



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: B01 J
B01 D

2/16
1/18

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑪

645 034

⑳ Gesuchsnummer: 1607/80

㉔ Anmeldungsdatum: 25.02.1980

㉓ Priorität(en): 03.03.1979 HU MA 3117

㉒ Patent erteilt: 14.09.1984

㉑ Patentschrift
veröffentlicht: 14.09.1984

㉑ Inhaber:
MTA Müszaki Kémiai Kutató Intézet, Veszprém
(HU)

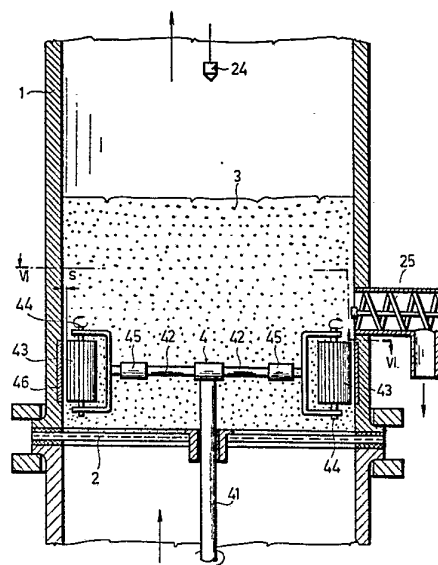
㉒ Erfinder:
Dencs, Béla, Veszprém (HU)
Ormös, Zoltan, Veszprém (HU)
Pataki, Karoly, Veszprém (HU)

㉓ Vertreter:
Rottmann Patentanwälte AG, Zürich

㉑ Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen von aus dem Trockensubstanzgehalt einer Lösung oder Suspension gebildetem Granulat.

㉒ Nach dem Verfahren wird die zu verarbeitende Lösung oder Suspension auf die Oberfläche oder in den Innenraum einer Schicht eingesprüht. Diese Schicht besteht aus den eigenen Teilchen des gelösten oder suspendierten Stoffs und wird mit Hilfe von warmen Gasen, insbesondere mit Luft im fluidisierten Zustand gehalten. Das Körnchenmaterial, das dem Masse-Strom des Trockensubstanzgehaltes der eingesprühten Flüssigkeit entspricht, wird aus der fluidisierten Schicht kontinuierlich abgeleitet. Zur Herstellung des Produktes erwünschter Teilchengrößenverteilung werden die in der fluidisierten Schicht entstehenden schwebenden Materialteilchen durch eine vorgewählte und einstellbare Öffnung durchgezogen und damit einer zerkleinernden mechanischen Beanspruchung unterworfen.

Die Vorrichtung besitzt einen Granulierbehälter (1) und eine Zerkleinerungsvorrichtung (4), welche im Innenraum des Behälters (1) in der fluidisierten Schicht über dem Behälterboden (2) angeordnet ist. Die Zerkleinerungsvorrichtung (4) weist Reibrollen (43) auf, die mit einer Reibfläche (46) zusammenwirken. Die Spaltöffnung (5) zwischen den Reibrollen (43) und der Reibfläche (46) ist einstellbar.



PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen von aus dem Trockensubstanzgehalt einer Lösung oder Suspension gebildetem Granulat bestimmter, gewünschter Korngrößenverteilung, wobei die zu verarbeitende Lösung oder Suspension auf die Oberfläche und/oder in das Innere einer Schicht eingesprüht wird, welche Schicht aus den Körnern des gelösten oder suspendierten Materials besteht und mit Gas in einem Wirbelbett im fluidisierten Zustand gehalten wird, wobei ferner eine dem Trockensubstanzgehalt der eingesprühten Flüssigkeit entsprechende Menge gekörnten Materials aus der fluidisierten Schicht kontinuierlich abgeführt wird, dadurch gekennzeichnet, dass die in der fluidisierten Schicht befindlichen, dort entstehenden bzw. vorhandenen und wachsenden, schwebenden Materialkörnern in der fluidisierten Schicht selbst durch mindestens einen einstellbaren Spalt kontinuierlich durchgezogen und dadurch einer zerkleinernden mechanischen Beanspruchung unterworfen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die in der fluidisierten Schicht entstehenden schwebenden Materialkörnern durch einen Spalt bzw. durch Spalte durchgezogen werden, der bzw. die in der fluidisierten Schicht räumlich veränderlich angeordnet ist bzw. sind.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die räumliche Anordnung des Spalts bzw. der Spalte in der fluidisierten Schicht periodisch verändert wird.

4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einem das Wirbelbett aufnehmenden Granulierbehälter (1), wenigstens einem Flüssigkeitszerstäuber (24) zum Versprühen der Lösung oder Suspension auf oder in das Wirbelbett, einer an den Granulierbehälter (1) angeschlossenen Ausbringeinheit für das Granulat und einer in dem Granulierbehälter (1) innerhalb des Bereichs des Wirbelbettes angeordneten Zerkleinerungsvorrichtung (4), die ein Zerkleinerungswerkzeug aufweist, welches über eine Antriebswelle drehend antreibbar ist, dadurch gekennzeichnet, dass das Zerkleinerungswerkzeug (4) wenigstens eine drehbare Reibrolle (43) ist, welche radial im Abstand von der Antriebswelle (41) angeordnet ist und welche um einen Durchtrittsspalt (S) vorbestimmter Mindestspaltweite im Abstand von einer mit der Reibrolle (43) zusammenwirkenden Reibfläche (46) angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Reibrolle (43) zur Einstellung der Spaltweite des Durchtrittsspaltess mittels einer Verstellvorrichtung (45) verstellbar ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Antriebswelle (41) mit einstellbarer Drehzahl angetrieben ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Zerkleinerungsvorrichtung (4) wenigstens zwei Reibrollen (43) aufweist, die mit der an der zylindrischen Wand des Granulierbehälters (1) oder an dessen Behälterboden (2) ausgebildeten Reibfläche (46) zusammenwirken und am Ende von an der gemeinsamen Antriebswelle (41) angebrachten, quer zu dieser verlaufenden Mitnehmerarmen (42) freilaufend drehbar gelagert sind.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Reibrolle (43) bzw. die Reibrollen (43) quer zur Rollennachse (44) federnd nachgiebig abgestützt sind.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass an der Antriebswelle (41) ein die Granulatkörner in den Weg der Reibrollen (43) leitender Blattrührer (47) befestigt ist.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen von aus dem Trockensubstanzgehalt einer Lösung oder Suspension gebildetem Granulat bestimmter gewünschter Korngrößenverteilung, wobei die zu verarbeitende Lösung oder Suspension auf die Oberfläche und/oder in das Innere einer Schicht eingesprüht wird, welche Schicht aus den Körnern des gelösten oder suspendierten Materials besteht und mit Gas in einem Wirbelbett im fluidisierten Zustand gehalten wird. Ferner wird eine dem Trockensubstanzgehalt der eingesprühten Flüssigkeit entsprechende Menge gekörnten Materials aus der fluidisierten Schicht kontinuierlich abgeführt. Zum Gegenstand der Erfindung gehört ferner eine Vorrichtung zur Ausführung des vorgeschlagenen Verfahrens.

Die Gewinnung des Trockensubstanzgehaltes von Lösungen bzw. Suspensionen erfolgt im allgemeinen in mehreren Teilschritten. Die Abtrennung von gut kristallisierbaren Komponenten aus der Lösung erfolgt auch im einfachsten Fall in drei Schritten, welche die Kristallisation, die Abtrennung und die Trocknung umfassen. Falls die Teilchengrößenverteilung des so hergestellten Feststoffes nicht oder nur teilweise den Anforderungen entspricht, so muss das Vorgehen um weitere Schritte erweitert werden. Die Kristalle müssen fraktioniert werden, die Teilchen unterhalb der Massengrenze müssen in den Kristallisationsprozess zurückgeführt werden (z. B. Rücklösung oder Rückführung als Kristallkeime) bzw. die Kristallkörner oberhalb der Massengrenze müssen zerkleinert werden. Es kommt häufig vor, dass der Anteil der Kristallteilchen unterhalb der Massengrenze sehr gross ist oder infolge der Materialeigenschaften bzw. der technologischen Merkmale ausschliesslich mikrokristallines Material entsteht. Die Ausbildung der zweckentsprechenden Korngrösse erfolgt häufig in einem Formungsvorgang, welcher die Granulierung umfasst. Im Falle von Lösungen kann wiederum die Eindickung vor der Kristallisation die Einführung zusätzlicher Vorgänge bedeuten.

