

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningskrift nr. 116 468

Int. Cl. C 05 c 1/02

Kl. 16 b-1/02

Patentsøknad nr. 160 956 Inngitt 17. XII 1965

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 31. III 1969

The Chemical and Industrial Corp., (a Corporation of Ohio), 256 McCullough Street, Cincinnati, Ohio 45226, USA.

Oppfinnere: Joshua Beamont Thompson, 306 Kootenay Avenue, Trail, British Colombia, Canada, og Gordon Charles Hildred, 7515 Seventh Street South West, Calgary Alberta Canada.

Fullmektig: Mag. scient. Knud-Henry Lund.

Fremgangsmåte for fremstilling av sterke, harde og røe gjødningsgranulater samt apparat for utførelse av fremgangsmåten.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av nitrogenholdige forbindelser i granulær form. Oppfinnelsen tilveiebringer spesielt en fremgangsmåte for fremstilling av ammoniumnitrat, urea og lignende nitrogenholdige forbindelser i form av granulat, som er karakterisert ved sitt lave fuktighetsinnhold, sin sterke og harde struktur, høy lastetthet og lav tendens til sammenkaking.

Fremgangsmåter for fremstilling av ammoniumnitratkorn, granulat eller pellets er velkjente, og er relativt mye brukt. Kjente fremgangsmåter innbefatter de hvor en konsentrert, f. eks. 95 pst., vandig oppløsning av ammoniumnitrat eller en i alt vesentlig vannfri smelte av ammoniumnitrat sprøytes inn i den øvre del av et tårn. Dråpene avkjøles og stivner mens de synker ned igjennom tårnet i motstrøm til en oppoverstigende kjølegass. Disse fremgangsmåter er eksemplifisert i U.S. patentene nr.

2 402 192, utstedt 18. juni 1946 og nr. 2 934 412, utstedt 26. april 1960. Granulater som er fremstilt ved disse fremgangsmåter må avkjøles og tørkes ved strengt regulerte betingelser for å ekstrahere fuktighet fra kjernene i granulatene uten å ødelegge den krystallinske struktur i skallet, og de fremstilte granulat er porøse med dårlige styrkekarakteristika og har glassaktig overflate, noe som gjør viderebehandling vanskelig.

Det er videre kjent at gjødningspellets kan fremstilles i en granulator ved å belegge bevegende partikkel av et kjemisk gjødningsstoff med en vandig suspensjon eller oppløsning av gjødningsstoffet. Modifikasjoner av denne type prosesser er diskutert i britisk patent nr. 822 969, publisert 4. november 1959, som beskriver en fremgangsmåte hvor oppløsninger av ammoniumnitrat, urea eller et salt av urea i konsentrasjoner på mellom 83 og 94 pst. sprøytes på et

granulert basismateriale, og i britisk patent nr. 894 773, publisert 26. april 1962, som beskriver en fremgangsmåte hvor gjødningsblandinger fremstilles ved å belegge gjødningspartikler med en vandig suspensjon som inneholder en vesentlig mengde faste gjødningsstoffer.

Man har funnet at denne «beleggingsmåte» har visse ulemper, spesielt ved fremstilling av ammoniumnitrat, urea og lignende nitrogenholdige pellets. Hvis man f. eks. skal behandle ammoniumnitrat, så begrenses temperaturen i tørkeluften av det lave smeltepunkt for partiklene, og av den tilstedeværende flytende fase som har en tendens til å svekke de belagte kjerner. Hvis partiklene siktes mens de er varme, så får man en vesentlig nedbrytning. Ved fremstillingen av ammoniumnitrat-pellets har man funnet at de pellets som fremstilles ved å sprøyte en konsentrert vandig oppløsning inn i en varm gass og over på ammoniumnitratkjerner, har en tendens til å være for svake til å kunne siktes, endog hvis de inneholder så lite som 0,35 pst. fuktighet når deres temperatur er over 80°C. Hvis produkttemperaturen holdes under 80°C, så begrenses mengden av flytende fase som kan tolereres i kjernesjiktet, og det blir da nødvendig å bruke mye større granuleringskar enn hva som trengs for samme produksjonshastighet av andre typer gjødningspellets med høyere smeltepunkt enn ammoniumnitrat.

Man har funnet at disse ulemper og de svake karakteristika som særpreger ammoniumnitrat, urea og lignende nitrogenholdige pellets, som er fremstilt ved disse fremgangsmåter, kan unngås ved fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse.

Fremgangsmåten for fremstilling av sterke, harde og røe gjødningsgranulater ifølge foreliggende oppfinnelse, omfatter tilveiebringelse og opprettholdelse av et sjikt av kontinuerlig bevegende faste partikler av et nitrogenholdig gjødningsstoff i granuleringssonen i et roterende kar med horisontalt forlenget granuleringsone og en avkjølingssone, føring av nevnte partikler gjennom nevnte granuleringsone fra dennes innløp til utløpet av samme; kontinuerlig løfting av de faste partikler fra nevnte sjikt til et øvre parti i nevnte granuleringsone og frigjøring av nevnte løftede partikler slik at det dannes en kontinuerlig vegg av fallende partikler som strekker seg vesentlig langs hele nevnte granuleringsone, og hvor det karakteristiske er som følger: sprøyting av en i alt vesentlig vannfri smelte av det nevnte nitrogenholdige gjødningsmiddel ved en temperatur på mellom 5 og 25°C over dens krystallisasjonstemperatur utover nevnte sjikt og inn i nevnte vegg av fallende partikler for beleggning av disse; samtidig kontaktning av den kontinuerlig fallende vegg av belagte partikler med en strøm av kjøleluft fra utløpet av kjølesonen til innløpet av granuleringssonen; kontinuerlig føring av nevnte partikler fra nevnte granuleringsone til nevnte avkjølingssone; føring av nevnte partikler gjennom nevnte avkjølingssone i kontakt med en strøm av kjøleluft; og uttaging av avkjølte og belagte partikler fra nevnte avkjølingssone.

