



(19) **UA** (11) **82 197** (13) **C2**
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: а200501107, 07.02.2005

(24) Дата начала действия патента: 25.03.2008

(46) Дата публикации: 25.03.2008^{C01F 7/74}
20060101AFI20070115ВНУА

(72) Изобретатель:

Калмыков Валерий Владимирович, UA,
Кононенко Николай Петрович, UA,
Хаконов Амин Исмаилович, UA,
Вакал Сергей Васильевич, UA,
Дмитриев Владимир Евгеньевич, UA,
Зареченый Владимир Григорьевич, UA

(73) Патентовладелец:

Калмыков Валерий Владимирович, UA,
Кононенко Николай Петрович, UA,
Хаконов Амин Исмаилович, UA,
Вакал Сергей Васильевич, UA,
Дмитриев Владимир Евгеньевич, UA,
Зареченый Владимир Григорьевич, UA

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО СУЛЬФАТА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к химической промышленности. Способ получения гранулированного сульфата алюминия включает подачу плава сульфата алюминия в гранулятор для распыления на слой гранулята, который вращают в грануляторе, грануляционную кристаллизацию с отводом в виде пара воды, получение гранул с последующим их охлаждением и использованием части из них как возвратный продукт, возвращаемый на стадию подачи в гранулятор, при массовом соотношении возвратного продукта к распыляемому плаву 1:(0,9-3,5), соответственно. Плав сульфата алюминия подают в гранулятор двумя частями, причем одну часть подают в зону подачи и распределения возвратного продукта в

грануляторе в количестве 0,4-0,8 массовых частей плава сульфата алюминия от общего количества плава, а вторую – в зону гранулообразования в грануляторе в количестве 0,2-0,6 массовых частей плава сульфата алюминия от общего количества плава. Использование изобретения позволяет усовершенствовать кинетику процесса грануляционной кристаллизации, что повышает монодисперсность полученных гранул.

Официальный бюлетьн "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2008, N 06, 25.03.2008. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **82 197** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: a200501107, 07.02.2005

(24) Effective date for property rights: 25.03.2008

(46) Publication date: 25.03.2008^{C01F 7/74}
20060101AFI20070115BHUA

(72) Inventor:

Kalmykov Valerii Volodymyrovych, UA,
Kononenko Mykola Petrovych, UA,
Khakonov Amin Ismailovych, UA,
Vakal Serhii Vasyliovych, UA,
Dmytriiev Volodymyr Yevhenovych, UA,
Zarechenyi Volodymyr Hryhorovych, UA

(73) Proprietor:

Kalmykov Valerii Volodymyrovych, UA,
Kononenko Mykola Petrovych, UA,
Khakonov Amin Ismailovych, UA,
Vakal Serhii Vasyliovych, UA,
Dmytriiev Volodymyr Yevhenovych, UA,
Zarechenyi Volodymyr Hryhorovych, UA

(54) **PROCESS FOR THE PREPARATION OF GRANULATED ALUMINIUM SULPHATE**

(57) Abstract:

The invention relates to chemical industry. A process for the preparation of granulated aluminium sulphate comprises the supply of fusion cake of aluminium sulphate to the granulator for pulverizing on a layer of granulate, which is revolved in granulator, granulating crystallization with outlet in the form of water steam, obtaining of granules with their further cooling and usage a part of them as return product, which is get back to the supply stage to the granulator, in weight ratio of return product to the fusion cake being pulverized, 1:(0.9-3.5), correspondingly. The fusion cake of aluminium sulphate is fed to granulator in two parts, one part is supplied to the delivery and distribution zone of return product in the granulator in

quantity of 0.4-0.8 weight parts of fusion cake of aluminium sulphate from the total amount of fusion cake, and the second – to the zone of granules formation in the granulator in quantity of 0.2-0.6 weight parts of fusion cake of aluminium sulphate from the total amount of fusion cake. The use of the invention allows improving the kinetics of the process of granulating crystallization, increasing monodispersiveness of obtained granules.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2008, N 06, 25.03.2008. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **82 197** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
а200501107, 07.02.2005