Die Zerstäubungstrocknung eignet sich zur Gewinnung von Trockensubstanzgehalten von Lösungen bzw. zerstäubbaren Suspensionen. Die Teilchengrösse der durch Zerstäubungstrocknung hergestellten Feststoffe ist ausserordentlich klein (im allgemeinen zwischen 10 und 400 µm), und in zahlreichen Fällen ist auch hier ein weiterer Vorgang, die Anwendung der Granulierung erforderlich, um die erforderliche Teilchengrösse herzustellen. Die Zerstäubungstrocknung ist vor allem für die Verarbeitung von hochkonzentrierten Lösungen ökonomisch, so dass die Lösung vor der Zerstäubungstrocknung meist eingedickt wird. Im gegebenen Fall kann also auch die Zerstäubungstrocknung nur zusammen mit anderen, ergänzenden Operationen (z. B. Eindampfung, Granulierung) eine geeignete Technologie darstellen.

Neben den als Beispiel erwähnten Technologien werden natürlich auch andere Technologien zur Gewinnung des Feststoffgehaltes von Lösungen verwendet, aber die überwiegende Mehrzahl dieser Verfahren besteht aus mehreren Teioperationen. Die gleiche Feststellung trifft für die Gewinnung des Trockensubstanzgehaltes von Suspensionen zu (z. B. Filtration – Trocknung – Zerkleinerung oder Granulierung; Zerstäubungstrocknung – Granulierung usw.).

In den letzten Jahren wurde das Fluidisationsverfahren zur Gewinnung des Trockensubstanzgehaltes von Lösungen bzw. Suspensionen in Form von Granulaten (gekörnerten Stoffen) immer häufiger verwendet. Dieses Verfahren ermöglicht es im Gegensatz zu den aus mehreren Schritten bestehenden Technologien, aus Lösungen bzw. Suspensionen im kontinuierlichen Betrieb Granulate in einem Arbeitsgang (in einer Anlage) herzustellen.

Die Körnchenbildung aus Lösungen (bzw. Suspensionen) in gasfluidisierten Schichten (nachfolgend kurz als di-

rekte Körnchenbildung bezeichnet) erfolgt in bekannter Weise wie folgt: In einer kontinuierlich arbeitenden Fluidisationsanlage wird durch strömendes Gas gekörntes Material im fluidisierten Zustand gehalten. Die Materialqualität des gekörnten Materials entspricht der Materialqualität der in der Lösung (bzw. der Suspension) befindlichen Komponente. Die zu verarbeitende Lösung (bzw. Suspension) wird auf die Oberfläche der so hergestellten fluidisierten Schicht (bzw. ins Innere der Schicht) gesprüht. Die eingesprühten Flüssigkeitströpfchen gelangen auf die Oberfläche der ständig beweglichen Teilchen. Unter Einfluss des warmen Gases verdampft das Lösungsmittel (bzw. das Suspensionsmittel) von der Oberfläche der mit Flüssigkeit benetzten Teilchen und wird zusammen mit dem herausströmenden Gas aus der Anlage entfernt. Der Trockensubstanzgehalt der Lösung (bzw. der Suspension) bleibt an der Oberfläche der Körnchen in der fluidisierten Schicht zurück. Das Körnchenmaterial, das dem Massestrom des Trockensubstanzgehaltes der eingesprühten Flüssigkeit entspricht, wird aus der fluidisierten Schicht kontinuierlich abgeleitet.

Wird die direkte Körnchenbildung hinsichtlich der Wirtschaftlichkeit mit der Zerstäubungstrocknung verglichen, so lässt sich feststellen, dass, wenn die Flüssigkeitsverdampfung (Wasserverdampfung) weniger als 500 kg/h beträgt, die Kosten der Verdampfung von 1 kg Flüssigkeit (Wasser) durch direkte Teilchenbildung niedriger liegen als durch Zerstäubungstrocknung. Die Investitionskosten der Fluidisationsanlage betragen rund die Hälfte der Investitionskosten der Zerstäubungstrocknungsanlage. Durch Vergleich von Anlagen gleicher Produktionskapazität wurde festgestellt, dass der Raumbedarf der Fluidisationsanlage und dementsprechend die Grösse der zusätzlichen Investitionen (Gebäude, Gestelle usw.) ebenfalls wesentlich niedriger ist (Christmann, G.: Chem. Anlagen Verfahren 1, 42–43, 1973; Kaspar, J., Rosch, M.: Chem. Ing. Techn. 45, 736–739, 1973). Im Zusammenhang mit dem ökonomischen Vergleich der beiden Verfahren sei noch erwähnt, dass die beiden Verfahren hinsichtlich der Korngrösse nicht gleiche Qualitäten liefern. Das im Zerstäuber getrocknete Material muss noch granuliert werden, um eine annähernd gleiche Teilchengrösse zu erhalten, wie bei der direkten Körnchenbildung. Die Kosten der Granulierung wurden allerdings beim ökonomischen Vergleich nicht berücksichtigt.

Die grundlegende Bedingung der industriellen Anwendbarkeit der direkten Körnchenbildung ist die Realisierung des stationären Betriebszustandes, darunter die Sicherung der stationären Korngrössenverteilung des Produktes. Die Abmessungen der in der fluidisierten Schicht befindlichen Teilchen werden durch das aus der Lösung (bzw. der Suspension) abgelagerte Material allmählich gesteigert. Diese Art des Körnchenzuwachses ist die Bildung der Oberflächenschichten. Gleichzeitig geht die Agglomeration der Körnchen mit flüssigkeitsbenetzter Oberfläche vonstatten, wodurch eine schnelle Zunahme der Teilchengrösse entsteht. Das Grundprinzip der aus der Literatur bekannten Methoden zur Bildung von stationären Teilchengrössenverteilungen beruht auf der Tatsache, dass die erwähnten Prozesse der Zunahme der Masse durch die Einführung bzw. Schaffung von kleinen Körnchen (Grundkörnchen) in geeigneten Mengen kompensiert werden müssen.

In der Praxis hat sich am meisten die Eindosierung von Körnchen bewährt. Im einfachsten Fall wird ein gewisser Teil der aus der Anlage austretenden Granulate direkt (DBR Patentschrift Nr. 2 363 334) oder nach Zerkleinerung (Wolkow, W. F. u. Mitarb.: Chim. Prom. 42, 450–453, 1966) kontinuierlich in die fluidisierte Schicht zurückgeleitet. Zweckmässiger ist die Lösung, nach der das aus der Anlage austretende Granulat fraktioniert wird und die Teilchen, die

unter einer bestimmten Grösse liegen, zurückgeführt werden (Schachowa, N. A. u. Mitarb.: Chim. Prom. 44, 446–448, 1966; 49, 299–301, 1973; 49, 690–694, 1973; Kaspar, J., Rosvh, M.: Chem. Ing. Techn. 45, 736–739, 1973). Ähnliche praktische Bedeutung besitzt das Verfahren, bei dem die Körnchen oberhalb einer bestimmten Grösse nach Zerkleinerung in die fluidisierte Schicht zurückgeleitet werden (britische Patentschrift Nr. 1 381 480). Eine bekannte und häufige Lösung ist die Kombination dieser beiden letztgenannten Methoden, wobei die Körnchen, die kleiner als die untere Massgrenze des Produktes sind, direkt und die Körnchen, die grösser als die obere Massgrenze des Produktes sind, nach Zerkleinerung (und Sortierung) in die fluidisierte Schicht zurückgeleitet werden (DBR Patentschrift Nr. 2 263 968; USA-Patentschrift Nr. 3 475 132).