Foreliggende fremgangsmåte har til hen-

sikt å oppnå ammoniumnitrat, urea eller lignende nitrogenholdige granulater med lavt fuktighetsinnhold; sterk og hard struktur; og med en partikkelstørrelse som er større og bedre dimensjonert enn hva som oppnås i kjente fremgangsmåter, i området —6 mesh (Tyler, 3,35 mm siktåpning) til +14 mesh (Tyler, 1,15 mm siktåpning), fortrinnsvis —6 mesh til +10 mesh (Tyler, 1,68 mm siktåpning).

Oppfinnelsen vil lettere kunne forstås ut fra følgende beskrivelse som ikke begrenser oppfinnelsen, og hvor det gjøres henvisning til de vedlagte tegninger, hvor:

Fig. 1 er et «flowsheet» som viser fremstillingen av granulater av en nitrogenholdig forbindelse, og hvor oppfinnelsens fremgangsmåte er inkorporert som et trinn;

Fig. 2 er en skisse i snitt og perspektiv av en foretrukket utførelse av et roterende granulerings- og avkjølingsapparat;

Fig. 3 er et endesnitt av det granulerings- og avkjølingsapparat som er vist på fig. 2, og

fig. 4 er et forstørret detaljsnitt av et løfteelement.

Med henvisning til figurene 2 og 3 angir tallet 10 et roterende granulerings- og avkjølingskar som er båret på hjul i boksene 11 og drevet av en motor gjennom en rekke hastighetsreduerende gir, som ikke er vist, hvorav det siste er tilpasset ringtannhullet 14 som går rundt karet. Karet er en forlenget, sylindrisk trommel som kan rotere omkring sin lengdeakse, og som har en horisontal hellingsvinkel på mellom 1 og 3°.

Det roterende kar 10 er laget av et stålskall og delt på tvers av ringen 15 i et granuleringskammer A og et kjølekammer B. Granuleringskammeret A utgjør en horisontalt, forlenget granuleringsone, hvor faste partikler av en nitrogenholdig forbindelse samtidig kontaktes med nevnte forbindelse i sprøytet, smeltet og vesentlig vannfri form, og kjøleluft; kjølekammeret B utgjør en horisontalt forlenget kjølesone. Karet kan roteres med en hastighet fra 4 til 12 omdreininger pr. minutt.

Skjønt foreliggende fremgangsmåte i det etterfølgende er beskrevet i detalj med spesiell henvisning til fremstilling av ammoniumnitrat i granulær form, så er det underforstått at denne beskrivelse kun er av illustrerende karakter, og at prosessen også kan anvendes med fordel i produksjonen av urea og lignende nitrogenholdige forbindelser i granulær form, som gjør disse produkter egnede som gjødningsmidler, dyrefôr og/eller industrielle kjemikalier.

Granuleringskammeret A er utstyrt med et rør 20 for tilførsel av finfordelte, faste partikler av ammoniumnitrat. Sprøytetilførselsrøret 21 er montert i en sentral åpning i enden av nevnte granuleringskammer, og er knyttet til en kilde for smeltet, vesentlig vannfritt ammoniumnitrat. Sprøytetilførselsrøret er utstyrt med en eller flere dyser — ikke vist — fra hvilke smeltet ammoniumnitrat sprøytes inn i kammeret i form av fine dråper, som vil treffe de nedfallende partikler samt sjiktpartiklene i det område hvor løfteskovlene kommer opp av det bevegelige sjikt. Løfteskovlene 22 er festet på innerveggen i granuleringskammeret fra et punkt nær, men ikke

helt inntil, innløpsenden til et punkt nær, men ikke helt inntil, ringen 15. Kjølekammeret B er også utstyrt med løfteskovler. Ved enden av kjølekammeret B er det plassert en nedløpsende 31 for uttak av de avkjølte granulater.

Luft med romtemperatur tas inn i kjølekammeret B ved uttaksenden for granulatene og tas ut gjennom røret 23 ved tilførselsenden av granuleringskammeret A. Med romtemperatur i denne forbindelse menes det temperaturen i atmosfæren omkring driftsmaskineriet eller i bygningen som omgir dette.

Den smeltede, vesentlig vannfrie nitrogenholdige forbindelse — som ammoniumnitrat eller urea — som er nødvendig i foreliggende fremgangsmåte, kan fremstilles på enhver hensiktsmessig måte. Som eksempel er det på fig. 1 vist en reaktor 40, hvor det på vanlig måte fremstilles en vandig ammoniumnitrat-oppløsning. Denne oppløsning føres til en eller flere fordampere — angitt ved tallet 41 — hvor ammoniumnitrat-konsentrasjonen øker til minst 98 pst. og fortrinnsvis til over 99 pst. ammoniumnitrat. Dette betyr at den vandige ammoniumnitratoppløsning omdannes til en i alt vesentlig vannfri ammoniumnitratsmelte. Fordamperen 41, som kan være av den vanlige filmtypen, og tilførselsledningen til granuleringskammeret holdes på en temperatur som ligger godt over smeltepunktet for ammoniumnitrat, slik at ammoniumnitratsmelten som tilføres sprøyterøret 21 er i flytende tilstand.

Ammoniumnitratgranulatene som tas ut fra karet 10 føres til en vanlig siktenhet 43, hvor man skiller ut for store og for små granulater. De passe store granulater føres til en supplerende kjøler 42 og kan deretter føres til en kondisjoneringsenhet for belegging, f.eks. med diatomit.

