



⑫ A Terinzagelegging ⑪ 8302999

Nederland

⑲ NL

-
- ⑤4 Werkwijze voor het bereiden van granules.
⑤1 Int.Cl.: B01J 2/04.
⑦1 Aanvrager: Unie van Kunstmestfabrieken B.V. te Utrecht.
⑦4 Gem.: Dr. H.B. van Leeuwen c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8302999.
②2 Ingediend 27 augustus 1983.
③2 --
③3 --
③1 --
⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 18 maart 1985.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

UNIE VAN KUNSTMESTFABRIEKEN B.V.

Uitvinder: Stanislaus M.P. MUTSERS te Geleen

1

PN 3485

WERKWIJZE VOOR HET BEREIDEN VAN GRANULES

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de bereiding van granules door in een gefluïdiseerd bed van vaste kerndeeltjes een vloeibaar materiaal in te voeren, waarbij de kerndeeltjes aangroeien door vast worden van het vloeibare materiaal op de deeltjes, en de aldus gevormde granules uit het gefluïdiseerde bed af te voeren.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit The Soviet Chemical Industry 4 (1972) nr. 7, pag. 456-458, en 5 (1973) nr. 4, pag. 265-267, en Verfahrenstechnik 9 (1975) nr. 2, pag. 59-64.

10 Bij deze bekende werkwijzen wordt het vloeibare materiaal, bijvoorbeeld in de vorm van een oplossing, smelt of suspensie, met behulp van een gas versproeid tot druppeltjes, die op de gefluïdiseerde kerndeeltjes vast worden onder vorming van granules met de gewenste grootte. Voor een goed verloop van het granulatieproces is
15 het hierbij noodzakelijk, dat het oppervlak van de aangegroeide kerndeeltjes voldoende snel stolt om samenklonteren van individuele deeltjes te voorkomen. Er dient dus voor gezorgd te worden, dat het versproeide vloeibare materiaal snel uitkristalliseert, en dat het aanwezige water snel verdampt. Dit wordt bij de bekende werkwijzen
20 bewerkstelligd door het vloeibare materiaal tot fijne druppeltjes te versproeien of zelfs te vernevelen. Hierbij geldt uiteraard, dat hoe meer water verdampt dient te worden, des te fijner de verneveling dient te geschieden. De grootte van de bij het versproeien verkregen druppeltjes wordt hoofdzakelijk bepaald door de druk en de hoeveelheid
25 van het versproeiingsgas, waarbij algemeen geldt dat naarmate deze druk en hoeveelheid groter zijn, de verkregen druppels kleiner zijn. Het is dan ook gebruikelijk een versproeiingsgas met een vrij hoge voordruk, bijvoorbeeld 1,5 bar of meer, toe te passen, zoals ondermeer is beschreven in Khim. Naft. Mashinostr. (1970) nr. 9, pag. 41-42 en

8302099

US A 4.219.589, om zodoende druppeltjes met een relatief kleine gemiddelde diameter te verkrijgen.

Een nadeel van deze bekende werkwijzen is, dat voor het versproeien van het vloeibare materiaal tot druppeltjes een grote
 5 hoeveelheid gas van hoge druk noodzakelijk is, wat uiteraard een hoog energieverbruik met zich brengt. Een mogelijke verklaring hiervoor is, dat het vloeibare materiaal als een straal in contact met het gas komt. Het opbreken van deze straal tot druppels geschiedt doordat de buitenste lagen van de straal door de gasstroom worden afgeschild. Dit
 10 proces gaat over enige afstand stroomafwaarts voort. Hierbij wordt het gas noodzakelijkerwijze afgeremd, wat resulteert in een steeds slechtere verneveling. Om toch een voldoende fijne verneveling te bewerkstelligen dient men dus een hoge massaverhouding hoogenergetisch gas: vloeibaar materiaal toe te passen. Gebleken is dat deze
 15 verhouding voor het voldoende fijn vernevelen van alle vloeibare materiaal in het algemeen groter dan 1 dient te zijn. Het is weliswaar mogelijk om deze bekende wijze van versproeien met een lagere massaverhouding gas : vloeibaar materiaal uit te voeren, doch dan dient men een gasstroom met zeer hoge voordruk, bijvoorbeeld meer dan 4 bar, toe
 20 te passen, wat uiteraard een zeer hoog energieverbruik met zich brengt.

In principe kan men ook een fijne verneveling verkrijgen door het vloeibare materiaal op hydraulische wijze met zeer hoge (enkele tientallen bar) vloeistofvoordrukken te versproeien. Hierbij is
 25 weliswaar het energieverbruik geringer dan bij de hiervoor beschreven werkwijzen, doch deze methode heeft het nadeel is dat er een zeer sterke slijtage aan het versproeiingsorgaan optreedt. Bovendien blijkt bij deze wijze van versproeien een ernstig samenklonteren van kerndeeltjes in het gefluïdiseerde bed op te treden.

Volgens een andere bekende werkwijze, die ondermeer is
 30 beschreven in GB A 2.019.302 en GB A 2.075.908, wordt bij een gefluïdiseerd bed granulatieproces het vloeibare materiaal met behulp van een hydraulisch sproeiorgaan verdeeld in relatief grote druppels, die vervolgens met behulp van een krachtige gasstroom fijn worden verneveld. Hiertoe wordt het vloeibare materiaal van beneden naar boven
 35 in het gefluïdiseerde bed van kerndeeltjes versproeid via een

8302000

sproeiorgaan voorzien van twee concentrische kanalen, waarbij het vloeibare materiaal door het binnenste kanaal wordt aangevoerd, en worden de druppels vlak na het uit treden uit dit kanaal in aanraking gebracht met een krachtige gasstroom aangevoerd door het buitenste kanaal. Door de krachtige gasstroom wordt boven het sproeiorgaan in het gefluïdiseerde bed een zone gecreëerd met een zeer geringe concentratie aan kerndeeltjes, de zogenaamde ijle zone, waarin kerndeeltjes uit het bed worden aangezogen en daar worden bevochtigd met druppeltjes vloeibaar materiaal. Hoewel bij deze bekende werkwijze de benodigde hoeveelheid hoogenergetisch gas geringer is dan bij de in de inleiding vermelde werkwijzen, blijkt deze hoeveelheid toch nog vrij aanzienlijk te zijn. Gebleken is dat voor een goede verneveling van alle vloeibaar materiaal de benodigde massahoeveelheid hoogenergetisch gas meer dan 50 % van de massahoeveelheid vloeibaar materiaal dient te bedragen.

Een essentieel onderdeel van al deze bekende werkwijzen is dus, dat het vloeibare materiaal wordt omgezet tot min of meer fijne druppeltjes, wat zoals hiervoor is aangegeven, een vrij hoog energieverbruik met zich brengt.