Eine andere, weniger gebräuchliche Methode der Schaffung der stationären Teilchengrössenverteilung beruht auf dem Zerkleinerungsprozess infolge der Schwankung der Oberflächentemperatur der in der fluidisierten Schicht befindlichen Körnchen (Todws, O. M.: Krist. Tech. 7, 729–753, 1972). Diese Erscheinung lässt sich wie folgt erklären: Das Körnchen in der «trockeneren» Zone der fluidisierten Schicht gelangt in die Zerstäubungszone, wo es mit Flüssigkeitsriesel in Kontakt kommt, der wesentlich kälter ist als die Temperatur des Körnchens. Die Körnchenoberfläche kühlt sich plötzlich ab. Infolge der unterschiedlichen Temperatur- und Dilatationsverhältnisse an der Oberfläche und im Inneren des Körnchens tritt Zerkleinerung auf. In bestimmten Fällen konnte man auch mit Hilfe dieser Methode einen stabilen stationären Prozess erzeugen (Koslowskij, W. W. u. Mitarb.: Chim. Prom. 46, 122–123, 1970; Nalimow, S. P. u. Mitarb.: Sh. Prikl. Chim. 43, 581–586, 1970).

Beide beschriebenen Methoden der Bildung einer stationären Teilchengrössenverteilung besitzen zahlreiche Nachteile. Im Falle von Teilcheneindosierung müssen verschiedene Zusatzeinrichtungen verwendet werden. Solche sind z. B. die kontinuierliche Fraktionierungsanlage, der kontinuierliche Feststoffdosierer, die kontinuierliche und regelbare Zerkleinerungsanlage, die pneumatische Feststofftransportanlage (bzw. andere Anlagen zum Transport von Feststoffen) usw. Trotzdem lässt sich die stationäre Teilchengrössenverteilung nur innerhalb von relativ engen Grenzen regeln. So kann den variablen Wünschen nur schwer oder in manchen Fällen gar nicht entsprochen werden. Es darf auch nicht ausser acht gelassen werden, dass die Feststoffrückführung die Produktivität senkt. Die Geschwindigkeit der Zerkleinerungsprozesse infolge der Schwankungen der Oberflächentemperatur ist nur dann hinreichend gross genug, um eine stationäre Korngrössenverteilung zu induzieren, wenn die Schichttemperatur hoch ist (180–250 °C). Dieser Faktor schränkt den Kreis der zur Verarbeitung geeigneten Stoffe stark ein, da die Gewinnung von solchen Komponenten, die unterhalb dieser Temperatur schmelzen oder sich zersetzen, unter stationären Bedingungen nicht möglich ist. Die relativ hohe Schichttemperatur ist ferner hinsichtlich der Energieanwendung und der Produktivität ebenfalls nachteilig.

Zweck der Erfindung ist, ein Gasfluidisationsverfahren und eine entsprechende Vorrichtung vorzuschlagen, mit der gekörntes Material (Granulat) entsprechend den unterschiedlichen Qualitätsanforderungen mit der gewünschten Teilchengrössenverteilung aus Lösungen bzw. Suspensionen hergestellt werden kann, und zwar in einer einzigen, kontinuierlich betriebenen Fluidisationsanlage unter stationären Bedingungen, ohne dass das entstandene gekörnte Material einer nachträglichen Weiterverarbeitung – z. B. Fraktionierung, Zerkleinerung, Zurückführung eines Teils der aus der Schicht austretenden Feststoffe usw. – unterworfen werden müsste.

Dieses Ziel kann durch ein Verfahren erreicht werden, welches die im unabhängigen Anspruch 1 aufgeführten Merkmale aufweist.

Die dazu geeignete Vorrichtung weist die Merkmale des Anspruches 4 auf.

In der vorgeschlagenen Weise wird erreicht, dass die physikalischen Merkmale (Korngrösse, Feuchtigkeitsgehalt) des entstandenen festen Materials bereits in der fluidisierten Schicht ausgebildet und den Erfordernissen entsprechend geregelt werden. Es ist nicht erforderlich, das aus der Fluidisationsanlage abgeleitete gekörnte Material einer Nachbehandlung (z. B. Fraktionierung, Zerkleinerung, Feststofftransport und -dosierung usw.) zu unterwerfen. Aus diesem Grunde genügt eine einfache Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens, welche Vorrichtung sehr leicht betrieben werden kann. Gleichzeitig nimmt aber die spezifische Produktivität der Vorrichtung zu, weil es nicht erforderlich ist, einen Teil des herausfliessenden festen Materials zurückzuführen bzw. eine hohe Schichttemperatur zu produzieren. Die Investitions- und Betriebskosten der Vorrichtung (unter Berücksichtigung der Kostenfaktoren der Zerkleinerungselemente und des Antriebsmotors) nehmen beträchtlich ab.

Die Korngrösse des Produktes kann in einem relativ breiten Intervall von etwa 0,2 bis 5,0 mm mit Hilfe von sehr einfachen Methoden (durch Veränderung der Abmessungen oder der Anzahl der Rollen bzw. durch Veränderung der Spaltöffnung(en)) zuverlässig geregelt werden. Die Korngrösse kann gleichzeitig durch Erhöhung oder Reduzierung der Umdrehungszahl des Zerkleinerungsorgans kontinuierlich, auch während des Betriebes verändert werden. Der Hauptteil des austretenden gekörnten Materials (etwa 90%) ist je nach den Zerkleinerungsparametern unterschiedlich, befindet sich aber in einem sehr engen Massbereich (z. B. 0,2–0,8 mm, 0,6–1,6 mm, 1–2,5 mm usw.), was hinsichtlich der Weiterverarbeitung der Verpackung bzw. der Anwendung von grossem Vorteil ist.

Die Anwendbarkeit des Verfahrens wird durch die physikalischen Kenngrössen der zu verarbeitenden Stoffe (z. B. niedriger Schmelzpunkt bzw. niedrige Zersetzungstemperatur) nicht eingeschränkt.

Das Verfahren kann auf zahlreichen Gebieten der chemischen Industrie und der verwandten Industrien zur Herstellung von Intermediär- und Endprodukten verwendet werden. Anwendungsbeispiele sind die Gewinnung von Wirkstoffen und die Herstellung von Granulaten mit Wirkstoff- und Füllstoffgehalt für die spätere Tablettierung in der pharmazeutischen Industrie, die Herstellung von wirkstoff- und trägermaterialhaltigen granulierten Endprodukten in der Pflanzenschutzmittelindustrie, auf anderen Gebieten der organisch-chemischen Industrie, Gewinnung von verschiedenen Enzymen in Form von Granulaten aus den Fermentsäften, Herstellung von granulierten Ein- und Mehrkomponentenkunstdüngern in der Kunstdüngerindustrie, Gewinnung von verschiedenen anorganischen Salzen in der anorganisch-chemischen Industrie, Gewinnung der Ausgangsmaterialien bzw. der Grundmischungen von keramischen Stoffen der Nachrichtentechnik aus Suspensionen sowie Herstellung von verschiedenen Erzeugnissen der Lebensmittelindustrie (z. B. Instantkakaogranulat). Die Aufzählung ist selbstverständlich nicht vollständig.

Das Wesentliche der Erfindung soll nun anhand von einigen beispielhaften Ausführungsformen der Vorrichtung in Zusammenhang mit den Zeichnungen sowie anhand von praktischen Beispielen eingehend erläutert werden. Es zeigen:

Fig. 1 eine flussdiagrammartige Schalt- und Anordnungsskizze der Vorrichtung und deren Hilfseinheiten,

Fig. 2 eine Schnittzeichnung eines Granulatbehälters mit Zerkleinerungsorganen,

Fig. 3 eine Schnittzeichnung einer anderen Ausführungsform mit anderen Zerkleinerungsorganen,

Fig. 4 einen Schnitt entlang der Linie IV–IV der Fig. 3, Fig. 5 einen Schnitt entlang der Linie IV–IV der Fig. 3 als Variante mit quadratischem Querschnitt,

Fig. 6 einen Schnitt entlang der Linie VI–VI der Fig. 2, wobei ein zusätzlicher Blattmischer dargestellt ist, und

Fig. 7 einen Schnitt entlang der Linie IV–IV in der Fig. 3, ebenfalls versehen mit zusätzlichem Blattmischer.