Kjøleluften fra kammeret 10 og den supplerende kjøler 32 føres til støvseparatorene 44 som kan være vanlige gassvaskere, hvor det medfulgte, støvfine ammoniumnitrat skilles ut før luften slippes ut i atmosfæren.

Det granulerings- og avkjølingskar 10 som ble brukt i de følgende prøver, hadde en lengde på 13,7 m, en ytre diameter på 2,60 m og en horisontal helling på 3,3 cm pr. meter lengde fra tilførsels- til utløpsenden. Karet ble rotert med en hastighet på 4 omdreininger/minutt mot klokken sett fra tilførselsenden. Skilleringen 15 ble plassert 4,9 m fra tilførselsenden og sto 61 cm perpendikulært ut fra veggen. Granuleringskammeret og kjølekammeret var utstyrt med ensartet plasserte løfteskovler av den type som er illustrert på fig. 4.

I den følgende beskrivelse innbefatter begrepet «kjerne» partikler av ammoniumnitrat, urea og lignende nitrogenholdige forbindelser som er mindre enn den minste forønskede produktstørrelse, dvs. mindre enn 1,68 mm i diameter, men ikke så små at de normalt vil bli ført med av kjølegassen. Tyngre partikler som av kjølegassen er ført ut fra granuleringssonen, gjenvinnes i luftkanalen 46 og tilføres gjennom fylletrakten 47 for resirkulering til granuleringssonen, som vist på fig. 1. Lettere partikler som medføres av kjølegassen og bæres forbi luft-

kanalen 46, gjenvinnes i separatoren 44 og gjenoppløses i den vandige oppløsning som tilføres fordampene.

Ved å innvinne de tyngre partikler i luftkanalen og returnere dem direkte til granuleringssonen, reduseres belastningen på separatoren 44, og mengden av materiale som skal gjenoppløses, holdes på et minimum. De lettere partikler bør naturligvis ikke returneres direkte til granuleringssonen, ettersom de da raskt igjen vil bli ført vekk av kjølegassen.

De foretrukne kilder for kjerner er de for store og for små partikler som innvinnes i siktenheten 43, foruten luftkanalpartiklene. På fig. 1 er det vist at de for små partikler føres direkte til tilførselsledningen 20. Det er fordelaktig at minst en del av de for store partikler føres til knuseren 45, hvoretter de knuste partikler sammen med de for små partikler føres til innløpsrøret 20. Uknuste, for store partikler gjenoppløses. Ved produksjon av ammoniumnitrat vil de uknuste, for store partikler bli gjenoppløst i den vandige ammoniumnitrat-oppløsning, som tilføres fordampningstrinnet slik det er vist på fig. 1. På lignende måte vil man ved fremstilling av urea gjenoppløse de uknuste, for store ureapartikler i den vandige ureaoppløsning som tilføres fordampningstrinnet.

Motstrømmen av kjøleluft som strømmer ut av den øvre ende på granuleringskammeret A fører med seg grovere og finere partikler fra veggen av fallende partikler samt fint støv, som er oppstått i innsprøytningsdysene og ved friksjon. De meget fine partiklene føres ut gjennom rør 23 og gjenvinnes i gassvaskeren 44. De gjenværende partikler sedimenteres i luftkanalen og samles opp på et transportbånd — ikke vist — og resirkuleres via ledningen 48 til tilførselsrøret 20, slik det er vist på fig. 1.

Disse finfordelte partikler, for små og knuste for store partikler, samt luftkanalpartiklene, danner sammen med allerede belagte kjerner det rullende sjikt og den fallende vegg i kontaktsonen. Et overskudd på for store partikler utover det som er nødvendig for kjernedannelse kan oppløses og returneres til fordampene 41.

Volumet av det rullende sjikt eller graden av fylling i granuleringssonen, som regulerer den tillatelige mengde av flytende fase i sjiktet, reguleres av flere faktorer som størrelsen, den horisontale hellingsgrad samt rotasjonshastigheten på granuleringskammeret, foruten effektiviteten på løfteskovlene 22, produksjonshastigheten, temperaturen på smelten samt kjøleluftens kjølekapasitet.

Under drift opprettholdes det et forønsket sjikt volum i granuleringskammeret A og de individuelle partikler i sjiktet føres gjennom kammeret A inn i en konstant bevegelig tilstand på grunn av apparatets rotasjon. Løfteskovlene fører kjernene til den øvre region av granuleringssonen, hvor de frigjøres og faller ned som en kontinuerlig foss av individuelle partikler på en slik måte at de fyller mest mulig av tverrsnittet i granuleringssonen i hele dens lengde.

Den i alt vesentlige vannfrie, smeltede nitrogenholdige forbindelse sprøytes inn i form av smeltede dråper, som så treffer nevnte foss av

kjerner, og noen av dråpene treffer og blir pålagt de faste partikler ettersom disse faller ned. Mesteparten av den innsprøytete smelte treffer og pålegges de faste partikler på overflaten av det bevegelige sjikt. Det flytende belegget blir videre fordelt på partiklene i sjiktet på grunn av partiklenes rullende bevegelse.

Forstøvningen av smelten for å få en ensartet utsprøytnings over et betydelig overflateareal med det nødvendige gjennomgangsvolum, har vist seg å være viktig ved fremstillingen av ensartede dimensjonerte granulater med de forønskede fysiske karakteristika. For kraftig forstøvning av smelten resulterer i for mange fine partikler som ikke vil granulere, mens utilstrekkelig forstøvning av smelten resulterer i dannelsen av store dråper, som overfukter overflaten av kjernene og forårsaker agglomerering av partiklene. Det er ønskelig at forstøvningsdysene plasseres i en forut bestemt optimal avstand, f.eks. 25 til 35 cm fra granuleringssjiktet. Hvis forstøvningsdysene ligger for langt fra overflaten av sjiktet, så vil sprøytetråpene lett størkne, eller man vil få et uregelmessig formet produkt på grunn av ujevn pålegging. På den annen side, hvis forstøvningsdysene ligger for nær sjiktet, så vil sprøytetettheten, dvs. kg/m² pr. minutt, bli for stor, og vil forårsake agglomerering og sammenklebing av kjernene.