Er is nu gevonden, dat het mogelijk is om in een gefluïdiseerd bed granulatieproces vaste kerndeeltjes te doen aangroeien tot granules van de gewenste grootte door hierop een vloeibaar materiaal vast te laten worden, waarbij het niet meer nodig is dit vloeibare materiaal vooraf om te zetten tot fijne druppeltjes, waardoor met zeer geringe hoeveelheid hoogenergetisch gas kan worden volstaan, terwijl toch geen of ternauwernood samenklontering van individuele deeltjes in het gefluïdiseerde bed optreedt.

De uitvinding heeft derhalve betrekking op een werkwijze voor het bereiden van granules door vaste kerndeeltjes in een bed, dat met behulp van een opwaarts door het bed stromend gas in gefluïdiseerde toestand wordt gehouden, te doen aangroeien door op deze kerndeeltjes een vloeibaar materiaal te doen vast worden en de aldus verkregen granules uit het bed af te voeren, waarbij men het vloeibare materiaal van beneden naar boven in het gefluïdiseerde bed van kerndeeltjes invoert met behulp van tenminste een toevoerorgaan dat is voorzien van een centraal kanaal waardoor het vloeibare materiaal wordt aangevoerd, en een hiermee concentrisch aangebracht kanaal waardoor een krachtige

8502000

gasstroom wordt gevoerd met een lineaire opwaartse snelheid groter dan die van het fluïdisatiegas, welke krachtige gasstroom boven het toevoerorgaan in het bed een ijle zone creëert, waarbij het vloeibare materiaal na uittreden uit het centrale kanaal met de krachtige gasstroom in aanraking komt.

De werkwijze volgens de uitvinding is hierdoor gekenmerkt, dat men het vloeibare materiaal uit het centrale kanaal in de vorm van een vrijwel gesloten, konisch vlies in de ijle zone laat uittreden, met behulp van de krachtige gasstroom kerndeeltjes uit het bed door het vlies voert en vervolgens tijdens het transport van de aldus bevochtigde kerndeeltjes door de ijle zone het door de kerndeeltjes opgenomen vloeibare materiaal laat vastworden.

Hierbij zuigt de krachtige gasstroom alvorens het vlies te treffen kerndeeltjes uit het bed aan, sleurt deze mee en wordt daardoor afgeremd, zodat zowel het vlies als de gasstroom bij treffen worden afgebogen en de meegesleurde kerndeeltjes als gevolg van hun massatraagheid door het vlies heendringen, daardoor bevochtigd worden met een geringe hoeveelheid vloeibaar materiaal, die vervolgens in de ijle zone gelegenheid heeft zo ver vast te worden, dat de deeltjes na uittreden uit de ijle zone voldoende droog zijn om samenklonteren te voorkomen.

Een gesloten konisch vlies kan in principe op diverse wijzen worden verkregen. Bijvoorbeeld kan het vloeibare materiaal met behulp van een taps toelopend inzetstuk aan het einde van het uitstroomkanaal tot een vlies worden omgevormd. Bij voorkeur wordt het konisch vlies verkregen door aan het vloeibare materiaal een rotatie te geven. Uiteraard is hierbij, naast de rotatiesnelheid die men aan het vloeibaar materiaal geeft, de hydrostatische druk op het vloeibare materiaal van belang. In het algemeen voert men het vloeibare materiaal onder een hydrostatische druk van 1,5 en 6 bar, in het bijzonder 2 tot 4 bar, aan. Er wordt hierbij bij voorkeur gebruik gemaakt van een sproeiorgaan, dat voorzien is van een rotatiekamer. Hierbij wordt het vloeibare materiaal onder hydrostatisch druk door een of meer kanalen geperst, welke tangentiaal uitmonden in de rotatiekamer. Het aldus in rotatie gebrachte materiaal wordt vervolgens via een uitstroomkanaal, dat in het algemeen een kleinere diameter dan de rotatiekamer heeft, naar buiten gevoerd. Het materiaal, dat zich in de

8302999

vorm van een vloeistoffilm langs de wand van het uitstroomkanaal
 voortbeweegt, heeft aldaar een horizontale snelheidscomponent tenge-
 volge van de rotatie en een verticale snelheidscomponent tengevolge
 van massastroom. De tophoek van het kegelvormige vlies, die ontstaat
 5 na het verlaten van het uitstroomkanaal, wordt bepaald door de
 verhouding van deze beide snelheidscomponenten en dient in het alge-
 meen 70-100°, in het bijzonder 80-90° te bedragen. Een kleinere
 tophoek is minder gewenst, omdat het dan moeilijk zo niet onmogelijk
 wordt om een voldoende grote trefhoek met de krachtige gasstroom te
 10 bewerkstelligen. Anderzijds is een grotere tophoek constructief
 gecompliceerder en brengt weinig of geen voordelen met zich mee.

Gebleken is, dat het van voordeel is dat het vlies een weinig
 geribbeld oppervlak heeft omdat dan een gelijkmatige verdeling van het
 vloeibaar materiaal over de langsgevoerde kerndeeltjes wordt verkre-
 15 gen. Dit wordt onder andere beïnvloed door het uitstroombegedeelte van
 het toevoerorgaan te voorzien van een gladde wand. Daarnaast dient men
 er zorg voor te dragen, dat het vloeibare materiaal in het vlies een
 niet te hoge inwendige turbulentie heeft. Gebleken is, dat voor het
 verkrijgen van een voldoende glad vlies het dimensieloze kengetal van
 20 Weber (We_δ), uitgedrukt als:

$$We_\delta = \frac{\rho_{vl} U_{vl}^2 \delta}{\sigma_{vl}}, \text{ waarin}$$

ρ_{vl} de dichtheid van het vloeibare materiaal in kg/m^3 ,
 25 U_{vl} de potentiaalsnelheid van het vloeibare materiaal in m/sec. ,
 σ_{vl} de oppervlakte spanning van het vloeibare materiaal in N/m , en
 δ de vliesdikte bij uittreden uit het centrale kanaal in m voorstelt,
 kleiner dan 2500, in het bijzonder kleiner dan 2000 dient te zijn.
 Gebleken is, dat hiertoe de vloeistofsnelheid in het algemeen maximaal
 30 30 m/sec en bijvoorkeur 10 tot 25 m/sec. dient te bedragen.

Voor de werkwijze volgens de uitvinding is voorts van
 wezenlijk belang, dat de krachtige gasstroom kerndeeltjes opneemt en
 hierdoor in snelheid wordt afgeremd alvorens het vlies te treffen. Dit
 wordt bij voorkeur hierdoor bereikt, doordat men het gaskanaal lager
 35 dan het vloeistofkanaal in het gefluïdiseerde bed laat uitmonden.
 Hierdoor krijgt de gasstroom de kans om kerndeeltjes over enige

8502000

afstand mee te sleuren en deze een zekere snelheid te geven alvorens zij het vlies treffen. Deze zogenaamde vrije afstand kan binnen wijde grenzen variëren, bijvoorbeeld 0,5-5,0 cm. Bijvoorkeur past men een vrije afstand van 1-2 cm toe.