In Fig. 1 ist die kontinuierliche Herstellung von aus dem Trockensubstanzgehalt einer Lösung oder Suspension gebildetem Granulat bestimmter gewünschter Korngrössenverteilung dargestellt. In einem zylindrischen Granulierbehälter 1 befindet sich die fluidisierte Schicht 3 des gekörnten Materials auf dem Behälterboden 2. Die chemische Zusammensetzung der Teilchen in der Schicht entspricht der chemischen Zusammensetzung des in der zu verarbeitenden Flüssigkeit befindlichen gelösten oder suspendierten Stoffes. In der unteren Zone der fluidisierten Schicht 3 befindet sich eine Zerkleinerungsvorrichtung 4, welche aus Reibrollen 43 besteht und durch einen Elektromotor 5 mit variabler Drehzahl angetrieben wird. Die Luft zur Sicherung des Fluidisationszustandes und zur Entfernung des Lösungsmittels (bzw. Suspensionsmittels) wird über ein Luftfilter 6 durch einen Ventilator 7 angesaugt und anschliessend über einen Wärmeaustauscher 9 in den Granulierbehälter geblasen. Das Luftvolumen kann mit Hilfe eines Sperrschiebers 8 geregelt werden. Die warme Luft durchströmt den Behälterboden 2 und bildet dabei die fluidisierte Schicht 3. Die aus der fluidisierten Schicht 3 austretende Luft gelangt in den konischen Oberteil 10 des Granulierbehälters, wo ihre lineare Strömungsgeschwindigkeit reduziert wird, und entfernt sich anschliessend über den Stutzen 11 des Oberteils 10. Die Entstaubung der Luft erfolgt in einem Zentrifugalausscheider 12, welcher mit dem Stutzen 11 in Verbindung steht. Der abgeschiedene Staub wird mit einer Zellendosieranlage 13 kontinuierlich in den Granulierbehälter 1 zurückgespeist. Eine zusätzliche Entstaubung der Luft kann – falls diese wegen Umweltverschmutzungsvorschriften erforderlich ist – mit Hilfe eines kontinuierlichen Nassentstaubers 14 erfolgen. Die dazu erforderliche Flüssigkeit wird aus den zu verarbeitenden Lösungen bzw. Suspensionen genommen, indem ein Teil der Lösungen über das Ventil 17 durch die Pumpe 18 in den Nassentstauber 14 gefördert wird. Dabei wird die Konzentration der zur Entstaubung verwendeten Flüssigkeit wegen der aus der Luft abgeschiedenen und aufgelösten Feststoffe sowie wegen der Verdampfung des Lösungsmittels zunehmen. Die aus dem Nassentstauber 14 austretende Flüssigkeit wird über ein Ventil 19 durch eine Pumpe 20 in den mit einem Mischer versehenen Flüssigkeitsbehälter 21 zurückgespeist. Die gereinigte Luft wird aus dem Nassentstauber 14 über einen Ventilator 15 (dessen Regelung mit Hilfe eines Sperrschiebers 16 erfolgt) ins Freie abgeleitet. Die Lösung bzw. Suspension wird aus dem Flüssigkeitsbehälter 21 über das Ventil 22 durch die Pumpe 23 in einen Zerstäuber 24 im Granulierbehälter 1 gefördert. Der aus dem Zerstäuber 24 austretende Riesel gelangt auf die Oberfläche der Körnchen, die sich an der Oberfläche der fluidisierten Schicht 3 befinden. Infolge der warmen Luft verdampft das Lösungsmittel bzw. Suspensionsmittel, und der Trockensubstanzgehalt der zerstäubten Flüssigkeit setzt sich an den Körnchen ab. Die in der Fluidisationsschicht vor sich gehenden Vorgänge des Korngrössenwachstums (Oberflächenschichtung, Agglomeration) können im Interesse einer stationären Korngrössenverteilung mit Hilfe der Zerkleinerungsvorrichtung 4 so kompensiert werden, dass die Korngrössenverteilung des

Produktes den qualitativen Anforderungen entspricht. Das Produkt wird mittels eines von einem Elektromotor 26 mit veränderlichen Umdrehungszahlen angetriebenen Schneckendosierers 25 in einen Feststoffbehälter 27 gefördert.

In der Fig. 2 ist ein Granulierbehälter 1 näher dargestellt. Im unteren Teil des Behälters ist der schichthaltende und luftverteilende Boden 2 ersichtlich, welcher kreisrund ausgebildet ist. Zum Antrieb der Zerkleinerungsvorrichtung 4 ist eine vertikale Antriebswelle 41 vorhanden, welche den Behälterboden 2 zentral durchsetzt. Der nicht dargestellte Antrieb der Welle 41 erlaubt eine Änderung der Umdrehungszahl. Die Zerkleinerungsvorrichtung 4 dient zur Zerkleinerung der in der unteren Zone der fluidisierten Schicht 3 befindlichen, vorwiegend grösseren Teilchen, so dass diese zweckmässig direkt oberhalb des Behälterbodens 2 angeordnet ist. Die Zerkleinerungsvorrichtung 4 enthält entsprechend der vorliegenden Aufgabe eine oder mehrere Reibrollen 43. Zweckmässig werden mindestens zwei Reibrollen 43 bzw. Rollenpaare 43 verwendet. Die Reibrollen 43 befinden sich an den Enden von Mitnehmerarmen 42 in symmetrischer Anordnung. Diese Anordnung sichert die symmetrische Belastung der Antriebswelle 41. Es soll erwähnt werden, dass auch aus mehreren ungradzahligen Reibrollen 43 eine solche Zerkleinerungsvorrichtung gebildet sein kann, welche die Antriebswelle 41 symmetrisch belastet. Die Reibrollen 43 sind an den Enden der Mitnehmerhebel 42 in einem Abstand S von der an der Innenfläche des zylindrischen Granulierbehälters 1 angeordneten Zerkleinerungsfläche 46 entfernt frei drehbar gelagert. Der Abstand S bildet die Spaltöffnung, welche mittels einer Verstellvorrichtung 45 des Mitnehmerarmes 42 je nach Abmessung und Festigkeit der in der fluidisierten Schicht 3 entstehenden Körnchen verändert werden kann. Somit kann eine eventuelle Deformation oder sogar der Bruch der Zerkleinerungsvorrichtung 4 mit den Reibrollen 43 verhindert werden.

Während des Betriebes der beschriebenen Einrichtung bewegen sich die Reibrollen 43 infolge der Drehung der Antriebswelle 41 kreisförmig in einer Entfernung S von der Zerkleinerungsfläche 46. Die auftretende mechanische Beanspruchung erfolgt durch Scher- und Druckkräfte, die zwischen den zweckmässig mit Rillen versehenen Flächen der Reibrollen 43 und der ebenfalls Rillen aufweisenden Zerkleinerungsfläche 46 entstehen, wobei die Reibrollen 43 sich um ihre Achsen 44 frei drehen. Das Zerkleinerungsmass und die gewünschte stationäre Korngrössenverteilung können mit der Anzahl und der Grösse der Rollen 43, mit der Grösse der Spaltöffnung S und mit der Umdrehungszahl der Hauptwelle 41 eingestellt bzw. verändert werden. Die Spaltöffnung S bestimmt gleichzeitig die grösste Korngrösse des Produktes. Die Einführung bzw. die gleichmässige Verteilung der Flüssigkeit (Lösung oder Suspension) an der Oberfläche der fluidisierten Schicht (bzw. im Inneren der Schicht) kann mit Hilfe des Zerstäubers 24, die Abführung des Produktes mit Hilfe des mechanischen Schneckendosierers 25 erfolgen. Der Dosierer 25 ist an die Seitenwand des zylindrischen Granulierbehälters 1 angeschlossen, zweckmässig in der mittleren oder unteren Zone der fluidisierten Schicht 3.

Die Ausführung der Vorrichtung kann je nach Anordnung der Reibfläche 46 unterschiedlich sein. Nach den Fig. 2 und 6 befindet sich die Reibfläche 46 an der inneren Mantelfläche des zylindrischen Granulierbehälters 1. Eine andere Ausführung zeigen die Fig. 3, 4 und 5. Hier ist die Reibfläche 46 eine kreisringförmige, speziell ausgebildete angeraute (z.B. eingekerbte) Oberfläche, die sich auf dem Behälterboden 2 befindet. Zweckmässigerweise kann der Behälterboden selbst entsprechend ausgebildet sein, indem er eine poröse Metallunterlage mit rauher Oberfläche erhält. Die in der fluidisierten Schicht 3 gebildeten grösseren Teilchen befin-

den sich vorwiegend in der unteren Zone der Schicht 3, in unmittelbarer Nähe des Behälterbodens 2, so dass die Reibfläche 46 in der Ebene des schichthaltenden und luftverteilenden Behälterbodens 2 vor allem der wirksamen Zerkleinerung grosser Teilchen dient. Die Zerkleinerungsfläche in der Ebene des Behälterbodens 2 ermöglicht neben der Verwendung von runden Granulierbehältern auch die Verwendung von solchen, welche quadratisch bzw. rechteckig ausgebildet sind (Fig. 5).

