
C	47.11	48.28	47.21	2	1.17

从上述结果可以看到，以聚合率为指标时，3个因素影响顺序为二级反应器温度(B)> $n(\text{氮})/$

$n(\text{磷})/n(\text{氮}) > \text{二级反应器转速}(C)$ ，二级反应器温度对聚合反应程度影响最显著；因素 A 取水平2 ($n(\text{尿素})/n(\text{磷})$ 为 1.10)、因素 B 取水平2 (180 ℃)、因素 C 取水平2 (30 r/min)，该组合下聚合率最高，产品聚合效果最优。而以总养分为指标时，影响显著性分析表明影响顺序为 $n(\text{氮})/n(\text{磷}) > \text{二级反应器温度}(B) > \text{二级反应器转速}(C)$ ，氮磷摩尔比对总养分影响最显著。其最佳组合为氮磷摩尔比 1.10、二级反应器温度 180 ℃、二级反应器转速 30 r/min。

2.3 二级反应器条件单因素实验

2.3.1 物料配比的影响

在此反应中，原料中氮源和磷源的比例是一个重要的影响因素。低尿素配比时，会导致氨基不足，无法完全结合 MAP 中的 H_2PO_4^- ，产品中有 MAP 残留。而高尿素配比时，过量的氨基会生成大量氨气，导致反应体系碱性过强，且容易导致副反应产生。

所以针对原料的配比进行了实验设计，选取不同的原料配比进行实验。原料配比分别选取氮磷摩尔比 1.00、1.05、1.10、1.15 进行实验，相应的其余条件固定不变，一级反应器温度设定为 160 ℃，转速设定为 260 r/min；二级反应器的温度设定为 190 ℃，转速设定为 30 r/min。产出物料自二级反应器出料后直接进入溶解槽进行后续处理。

所生产的聚磷酸铵液体肥样品分析结果见表 7。

表 7 不同氮磷比生产的聚磷酸铵液体肥样品分析结果

Table 7 Analysis results of APP liquid fertilizer samples produced with different nitrogen-phosphorus molar ratio

$n(\text{氮})/n(\text{磷})$	$w(\text{有效磷})/\%$	$w(\text{总氮})/\%$	pH	聚合率/ %	$w(\text{总养分})/\%$
1.00	36.95	10.33	6.6	72	47.28
1.05	37.48	11.22	6.7	85	48.70
1.10	36.74	11.84	6.9	73	48.58
1.15	37.12	10.98	6.7	80	48.10

由表 7 可知， $n(\text{氮})/n(\text{磷})$ 较小时，易出现尿素分解过度，导致产品中 N 含量不足。若 $n(\text{氮})/n(\text{磷})$ 大时，则物料在反应器中易过度发泡，导致物料渗漏或堵塞。同时，出于生产经济性考虑，在相同条件下，物料配比最优的情况是 $n(\text{氮})/n(\text{磷}) = 1.05$ ，因此在后续实验中固定 $n(\text{氮})/n(\text{磷}) = 1.05$ 。

2.3.2 温度的影响

反应温度是對此反应影响较大的因素之一，在实验过程中，将反应时的温度分区控制。

设定原料配比为 $n(\text{氮})/n(\text{磷}) = 1.05$ ，一级反

应器设定温度 160 ℃、转速 260 r/min，二级反应器设定温度 160 ~ 220 ℃，转速固定 30 r/min，产出的物料直接进入溶解槽溶解。所得聚磷酸铵液体肥产品部分分析结果见表 8。

表 8 二级反应器不同温度条件所得聚磷酸铵液体肥产品分析结果

Table 8 Analysis results of APP liquid fertilizer products under different temperature conditions in the second reactor

温度/℃	$w(\text{有效磷})/\%$	$w(\text{总氮})/\%$	pH	聚合率/ %	$w(\text{总养分})/\%$
160	37.41	10.98	6.7	74	48.39
180	37.84	11.73	6.9	82	49.57
200	36.81	10.76	6.8	81	47.57
220	37.66	11.02	6.7	79	48.68

二级反应器因为是大腔体反应器，有足够的空间进行反应发泡，同时其中的桨叶可以消泡。物料反应时，泡沫产生即被打破，如此会增加尿素分解率，并在一定程度上可以提高产品的聚合率。随着温度升高，聚合率先升高后降低，并于温度 180 ℃ 时最高。因此综合以上条件，选取 $n(\text{氮})/n(\text{磷}) = 1.05$ ，二级反应器温度 180 ℃，对接下来的停留时间进行实验研究。

2.3.3 停留时间的影响

停留时间关系到原料之间的反应程度。停留时间的调整是通过设备的转速调整来实现的，通常认为，物料在这类设备中，转速越快，停留时间越短。一级反应器依然设定为温度 160 ℃、转速 260 r/min，二级反应器温度设定为 180 ℃， $n(\text{氮})/n(\text{磷}) = 1.05$ ，考察二级反应器不同转速对实验结果的影响，结果见表 9。

表 9 二级反应器不同转速生产的聚磷酸铵液体肥样品分析结果

Table 9 Analysis results of APP liquid fertilizer samples under different rotational speeds in the second reactor