- 5 Bij de onderhavige werkwijze past men als krachtige gasstroom bijvoorkeur lucht toe, die met een snelheid van minimaal 50 m/sec., in het bijzonder 100-250 m/sec. wordt aangevoerd, in het algemeen onder een voordruk van 1,1 tot 1,5 bar. De temperatuur van deze gasstroom kan variëren, mede afhankelijk van de aard van het te granu-
 10 leren vloeibare materiaal. In het algemeen past men een gasstroom toe met een temperatuur, die ongeveer gelijk is aan die van het vloeibare materiaal. De benodigde hoeveelheid van deze krachtige gasstroom is bij de onderhavige uitvinding bijzonder gering. In het algemeen past men een massaverhouding gas : vloeibaar materiaal tussen 0,1:1 en
 15 0,5:1, in het bijzonder tussen 0,2:1 en 0,4:1 toe.

- Na verlaten van het gaskanaal zuigt de gasstroom kerndeeltjes uit het bed aan en sleurt deze met zich mee. Hierdoor neemt de snelheid van de gasstroom af, terwijl anderzijds de kerndeeltjes een zekere snelheid krijgen, bijvoorbeeld 0,5-5 m/sec. Bij treffen met het
 20 vlies is de snelheid van de gasstroom zodanig verminderd, dat de impuls van het gas en de impuls van het vlies ongeveer gelijk zijn. Onder impuls wordt hier verstaan het produkt van massadebiet en snelheid. Indien bij botsing de impuls van het vlies veel groter is dan die van de gasstroom, wordt de gasstroom sterk naar buiten afgebogen, waardoor de ijle zone wordt verstoord. Indien daarentegen de impuls
 25 van de gasstroom bij botsing veel groter is dan die van het vlies, wordt het vlies zodanig naar binnen gedrongen, dat een aanzienlijk aantal kerndeeltjes niet meer met het vloeibaar materiaal in kontakt komen, en dus niet meer worden bevochtigd. Bij treffen worden zowel
 30 het vlies als de gasstroom enigszins afgebogen waarbij vrijwel geen gas-vloeistof-vermenging plaatsvindt. De mate waarin het vlies naar binnen wordt afgebogen en de mate waarin de gasstroom naar buiten wordt afgebogen wordt bepaald door bovenvermelde impulsen en in mindere mate door de hoek waaronder het treffen plaatsvindt. Deze hoek
 35 wordt bepaald door de tophoek van het vlies, en de eventuele hoek waaronder de gasstroom convergeert. Gebleken is, dat de gasstroom na

8502000

verlaten van het gaskanaal vanzelf enigszins in het bed convergeert, zodat het veelal niet noodzakelijk is een convergerend gaskanaal toe te passen. Eventueel laat men de krachtige gasstroom bij de uittreeopening onder een hoek van 5-25°, in het bijzonder 5-10°, convergeren. In het algemeen zal de trefhoek 50 tot 85°, in het bijzonder 60-70° bedragen.

Bij het botsen tussen vlies en gas vliegen de met de gasstroom meegesleurde kerndeeltjes tengevolge van hun massa vrijwel rechtdoor, dus door het vlies. Hierdoor worden deze deeltjes bevochtigd met een laagje vloeibaar materiaal, dat geheel of vrijwel geheel vast wordt in de ijle zone. De hoeveelheid opgenomen vloeibaar materiaal is afhankelijk van onder meer de vliesdikte en korreldiameter. De vliesdikte bij botsing bedraagt in het algemeen 50-150 μ m. De korreldiameter kan binnen wijde grenzen variëren, afhankelijk van de aard van het materiaal, de grootte van de in het bed ingevoerde kerndeeltjes, en het aantal keren, dat een dergelijk deeltje reeds bevochtigd is.

De krachtige gasstroom dient behalve voor het transport van deeltjes tevens voor het creëren van de ijle zone boven het toevoerorgaan. Deze zone dient een voldoende hoogte te hebben om het vloeibare materiaal op de deeltjes in voldoende mate vast te laten worden, bijvoorbeeld circa 30 cm, anderzijds dient in verband met stofuitworp voorkomen te worden dat het oppervlak van het bed plaatselijk wordt doorbroken. Bepalend voor deze voorwaarden zijn de massa en de snelheid van het gas en de hoogte van het bed, die bijvoorbeeld 40-100 cm bedraagt.

Gebleken is, dat voor een bevredigende granulatie de breedte van de gasstroom bij uit treden uit het gaskanaal van belang is. Bij een zeer brede gaszone blijken er een aantal deeltjes aan de buitenzijde van de gasstroom meegevoerd te worden, die niet door het vlies worden bevochtigd. Bij een erg smalle gaszone blijken de meegevoerde deeltjes onvoldoende snelheid te krijgen. In het algemeen kiest men de breedte van deze gaszone tussen 0,25 tot 4 maal keer de gemiddelde diameter van de kerndeeltjes.

De onderhavige werkwijze kan worden toegepast voor het granuleren van allerlei vloeibare materialen, zowel in de vorm van een oplossing, smelt of suspensie. De werkwijze is in het bijzonder

8502000

geschikt voor het granuleren van praktisch watervrije vloeibare materialen. Voorbeelden van met de onderhavige werkwijze te granuleren materialen zijn ammoniumzouten, zoals ammoniumnitraat, ammoniumsulfaat, of ammoniumfosfaat alsmede mengsels hiervan, enkelvoudige meststoffen, zoals kalkammonsalpeter, magnesammonsalpeter, samengestelde NP- en NPK-meststoffen, ureum en ureumbevattende samenstellingen, zwavel, organische stoffen zoals bisfenol en caprolactam, en dergelijke. De werkwijze is tevens geschikt voor het opbrengen van vloeibare materialen op kerndeeltjes van een andere samenstelling dan het vloeibare materiaal, zoals het bekleden van kunstmest- of ureumdeeltjes met bijvoorbeeld zwavel.

Bij de onderhavige werkwijze kan de temperatuur van het te granuleren vloeibare materiaal tussen wijde grenzen variëren. In principe dient deze temperatuur zo dicht mogelijk bij het kristallisatiepunt c.q. stolpunt van het materiaal gekozen te worden om zodoende een snelle kristallisatie respectievelijk stolling te bewerkstelligen. Anderzijds is een zeker temperatuurverschil ten opzichte van deze temperatuur gewenst om aangroei van vast materiaal rond de uittreeopening van het toevoerorgaan te voorkomen. In het algemeen past men een vloeibaar materiaal met een temperatuur, die 5-15 °C boven de kristallisatietemperatuur c.q. stoltemperatuur ligt, toe.

Als kerndeeltjes in het gefluïdiseerde bed kunnen in principe allerlei korrels toegepast worden, bijvoorbeeld prills die men apart aanmaakt uit een deel van het te versproeien vloeibare materiaal of uit een smelt verkregen door smelten van de na afzeven van het granulaat verkregen fraktie met een te grote diameter. Bij voorkeur past men als kerndeeltjes granules toe, die verkregen zijn bij het afzeven en/of breken van het uit het bed verkregen granulaat. De gemiddelde diameter van deze kerndeeltjes kan variëren, mede afhankelijk van de aard van het te granuleren materiaal en speciaal van de gewenste korrelgrootte van het produkt. Eveneens kan de hoeveelheid ingevoerde kerndeeltjes variëren.