Die an die Antriebswelle 41 lösbar angeschlossenen Mitnehmerarme 42 bieten eine weitere Möglichkeit der Veränderung der mechanischen Belastung der Körnchen in der fluidisierten Schicht 3, wobei die erwähnte Antriebswelle zweckmässigerweise nur in der Mittelachsenlinie des Granulierbehälters 1 vertikal angeordnet ist. An die Enden der Mitnehmerarme 42 sind die waagrecht angeordneten Achsen 44 der Reibrollen 43 angeschlossen, wobei die ebenfalls waagrecht verlaufenden Mitnehmerarme 42 selbst als Rollenachsen ausgebildet sein können. In dieser Weise kann die Entfernung zwischen den Reibrollen 43 und der Antriebswelle 41 und damit die Umfangsgeschwindigkeit der Rollen 43 auch bei konstanter Drehzahl der Antriebswelle verändert werden. Es ist ferner möglich, die auch als Rollenachsen wirkenden Mitnehmerarme 42 gleichzeitig mit mehreren identischen oder unterschiedlich grossen Rollen bzw. Rollenpaaren 43 zu versehen. Die Grösse der Spaltöffnung S zwischen der in der Ebene des Behälterbodens 2 befindlichen Reibfläche 46 und der Reibrollen 43 kann mit Hilfe der Verstellvorrichtung 45, welche je nach Bedarf eine starre oder elastische (z.B. teleskopartige) Verbindung sichert, auf den gewünschten Wert eingestellt werden. Die Regelung der Teilchengrössenverteilung ist durch die Änderung der Spaltöffnung S, der Umdrehungszahl der Antriebswelle 41 sowie der Grösse der Reibfläche 46 (der Abmessungen und der Anzahl der Rollen) möglich. Die Einführung der Flüssigkeit und ihre gleichmässige Verteilung kann mit Hilfe des Zerstäubers 24 und die Abführung des Produktes mit Hilfe des Schneckendosierers 25 erfolgen.

In der Ausführung nach den Fig. 3, 4 und 5 befindet sich die Zerkleinerungsvorrichtung 4 in der unteren Zone der fluidisierten Schicht 3 und dient somit zur Zerkleinerung der dort vorhandenen, vorwiegend grösseren Teilchen. Die Wirksamkeit der Zerkleinerung dieser Teilchen lässt sich dadurch erhöhen, dass direkt oberhalb des Behälterbodens 2 ein solches Mischelement angeordnet und an die Antriebswelle 41 angeschlossen wird, welches bewirkt, dass die am unteren Teil der Schicht 3 befindlichen, weniger intensive Fluidisationsbewegung ausführenden grossen Körnchen zwischen die Reibrollen 43 und die Reibfläche 46 gelangen. Solche Lösungen sind in den Fig. 6 und 7 dargestellt. Die Bezeichnung der bereits erwähnten Konstruktionselemente entspricht der Bezeichnung der in den Fig. 3, 4 und 5 dargestellten Elemente.

In Fig. 6 befindet sich die Reibfläche 46 auf der inneren Wandfläche des zylindrischen Granulierbehälters. Der zurückgebogene Blattmischer 47 – welcher sich direkt oberhalb des Behälterbodens 2 befindet und lösbar mit der Antriebswelle 41 verbunden ist, welche mit variabler Drehzahl rotiert – lenkt die grösseren Teilchen am unteren Teil der Schicht 3 gegen die Reibfläche 46 ab. Dadurch wird erreicht, dass die am unteren Teil der Schicht 3 befindlichen Teilchen in den Bereich der Reibrollen 43 gelangen. Gleichzeitig wird die Bildung von Fluidisationsunregelmässigkeiten (stehende Schicht, Kanalbildung) in der unteren Zone der fluidisierten Schicht 3 verhindert. Gemäss Fig. 7 befindet sich die Reibfläche 46 auf der Ebene des Behälterbodens 2. Der zurückgebogene Blattmischer 47 lenkt auch in diesem Falle die Körnchen in die Bewegungsbahn der Reibrollen 43 auf die Reib-

fläche 46. Die Bildung von Fluidisationsunregelmäßigkeiten wird verhindert.

Nachfolgend werden einige Ausführungsformen des vorgeschlagenen Verfahrens beschrieben.

Beispiel 1

Die Herstellung von granuliertem Natriumchlorid aus der wässrigen Lösung von 250 g/l Konzentration geschieht wie folgt. In den Granulierbehälter (Innendurchmesser der zylindrischen Zelle 0,3 mm) werden 15 kg gekörntes (Korngrösse ca. 0,6–0,8 mm) Natriumchlorid eingefüllt und mit Luft von 100 Nm³/h Volumenstrom und 120 °C Temperatur im fluidisierten Zustand gehalten. Die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung wird auf 18 min⁻¹ eingestellt. Die Ausbildung und die Anordnung der Zerkleinerungsvorrichtung entsprechen den Anordnungen der Fig. 3 und 4. Danach beginnt die Zerstäubung der Natriumchloridlösung mit 5 l/h Durchsatz, die Abführung des festen Materials aus der fluidisierten Schicht mit 1,25 kg/h Massenstrom sowie die kontinuierliche Rückführung des aus der Luft abgeschiedenen festen Materials (im allgemeinen kleingekörnte Teilchen unter 0,3 mm). Vom Beginn der Zerstäubung bis zur Entstehung des stationären Zustandes – diese Zeitspanne entspricht etwa der durchschnittlichen Verweilzeit des festen Materials (12 Stunden) – wird der Volumenstrom der Luft, die die Fluidisationsbewegung und die Verdampfung des Lösungsmittels sichert, bei unveränderter Lufttemperatur (120 °C) stufenweise auf 180 Nm³/h erhöht. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeführten gekörnten Natriumchlorids ist unter 0,2 Gew.-% und die Korngrößenverteilung – welche durch Sieben bestimmt worden ist – sieht wie folgt aus:

0,2–0,4 mm	9,0 Gew.-%
0,4–0,6 mm	23,1 Gew.-%
0,6–0,8 mm	28,1 Gew.-%
0,8–1,0 mm	32,1 Gew.-%
1,0–1,6 mm	7,7 Gew.-%

Nach längerem stationärem Betrieb wurde die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung auf 30 min⁻¹ erhöht. Die Ausbildung des neuen stationären Zustandes dauerte – ähnlich wie im oben angegebenen Fall – etwa 10 Stunden. Während dieser Zeit wurde der Volumenstrom der Luft von 180 Nm³/h auf 140 Nm³/h erniedrigt. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeleiteten gekörnten Materials blieb unverändert unter 0,2 Gew.-%, die Teilchengrößen haben aber abgenommen:

0,1–0,2 mm	2,9 Gew.-%
0,2–0,4 mm	32,0 Gew.-%
0,4–0,6 mm	34,2 Gew.-%
0,6–0,8 mm	20,2 Gew.-%
0,8–1,0 mm	8,1 Gew.-%
1,0–1,6 mm	2,6 Gew.-%

Beispiel 2

Die Herstellung von gekörntem Harnstoff erfolgte aus einer wässrigen Lösung von 450 g/l Konzentration. In den Granulierbehälter (Innendurchmesser der zylindrischen Zelle ist 0,3 m) werden 9 kg gekörnter Harnstoff (Korngrösse ca. 0,6–0,8 mm) eingefüllt und mit Luft von 80 Nm³/h Volumenstrom und 100 °C Temperatur im fluidisierten Zustand gehalten. Die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung wurde auf 12 min⁻¹ eingestellt. Die Ausbildung und die Anordnung der Zerkleinerungsvorrichtung entsprechen der auf Fig. 2 dargestellten Anordnung. Danach wurde mit der Zerstäubung der Harnstofflösung mit 3 l/h Geschwindigkeit, mit der Abführung des festen Stoffes aus der Fluidisations-schicht mit 1,35 kg/h Massenstrom sowie mit der kontinuier-

lichen Rückführung des aus der Luft abgeschiedenen festen Materials begonnen. Vom Beginn der Zerstäubung bis zur Ausbildung des stationären Zustandes – diese Zeitspanne entspricht etwa der durchschnittlichen Verweilzeit des festen Materials von 6–7 Stunden – wurde der Volumenstrom der Luft, die die Fluidisationsbewegung und die Verdampfung des Lösungsmittels sichert, bei unveränderter Lufttemperatur (100 °C) stufenweise auf 160 Nm³/h erhöht. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeführten gekörnten Harnstoffs war unter 0,5 Gew.-%, und die Korngrößenverteilung war wie folgt:

