



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

256367

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 126/08

(22) Přihlášeno 30 03 81
(21) PV 2356-81
(32) (31) (33) Právo přednosti od 29 03 80
/8001876/ Nizozemsko

(40) Zveřejněno 17 09 87

(45) Vydáno 15 02 89

(72) Autor vynálezu WILLEMS MICHAEL HENDRIK, KLOK JAN WILLEM, GELEEN /Nizozemsko/

(73) Majitel patentu UNIE VAN KUNSTMESTFABRIEKEN B.V., UTRECHT /Nizozemsko/

(54) Způsob výroby močovinných granulek

Způsob výroby granulek močoviny s dobrou rázovou houževnatostí tím, že se nechají kapky v podstatě bezvodé roztavené močoviny padat protiproudě se zřetelem na chladicí vzduch chladicí zónou, ve které se udržuje disperze krystalických částic o rozměrech 2 až 10 mikrometrů, s výhodou 4 až 8 mikrometrů, v množství 8 až 25 mg na m³ chladicího plynu. Očkovací částice se mohou získat drcením krystalické močoviny.

Vynález se týká způsobu výroby granulek močoviny.

Je známé vyrábět granulky močoviny rozprašováním prakticky bezvodé roztavené močoviny protiproudě se zřetelem na chladicí plyn v chladicí zóně, ve které jsou obsaženy pevné částice močoviny nebo částice jiného očkovacího materiálu, s výhodou ve formě koloidu nebo mlhy, viz například americký patentový spis číslo 3 450 804.

Zjistilo se však, že při použití tohoto známého způsobu se kapky mění v průběhu chlazení od povrchu dovnitř na omezený počet velkých krystalitů orientovaných prakticky stejným směrem, přičemž nejprve vytvořená povrchová blanka se v průběhu chlazení a tuhnutí zbytku granulky místně vsává dovnitř, takže se vytvářejí dutinky, jak je zřejmé na obr. 1. Proto mají také granulky malou rázovou houževnatost a při dopravě a zpracování takových granulek dochází ke vzniku prášku a prachu. Tento nedostatek se uplatňuje zvláště při přepravě sypkého materiálu, ke kterému dochází ve zvyšující se míře.

Nyní se zjistilo, že shora uvedenému nedostatku lze předejít a že se mohou vytvářet granulky s náhodnou orientací krystalitů a bez dutinek, jestliže se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic o rozměrech 2 až 10 mikrometrů a v množství 8 až 25 mg/m³ chladicího plynu.

Částice s rozměry menšími než 2 mikrometry nemají funkci očkovacího materiálu, jelikož jsou unášeny chladicím plynem okolo kapek, a proto je nezasahují. Může se použít částic větších než 10 mikrometrů, mají však stejné působení jako částice o velikosti 2 až 10 mikrometrů. Při použití takových částic je však nutné použít většího hmotnostního množství očkovacího materiálu. S výhodou se používá částic o rozměrech 4 až 8 mikrometrů.

Vedle závislosti na velikosti částic závisí také požadované množství očkovacího materiálu, i když v podstatně menší míře, na rozměru kapek rozstříkované roztavené močoviny. Pro výrobu močovinných granulek o průměru 1 až 3 mm se zjistilo jako dobré použít na m³ chladicího plynu 8 až 25 mg očkovacího materiálu o velikosti částic 2 až 10 mikrometrů. V takovém případě se počet částic na m³ chladicího plynu mění do 0,01 x 10⁹ do 4,5 x 10⁹; nižší popřípadě vyšší hodnota se týká očkovacího materiálu, jehož všechny částice mají průměr 10 nebo popřípadě 2 mikrometry.

Jakožto očkovacího materiálu se s výhodou používá částic močoviny. Mohou se získat drcením močovinných granulek nebo močovinných krystalů. K zajištění dobrého rozdrncení a toku v potrubí se mohou do krystalické močoviny, která se má drtit, přidávat prostředky proti spékání. Jakožto vhodné prostředky proti spékání se uvádějí vápenaté, hořečnaté, zinečnaté a hlinité soli vyšších mastných kyselin, hlinka, mastek, kalcit a sepiolit. Obzvláště vhodným prostředkem proti spékání pro tento účel je stearát vápenatý.