(24) Дата набуття чинності: 25.03.2008

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 25.03.2008^{C01F 7/74}
20060101AFI20070115BNUA

(72) Винахідник(и):
Калмиков Валерій Володимирович, UA,
Кононенко Микола Петрович, UA,
Хаконов Амін Ісмаїлович, UA,
Вакал Сергій Васильович, UA,
Дмитрієв Володимир Євгенович, UA,
Заречений Володимир Григорович, UA

(73) Власник(и):
Калмиков Валерій Володимирович, UA,
Кононенко Микола Петрович, UA,
Хаконов Амін Ісмаїлович, UA,
Вакал Сергій Васильович, UA,
Дмитрієв Володимир Євгенович, UA,
Заречений Володимир Григорович, UA

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ГРАНУЛЬОВАНОГО СУЛЬФАТУ АЛЮМІНІЮ

(57) Реферат:

Винахід належить до хімічної промисловості.
Спосіб одержання гранульованого сульфату алюмінію включає подавання плав сульфату алюмінію в гранулятор для розпилення на шар грануляту, який обертають в грануляторі, грануляційну кристалізацію з відводом у вигляді пари води, одержання гранул з наступним їх охолодженням і використанням частини із них як зворотного продукту, що повертають на стадію подавання в гранулятор, при масовому співвідношенні зворотного продукту до плав, що

розпилюють, 1:(0,9-3,5) відповідно. Плав сульфату алюмінію подають в гранулятор двома частинами, причому одну частину подають в зону подавання та розподілу зворотного продукту в грануляторі в кількості 0,4-0,8 масових частин плав сульфату алюмінію від загальної кількості плав, а другу – в зону гранулоутворення в грануляторі у кількості 0,2-0,6 масових частин плав сульфату алюмінію від загальної кількості плав. Використання винаходу дозволяє удосконалити кінетику процесу грануляційної кристалізації, що підвищує монодисперсність одержаних гранул.

Опис винаходу

Винахід відноситься до технології неорганічних речовин і може бути використаний в хімічній промисловості при виробництві коагулянтів.

Відомий спосіб отримання гранульованого сульфату алюмінію шляхом розпилення його плаву в грануляторі на завісу з грануляту при масовому співвідношенні зворотного продукту, який обертається в стадії грануляції, до плаву, що розпилюється, (4-10): 1, грануляційну кристалізацію до отримання готових гранул, охолодження гранул і часткового спрямування їх як зворотного продукту на стадію грануляції у гранулятор (див. ав. св. СРСР №1763370, М.кл. С01F 7/74, 23.09.1992).

По даному способу стадія процесу кристалізації плаву сульфату алюмінію характеризується неоптимальними умовами кінетики процесу гранулоутворення, що приводить до отримання продукту полідисперсного фракційного складу.

Відомий також спосіб отримання гранульованого сульфату алюмінію шляхом розпилення його плаву в грануляторі на шар грануляту, при масовому співвідношенні зворотного продукту, який обертається в стадії грануляції, до плаву, що розпилюється, 1:(0,9-3,5), грануляційної кристалізації з відводом у вигляді пару води, отримання готових гранул з наступним їх охолодженням і спрямуванням частини зворотного продукту в гранулятор (див. деклараційний патент України на винахід № 29347 А М.кл. С01F7/74, 16.10.2000).

Описаний спосіб є найбільш близьким способом того ж призначення до винаходу, що заявляється, по сукупності ознак, в результаті чого і прийнятий як прототип.

Однак, при використанні даного способу також можливе отримання продукту полідисперсного фракційного складу, що обумовлюється кінетикою процесу гранулоутворення. Це пояснюється тим, що розподіл плаву по поверхні часток і сам процес кристалізації є досить тривалим в часі, а це приводить до утворення агломератів гранул і у результаті, до неможливості отримання продукту монодисперсного фракційного складу.

