

CO1c 1/18



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34257

Kl. ~~12-k, 6~~

The Consolidated Mining and Smelting Company
of Canada, Limited *)
(Montreal, Kanada)

1212, 1/18

Sposób wytwarzania granulek azotanu amonu

Zgłoszono 20 maja 1946 r.

Udzielono 6 października 1950 r.

Pierwszeństwo: 17 grudnia 1943 r. (Kanada)

Wynalazek dotyczy przerobu stężonego roztworu azotanu amonu na azotan amonu w postaci granulek.

Azotan amonu stosuje się do uprawy roli jako cenny nawóz sztuczny o dużej zawartości azotu i dobrej rozpuszczalności w wodzie. Wadą azotanu amonu, otrzymywanego z roztworu w postaci mialkiej przez odparowanie, jest skłonność do zbijania się po pewnym czasie w twardą kamienistą masę, która z trudem daje się wydobywać z opakowania i proszkować, aby być przygotowaną do rozsiewania na roli. Wady tej nie wykazuje azotan amonu, wytwarzany w postaci granulek. Granulki azotanu amonu wytwarzano dotąd przez mieszanie go w stanie wilgotnym w postaci mialkiej z pewnymi substancjami, które służyły jako środki spajające, a potem przez su-

sznienie i rozdrabnianie powstałych większych bryłek.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania granulek azotanu amonu przez rozpylanie jego stężonego roztworu o temperaturze wyższej niż temperatura krystalizacji do przestrzeni, zawierającej ośrodek gazowy o temperaturze znacznie niższej od temperatury krystalizacji. Ziarnka azotanu amonu, wytworzone w ten sposób, posiadają kształt kulek, nie zawierają wilgoci i nie ulegają działaniu atmosfery.

Na załączonym rysunku przedstawiono schematycznie urządzenie do wykonania sposobu. Roztwór azotanu amonu pompuje się ze zbiornika *A* przewodami *1* i *2* i wprowadza do górnej części wieży *B* przez rozpylacz pod ciśnieniem około 2 kg/cm². W dolnej części wieży przez szereg o-

*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcami są Lloyd Williams, Leonard Franklin Wright i Robert Hendricks w City of Calgary.

tworów 3 tłoczy się powietrze. Zbierające się na spodzie 4 wieży B granulki przeprowadza się przenośnikami 5, 6 do suszarki C, połączonej z cyklonem 7, zbierającym pył, który zostaje rozpuszczony w wodzie i z powrotem w postaci roztworu doprowadzony do roztworu macierzystego i tym samym do obiegu. Z suszarki C granulki przechodzą przewodem 8 do suszarki D. Cyfrą 9 oznaczono przewód okrężny. Suszarka D jest połączona z cyklonem 10, chwytającym pył. Strzałka 11 oznacza kierunek wlotu powietrza. Z suszarki D doprowadza się granulki na sito 12, a po odsianiu pyłu, który zawracany jest do obiegu kieruje się je do miejsca, gdzie są ładowane do worków. Strzałki u góry obu cyklonów oznaczają kierunek wylotu powietrza

Stwierdzono, że produkt o zadowalających właściwościach fizycznych można otrzymać, stosując jako roztwór wyjściowy do rozpylania stężony roztwór azotanu amonu o zawartości azotanu amonu takiej, aby jego temperatura nasycenia leżała w granicach 115° — 135°C . Stężenie azotanu amonu w roztworze będzie wtedy zawarte w granicach od około 94% do około 97%.

Jeżeli stosować roztwory wyjściowe mniej stężone, to trudno jest wtedy usuwać przy suszeniu wilgoć z wnętrza powstałych granulek, nie niszcząc ich powierzchni. Granulki, utworzone z roztworów mniej stężonych, zawierają wewnątrz dużo pustych przestrzeni, co powoduje ich kruchość.