Tavenina, která se má rozprašovat, se může získat odpařením roztoku močoviny nebo roztavením močovinných krystalů. Jestliže se rozprašuje tavenina, která se získala roztavením močovinných krystalů, provádí se tavení s výhodou v blízkosti rozprašovací jednotky, například v horní části věže pro výrobu granulek, aby se v co největší míře předešlo vytváření biuretu. V takovém případě se krystaly vedou, s výhodou pneumaticky, do horní části věže pro výrobu granulek, tam se oddělí od transportního plynu použitím cyklonu a roztaví se. Podmínky, za kterých pracuje cyklon, se mohou volit tak, aby odváděný transportní plyn obsahoval částice o rozměrech v podstatě 2 až 10 mikrometrů. Takového odděleného transportního plynu, obsahujícího dispergované jemné částice močoviny, se pak může plně nebo částečně využít jako přísady k chladicímu plynu zaváděnému do chladicí zóny, takže je zapotřebí zavádět menší množství očkovacího materiálu, získaného drcením, pokud se takový drcením získaný očkovací materiál vůbec musí zavádět.

Při procesu tuhnutí rozprášených kapek za vzniku granulek se vytvářejí větší a/nebo menší krystality v závislosti na způsobu a rychlosti chlazení. Rázová houževnatost granulek

z menších krystalitů s náhodnou orientací je podstatně větší než granulek vytvořených z velkých krystalitů v podstatě se stejnou orientací. Vytváření malých krystalitů v granulcích se podporuje, jestliže při krystalizační teplotě přicházejí kapky do styku s větším množstvím jemných částic očkovacího materiálu, kteréžto jemné částice působí jakožto zárodky krystalů. Vztah mezi počtem krystalických zárodků a rázovou houževnatostí granulek se stanovil zkouškou pro granulek se středním průměrem d_{50} 2 mm /to znamená, že 50 % granulek má poloměr rovný 2 mm nebo větší než 2 mm/, s maximálním rozptylem průměru plus minus 40 %; výsledky této zkoušky jsou na obr. 2.

Na ose x je vynesena rázová houževnatost a na ose y počet krystalických zárodků na granulku. Rázová houževnatost se stanoví tímto způsobem: granulek se pneumaticky vrhají rychlostí 20 m/s a pod úhlem 45° proti ocelové desce, načež se stanoví procento granulek, které se při této zkoušce nerozlámou.

Z obr. 2 je zřejmé že k získání rázové houževnatosti 70 % je zapotřebí alespoň 10 očkovacích míst na granulku při d_{50} 2 mm. Je výhodné pokoušet se dosáhnout rázové houževnatosti alespoň 80 %. K tomuto účelu je zapotřebí minimálně 20 očkovacích míst na granulku při d_{50} 2 mm. V praxi to znamená, že na 1 000 kg roztavené močoviny, která se má zpracovat na granulek, je zapotřebí přibližně 0,125 až 0,375 kg močovinného prášku o velikosti částic 2 až 10 mikrometrů, aby se získaly granulek s poměrně dobrou až dobrou rázovou houževnatostí. Zjistilo se, že při vzrůstání relativní vlhkosti chladicího plynu je zapotřebí většího množství materiálu k udržení vhodné rázové houževnatosti.

Jakožto chladicího plynu je možno použít jakéhokoliv plynu inertního k močovinně, jako je například vzduch, dusík a oxid uhličitý. Zpravidla se používá vzduchu jakožto chladicího plynu. Uvedené množství očkovacího materiálu dostačí pro výrobu granulek při nejvyšší relativní vlhkosti vzduchu, jaká je možná.

Očkovací materiál se dodává do chladicí zóny na jednom nebo v několika místech a homogenně se disperguje v nejvyšší možné míře. Aby se mohla udržet disperze jemných částic močoviny v chladicí zóně, musí být tlak par chladicího vzduchu za všech místních atmosferických podmínek menší než tlak vodní páry močovinných částic nebo stejný jako tento tlak při teplotě chladicího vzduchu. Jestliže je tlak vodní páry chladicího vzduchu větší, močovinné částice se mohou dokonce rozpustit, takže se očkovací jev dokonale ztrácí. Místo zavádění očkovacího materiálu se proto volí tak, aby se chladicí vzduch v tomto místě zahřál do takového stupně, aby byl tlak vodní páry vzduchu menší než tlak vodní páry očkovacího materiálu nebo stejný jako tlak tohoto materiálu.

Proud vzduchu, zanášející očkovací materiál do chladicí zóny, musí mít ovšem nízký tlak vodní páry. K tomuto účelu se vzduch může předsušit nebo se může zahřát například na teplotu 50°C .