0,4–0,6 mm	1,3 Gew.-%
0,6–0,8 mm	1,7 Gew.-%
0,8–1,0 mm	16,6 Gew.-%
1,0–1,6 mm	78,9 Gew.-%
1,6–2,5 mm	1,5 Gew.-%

Nach längerem stationärem Betrieb wurde die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung auf 30 min⁻¹ erhöht. Die Ausbildung des neuen stationären Zustandes dauerte ca. 6 Stunden. Während dieser Zeit wurde der Volumenstrom der Luft von 160 Nm³/h auf 120 Nm³/h erniedrigt. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeleiteten gekörnten Materials blieb unter 1 Gew.-%, während die Teilchengrößen kleiner geworden sind:

0,2–0,4 mm	2,1 Gew.-%
0,4–0,6 mm	23,3 Gew.-%
0,6–0,8 mm	29,5 Gew.-%
0,8–1,0 mm	38,7 Gew.-%
1,0–1,6 mm	6,4 Gew.-%

Beispiel 3

Die Herstellung von gekörntem Rübenzucker aus einer wässrigen Lösung von 700 g/l erfolgte auf folgende Weise. In den Granulierbehälter (innerer Durchmesser 0,3 m) wurden 12 kg gekörnter Zucker (Korngrösse ca. 0,6–0,8 mm) eingefüllt und mit Luft von 130 Nm³/h Volumenstrom und 100 °C Temperatur im fluidisierten Zustand gehalten. Die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung bzw. die des Blattmischers wurde auf 47 min⁻¹ eingestellt. Die Ausbildung und die Anordnung der Zerkleinerungsvorrichtung und des zurückgebogenen Blattmischers entsprechen den auf den Fig. 2 und 6 gezeigten Anordnungen. Danach wurde mit der Zerstäubung der Rübenzuckerlösung mit 3,5 l/h Geschwindigkeit, mit der Abführung des festen Materials aus der fluidisierten Schicht mit 2,45 kg/h Massenstrom bzw. mit der kontinuierlichen Rückführung des aus der Luft abgeschiedenen festen Materials begonnen. Vom Beginn der Zerstäubung bis zum Erreichen des stationären Zustandes – diese Zeitspanne entspricht etwa der durchschnittlichen Verweilzeit des festen Stoffes von 4,9 Stunden – wurde der Volumenstrom der Luft, die die Fluidisationsbewegung und die Verdampfung des Lösungsmittels sichert, bei unveränderter Lufttemperatur von 100 °C stufenweise auf 200 Nm³/h erhöht. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeführten gekörnten Rübenzuckers war unter 0,2 Gew.-%, und die Korngrößenverteilung war wie folgt:

0,2–0,4 mm	0,8 Gew.-%
0,4–0,6 mm	7,4 Gew.-%
0,6–0,8 mm	16,7 Gew.-%
0,8–1,0 mm	35,5 Gew.-%
1,0–1,6 mm	39,6 Gew.-%

Nach längerem stationärem Betrieb wurde die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung auf 30 min⁻¹ reduziert. Die Ausbildung des neuen stationären Zustandes dauerte etwa 5 Stunden. Während dieser Zeit wurde der Volumenstrom der Luft von 200 Nm³/h stufenweise auf 300 Nm³/h erhöht. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeführten gekörnten Materials hat unter 0,1

Gew.-% abgenommen und die Korngrößen haben zugenommen:

0,4–0,6 mm	0,8 Gew.-%
0,6–0,8 mm	3,0 Gew.-%
0,8–1,0 mm	18,5 Gew.-%
1,0–1,6 mm	58,5 Gew.-%
1,6–2,5 mm	19,2 Gew.-%

Beispiel 4

Die Herstellung von gekörntem Eisen(III)-oxid aus wässriger Suspension von 830 g/l Konzentration und einem gelösten Zusatz von organischen Komponenten in 4 g/l Konzentration erfolgte auf folgende Weise. In die Fluidisationsanlage (Innendurchmesser der zylindrischen Zelle 0,3 m) wurden 25 kg gekörntes Eisen(III)oxid (Korngrösse etwa 0,4–0,6 mm) eingefüllt und mit Luft von 200 Nm³/h Volumenstrom und 130 °C Temperatur im fluidisierten Zustand gehalten. Die Umdrehungszahl der Zerkleinerungsvorrichtung bzw. die des Blattmischers wurde auf 20 min⁻¹ eingestellt. Die Ausbildung und die Anordnung der Zerkleiner-

7
rungs- und des zurückgebogenen Blattmischers entsprechen den auf den Fig. 3 und 7 gezeigten Anordnungen. Danach wurde mit der Zerstäubung der Suspension mit 10 l/h Geschwindigkeit, der Abführung des Festmaterials aus der fluidisierten Schicht mit 8,34 kg/h Massenstrom bzw. 5 der kontinuierlichen Rückführung des aus der Luft abgetrennten festen Materials begonnen. Vom Beginn der Zerstäubung bis zur Ausbildung des stationären Zustandes – die etwa 3 Stunden in Anspruch nimmt – wurde der Volumenstrom der Luft, die die Fluidisationsbewegung und die Suspensionsmittelverdampfung sichert, stufenweise auf 300 Nm³/h erhöht. Der Feuchtigkeitsgehalt des im stationären Zustand abgeführten gekörnten Materials war unter 0,5 Gew.-%, und die Korngrößenverteilung war wie folgt:

15	unter 0,2 mm	10,9 Gew.-%
	0,2–0,4 mm	26,5 Gew.-%
	0,4–0,6 mm	38,0 Gew.-%
	0,6–0,8 mm	20,6 Gew.-%
20	0,8–1,0 mm	3,1 Gew.-%