Het bed van kerndeeltjes wordt in gefluïdiseerde toestand gehouden met behulp van een opwaarts stromend gas, in het bijzonder lucht. Dit fluïdisatiegas dient een minimale superficiële snelheid te bezitten om te zorgen dat het bed geheel in gefluïdiseerde toestand

8502099

wordt gehouden. Anderzijds dient deze snelheid in verband met de energiekosten en ter voorkoming van stofuitworp zo laag mogelijk te zijn. In het algemeen past men een fluidisatiegas met een superficiële snelheid van 1,5 tot 2,5 m/sec., in het bijzonder 1,8 tot 2,3 m/sec toe. De temperatuur van het fluidisatiegas kan variëren, mede afhankelijk van de gewenste bedtemperatuur, die zoals gebruikelijk, wordt ingesteld door geschikte keuze van de temperatuur van het te versproeien materiaal, het versproeiingsgas, de toegevoerde kerndeeltjes en het fluidisatiegas.

De uitvinding zal nader worden toegelicht aan de hand van bijgaande tekeningen.

Figuur 1 geeft een langsdoorsnede van het sproeiorgaan met behulp waarvan de werkwijze volgens de uitvinding kan worden uitgevoerd.

Figuur 2 geeft een langsdoorsnede van het uitstroomgedeelte van een dergelijk sproeiorgaan, waarbij in Figuur 2A in boven-aanzicht schematisch een dwarsdoorsnede van de rotatiekamer in een dergelijk sproeiorgaan is weergegeven.

Figuur 3 geeft een langsdoorsnede van het uitstroomgedeelte van een sproeiorgaan, waarbij de gasuitstroomopening en de vloeistofuitstroomopening op ongeveer gelijke verticale hoogte zijn aangebracht. Figuur 3A is gelijk aan Figuur 2A.

In Figuur 1 is het sproeiorgaan algemeen aangeduid met A en is opgebouwd uit een toevoergedeelte I en een sproeigedeelte II. Het sproeiorgaan is bevestigd in de granulatie-inrichting (niet weergegeven) via bodemstuk B en aangebracht in de bodemplaat C, welke voorzien is van perforaties D voor het doorlaten van fluidisatielucht, en mondt uit via uittreeopening G. Het sproeiorgaan is opgebouwd uit een centraal kanaal 1, dat enerzijds is aangesloten op een niet-weergegeven vloeistofleiding en dat anderzijds uitmondt in een rotatiekamer 3. Verder is het sproeiorgaan voorzien van een met het centrale kanaal concentrisch aangebracht kanaal 4, dat enerzijds via opening 5 is aangesloten op een niet-weergegeven gasleiding en anderzijds is voorzien van een zich vernauwend gedeelte 6, dat uitmondt in uittreeopening 7. Het in de Figuur door de gestippelde rechthoek omgeven uitstroomgedeelte E is in detail weergegeven in Figuur 2.

8302009

In Figuur 2 is het uitstroomgedeelte van het sproeiorgaan algemeen aangeduid met E. Het is opgebouwd uit een vloeistof-
 uitstroomorgaan F waaromheen een zich vernauwend gaskanaal 6 voorzien
 van uittreeopening 7 is aangebracht. Het vloeistofuitstroomorgaan F is
 5 opgebouwd uit een vloeistoftoevoer kanaal 1, dat via openingen 8 en
 toevoerspleten 9 verbonden is met een rotatiekamer 3, die is voorzien
 van een centraal uittreekanaal 10 met uittreeopening 11.

In Figuur 2A is een schematische dwarsdoorsnede via de lijn
 A-A van de rotatiekamer 3 uit Figuur 2 aangegeven. Hierin zijn met 9
 10 de toevoerspleten aangegeven.

In Figuur 3 is een gemodificeerd uitstroomgedeelte van het
 sproeiorgaan weergegeven. Dit verschilt van de uitvoering volgens
 Figuur 2 hierin, dat de vloeistofuitstroomopening 11 zich op ongeveer
 gelijke hoogte bevindt als de gasuitstroomopening 7.

15 Voorbeeld I

Aan een cirkelvormige gefluidiseerd bed granulator met een
 diameter van 27 cm en voorzien van een geperforeerde bodemplaat
 (gaatjesdiameter 2 mm), welke granulator een bed van ammoniumnitraat-
 deeltjes met een hoogte van circa 60 cm bevatte, werden continu een
 20 ammoniumnitraatsmelt en een krachtige luchtstroom via een sproeiorgaan
 zoals weergegeven in Figuur 1 en 2 toegevoerd.

Hierbij werd een ammoniumnitraatsmelt, die 0,65 gew.% H_2O , 2,0 gew.%
 dolomiet en 2,0 gew.% klei bevatte, en een temperatuur van 182 °C had
 in een hoeveelheid van 195 kg/uur onder een voordruk van 2,7 bar via
 25 het centrale kanaal (1) van het sproeiorgaan aangevoerd. Als klei werd
 een produkt toegepast, verkrijgbaar onder de naam Sorbolite bij de
 Firma Tennessee Mining and Chemical Corporation, met een deel-
 tjesgrootte kleiner dan 5 μm voornamelijk bestaande uit SiO_2
 (73 gew.%) en Al_2O_3 (14 gew.%).

30 De krachtige luchtstroom werd aangevoerd via een concentrisch met het
 centrale kanaal aangebracht gaskanaal (4) in een hoeveelheid van
 50 kg/uur met een temperatuur van 180 °C en onder een voordruk van 1,4
 bar.

Het sproeiorgaan was voorzien van een rotatiekamer (3), waarin de
 35 smelt met behulp van 4 tangentielle vloeistofkanaaltjes (9) werd inge-
 voerd.

8302000

De belangrijkste afmetingen van dit sproeiorgaan waren als volgt:

- | | | |
|----|---|---------|
| | Diameter centraal kanaal (1): | 12 mm |
| | Diameter concentrisch kanaal (4): | 10 mm |
| | Diameter uitstroomopening (11) centraal kanaal: | 3 mm |
| 5 | Spleetbreedte uitstroomopening (7) concentrisch kanaal: | 1,2 mm |
| | Verticale afstand van uitstroomopening | |
| | gaskanaal (11) tot bodemplaat (C): | 4 cm |
| | Verticale afstand van uitstroomopening | |
| | gaskanaal(11) tot uitstroomopening | |
| 10 | vloeistofkanaal (7): | 1,8 cm |
| | Convergeringshoek buitenwand van vloeistofkanaal: | 22,5° |
| | Buitendiameter gaskanaal: | 23,4 mm |

- Uit het centrale kanaal trad de vloeistof uit in de vorm van
- 15 een gesloten konisch vlies met een vliesdikte bij uittreden van circa 275 μ m, een tophoek van 87° en een snelheid van 15,5 m/sec. Het vlies had een weinig geribbeld oppervlak tengevolge van de geringe inwendige turbulentie (Weg is circa 1400). Uit het concentrische gaskanaal trad
- 20 de luchtstroom met een snelheid van 200 m/sec. Hoewel het gaskanaal niet convergeerde bleek de gasstroom enkele graden te convergeren. Bij botsing tussen met deeltjes beladen gasstroom en het vlies bleek, dat er vrijwel géén vermenging tussen beide optrad.