В основу винаходу поставлене завдання розробки способу отримання гранульованого сульфату алюмінію шляхом удосконалення кінетики процесу грануляційної кристалізації за рахунок регулювання розподілу і процесу кристалізації плаву по поверхні часток грануляту. Це дозволить поліпшити в цілому кінетику процесу формування гранул, а саме, оптимізує кількість плаву, яку може прийняти частинка грануляту при знаходженні в зоні зрощення, що значно підвищить монодисперсність отриманого продукту.

Поставлене завдання вирішується тим, що у відомому способі отримання гранульованого сульфату алюмінію, що включає подавання плаву сульфату алюмінію в гранулятор для розпилення на шар грануляту у масовому співвідношенні зворотного продукту, який обертається в стадії грануляції, до плаву, що розпилюється, 1:(0,9-3,5) відповідно, грануляційну кристалізацію з відводом у вигляді пару води, отримання готових гранул з наступним їх охолодженням і використанням частини із них у вигляді зворотного продукту як вихідного грануляту, відповідно до винаходу, на стадії подавання та розподілу зворотного продукту у гранулятор масове співвідношення кількості розпилювального плаву сульфату алюмінію до загальної кількості плаву підтримують на рівні (0,4-0,8): 1.

Використання способу, що заявляється, у сукупності з усіма істотними ознаками, включаючи відмітні, а саме, підтримування на рівні (0,4-0,8): 1 масового співвідношення кількості розпилювального плаву сульфату алюмінію до загальної кількості плаву на стадії подавання та розподілу зворотного продукту у гранулятор дозволяє скоротити час, необхідний для досягнення гранулою оптимальної температури процесу гранулоутворення. Це дає можливість стабілізувати процес поширивої кристалізації за рахунок створення оптимальних умов кінетики виділення тепла кристалізації і поглинання його частками грануляту, порівняно швидко формувати гранули сульфату алюмінію, виключити агломерування часток грануляту. Таким чином, за рахунок удосконалення способу регулювання плаву поліпшується процес гранулоутворення і підвищується монодисперсність отриманого продукту.

При підтриманні плаву сульфату алюмінію відносно загальної кількості плаву на стадії подавання та розподілу зворотного продукту в гранулятор більш 0,8 масових частин значно підвищується температура процесу гранулоутворення, що приводить до виникнення на поверхні часток плівки плаву гранульованого сульфату алюмінію, який не закристалізовується. А це, в свою чергу, сприяє зниженню міцності та руйнуванню часток гранулята, агломеруванню часток в апараті і як наслідок до зриву процесу гранулювання в цілому і зниженню монодисперсності отриманого продукту.

При підтриманні плаву сульфату алюмінію відносно загальної кількості плаву на стадії подавання та розподілу, зворотного продукту в гранулятор на рівні менш 0,4 масових частин відбувається недостатній прогрів поверхні часток і зниження температури процесу гранулоутворення в грануляторі. Це приводить до погіршення процесу розподілу плаву сульфату алюмінію по поверхні грануляту, утворення агломератів і як наслідок до зриву процесу грануляційної кристалізації в цілому і зниженню монодисперсності отриманого продукту.

У цілому сукупність всіх істотних ознак запропонованого винаходу стабілізує кінетику процесу грануляційної кристалізації і як результат підвищує монодисперсність отриманого продукту.

Спосіб отримання гранульованого сульфату алюмінію здійснюють наступним чином.

Плав сульфату алюмінію, отриманий шляхом розкладання водяної суспензії гідрату оксиду алюмінію сірчаною кислотою при температурі 95°C, зі змістом оксиду алюмінію в плаву 14,2-20,1 % розпорошують форсунками в грануляторі з рухливим шаром часток грануляту (гранулятор тарілчастий, барабанний). Сюди ж у гранулятор подають зворотний продукт (продукт, який обертається в стадії грануляції) з температурою 10-35 °C і співвідношення компонентів підтримують на рівні 1:(0,9-3,5). При цьому масове співвідношення

розпилювального плаву сульфату алюмінію до загальної кількості плаву в зоні подавання та розподілу зворотного продукту в гранулятор підтримують на рівні (0,4-0,8): 1, для чого в зону перебування холодних часток ретур подають 0,4-0,8 масових частин плаву сульфату алюмінію.