Kromě jemných močovinných částic se může jakožto očkovacího materiálu použít jiných krystalických látek. Jakožto příklady takových látek se uvádějí: křída, sádra a chlorid draselný. Jestliže se použije očkovacího materiálu odlišného druhu, získají se granulek močoviny, které jsou však znečištěny těmito cizími látkami a jsou proto méně vhodné pro některé účely. Jelikož jsou granulek, získané způsobem podle vynálezu, vytvořeny v podstatě z malých krystalitů, mají dobrou rázovou houževnatost. Takové granulek jsou na obr. 3.

Vynález je blíže objasněn následujícím příkladem, který však jeho rozsah nijak neomezuje.

Příklad 1

Ve věži na výrobu granulek o výšce 52 m se rozprašuje 40 000 kg/h 99,8% močovinné taveniny o teplotě 133°C za použití rotační lopatky pro výrobu granulek, jejíž otvor má průměr přibližně 1,3 mm. Na čtyřech místech obvodu věže pro výrobu granulek se dýmchá

směs vzduchu a močovinných částic o středním rozměru 4 mikrometry s rozptylem velikosti od 2 do 10 mikrometrů za použití trubek pomocí ejektoru, za tak homogenní dispergace jak je jen možné. Částice močoviny se získá drcením močovinných granulek, do kterých se podařilo 3 % hmotnostního stearátu vápenatého.

Rychlost dopravy v trubkách je 35 m/s; relativní vlhkost dopravního vzduchu je 30 %. Otvary pro zavádění očkovacího materiálu do věže pro výrobu granulek jsou 20 m pod rotační lopatkou.

Na dně chladicí věže se zavádí vzduchu protiproudě se zřetelem na rozstříkovanou močovinu v množství $600\ 000\ \text{m}^3/\text{g}$ a za vstupní teploty $20\ ^\circ\text{C}$. Množství očkovacího materiálu se při zkoušce mění a zkoušky se provádějí při různé relativní vlhkosti /RV/ chladicího vzduchu. Po každé zkoušce se odebere vzorek a zkouší se rázová houževnatost /RH/ vytvořených granulek. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

T a b u l k a

Zkouška číslo	RV	Množství očkovacího materiálu	Rh
	%	kg/h	%
1	94	5,0	62
2	96	7,4	72
3	93	9,7	78
4	90	11,9	78
5	63	3,1	78
6	63	5,9	83
7	59	8,8	85
8	64	13,6	87
9	> 90	-	10 až 20
10	< 90	-	50

Z tabulky je zřejmé, že pro dosažení stejné rázové houževnatosti je zapotřebí více očkovacího materiálu při vysoké relativní vlhkosti než při nízké relativní vlhkosti. Zkoušky číslo 9 až 10 dokládají, že bez přísady očkovacího materiálu je rázová houževnatost podstatně menší než při přidání očkovacího materiálu.

P ř í k l a d 2

Stejným způsobem, jako je popsáno v příkladu 1, se vyrábějí močovinné granulky za použití mleté křídý typu Durcal jakožto očkovacího materiálu. Velikost částí mleté křídý je v podstatě 2 až 10 mikrometrů. Očkovací materiál se zavádí do věže trubkou umístěnou u dna věže. Provádějí se zkoušky s mletou křídou Durcal-2 o sypné měrné hmotnosti $0,77\ \text{kg}/\text{dm}^3$ a Durcal-4 o sypné měrné hmotnosti $0,91\ \text{kg}/\text{dm}^3$.

Pro srovnání se za stejných podmínek provádí také zkouška s mletou krystalickou močovinou o sypné měrné hmotnosti $0,46\ \text{kg}/\text{dm}^3$ bez přísady látky proti spékání jakožto očkovacím materiálem. Relativní vlhkosti je 90 až 95 %. Rázová houževnatost /RH/ se stanoví běžným způsobem. Výsledky jsou uvedeny v tabulce.