Roztwór wyjściowy przeznaczony do rozpylania w wieży B musi być podgrzany do temperatury odpowiednio wyższej od temperatury nasycenia roztworu, aby wywołać tworzenie się w przybliżeniu kulistych granulek. Temperatura ta jest zależna od temperatury ośrodka chłodzącego. Np. w przypadku powietrza o temperaturze atmosfery, jako ośrodka chłodzącego, roztwór musi być rozpylany w temperaturze co najmniej o pięć stopni C wyższej od jego temperatury nasycenia. Jeżeli będzie rozpylany w temperaturze niższej, to cząstki rozpylanego roztworu mogą tężeć wcześniej, zanim przyjmą postać kulistą i twardnieć w postaci wydłużonej (o kształcie fasoli), która jest łamliwa, co powoduje w dużym stopniu wytwarzanie się produktu miałkiego, ulegającego łatwo zbijaniu się w bryły.

Temperatura rozpylanego roztworu zależy również od wysokości wieży oraz od szybkości przepływu ośrodka chłodzącego. Jest rzeczą niezbędną, aby poszczególne krople, spadające wzdłuż wieży, miały czas na dostateczne stwardnienie i ukształtowanie zewnętrznej łuski i przemieniły się w trwałe granulki, gdy się zetkną ze spodem wieży. Jeżeli temperatura rozpylania roztworu jest zbyt wysoka, to niema dostatecznego czasu

na ukształtowanie się zewnętrznej łuski i granulki, zbierające się na spodzie wieży, tworzą ciastowatą masę. Przy pracy z wieżą, której wysokość wynosiła mniej więcej 18 m, stwierdzono, że otrzymuje się produkt bardzo dobry, gdy roztwór zostaje ogrzany do temperatury od pięciu do dziesięciu stopni powyżej jego temperatury nasycenia i jeżeli używać się będzie do chłodzenia powietrza w przybliżeniu o temperaturze atmosfery, przy tłoczeniu go w górę wieży z szybkością około 1 m/sek.

Najlepiej jest rozpylać roztwór w górę pod kątem około 45° do poziomu otworów wlotowych, umieszczonych w równej od siebie odległości dookoła wewnętrznej ścianki w górze wieży. Najkorzystniej jest, gdy te otwory wlotowe nadają prądowi roztworu ruch wirowy tak, iż rozpylana ciecz jest wyrzucana z każdego otworu w postaci wąskiego wirującego stożka cieczy, wdzierającego się stycznie do strumienia powietrza. Wielkość poszczególnych granulek jest określona stopniem rozpraszania roztworu, wyrzucanego z otworów wlotowych, co znowu zależy od ciśnienia cieczy i wielkości otworów wlotowych. Otwory wlotowe i ciśnienie cieczy można z góry określić dla produktu o określonych wymiarach. Dobrze jest umieścić bezpośrednio poniżej otworów wlotowych koryta zbierające w celu chwytania roztworu, ściekającego po ścianach wieży, lub z otworów, gdyż roztwór ten nie schwytywany w ten sposób mógłby zepsuć produkt, zbierający się na dnie wieży. Otwory wlotowe powinny być tak rozmieszczone, żeby po ściankach wieży spływało jak najmniej roztworu.

Każda kropla, spadając swobodnie przez wieżę w przeciwnym kierunku do strumienia gazowego ośrodka chłodzącego, płynącego w górę od spodu wieży, pokrywa się cienką łuską krystaliczną. Pod tą łuską znajduje się rdzeń, zawierający roztwór lub mieszaninę roztworu z kryształkami o temperaturze wyższej, niż temperatura łuski. Gazowy ośrodek chłodzący, najlepiej o niskiej zawartości wilgoci i o temperaturze mniej więcej atmosferycznej, wprowadza się od spodu wieży. Szybkość wznoszenia się gazowego ośrodka chłodzącego przez wieżę jest taka, aby zasadniczo wszystkie granulki osiadły na spodzie wieży w krótkim okresie czasu. Stwierdzono, że jeśli do tego celu używać powietrza, właściwa szybkość wznoszenia się jego wynosić powinna około 1 m/sek. W tych warunkach tworzy się jedynie nieznaczna ilość produktu miałkiego, którego część unosi się wraz z powietrzem, przechodząc przez wieżę.