- Aan het bed werden tevens circa 180 kg/uur vaste ammonium-nitraatdeeltjes met een gemiddelde diameter van 1-1,5 mm en een tem-
- 25 peratuur van circa 80 °C, die verkregen waren bij het afzeven en breken van het uit het bed afgevoerde granulaat, toegevoerd.

- Het bed van deeltjes had een temperatuur van circa 135 °C en werd gefluïdiseerd met behulp van een opwaartse luchtstroom met een
- 30 temperatuur van circa 70 °C en een superficiële snelheid van 2,1 m/sec.

- Via een overloop werden continu granules (temperatuur circa 135 °C) uit het bed afgevoerd en in een trommelkoeler in tegenstroom met lucht gekoeld tot circa 90 °C. De gekoelde granules werden vervolgens over vlakke Engelmanzeven (maaswijdte 2 en 4 mm) gezeefd.

- 35 Hierbij werd 166 kg/uur van een zeeffractie met diameter kleiner dan 2 mm verkregen, welke fractie naar het bed werd terugge-

8502000

voerd, alsmede 14 kg/uur van een zeeffractie met een diameter groter dan 4 mm, welke laatste fractie met behulp van een walsenbreker werd gebroken tot een δ_{50} van 1,1 mm. Met behulp van een windsifter werd het fijne stof (kleiner dan 750 μm) afgescheiden, waarna het resterende
 5 gebroken materiaal naar het bed werd teruggevoerd.

Als produktzeeffractie (2-4 mm) werden circa 193 kg/uur granules verkregen die in een trommel tot 40 °C werden afgekoeld. De aldus verkregen granules hadden de volgende eigenschappen:

	Stikstofgehalte:	33,7 gew.%
10	H ₂ O-gehalte:	0,15 gew.%
	Rollend vermogen:	80 % rond
	Stortgewicht:	935 kg/m ³
	Schokbestendigheid:	100 %
	Breeksterkte:	60 bar
15	Olie-absorptie-capaciteit:	0,60 gew.%
	Kwikpenetratie-vermogen:	0,085 cm ³ /g.

Een gedeelte van dit produkt werd vijfmaal verhit en gekoeld tussen 15 en 50 °C. De aldus behandelde granules hadden een breeksterkte van 50 bar en een olie-absorptie-capaciteit van 2,2
 20 gew.%.
 Hierbij is de breeksterkte bepaald door een korrel tussen twee platen te plaatsen en geleidelijk een toenemende druk op de bovenste plaat uit te oefenen, totdat een zodanige druk bereikt is, dat de korrel breekt. De rondheid is bepaald door korrels op een roterende schijf,
 25 die onder een hoek van 7,5° is opgesteld, te brengen en het percentage korrels dat naar beneden glijdt te meten. De schokbestendigheid is bepaald door korrels tegen een onder een hoek van 45° opgestelde plaat te schieten en zowel voor als na de behandeling het rondheidspercentage te meten.

30 De uit het bed tredende, stofbevattende fluidisatielucht (temperatuur circa 135 °C) werd naar een natte wasser geleid, waarbij een verdunde ammoniumnitraatoplossing (circa 35 gew.%-ig) werd verkregen.

Deze oplossing werd ingedampt en toegevoegd aan de aan het bed toegevoerde ammoniumnitraatsmelt.
 35

De met stof beladen luchtstromen uit de koelers en de brekersektie

8302999

werd en met behulp van een zakkenfilter van stof bevrijd. Het aldus verkregen ammoniumnitraatstof werd opgelost in de hete aan het bed toegevoerde ammoniumnitraatsmelt.

Voorbeeld II

5 In een gefluidiseerd bed-granulator zoals beschreven in Voorbeeld I, echter voorzien van een sproeiorgaan zoals weergegeven in Figuur 3 werd 195 kg/uur van ammoniumnitraatsmelt, die 0,39 gew.% water en 0,3 gew.% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ (berekend als MgO) bevatte, met een temperatuur van 180 °C onder een voordruk van 1,9 bar ingevoerd. Tevens
10 werd 55 kg/uur lucht met een temperatuur van 180 °C onder een voordruk van 1,5 bar via het sproeiorgaan ingevoerd.

Het uit het centrale kanaal, (diameter uittreeopening 4 mm) uittredende konische vloeistofvlies had een dikte van circa 300 µm, een snelheid van 11,9 m/sec en een tophoek van 90° (Weg circa 1000). De
15 uittredende luchtstroom had een snelheid van 195 m/sec. Aan het bed, dat een temperatuur van 115 °C had en gefluidiseerd werd met lucht met een temperatuur van 40 °C en een superficiële snelheid van 2,1 m/sec, werden tevens circa 175 kg/uur vaste deeltjes, verkregen uit de zeef- en breeksectie, toegevoerd.

20 De via een overloop uit het bed afgevoerde granules werden - zoals in Voorbeeld I beschreven - gekoeld tot 90 °C in een trommel, en gezeefd, waarbij circa 190 kg/uur produktfractie (2-4 mm) werd verkregen, die in een trommel tot 40 °C werd gekoeld.

De aldus verkregen granules hadden de volgende eigenschappen:

25	Stikstofgehalte:	33,8 gew.%
	H ₂ O-gehalte:	0,15 gew.%
	Stortgewicht:	965 kg/m ³
	Rollend vermogen:	95 % rond
	Schokbestendigheid:	100 %
30	Breeksterkte:	45 bar
	Olie-absorptie-capaciteit:	0,90 gew.%
	Kwikpenetratie-vermogen:	0,04 cm ³ /g.

Een gedeelte van dit produkt werd vijfmaal verhit en gekoeld tussen 15 en 50 °C. De aldus behandelde granules hadden een
35 breeksterkte van 45 bar en een olie-absorptie-capaciteit van 1,9 gew.%.
8302009

Voorbeeld III

Aan een cirkelvormige gefluidiseerd bedgranulator met een diameter van 29 cm, die een bed (100 °C) van ureumdeeltjes (hoogte circa 60 cm) bevatte, welk bed gefluidiseerd werd met behulp van lucht met een temperatuur van 35 °C en een superficiële snelheid van 2,0 m/sec, werden 180 kg/uur vaste ureumdeeltjes, verkregen bij het zeven en breken van het granulaat uit het bed, toegevoerd.