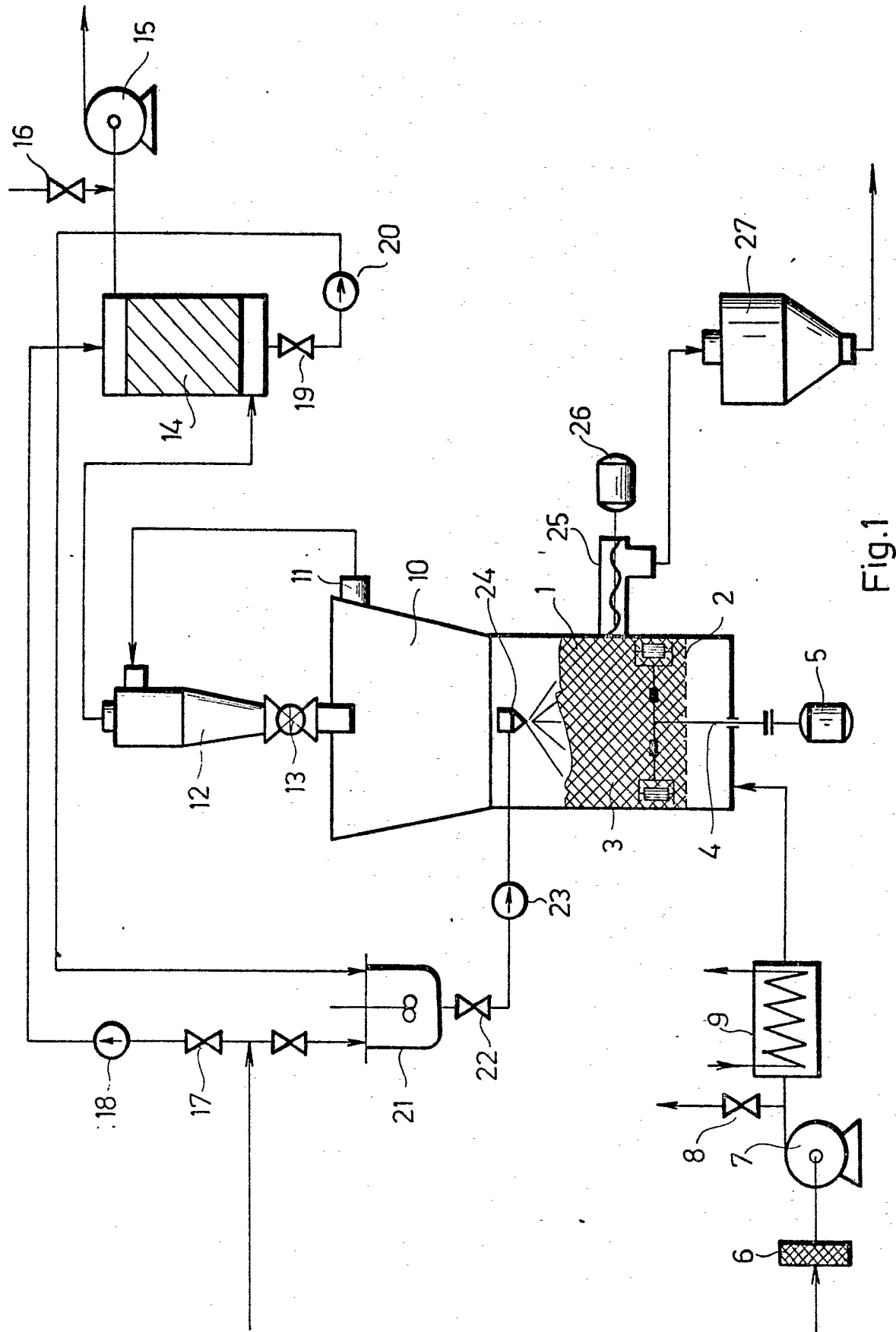


Fig.1

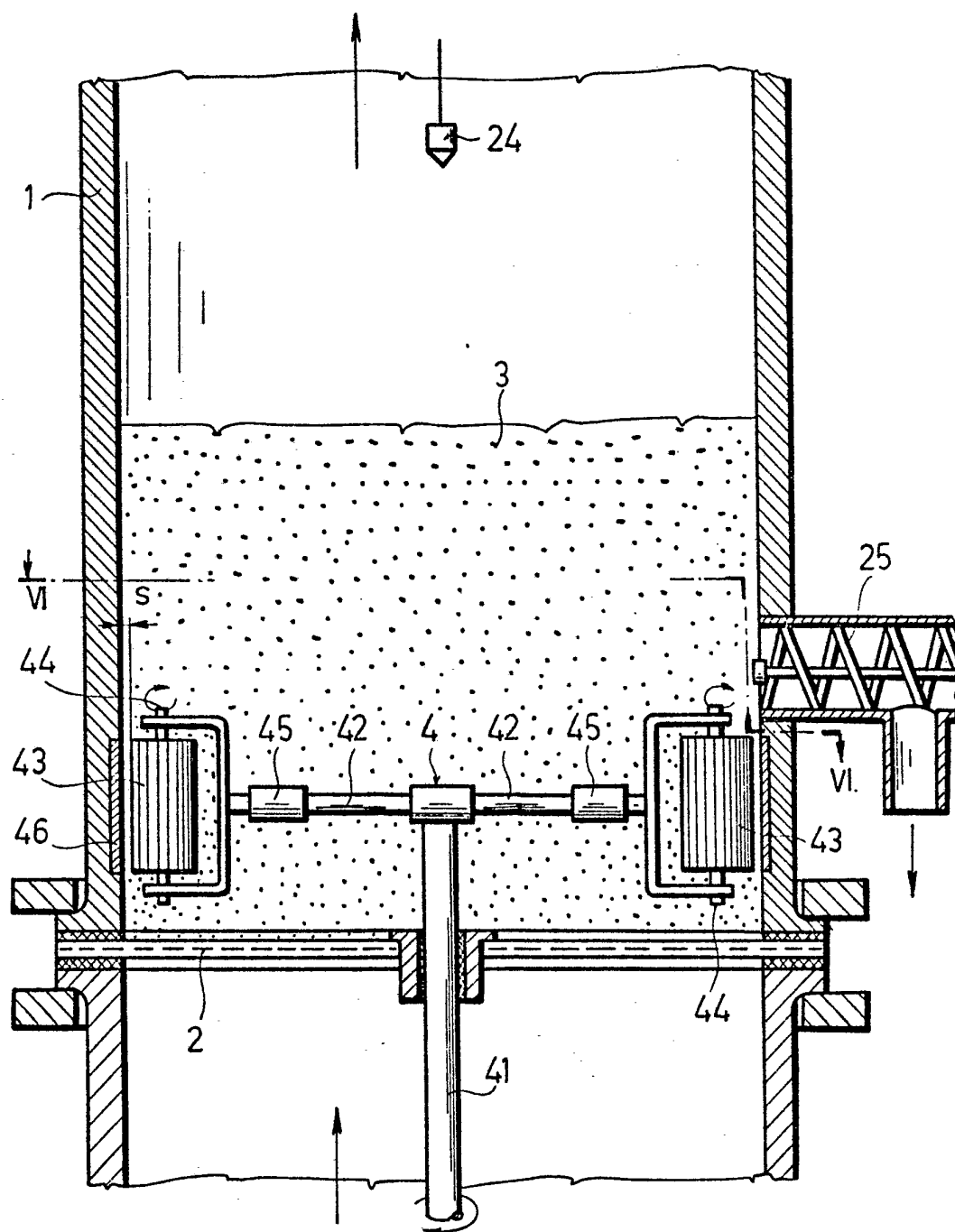


Fig. 2

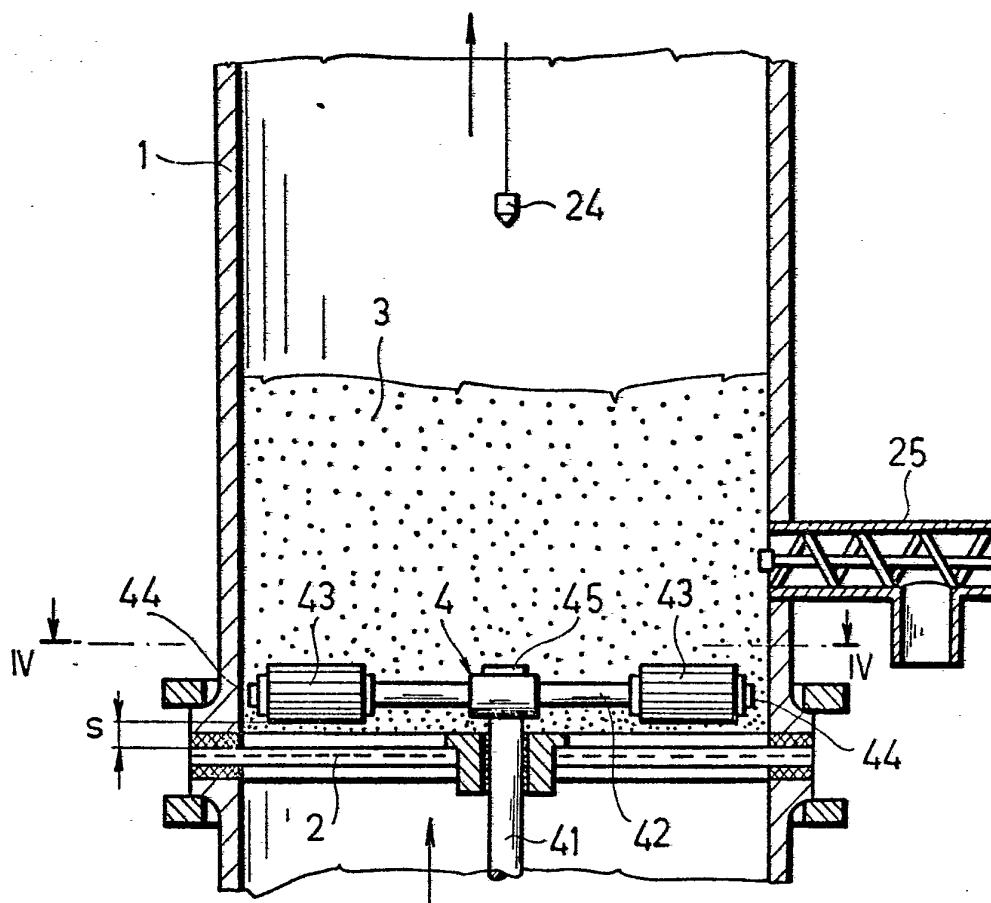


Fig. 3

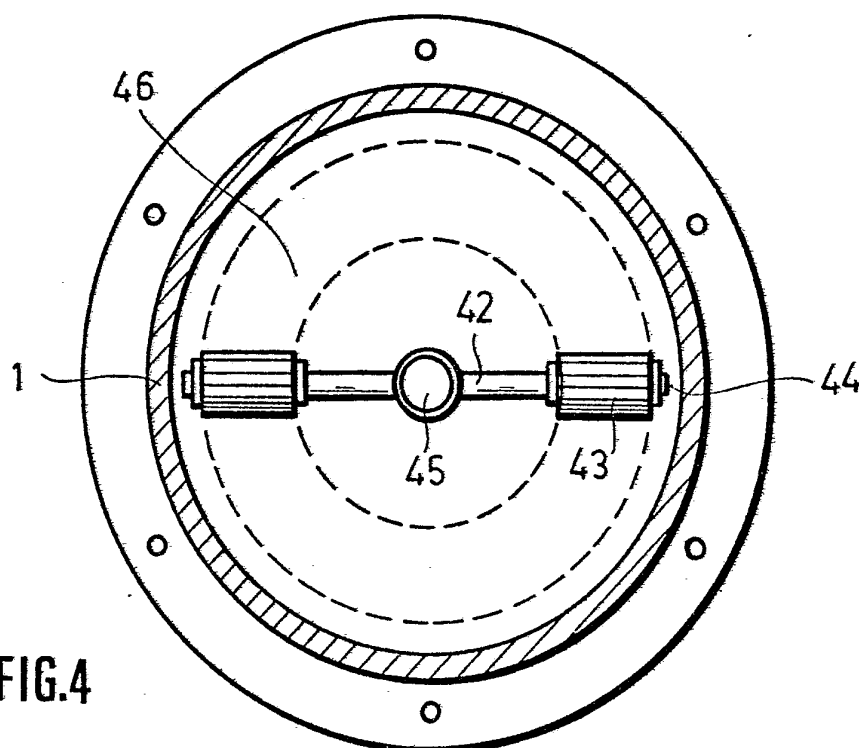