T a b u l k a

Zkouška Množství očkovacího materiálu		Durcal-2	Durcal-4	Močovina
číslo	kg/h	RH	RH	RH
11 a/	5 až 10	69	70	83
b/	5 až 10	62	78	78
c/	30	-	88	-

Bez přísady očkovacího materiálu je rázová houževnatost granulek přibližně 50 %

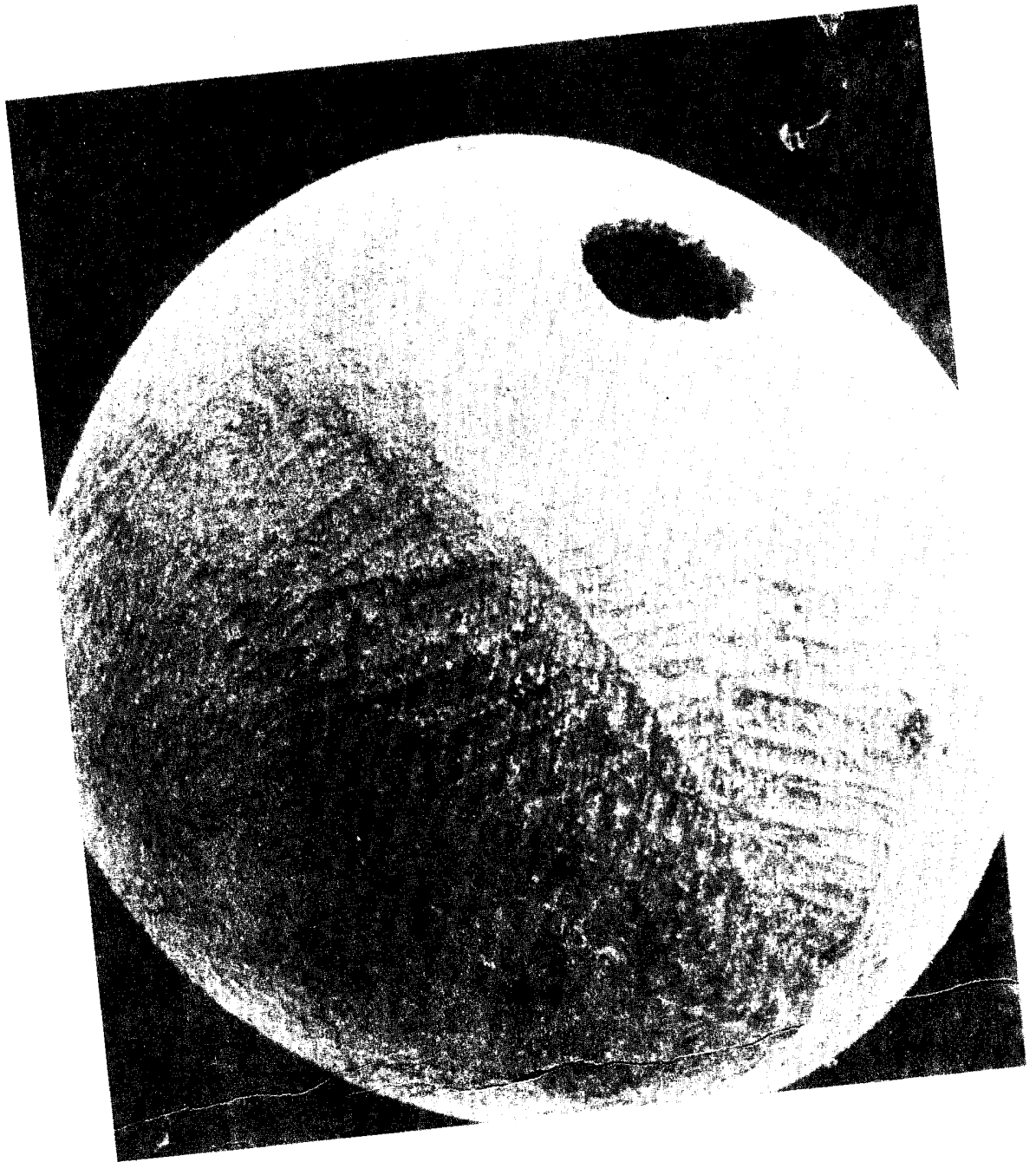
12 a/	5 až 10	62	69	82
b/	5 až 10	71	67	-
c/	30	78	-	-

Bez přísady očkovacího materiálu je rázová houževnatost granulek přibližně 53 %.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