Man har funnet at konsentrasjonen og temperaturen på den sprøytete smelte er viktig. Smelten bør inneholde minst 98 pst. av den nitrogenholdige forbindelse. Ved lavere konsentrasjoner er det vanskelig, for ikke å si umulig, å unngå agglomerering av kjernene og høy resirkuleringsbelastning ved praktiske produksjonshastigheter. Fortrinnsvis bør konsentrasjonen være minst 99 pst., dvs. mellom 99 og 99,5 pst. Konsentrasjoner høyere enn 99,6 pst. er dyrere å fremstille og er ikke nødvendige.

Ammoniumnitrat og urea sprøytes inn ved temperaturer på mellom 5 og 25, fortrinnsvis 10°C over deres krystallisasjonstemperaturer. Det oppstår driftsvanskeligheter hvis smelte-temperaturer ligger utenfor dette område. Det er viktig at temperaturen reguleres meget nøyaktig langs hele tilførselsledningen av smelten, for å unngå at smelten stivner, men det er også viktig at det sprøytete materiale forblir flytende lenge nok til at kjernene blir jevnt belagt. Hvis smeltetemperaturen ligger over nevnte område, så vil man foruten unødvendig oppvarming og avkjøling få uregulerbar agglomerering i granuleringssonen. En smelte som inneholder 98 pst. ammoniumnitrat har f.eks. en krystallisasjonstemperatur på 149°C. Smelten bør derfor sprøytes inn ved en temperatur på minst 154°C og fortrinnsvis ved 159°C. En smelte som inneholder 99,5 pst. ammoniumnitrat, har en krystallisasjonstemperatur på 163°C, og bør sprøytes inn ved en temperatur på 173°C. Dysene arrangeres slik at de dekker hele granuleringssonens lengde og rettes fortrinnsvis inn mot de løfteskovler som er dekket av det bevegelige sjikt og de nedfallende partikler, for å unngå væskekontakt med bare løfteskovler.

Kjøleluft ved atmosfæretemperatur, dvs.

mellom 5 og 30°C, tas inn i kjølekammeret B og strømmer inn i og gjennom granuleringskammeret A i motstrøm til sjiktet partiklene. Strømningshastigheten på kjøleluften reguleres, slik at man får tilstrekkelig kjøling til at belegget av sprøytet smelte på kjernene størkner, etter at man har fått ensartet belegning og før partikkelagglomerering har oppstått. Man har funnet at luft som kommer inn i granuleringskammeret A med en temperatur på mellom 45 og 80°C og forlater nevnte kammer ved temperaturer mellom 60 og 90°C, gir optimal granulering, og tillater at granulatet kan tas ut av kjølekammeret B ved temperaturer på mellom 40 og 70°C, fortrinnsvis mellom 40 og 60°C. Under de prøver som er angitt i de etterfølgende eksempler, ble det for en total kjølevegg på 180 tonn granulert ammoniumnitrat pr. dag, hvorfra det ble innvunnet 60 tonn produktgranulater med et forut bestemt dimensjonsområde, tilført luft ved atmosfæretemperatur på 17°C med en hastighet på 170 m³/minutt (0°C og 760 mm kvikksølvtrykk). Den nødvendige kjøling for den vannfrie smeltefilm på kjernene bestemmes av hvor mange grader dens temperatur ligger over krystallisasjonstemperaturen, samt den varmemengde som frigjøres ved krystallisasjonen. Krystallisasjonsvarmen for 99,5 pst. ammoniumnitrat er f.eks. 17,2 kalorier pr. gram.

Hensikten med kjøleluften i granuleringssonen er å fjerne varme fra ammoniumnitrattet, slik at dette størkner og herder. Mesteparten av den lille vannmengde som er tilstede i smelten fordampes øyeblikkelig når smelten størkner, og varmeinnholdet i smelten vil gi den nødvendige fordampningsvarme. Den dannede vanddamp føres ut av trommelen med kjølegassen. Gassen kan imidlertid ikke gi varme til fordampning av fuktighet, ettersom gassen alltid er mye kaldere enn den innsprøytete smelte. Som angitt ovenfor, så er maksimumstemperaturen på gassen 90°C og minimumstemperaturen på den sprøytete smelte 154°C, dvs. en forskjell på 64°C. Gasstemperaturen ligger derfor alltid minst 60°C lavere enn temperaturen på den innsprøytete smelte.

Man oppnår de mest effektive resultater av påsprøytningen og av den kjøling som tilveiebringes av luften ved romtemperatur, hvis utformingen av løfteskovlene i granuleringskammeret er slik at fordelingen av de fallende partikler er så ensartet som mulig i hele det vertikale tverrsnittsområde av granuleringssonen, slik at «kanaldannelse» i kjølegassen reduseres til et minimum.

Viktigheten av avkjølingen i foreliggende fremgangsmåte fremgår av det faktum at granulatene føres direkte fra granuleringssonen til avkjølingssonen, og at avkjølingssonen er minst like lang eller opptil 2 ganger lengre enn granuleringssonen. Granuleringskammeret som utgjør granuleringssonen er bare en seksjon av et roterende kar, som er delt i to seksjoner av ringen 15, som sikrer en passende dybde i sjiktet av kjerner. Ringen 15 er fortrinnsvis fremstilt av to eller flere ringformede bånd med avtagende diameter, og hvert ringformet bånd er

sammensatt av fjernbare sektorer som kan boltes eller festes til hverandre og til sektorer i andre ringformede bånd. På denne måten kan bredden på ringen 15, dvs. hvor meget ringen står ut fra innerveggen på det roterende kar 10, forandres og dermed gi tilsvarende forandringer i dybden på sjiktet av kjerner, noe som igjen regulerer oppholdstiden for nevnte kjerner i granuleringssonen. De granulater som tas ut fra avkjølingssonen siktes og produktgranulatene, dvs. de granulater som ligger innenfor det forønskede dimensjonsområde, føres til en supplerende kjøler for avkjøling til 25°C før kondisjonering og pakking.