Stosuje się dwa rzędy otworów wlotowych do rozpylania roztworu, położonych naprzeciw siebie, każdy rząd po dziesięć otworów i każdy ot-

wór o średnicy wewnętrznej 0,08 cm w wieży o wymiarach przekroju poziomego 620 cm x 620 cm i wysokości 1700 cm. Produkcja, osiągana w takiej wieży, wynosi około 136 ton granulek w ciągu 24 godzin. Przy stosowaniu otworów wlotowych o podanych wymiarach, wymiary produktu są takie, że około 94% jego przechodzi przez druciane sito o oczkach o powierzchni 4,699 mm², a zatrzymane zostaje na sicie o powierzchni oczek 0,589 mm².

Aparatura stosowana do rozpylania i chłodzenia, zawiera przewody rurowe do pary oraz otwory wlotowe ze stali nierdzewnej lub podobnego odpornego na korozję materiału.

Wieża jest wyłożona materiałem wodoodpornym, dno jej powinno posiadać kształt leja w celu ułatwienia wyładowywania zbierających się na nim granulek.

Powietrze wtłacza się od spodu wieży przez otwory rozmieszczone dookoła nieco powyżej leja. Roztwór po opuszczeniu rozpylaczy zawiera od około 6% do około 3% wilgoci (najlepiej od około 5% do około 4%), zgodnie z uznanym za najlepszy stopniem stężenia azotanu amonu, odpowiadającym temperaturze nasycenia 120° — 125°C. Niewiele z tej wilgoci, mniej niż 1%, odbiera się z granulek podczas ich krótkiego opadania przez wieżę.

Granulki, zebrane na spodzie wieży, o kształcie z grubsza kulistym, zawierają więc wilgoci od około 5% do około 2%, a temperatura ich wynosi około 50°C. Większa część wilgoci tych granulek zawarta jest w ich rdzeniach, jeżeli dopuścić, aby granulki te leżały na mierny czas na spodzie wieży, wilgoć ta, wydostając się na zewnątrz, powoduje uszkodzenie łusek na granulkach i przemianę ich na ciastowatą masę. To też granulki odbiera się do suszarni jak tylko można najczęściej np. co 15 sekund.

Stwierdzono, że usuwanie wilgoci z rdzenia granulek jest bardzo ważne, gdyż od tego zależą fizyczne właściwości produktu końcowego. W zasadzie powinno się usuwać wszystką wilgoć z rdzenia każdej granulki, a jakkolwiek jej pozostałość musi być rozproszona na całość granulek, w przeciwnym bowiem razie podczas magazynowania produktu, wilgoć zawarta w rdzeniu może dyfundować na zewnątrz, co powoduje uszkodzenie granulek i zlepianie się produktu w postać gęstego twardniejącego ciasta, które będzie wymagało dalszej przeróbki przed rozsiaaniem azotanu amonu na roli. Stwierdzono, że w celu zapobieżenia zniszczeniu twardych łusek w granulkach podczas suszenia, większość wilgoci należy usuwać z rdzenia sposobem ciągłym, podnosząc temperaturę stopniowo dopóki zawar-

tość wilgoci nie zostanie zmniejszona w czasie suszenia poniżej 0,5%, najlepiej poniżej 0,2%.

Poza tym stwierdzono, że jeżeli granulki, zawierające wysoki procent wilgoci, np. 4%, są suszone raptownie w wysokiej temperaturze, np. powyżej 50°C, to łuska zewnętrzna ma skłonność do łamania się i rozpadania. Spowodowane to jest prawdopodobnie szybkim wydzielaniem się z rdzenia przez łuskę dużej ilości wilgoci, która powoduje pękanie i rozpuszczanie łuski.