Tevens werden met behulp van een sproeiorgaan zoals beschreven in Voorbeeld I een ureumsmelt en een krachtige luchtstroom van beneden naar boven in het bed ingevoerd. De ureumsmelt had een temperatuur van 140 °C, een watergehalte van 0,5 gew.% en een formaldehydegehalte van 0,3 gew.% en werd toegevoerd in een hoeveelheid van 195 kg/uur onder een voordruk van 3,3 bar. De krachtige luchtstroom had een temperatuur van circa 140 °C en werd toegevoerd in een hoeveelheid van 50 kg/uur onder een voordruk van 1,4 bar.

De ureumsmelt trad uit het sproeiorgaan in de vorm van een weinig geribbeld ($We_g = 1950$) konisch vlies met een tophoek van 88 °, een vliedikte van circa 300 μ m en een uittreesnelheid van 20 m/sec. De luchtstroom trad uit het sproeiorgaan met een snelheid van circa 190 m/sec.

Via een overloop werden de granules uit het bed afgevoerd, in een gefluidiseerd bedkoeler gekoeld tot circa 40 °C en vervolgens door zeven gescheiden in een produktfractie vvan 2-4 mm (190 kg/uur) een fraktie kleiner dan 2 mm (165 kg/uur) en een fraktie groter dan 4 mm (15 kg/uur). Deze laatste fraktie werd gebroken en tesamen met de fraktie kleiner dan 2 mm naar het bed teruggevoerd.

De produktgranules hadden de volgende eigenschappen:

H ₂ O-gehalte:	0,09 gew.%
Formaldehyde-gehalte	0,3 gew.%
Stortgewicht:	960 kg/m ³
Rollend vermogen:	90 % rond
Breeksterkte:	40 bar
Schokbestendigheid:	100 %

8302999

Voorbeeld IV

Aan een cirkelvormige gefluidiseerd bedgranulator (diameter 44 cm), die een bed (temperatuur 43 °C) van zwaveldeeltjes (gemiddelde diameter 2,90 mm) met een hoogte van circa 55 cm bevatte, werden continu circa 150 kg/uur zwaveldeeltjes met een gemiddelde diameter van 1,0-1,5 mm en een temperatuur van 36 °C toegevoerd, die verkregen waren bij het afzeven en breken van het granulaat uit het bed. Het bed werd gefluidiseerd met een opwaartse luchtstroom met een temperatuur van circa 20 °C en met een superficiële snelheid van 2,0 m/sec.

10 Tevens werden met behulp van een sproeiorgaan zoals beschreven in Voorbeeld I aan het bed 150 kg/uur zwavelsmelt met een temperatuur van 135 °C onder een voordruk van 3,1 bar en 55 kg/uur lucht met een temperatuur van circa 135 °C onder een voordruk van 1,7 bar aangevoerd. De zwavelsmelt trad uit het sproeiorgaan in de vorm van
15 een vrijwel glad vlies (Weg : circa 1000) met een snelheid van 12,5 m/sec., een vliedikte van circa 280 µm en een tophoek van 87°. De krachtige luchtstroom trad uit met een snelheid van circa 175 m/sec.

De via een overloop uit het bed afgevoerde granules werden door zeven gescheiden in een fraktie kleiner dan 2,5 mm (112 kg/uur),
20 een fraktie groter dan 4,5 mm (38 kg/uur), welke laatste fraktie werd gebroken tot een gemiddelde grootte van 1,0-1,5 mm, en tesamen met de fijne fraktie naar het bed werd teruggevoerd. De bij het zeven verkregen produktfraktie met een diameter van 2,5-4,5 mm (circa 145 kg/uur) had de volgende eigenschappen:

25	Stortgewicht:	1130 kg/m ³
	Rollend vermogen:	20 % rond
	Breeksterkte:	35 bar
	Schokbestendigheid:	20 %
	Stuifgetal:	20
30	δ ₅₀ :	2,90 mm

Voorbeeld V

Op dezelfde wijze als in Voorbeeld I werden aan een bed van kalkammonsalpeterdeeltjes (temperatuur 105 °C) dat gefluidiseerd werd met lucht (temperatuur circa 20 °C; superficiële snelheid 2 m/sec),

8302000

- 180 kg/uur kalkammonsalpeterdeeltjes (temperatuur circa 100 °C, gemiddelde diameter circa 1,5 mm) toegevoerd. Tevens werden met behulp van een sproeiorgaan zoals beschreven in Voorbeeld I 200 kg/uur kalkammonsalpetersmelt (stikstofgehalte 26 gew.%; CaCO₃-gehalte 24 gew.%; H₂O-gehalte 0,75 gew.%) met een temperatuur van 172 °C onder een voordruk van 2,7 bar, en 50 kg/uur van een krachtige luchtstroom met een temperatuur van 166 °C onder een voordruk van 1,4 bar aangevoerd. Het uit het sproeiorgaan tredende konisch vlies (tophoek 88°) had een snelheid van 14,5 m/sec., een vliedikte van circa 270 µm en een Webergetal van circa 1200. De luchtstroom trad uit met een snelheid van circa 200 m/sec.

Het uit het bed afgevoerde granulaat werd heet gezeefd. De verkregen fraktie groter dan 4 mm werd gebroken en tesamen met de verkregen fraktie kleiner dan 2 mm naar het bed teruggeleid.

- 15 De verkregen fraktie van 2-4 mm werd in een trommel gekoeld tot circa 40 °C en als produkt afgevoerd. Het produkt had de volgende eigenschappen:

H ₂ O-gehalte:	0,09 gew.%
Stortgewicht:	1005 kg/m ³
20 Rollend vermogen:	85 % rond
Schokbestendigheid:	100 %
Breeksterkte:	45 bar

8502000

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van granules door vaste kerndeeltjes in een bed, dat met behulp van een opwaarts door het bed stromend gas in gefluïdiseerde toestand wordt gehouden, te doen aangroeien door op deze kerndeeltjes een vloeibaar materiaal te doen vast worden en de aldus verkregen granules uit het bed af te voeren, waarbij men het vloeibare materiaal van beneden naar boven in het gefluïdiseerde bed van kerndeeltjes invoert met behulp van ten minste een toevoerorgaan dat is voorzien van een centraal kanaal waardoor het vloeibare materiaal wordt aangevoerd, en een hiermee concentrisch aangebracht kanaal waardoor een krachtige gasstroom wordt gevoerd met een lineaire opwaartse snelheid groter dan die van het fluïdisatiegas, welke krachtige gasstroom boven het toevoerorgaan in het bed een ijle zone creëert, en waarbij het vloeibare materiaal na uittreden uit het centrale kanaal met de krachtige gasstroom in aanraking komt, met het kenmerk, dat men het vloeibare materiaal uit het centrale kanaal in de vorm van een vrijwel gesloten, konisch vlies, in de ijle zone laat uittreden, met behulp van de krachtige gasstroom kerndeeltjes uit het bed door het vlies voert en vervolgens tijdens het transport van de aldus bevochtigde kerndeeltjes door de ijle zone het door de kerndeeltjes opgenomen vloeibare materiaal laat vastworden.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men het vloeibare materiaal onder een druk van 1,5 tot 6 bar aanvoert, en in het toevoerorgaan in rotatie brengt.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat het vlies een zodanige inwendige turbulentie heeft, dat het kengetal van Weber uitgedrukt als