De følgende eksempler illustrerer de resultater som ble oppnådd i drift med den foreliggende fremgangsmåte.

Eksempel 1.

Ovennevnte apparat med en supplerende kjøler 42 før siktenheten 43 var i drift i en 10 dagers periode hvor produksjonen nådde et maksimum på mellom 50 og 60 tonn pr. dag av ammoniumnitratgranulater i det dimensjonsområde som er angitt i tabell 3. Sjiktvekten under drift i dette eksempel var 4100 kg. Forholdet mellom resirkulerte for store og for små ammoniumnitratpartikler og partikler innen det forut bestemte dimensjonsområde var i middel 1,8:1, dvs. 1,8 tonn resirkulerte partikler pr. tonn produktgranulater innen det forut bestemte dimensjonsområde.

I tabellene 1 og 2 er det angitt data som illustrerer relativt stabile driftsforhold. I denne prøve anvendte man helcone sprøytedyser av «Fulljet» injektortypen med en 5,2 mm stor åpning.

Tabell 1.

Granulator-kjøler							
NH ₄ NO ₃ %	Krystallisasjonstemperatur °C	Sprøytetrykk kg/cm ²	Sprøytetemperatur °C	Kjøleluft		Salttemperatur °C ut	Fuktighetsinnhold i produktgranulater
				inn	ut		
1. 99,5	163	1,46	176	17°	65°	45°	.05%
2. 99,4	162	1,28	174	18°	66°	47°	.04%

Tabell 2.

Supplerende kjøler.

	Kjøleluft temperatur °C		Salttemperatur °C i produktut	Fuktighetsinnhold i produktgranulater	Produkt-kg/minutt			Forhold resirkulert/produkt
	inn	ut			For store	Produkt	Resirkulert*)	
1.	17°	36°	19°	.05%	8,15	38	65,5	1.7 : 1
2.	18°	38°	26°	.03%	3,2	33,6	64,5	1.9 : 1

*) Resirkulert innbefatter for store granulater som i denne prøve ikke ble resirkulert som tørr-tilførsel.

Eksempel 2.

Prøver av produktet fra eksempel 1 ble sammenlignet med prøver av kommersielt tilgjengelig granulert ammoniumnitrat, som var fremstilt ved to forskjellige fabrikker med vanlige sprøytetårn. Sammenligninger ble gjort med hensyn til lastetetthet, siktanalyser, rundhet (bestemt ved pst. partikler som rullet fra toppen til bunnen av et hellende plan), hardhet og tendens til sammenkavning (bare korttidsprøve). Resultatene som er angitt nedenfor viser at granulatene, som er fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte;

- (b) kan oppnås i større størrelser enn hva som kan fremstilles ved tårngranulering;
- (c) er vanligvis runde og bedre sammenlignet med tårngranulert produkt i dette henseende;
- (d) er hardere individuelt enn konvensjonelt fremstille ammoniumnitratgranulater; og
- (e) har mindre tendens til sammenkavning enn ammoniumnitrat-tårngranulater.

De bedre fysiske karakteristika ved ammoniumnitratgranulater fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte sammenlignet med tilsvarende egenskaper for konvensjonelt fremstille granulater, er illustrert i tabell 3.

- (a) har større lastetetthet enn tårngranulater, noe som tillater bruk av mindre sekker ved pakking;

Tabell 3.

	Foreliggende fremgangsmåte		Konvensjonell fremgangsmåte	
			Fabrikk A	Fabrikk B
Lastetetthet kg/liter	0,86		0,78	0,76
Siktanalyse	Mesh	%	%	%
(i prosent)				
Standard Tyler sikt	+6	0,4	—	—
	+8	51,5	0,3	1,2
	+10	94,7	58,5	54,3
	+12	97,1	78,5	74,7
	+14	98,9	93,4	88,7
	+20	99,7	98,5	96,6
	+28	99,8	99,2	98,8
	+35	99,9	99,5	99,6
	+100	99,9	99,7	99,8
	÷ 100	0,1	0,3	0,2
Rundhet				
(prosent ÷ 8 mesh (2,33 mm) til +10 mesh (1,65 mm) partikler som rullet til bunnen av det hellende plan)		17,5	21,4	9,0
Hardhet				
(vekt i gram for å knuse 50% av partiklene fra rundhetsprøven)		1840	750	1060
Sammenkalkning				
Kakebruddstyrke, kg	10,0 ± 2,7	20,8 ± 2,7	16,8 ± 2,7	
diatomit-pålegningsnivå, %	2,5	2,7	3,9	

Bemerk: Adhesjon av diatomit-tilsetning til granulater fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte opp til 3 pst. er godt.

Utsiktede for små og knuste for store partikler ble kontinuerlig tilsatt ved tilførselsenden, og smeltet ammoniumnitrat ble tilsatt ved hjelp av smelteinnsprøytingen. Belagte granulater ble kontinuerlig ført mot og over ringen 15 og inn i kjølekammeret B, og etter å ha passert dette ble de tatt ut for viderebehandling.