转速/ ($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)	$w(\text{有效磷})/\%$	$w(\text{总氮})/\%$	pH	聚合率/ %	$w(\text{总养分})/\%$
20	37.12	11.28	6.9	77	48.40
35	37.43	11.17	7.1	81	48.60
50	36.65	10.35	6.6	76	47.00
60	36.80	10.77	6.8	79	47.57

在实验中观察到，二级反应器中基本反应较为正常，不同停留时间的区别在于二级反应器出口处，产品的物料状态稍有不同，停留时间过长时，产品可能会从固态再次熔融变为流体状，此时的产品易缺 N，因此在后续溶解槽中需要通氨气来调节

pH同时进行N元素的补充。停留时间过短的话,则尿素可能分解不完全,在溶解以后可以根据pH进行调整,看情况确定是否需要通氨气。从聚合率指标来看,聚合率随转速增加先升高后降低,最终,选择转速35 r/min为最优条件。

3 结论

通过单因素实验与正交实验系统探究,明确了物料配比、反应温度及停留时间对产品质量的影响规律。最优工艺条件选取为 $n(\text{氮})/n(\text{磷})=1.05$,一级反应器温度160℃、转速260 r/min,二级反应器温度180℃、转速35 r/min,在此条件下可稳定制备聚合率达81%、 $w(\text{总养分})$ 为48.60%的11-37-0规格聚磷酸铵液体肥产品,且产品各项指标优异。

该连续化工艺展现出显著优势:流程简单紧凑,实现原料连续投入与产品连续产出,大幅度提升生产效率;通过精准调控关键参数,保障产品质量均一稳定,规避批次间质量波动。相较于传统的聚磷酸与合成氨生产聚磷酸铵液体肥料的工艺,该连续化工艺展现出显著优势。在合成温度上,反应热的利用率更高,传统工艺需要的聚合温度高达250~300℃,但连续法最高仅需180℃;在成本控制上,传统工艺的高品质清液型聚磷酸铵液体肥原料成本约5 000元/t,连续法原料成本仅需要4 250元/t;同时全流程反应时间由原有的4 h以上降至1 h以下,生产效率更高;过程可控性强,为自动化控制与工业化放大奠定基础。

该优化工艺可实现日产1.57 t 11-37-0规格聚磷酸铵液体肥。本研究成功验证了该连续工艺的可行性,所获得的优化参数对工业化放大生产具有重要的指导意义,为聚磷酸铵液体肥的高效、清洁、连续制造提供了可靠的技术路径。

[参考文献]

- [1] 许德军,钟本和,张志业,等.水溶性聚磷酸铵的制备及应用研究进展[J].化工进展,2021,40(1):378-385.

XU D J, ZHONG B H, ZHANG Z Y, et al. Research progress of

preparation and application of water-soluble ammonium polyphosphate[J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2021,40(1):378-385.

- [2] 彭晓云,魏亮.新型磷肥——农用聚磷酸铵发展现状及田间应用效果[J].磷肥与复肥,2024,39(5):49-52.

PENG X Y, WEI L. Development status and field application effects of a new type phosphate fertilizer—agricultural ammonium polyphosphate [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2024, 39 (5):49-52.

- [3] 亢飞龙,褚贵新.聚磷酸铵肥料生产工艺及其关键性状表征[J].磷肥与复肥,2018,33(9):13-18.

KANG L F, CHU G X. Manufacturing process of APP fertilizer and its key properties characterization [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2018,33(9):13-18.

- [4] 印华亮.农用聚磷酸铵的研发及应用[J].磷肥与复肥,2018,33(8):17-18.

YIN H L. Research and application of agricultural ammonium polyphosphate [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2018, 33 (8):17-18.

- [5] 赵文,高进华,解学仕,等.聚磷酸铵合成工艺评述及产品农用研究进展[J].磷肥与复肥,2019,34(10):25-27,31.

ZHAO W, GAO J H, XIE X S, et al. Review of ammonium polyphosphate production process and research progress in agricultural application of product [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2019,34(10):25-27,31.

- [6] 李文娟,曹明慧,杜鹏祥,等.液体聚磷酸铵在农业上的应用研究进展[J].山西农业大学学报(自然科学版),2022,42(3):72-79.

LI W J, CAO M H, DU P X, et al. Research progress on the application of liquid ammonium polyphosphate in agriculture [J]. Journal of Shanxi Agricultural University (Natural Science Edition), 2022,42(3):72-79.

- [7] 马培根,陶绍程,谢娟,等.农用低聚合度聚磷酸铵配伍研究[J].磷肥与复肥,2023,38(9):16-18.

MA P G, TAO S C, XIE J, et al. Study on compatibility of agricultural low polymerization degree APP [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2023,38(9):16-18.

- [8] 李建峰,孙文广,郑继亮.浅谈聚磷酸铵在液体肥料生产中的应用[J].新疆农业科技,2021(4):19-20.

- [9] 吴磊,赵勇,杨俊.聚磷酸铵在我国的发展前景探讨[J].磷肥与复肥,2023,38(9):45-48.

WU L, ZHAO Y, YANG J. Development prospect of APP in China [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2023, 38 (9) : 45-48.

- [10] 林明,印华亮.谈聚磷酸铵水溶液在液体肥料发展中的重要作用[J].企业科技与发展,2014(5):12-14.