$$We_s = \frac{\rho_{vl} U_{vl}^2 \delta}{\sigma_{vl}}, \text{ waarin}$$

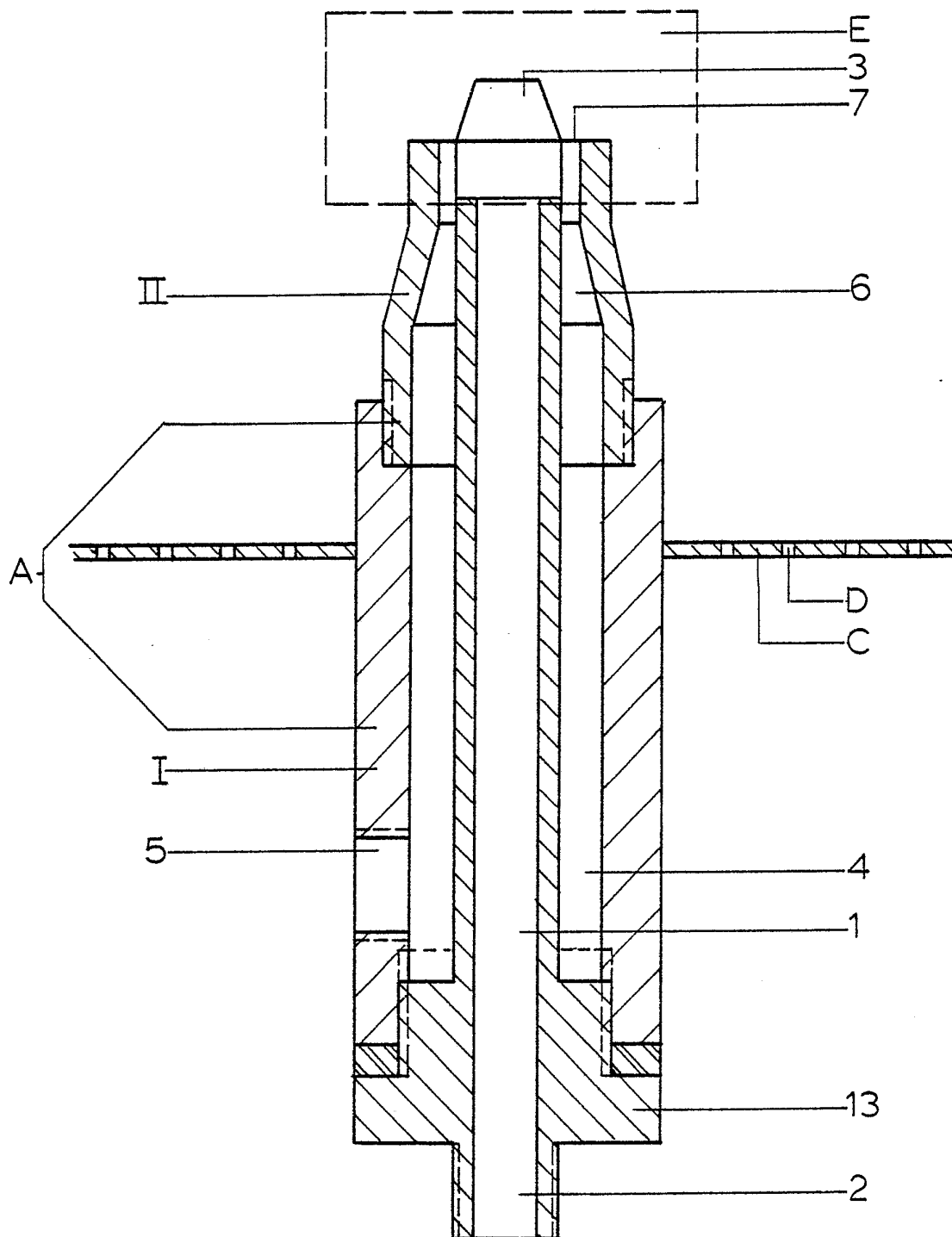
- ρ_{vl} de dichtheid van het vloeibare materiaal in kg/m^3 ,
- U_{vl} de potentiaalsnelheid van het vloeibare materiaal in m/sec. ,
- σ_{vl} de oppervlaktetension van het vloeibare materiaal in N/m en
- δ de vliedikte bij uittreden uit het centrale kanaal in m voorstelt, kleiner dan 2500 is.

8562009

4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, met het kenmerk, dat de potentiaalsnelheid van het vloeibare materiaal 10 tot 25 m/sec bedraagt.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-4, met het kenmerk, dat men het vloeibare materiaal op een hogere plaats in het bed leidt dan de krachtige gasstroom.
6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat de verticale afstand tussen de niveaus waarop het vloeibare materiaal en de krachtige gasstroom in het bed worden geleid 0,5-3,0 cm bedraagt.
- 10 7. Werkwijze volgens een der conclusies 1-6, met het kenmerk, dat men een gasstroom met een snelheid van 50-250 m/sec onder een voordruk van 1,1 tot 1,5 bar toepast.
8. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het kenmerk, dat men een massaverhouding vloeibaar materiaal: gasstroom tussen 0,1:1 en 15 0,5:1 toepast.
9. Werkwijze volgens conclusie 8, met het kenmerk, dat men een massaverhouding vloeibaar materiaal : gasstroom tussen 0,2:1 en 0,4:1 toepast.
10. Werkwijze volgens een der conclusies 1-9, met het kenmerk, dat het concentrisch aangebrachte gaskanaal aan de uitstroomopening convergeert onder een hoek van maximaal 25 °C.
- 20 11. Werkwijze voor het bereiden van granules, zoals in hoofdzaak is beschreven en/of in de voorbeelden nader is toegelicht.
12. Granules verkregen onder toepassing van de werkwijze volgens een 25 der voorgaande conclusies.