Частину плаву сульфату алюмінію, що залишилася, в кількості 0,2-0,6 масових частин від загальної кількості плаву сульфату алюмінію розпилюють в зоні гранулоутворення гранулятора, що залишилась.

При попаданні плаву на гранулят відбувається грануляційна кристалізація, яку ведуть до отримання готових гранул, в основному з товарним фракційним складом. У процесі отримання гранул частинки грануляту нагріваються до середньої температури поверхневих шарів 65 °С. Отриманий гранулят виводять на стадію класифікації, що здійснюють на грохоті. Зі стадії класифікації балансову кількість грануляту з розміром часток товарних фракцій охолоджують і виводять як готову продукцію, а ретурну частину (зворотний продукт) у вигляді гранул розміром переважно менш товарної фракції направляють в апарат повітряного охолодження, де їх доохолоджують до температури 10-35 °С і повертають на стадію подавання та розподілу зворотного продукту в гранулятор.

Спосіб отримання гранульованого сульфату алюмінію можливо продемонструвати наступними прикладами.
Приклад 1.

Для проведення досліду був приготовлений плав сульфату алюмінію шляхом розкладання водяної суспензії гідрату оксиду алюмінію сірчаною кислотою при температурі 95°С. Зміст оксиду алюмінію в плаву складає 16,2%. Об'єм плаву в кількості 60кг розпилюють пневматичними форсунками в грануляторі тарілчастого типу на шар грануляту, сюди ж у тарілку зі швидкістю 78 кг у годину подають 60кг зворотного продукту з діаметром часток переважно $(2-5) \times 10^{-3}$ м і температурою 25°С, при цьому співвідношення вихідних компонентів 1:1. Швидкість обертання тарілки 12 обертів за хвилину, напрямок обертання - по годинній стрілці, діаметр тарілки 0,7 м, висота борта 0,1 м. Тиск плаву перед пневматичною форсункою складає 1,1 атм, тиск повітря 1,7 атм. Витрата плаву 78 кг у годину. При цьому в зону подавання та розподілу зворотного продукту (12-3 години) подають 0,6 масових частин плаву сульфату алюмінію від його загальної кількості, що становить 36 кг плаву сульфату алюмінію із швидкістю 46,8 кг за годину. Частину плаву сульфату алюмінію, що залишилася, в кількості 0,4 масових частини, що становить 24 кг від загальної кількості, розпилюють у зоні 9-12 годин на частину продукту, що заковчується до низу.

При потрапленні розпилювального плаву на частинки грануляту відбувається грануляційна кристалізація.

Грануляційну кристалізацію ведуть до отримання готових гранул із фракційним складом в основному $(5-10) \times 10^{-3}$ м з температурою поверхневих шарів зокрема 65°С.

Отриманий гранулят у кількості 120 кг виводять на стадію класифікації, що здійснюють на грохоті. Зі стадії класифікації балансову кількість грануляту з розміром часток $(5-10) \times 10^{-3}$ м охолоджують, виводять як готову продукцію, а ретурну частину як зворотний продукт у вигляді гранул розміром переважно $(5-10) \times 10^{-3}$ м направляють в апарат повітряного охолодження, де їх до охолоджують до температури 25 °С і повертають на стадію подавання та розподілу зворотного продукту в гранулятор.

Вихід цільової фракції в грануляті становить 71%. Отримані готові гранули сульфату алюмінію мають міцність 4,5 МПа.

Приклад 2.

Для проведення досліду був приготовлений плав сульфату алюмінію шляхом розкладання водяної суспензії гідрату оксиду алюмінію сірчаною кислотою при температурі 95 °С, зміст оксиду алюмінію в плаву складає 16,5%. Навісок плаву в кількості 60 кг розпилюють пневматичними форсунками в гранулятор барабанного типу зі швидкістю 75 кг за годину на шар грануляту, в якості котрого використовують також зворотний продукт з

діаметром часток переважно $(5-10) \times 10^{-3}$ м у кількості 72 кг зі швидкістю 90