På samme måte som beskrevet i detalj ovenfor med henvisning til fremstilling av ammoniumnitrat, kan granulater av urea fremstilles ved å sprøyte en overopphetet smelte av i alt vesentlig vannfri urea ved en temperatur på mellom 5 og 25, fortrinnsvis 10°C over sin krystallisasjonstemperatur, ut over et sjikt av faste ureapartikler, mens man samtidig kontakter partiklene og smelten med en strøm av kjøleluft. Som med ammoniumnitrat, sprøytes ureasmelten inn i en konsentrasjon på minst 98 pst., og fortrinnsvis på minst 99 pst. urea, dvs. mellom 99 og 99,5 pst. Normalt vil luft ved romtemperatur være

tilfredsstillende for kjøling, men nedkjølt luft kan også brukes, hvis dette er ønskelig.

Følgende eksempel illustrerer de resultater som ble oppnådd i drift med foreliggende fremgangsmåte ved fremstilling av granulært urea.

Eksempel 3.

Et granulerings-avkjølingsapparat av den type som er illustrert på fig. 2, ble anvendt for kontinuerlig fremstilling i løpet av 24 timer av 1,3 tonn pr. time ureagranulater som lå innenfor det forønskede dimensjonsområde fra —7 +8 mesh (Standard Tyler sikt), dvs. 2,8 mm i diameter.

Granulator-kjøleren 10 var 7,5 m lang, diameteren var 1,5 m og hellingsvinkelen var 1,9 cm/meter, og rotasjonshastigheten var 5,2 omdreininger/minutt. Ringen 15 som skiller granuleringskammeret A fra kjølekammeret B var plassert 2,7 m fra tilførselsenden på kammeret A og sto 35,4 cm ut fra innerveggen i kammeret. Granuleringskammeret A var utstyrt med løfteskovler av samme type som beskrevet i forbindelse med ammoniumnitrat-fremstillingen. Vekten av ureapartiklene i kammeret A var 1 tonn.

Smeltet, i det vesentlige vannfri urea ble i kammeret A med en hastighet på 4,55 kg/minutt sprøytet ut over det rullende sjikt og inn i den fallende vegg av partikler i kammeret A. Luft av romtemperatur ble med en hastighet på 51 m³/minutt (0°C og 760 mm kvikksølvtrykk) tilført kjølekammeret B og ført gjennom dette og kammeret A i motstrøm til ureapartiklene. Kjøleluften ble fra kammeret A ført til en gassvasker av Doyle-typen for å innvinne finpartikler av urea, og ble deretter sluppet ut i atmosfæren. Det ble ikke anvendt noen supplerende kjøler.

Ureagranulatene som ble tatt ut fra kjølekammeret B, ble siktet, og de hvis størrelse var 2,8 mm, dvs. de som gikk gjennom en sikt på 7 mesh men ble holdt igjen av en sikt på 8 mesh, ble samlet opp for kondisjonering og pakking. Minus 8 mesh-materialet ble resirkulert direkte til granuleringskammeret. Pluss 7 mesh-materialet ble knust, og det resulterende fine materiale ble resirkulert. Forholdet resirkulert materiale til produkt var 6 til 1.

I tabell 4 er det angitt data som angår fremstillingen av urea med henvisning til eksempel 3, og disse data tilsvare de som i tabell 1 ble angitt for fremstillingen av ammoniumnitrat. Tilsvarende angår data i tabell 5 de fysiske karakteristika ved ureagranulater fremstilt ifølge eksempel 3, og tilsvare de data som for ammoniumnitrat ble angitt i tabell 3 med henvisning til eksempel 2. Det fremgår fra siktanalysen i tabell 5 at ureagranulatene alle ligger i størrelsesområdet fra —6 til +14 mesh (dvs. med en diameter på mellom 1,17 og 3,31 mm), og nesten alle ligger innenfor det foretrukne størrelsesområde fra —6 til +10 mesh (dvs. med en diameter på fra 1,65 til 3,31 mm).

Tabell 4.

Driftsbetingelser i granulator-kjøler.

Urea	Krystallisa- sjonstemp. °C	Sprøytetrykk kg/cm ²	Sprøytetemp. °C	Kjøleluft temperatur °C		Ureatempe- ratur °C	Fuktighets- innhold i pro- dukt ÷ %
				Inn	Ut	Ut	
99,5	132	3,36	146	17-24	45	16-24	0,03-0,04

Tabell 5.

		Fore- liggende frem- gangs- måte	Vanlig granu- lerings- måte (anvendt vannfri urea)
Lastetethet kg/liter		0,755	0,745
<i>Siktanalyse</i>	<i>Mesh</i>	%	%
(i %) Standard	+6	—	—
Tyler sikt	+8	36,7	—
	+10	99,8	11,9
	+12	> 99,9	37,6
	+14	—	75,4
	+20	—	97,6
	+28	—	99,3
	+35	—	99,6
	+100	—	99,7
	÷ 100	—	0,3
<i>Rundhet</i>			
(% ÷ 8 mesh (2,33 mm) til +10 mesh (1,65 mm) partikler som ruller til bunnen av et hellende plan)		20,2	23,9
<i>Hardhet</i>			
(Vekt i gram for å knuse 50% av partiklene fra rundhetsprøven)		1610	600
<i>Sammenkaking</i>			
Kakebruddstyrke (kg)		1,59 ± 0,45	1,72 ± 0,45
Leirebeleggsnivå, %		2,0	2,0

tendensene for de to ureaprodukter viser ingen betydelig forskjell.

Fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse har en lang rekke viktige fordeler fremfor tidligere kjente fremgangsmåter for fremstilling av ammoniumnitrat, urea og lignende nitrogenholdige forbindelser i granulær form. Nitrogenholdige forbindelser som med fordel kan behandles med foreliggende fremgangsmåte er de som smelter uten dekomponering ved relativt lav temperatur, dvs. under 250°C. Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer en fremgangsmåte for fremstilling av gjødningsgranulater som er grovere og mer ensartet dimensjonert enn de som på økonomisk basis kan fremstilles i et konvensjonelt sprøytetårn. Det fremstilles et hardere produkt med større pakketetthet, noe som muligens skyldes kontraksjonseffekten, som oppstår når suksessivt smeltede lag størkner på en kjølig, fast og tørr kjerne. Man har f. eks. fremstilt ammoniumnitratgranulater så harde som 2600 g, noe som er vist i tabell 3. Ettersom disse nitrogenholdige forbindelser normalt underkastes betydelig behandling og friksjon under transportering og/eller blanding med andre gjødningsstoffer, så er det spesielt fordelaktig med høy hardhet. Skjønt de fremstilte granulater vanligvis er runde, så har deres overflate en ru og irregulær tekstur som er tydelig forskjellig fra den vanligvis glassaktige overflate på konvensjonelt fremstilte granulater.

Den ru overflate på granulatene som fremstilles ved fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse, gir god adhesjon overfor kondisjoneringsforbindelser som leire og diatomit. Disse kondisjoneringsmidler er ikke nødvendige for alle de formål som produktene fremstilt ifølge foreliggende oppfinnelse anvendes for, men anvendes vanligvis i forbindelse med ammoniumnitrat og urea-gjødningsprodukter for å redusere sammenkakingstendensen i produktet under lagring. Granulatene fremstilt ifølge foreliggende oppfinnelse er større enn konvensjonelt fremstilte granulater, og ettersom de har mindre overflateareal pr. vektenhet, så trenger de ikke så mye kondisjoneringsmiddel som tårnfremstilte granulater. Nitrogeninnholdet i gjødningsstoffet kan derfor være høyere med oppfinnelsens granulater enn med tårngranulater.

Apparatet ifølge foreliggende oppfinnelse hvor granuleringskammer og kjølekammer er inkorporert i en enkel roterende trommel, istedenfor i to separate tromler, gir også en lang rekke fordeler. Man trenger mindre rom, mindre

De resultater som er angitt i tabellene 4 og 5 viser at ureapartikler, som er fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte, er større, hardere og mer ensartede enn de som er fremstilt ved tårngranulering. Visuell undersøkelse viser at overflaten på de urea-granulater som er fremstilt i foreliggende fremgangsmåte har en relativt ru og irregulær tekstur sammenlignet med den glatte overflate på vanlige urea-granulater. Rundheten, lastetettheten og agglomererings-

utstyr og lavere kapital enn hva som er nødvendig for to tromler, foruten at driftskostnadene er lavere. Videre har man den fordel at man får hardere og rundere granulater med lav agglomereringstendens, noe som skyldes den kontinuerlige røring av granulatenes ettersom disse avkjøles via en plastisk til en fast, hard tilstand før de tas ut fra apparatet. Denne harde, faste tilstand gir effektiv sikting og effektiv knusing av de for store granulater. Ved å føre luft av romtemperatur gjennom avkjølingssonen før den kommer inn i granuleringssonen, oppnås den fordel at dagsvariasjoner i vær-situasjonen ikke vil ha noen innflytelse på temperatur-reguleringen i granuleringskammeret. Det overføres tilstrekkelig varme fra granulatenes til luften idet denne passerer kjølekammeret, til at man unngår for sterk avkjøling av den utsprøytete smelte i granuleringskammeret.

Patentkrav:

1. Fremgangsmåte for fremstilling av sterke, harde og røe gjødningsgranulater, omfattende tilveiebringelse og opprettholdelse av et sjikt av kontinuerlig bevegende faste partikler av et nitrogenholdig gjødningsstoff i granuleringssonen i et roterende kar med en horisontalt forlenget granuleringszone og en avkjølingssone, føring av nevnte partikler gjennom nevnte granuleringszone fra dennes innløp til utløpet av samme; kontinuerlig løfting av de faste partikler fra nevnte sjikt til et øvre parti i nevnte granuleringszone og frigjøring av nevnte løftede partikler slik at det dannes en kontinuerlig vegg av fallende partikler som strekker seg vesentlig langs hele nevnte granuleringszone, karakterisert ved følgende trinn: sprøyting av en i alt vesentlig vannfri smelte av det nevnte nitrogenholdige gjødningsmiddel ved en temperatur på mellom 5 og 25°C over dens krystallisasjonstemperatur ut over nevnte sjikt og inn i nevnte vegg av fallende partikler for belegging av disse; samtidig kontakting av den kontinuerlig fallende vegg av belagte partikler med en strøm av kjøleluft fra utløpet av kjølesonen til innløpet av granuleringssonen; kontinuerlig føring av nevnte partikler fra nevnte granuleringszone til nevnte avkjølingssone; føring av nevnte partikler gjennom nevnte avkjølingssone i kontakt med en strøm av kjøleluft; og uttaking av avkjølte og belagte partikler fra nevnte avkjølingssone.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at luft-temperaturen alltid holdes minst 60° under temperaturen på den smelte som sprøytes ut over partiklene i granuleringssonen.

3. Fremgangsmåte ifølge hvilken som helst av kravene 1—2, karakterisert ved at avkjølingsluften bringes inn i avkjølingssonen med en temperatur i området 5—30°C, og føres inn i granuleringssonen med en temperatur i området 45—80°C, og føres ut av granuleringssonen med en temperatur i området 60—90°C.