83 02 999

3 BLADEN
BLAD 1



FIGUUR 1

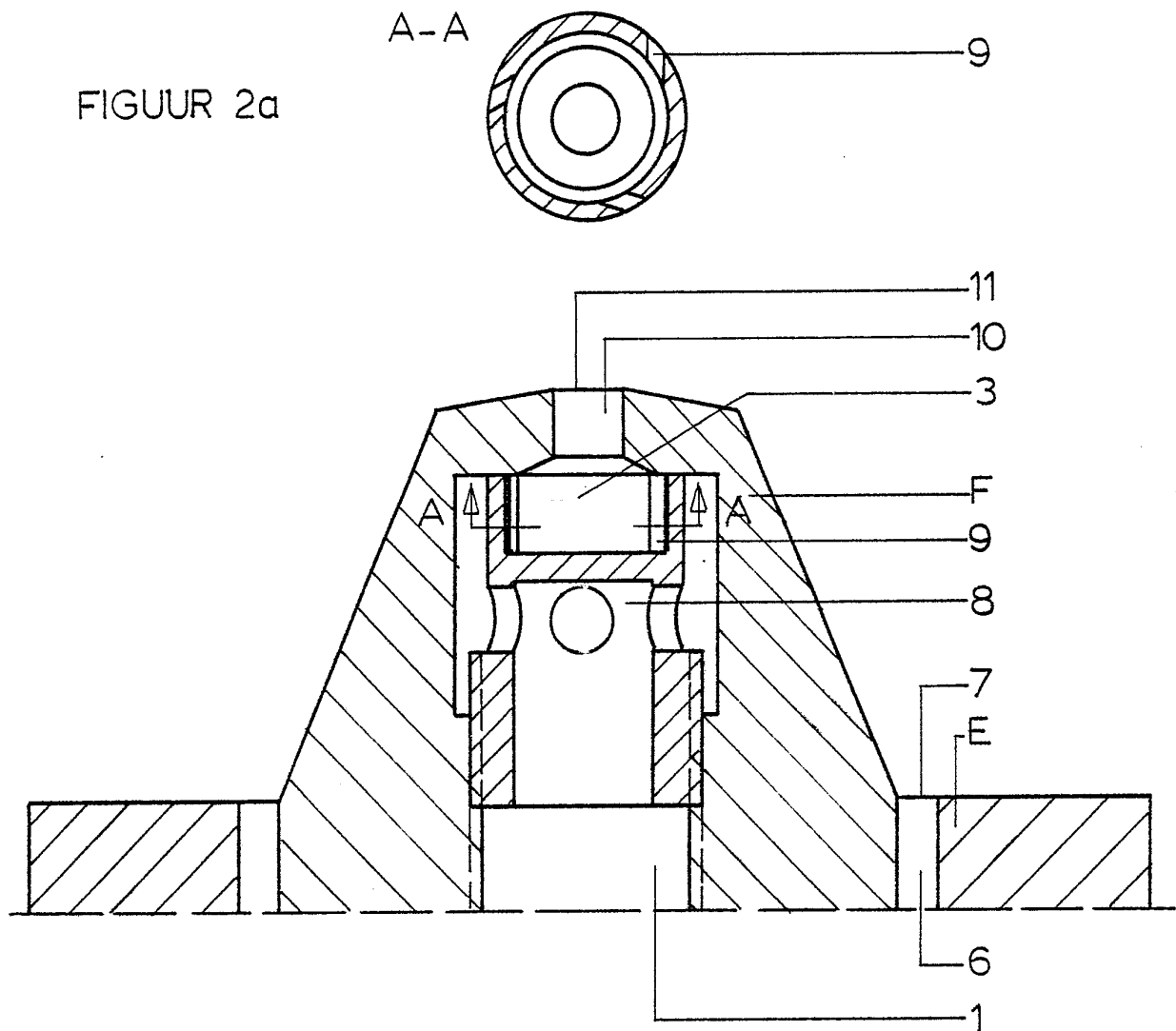
8302009

3485

UKF

3 BLADEN
BLAD 2

FIGUUR 2a



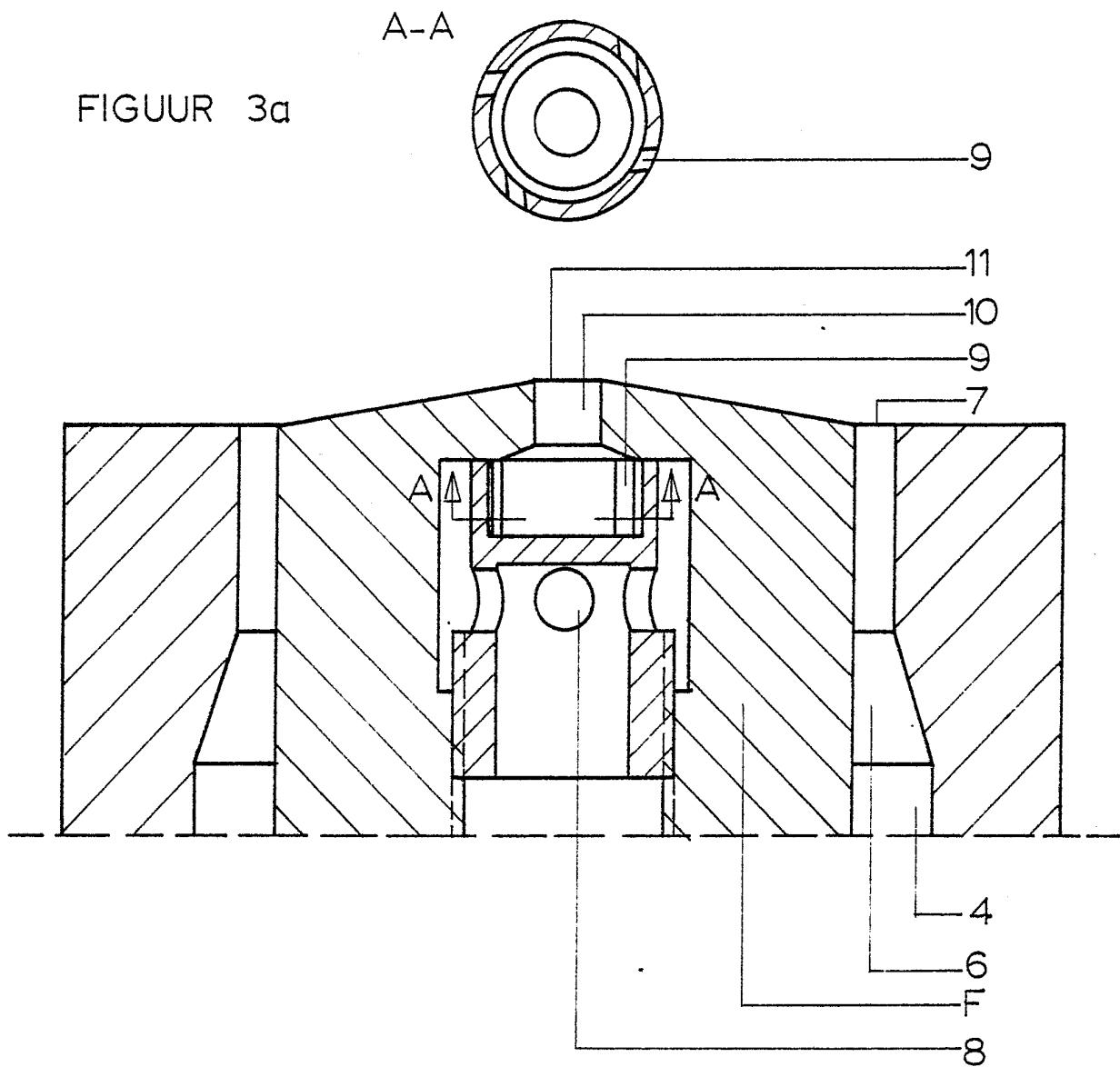
FIGUUR 2

8502009
3485

UKF

3 BLADEN
BLAD 3

FIGUUR 3a



FIGUUR 3

8302000

3485

UKF