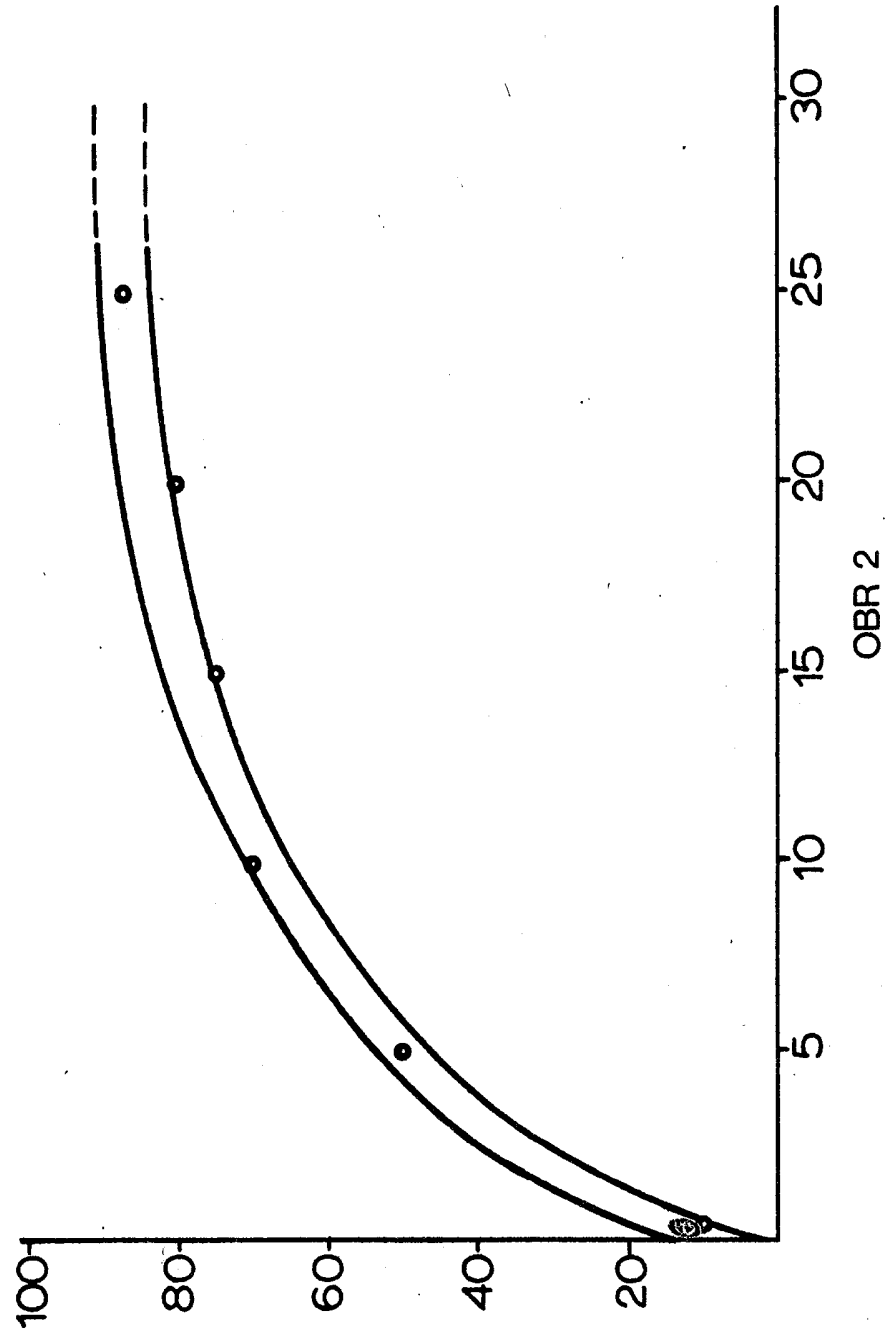
1. Způsob výroby močovinných granulek, při kterém se kapky v podstatě bezvodé roztavené močoviny nechávají padat protiproudě se zřetelem na chladicí plyn chladicí zónou, ve které je dispergován očkovací materiál, vyznačený tím, že se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic o rozměrech 2 až 10 mikrometrů v množství 8 až 25 mg na krychlový metr chladicího plynu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic o rozměrech 4 až 8 mikrometrů v množství 8 až 25 mg na krychlový metr chladicího plynu.
3. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačený tím, že se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic připravených drcením krystalické močoviny.
4. Způsob podle bodu 3, vyznačený tím, že se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic připravených drcením krystalické močoviny, do které se přidal prostředek proti spékání částic.
5. Způsob podle bodu 4, vyznačený tím, že se ve chladicí zóně udržuje disperze krystalických částic připravených drcením krystalické močoviny v přítomnosti vápenaté, hořečnaté, zinečnaté nebo hlinité soli vyšší mastné kyseliny, jílů, mastku, kalcitu nebo sepiolitu jakožto prostředku proti spékání částic.
6. Způsob podle bodu 1 až 5, vyznačený tím, že se částice zavádějí do chladicí zóny v jednom nebo v několika místech a homogenně se dispergují v chladicí zóně.
7. Způsob podle bodu 1 až 6, vyznačený tím, že se jakožto chladicího plynu používá vzduchu.
8. Způsob podle bodu 7, vyznačený tím, že se krystalické částice zavádějí do chladicí zóny v místě, kde je tlak vodní páry chladicího vzduchu menší než tlak vodní páry částic močoviny nebo kde je tlak vodní páry vzduchu stejný jako tlak vodní páry částic močoviny při teplotě chladicího vzduchu.