4. Apparat for fremstilling av faste granulater som angitt i krav 1—3, karakterisert ved kombinasjonen av: en forlenget trommel (10) montert for rotasjon omkring sin lengdeakse og hvor nevnte akse har en hellingsvinkel fra 1 til 3° i forhold til horisontalplanet, og hvor nevnte trommel har, en innløpsende med en sentral tilførselsåpning (24) og en utløpsende med en uttaksåpning (31); anordninger (11, 14) for rotering av nevnte trommel med en hastighet på fra 4 til 12 omdreininger pr. minutt; en tilbakeholdelsesring (15) som i nevnte trommel rager ut fra trommelens innervegg i en forutbestemt lengde, og deler opp nevnte trommel i et granuleringskammer (A) og et avkjølingskammer (B), og hvor nevnte ring definerer en sentral åpning mellom nevnte granuleringskammer og nevnte avkjølingskammer og er plassert ved minst $\frac{1}{3}$ og ikke mere enn en halvpart av trommellengden fra innløpsenden; en luftkanal (46) ved innløpsenden av trommelen som omfatter nevnte tilførselsåpning, og som står i forbindelse med et utløpsrør (23); tilførselsrør (20) som går igjennom nevnte luftkanal og igjennom nevnte tilførselsåpning (24) inn i granuleringskammeret for tilførsel av faste partikler i nevnte kammer, og dannelse av et sjikt av disse i kammeret, løftestaver (22) langs veggen av trommelen i granuleringskammeret og kjølekammeret, sprøytetilførselsrør (21) som går gjennom nevnte luftkanal og nevnte sentrale tilførselsåpning og inn i og langs granuleringskammeret, åpninger (24, 31) for føring av kjøleluft gjennom trommelen fra utløpsenden til innløpsenden, og for å føre nevnte kjøleluft fra trommelen gjennom utløpsrøret (23) i luftkanalen, og en renne (31) ved trommelens utløpsende for utmating av de avkjølte, faste granulater.

5. Apparat ifølge krav 4, karakterisert ved at det er slik utformet at tilbakeholdelsesringen (15) kan skiftes ut med tilbakeholdelsesringer hvor den indre diameter har større eller mindre dimensjoner.

Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 104 876.

U.S. patent nr. 2 926 079 (71—64), 3 092 489 (71—64).

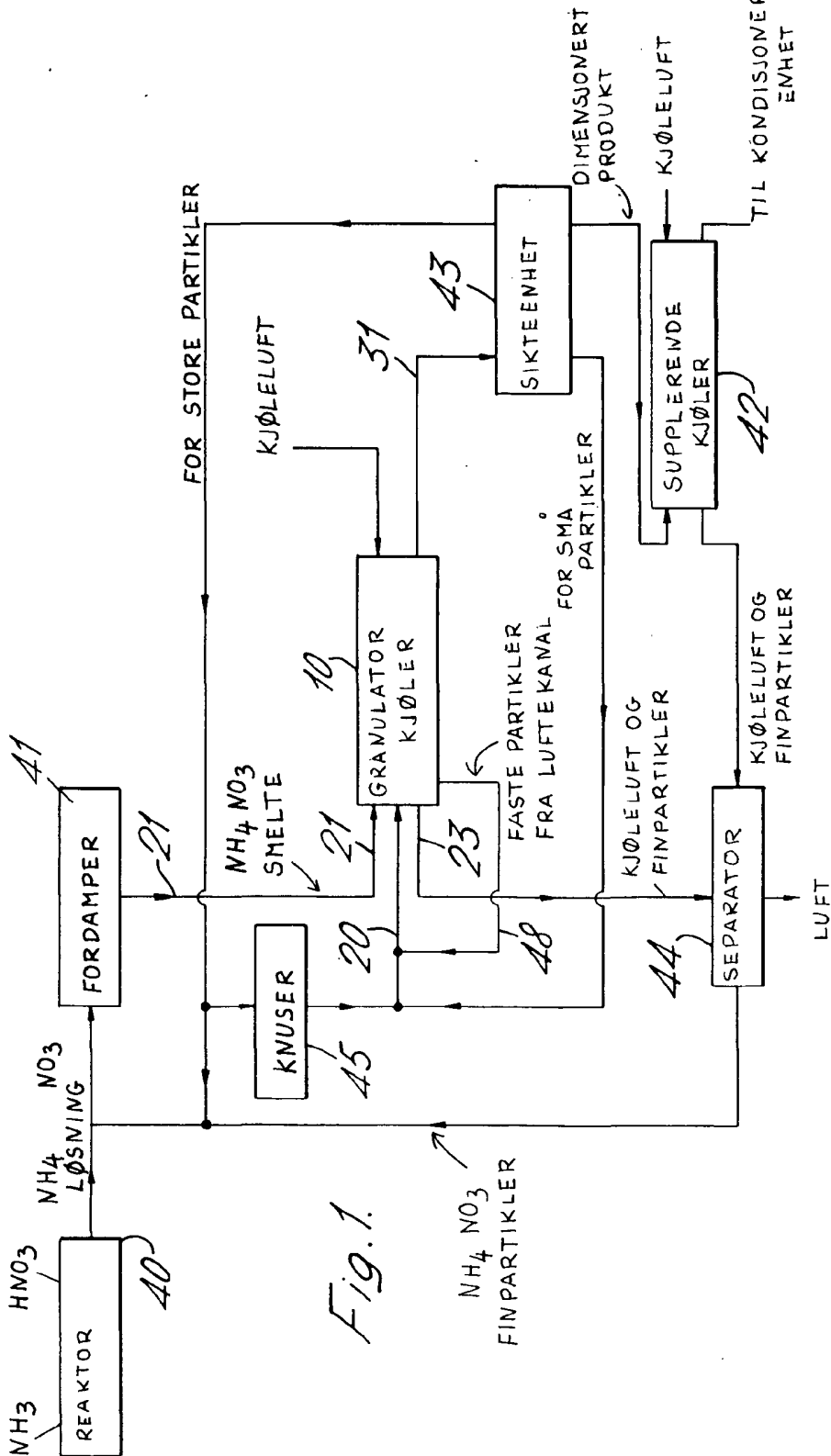


Fig. 1.

116468