FIG. 4

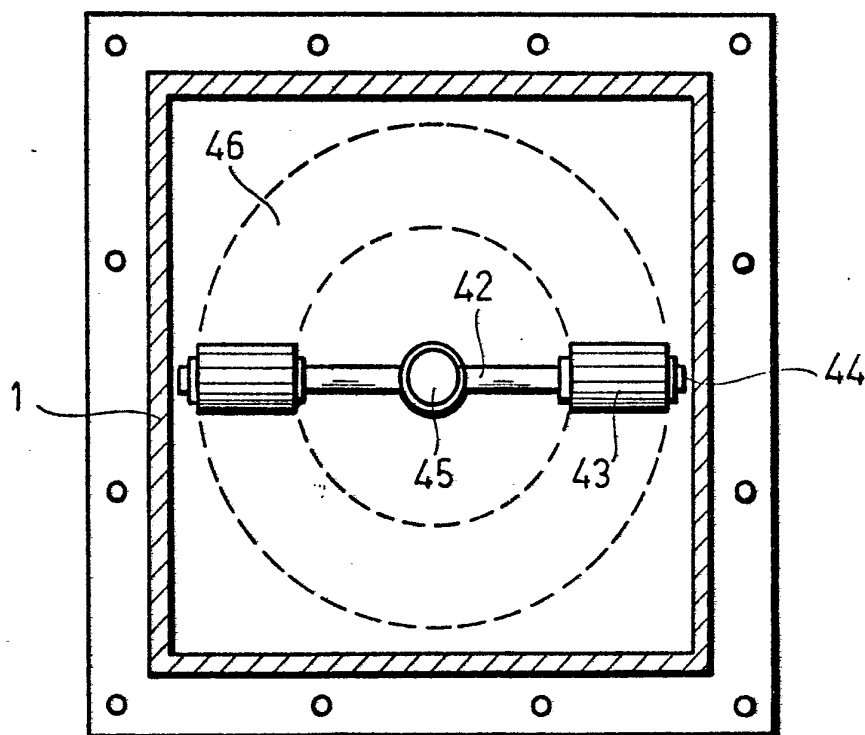


Fig.5

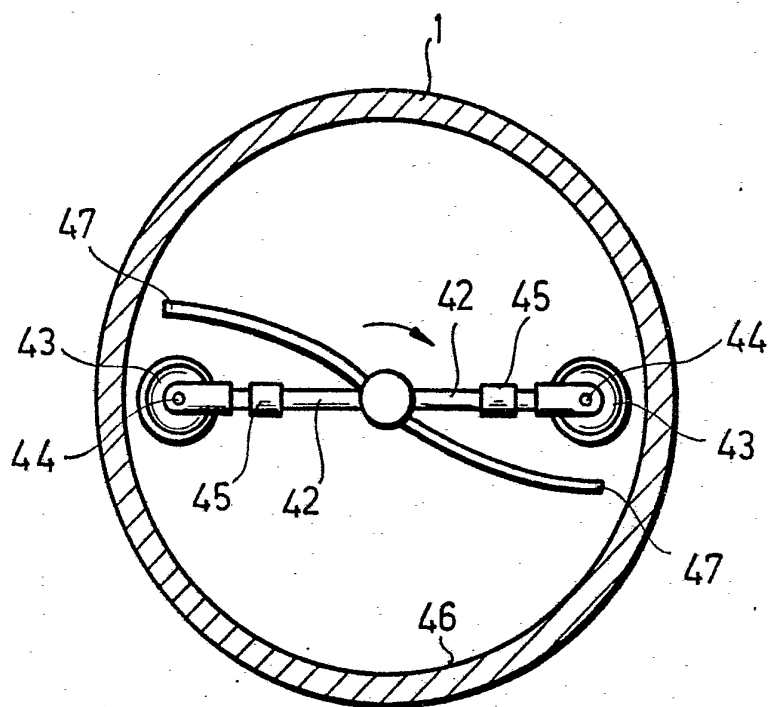


Fig. 6

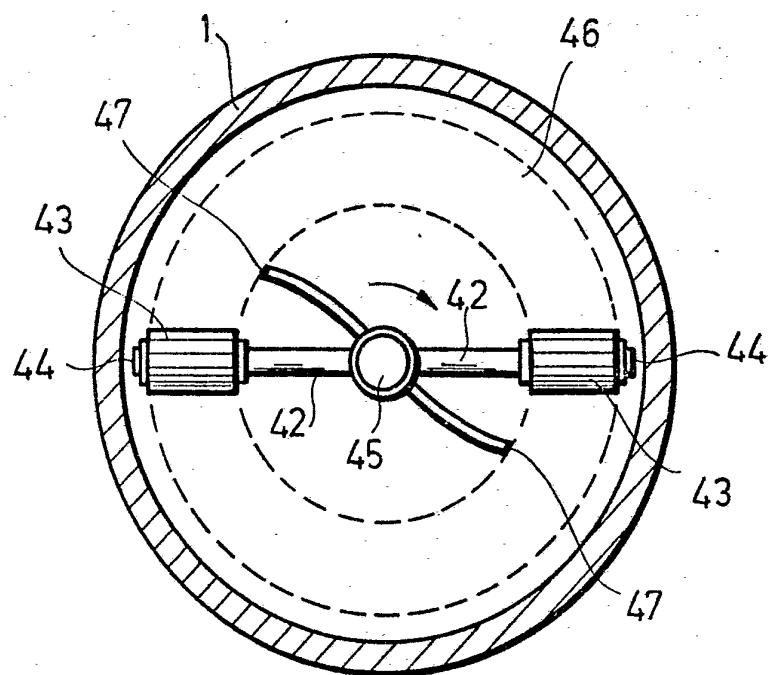


Fig. 7