Granulki, zbierające się na spodzie wieży, zostają jak najszybciej przenoszone do pierwszej suszarki, przez którą przechodzą w przeciwnym kierunku do gazowego ośrodka suszącego. Temperatura, do której granulki są ogrzewane w początkowym okresie suszenia, zależy od zawartości w nich wilgoci. Np. stwierdzono, że granulki o zawartości wilgoci około 4% nie mogą być ogrzewane powyżej 50°C bez szkody dla ich budowy, podczas gdy granulki o zawartości wilgoci około 2% mogą być bez szkody ogrzewane do temperatury około 70°C. W początkowym okresie suszenia granulki ogrzewa się do temperatury od 50°C do 70°C dopóki zawartość wilgoci nie spadnie z 4% na 2% i temperaturę utrzymuje się około 70°C aż zawartość wilgoci nie zostanie zmniejszona do około 1%, a najlepiej do około 0,5%. Gdy zawartość wilgoci zostanie zredukowana do około 1%, granulki można ogrzewać dalej i utrzymywać temperaturę około 80°C przez czas, wystarczający do ostatecznego zmniejszenia wilgoci do około 0,5%, lub mniej i wtedy można ochładzać je do temperatury atmosfery. Stwierdzono, że granulki o zawartości wilgoci 0,5% lub mniej, o ile były chłodzone bez dostatecznego stykania się z powietrzem, stają się kaszkowate i lepkie wskutek przenoszenia się wilgoci z rdzenia do zewnętrznej łuski. Należy zatem chłodzić i suszyć granulki, umożliwiając im bezpośrednie dobre stykanie się z chłodniejszym suszącym ośrodkiem gazowym. Osiąga się to w sposób zadowalający, kończąc suszenie chłodzeniem za pomocą powietrza o zwykłej temperaturze atmosfery, np. od 20°C do 30°C w przeciwnym kierunku do ruchu granulek.

Suszenie może być przeprowadzane w jednej lub więcej suszarkach obrotowych znanego typu. Na rysunku przedstawiono dwie suszarki obrotowe C i D, przy czym każda z nich zaopatrzona jest w równoległe listwy wzdłuż suszarki. Listwy te służą do podnoszenia i opuszczania granulek w czasie przejścia ich przez suszarki obrotowe i w ten sposób granulki są zmuszane do pozostawania w ciągłym zetknięciu z powietrzem suszącym.

Suszenie granulek można bardzo ułatwić, dodając do wilgotnych granulek na początku suszenia pewną ilość granulek już wysuszonych. Gdy dodać porcję wysuszonych granulek do granulek wilgotnych, doprowadzanych do suszarni, następuje przenikanie wilgoci z części wilgotnej do suchej. Korzystne jest odbieranie i mieszanie z wilgotnym produktem takiej ilości wysuszonych granulek, która wywoła zmniejszenie się zawartości wilgoci w granulach wprowadzanych do suszarni do około 2% lub mniej. Np. jeżeli wilgotne granulki zawierają około 4% wilgoci, to ładunek do suszenia, składający się z około 50% wilgotnych i 50% wysuszonych granulek daje w wyniku ładunek do suszenia o zawartości około 2% wilgoci. Taki ładunek może być ogrzewany do temperatury w przybliżeniu 70°C i w tej temperaturze utrzymywany bez niszczenia budowy granulki, a zawartość wilgoci w gotowym produkcie może być obniżona do 0,5% lub niżej.

Przykład. Wodny roztwór azotanu amonu stęży się aż jego temperatura nasycenia wyniesie najlepiej od 120° do 125°C.

Roztwór rozpyla się ku górze w górnej części wieży, w temperaturze co najmniej o pięć stopni wyższej od jego temperatury nasycenia, do wprowadzanego do wieży gazowego ośrodka chłodzącego o temperaturze wyższej od atmosferycznej. Granulki, tworzące się w wieży, zawierające około 4% wilgoci, miesza się z równą mniej więcej ilością granulek wysuszonych w celu utworzenia ładunku do suszarki o zawartości około 2% wilgoci. Granulki doprowadza się bez przerwy i jak najszybciej do miejsca początkowego suszenia, gdzie są ogrzewane do temperatury około 70°C od przepływającego w przeciwnym kierunku strumienia ogrzanego powietrza. Podczas przejścia ich przez pierwszą suszarkę zawartość wilgoci zostaje zmniejszona do około 1%, a nawet do około 0,5%.