256367

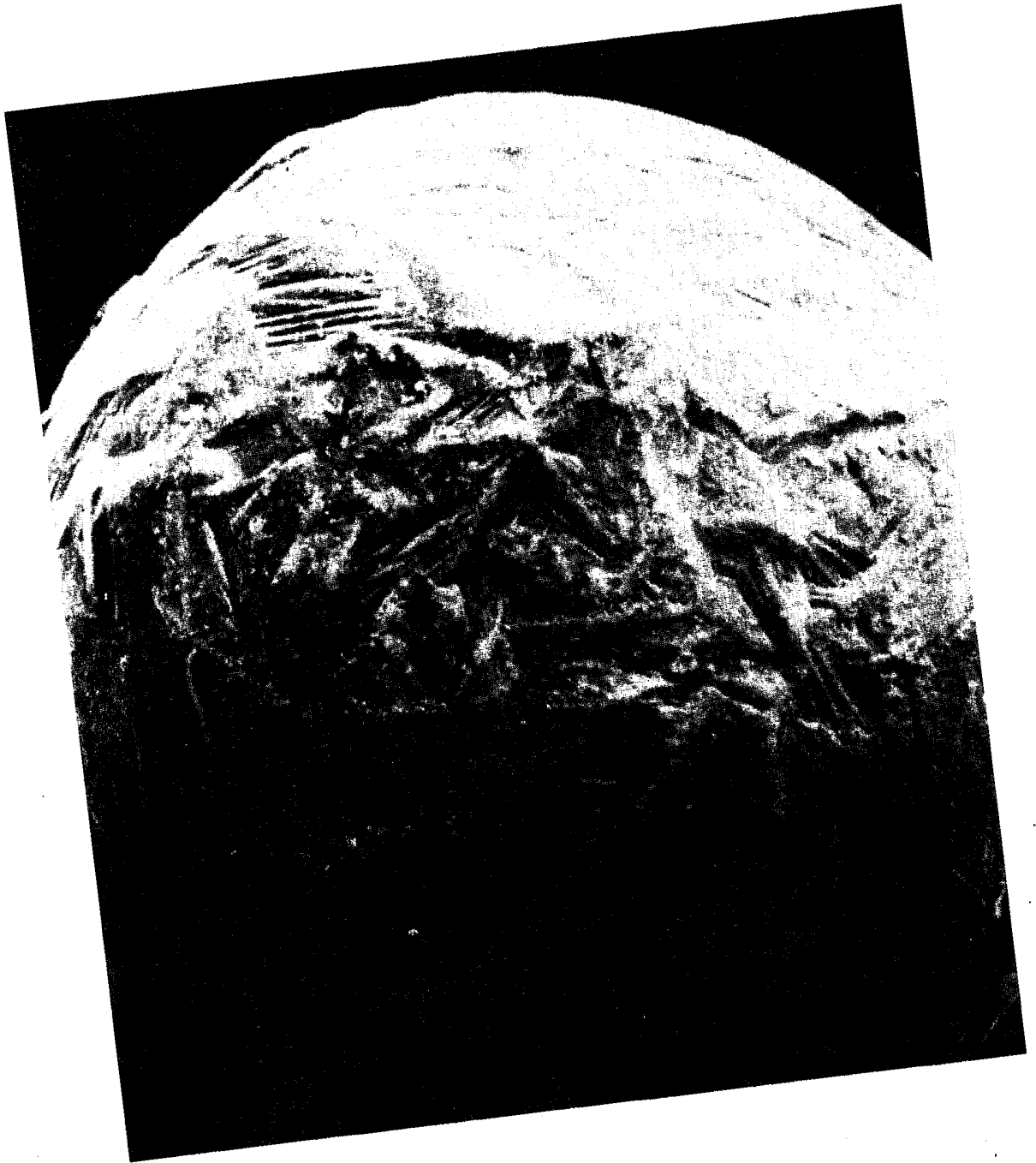


OBR 1

256367



256367



OBR 3

Severografia, n. p., MOST

Cena 2,40 Kčs