кг за годину і температурою 25 °С. Масове співвідношення вихідних компонентів 1,0:1,2 відповідно. Швидкість обертання барабана - 12 обертів за хвилину, діаметр - 0,9 м, довжина - 4,5 м. Тиск плаву перед пневматичними форсунками складає 1,12 атм, тиск повітря 1,7 атм. При цьому в зону подавання та розподілу зворотного продукту, де перебувають холодні частки ретур (перші 1,5 м довжини барабана) подають 0,6 масових частин плаву сульфату алюмінію від його загальної кількості, що становить 36 кг плаву із швидкістю 45 кг за годину. Частину плаву сульфату алюмінію, що залишилася, в кількості 0,4 масових частин, що становить 24 кг, розпилюють на спадаючі гранули продукту на протязі останніх 3,0 м, що залишилися.

При потрапленні розпилювального плаву на частинки ретуру відбувається грануляційна кристалізація.

Грануляційну кристалізацію ведуть до отримання готових гранул із фракційним складом переважно $(5-10) \times 10^{-3}$ м. У процесі отримання гранул частинки грануляту нагріті до середньої температури поверхневих шарів 65°С.

Отриманий гранулят у кількості 132 кг виводять на стадію охолодження, де його охолоджують до температури 25°С в апараті повітряного охолодження і 72 кг отриманого продукту повертають на стадію подавання та розподілу зворотного продукту в гранулятор. Залишок грануляту відправляють як готовий продукт до складу.

Вихід цільової фракції в грануляті становить 62%. Отримані готові гранули сульфату алюмінію мають міцність 4,5 МПа.

Результати дослідів приведені в таблиці, де дані характеристики готового продукту в залежності від умов його отримання.

Таким чином, як видно з таблиці, таке проведення процесу отримання гранульованого сульфату алюмінію з

умовами, які обговорені сукупністю всіх істотних ознак, дозволяє досягти підвищення монодісперсності отриманого продукту.

Спосіб апробований у дослідно - промислових умовах.

5

Формула винаходу

10 Спосіб одержання гранульованого сульфату алюмінію, що включає подавання плаву сульфату алюмінію в гранулятор для розпилення на шар грануляту, який обертають в грануляторі, грануляційну кристалізацію з відводом у вигляді пари води, одержання гранул з наступним їх охолодженням і використанням частини із них як зворотного продукту, що повертають на стадію подавання в гранулятор, при масовому співвідношенні зворотного продукту до плаву, що розпилюють, 1:(0,9-3,5) відповідно, який відрізняється тим, що плав сульфату алюмінію подають в гранулятор двома частинами, причому одну частину подають в зону подавання та розподілу зворотного продукту в грануляторі в кількості 0,4-0,8 масових частин плаву сульфату алюмінію від загальної кількості плаву, а другу - в зону гранулоутворення в грануляторі у кількості 0,2-0,6 масових частин плаву сульфату алюмінію від загальної кількості плаву.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

U A 8 2 1 9 7 C 2

U A 8 2 1 9 7 C 2

ТАБЛИЦЯ
результатів дослідів

№ п/п	Співвідно- шення плав:зворотний продукт	Співвідношення кількості розпилюваного плаву в зоні подачі та розподілу зворотнього продукту:загальна маса плаву (М)	Цільо- ва фрак- ція, %	Гранулометричний склад, %				Примітки
				менш 2 мм	2-5 мм	5-10 мм	більш 10 мм	
1	1:1	1:0,6	71	2	24	71	3	Оптимум для тарілчастого гранулятора
2	1:1,2	1:0,6	62	5	29	62	4	Оптимум для барабанного гранулятора
3	1:1	1:0,4	54	9	20	54	17	$M = M_{\min}$
4	1:1	1:0,8	53	11	21	53	15	$M = M_{\max}$
5	1:1	1:0,3	43	17	19	43	21	$M < M_{\min}$
6	1:1	1:0,9	42	18	20	42	20	$M > M_{\max}$
7	1:1	-	42	18	19	42	21	Прототип

Примітка: Досліди 1,3-7 – проводились на тарілчастому грануляторі. Дослід 2 проводились на барабанному грануляторі.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2008, N 06, 25.03.2008. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.