Granulki, opuszczające pierwszą suszarkę, rozdziela się, część ich mieszając z granulami wilgotnymi, tworząc w ten sposób ładunek do pierwszej suszarki, a pozostałe przepuszcza się przez końcową suszarkę, którą przechodzą one w przeciwnym kierunku do strumienia zimnego, osuszającego powietrza. Zawartość wilgoci w granulach w czasie ich przechodzenia przez drugą suszarkę zmniejsza się do poniżej 0,5%, w najlepszym przypadku nawet poniżej 0,2%, a temperatura od około 70°C do temperatury atmosfery.

Po zakończeniu suszenia granulki przesiewa się w celu oddzielenia od nich części, mączki i następnie ładuje się do worków. Zwykle ilość mąki w produkcie jest nieznaczna, a wtedy przesiewanie jest zbędne.

Ośrodek suszący, opuszczający suszarki najlepiej jest przepuszczać przez urządzenie, zatrzymujące pył, w celu odzyskania go. Pył, zebrany z tych urządzeń oraz z odsiewania, zwraca się do obiegu, rozpuszczając go i włączając do roztworu macierzystego do rozpylania.

Następujące zestawienie przedstawia przeciętny obraz postępowania przy wykonywaniu sposobu na skalę techniczną.

Temperatura nasycenia roztworu macierzystego do rozpylania 123°C.

Temperatura roztworu macierzystego dla wieży do rozpylania 132°C.

Zawartość wilgoci w roztworze do rozpylania 4,65% H₂O.

Średnica wewnętrzna otworów wlotowych 0,08 cm.

Temperatura powietrza, wprowadzanego od spodu wieży, 10°C.

Wilgotność powietrza, wprowadzanego od spodu wieży, 42%.

Temperatura powietrza, opuszczającego wieżę, 16°C.

Temperatura granulek u spodu wieży 56°C.

Zawartość wilgoci w granulach u spodu wieży 4% H₂O.

Temperatura wilgotnych granulek, wprowadzanych do suszarki początkowej, 55°C.

Temperatura suszonych granulek, z powrotem doprowadzanych do suszarki początkowej, 70°C.

Skład ładunku doprowadzanego do suszarki początkowej 50% wilgotnych i 50% suszonych granulek.

Temperatura ogrzanego powietrza, wprowadzanego do suszarki początkowej, 116°C.

Temperatura powietrza, opuszczającego suszarkę początkową, 52°C.

Temperatura granulek opuszczających suszarkę początkową 70°C.

Zawartość wilgoci w granulach, opuszczających suszarkę początkową, 0,63% H₂O.

Temperatura powietrza, wprowadzanego do drugiej suszarki, 30°C.

Temperatura powietrza, opuszczającego drugą suszarkę, 54°C.

Temperatura granulek, opuszczających drugą suszarkę, 37°C.

Zawartość wilgoci w granulach, opuszczających drugą suszarkę, 0,14% H₂O.

Jak wyżej wspomniano zwykle zawartość części mączki w produkcie jest tak nieznaczna, że przesiewanie jest zbędne. Poniższa tabela przedstawia stosunek ilościowy cząstek azotanu amonu o różnej wielkości, określony przez przesiewanie przez sito o stopniowo zmniejszającej się powierzchni oczek.

Ilość oczek sita na 1 cm ² .	Powierzchnia oczek w mm ²	Pozostałość na sicie w procentach wagowych.	Łączna pozostałość na sicach w procentach wagowych.
10	1,651	18	18
14	1,658	45,8	63,8
20	0,833	26,1	89,9
28	0,589	7,3	97,2

Z powyższego wynika, że tylko 2,8% początkowej ilości azotanu amonu jest tak drobna, że przechodzi przez sito o powierzchni oczek 0,589 mm².

Stwierdzono, że granulki azotanu amonu, wytworzone według opisanego sposobu, nadają się idealnie do użytku jako sztuczny nawóz. Ich twardość i niska zawartość wilgoci pozwalają magazynować je przez długi czas bez niebezpieczeństwa zlepienia się w bryły. Sposób ich suszenia wpływa na wytworzenie się ponadto ściślej twardej powierzchni, obniżającej znacznie higroskopijność.

Stwierdzono jeszcze, że granulki utworzone i suszone opisanym sposobem, posiadają odporność na zgniecenie około dwa razy większą niż granulki wewnątrz puste, które wytwarza się przez rozpylanie stopionego azotanu amonu.

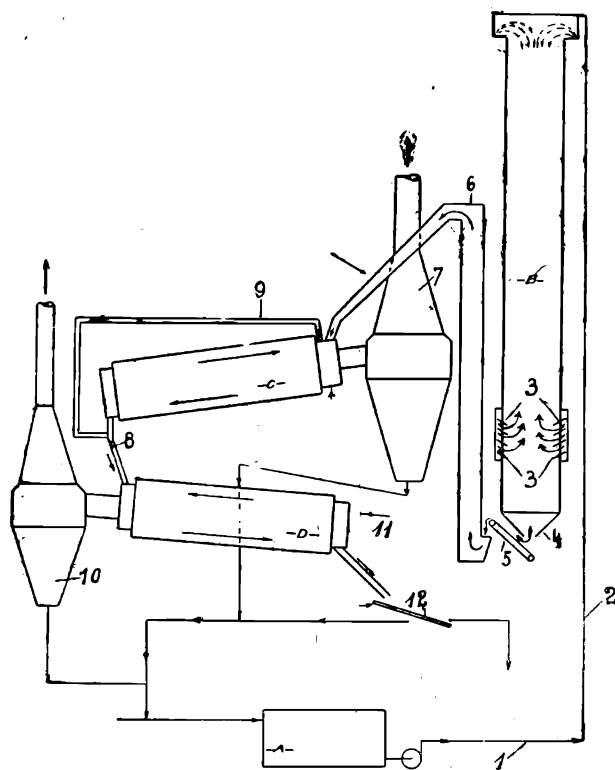
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania granulek azotanu amonu, znamieny tym, że stężony wodny roztwór azotanu amonu o temperaturze wyższej od temperatury nasycenia, wynoszącej od 115°C do 135°C, rozpyla się do gazowego ośrodka chłodzącego o temperaturze znacznie niższej od temperatury nasycenia roztworu, przy czym poszczególne krople stygną szybko, przez co na ich powierzchni tworzą się krystaliczne twarde łuski i tak powstałe granulki, ochłodzone przez chłodzący czynnik gazowy, usuwa się z przestrzeni rozpylania, wprowadza do suszarki i ogrzewa powoli do temperatury, nie przekraczającej 70°C, tak długo, aż ich zawartość wilgoci spadnie poniżej 1%, następnie suszy się je za pomocą gazowego czynnika suszącego do zawartości wilgoci po-

niżej 0,5% i chłodzi w temperaturze otoczenia.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że roztwór azotanu amonu, rozpylany do gazowego ośrodka chłodzącego, posiada temperaturę o 5°C wyższą od temperatury nasycenia roztworu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że granulki, otrzymane przez rozpylenie, chłodzi się przez zetknięcie z gazowym czynnikiem chłodzącym tak, by ich temperatura nie przekraczała około 50°C, a zawartość wilgoci została zmniejszona do około 2%.
4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że rozpylany roztwór azotanu amonu posiada temperaturę nasycenia 120 — 125°C.
5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamieny tym, że część wysuszonych granulek odprowadza się z pierwszej suszarki ponownie do miejsca początkowego suszenia w celu obniżenia łącznej zawartości wilgoci.
6. Sposób według zastrz. 5, znamieny tym, że suszone granulki z pierwszej suszarki dodaje się do granulek wilgotnych w ilości wystarczającej do utworzenia mieszaniny zawierającej nie więcej niż 2% wilgoci, po czym granulki suszy się stopniowo, aby zawartość wilgoci zmniejszyć do wartości poniżej 0,5%, a część suszonych granulek dodaje się ponownie do granulek wilgotnych.

The Consolidated Mining
and Smelting Company
of Canada, Limited
Zastępca: inż. Jerzy Hanke
rzecznik patentowy



BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Republiki Polskiej